

図5

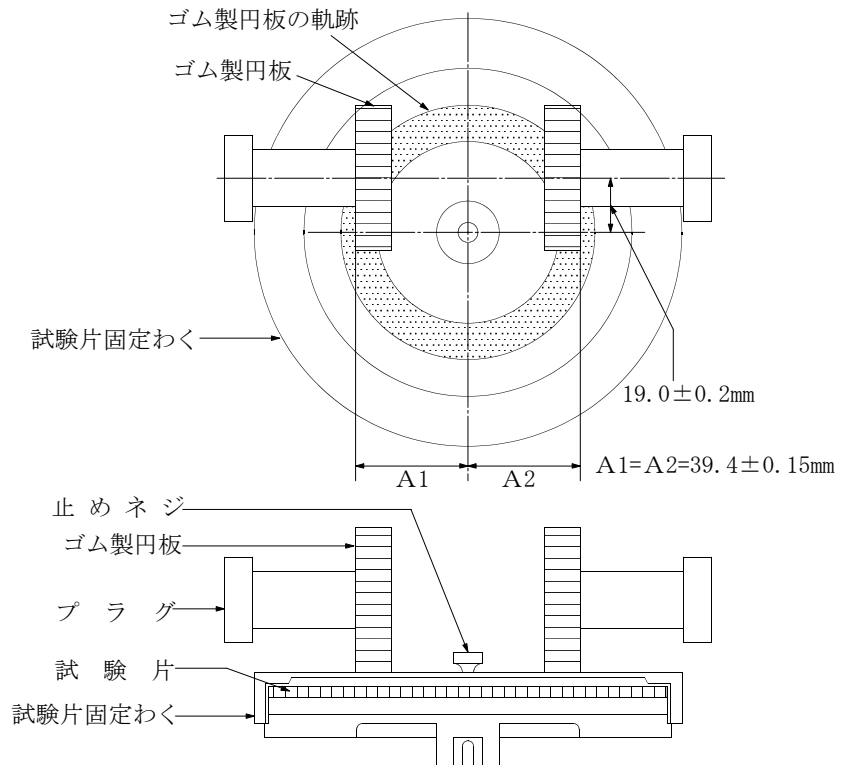
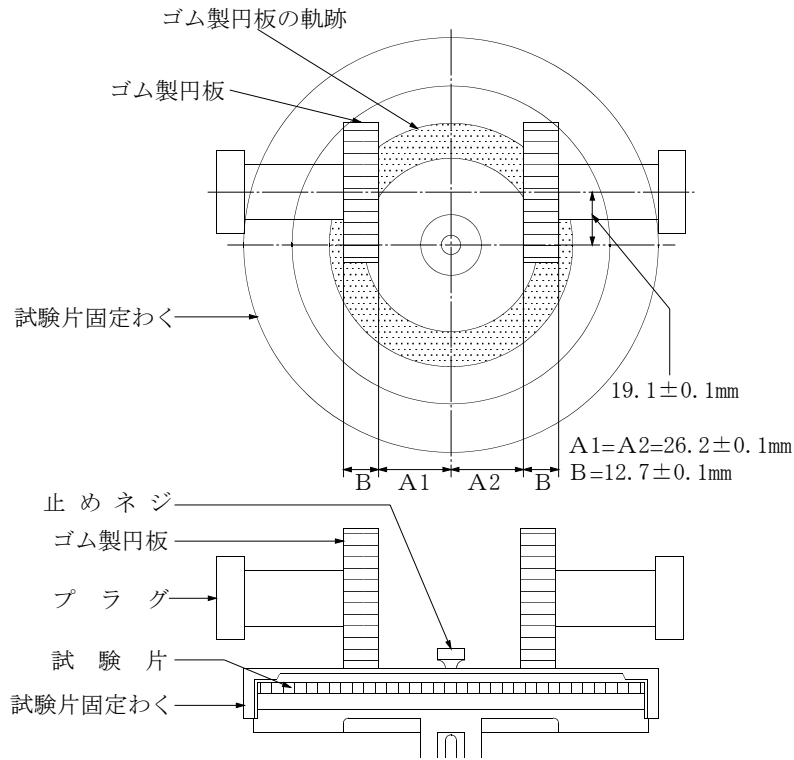


図6



(6) 防虫処理A試験

ア [略]

イ 試験の方法

(ア) [略]

(イ) 薬剤含有率試験

[略]

