

試験法等の改正案について（新旧対照表）

（下線部：改正部分）

改正案	現行
<p>第3 器具及び容器包装</p> <p>A 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料一般の規格（略）</p> <p>B 器具又は容器包装一般の試験法 次に示すもの以外は、第2 添加物の部B 一般試験法の項に示すものを用いる。<u>規定の方法に代わる方法で、それが規定の方法以上の精度のある場合は、その方法を用いることができる。ただし、その結果について疑いのある場合は、規定の方法で最終の判定を行う。</u></p> <p>1 過マンガン酸カリウム消費量試験 過マンガン酸カリウム消費量試験法は、所定の方法によつて試料から水に移行する物質中に存在している過マンガン酸カリウムによつて酸化される物質の量を測定する試験法である。 操作法 三角フラスコに水100ml、硫酸(1→3)5ml及び0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液5mlを入れ、5分間煮沸した後、液を捨て水で洗う。この三角フラスコに試験溶液100mlを採り、硫酸(1→3)5mlを加え、更に0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液10mlを加え、加熱して5分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに0.005mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液で微紅色が消えずに残るまで滴定する。 別に同様な方法で空試験を行い、次式により過マンガン酸カリウム消費量を求める。 過マンガン酸カリウム消費量($\mu\text{g/ml}$) = $((a-b) \times 0.316 \times f \times 1,000) / 100$ ただし、a：本試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml) b：空試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml) f：0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液のファクター</p> <p>2 強度等試験法（略）</p> <p>3 原子吸光光度法 原子吸光光度法は、光が原子蒸気層を通過するとき基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し、試験溶液中の被検元素量の濃度を測定する方法である。 装置 通例、光源部、試料原子化部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。光源部には中空陰極ランプを用いる。試料原子化部はフレイム方式ではバーナー及びガス流量調節器、電気加熱方式は電気加熱炉及び電源部からなる。分光部には回折格子又は干渉フィルターを用いる。測光部は検出器及び信号処理系からなる。表示記録部にはディスプレイ、記録装置等がある。</p> <p>標準溶液</p>	<p>第3 器具及び容器包装</p> <p>A 器具若しくは容器包装又はこれらの原材料一般の規格（略）</p> <p>B 器具又は容器包装一般の試験法 次に示すもの以外は、第2 添加物の部B 一般試験法の項に示すものを用いる。</p> <p>1 過マンガン酸カリウム消費量試験法 過マンガン酸カリウム消費量試験法は、所定の方法によつて試料から水に移行する物質中に存在している過マンガン酸カリウムによつて酸化される物質の量を測定する試験法である。 操作法 三角フラスコに水100ml、硫酸(1→3)5ml及び0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液5mlを入れ、5分間煮沸した後、液を捨て水で洗う。この三角フラスコに試験溶液100mlを採り、硫酸(1→3)5mlを加え、更に0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液10mlを加え、加熱して5分間煮沸する。次いで、加熱をやめ、直ちに0.01mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加えて脱色した後、0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液で微紅色が消えずに残るまで滴定する。 別に同様な方法で空試験を行い、次式により過マンガン酸カリウム消費量を求める。 過マンガン酸カリウム消費量(ppm) = $((a-b) \times 1,000) / 100 \times 0.316$ ただし、a：本試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml) b：空試験の0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)</p> <p>2 強度等試験法（略）</p> <p>3 原子吸光光度法 原子吸光光度法は、光が原子蒸気層を通過するとき基底状態の原子が特有波長の光を吸収する現象を利用し、試験溶液中の被検元素量の濃度を測定する方法である。ここではフレイム方式(直接噴霧法)を用いる。 装置 通例、光源部、試料原子化部、分光部及び測光部からなる。光源部には中空陰極ランプを用いる。試料原子化部はバーナー及びガス流量調節器からなる。分光部には回折格子又はプリズムを用いる。測光部は検出器、指示計器等からなる。</p> <p>標準溶液</p>

別段の規定があるもののほか、被検元素に対応する標準溶液を用いる。

操作法

別に規定するもののほか、次のいずれかを用いる。

(1) フレーム方式 光源ランプ(被検元素に対応した中空陰極ランプを用いる。)を点灯させ、分光器を被検元素に対応する分析波長に合わせる。適当な電流値とスリット幅に設定し、ガス(アセチレンガス又は水素を用いる。)に点火した後、ガス及び圧縮空気の流量を調節し、溶媒をフレーム中に噴霧してゼロ合わせを行う。次に試験溶液又は被検元素の標準溶液をフレーム中に噴霧し、その吸光度を測定する。

