

○厚生労働省令第百二十四号

有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律（昭和四十八年法律第百十二号）第四条第一項及び第七条第三項の規定に基づき、有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律施行規則の一部を改正する省令を次のように定める。

平成二十七年七月九日

厚生労働大臣 塩崎 恭久

有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律施行規則の一部を改正する省令

有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律施行規則（昭和四十九年厚生省令第三十四号）の一部を次のように改正する。

様式第二を次のように改める。

様式第2 (第5条関係)

(表面)

第 号

氏 名

年 月 日生

家庭用品衛生監視員証明書

平成 年 月 日発行

所属庁

所属庁
印

写真
ちよう
付

所属
庁
印

12cm

8cm

(裏面)

この証明書を携帯する者は、有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律により立入検査、質問又は収去をする職権を行うもので、その関係条文は次のとおりであります。

有害物質を含有する家庭用品の規制に関する法律抜すい

(立入検査等)

第7条 厚生労働大臣又は都道府県知事は、この法律を施行するため必要があると認めるときは、家庭用品の製造、輸入若しくは販売の事業を行う者に対し、必要な報告をさせ、又は食品衛生監視員、薬事監視員その他の厚生労働省令で定める職員のうちからあらかじめ指定する者に、当該事業を行う者の事務所、工場、事業場、店舗若しくは倉庫に立ち入り、帳簿、書類その他の物件を検査させ、関係者に質問させ、若しくは試験に必要な限度において当該家庭用品を収去させることができる。

2 前項の規定により指定された者は、家庭用品衛生監視員と称する。

3 第1項の規定により家庭用品衛生監視員が立入検査、質問又は収去をする場合においては、その身分を示す証明書を携帯し、関係者に提示しなければならない。

4 第1項の規定による立入検査、質問及び収去の権限は、犯罪捜査のために認められたものと解釈してはならない。

別表第1 塩化水素又は硫酸の項の前に次のように加える。

<p>アゾ化合物（化学的変化により容易に4－アミノジフェニル、オルト－アニシジン、オルト－トルイジン、4－クロロ－2－メチルアニリン、2，4－ジアミノアニソール、4，4’－ジ</p>	<p>アゾ化合物を含む染料が使用されている繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、下着、寝衣、手袋、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具、床敷物、テーブル掛け、えり飾り、ハンカ</p>	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試料の調製</p> <p>(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合</p> <p>天然繊維のみから構成されている繊維製品又は分散染料が使用されていない化学繊維から構成されている繊維製品は、身体と接触する繊維（白色の繊維を除く。）の部分を細かく切ったものを試料とする。</p> <p>(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合</p> <p>分散染料が使用されている若しくはその可能性がある化学繊維から構成されている繊維製品又はそのような化学繊維から構成されている部分が天然繊維から構成されている部分と分離できない</p>
---	---	---

<p>アミノジフェニ ルエーテル、4 、4'—ジアミ ノジフェニルス ルフイド、4、 4'—ジアミノ —3、3'—ジ メチルジフェニ ルメタン、2、 4—ジアミノト ルエン、3、3 '—ジクロロ— 4、4'—ジア</p>	<p>チーフ並びにタ オル、バスマツ ト及び関連製品</p>	<p>繊維製品は、身体と接触する繊維（白色の繊維を除く。）の部分 を細長く短冊状に切つたものを試料とする。</p> <p>2 試験溶液の調製</p> <p>(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合</p> <p>1 試料の調製 (1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合 によつて得た試料1.0 gをガラス製で密せんできる容器（以下 「反応容器」という。）に正確に量り採り、メタノール2 mlを加 える。次に、あらかじめ70℃に加温したクエン酸緩衝液15mlを反 応容器に入れ密せんし、70±2℃で30分間加温する。次に、亜ジ チオン酸ナトリウム水溶液3 mlを加えて、密せんし激しく振り混 ぜた後、70±2℃で30分間加温する。次に、反応容器を2分以内 に20～25℃まで冷却する。次に、水酸化ナトリウム水溶液0.2ml を加え、激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込み、15</p>
--	--	---

ミノジフェニル
メタン、3, 3'
ージクロロベ
ンジジン、2,
4ージメチルア
ニリン、2, 6
ージメチルアニ
リン、3, 3'
ージメチルベン
ジジン (別名オ
ルトートリジン
)、3, 3'ー
ジメトキシベン

分間放置する。次に、メチルーtertーブチルエーテル10mlを反応容器に入れ、激しく振り混ぜ、そのメチルーtertーブチルエーテルを残留物とともに、ケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチルーtertーブチルエーテル10mlで反応容器を洗い、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチルーtertーブチルエーテル60mlをケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃以下で乾固しないように約1mlまで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチルーtertーブチルエーテルを加えて2～10mlの範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。

(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合

ジジン、2，4
，5—トリメチ
ルアニリン、2
—ナフチルアミ
ン（別名ベータ
—ナフチルアミ
ン）、パラーク
ロロアニリン、
ベンジジン、2
—メチル—4—
（2—トリルア
ゾ）アニリン、
2—メチル—5

1 試料の調製(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合
によつて得た試料1.0 gを正確に量り採り、還流冷却器内に、沸
騰した抽出液に直接触れないよう、かつ、冷却凝縮した抽出液が
十分に試料に浸潤するように、試料を宙づりに設置する。ナス型
フラスコ等に抽出溶媒としてクロロベンゼンを25ml以上加えて加
温し、クロロベンゼンが沸騰し、凝縮し、抽出が開始してから30
分間還流を行う。還流後、この抽出液を20～25℃まで冷却したの
ち、ロータリーエバポレーターを用いて45～60℃で少量の残さに
なるまで濃縮する。その後、メタノール1 mlずつ2回に分けてこ
れを反応容器に移す。その際、1回ごとに超音波浴を用いて染料
を分散させる。更に、試料を還流冷却器内から取り出し、試料が
完全に脱色されている場合には試料を破棄する。また、試料が脱
色されていない場合には、n—ペンタン又はメチル—t e r t—

一ニトロアニリン、4, 4'-メチレンジアニン又は2-メトキシ-5-メチルアニリンを生成するものに限る。)

ブチルエーテルを用いて試料に残留するクロロベンゼンを洗い、除去し、乾燥させた後、細かく切り、反応容器に加える。次に、あらかじめ70℃に加温したクエン酸緩衝液15mlを反応容器に入れ密せんし、70±2℃で30分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液3mlを加えて、密せんし、激しく振り混ぜた後、70±2℃で30分間加温する。次に、反応容器を2分以内に20～25℃まで冷却する。次に、水酸化ナトリウム水溶液0.2mlを加え、激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込み、15分間放置する。次に、メチル-tert-ブチルエーテル10mlを反応容器に入れ激しく振り混ぜ、そのメチル-tert-ブチルエーテルを残留物とともに、ケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチル-tert-ブチルエーテル10mlで反応容器を洗い、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、

溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチル—t e r t—ブチルエーテル60mlをケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃以下で乾固しないように約1mlまで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチル—t e r t—ブチルエーテルを加えて2～10mlの範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。

3 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。標準液及び試験溶液をそれぞれ正確に1ml試験管に採り、内部標準液50 μ lを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1～2 μ lを採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管からの採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液の

4-アミノジフェニル、オルト-アニシジン、オルト-トルイジン、4-クロロ-2-メチルアニリン、2, 4-ジアミノアニソール、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィド、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタン、2, 4-ジアミノトルエン、3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジクロロベンジジン、2, 4-ジメチルアニリン、2, 6-ジメチルアニリン、3, 3'-ジメチルベンジジン (別名オルト-トリジン)、3, 3'-ジメトキシベンジジン、2, 4, 5-トリメチルアニリン、2-ナフチルアミン (別名ベータ-ナフチルアミン)、パラ-クロロアニリン、ベンジジン、4, 4'-メチレンジアニン又は2-メトキシ-5-メチルアニリン (以下「4-アミノジフェニル等」という。) のそれぞれのモニターイオンのピークと保持時間が一致す

るピークが存在する場合には、4-アミノジフェニル等のそれぞれに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_t) を求める。同時に、標準液において得られたクロマトグラム上での4-アミノジフェニル等のそれぞれのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_s) を求める。このとき、次式により計算する試料 1 g についての4-アミノジフェニル等のそれぞれの量は、 $30 \mu\text{g}$ 以下でなければならない。

$$\begin{aligned} & \text{試料 1 g についての 4-アミノジフェニル等のそれぞれの含有量} \\ & (\mu\text{g}) \\ & = K \times \frac{R_t}{R_s} \times \text{試験溶液の液量 (ml)} \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}} \end{aligned}$$

ただし、 K : 4-アミノジフェニル等のそれぞれの標準液中の濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となつた物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μ mの35%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを用いる。

カラム温度 55℃で5分間保持し、その後230℃まで毎分15℃で昇温した後、290℃まで毎分5℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。

試験溶液注入口温度 250℃

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。4-アミノジフェニルが約17~18分、オルト-アニシジンが約11.5~12.5分、オル