試験法-2 薬剤の定量法

(1) ほう素化合物で処理したもの

次のクルクミン法又はカルミン酸法のいずれかによつてほう酸の量を定量する。

① クルクミン法

a 試料液の調製

試験片の表面及び裏面から2mmの深さまで削りとつた木片を細かく砕いて全乾にしたもの約1gを正確に量つてつぼ又は蒸発皿に採り、1%炭酸ナトリウム溶液(無水炭酸ナトリウム10gを水に溶解して全量を1,000mlにしたもの。以下同じ。)を加えてアルカリ性として、水浴上でその混合物を乾燥させる。次に、マッフル炉を用いてできるだけ低い温度でゆつくり灰化させ、次第に温度を上げて暗い赤熱状態(約580℃)とし、それ以上の温度にな

(6) 防虫処理A試験

ア [略]

イ 試験の方法

(ア) [略]

(イ) 薬剤含有率試験

[略]

試験法-2 薬剤の定量法

(1) ほう素化合物で処理したもの

次のクルクミン法又はカルミン酸法のいずれかによつてほう酸の量を定量する。

① クルクミン法

a 試料液の調製

試験片の表面及び裏面から2mmの深さまで削りとつた木片を細かく砕いて全乾にしたもの約1gを正確に量つてつぼ又は蒸発皿に採り、1%炭酸ナトリウム溶液(無水炭酸ナトリウム10gを水に溶解して全量を1Lにしたもの。以下同じ。)を加えてアルカリ性として、水浴上でその混合物を乾燥させる。次に、マッフル炉を用いてできるだけ低い温度でゆつくり灰化させ、次第に温度を上げて暗い赤熱状態(約580℃)に達せしめ、それ以上の温度に

らないようにする。灰分を塩酸（1 + 9）で酸性とした後、水を加えて全量を100mLとしたものを試料液とする。

b 試薬の作成

(a), (b) [略]

(c) ほう酸標準溶液

ほう酸を硫酸デシケーターの中で5時間乾燥させたもの500mgを水に溶解して全量を1.000mLとしたものをほう酸標準原液とする。使用時にこの原液を水で50倍に希釈してほう酸標準溶液とする。このほう酸標準溶液1 mL中には10 μ gのほう酸を含む。

c ほう酸の定量

試料液1 mLを内径5 cmのろつばに採り、1%炭酸ナトリウム溶液を加えてアルカリ性とした後、水浴上で蒸発乾固する。次に、残留物を放冷した後、塩酸（1 + 4）1 mL、しゅう酸アセトン溶液5 mL及びビクルクミン溶液2 mLを加えて、55 \pm 2 $^{\circ}$ Cの水浴上で2時間30分加熱する。これを放冷した後、残留物にアセトン20~30 mLを加えて溶出させ、100 mLの全量フラスコにこし入れる。アセトンで容器及び残留物を数回洗い、洗液を合わせて全量を100 mLとした後、その一部を吸収セルに移し、空試験液を対照液として波長540 nmにおける吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線からほう酸の量を求め、試料液全量中におけるほう酸の量（g）を算出する。

(注) 検量線の作成

ほう酸標準溶液0~4 mLを段階的に100 mLの全量フラスコに採り定容とした後、cの定量法と同じく操作して、ほう酸の量と吸光度との関係線を作成して検量線とする。

② カルミン酸法

a 試料液の調製

試験片の表面及び裏面から2 mmの深さまで削りとつた木片を細かく砕いて全乾にしたもの約1 gを正確に量つて、石英ガラス製又は無ほう酸ガラス製の200~500 mLの共通すり合わせケルダールトラップ球付き丸底フラスコ（以下「丸底フラスコ」という。）に採り、過酸化水素水15 mL、硫酸2 mL及びりん酸2 mLを添加する。次に、これを砂浴上で徐々に加熱し、内容物を分解し、内容物が黒色になったところで過酸化水素水5 mLを追加する。この操作を繰り返し、試料が完全に分解して内容物が透明になり、硫酸白煙が発生するまで濃縮した後、放冷する。その後、丸底フラスコの中の分解液を200 mLの全量フラスコに移し定容とし、これを試料液とする。

b 試薬の作成

(a), (b) [略]