(2) 電気加熱方式 光源ランプ(被検元素に対応した中空陰極ランプを用いる。)を点灯させ、分光器を被検元素に対応する分析波長に合わせた後、適当な電流値とスリット幅に設定する。次に試験溶液又は被検元素の標準溶液の一定量を電気加熱炉に注入し、適当な流量のフローガスを流し、適当な温度、時間、加熱モードで乾燥させ、灰化させたのち原子化させ、その吸光度を測定する。

吸光度の測定において、亜鉛は213.9nm、アンチモンは217.6nm、カドミウムは228.8nm、ゲルマニウムは265.2nm、鉛は283.5nm、バリウムは553.6nmの波長を用いる。

試験溶液の吸光度は、被検元素の標準溶液を用いて試験溶液の場合と同様に操作して得られた吸光度より大きくてはならない。

4 重金属試験法(追加)

重金属試験法は、試料から溶出してくる重金属の許容される限量を試験する方法である。この試験における重金属とは、酸性において硫化ナトリウム試液によって暗色を呈する金属性物質をいい、その量は、鉛(Pb)の量として表す。

操作法

試験溶液20mlを比色管に採り水を加えて50mlとする。別に鉛標準溶液(重金属試験用)2mlを比色管に採り、浸出用液20ml及び水を加えて50mlとし、比較標準液とする。両液に硫化ナトリウム試液2滴ずつを加えてよく混和し、5分間放置した後、両管を白色を背景として上方及び側方から観察するとき、試験溶液の呈する色は比較標準液の呈する色より濃くてはならない。ただし、浸出用液が水の場合には、試験溶液及び鉛標準溶液に4%酢酸5mlずつ加えたのち、水を加えて50mlとする。

5 蒸発残留物試験法

蒸発残留物試験法は、所定の方法によって試料より浸出用液に移行する物質の量を測定する試験である。

操作法

別段の規定があるもののほか、次の表の第1欄に掲げる食品と接触して使用する器具又は容器包装はそれぞれ第2欄に掲げる溶媒を浸出用液として用いて作った試験溶液について、次の試験を行う。

別段の規定があるもののほか、亜鉛標準原液、カドミウム標準原液、鉛標準原液又はバリウム標準原液をそれぞれ亜鉛標準溶液(原子吸光光度法用)、カドミウム標準溶液、鉛標準溶液(原子吸光光度法用)又はバリウム標準溶液(原子吸光光度法用)として用いる。

操作法

光源ランプ(亜鉛の試験にあつては亜鉛中空陰極ランプを、カドミウムの試験にあつてはカドミウム中空陰極ランプを、鉛の試験にあつては鉛中空陰極ランプを、バリウムの試験にあつてはバリウム中空陰極ランプを用いる。)を点灯させ、適当な電圧値に調節する。ガス(アセチレンガス又は水素に限る。)に点火した後、ガス及び圧縮空気の流量を調節する。次に試験溶液の一部をそれぞれフレーム中に噴霧し、亜鉛の試験にあつては波長213.9nmで、カドミウムの試験にあつては波長228.8nmで、鉛の試験にあつては波長283.5nmで、バリウムの試験にあつては波長553.6nmで吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度は、それぞれ亜鉛標準溶液(原子吸光光度法用)、カドミウム標準溶液、鉛標準溶液(原子吸光光度法用)又はバリウム標準溶液(原子吸光光度法用)を用いて試験溶液の場合と同様に操作して得られた吸光度より大きくてはならない。

4 蒸発残留物試験法

蒸発残留物試験法は、所定の方法によって試料より浸出用液に移行する物質の量を測定する試験である。

操作法

別段の規定があるもののほか、次の表の第1欄に掲げる食品の容器包装はそれぞれ第2欄に掲げる溶媒を浸出用液として用いて作った試験溶液について、器具は4%酢酸を浸出用液として用いて作った試験溶液について、次の試験を行う。

表 (別紙 1 参照)