トートルイジンが約10～11分、4-クロロ-2-メチルアニリンが約13～14分、2, 4-ジアミノアニソールが約15～16分、4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル、ベンジジン及び4, 4'-メチレンジアニリンが約22～23分、4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィドが約26～27分、4, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタンが約24～25分、2, 4-ジアミノトルエンが約14～15分、3, 3'-ジクロロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン、3, 3'-ジクロロベンジジン及び3, 3'-ジメトキシベンジジンが約26.5～27.5分、2, 4-ジメチルアニリン及び2, 6-ジメチルアニリンが約11～12分、3, 3'-ジメチルベンジジン（別名オルト-トリジン）が約24.5～25.5分、2, 4, 5-トリメチルアニリン及び2-メトキシ-5-メチルアニリンが約12.5～13.5分、2-ナフ

チルアミン（別名ベーターナフチルアミン）が約15.5～16.5分
並びにパラークロロアニリンが約12～13分（以下「4-アミノ
ジフェニル等の保持時間」という。）で流出する流速に調整す
る。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として「4-アミノジフェニル169」、「
オルト-アニシジン123」、「オルト-トルイジン106」、「4
-クロロ-2-メチルアニリン141」、「2, 4-ジアミノア
ニソール123」、「4, 4'-ジアミノジフェニルエーテル200
」、「4, 4'-ジアミノジフェニルスルフィド216」、「4
, 4'-ジアミノ-3, 3'-ジメチルジフェニルメタン226
」、「2, 4-ジアミノトルエン121」、「3, 3'-ジクロ
ロ-4, 4'-ジアミノジフェニルメタン266」、「3, 3'

—ジクロロベンジジン252」、「2, 4—ジメチルアニリン121」
、「2, 6—ジメチルアニリン121」、「3, 3′—ジメチルベンジジン（別名オルト—トリジン）212」、「3, 3′—ジメトキシベンジジン244」、「2, 4, 5—トリメチルアニリン120」、「2—ナフチルアミン（別名ベーター—ナフチルアミン）115」、「パラ—クロロアニリン127」、「ベンジジン184」、「4, 4′—メチレンジアアニリン198」及び「2—メトキシ—5—メチルアニリン137」（以下「4—アミノジフェニル等のモニターイオン」という。）を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

4 確認試験

3 試験において、試料1 gについての4—アミノジフェニル等

のそれぞれの量が一成分でも $30\mu\text{g}$ を超えて検出された場合には、次の(1)及び(2)の試験により、これが4-アミノジフェニル等のそれぞれによるものであることを確認しなければならない。

(1) ガスクロマトグラフ質量分析法

ガスクロマトグラフ質量分析法において、2 試験溶液の調製によつて得た試験溶液をスキヤンモード（範囲 $[m/z] = 60\sim 300$ ）で測定し得られた4-アミノジフェニル等のそれぞれのマススペクトルと、標準液を同様にして測定した際のマススペクトルが一致することを確認しなければならない。

(2) 高速液体クロマトグラフ法

2 試験溶液の調製によつて得た試験溶液及び標準液をそれぞれ一定量採り、不活性ガス気流下でメチル-tert-ブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノ

ール溶液から5～20 μ l採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在しなくてはならない。

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で4-アミノジフェニル等とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管 内径4.6 μ m、長さ150mmのステンレス管を用いる。

カラム充填剤 粒径3～5 μ mのオクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。

カラム温度 30～40℃

検出器 紫外可視検出器

検出波長 240、280、305、380nm等

移動相 溶離液 1 : 溶離液 2 = 90 : 10の状態から22.5分間かけて直線的に溶離液 1 : 溶離液 2 = 45 : 55とし、その後、5分間かけて直線的に溶離液 1 : 溶離液 2 = 5 : 95とした後、溶離液 1 : 溶離液 2 = 5 : 95で1分間保持する。次いで、0.5分間かけて直線的に溶離液 1 : 溶離液 2 = 90 : 10とし、溶離液 1 : 溶離液 2 = 90 : 10で6分間保持する。

流速 毎分0.6mlで27.5分間保持した後、1分間かけて直線的に毎分2mlとする。その後、2.5分間かけて直線的に毎分0.6mlとし、毎分0.6mlで4分間保持する。

5 試薬、標準液等

(1) メチル—t e r t—ブチルエーテル

日本工業規格試薬特級を用いる。

(2) クロロベンゼン

日本工業規格試薬特級を用いる。

(3) メタノール

日本工業規格試薬特級を用いる。

(4) n-ペンタン

日本工業規格試薬特級を用いる。

(5) 水酸化ナトリウム水溶液

水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）10 g を精製水90ml
に溶解させたものを用いる。

(6) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

(7) クエン酸緩衝液

クエン酸一水和物（日本工業規格試薬特級）12.526 g 及び水酸

化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）6.320 g を精製水に溶かし、1,000mlとする。この緩衝液はクエン酸として0.06mol/l、pH=6.0である。

(8) 亜ジチオン酸ナトリウム水溶液

亜ジチオン酸ナトリウム（日本工業規格試薬特級）20 g を精製水に溶かし、100mlとしたものを用いる。用時調製する。

(9) ケイソウ土カラム

内径25～30mm、長さ130～150mmで先端にガラスフィルター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土20 g を詰めたものを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。

(10) 標準液

4-アミノジフェニル等のそれぞれ10mgを正確に量り採り、メ

タノールを加えて溶解し正確に10mlとする。ここから1mlを採り、メタノールで正確に10mlとする。その3mlを正確に採り、メチルーtertブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、ここから1mlを正確に採り、メチルーtertブチルエーテルで正確に2 試験溶液の調製によつて得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものを標準液とする。ただし、同等の調製済み製品及び調製済み混合製品を使用してもよい。

(ii) 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。ナフタレン-d₈、ベンジジン-d₈、アントラセン-d₁₀等が使用できる。その内部標準物質10mgを正確に採り、メタノールで正確に10mlとする。その2

mlを採り、メチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、その1～5mlを採り、メチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に10mlとしたものを内部標準液とする。

(2) 溶離液 1

リン酸二水素カリウム0.68 gを精製水に溶解し全量を1,000mlとした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール150mlを加えたものを溶離液 1 とする。

(3) 溶離液 2

測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを溶離液 2 とする。

(4) 高純度ヘリウム

純度99.999%以上のものを用いる。

アゾ化合物を含

左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければな

<p>有する染料が使用されている革製品（毛皮製品を含む。）のうち、下着、手袋、中衣、外衣、帽子及び床敷物</p>	<p>らない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>革試料に接着剤等が使用されている場合には機械的に取り除く。その後、試料を約 1 mm 平方以下に細切する。この試料 1.0 g を正確に量り採り、反応容器に入れる。次に、n—ヘキサン 20ml を加え、40℃ で 20 分間超音波処理した後、n—ヘキサンを除去する。この操作を更に 1 回繰り返す。次に、反応容器の口を開け、局所排気装置内で一晩放置し、残留 n—ヘキサンを完全に除去する。次に、あらかじめ 70℃ に加温したクエン酸緩衝液 17ml を反応容器に入れ密せし、手で振とうした後、70 ± 2℃ で 25 分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 1.5ml を加え、70 ± 2℃ で 10 分間加温する。更に亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 1.5ml を加え、70 ± 2℃ で 10 分間加温する。その後、反応容器を 2 分以内に 20～25℃ まで冷却す</p>
--	--

る。この液をケイソウ土カラムに流し込み、15分間放置する。また、メチルーtert-ブチルエーテル5ml及び水酸化ナトリウム・メタノール溶液1mlを反応容器に入れ激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込む。更に、メチルーtert-ブチルエーテル15mlを反応容器に入れ、反応容器と残留物を洗い、洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチルーtert-ブチルエーテル20mlを反応容器に入れ同様に洗った後、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチルーtert-ブチルエーテル40mlをケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃以下で乾固しないように約1mlまで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチルーtert-ブチルエーテルを加えて2～10mlの

範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。

2 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。標準液及び試験溶液をそれぞれ正確に 1 ml 試験管に採り、内部標準液 50 μ l を加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から 1 ~ 2 μ l を採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管からの採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準液の 4-アミノジフェニル等それぞれのモニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、4-アミノジフェニル等それぞれに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_t) を求める。同時に、標準液において得られたクロマトグラム上での 4-アミノジフェニル等それぞれのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_s) を求める。このとき、次式

により計算する試料 1 g についての 4-アミノジフェニル等のそれぞれの量は $30 \mu\text{g}$ 以下でなければならない。

試料 1 g についての 4-アミノジフェニル等のそれぞれの含有量 (μg)

$$= K \times \frac{R_t}{R_s} \times \text{試験溶液の液量 (ml)} \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}}$$

ただし、K：標準液の 4-アミノジフェニル等それぞれの濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となった物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管 内径 0.25mm 、長さ 30m 、膜厚 $0.25 \mu\text{m}$ の 35% フェニル