(c) ほう酸標準溶液

ほう酸を硫酸デシケーターの中で5時間乾燥させたもの250 mgを水に溶解して全量を100 mLとしたものをほう酸標準原液とする。使用時にこの原液を水で50倍に希釈してほう酸標準溶液とする。このほう酸標準溶液1 mL中には50 μ gのほう酸を含む。

c ほう酸の定量

試料液2 mLを25 mLの全量フラスコに採り、塩酸3滴、硫酸第1鉄溶液3滴及び硫酸10 mLを加えて混合し、全量フラスコに共栓を付し水冷した後、カルミン酸溶液10 mLを加えて混合する。次に、これを再び水冷し、硫酸で定容とし、45分間室温で放置して、試験溶液とする。

ならないようにする。灰分を塩酸（1 + 9）で酸性とした後、水を加えて全量を100 mLとしたものを試料液とする。

b 試薬の作成

(a), (b) [略]

(c) ほう酸標準溶液

ほう酸を硫酸デシケーターの中で5時間乾燥させたもの500 mgを水に溶解して全量を1 Lとしたものをほう酸標準原液とする。使用時にこの原液を水で50倍に希釈してほう酸標準溶液とする。このほう酸標準溶液1 mL中には10 μ gのほう酸を含む。

c ほう酸の定量

試料液1 mLを内径5 cmのろつばに採り、1%炭酸ナトリウム溶液を加えてアルカリ性とした後、水浴上で蒸発乾固する。次に、残留物を放冷した後、塩酸（1 + 4）1 mL、しゅう酸アセトン溶液5 mL及びビクルクミン溶液2 mLを加えて、55 \pm 2 $^{\circ}$ Cの水浴上で2時間30分加熱する。これを放冷した後、残留物にアセトン20~30 mLを加えて溶出させ、100 mLのメスフラスコにこし入れる。アセトンで容器及び残留物を数回洗い、洗液を合わせて全量を100 mLとした後、その一部を吸収セルに移し、空試験液を対照液として波長540 nmにおける吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線からほう酸の量を求め、試料液全量中におけるほう酸の量（g）を算出する。

(注) 検量線の作成

ほう酸標準溶液0~4 mLを段階的に100 mLのメスフラスコに採り定容とした後、cの定量法と同じく操作して、ほう酸の量と吸光度との関係線を作成して検量線とする。

② カルミン酸法

a 試料液の調製

試験片の表面及び裏面から2 mmの深さまで削りとつた木片を細かく砕いて全乾にしたもの約1 gを正確に量つて石英ガラス製又は無ほう酸ガラス製の200~500 mLの共通すり合わせケルダールトラップ球付き丸底フラスコ（以下「丸底フラスコ」という。）に採り、過酸化水素水15 mL、硫酸2 mL及びりん酸2 mLを添加する。次に、これを砂浴上で徐々に加熱し、内容物を分解し、内容物が黒色になったところで過酸化水素水5 mLを追加する。この操作を繰り返し、試料が完全に分解して内容物が透明になり、硫酸白煙が発生するまで濃縮した後、放冷する。その後、丸底フラスコの中の分解液を200 mLのメスフラスコに移し定容とし、これを試料液とする。

b 試薬の作成

(a), (b) [略]

(c) ほう酸標準溶液

ほう酸を硫酸デシケーターの中で5時間乾燥させたもの250 mgを水に溶解して全量を100 mLとしたものをほう酸標準原液とする。使用時にこの原液を水で50倍に希釈してほう酸標準溶液とする。このほう酸標準溶液1 mL中には50 μ gのほう酸を含む。

c ほう酸の定量

試料液2 mLを25 mLのメスフラスコに採り、塩酸3滴、硫酸第1鉄溶液3滴及び硫酸10 mLを加えて混合し、メスフラスコに共栓を付し水冷した後、カルミン酸溶液10 mLを加えて混合する。次に、これを再び水冷し、硫酸で定容とし、45分間室温で放置して、試験溶液とする。

この試験溶液の一部を吸収セルに移し、空試験液を対照液として波長600nmにおける吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線からほう酸の濃度を求め、次の式によつて試料液全量中におけるほう酸の量を算出する。

$$\text{ほう酸含有量 (mg)} = \frac{A \times 25 \times 100}{1,000}$$

Aは、検量線から求めた試験溶液のほう酸の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

(注) 検量線の作成

ほう酸標準溶液0～2mLを段階的に25mLの全量フラスコに採り、それぞれの全量が2mLとなるよう水を加えた後、cの定量方法と同じく操作して、ほう酸の濃度と吸光度との関係線を作成して検量線とする。

