

(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、試験溶液中のカプロラクタムのピーク面積を測定するとき、その面積は、カプロラクタム標準溶液のピーク面積よりも大きくてはならない。

揮発性物質

(1) 検量線の作製

100mlのメスフラスコにテトラヒドロフラン約90mlを入れ、スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンそれぞれ約50mgを精密に採り、テトラヒドロフランを加えて100mlとする。この溶液1, 2, 3, 4及び5mlを採り、それぞれ20mlのメスフラスコに入れ、それぞれにジエチルベンゼン試液1mlを加えた後テトラヒドロフランを加えて20mlとし、これを標準溶液とする。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、得られたガスクロマトグラムからスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンのピーク面積とジエチルベンゼンのピーク面積との比を求め、それぞれの検量線を作成する。

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ポリエチレングリコールを0.5 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 60° から毎分4° で昇温して100° とし、更に毎分10° で昇温して150° 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。ジエチルベンゼンが約11分で流出する流速に調節する。

(2) 試験

試験溶液1 μ lを用いて(1)検量線の作製の場合と同様の操作条件によりガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムから各ピーク面積とジエチルベンゼンのピーク面積との比を求める。それぞれの検量線を用いてスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びプロピルベンゼンの各含量を求め、次式により各成分の濃度を求める。

$$\text{濃度}(\mu\text{g/g}) = \text{成分の含量}(\mu\text{g}) / \text{試料の重量}(\text{g})$$

ジフェニルカーボネート

(1) 定性試験

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。カプロラクタムが約7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、試験溶液中のカプロラクタムのピーク高さを測定するとき、その高さは、カプロラクタム標準溶液のピーク高さよりも高くしてはならない。

揮発性物質

(1) 検量線の作製

スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びn-プロピルベンゼンそれぞれ約50mgを精密に量り、100mlのメスフラスコに採り、ジメチルホルムアミドを加えて100mlとする。この溶液1, 2, 3, 4及び5mlを採り、それぞれ20mlのメスフラスコに入れ、それぞれにシクロペンタノール試液1mlを加えた後ジメチルホルムアミドを加えて20mlとし、これを標準溶液とする。標準溶液をそれぞれ3 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、得られたガスクロマトグラムからスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びn-プロピルベンゼンのピーク面積とシクロペンタノールのピーク面積との比を求め、それぞれの検量線を作製する。

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175~246 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25%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 90~110°

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。シクロペンタノールが約15~20分で流出する流速に調節する。

(2) 試験

試験溶液3 μ lを用いて(1)検量線の作製の場合と同様の操作条件によりガスクロマトグラフィーを行い、得られたガスクロマトグラムから各ピーク面積とシクロペンタノールのピーク面積との比を求める。それぞれの検量線を用いてスチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン及びn-プロピルベンゼンの各含量を求め、次式により各成分の濃度を求める。

$$\text{濃度}(\text{ppm}) = (\text{成分の含量}(\text{mg}) \times 1,000) / \text{試料の重量}(\text{g})$$

ジフェニルカーボネート

(1) 定性試験

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とジフェニルカーボネート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 オクタデシルシリ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 40°

検出器 紫外部吸光光度計を用いる。波長217nmで操作する。

移動相 A アセトニトリル B 水

濃度勾配 A : B (3 : 7) から (100 : 0) までの直線濃度勾配を35分間行つた後、アセトニトリルを10分間送液する。

(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とジフェニルカーボネートの液体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、試験溶液中のジフェニルカーボネートについてピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

ビスフェノールA (略)

フェノール (追加)

試験溶液20mlを採り、ホウ酸緩衝液3mlを加えてよく振り混ぜた後、4-アミノアンチピリン試液5ml及びヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液2.5mlを加え、更に水を加えて100mlとし、よく振り混ぜて室温で10分間放置する。別にフェノール標準溶液20mlを採り同様に操作する。波長510nmで吸光度を測定するとき、試験溶液の吸光度はフェノール標準溶液の吸光度より大きくてはならない。

ホルムアルデヒド (略)