メチルポリシロキサンを液相とするキヤピラリーカラムを用いる。

カラム温度 55℃で5分間保持し、その後230℃まで毎分15℃で昇温した後、290℃まで毎分5℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。

試験溶液注入口温度 250℃

キヤリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。4-アミノジフェニル等の保持時間で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として4-アミノジフェニル等のモニターイオンを選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

3 確認試験

2 試験において、試料 1 g についての 4-アミノジフェニル等それぞれの量が一成分でも $30 \mu\text{g}$ を超えて検出された場合には、次の (1) 及び (2) の試験により、これが 4-アミノジフェニル等それぞれによるものであることを確認しなければならない。

(1) ガスクロマトグラフ質量分析法

ガスクロマトグラフ質量分析法において、1 試験溶液の調製によつて得た試験溶液をスキヤンモード（範囲 $[m/z] = 60 \sim 300$ ）で測定し得られた 4-アミノジフェニル等のそれぞれのマススペクトルと、標準液を同様にして測定した際のマススペクトルが一致することを確認しなければならない。

(2) 高速液体クロマトグラフ法

1 試験溶液の調製によつて得た試験溶液及び標準液をそれぞ

れ一定量採り、不活性ガス気流下でメチル—t e r t—ブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶液から5～20 μ l採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在しなくてはならない。

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となった物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管 内径4.6 μ m、長さ150mmのステンレス管を用いる。

カラム充填剤 粒径3～5 μ mのオクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。

カラム温度 30～40℃

検出器 紫外可視検出器

検出波長 240、280、305、380nm等

移動相 溶離液1：溶離液2 = 90：10の状態から22.5分間かけて直線的に溶離液1：溶離液2 = 45：55とし、その後、5分間かけて直線的に溶離液1：溶離液2 = 5：95とした後、溶離液1：溶離液2 = 5：95で1分間保持する。次いで、0.5分間かけて直線的に溶離液1：溶離液2 = 90：10とし、溶離液1：溶離液2 = 90：10で6分間保持する。

流速 毎分0.6mlで27.5分間保持した後、1分間かけて直線的に毎分2mlとする。その後、2.5分間かけて直線的に毎分0.6mlとし、毎分0.6mlで4分間保持する。

4 試薬、標準液等

(1) メチル—t e r t—ブチルエーテル

日本工業規格試薬特級を用いる。

(2) メタノール

日本工業規格試薬特級を用いる。

(3) n—ヘキサン

日本工業規格試薬特級を用いる。

(4) 水酸化ナトリウム・メタノール溶液

水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）20 g をメタノール

（日本工業規格試薬特級）100mlに溶解したものをを用いる。

(5) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

(6) クエン酸緩衝液

クエン酸一水和物（日本工業規格試薬特級）12.526 g 及び水酸

化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）6.320 g を精製水に溶かし、1,000mlとする。この緩衝液はクエン酸として0.06mol/l、pH=6.0である。

(7) 亜ジチオン酸ナトリウム水溶液

亜ジチオン酸ナトリウム（日本工業規格試薬特級）20 g を精製水に溶かし、100mlとしたものを用いる。用時調製する。

(8) ケイソウ土カラム

内径25～30mm、長さ130～150mmで先端にガラスフィルター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土20 g を詰めたものを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。

(9) 標準液

4-アミノジフェニル等のそれぞれ10mgを正確に量り採り、メ

タノールを加えて溶解し正確に10mlとする。ここから1mlを採り、メタノールで正確に10mlとする。その3mlを正確に採り、メチルーtert-ブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、ここから1mlを正確に採り、メチルーtert-ブチルエーテルで正確に1 試験溶液の調製によつて得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものを標準液とする。ただし、同等の調製済み製品及び調製済み混合製品を使用してもよい。

(10) 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。ナフタレン-d₈、ベンジジン-d₈、アントラセン-d₁₀等が使用できる。その内部標準物質10mgを正確に採り、メタノールで正確に10mlとする。その2

		<p>mlを採り、メチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、その1～5mlを採り、メチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に10mlとしたものを内部標準液とする。</p> <p>① 溶離液 1</p> <p>リン酸二水素カリウム0.68 gを精製水に溶解し全量を1,000mlとした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール150mlを加えたものを溶離液 1 とする。</p> <p>② 溶離液 2</p> <p>測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを溶離液 2 とする。</p> <p>③ 高純度ヘリウム</p> <p>純度99.999%以上のものを用いる。</p>
アゾ化合物（化	アゾ化合物を含	左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければな

<p>学的変化により 容易にパラーフ エニルアゾアニ リンを生成する ものに限る。)</p>	<p>有する染料が使 用されている織 維製品のうち、 おしめ、おしめ カバー、下着、 寝衣、手袋、く つした、中衣、 外衣、帽子、寝 具、床敷物、テ ーブル掛け、え り飾り、ハンカ チーフ並びにタ オル、バスマツ</p>	<p>らない。</p> <p>1 試料の調製</p> <p>(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合</p> <p>天然繊維のみから構成されている繊維製品又は分散染料が使用されていない化学繊維から構成されている繊維製品は、身体と接触する繊維（白色の繊維を除く。）の部分を細かく切ったものを試料とする。</p> <p>(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合</p> <p>分散染料が使用されている若しくはその可能性がある化学繊維から構成されている繊維製品又はそのような化学繊維から構成されている部分が天然繊維から構成されている部分と分離できない繊維製品は、身体と接触する繊維（白色の繊維を除く。）の部分を細長く短冊状に切ったものを試料とする。</p>
--	--	--

ト及び関連製品 2 試験溶液の調製

(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合

1 試料の調製 (1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合
合によつて得た試料1.0 gを反応容器に正確に量り採り、メタノール2 mlを加える。次に、あらかじめ70℃に加温したクエン酸緩衝液15mlを反応容器に入れ密せんし、70±2℃で30分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液3 mlを加え、密せんし激しく振り混ぜた後、70±2℃で30分間加温する。次に、反応容器を2分以内に20～25℃まで冷却する。次に、10%水酸化ナトリウム水溶液0.2mlを加え、激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込み、15分間放置する。次に、メチルーtert-ブチルエーテル10mlを反応容器に入れ、激しく振り混ぜ、そのメチルーtert-ブチルエーテルを残留物とともに、ケイソウ土カラム

に流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチルーtert-ブチルエーテル10mlで反応容器を洗い、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチルーtert-ブチルエーテル60mlをケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃以下で乾固しないように約1mlまで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチルーtert-ブチルエーテルを加えて2～10mlの範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。

(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合

1 試料の調製 (2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合
によつて得た試料1.0gを正確に量り採り、還流冷却器内に、沸騰した抽出液に直接触れないよう、かつ、冷却凝縮した抽出液が

十分に試料に浸潤するように、試料を宙づりに設置する。ナス型フラスコ等に抽出溶媒としてクロロベンゼンを25ml以上加えて加温し、クロロベンゼンが沸騰し、凝縮し、抽出が開始してから30分間還流を行う。還流後、この抽出液を20～25℃まで冷却したのち、ロータリーエバポレーターを用いて45～60℃で少量の残さになるまで濃縮する。その後、メタノール1mlずつ2回に分けてこれを反応容器に移す。その際、1回ごとに超音波浴を用いて染料を分散させる。更に、試料を還流冷却器内から取り出し、試料が完全に脱色されている場合には試料を破棄する。また、試料が脱色されていない場合には、n-ペンタン又はメチル-tert-ブチルエーテルを用いて試料に残留するクロロベンゼンを洗い、除去し、乾燥させた後、細かく切り、反応容器に加える。次に、あらかじめ70℃に加温したクエン酸緩衝液15mlを反応容器に入れ

密せんし、 $70 \pm 2^{\circ}\text{C}$ で30分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 3mlを加えて、密せんし、激しく振り混ぜた後、 $70 \pm 2^{\circ}\text{C}$ で30分間加温する。次に、反応容器を2分以内に $20 \sim 25^{\circ}\text{C}$ まで冷却する。次に、10%水酸化ナトリウム水溶液0.2mlを加え、激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込み、15分間放置する。次に、メチルーtert-ブチルエーテル10mlを反応容器に入れ激しく振り混ぜ、そのメチルーtert-ブチルエーテルを残留物とともに、ケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチルーtert-ブチルエーテル10mlで反応容器を洗い、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチルーtert-ブチルエーテル60mlをケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータ

リーエバポレーターを用いて50℃以下で乾固しないように約1mlまで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチルtert-ブチルエーテルを加えて2～10mlの範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。

3 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液及び試験溶液をそれぞれ正確に1ml試験管に採り、内部標準液50 μ lを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1～2 μ lを採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管からの採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液のアニリン又は1, 4-フェニレンジアミンのモニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場

合には、アニリン又は1, 4-フェニレンジアミンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_t) を求める。同時に、アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液において得られたクロマトグラム上でのアニリン又は1, 4-フェニレンジアミンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_s) を求める。このとき、次式により計算する試料1 g についてのアニリン又は1, 4-フェニレンジアミンの量が5 μg未満でなければならない。