(2) ホキシム (ホキシム及びオクタクロロジプロピルエーテルの混合薬剤を含む。) で処理したもの

a 試料液の調製

試験片の表面又は裏面45cm²を0.5mmの深さまで削りつつた木片を細かく砕いたものを200mLの丸底フラスコに入れ、アセトン(9+1)50mLを加え、ソックスレー抽出器を用いて45～50℃の水浴上で3時間加熱し、薬液を抽出する。次に、これを5,000mLの吸引瓶に17GEのガラスろ過器を用いて水で洗浄しながら吸引ろ過した後、100mLのなす型フラスコに入れ、ロータリーエバポレーターを用いて35℃の水浴上で加熱しながら蒸発乾固させる。これを25mLの全量フラスコに入れ、アセトンで定容とし、これを試料液とする。

b ホキシム標準溶液の作成

ホキシム標準品50mgを100mLの全量フラスコに採り、アセトンで定容とする。

c ホキシムの定量

試料液2 μL をガスクロマトグラフに注入してクロマトグラムを得、ホキシムのピーク高さを求める。あらかじめ作成した検量線からホキシムの濃度を求め、次の式によつて試料液全量中におけるホキシムの量を算出する。

$$\text{ホキシム含有量 (mg)} = \frac{P \times 25}{1,000}$$

Pは、検量線から求めた試料液のホキシムの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

(注) 検量線の作成

ホキシム標準溶液1～7mLを段階的に50mLの全量フラスコに採り、アセトンで定容とした後、cの定量方法と同じく操作して、ホキシムの濃度とピーク高さとの関係線を作成して検量線とする。

(3) [略]

(7) 防虫処理B試験

ア、イ [略]

ウ 定量方法

(7) ほう素化合物で処理したもの

a 分析用試料溶液の調製

この試験溶液の一部を吸収セルに移し、空試験液を対照液として波長600nmにおける吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線からほう酸の濃度を求め、次の式によつて試料液全量中におけるほう酸の量を算出する。

$$\text{ほう酸含有量 (mg)} = \frac{A \times 25 \times 100}{1,000}$$

Aは、検量線から求めた試験溶液のほう酸の濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

(注) 検量線の作成

ほう酸標準溶液0～2mLを段階的に25mLのメスフラスコに採り、それぞれの全量が2mLとなるよう水を加えた後、cの定量方法と同じく操作して、ほう酸の濃度と吸光度との関係線を作成して検量線とする。

(2) ホキシム (ホキシム及びオクタクロロジプロピルエーテルの混合薬剤を含む。) で処理したもの

a 試料液の調製

試験片の表面又は裏面45cm²を0.5mmの深さまで削りつつた木片を細かく砕いたものを200mLの丸底フラスコに入れ、アセトン(9+1)50mLを加え、ソックスレー抽出器を用いて45～50℃の水浴上で3時間加熱し、薬液を抽出する。次に、これを5000mLの吸引瓶に17GEのガラスろ過器を用いて水で洗浄しながら吸引ろ過した後、100mLのなす型フラスコに入れ、ロータリーエバポレーターを用いて35℃の水浴上で加熱しながら蒸発乾固させる。これを25mLのメスフラスコに入れ、アセトンで定容とし、これを試料液とする。

b ホキシム標準溶液の作成

ホキシム標準品50mgを100mLのメスフラスコに採り、アセトンで定容とする。

c ホキシムの定量

試料液2 μL をガスクロマトグラフに注入してクロマトグラムを得、ホキシムのピーク高さを求める。あらかじめ作成した検量線からホキシムの濃度を求め、次の式によつて試料液全量中におけるホキシムの量を算出する。

$$\text{ホキシム含有量 (mg)} = \frac{P \times 25}{1,000}$$

Pは、検量線から求めた試料液のホキシムの濃度 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)

(注) 検量線の作成

ホキシム標準溶液1～7mLを段階的に50mLのメスフラスコに採り、アセトンで定容とした後、cの定量方法と同じく操作して、ホキシムの濃度とピーク高さとの関係線を作成して検量線とする。

(3) [略]

(7) 防虫処理B試験

ア、イ [略]