メタクリル酸メチル

(1) 定性試験

試験溶液及びメタクリル酸メチル標準溶液をそれぞれ1μl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メタクリル酸メチル標準溶液のガスクロマトグラムのメタクリル酸メチル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5μmの厚さでコーティングしたものを用いる。

カラム温度 120° で1分間保持した後、毎分5° で昇温して170° とする。

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。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 窒素またはヘリウムを用いる。メタクリル酸メチルが約4~5分で流出する流速に調節す

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ジフェニルカーボネート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 オクタデシルシリ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 40°

検出器 波長217nmで操作する。

移動相 A アセトニトリル B 水

濃度勾配 A : B (3 : 7) から (100 : 0) までの直線濃度勾配を35分間行つた後、アセトニトリルを10分間送液する。

(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とジフェニルカーボネートの液体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、試験溶液中のジフェニルカーボネートについてピーク高法又はピーク面積法により定量を行う。

ビスフェノールA (略)

ホルムアルデヒド (略)

メタクリル酸メチル

(1) 定性試験

試験溶液及びメタクリル酸メチ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メタクリル酸メチル標準溶液のガスクロマトグラムのメタクリル酸メチル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177~250μm)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D-ソルビトールを30%含ませる。

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

カラム温度 70~80°

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。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。

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メタクリル酸メチル標準溶液のガスクロマトグラムのメタクリル酸メチ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、試験溶液中のメタクリル酸メチルのピーク面積を測定するとき、その面積は、メタクリル酸メチル標準溶液のピーク面積よりも大きくてはならない。

9 誘導結合プラズマ発光強度測定法 (追加)

誘導結合プラズマ発光強度測定法は、試料中に含まれる被検元素を、誘導結合プラズマ (ICP) により原子化し、励起し、これらにより得られた原子発光スペクトル線の発光強度から被検元素量 (濃度) を測定する方法である。

装置

通例、励起源部、試料導入部、発光部、分光部、測光部及び表示記録部からなる。励起源部は、試料を励起させ、発光させるための電気エネルギーを供給し制御する電源、制御系及び回路からなり、付属としてガス供給源や冷却装置を含む。試料導入部はネブライザー及び噴霧室からなる。発光部は、トーチ管及び高周波誘導コイル等からなる。分光部は集光計、回折格子等の分光器からなる。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。方式として、波長走査型分光器を用いる単元素逐次分析方式、波長走査型分光器を用いる多元素逐次分析方式及び波長固定型のポリクロメーターを用いる多元素同時分析方式がある。

標準溶液

別段の規定があるもののほかは、被検元素の標準溶液を用いる。

操作法

常時通電されている部分に異常がないことを確認した後、励起源部及び冷却装置の電源スイッチを入れる。真空型分光器を用いて真空紫外域の発光線を測定する場合には、発光部と分光器の間の光軸をアルゴン又は窒素で十分に置換しておく。アルゴン又は窒素を所定の流量に設定し、高周波電源を入れ、プラズマを点灯する。水銀ランプの発光線を用いて分光器の波長校正を行う。別に規定する方法で調製した試験溶液を導入し、適当な発光スペクトル線の発光強度を測定する。

試験溶液の発光強度は、被検元素の標準溶液を用いて同様に操作して得られた発光強度より大きくてはならない。

10 溶出試験における試験溶液の調製法

特に定める場合以外は、次の方法により試験溶液を調製する。

試料を水でよく洗い、指定された浸出用液を用いて次のように操作して作る。

試料の表面積1cm²につき2mlの割合の浸出用液を60°に加熱して用い、60°に保ちながら30分間放置する。ただし、使用温度が100°を超える試料であって水又は4%酢酸を浸出用液とする場合にあっては95°

キャリアーガス 窒素を用いる。メタクリル酸メチルが約2~3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メタクリル酸メチル標準溶液のガスクロマトグラムのメタクリル酸メチ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、試験溶液中のメタクリル酸メチルのピーク高さを測定するとき、その高さは、メタクリル酸メチル標準溶液のピーク高さよりも高くしてはならない。