ただし、5 μg以上の場合には、4 追加試験を行わなければならない。

試料1 g についてのアニリン又は1, 4-フェニレンジアミン含有量 (μg)

$$= K \times \frac{R_t}{R_s} \times \text{試験溶液の液量 (ml)} \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}}$$

ただし、K：アニリン・1，4-フェニレンジアミン混合標準液
におけるアニリン又は1，4-フェニレンジアミンの濃度 ($\mu\text{g}/\text{m}$
l)

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となった物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μm の35%フェニル
メチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを用い
る。

カラム温度 55°Cで5分間保持し、その後230°Cまで毎分15°Cで
昇温した後、290°Cまで毎分5°Cで昇温し、更に310°Cまで毎分

20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。

試験溶液注入口温度 250℃

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。アニリンが約9～10分及び1, 4-フェニレンジアミンが約13～14分で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として「アニリン93」及び「1, 4-フェニレンジアミン108」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

4 追加試験

(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合

1 試料の調製(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合

合によつて得た試料1.0 g を反応容器に正確に量り採る。次に、2 %水酸化ナトリウム水溶液 9 ml及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 1 mlを加え、密せんし、激しく振り混ぜた後、 40 ± 2 °Cで30分間加温する。次に、反応容器を1分以内に20~25°Cまで冷却する。次に、メチル—t e r t—ブチルエーテル 5 mlを正確に加え、塩化ナトリウム 7 gを加える。この液について、振とう機を用いて1秒間に約5回の速度で45分間水平振とうを行う。なお、冷却後から振とう開始までの時間は5分を超えないようにする。その後、メチル—t e r t—ブチルエーテル層を分取し、試験溶液とする。この際、必要に応じて遠心分離操作を行つてよい。

(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合

1 試料の調製 (2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合によつて得た試料1.0 g を正確に量り採り、還流冷却器内に、沸

騰した抽出液に直接触れないよう、かつ、冷却凝縮した抽出液が十分に試料に浸潤するように、試料を宙づりに設置する。ナス型フラスコ等に抽出溶媒としてクロロベンゼンを25ml以上加えて加温し、クロロベンゼンが沸騰し、凝縮し、抽出が開始してから30分間還流を行う。還流後、この抽出液を20～25℃まで冷却したのち、ロータリーエバポレーターを用いて45～60℃で少量の残さになるまで濃縮する。その後、メタノール4 mlを加え、超音波浴を用いて染料を分散させてから反応容器に移す。このナス型フラスコ等をメタノール1 mlで洗い、洗液を反応容器に移す。この操作を3回繰り返す。この際、必要に応じて超音波浴を使用する。更に、試料を還流冷却器内から取り出し、試料が完全に脱色されている場合には試料を破棄する。また、試料が脱色されていない場合には、n-ペンタン又はメチル-tert-ブチルエーテルを

用いて試料に残留するクロロベンゼンを洗い、除去し、乾燥させた後、細かく切り、反応容器に加える。次に、2%水酸化ナトリウム水溶液 9 ml 及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 1 ml を加え密封し、激しく振り混ぜた後、 40 ± 2 °C で 30 分間加温する。次に、反応容器を 1 分以内に $20 \sim 25$ °C まで冷却する。次に、メチルtertブチルエーテル 5 ml を正確に加え、塩化ナトリウム 7 g を加える。この液について、振とう機を用いて 1 秒間に約 5 回の速度で 45 分間水平振とうを行う。なお、冷却後から振とう開始までの時間は 5 分を超えないようにする。その後、メチルtertブチルエーテル層を分取し、試験溶液とする。この際、必要に応じて遠心分離操作を行ってよい。

(3) 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。パラフェニルアゾ

アニリン標準液及び4 追加試験(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合又は(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合によつて得た試験溶液をそれぞれ1 ml試験管に採り、内部標準液50 μ lを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1 ~ 2 μ lを採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管からの採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、パラフェニルアゾアニリン標準液のパラフェニルアゾアニリンのモニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、パラフェニルアゾアニリンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_t) を求める。同時に、パラフェニルアゾアニリン標準液において得られたクロマトグラム上でのパラフェニルアゾアニリンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_s) を

求める。このとき、次式により計算する試料 1 g についてのパラ
ーフエニルアゾアニリンの量は $30 \mu\text{g}$ 以下でなければならない。

$$\begin{aligned} & \text{試料 1 g についてのパラーフエニルアゾアニリン含有量 } (\mu\text{g}) \\ & = K \times \frac{R_t}{R_s} \times 5 \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}} \end{aligned}$$

ただし、K : パラーフエニルアゾアニリン標準液の濃度 (μg
/ml)

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、
カラム等により、クロマトグラム上で試験の対象となつた物質と
それ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択す
ることが望ましい。

カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚 $0.25 \mu\text{m}$ の35%フエニ
ルメチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを

用いる。

カラム温度 55℃で5分間保持し、その後230℃まで毎分15℃で昇温した後、290℃まで毎分5℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。

試験溶液注入口温度 250℃

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。パラフェニルアゾアニリンが約21～22分で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として「パラフェニルアゾアニリン197」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

5 確認試験

4 追加試験において、試料 1 g についてのパラフェニルアゾアニリンの量が $30 \mu\text{g}$ を超えて検出されたときは、次の (1) 及び (2) の試験により、これがパラフェニルアゾアニリンによるものであることを確認しなければならない。

(1) ガスクロマトグラフ質量分析法

ガスクロマトグラフ質量分析法において、4 追加試験 (1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合又は (2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合によつて得た試験溶液をスキャンモード（範囲 $[m/z] = 60 \sim 300$ ）で測定し得られたパラフェニルアゾアニリンのマススペクトルと、パラフェニルアゾアニリン標準液を同様にして測定した際のマススペクトルが一致することを確認しなければならない。

(2) 高速液体クロマトグラフ法

4 追加試験(1) 分散染料が使用されていない繊維製品の場合
又は(2) 分散染料が使用されている繊維製品の場合によつて得た
試験溶液及びパラフェニルアゾアニリン標準液をそれぞれ一定
量採り、不活性ガス気流下でメチル—t e r t—ブチルエーテル
を除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶
液から5～20 μ l採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液の
クロマトグラム上に、パラフェニルアゾアニリン標準液のピー
クと保持時間が一致するピークが存在しなくてはならない。

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、
カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となつた物
質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選
択することが望ましい。

カラム管 内径4.6 μm 、長さ150mmのステンレス管を用いる。

カラム充填剤 粒径3～5 μm のオクタデシルシリル化シリカ
ゲルを用いる。

カラム温度 30～40℃

検出器 紫外可視検出器

検出波長 240、280、305、380nm等

移動相 溶離液1：溶離液2 = 90：10の状態から22.5分間かけて直線的に溶離液1：溶離液2 = 45：55とし、その後、5分間かけて直線的に溶離液1：溶離液2 = 5：95とした後、溶離液1：溶離液2 = 5：95で1分間保持する。次いで、0.5分間かけて直線的に溶離液1：溶離液2 = 90：10とし、溶離液1：溶離液2 = 90：10で6分間保持する。

流速 毎分0.6mlで27.5分間保持した後、1分間かけて直線的

に毎分 2 ml とする。その後、2.5 分間かけて直線的に毎分 0.6 ml とし、毎分 0.6 ml で 4 分間保持する。

6 試薬、標準液等

(1) メチル—t e r t—ブチルエーテル

日本工業規格試薬特級を用いる。

(2) クロロベンゼン

日本工業規格試薬特級を用いる。

(3) メタノール

日本工業規格試薬特級を用いる。

(4) n—ペンタン

日本工業規格試薬特級を用いる。

(5) 10%水酸化ナトリウム水溶液

水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）10 g を精製水 90 ml

に溶解させたものを用いる。

(6) 2%水酸化ナトリウム水溶液

水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）2 gを精製水98ml

に溶解させたものを用いる。

(7) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

(8) 塩化ナトリウム

日本工業規格試薬特級を用いる。

(9) クエン酸緩衝液

クエン酸一水和物（日本工業規格試薬特級）12.526 g及び水酸

化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）6.320 gを精製水に溶か

し、1,000mlとする。この緩衝液はクエン酸として0.06mol/l、

pH=6.0である。

(10) 亜ジチオン酸ナトリウム水溶液

亜ジチオン酸ナトリウム（日本工業規格試薬特級）20 g を精製水に溶かし、100mlとしたものを用いる。用時調製する。

(11) ケイソウ土カラム

内径25～30mm、長さ130～150mmで先端にガラスフィルター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土20 g を詰めたものを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。

(12) パラーフェニルアゾアニリン標準液

パラーフェニルアゾアニリン10mgを正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に10mlとする。ここから1 mlを採り、メタノールで正確に10mlとする。その1 mlを正確に採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、ここから3

mlを正確に採りメチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に5 ml
としたものをパラ—フェニルアゾアニリン標準液とする。