試験溶液200~300ml (n-ヘプタンを浸出用液とした場合は、試験溶液200~300mlをナス型フラスコに移し、減圧濃縮して数mlとしたその濃縮液及びそのフラスコをヘプタン約5mlずつで2回洗った洗液)を、あらかじめ105°で乾燥した重量既知の白金製、石英製又は耐熱ガラス製の蒸発皿に採り、水浴上で蒸発乾固する。次いで、105°で2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷する。冷後、秤^{ひょう}量して蒸発皿の前後の重量差a(mg)を求め、次式により蒸発残留物の量を求める。

$$\text{蒸発残留物}(\mu\text{g/ml}) = ((a-b) \times 1,000) / \text{試験溶液の採取量(ml)}$$

ただし、b: 試験溶液と同量の浸出用液について得た空試験値(mg)

6 添加剤試験法

アミン類 (略)

アンチモン (削除)

クレゾールリン酸エステル

(1) 定性試験

試験溶液及びクレゾールリン酸エステル標準溶液をそれぞれ20μlずつ用いて、次の操作条件で液体クロマトグラフィーを行い、試験溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間とクレゾールリン酸エステル標準溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム充てん剤 フェニル化シリカゲルを用いる。

カラム管 内径4.6mm、長さ250mmのステンレス管を用いる。

カラム温度 50°

検出器 紫外部吸光度計を用い、波長264nmで操作する。

移動相 アセトニトリル及び水の混液(2:1)を用いる。クレゾールリン酸エステルが約9分で流出する流速に調整する。

表

試験溶液200~300ml (n-ヘプタンを浸出用液とした場合は、試験溶液200~300mlをナス型フラスコに移し、減圧濃縮して数mlとしたその濃縮液及びそのフラスコをn-ヘプタン約5mlずつで2回洗ったその洗液)を、あらかじめ105°で乾燥した重量既知の白金製又は石英製の蒸発皿に採り、水浴上で蒸発乾固する。次いで、105°で2時間乾燥した後、デシケーター中で放冷する。冷後、秤^{ひょう}量して蒸発皿の前後の重量差a(mg)を求め、次式により蒸発残留物の量を求める。

$$\text{蒸発残留物(ppm)} = ((a-b) \times 1,000) / \text{試験溶液の採取量(ml)}$$

ただし、b: 試験溶液と同量の浸出用液について得た空試験値(mg)

5 添加剤試験法

アミン類 (略)

アンチモン

試験溶液200mlを分解フラスコに採り、硫酸5mlを加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。冷後、液が澄明となるまで過酸化水素を一滴ずつ約1~2ml加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。このとき、液が着色するようであればこの操作を繰り返す。冷後、少量の水を加えて50mlのメスフラスコに移し、ヨード・L-アスコルビン酸試液10ml及び水を加えて50mlとする。別に4%酢酸を用いて試験溶液と同様に操作して得られた溶液を対照とし、波長330nmで吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度は、アンチモン比色標準溶液の吸光度より大きくてはならない。

クレゾールリン酸エステル

(1) 定性試験

試験溶液及びクレゾール標準溶液をそれぞれ5μlずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とクレゾール標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件1

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい149~177μm)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してトリキシレニルホスフェイトを10%及びリン酸を0.5%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ3mのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 140°

試験溶液注入口温度 220°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。220°付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。m-クレゾールが約10分で流出する流速に調節する。

操作条件2

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい149~177μm)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用変性ラノリンを10%含ませる。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間がクレゾールリン酸エステル標準溶液の液体クロマトグラムのピークの検出時間と一致するときは次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のクレゾールリン酸エステルのピーク面積を測定するとき、その面積は、クレゾールリン酸エステル標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

ゲルマニウム (削除)

ジブチルスズ化合物

(1) 定性試験

試験溶液及びジブチルスズ標準溶液をそれぞれ 2ml ずつ採り、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5ml 及びテトラエチルホウ酸ナトリウム試液 1ml を加えて直ちに密栓し、20 分間激しく振り混ぜる。これを室温で約 1 時間静置した後、ヘキサン層を分取する。これらを 1 μ l ずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィー・質量分析を行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とジブチルスズ標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径 0.25mm、長さ 30m のケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用 0~5% ジフェニルポリシロキサン含有ジメチルポリシロキサンを 0.25 μ m の厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 45° で 4 分間保持した後、毎分 15° で昇温し、300° に到達後 10 分間保持する。

試験溶液注入口温度 250°

検出器 質量分析計を用い、質量数 263 で検出す

カラム管 内径 3~4mm、長さ 3m のステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 160°