8 溶出試験における試験溶液の調製法

特に定める場合以外は、次の方法により試験溶液を調製する。

試料を水でよく洗い、指定された浸出用液を用いて次のように操作して作る。

試料の表面積1cm²につき2mlの割合の浸出用液を用い、60°に保ちながら30分間放置する。ただし、使用温度が100°を超える試料であって水又は4%酢酸を浸出用液とする場合にあっては95°に保ちながら30分

に保ちながら30分間、ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては25°に保ちながら1時間放置する。

C 試薬、試液等

次に示すもの以外は、第2 添加物の部C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

なお、日本工業規格番号を記載し、特級、ひ素分析用等と記載したものは、それぞれ日本工業規格試薬の特級、ひ素分析用等の規格に適合するものであることを示す。

試薬、試液、容量分析用標準溶液及び標準溶液を保存するガラス容器は、溶解度及びアルカリ度が極めて小さく、鉛又はヒ素をできるだけ含まないものを用いる。

1 試薬

亜鉛(ヒ素分析用) Zn [K 8012, ひ素分析用] 砂状

アセチルアセトン $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$ [K 8027, 特級]

アセトニトリル CH_3CN [K 8032, 特級]

4-アミノアンチピリン $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_3\text{O}$ [K 8048, 特級]

アンモニア水 NH_3 [K 8085, 特級, 含量28~30%]

イソプロピルベンゼン 本品はイソプロピルベンゼン98%以上を含む

エタノール(99.5) $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ [K 8101, 特級]

エタノール(塩化ビニル試験用) エタノール(99.5), 塩化ビニルの試験を行うとき、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

エピクロロヒドリン $\text{C}_3\text{H}_5\text{ClO}$ 本品はエピクロロヒドリン98%以上を含む。

塩化アンチモン(III) SbCl_3 [K 8400, 特級]

塩化ビニリデン $\text{C}_2\text{H}_2\text{Cl}_2$ 本品は塩化ビニリデン99%以上を含む。

塩化ビニル $\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}$ 本品は塩化ビニル99.5%以上を含む。

塩酸(ヒ素分析用) HCl [K 8180, ひ素分析用]

カプロラクタム $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}$ 本品はカプロラクタム98%以上を含む。

過マンガン酸カリウム KMnO_4 [K 8247, 特級]

金属カドミウム Cd 本品はカドミウム99.9%以上を含む。

クエン酸一水和物 $\text{H}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ [K 8283, くえん酸一水和物, 特級]

クエン酸水素二アンモニウム $\text{C}_6\text{H}_7\text{N}_2\text{O}_7$ [K 8284, くえん酸水素二アンモニウム, 特級]

o-クレゾール $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$ (1級) (削除)

m-クレゾール $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$ (1級) (削除)

p-クレゾール $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$ (1級) (削除)

クレゾールリン酸エステル $(\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{O})_3\text{PO}$ 本品はクレゾールリン酸エステル90%以上を含む。

酢酸 CH_3COOH [K 8355, 特級]

酢酸アンモニウム $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ [K 8359, 特級]

酢酸ナトリウム CH_3COONa [K 8372, 特級]

酢酸鉛(II)三水和物 $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ [K 8374, 特級]

三酸化二ヒ素 As_2O_3 [K 8044, 三酸化二ヒ素, 特級]

シアン化カリウム KCN [K 8443, 特級]

間、n-ヘプタンを浸出用液とする場合にあっては25°に保ちながら1時間放置する。

C 試薬、試液等

次に示すもの以外は、第2 添加物の部C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

なお、(標準試薬), (特級), (一級), (無ヒ素)等と記載したもの又はこれらの記載がないものは、それぞれ日本工業規格試薬の標準試薬, 特級, 一級若しくは無ヒ素等の規格

に適合するもの又は日本工業規格試薬のこれらのもの以外の規格に適合するものであることを示す。

試薬、試液、容量分析用標準溶液及び標準溶液を保存するガラス容器は、溶解度及びアルカリ度が極めて小さく、鉛又はヒ素をできるだけ含まないものを用いる。

1 試薬

アセチルアセトン $\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{COCH}_3$ (特級)

アセトニトリル CH_3CN (特級)

アンチモン Sb (特級)