(13) 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。ナフタレン—d₈、ベンジジン—d₈、アントラセン—d₁₀等が使用できる。その内部標準物質を正確に10mg採り、メタノールで正確に10mlとする。その2 mlを採り、メチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に10mlとする。この溶液を1～5ml採り、メチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に10mlとしたものを、内部標準液とする。

(14) アニリン・1, 4—フェニレンジアミン混合標準液

アニリン及び1, 4—フェニレンジアミンそれぞれ10mgを正確

に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に10mlとする。ここから1mlを採り、メタノールで正確に10mlとする。その0.5mlを正確に採り、メチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、ここから1mlを正確に採りメチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に2 試験溶液の調製によつて得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものをアニリン・1，4—フェニレンジアミン混合標準液とする。

(5) 溶離液 1

リン酸二水素カリウム0.68 g を精製水に溶解し全量を1,000mlとした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール150mlを加えたものを溶離液 1 とする。

(6) 溶離液 2

測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを

	<p>溶離液 2 とする。</p> <p>(17) 高純度ヘリウム</p> <p>純度99.999%以上のものを用いる。</p>
<p>アゾ化合物を含む染料が使用されている革製品（毛皮製品を含む。）のうち、下着、手袋、中衣、外衣、帽子及び床敷物</p>	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>革試料に接着剤等が使用されている場合には機械的に取り除く。</p> <p>その後、試料を約 1 mm 平方以下に細切する。この試料 1.0 g を正確に量り採り、反応容器に入れる。次に、n—ヘキサン 20ml を加え、40℃で20分間超音波処理した後、n—ヘキサンを除去する。この操作を更に 1 回繰り返す。次に、反応容器の口を開け、局所排気装置内で一晩放置し、残留 n—ヘキサンを完全に除去する。次に、あらかじめ 70℃ に加温したクエン酸緩衝液 17ml を反応容器に入れ密せん</p>

し、手で振とうした後、 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ で25分間加温する。次に、亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5mlを加え、 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ で10分間加温する。更に亜ジチオン酸ナトリウム水溶液1.5mlを加え、 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ で10分間加温する。その後、反応容器を2分以内に $20 \sim 25^\circ\text{C}$ まで冷却する。この液をケイソウ土カラムに流し込み、15分間放置する。また、メチルーtert-ブチルエーテル5ml及び水酸化ナトリウム・メタノール溶液1mlを反応容器に入れ激しく振り混ぜた後、ケイソウ土カラムに流し込む。更に、メチルーtert-ブチルエーテル15mlを反応容器に入れ、反応容器と残留物を洗い、洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液をナス型フラスコ等に採る。更に、メチルーtert-ブチルエーテル20mlを反応容器に入れ同様に洗った後、その洗液をケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。次に、メチルーtert-ブチルエーテル40

mlをケイソウ土カラムに流し込み、溶出液を当該ナス型フラスコ等に採る。この溶出液について、ロータリーエバポレーターを用いて50℃以下で乾固しないように約1mlまで濃縮する。これをメスフラスコに移しメチル—tert—ブチルエーテルを加えて2～10mlの範囲で一定量に正確に定容したものを試験溶液とする。

2 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。アニリン・1, 4—フェニレンジアミン混合標準液及び試験溶液をそれぞれ正確に1ml試験管に採り、内部標準液50 μ lを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1～2 μ lを採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管からの採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、アニリン・1, 4—フェニレンジアミン混合標準液のアニリン又は1, 4—フェニレンジアミンの

モニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、アニリン又は1, 4-フェニレンジアミンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_t) を求める。同時に、アニリン・1, 4-フェニレンジアミン混合標準液において得られたクロマトグラム上でのアニリン又は1, 4-フェニレンジアミンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_s) を求める。このとき、次式により計算する試料1 g についてのアニリン又は1, 4-フェニレンジアミンの量が5 μ g未満でなければならない。

ただし、5 μ g以上の場合には、3 追加試験を行わなければならない。

試料1 g についてのアニリン又は1, 4-フェニレンジアミン含有量 (μ g)

$$= K \times \frac{R_t}{R_s} \times \text{試験溶液の液量 (ml)} \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}}$$

ただし、K：アニリン・1，4-フェニレンジアミン混合標準液におけるアニリン又は1，4-フェニレンジアミンの濃度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で試験の対象となった物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μm の35%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを用いる。

カラム温度 55°Cで5分間保持し、その後230°Cまで毎分15°Cで

昇温した後、290℃まで毎分5℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。

試験溶液注入口温度 250℃

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。アニリンが約9～10分及び1, 4-フェニレンジアミンが約13～14分で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として「アニリン93」及び「1, 4-フェニレンジアミン108」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

3 追加試験

(1) 試験溶液の調製

革試料に接着剤等が使用されている場合には機械的に取り除く。その後、試料を約 1 mm 平方以下に細切する。この試料 1.0 g を正確に量り採り、反応容器に入れる。次に、n-ヘキサン 20 ml を加え、40℃で 20 分間超音波処理した後、n-ヘキサンを除去する。この操作を更に 1 回繰り返す。次に、反応容器の口を開け、局所排気装置内で一晩放置し、残留 n-ヘキサンを完全に除去する。2% 水酸化ナトリウム水溶液 9 ml 及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液 1 ml を加え、密せんし、激しく振り混ぜた後、40 ± 2℃で 30 分間加温する。次に、反応容器を 1 分以内に 20 ~ 25℃まで冷却する。次に、メチル-tert-ブチルエーテル 5 ml を正確に加え、塩化ナトリウム 7 g を加える。この液について、振とう機を用いて 1 秒間に 5 回の速度で 45 分間水平振とうを行う。なお、冷却後から振とう開始までの時間は 5 分を超えないようにする。そ

の後、メチル—t e r t—ブチルエーテル層を分取し、試験溶液とする。この際、必要に応じて遠心分離操作を行つてよい。

(2) 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。パラフェニルアゾアニリン標準液及び3 追加試験(1) 試験溶液の調製によつて得た試験溶液をそれぞれ1 ml試験管に採り、内部標準液50 μ lを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から1 ~ 2 μ lを採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、それぞれの試験管からの採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、パラフェニルアゾアニリン標準液のパラフェニルアゾアニリンのモニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、パラフェニルアゾアニリンに相当するピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (R_t) を求める

。同時に、パラフェニルアゾアニリン標準液において得られたクロマトグラム上でのパラフェニルアゾアニリンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比 (Rs) を求める。このとき、次式により計算する試料 1 g についてのパラフェニルアゾアニリンの量は 30 μ g 以下でなければならない。

$$\begin{aligned} & \text{試料 1 g についてのパラフェニルアゾアニリン含有量 (}\mu\text{g)} \\ & = K \times \frac{R_t}{R_s} \times 5 \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}} \end{aligned}$$

ただし、K : パラフェニルアゾアニリン標準液の濃度 (μ g /ml)

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で試験の対象となった物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択す

ることが望ましい。

カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μ mの35%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを用いる。

カラム温度 55℃で5分間保持し、その後230℃まで毎分15℃で昇温した後、290℃まで毎分5℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、5分間保持する。

試験溶液注入口温度 250℃

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。パラフェニルアゾアニリンが約21～22分で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス又はスプリット

モニターイオン 原則として「パラフェニルアゾアニリン197」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により

、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

4 確認試験

3 追加試験において、試料 1 g についてのパラフェニルアゾアニリンの量が $30 \mu\text{g}$ を超えて検出されたときは、次の (1) 及び (2) の試験により、これがパラフェニルアゾアニリンによるものであることを確認しなければならない。

(1) ガスクロマトグラフ質量分析法

ガスクロマトグラフ質量分析法において、3 追加試験 (1) 試験溶液の調製によつて得た試験溶液をスキャンモード（範囲 $[m/z] = 60 \sim 300$ ）で測定し得られたパラフェニルアゾアニリンのマススペクトルと、パラフェニルアゾアニリン標準液を同様にして測定した際のマススペクトルが一致することを確認しな

ければならない。

(2) 高速液体クロマトグラフ法

3 追加試験(1) 試験溶液の調製によつて得た試験溶液及びパラフェニルアゾアニリン標準液をそれぞれ一定量採り、不活性ガス気流下でメチル—tert—ブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶液から5～20 μ l採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、パラフェニルアゾアニリン標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在しなくてはならない。

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となつた物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選

択することが望ましい。

カラム管 内径 $4.6\mu\text{m}$ 、長さ 150mm のステンレス管を用いる。

カラム充填剤 粒径 $3\sim 5\mu\text{m}$ のオクタデシルシリル化シリカ
ゲルを用いる。

カラム温度 $30\sim 40^{\circ}\text{C}$

検出器 紫外可視検出器

検出波長 $240、280、305、380\text{nm}$ 等

移動相 溶離液1 : 溶離液2 = $90 : 10$ の状態から 22.5 分間かけて直線的に溶離液1 : 溶離液2 = $45 : 55$ とし、その後、 5 分間かけて直線的に溶離液1 : 溶離液2 = $5 : 95$ とした後、溶離液1 : 溶離液2 = $5 : 95$ で 1 分間保持する。次いで、 0.5 分間かけて直線的に溶離液1 : 溶離液2 = $90 : 10$ とし、溶離液1 : 溶離液2 = $90 : 10$ で 6 分間保持する。