ウ 定量方法

(7) ほう素化合物で処理したもの

a 分析用試料溶液の調製

分析用試料約 1 g を石英ガラス又は無ほう酸ガラス製の200～500mLの共通すり合わせケルダールトラップ球付き丸底フラスコ（以下「丸底フラスコ」という。）に正確に量り採り、過酸化水素水15mL、硫酸 2 mL及びりん酸 2 mLを添加する。次に、これを砂浴上で徐々に加熱し、内容物を分解し、内容物が黒色になったところで過酸化水素水 5 mLを追加する。この操作を繰り返し、分析用試料が完全に分解して内容物が透明になり、硫酸白煙が発生するまで濃縮した後放冷する。

その後丸底フラスコの中の分解液を200mLの全量フラスコに移し定容とし、これを分析用試料溶液とする。

b 試薬の作成

(a)、(b) [略]

(c) ほう酸標準溶液

硫酸デシケーターの中で5時間乾燥したほう酸250mgを100mLの全量フラスコに量り採り定容とした後、この原液10mLを500mLの全量フラスコに採り定容とする。

c ほう酸の定量

分析用試料液 2 mLを25mLの全量フラスコに量り採り、塩酸 3 滴、硫酸第 1 鉄溶液 3 滴及び硫酸 10mLを加えて混合し、25mLの全量フラスコに共栓を付し水冷した後、カルミン酸溶液10mLを加えて混合する。次に、これを再び水冷し、硫酸で定容とし、45分間室温で放置した後その一部を吸収セルに移し、空試験液を対照液として波長600nmにおける吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線からほう酸の濃度を求め、次の式によって分析用試料溶液全量中におけるほう酸の量を算出する。

$$\text{ほう酸含有量 (mg)} = \frac{A \times 25 \times 100}{1,000}$$

Aは、検量線から求めたほう酸の濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

(注) 検量線の作成

ほう酸標準溶液 0～2.0mLを段階的に全量フラスコに採り、cの定量方法と同じく操作して、ほう酸の濃度と吸光度との関係線を作成して検量線とする。

(i) ホキシムで処理したもの

a 分析用試料溶液の調製

分析用試料約 1 g を100mLの共栓付き三角フラスコに正確に量り採り、ぎ酸 5 mLを加え、試料に均等に湿潤するまで放置し、トルエン50mLを加え、よく振り混ぜ超音波による抽出工程を30分間行い、室温で18時間放置する。次に、これをよく振り混ぜ、ろ過して、200mLの分液ロートに移す。更に、これを水で洗浄し、トルエン層のみを150mLのなす型フラスコに分取し、ロータリーエバポレーターでトルエンを揮散させ、蒸発乾固した抽出物にアセトン 2 mL及びりん酸トリオクチル標準溶液（りん酸トリオクチル50mgを200mLの全量フラスコに正確に量り採り、アセトンで定容として作成したものをいう。以下同じ。）2 mLを加えて、これを分析用試料溶液とする。

b ホキシム標準溶液の作成

ホキシム標準品100mgを200mLの全量フラスコに正確に量り採り、アセトンで定容とする。

c [略]

(ii) フェニトロチオンで処理したもの

a 分析用試料溶液の調製

分析用試料約 1 g を石英ガラス又は無ほう酸ガラス製の200～500mLの共通すり合わせケルダールトラップ球付き丸底フラスコ（以下「丸底フラスコ」という。）に正確に量り採り、過酸化水素水15mL、硫酸 2 mL及びりん酸 2 mLを添加する。次に、これを砂浴上で徐々に加熱し、内容物を分解し、内容物が黒色になったところで過酸化水素水 5 mLを追加する。この操作を繰り返し、分析用試料が完全に分解して内容物が透明になり、硫酸白煙が発生するまで濃縮した後放冷する。

その後丸底フラスコの中の分解液を200mLのメスフラスコに移し定容とし、これを分析用試料溶液とする。

b 試薬の作成

(a)、(b) [略]