アンモニア NH_3 (特級)

イソプロピルベンゼン プロピルベンゼン, イソを見よ。

エタノール(塩化ビニル試験用) エタノールに硫酸第一鉄を加えて蒸留し、塩化ビニルの試験を行うとき、試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

エピクロロヒドリン $\text{C}_3\text{H}_5\text{ClO}$ (特級)

塩化ビニリデン $\text{C}_2\text{H}_2\text{Cl}_2$ 本品は塩化ビニリデン99%以上を含む。

塩化ビニル $\text{C}_2\text{H}_3\text{Cl}$ 本品は塩化ビニル99.5%以上を含む。

カプロラクタム $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NO}$ 本品はカプロラクタム98%以上を含む。

o-クレゾール $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$ (1級)

m-クレゾール $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$ (1級)

p-クレゾール $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3\text{OH}$ (1級)

N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀 C₅H₁₀AgNS₂ [K 9512, 特級]

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム (削除)
ジエチルベンゼン 本品は1,4-ジエチルベンゼン98%以上を含む。

シクロペンタノール C₅H₉OH (削除)

ジクロロメタン CH₂Cl₂ [K 8161, 特級]

N,N-ジメチルアセトアミド CH₃CON(CH₃)₂, 塩化ビニリデンまたは塩化ビニルの試験を行うとき, 試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

ジフェニルカーボネート (C₆H₅)₂CO₃ 本品はジフェニルカーボネート97%以上を含む。

シュウ酸アンモニウム一水和物 (NH₄)₂C₂O₄·H₂O [K 8521, しゅう酸アンモニウム一水和物, 特級]

シュウ酸ナトリウム NaC₂O₄ [K 8528, しゅう酸ナトリウム, 特級]

硝酸鉛(II) Pb(NO₃)₂ [K 8563, 特級]

硝酸バリウム Ba(NO₃)₂ [K 8565, 特級]

水酸化ナトリウム NaOH [K 8576, 特級]

スチレン C₆H₅CHCH₂ 本品はスチレン99%以上を含む。

窒素 N₂ 高純度窒素を用いる。

テトラエチルホウ酸ナトリウム (C₂H₅)₄BNa 本品はテトラエチルホウ酸ナトリウム98%以上を含む。

テトラヒドロフラン C₄H₈O [K 9705, 特級] 揮発性物質の試験を行うとき, 試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

トリエチルアミン (C₂H₅)₃N 本品はトリエチルアミン99%以上を含む。

トリブチルアミン (C₄H₉)₃N 本品はトリブチルアミン98%以上を含む。

トルエン C₆H₅CH₃ [K 8680, 特級]

二塩化ジブチルスズ (C₄H₉)₂SnCl₂ 本品は二塩化ジブチルスズ97%以上を含む。

二酸化ゲルマニウム GeO₂ 本品は二酸化ゲルマニウム99%以上を含む。

ビスフェノールA (CH₃)₂C(C₆H₄OH)₂ 本品はビスフェノールA 99%以上を含む。

ピリジン C₅H₅N [K 8777, 特級]

ピロカテコールバイオレット (削除)

フェニルフルオロン (削除)

フェノール C₆H₅OH [K 8798, 特級]

フタル酸ジオクチル C₆H₄(COOC₈H₁₇)₂(1号) (削除)

p-tert-ブチルフェノール (CH₃)₃CC₆H₄OH 本品はp-tert-ブチルフェノール99%以上を含む。

プロピルベンゼン C₆H₅C₃H₇ 本品はプロピルベンゼン97%以上を含む。

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム(C₂H₅)₂NCS₂Na ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウムを原子吸光度法用に精製したものをを用いる。

シクロペンタノール C₅H₉OH シクロペンタノールをガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。

ジクロロメタン CH₂Cl₂(特級)

ジフェニルカーボネート (C₆H₅)₂CO₃ 本品はジフェニルカーボネート97%以上を含む。

スチレン C₆H₅CHCH₂ スチレンをガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。

窒素 N₂ 高純度窒素を用いる。

テトラヒドロフラン C₄H₈O テトラヒドロフラン(特級)に硫酸第一鉄又は水素化リチウムアルミニウムを加えて蒸留し, 塩化ビニルの試験を行うとき, 試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