流速 毎分0.6mlで27.5分間保持した後、1分間かけて直線的に毎分2mlとする。その後、2.5分間かけて直線的に毎分0.6mlとし、毎分0.6mlで4分間保持する。

5 試薬、標準液等

(1) メチル—tert—ブチルエーテル

日本工業規格試薬特級を用いる。

(2) メタノール

日本工業規格試薬特級を用いる。

(3) n—ヘキサン

日本工業規格試薬特級を用いる。

(4) 水酸化ナトリウム・メタノール溶液

水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）20gをメタノール100mlに溶解させたものを用いる。

(5) 水酸化ナトリウム水溶液

水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）2 g を精製水98ml
に溶解させたものを用いる。

(6) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

(7) クエン酸緩衝液

クエン酸一水和物（日本工業規格試薬特級）12.526 g 及び水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）6.320 g を精製水に溶かし、1,000mlとする。この緩衝液はクエン酸として0.06mol/l、
pH=6.0である。

(8) 亜ジチオン酸ナトリウム水溶液

亜ジチオン酸ナトリウム（日本工業規格試薬特級）20 g を精製水に溶かし、100mlとしたものを用いる。用時調製する。

(9) ケイソウ土カラム

内径25～30mm、長さ130～150mmで先端にガラスフィルター等が装着されたガラス又はポリプロピレン製カラムにケイソウ土20gを詰めたものを用いる。自ら充填するか、同等の充填済み製品を使用する。

(10) パラーフェニルアゾアニリン標準液

パラーフェニルアゾアニリン10mgを正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に10mlとする。ここから1mlを採り、メタノールで正確に10mlとする。その1mlを正確に採り、メチルtertブチルエーテルで正確に10mlとする。更に、ここから3mlを正確に採りメチルtertブチルエーテルで正確に5mlとしたものをパラーフェニルアゾアニリン標準液とする。

(11) 内部標準液

内部標準物質として、そのモニターイオンが対象物質に含有される他の芳香族アミン等のフラグメントイオンとクロマトグラム上で重複しないようなものを選択する。ナフタレン—d₈、ベンジジン—d₈、アントラセン—d₁₀等が使用できる。その内部標準物質を正確に10mg採り、メタノールで正確に10mlとする。その2mlを採り、メチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に10mlとする。この溶液を1～5ml採り、メチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に10mlとしたものを内部標準液とする。

⑫ アニリン・1, 4—フェニレンジアミン混合標準液

アニリン及び1, 4—フェニレンジアミンそれぞれ10mgを正確に量り採り、メタノールを加えて溶解し正確に10mlとする。ここから1mlを採り、メタノールで正確に10mlとする。その0.5mlを正確に採り、メチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に10mlと

する。更に、ここから 1 ml を正確に採りメチル—t e r t—ブチルエーテルで正確に 1 試験溶液の調製によつて得た試験溶液の液量と同じ容量に定容したものをアニリン・1, 4—フェニレンジアミン混合標準液とする。

(13) 溶離液 1

リン酸二水素カリウム 0.68 g を精製水に溶解し全量を 1,000 ml とした後に、測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノール 150 ml を加えたものを溶離液 1 とする。

(14) 溶離液 2

測定対象物質の分析の妨害となる物質を含まないメタノールを溶離液 2 とする。

(15) 高純度ヘリウム

純度 99.999% 以上のものを用いる。

別表第一トリフェニル^{すず}錫化合物の項を次のように改める。

<p>トリフェニル^{すず}錫化合物</p>	<p>繊維製品のうち、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋及びくつした家庭用接着剤家庭用塗料家庭用ワックスくつ墨及びくつクリーム</p>	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならぬ。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>(1) 抽出</p> <p>ア 繊維製品の場合</p> <p>身体と接触する繊維の部分を細かく切ったものを試料とし、その1.0 gを50mlの遠沈管に正確に量り採り、サロゲート標準アセトン溶液100μl、アセトン15ml及び塩酸0.4mlを加え、5分間激しく振り混ぜる。その後、ヘキサン30mlを加えて30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、繊維部分を採らないように上澄液を採取する。次に、残留物にアセトン・ヘキサン混液30mlを加えて、30分間激しく振り</p>
--------------------------------	--	--

混ぜた後、ガラスろ過器で吸引ろ過し、ろ液を上澄液に合わせる。この溶液を、無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約1 mlまで濃縮する。濃縮液にヘキサンを加えて全量を約2 mlとしたものを抽出液とする。

イ 繊維製品以外で水性のものの場合

試料1.0 g を50mlの遠沈管に正確に量り採り、サロゲート標準アセトン溶液100 μ l、アセトン15ml及び塩酸0.4mlを加え、5分間激しく振り混ぜる。その後、ヘキサン30mlを加えて30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。次に、残留物にアセトン・ヘキサン混液30mlを加えて、30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄

液に合わせる。この溶液を無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約1mlまで濃縮する。濃縮液にヘキサンを加えて全量を約2mlとしたものを抽出液とする。

ウ 繊維製品以外で油性のものの場合

試料1.0gをあらかじめヘキサン20mlの入っている50mlの遠沈管に正確に量り採り、精製水20ml及び塩酸0.4mlを加える。次に、サロゲート標準ヘキサン溶液100 μ lを加えた後、30分間激しく振り混ぜる。その後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、ヘキサン層10mlを分取し無水硫酸ナトリウムを用いて脱水した後、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約5mlまで濃縮する。この溶液を、あらかじめヘキサン10mlで調製したシリカゲルミニカートリッジカラムに流し込み、ヘキ

サン30mlで洗浄する。次に、80%エタノール・ヘキサン溶液80 mlで溶出し、溶出液をナス型フラスコ等に採る。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約1 mlまで濃縮する。濃縮液をヘキサンで約2 mlに定容したものを抽出液とする。

(2) 誘導体化及び精製

(1) 抽出によつて得た抽出液を遠沈管に移し、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液5 mlを加えた後、テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液1 mlを加えて10分間振とうしてエチル化体へと誘導体化する。次に、ヘキサン20mlを加えて30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。もう一度ヘキサン20mlを加えて、30分間激しく振り混ぜた後、1分間3,000回転で5分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上

澄液に合わせる。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約1mlまで濃縮する。濃縮液をヘキサンで約2mlに定容し、あらかじめヘキサン10mlで調製した合成ケイ酸マグネシウムミニカートリッジカラムに流し込み、流出液をナス型フラスコ等に採る。さらに、5%ジエチルエーテル・ヘキサン溶液6mlで溶出させ、溶出液を採取する。この溶出液を、ロータリーエバポレーターを用いて40℃以下で約1mlまで濃縮した後、ヘキサンを加えて全量を正確に5mlとしたものを試験溶液とする。

2 試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。トリフェニル^{すず}錫エチル化体標準液及び試験溶液をそれぞれ1～2μl採り、次の操作条件で試験を行う。このとき、標準液の採取量と試験溶液の採取量は同量とする。試験溶液を測定し、得られたクロマトグラム上で、標準

液のトリフェニル^{すず}錫エチル化体のモニターイオンのピークと保持時間が一致するピークが存在する場合には、トリフェニル^{すず}錫エチル化体に相当するピーク面積のトリフェニル^{すず}錫重水素化物エチル化体のピーク面積に対する比 (Rt) を求める。同時に、標準液において得られたクロマトグラム上でのトリフェニル^{すず}錫エチル化体のピーク面積のトリフェニル^{すず}錫重水素化物エチル化体のピーク面積に対する比 (Rs) を求める。このとき、次式により計算する試料 1 g についてのトリフェニル^{すず}錫化合物の量は、^{すず}錫として 1.0 μg 以下でなければならない。

試料 1 g についてのトリフェニル^{すず}錫化合物の^{すず}錫としての含有量 (μg)

$$= F \times K \times \frac{1}{5} \times \frac{Rt}{Rs} \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}} \times V$$

ただし、

F : 0.308

K : 塩化トリフェニル^{すず}錫標準液の濃度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)

V : 試験溶液及びトリフェニル^{すず}錫エチル化体標準液の最終液量 (5 ml)

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上でトリフェニル^{すず}錫エチル化体及びトリフェニル^{すず}錫重水素化物エチル化体のピークとそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管 内径0.25mm、長さ30m、膜厚0.25 μm の5%フェニルメチルポリシロキサンを液相とするキャピラリーカラムを用いる。