試験溶液注入口温度 250°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。250° 付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。m-クレゾールが約 15 分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間がクレゾール標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間の 1~3 個と一致するときは次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件 1 又は 2 のうちいずれか適切な条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のクレゾールのピーク面積を測定するとき、その面積は、クレゾール標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

ゲルマニウム

試験溶液 200ml を分解フラスコに採り、硫酸 5ml を加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。冷後、液が澄明となるまで過酸化水素を一滴ずつ約 1~2ml 加え、白煙が発生するまで加熱濃縮する。このとき、液が着色するようであればこの操作を繰り返す。冷後、少量の水を加えて 20ml のメスフラスコに移し、更に水を加えて 20ml とする。この液 10ml を分液漏斗に採り、塩酸 30ml 及び四塩化炭素 20ml を加えて 2 分間激しく振り混ぜた後、四塩化炭素層を分取し、これを四塩化炭素抽出液とする。次いで、0.05% フェニルフルオロン試液 2ml 及びエタノール 6ml を 20ml のメスフラスコに入れてあらかじめ混合したものに四塩化炭素抽出液 10ml を加え、更にエタノールを加えて正確に 20ml とする。別に 4% 酢酸を用いて試験溶液と同様に操作して得られた溶液を対照として、波長 508nm で吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度は、ゲルマニウム比色標準溶液の吸光度より大きくてはならない。

ジブチルスズ化合物

試験溶液及びジブチルスズ標準溶液をそれぞれ 3 μ l ずつ用いてメタノール及び 1mol/l 塩酸の混液 (3:1) を展開用溶媒として、ろ紙クロマトグラフィーを行い、次いでろ紙をアンモニア蒸気中に 5 分間放置した後、ピロカテコールバイオレット試液を噴霧するとき、ジブチルスズ標準溶液から得たはん点と同じ位置に青色のはん点を認めてはならない。ただし、ろ紙はクロマトグラフィー用 3 号を 10% フタル酸ジオクチル・メタノール試液に浸した後、風乾したものをを用いる。

る。
キャリアーガス ヘリウムを用いる。ジブチルスズ誘導体が約13分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とジブチルスズ標準溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のジブチルスズのピーク面積を測定するとき、その面積は、ジブチルスズ標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

6 ポーラログラフ法 (削除)

6 ポーラログラフ法

ポーラログラフ法は、通例滴水銀電極を陰極とし非極性の電極を陽極として、試験溶液をかき混ぜないで電解を行い、ポーラログラムを記録し、これを判断して分析を行う方法である。

交流又はク形波ポーラログラフ法とは、直流ポーラログラフ法における直流加電圧に微小交流電圧又はク形波電圧を重ねて電解を行い、そのとき流れる電解電流のうち交流成分のみを取り出して記録し、定性及び定量を行う方法である。

装置

通例、滴水銀電極、電解ビン及び対極からなる。電解ビンの構造は、滴水銀電極の挿入口、不活性ガスの通気口、排気口及び対極連絡端子を備えたものである。

操作法

試験溶液5mlを電解ビンに採り、電解ビンの白金線が隠れるまで水銀を注入した後、25°の恒温槽に入れ、滴水銀電極を挿入する。次いで、電解ビンに窒素を15分間通じた後、-1,000~-400mV間のポーラログラムを描かせる。鉛の試験にあつては、鉛の波高は鉛標準溶液(ポーラログラフ法用)を用いて試験溶液の場合と同様に操作して得られた波高より高くしてはならない。カドミウム及び鉛の試験にあつては、カドミウム及び鉛の波高はカドミウム・鉛標準溶液(ポーラログラフ法用)を用いて試験溶液の場合と同様に操作して得られた波高より高くしてはならない。

7 ヒ素試験法 (追加)

ヒ素試験法は、試料中に混在するヒ素の許容される限量を試験する方法である。その量は、三酸化二ヒ素の量として表す。

装置

概略は図による。(別紙2参照)

- A: 発生瓶 (肩までの容量約70ml)
- B: 排気管
- C: ガラス管 (内径5.6mm, 吸気管に入れる部分は先端を内径1mmに引き伸ばす。)
- D: 吸気管 (内径10mm)
- E: 小孔
- F: ガラス繊維 (約0.2g)

G : 5mlの標線

H及びJ : ゴム栓

L : 40mlの標線

排気管Bに約30mmの高さにガラス繊維Fを詰め、酢酸鉛試液及び水の等容量混液で均等に潤した後、下端から弱く吸引して、過量の液を除く。これをゴム栓Hの中心に垂直に差し込み、Bの下部の小孔Eは下にわずかに突きでるようにして発生瓶Aに付ける。Bの上端にはガラス管Cを垂直に固定したゴム栓Jを付ける。Cの排気管側の下端はゴム栓Jの下端と同一平面とする。