トリエチルアミン (C₂H₅)₃N 本品はトリエチルアミン99%以上を含む。

トリブチルアミン (C₄H₉)₃N 本品はトリブチルアミン98%以上を含む。

トルエン C₆H₅CH₃ トルエンをガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。

二塩化ジブチルスズ (C₄H₉)₂SnCl₂ 本品は二塩化ジブチルスズ99%以上を含む。

二酸化ゲルマニウム GeO₂(特級)

ビスフェノールA (CH₃)₂C(C₆H₄OH)₂ 本品はビスフェノールA 99%以上を含む。

ピロカテコールバイオレット C₁₉H₁₄O₇S 液層の長さ1cmで吸光度を測定するとき, その吸光度は, 再蒸留水に比較して445nmで1.0以上である。

フェニルフルオロン C₁₉H₁₂O₆ 本品は赤橙色の粉末で水にわずかに溶け, エタノールによく溶ける。

本品75mgを採り, 塩酸1.0ml及びメタノール40mlに溶かし, その10mlを採り, メタノールを加えて正確に250mlとする。この液について, 液層の長さ1cmでメタノールを対照として, 470nm付近における吸収の極大波長で吸光度を測定するとき, その値は0.70以上である。

フタル酸ジオクチル C₆H₄(COOC₈H₁₇)₂(1号)

p-tert-ブチルフェノール (CH₃)₃CC₆H₄OH 本品はp-tert-ブチルフェノール99%以上を含む。

n-プロピルベンゼン C₆H₅C₃H₇ n-プロピルベンゼンをガスクロマトグラフ用に精製したものをを用いる。

プロピルベンゼン, イソ (削除)
ブロモフェノールブルー $C_{19}H_{10}Br_4O_5S$ [K 8844, 特級]
ヘキサン C_6H_{14} [K 8848, 特級]
ヘキサシアノ鉄(Ⅲ)酸カリウム $K_3[Fe(CN)_6]$ [K 8801, 特級]

ヘプタン C_7H_{16} [K 9701, 特級]
ペンタン C_5H_{12} エピクロルヒドリンの試験を行うとき, 試験を妨害する物質を含まないことを確認する。

ホウ酸 H_3BO_3 [K 8863, ほう酸, 特級]
メタクリル酸メチル $C_5H_8COOCH_3$ 本品はメタクリル酸メチル98%以上を含む。
メチレンブルー $C_{16}H_{18}ClN_3S \cdot 3H_2O$ [K 8897, 特級]
2-メルカプトイミダゾリン $C_3H_6N_2S$ 本品は2-メルカプトイミダゾリン95%以上を含む。
ヨウ化カリウム KI [K 8913, よう化カリウム, 特級]
硫化ナトリウム九水和物 $Na_2S \cdot 9H_2O$ [K 8949, 特級]
硫酸 H_2SO_4 [K 8951, 特級]

2 試液

試液の調製には1 試薬に記載の試薬を用いる。
アセチルアセトン試液 酢酸アンモニウム150gを水に溶かし, 酢酸3ml及びアセチルアセトン2mlを加え, 更に水を加えて1,000mlとする。用時調製する。
4-アミノアンチピリン試液 4-アミノアンチピリン1.36gを水に溶かして1,000mlとする。
アンモニア試液 アンモニア水400mlを量り, 水を加えて1,000mlとする。
20%エタノール エタノール(99.5)40mlを量り, 水を加えて200mlとする。
塩化スズ(Ⅱ)試液 塩化スズ(Ⅱ)二水和物4gを量り, 塩酸(ヒ素分析用)125mlを加えて溶かし, 水を加えて250mlとする。共栓瓶に入れ, 密栓をして保存する。調製後1カ月以内に用いる。
6mol/l塩酸 塩酸540mlに水を加えて1,000mlとする。
1mol/l塩酸 塩酸90mlに水を加えて1,000mlとする。
0.1mol/l塩酸 1mol/l塩酸100mlに水を加えて1,000mlとする。
希硫酸(持続耐圧試験用) 硫酸7.54gを水1,000mlに徐々に加える。
0.5%クエン酸溶液 クエン酸一水和物5gを量り, 水を加えて1,000mlとし, 水酸化ナトリウム試液を用いてpHを3.5に調整する。
クエン酸アンモニウム試液 クエン酸水素二アンモニウム25gを水に溶かして100mlとする。
4%酢酸 酢酸40mlを量り, 水を加えて1,000mlとする。
酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 第1液: 酢酸12gを量り, 水を加えて100mlとする。第2液: 酢酸ナトリウム16.4gを水に溶かして100mlとする。第1液3容量と第2液7容量を混和する。
酢酸鉛試液 酢酸鉛(Ⅱ)三水和物11.8gを量り, 水を加えて溶かして100mlとし, 酢酸(1→4)2滴を加える。密栓して保存する。
シアン化カリウム試液: シアン化カリウム1gを水10mlに溶かす。用時調製する。