(c) ほう酸標準溶液

硫酸デシケーターの中で5時間乾燥したほう酸250mgを100mLのメスフラスコに量り採り定容とした後、この原液10mLを500mLのメスフラスコに採り定容とする。

c ほう酸の定量

分析用試料液 2 mLを25mLのメスフラスコに量り採り、塩酸 3 滴、硫酸第 1 鉄溶液 3 滴及び硫酸 10mLを加えて混合し、25mLのメスフラスコに共栓を付し水冷した後、カルミン酸溶液10mLを加えて混合する。次に、これを再び水冷し、硫酸で定容とし、45分間室温で放置した後その一部を吸収セルに移し、空試験液を対照液として波長600nmにおける吸光度を測定し、あらかじめ作成した検量線からほう酸の濃度を求め、次の式によって分析用試料溶液全量中におけるほう酸の量を算出する。

$$\text{ほう酸含有量 (mg)} = \frac{A \times 25 \times 100}{1,000}$$

Aは、検量線から求めたほう酸の濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

(注) 検量線の作成

ほう酸標準溶液 0～2.0mLを段階的にメスフラスコに採り、cの定量方法と同じく操作して、ほう酸の濃度と吸光度との関係線を作成して検量線とする。

(i) ホキシムで処理したもの

a 分析用試料溶液の調製

分析用試料約 1 g を100mLの共栓付き三角フラスコに正確に量り採り、ぎ酸 5 mLを加え、試料に均等に湿潤するまで放置し、トルエン50mLを加え、よく振り混ぜ、室温で18時間放置する。次に、これをよく振り混ぜ、ろ過して、200mLの分液ロートに移す。更に、これを水で洗浄し、トルエン層のみを150mLのなす型フラスコに分取し、ロータリーエバポレーターでトルエンを揮散させ、蒸発乾固した抽出物にアセトン 2 mL及びりん酸トリオクチル標準溶液（りん酸トリオクチル50mgを200mLのメスフラスコに正確に量り採り、アセトンで定容として作成したものをいう。以下同じ。）2 mLを加えて、これを分析用試料溶液とする。

b ホキシム標準溶液の作成

ホキシム標準品100mgを200mLのメスフラスコに正確に量り採り、アセトンで定容とする。

c [略]

(ii) フェニトロチオンで処理したもの

a 分析用試料溶液の調製

分析用試料約 1 g を 100 mL の共栓付き三角フラスコに正確に量り採り、ぎ酸 5 mL を加え、試料に均等に湿潤するまで放置し、トルエン 50 mL を加え、よく振り混ぜ超音波による抽出工程を 30 分間行い、室温で 18 時間放置する。次に、これをよく振り混ぜ、ろ過して、200 mL の分液ロートに移す。更に、これを水で洗浄し、トルエン層のみを 150 mL のなす型フラスコに分取し、ロータリーエバポレーターでトルエンを揮散させ、蒸発乾固した抽出物にアセトン 2 mL 及びりん酸トリオクチル標準溶液 2 mL を加えて、これを分析用試料溶液とする。

b フェニトロチオン標準溶液の作成

フェニトロチオン標準品 100 mg を 200 mL の全量フラスコに正確に量り採り、アセトンで定容とする。

c [略]

(x) ビフェントリンで処理したもの

a 分析用試料溶液の調整

[略]

b～d [略]

(y) シフェノトリンで処理したもの

a 分析用試料溶液の調整

分析用試料約 5 g を 100 mL の共栓付き三角フラスコに正確に量り採り、ぎ酸 20 mL を加え、試料に均等に湿潤するまで放置し、トルエン 80 mL を加え、よく振り混ぜ超音波による抽出工程を 30 分間行い、室温で 18 時間放置する。次にこれをよく振り混ぜ、ろ過して、200 mL の分液ロートに移す。更に、これを水で洗浄し、トルエン層のみを 200 mL のなす型フラスコに分取し、ロータリーエバポレーターでトルエンを揮散させ、蒸発乾固した抽出物にアセトン 2 mL 及びフタル酸ジ(2・エチルヘキシル)標準溶液(フタル酸ジ(2・エチルヘキシル)約 50 mg を 200 mL の全量フラスコに正確に量り採り、アセトンで定容として作成したものをいう。以下同じ。) 2 mL を加えて、これを分析用試料溶液とする。

b シフェノトリン標準溶液の作成

シフェノトリン標準品約 100 mg を 200 mL の全量フラスコに正確に量り採り、アセトンで定容とする。

c [略]

(8) ホルムアルデヒド放散量試験

ア [略]

イ 試験の方法

(7) [略]

(i) 試薬の調製

a よう素溶液 (0.05 mol/L)

よう化カリウム (J I S K 8913 (よう化カリウム (試薬))) に規定するもの。) 40 g を水 25 mL に溶かし、これによ素 (J I S K 8920 (よう素 (試薬))) に規定するもの。) 13 g を溶かした後、これを 1,000 mL の全量フラスコ (J I S R 3505 (ガラス製体積計)) に規定するもの。以下同じ。) に移し入れ、塩酸 (J I S K 8180 (塩酸 (試薬))) に規定するもの。) 3 滴を加えた後、水で定容としたもの。

b チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1 mol/L)