操作法

試験溶液を発生瓶に入れ、プロモフェノールブルー試液1滴を加え、アンモニア水又はアンモニア試液で中和する。ただし、浸出用液が水の場合には中和の操作は省略できる。この溶液に塩酸(1→2) 5ml及びよう化カリウム試液5mlを加え、2~3分間放置した後、塩化スズ(Ⅱ)試液5mlを加えて室温で10分間放置する。次に水を加えて40mlとし、亜鉛(ヒ素試験用) 2gを加え、直ちにB及びCを連結したゴム栓Hを発生瓶に付ける。Cの細管部の端はあらかじめヒ化水素吸収液5mlを入れた吸収管Dの底に達するようにしておく。次に発生瓶は25°の水中に肩まで浸し、1時間放置する。吸収管をはずし、必要があればピリジンを加えて5mlとし、吸収液の色を観察するとき、この色は、次の標準色よりも濃くない。

標準色の調製は、試験溶液と同量の浸出用液とヒ素標準溶液2.0mlを発生瓶に入れ、以下試験溶液と同様に操作して得た吸収液の呈色を標準色とする。

8 モノマー試験

エピクロルヒドリン

(1) 定性試験

試験溶液及びエピクロルヒドリン標準溶液をそれぞれ5μlずつ用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムとエピクロルヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムのエピクロルヒドリンのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径0.53mm、長さ30mのケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用ポリエチレングリコールを1μmの厚さでコーティングしたもの。

カラム温度 50°で5分間保持した後、毎分10°で昇温し、100°とする。

試験溶液注入口温度 220°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。220°付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素またはヘリウムを用いる。エピクロルヒドリンが約7分で流出する流量に調節する。

7 モノマー試験

エピクロルヒドリン

(1) 定性試験

試験溶液及びエピクロルヒドリン標準溶液をそれぞれ5μlずつ用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムとエピクロルヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムのエピクロルヒドリンのピークの検出時間を比較する。

操作条件1

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい177~250μm)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコールを20%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ2mのガラス管を用いる。

カラム温度 120°

試験溶液注入口温度 150°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。200°付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。エピクロルヒドリンが約4~5分で流出する流速に調節する。

操作条件2

カラム担体 ガスクロマトグラフ用テレフタル酸樹脂(標準網ふるい177~250μm)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用フタル酸エステルを10%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ2mのガラス管を用いる。

カラム温度 80°

試験溶液注入口温度 150°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。200°
付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。エピクロルヒドリンが約7~8分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とエピクロルヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムのエピクロルヒドリンのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のエピクロルヒドリンのピーク面積を測定するとき、その面積は、エピクロルヒドリン標準溶液のピーク面積よりも大きくてはならない。

塩化ビニリデン

(1) 定性試験

塩化ビニリデン標準溶液は、その50 μ lをN,N-ジメチルアセトアミド2.5mlを入れたバイアルに加え直ちにセプタムで密封する。次いで、試験溶液と標準溶液を密封したバイアルを90°に保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱し、それぞれのバイアルの気相0.5mlずつを用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニリデン標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニリデンのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径0.25mm、長さ25mのケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を3 μ mの厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度 80°で1分間保持した後、毎分10°で昇温し、250°に到達後10分間保持する。

試験溶液注入口温度 200°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。250°付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素またはヘリウムを用いる。塩化ビニリデンが約9分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニリデン標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニリデンのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中の塩化ビニリデンのピーク面積を測定するとき、その面積は、塩化ビニリデン標準溶液のピーク面積よりも大きくてはならない。

塩化ビニル

(1) 定性試験

塩化ビニル標準溶液はその50 μ lをN,N-ジメチルアセトアミド2.5mlを入れたバイアルに加え直ちにセプタムで密封する。次いで、試験溶液と標準溶液を密封

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とエピクロルヒドリン標準溶液のガスクロマトグラムのエピクロルヒドリンのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件1又は2のうちいずれか適切な操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中のエピクロルヒドリンのピーク高さを測定するとき、その高さは、エピクロルヒドリン標準溶液のピーク高さよりも高くしてはならない。