プロピルベンゼン, イソ $C_6H_5C_3H_7$ イソプロピルベンゼンをガスクロマトグラフ用に精製したものを用いる。

n-ヘプタン C_7H_{16} (特級)
n-ペンタン C_5H_{12} (特級)

メタクリル酸メチル $C_5H_8COOCH_3$ 本品はメタクリル酸メチル98%以上を含む。

2-メルカプトイミダゾリン $C_3H_6N_2S$ 本品は2-メルカプトイミダゾリン95%以上を含む。

2 試液

試液の調製には1 試薬に記載の試薬を用いる。
アセチルアセトン試液 酢酸アンモニウム150gを水に溶かし, 酢酸3ml及びアセチルアセトン2mlを加え, 更に水を加えて1,000mlとする。用時調製する。
4-アミノアンチピリン試液 4-アミノアンチピリン1.36gを水に溶かして1,000mlとする。
20%エタノール エタノール40mlを採り, 水を加えて190mlとする。

希硫酸(持続耐圧試験用) 硫酸37.7gに水を5Lを加える。
0.5%クエン酸溶液 クエン酸5gを採り, 水を加えて1,000mlとし, 水酸化ナトリウム試液(mol/l)を用いてpHを3.5に調整する。
クエン酸アンモニウム試液 クエン酸アンモニウム25gを水に溶かして100mlとする。
4%酢酸 酢酸40mlを採り, 水を加えて1,000mlとする。

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム試液 (削除)
ジエチルベンゼン試液 ジエチルベンゼン1mlにテトラヒドロフランを加えて100mlとし、その10mlを採り、更にテトラヒドロフランを加えて100mlとする。

シクロペンタノール試液 (削除)

2,6-ジクロロキノクロロイミドエタノール試液
2,6-ジクロロキノクロロイミド100mgをエタノールに溶かして10mlとする。

シュウ酸アンモニウム試液 シュウ酸アンモニウム水和物の飽和溶液である。シュウ酸アンモニウム水和物5gを水に溶かして100mlとする。

0.1mol/l硝酸 硝酸6.4mlに水を加えて1,000mlとする。

水酸化ナトリウム試液 水酸化ナトリウム4.3gを水に溶かし、100mlとする。

ゼラチン溶液 (削除)

テトラエチルホウ酸ナトリウム試液 テトラエチルホウ酸ナトリウム1gを水に溶かして50mlとする。用時調製する。

電解液 (削除)

ヒ化水素吸収液 N,N-ジエチルジチオカルバミド酸銀0.50gをピリジンに溶かして100mlとする。この液は遮光した共栓瓶に入れ、冷所に保存する。

ピロカテコールバイオレット試液 (削除)

0.05%フェニルフルオロン試液 (削除)

プロモフェノールブルー試液 プロモフェノールブルー0.1gを量り、50vol%エタノール100mlを加えて溶かし、必要があればろ過する。

ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム試液 ヘキサシアノ鉄(III)酸カリウム8.6gを水に溶かし、アンモニア水1.8ml及び水を加えて1,000mlとする。

10%フタル酸ジオクチル・メタノール試液 (削除)