カラム温度 60°Cで2分間保持し、その後毎分20°Cで130°Cまで

昇温した後、210℃まで毎分10℃で昇温し、さらに260℃まで毎分5℃で昇温させた後、300℃まで毎分10℃で昇温し、300℃に到達後、5分間保持する。

試験溶液注入口温度 270℃

キャリアーガス 高純度ヘリウムを用いる。トリフェニル^{すず}錫エチル化体が約20～22分で流出する流速に調整する。

注入方法 スプリットレス方式

モニターイオン 原則として「トリフェニル^{すず}錫エチル化体351」及び「トリフェニル^{すず}錫重水素化物エチル化体366」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

3 試薬、標準液等

(1) アセトン

日本工業規格試薬特級を用いる。

(2) ヘキサン

日本工業規格試薬特級を用いる。

(3) 塩酸

日本工業規格試薬特級を用いる。

(4) ジエチルエーテル

日本工業規格試薬特級を用いる。

(5) エタノール

日本工業規格試薬特級を用いる。

(6) 無水硫酸ナトリウム

日本工業規格試薬特級を用いる。

(7) 酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液

酢酸（日本工業規格試薬特級）120 g 及び酢酸ナトリウム（日本工業規格試薬特級）164 g をそれぞれ精製水1,000mlに溶かし、体積比5.9 : 14.1で混合した後、pHを5に調整したもの。

(8) テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液

テトラエチルホウ酸ナトリウム 1 g を精製水20mlに溶解させたもの。用時調製する。

(9) 塩化トリフェニル^{すず}錫標準液

塩化トリフェニル^{すず}錫を10mg正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に10mlとする。ここから1.0mlを採り、ヘキサンで正確に10mlとする。ここから1.0mlを採り、ヘキサンで正確に10mlとする。ここから3.0mlを採りヘキサンで10mlとしたものを塩化トリフェニル^{すず}錫標準液とする。

(10) トリフェニル^{すず}錫エチル化体標準液

塩化トリフェニル^{すず}錫標準液から 1 ml を遠沈管に正確に量り採り、試験対象が繊維製品及び繊維製品以外で水性のものの場合にはサロゲート標準アセトン溶液を、繊維製品以外で油性のものの場合にはサロゲート標準ヘキサン溶液 100 μ l を加える。そこに、酢酸・酢酸ナトリウム緩衝液 5 ml を加えた後、テトラエチルホウ酸ナトリウム溶液 1 ml を加えて 10 分間激しく振り混ぜてエチル化体へと誘導体化する。次に、ヘキサン 20 ml を加えて 30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上澄液を採取する。もう一度ヘキサン 20 ml を加えて、30 分間激しく振り混ぜた後、1 分間 3,000 回転で 5 分間遠心分離を行い、上澄液を採取し、先ほどの上澄液に合わせる。この溶液を、ロータリーエバポレーターを用いて 40°C 以下で約 1 ml まで濃縮した後、ヘキサ^{すず}ンで 5 ml に定容したものをトリフェニル^{すず}錫エチル化体標準液とす

る。

(11) サロゲート標準原液

塩化トリフェニル^{すず}錫の水素が全て重水素に置換している塩化トリフェニル^{すず}錫重水素化物を1mg正確に量り採り、ヘキサンを加えて正確に10mlとしたもの、又は塩化トリフェニル^{すず}錫重水素化物を10mg正確に量り採りヘキサンを加えて10mlとし、そこから1.0mlを採りヘキサンで正確に10mlとしたものをサロゲート標準原液とする。

(12) サロゲート標準アセトン溶液

サロゲート標準原液から3.0mlを採り、アセトンで正確に10mlとしたもの。

(13) サロゲート標準ヘキサン溶液

サロゲート標準原液から3.0mlを採り、ヘキサンで正確に10mlと

		<p>したもの。</p> <p>(14) シリカゲルミニカートリッジカラム</p> <p>ポリプロピレン製のカラム管にカラムクロマトグラフ用シリカゲル690mgを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの。</p> <p>(15) 合成ケイ酸マグネシウムミニカートリッジカラム</p> <p>ポリプロピレン製のカラム管にカラムクロマトグラフ用合成ケイ酸マグネシウム910mgを充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの。</p> <p>(16) 高純度ヘリウム</p> <p>純度99.999%以上のものを用いる。</p>
--	--	---

別表第一 トリブチル^{すず}錫化合物の項を次のように定める。

トリブチル ^{すず} 錫化	繊維製品のうち	左に掲げる家庭用品は、トリブチル ^{すず} 錫化合物の項基準の欄の試験
------------------------	---------	--

<p>合物</p> <p>、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋</p> <p>及びくつした</p> <p>家庭用接着剤</p> <p>家庭用塗料</p> <p>家庭用ワックス</p> <p>くつ墨及びくつ</p> <p>クリーム</p>	<p>、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、衛生バンド、衛生パンツ、手袋</p> <p>及びくつした</p> <p>家庭用接着剤</p> <p>家庭用塗料</p> <p>家庭用ワックス</p> <p>くつ墨及びくつ</p> <p>クリーム</p>	<p>法による試験に適合しなければならない。</p> <p>この場合において、同欄中「トリフェニル^{すず}錫」とあるのは「トリブチル^{すず}錫」と、「0.308」とあるのは「0.365」と、「約20～22分」とあるのは「約10～12分」と、「351」とあるのは「263」と、「366」とあるのは「318」と読み替えるものとする。</p>
---	---	--

別添録1 ホルムアルデヒドの試験法について

<p>ホルムアルデヒド</p>	<p>繊維製品のうち</p>	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければな</p>
-----------------	----------------	---------------------------------------

ド	、おしめ、おしめカバー、よだれ掛け、下着、寝衣、手袋、くつした、中衣、外衣、帽子、寝具であつて、出生後24月以内の乳幼児用のもの	<p>らない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>身体と接触する繊維の部分を細かく切つたものを試料とし、その2.50 gを200mlの共せんフラスコに正確に量り採り、精製水100mlを正確に加えた後、密せんし、40℃の水浴中で時々振り混ぜながら1時間抽出する。次に、この液をガラスろ過器（日本工業規格のガラスろ過器（細孔記号G 2）に適合するもの）を用いて温時ろ過し、これを試験溶液とする。</p> <p>2 試験</p> <p>試験溶液及びホルムアルデヒド標準液を正確にそれぞれ5.0ml採り、それぞれにアセチルアセトン試液5.0mlを加えて振り混ぜた後、40℃の水浴中で30分間加温し、30分間放置する。それぞれの溶液について、精製水5.0mlにアセチルアセトン試液5.0mlを加えて同様</p>
---	--	---

に操作したものを対照として、層長 1 cm で 412～415nm における吸収の極大波長で試験溶液に係る吸光度 A 及びホルムアルデヒド標準液に係る吸光度 A_s を測定する。また、別に試験溶液 5.0ml を採り、アセチルアセトン試液の代わりに酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5.0ml を用いて同様に操作する。その溶液について、精製水 5.0ml に酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液 5.0ml を加えて同様に操作したものを対照として、吸光度 A 及び A_s を測定したときと同じ波長における吸光度 A_o を測定する。このとき、 $A - A_o$ の値が 0.05 以下又は次式により計算する試料 1 g についてのホルムアルデヒド溶出量が $16 \mu\text{g}$ 以下でなければならない。

$$\begin{aligned} & \text{試料 1 g についてのホルムアルデヒド溶出量 } (\mu\text{g}) \\ & = K \times \frac{A - A_o}{A_s} \times 100 \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}} \end{aligned}$$

ただし、K：ホルムアルデヒド標準液の濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

3 確認試験

2 試験において、 $A - A_0$ の値が0.05を超えたとき又はホルムアルデヒドの溶出量が $16 \mu\text{g}$ を超えたときは、次の(1)又は(2)のいずれかの試験により、吸光度 A を測定した波長における吸収がホルムアルデヒドによるものであることを確認しなければならない。

(1) ジメドン法

試験溶液5.0mlを共せん試験管に採り、ジメドン・エタノール溶液1.0mlを加えて振り混ぜ、 40°C の水浴中で10分間加温し、更にアセチルアセトン試液5.0mlを加えて振り混ぜ、 40°C の水浴中で30分間加温し、30分間放置した後、試験溶液の代わりに精製水5.0mlを用いて同様に操作したものを対照として吸収スペクトルを測定するとき、波長412～415nmにおいて、吸光度 A 及び A_s を測定した場合と同様の吸収スペクトルを示してはならない。

(2) 高速液体クロマトグラフ法

2 試験によつて得られた試験溶液にアセチルアセトン試液を加えた液及びホルムアルデヒド標準液にアセチルアセトン試液を加えた液をそれぞれ10 μ l採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液にアセチルアセトン試液を加えた液のクロマトグラム上に、ホルムアルデヒド標準液にアセチルアセトン試液を加えた液におけるホルムアルデヒド-アセチルアセトン反応生成物のピークと保持時間が一致するピークが存在しなくてはならない。