塩化ビニリデン

(1) 定性試験

試験溶液及び塩化ビニリデン標準溶液をそれぞれ10 μ lずつ用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニリデン標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニリデンのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい177~250 μ m)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用シリコンを25%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ3~4mのガラス管を用いる。

カラム温度 50~60°

試験溶液注入口温度 100~150°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。200°付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。塩化ビニリデンが約3~4分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニリデン標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニリデンのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中の塩化ビニリデンのピーク高さを測定するとき、その高さは、塩化ビニリデン標準溶液のピーク高さよりも高くしてはならない。

塩化ビニル

(1) 定性試験

試験溶液及び塩化ビニル標準溶液をそれぞれ10 μ lずつ用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出

したバイアルを90° に保ちながら時々振り混ぜて1時間加熱し、それぞれのバイアルの気相0.5mlずつを用いて次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムと塩化ビニル標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニルのピークの検出時間を比較する。ただし、金属缶の試験においては、バイアルにエタノール10mlを入れ、塩化ビニル標準溶液50 μ lを加えて直ちにセプタムで密封する。次いで、試験溶液と標準溶液を密封したバイアルを50° に保ちながら時々振り混ぜて30分間加熱する。

操作条件

カラム 内径0.25mm、長さ25mのケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用スチレン・ジビニルベンゼン系多孔性樹脂を3 μ mの厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 80° で1分間保持した後、毎分10° で昇温し、250° に到達後10分間保持する。

試験溶液注入口温度 200°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。250° 付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素またはヘリウムを用いる。塩化ビニルが約5分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニル標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニルのピークの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中の塩化ビニルのピーク面積を測定するとき、その面積は、塩化ビニル標準溶液のピーク面積より大きくてはならない。

カプロラクタム

(1) 定性試験

試験溶液及びカプロラクタム標準溶液をそれぞれ1 μ lずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とカプロラクタム標準溶液のガスクロマトグラムのカプロラクタムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム 内径0.32mm、長さ30mのケイ酸ガラス製細管に、ガスクロマトグラフィー用ジメチルポリシロキサンを5 μ mの厚さでコーティングしたものをを用いる。

カラム温度 240°

試験溶液注入口温度 240°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。240° 付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素またはヘリウムを用いる。カプロラクタムが約5分で流出する流速に調節する。

時間と塩化ビニル標準溶液のガスクロマトグラムの塩化ビニルのピークの検出時間を比較する。

操作条件1

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい149~177 μ m)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ポリプロピレングリコールを15~20%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ2~3mのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 60~70°

試験溶液注入口温度 150°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。200° 付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。塩化ビニルが約90秒で流出する流速に調節する。

操作条件2

カラム充てん剤 ガスクロマトグラフ用多孔性ポリマービーズ(標準網ふるい149~177 μ m)を用いる。

カラム管 内径3~4mm、長さ1.5mのステンレス管又はガラス管を用いる。

カラム温度 120°

試験溶液注入口温度 150°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。150° 付近で操作する。水素及び空気量は検出感度が最高となるように調節する。

キャリアーガス 窒素を用いる。塩化ビニルが約3~4分で流出する流速に調節する。

(2) 定量試験

(1) 定性試験において試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間と塩化ビニル標準溶液のガスクロマトグラムのピークの塩化ビニルの検出時間が一致するときは、次の試験を行う。

(1) 定性試験の操作条件1又は2のうちいずれか適切な操作条件の下に得られた試験結果を基とし、試験溶液中の塩化ビニルのピーク高さを測定するとき、その高さは、塩化ビニル標準溶液のピーク高さよりも高くしてはならない。

カプロラクタム

(1) 定性試験

試験溶液及びカプロラクタム標準溶液をそれぞれ2 μ lずつ用いて、次の操作条件でガスクロマトグラフィーを行い、試験溶液のガスクロマトグラムのピークの検出時間とカプロラクタム標準溶液のガスクロマトグラムのカプロラクタムのピークの検出時間を比較する。

操作条件

カラム担体 ガスクロマトグラフ用ケイソウ土(標準網ふるい149~177 μ m)を用いる。

カラム充てん剤 カラム担体に対してガスクロマトグラフ用ポリエチレングリコールを5%及び水酸化カリウムを1%含ませる。

カラム管 内径3~4mm、長さ1~2mのガラス管を用いる。

カラム温度 170°

試験溶液注入口温度 250°

検出器 水素炎イオン化検出器を用いる。250°