ホウ酸緩衝液 第1液：水酸化ナトリウム4.0gを水に溶かして100mlとする。

第2液：ホウ酸6.2gを水に溶かして100mlとする。

第1液と第2液を等量混和する。

メチレンブルー試液(ピンホール試験用) メチレンブルー0.4gを量り、エタノール10mlを含む水に溶かして100mlとする。

ヨウ化カリウム試液 ヨウ化カリウム16.5gを量り、水を加えて溶かし100mlとする。遮光して保存する。

ヨード・L-アスコルビン酸試液 (削除)

硫化ナトリウム試液：硫化ナトリウム九水和物5gを量り、水10ml及びグリセリン30mlの混液を加えて溶かす。遮光した小瓶にほとんど全満し、密栓して保存する。調製後3か月以内に使用する。

3 容量分析用標準溶液

0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム約0.31gを水に溶かして1,000mlとする。遮光した共栓ビンに保存する。用時0.005mol/lシ

ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム試液 ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム10gを水に溶かして100mlとする。

シクロペンタノール試液 シクロペンタノール1mlにジメチルホルムアミドを加えて100mlとし、その10mlを採り、更にジメチルホルムアミドを加えて100mlとする。

2,6-ジクロロキノクロロイミドエタノール試液
2,6-ジクロロキノクロロイミド100mgをエタノールに溶かして10mlとする。

シュウ酸アンモニウム試液 シュウ酸アンモニウムの飽和溶液である。シュウ酸アンモニウム5gを水に溶かして100mlとする。

ゼラチン溶液 ゼラチン100mgに水100mlを加え、加温して溶かす。用時調製する。

電解液 70%過塩素酸7.8mlに水を加えて500mlとし、この液に0.1mol/l塩酸10ml及び水を加えて1,000mlとする。

ピロカテコールバイオレット試液 ピロカテコールバイオレット0.1gを水に溶かして100mlとする。

0.05%フェニルフルオロン試液 フェニルフルオロン0.05gを塩酸0.5mlを含むエタノールに溶かして100mlとする。

フェリシアン化カリウム試液 フェリシアン化カリウム8.6gを水に溶かし、強アンモニア試液1.8ml及び水を加えて1,000mlとする。

10%フタル酸ジオクチル・メタノール試液 フタル酸ジオクチル10gをメタノールに溶かして100mlとする。

ホウ酸緩衝液 第1液：水酸化ナトリウム4.0gを水に溶かして100mlとする。

第2液：ホウ酸18.5gを水に溶かして100mlとする。

第1液9容量と第2液10容量とを混和する。

メチレンブルー試液(ピンホール試験用) メチレンブルー0.4gを採り、エタノール10mlを含む水に溶かして100mlとする。

ヨード・L-アスコルビン酸試液 ヨウ化カリウム112g及びL-アスコルビン酸20gを水に溶かして500mlとする。

3 容量分析用標準溶液

0.002mol/l過マンガン酸カリウム溶液 過マンガン酸カリウム約0.33gを水に溶かして1,000mlとする。遮光した共栓ビンに保存する。用時0.01mol/lシ

シュウ酸ナトリウム溶液を用いて標定する。
標定 水100mlを採り、硫酸(1→3)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加えて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、過マンガン酸カリウム溶液を微紅色が消えずに残るまで滴加する。この液に硫酸(1→3)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加え、5分間煮沸した後、0.005mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加え、直ちに過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、次式により過マンガン酸カリウム溶液のファクターを求める。

$$\text{ファクター} = 10 / (5 + a)$$

ただし、a: 過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)

0.005mol/lシュウ酸ナトリウム溶液 シュウ酸ナトリウム(標準試薬)0.6700gを水に溶かして1,000mlとし、遮光した共栓ビンに保存する。調製後1箇月以内に使用する。

4 標準溶液, 標準原液

亜鉛標準原液 亜鉛1.0gを正確に量り、6mol/l塩酸に溶かして水浴上で蒸発乾固し、残留物に1mol/l塩酸を加えて1,000mlとする。本液1mlは亜鉛1mgを含む。