操作条件

カラム管 内径4.6mm、長さ150mmのステンレス管を用いる。

カラム充てん剤 粒径5 μ mのオクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。

カラム温度 35°C

検出器 紫外可視検出器

検出波長 412～415nm

移動相 アセトニトリル：精製水（15：85～20：80）

流速 毎分1.0ml

4 試薬、標準液等

(1) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

(2) ホルムアルデヒド標準液

ア ホルマリンの標定

ホルマリン（日本薬局方ホルマリン）約1gを精製水を入れたはかりびんで精密に量り、精製水を加えて正確に100mlとする。その10mlを正確に量り採り、0.05mol/lヨウ素液（日本薬局方定量分析用標準液）50mlを正確に加え、更に1mol/l

水酸化カリウム液（日本薬局方定量分析用標準液）20mlを加えた後、15分間常温で放置する。更に希硫酸（日本薬局方試薬）15mlを加え、過剰のヨウ素を0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム液（日本薬局方定量分析用標準液）で滴定する（指示薬：日本薬局方デンプン試液）。別に精製水10mlを用いて同様の方法で空試験を行う。

ホルマリン中のホルムアルデヒド含有量C（%）は次式により求める。

$$C（\%） = 1.5013 \times \frac{(V_0 - V) F}{1,000} \times \frac{100}{10} \times \frac{1}{W} \times 100$$

ただし、

V_0 ：空試験における0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム液の滴定量
(ml)

V ：本試験における0.1mol/lチオ硫酸ナトリウム液の滴定量

(ml)

F : 0.1mol / l チオ硫酸ナトリウム液の力価

W : ホルマリンの採取量 (g)

イ ホルムアルデヒド標準液の調製

ホルマリン (日本薬局方ホルマリン) $400 / C$ g を正確に量り採り、精製水を加えて100mlとする。この溶液を用いて、10mlを正確に採り、精製水で10倍量に希釈する操作を5回繰り返してホルムアルデヒド標準液とする。

ホルムアルデヒド標準液 $1 \text{ ml} = 0.4 \mu \text{gHCHO}$

(3) アセチルアセトン試液

酢酸アンモニウム (日本工業規格試薬特級) 150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸 (日本工業規格試薬特級) 3 ml 及びアセチルアセトン (日本工業規格試薬特級) 2 ml を加え、更に精

		<p>製水を加えて1,000mlとしたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(4) ジメドン・エタノール溶液</p> <p>ジメドン（日本工業規格試薬特級） 1 g にエタノール（日本薬局方エタノール）を加えて溶かし、100mlとしたものを用いる。</p> <p>用時調製する。</p> <p>(5) 酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液</p> <p>酢酸アンモニウム（日本工業規格試薬特級） 150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸（日本工業規格試薬特級） 3 ml を加え、更に精製水を加えて1,000mlとしたものを用いる。</p>
<p>繊維製品のうち、下着、寝衣、手袋及びくつした（出生後24月</p>	<p>左に掲げる家庭用品は、次の試験法による試験に適合しなければならない。</p> <p>1 試験溶液の調製</p> <p>(1) 繊維製品の場合</p>	

以内の乳幼児用のものを除く。
)、たび並びにかつら、つけまつけ、つけひげ又はくつしたどもに使用される
接着剤

身体と接触する繊維の部分进行細かく切つたものを試料とし、その約 1 g を 200ml の共せんフラスコに精密に量り採り、精製水 100 ml を正確に加えた後、密せんし、40°C の水浴中で時々振り混ぜながら 1 時間抽出する。次に、この液をガラスろ過器（日本工業規格のガラスろ過器（細孔記号 G 2）に適合するもの）を用いて温時ろ過し、試験溶液とする。

(2) 接着剤の場合

試料約 2 g を水蒸気蒸留装置のフラスコに精密に量り採り、精製水 50ml 及びリン酸溶液 3 ml を加えた後、受器に精製水 10~20ml を入れ冷却器のアダプターが精製水に浸るようにして水蒸気蒸留を行う。留液が 190ml になつたとき、蒸留をやめ、精製水を加えて正確に 200ml とし、試験溶液とする。

2 試験

試験溶液及びホルムアルデヒド標準液を正確にそれぞれ5.0ml採り、それぞれにアセチルアセトン試液5.0mlを加えて振り混ぜた後、40°Cの水浴中で30分間加温し、30分間放置する。それぞれの溶液について、精製水5.0mlにアセチルアセトン試液5.0mlを加えて同様に操作したものを対照として、層長1cmで412~415nmにおける吸収の極大波長で試験溶液に係る吸光度A及びホルムアルデヒド標準液に係る吸光度 A_s を測定する。また、別に試験溶液5.0mlを採り、アセチルアセトン試液の代わりに酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液5.0mlを用いて同様に操作する。その溶液について、精製水5.0mlに酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液5.0mlを加えて同様に操作したものを対照として、吸光度A及び A_s を測定したときと同じ波長における吸光度 A_o を測定する。このとき、次式により計算する試料1gについてのホルムアルデヒド溶出量は75 μ g以下でなければならない。

$$\begin{aligned} & \text{試料 1 g についてのホルムアルデヒド溶出量 (} \mu \text{g)} \\ & = K \times \frac{A - A_0}{A_s} \times E \times \frac{1}{\text{試料採取量 (g)}} \end{aligned}$$

ただし、

K：ホルムアルデヒド標準液の濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

E：繊維製品にあつては100とし、接着剤にあつては200とする。

ただし、ホルムアルデヒドの溶出量が $75\mu\text{g}$ を超えたときは、次の試験により、吸光度Aを測定した波長における吸収がホルムアルデヒドによるものであることを確認しなければならない。

試験溶液5.0mlを共せん試験管に採り、ジメドン・エタノール溶液1.0mlを加えて振り混ぜ、 40°C の水浴中で10分間加温し、更にアセチルアセトン試液5.0mlを加えて振り混ぜ、 40°C の水浴中で30分間加温し、30分間放置した後、試験溶液の代わりに精製水5.0mlを用いて同様に操作したものを対照として吸収スペクトルを測定する

とき、波長412～415nmにおいて、吸光度A及びAsを測定した場合と同様の吸収スペクトルを示してはならない。

3 試薬、標準液等

(1) 精製水

日本薬局方精製水を用いる。

(2) リン酸溶液

リン酸（日本工業規格試薬特級）5 gを採り、精製水を加えて25mlとしたものを用いる。

(3) ホルムアルデヒド標準液

ア ホルマリンの標定

ホルマリン（日本薬局方ホルマリン）約1 gを精製水を入れたはかりびんで精密に量り、精製水を加えて正確に100mlとする。その10mlを正確に量り採り、0.05mol/lヨウ素液（日本

薬局方定量分析用標準液) 50mlを正確に加え、更に 1 mol/l 水酸化カリウム液 (日本薬局方定量分析用標準液) 20mlを加えた後、15分間常温で放置する。更に希硫酸 (日本薬局方試薬) 15mlを加え、過剰のヨウ素を0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム液 (日本薬局方定量分析用標準液) で滴定する (指示薬: 日本薬局方デンプン試液)。別に精製水10mlを用いて同様の方法で空試験を行う。

ホルマリン中のホルムアルデヒド含有量C (%) は次式により求める。

$$C (\%) = 1.5013 \times \frac{(V_0 - V) F}{1,000} \times \frac{100}{10} \times \frac{1}{W} \times 100$$

ただし、

V_0 : 空試験における0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム液の滴定量
(ml)

V : 本試験における0.1mol / l チオ硫酸ナトリウム液の滴定量
(ml)

F : 0.1mol / l チオ硫酸ナトリウム液の力価

W : ホルマリンの採取量 (g)

イ ホルムアルデヒド標準液の調製

ホルマリン (日本薬局方ホルマリン) $400 / C$ g を正確に量り採り、精製水を加えて100mlとする。この溶液を用いて、10mlを正確に採り、精製水で10倍量に希釈する操作を4回繰り返してホルムアルデヒド標準液とする。

ホルムアルデヒド標準液 $1 \text{ ml} = 4 \mu \text{gHCHO}$

(4) アセチルアセトン試液

酢酸アンモニウム (日本工業規格試薬特級) 150 g に適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸 (日本工業規格試薬特級) 3 ml及び

		<p>アセチルアセトン（日本工業規格試薬特級） 2 mlを加え、更に精製水を加えて1,000mlとしたものを用いる。用時調製する。</p> <p>(5) ジメドン・エタノール溶液</p> <p>ジメドン（日本工業規格試薬特級） 1 gにエタノール（日本薬局方エタノール）を加えて溶かし、100mlとしたものを用いる。</p> <p>用時調製する。</p> <p>(6) 酢酸・酢酸アンモニウム緩衝液</p> <p>酢酸アンモニウム（日本工業規格試薬特級） 150 gに適量の精製水を加えて溶かし、氷酢酸（日本工業規格試薬特級） 3 mlを加え、更に精製水を加えて1,000mlとしたものを用いる。</p>
--	--	--

附 則

(施行期日)

- 1 この省令は、平成二十八年四月一日から施行する。ただし、様式第二の改正規定は、公布の日から施行

する。

(経過措置)

- 2 この省令の施行の際現にあるこの省令による改正前の様式による証明書は、この省令による改正後の様式による証明書とみなす。