亜鉛標準溶液 亜鉛標準原液1mlを採り、水を加えて50mlとする。その1mlを採り試験溶液と同じ浸出用液を加えて20mlとする。水を浸出用液とする場合にはこれに塩酸5滴を加える。本液1mlは亜鉛1μgを含む。

アンチモン比色標準溶液 (削除)

アンチモン標準原液 塩化アンチモン(III)1.874gを量り、少量の塩酸(1→2)で溶解したのち、塩酸(2→5)を加えて1,000mlとする。本液1mlはアンチモン1mgを含む。

アンチモン標準溶液 アンチモン標準原液1mlを採り、4%酢酸を加えて100mlとし、その1mlを採り4%酢酸を加えて200mlとする。本液1mlはアンチモン0.05μgを含む。

エピクロルヒドリン標準溶液 エピクロルヒドリン100mgをペンタンに溶かして100mlとし、その1mlを採り、ペンタンを加えて100mlとする。更にこの液5mlを採り、ペンタンを加えて100mlとする。本液1mlはエピクロルヒドリン0.5μgを含む。

塩化ビニリデン標準溶液 100mlのメスフラスコに約98mlのN,N-ジメチルアセトアミドを入れ、シリコーンゴム栓をする。このメスフラスコに塩化ビニリデンを250μl、シリコーンゴム栓を通して注入する。更にシリコーンゴム栓を通してN,N-ジメチルアセトアミドを注入して100mlとする。この液1mlを採り、N,N-ジメチルアセトアミドを加えて50mlとする。本液1mlは塩化ビニリデン60μgを含む。

ウ酸ナトリウム溶液を用いて標定する。

標定 水100mlを採り、硫酸(1→3)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加えて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、過マンガン酸カリウム溶液を微紅色が消えずに残るまで滴加する。この液に硫酸(1→3)5ml及び過マンガン酸カリウム溶液5mlを加え、5分間煮沸した後、0.01mol/lシュウ酸ナトリウム溶液10mlを加え、直ちに過マンガン酸カリウム溶液で滴定し、次式により過マンガン酸カリウム溶液の規定度係数を求める。

$$\text{規定度係数} = 10 / (5 + a)$$

ただし、a: 過マンガン酸カリウム溶液の滴定量(ml)

0.01mol/lシュウ酸ナトリウム溶液 シュウ酸ナトリウム(標準試薬)0.6700gを水に溶かして1,000mlとし、遮光した共栓ビンに保存する。調製後1箇月以内に使用する。

0.1mol/l硝酸 硝酸6.4mlに水を加えて1,000mlとする。

4 標準溶液, 標準原液

亜鉛標準原液 亜鉛1.0gを6mol/l塩酸に溶かして水浴上で蒸発乾固し、残留物に1mol/l塩酸を加えて1,000mlとする。この液15mlを採り、0.1mol/l塩酸を加えて1,000mlとする。

アンチモン比色標準溶液 アンチモン500mgを採り、硫酸25mlを加え、加熱して溶かし、冷後、硫酸(1→6)を加えて500mlとし、その1mlを採り、硫酸(1→6)を加えて100mlとする。更にこの液1mlを50mlのメスフラスコに採り、硫酸(1→2)10ml、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。

エピクロルヒドリン標準溶液 エピクロルヒドリン1.0gをn-ペンタンに溶かして100mlとし、その1mlを採り、n-ペンタンを加えて100mlとする。更にこの液2.5mlを採り、n-ペンタンを加えて100mlとする。

塩化ビニリデン標準溶液 100mlのメスフラスコに約98mlの四塩化炭素及びテトラヒドロフランの混液(7:3)を入れ、シリコーンゴム栓をする。このメスフラスコに、塩化ビニリデンを正確に250μl、シリコーンゴム栓を通して注入する。更にシリコーンゴム栓を通して四塩化炭素及びテトラヒドロフランの混液(7:3)を注入して100mlとする。この液1mlを採り、四塩化炭素及びテトラヒドロフランの混液(7:3)を加えて100mlとし、更にその1mlを採り、四塩化炭素及びテトラヒドロフランの混液(7:3)を加えて100mlとする。