分析用試料約 1 g を 100 mL の共栓付き三角フラスコに正確に量り採り、ぎ酸 5 mL を加え、試料に均等に湿潤するまで放置し、トルエン 50 mL を加え、よく振り混ぜ、室温で 18 時間放置する。次に、これをよく振り混ぜ、ろ過して、200 mL の分液ロートに移す。更に、これを水で洗浄し、トルエン層のみを 150 mL のなす型フラスコに分取し、ロータリーエバポレーターでトルエンを揮散させ、蒸発乾固した抽出物にアセトン 2 mL 及びりん酸トリオクチル標準溶液 2 mL を加えて、これを分析用試料溶液とする。

b フェニトロチオン標準溶液の作成

フェニトロチオン標準品 100 mg を 200 mL のメスフラスコに正確に量り採り、アセトンで定容とする。

c [略]

(x) ビフェントリンで処理したもの

a 分析用試料溶液の調整

[略]

b～d [略]

(y) シフェノトリンで処理したもの

a 分析用試料溶液の調整

分析用試料約 5 g を 100 mL の共栓付き三角フラスコに正確に量り採り、ぎ酸 20 mL を加え、試料に均等に湿潤するまで放置し、トルエン 80 mL を加え、よく振り混ぜ超音波による抽出工程を 30 分間行い、室温で 18 時間放置する。次にこれをよく振り混ぜ、ろ過して、200 mL の分液ロートに移す。更に、これを水で洗浄し、トルエン層のみを 200 mL のなす型フラスコに分取し、ロータリーエバポレーターでトルエンを揮散させ、蒸発乾固した抽出物にアセトン 2 mL 及びフタル酸ジ(2・エチルヘキシル)標準溶液(フタル酸ジ(2・エチルヘキシル)約 50 mg を 200 mL のメスフラスコに正確に量り採り、アセトンで定容として作成したものをいう。以下同じ。) 2 mL を加えて、これを分析用試料溶液とする。

b シフェノトリン標準溶液の作成

シフェノトリン標準品約 100 mg を 200 mL のメスフラスコに正確に量り採り、アセトンで定容とする。

c [略]

(8) ホルムアルデヒド放散量試験

ア [略]

イ 試験の方法

(7) [略]

(i) 試薬の調製

a よう素溶液 (0.05 mol/L)

よう化カリウム (J I S K 8913 (よう化カリウム (試薬))) に規定するもの。) 40 g を水 25 mL に溶かし、これによ素 (J I S K 8920 (よう素 (試薬))) に規定するもの。) 13 g を溶かした後、これを 1,000 mL のメスフラスコ (J I S R 3503 (化学分析用ガラス器具)) に規定するもの。以下同じ。) に移し入れ、工業塩酸 (J I S K 8180 (塩酸 (試薬))) に規定するもの。) 3 滴を加えた後、水で定容としたもの。

b チオ硫酸ナトリウム溶液 (0.1 mol/L)

チオ硫酸ナトリウム五水和物（J I S K 8637（チオ硫酸ナトリウム五水和物（試薬））に規定するもの。）26 gと炭酸ナトリウム（J I S K 8625（炭酸ナトリウム（試薬））に規定するもの。）0.2 gを溶存酸素を含まない水1,000mLに溶かし、2日間放置した後、よう素酸カリウム（J I S K 8005（容量分析用標準物質）に規定するもの。）を用いて、J I S K 8001（試薬試験方法通則）の4.5（滴定用溶液）（21.2）0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液に規定する標定を行ったもの。

c 水酸化ナトリウム溶液（1mol/L）

水酸化ナトリウム（J I S K 8576（水酸化ナトリウム（試薬））に規定するもの。）40 gを水200mLに溶かし、これを1,000mLの全量フラスコに移し入れ、水で定容としたもの。

d 硫酸溶液（1mol/L）

硫酸（J I S K 8951（硫酸（試薬））に規定するもの。）56mLを水200mLに溶かし、これを1,000mLの全量フラスコに移し入れ、水で定容としたもの。

e でんぷん溶液

でんぷん（J I S K 8659（でんぷん（溶性）（試薬））に規定するもの。）1 gを水10mLとよく混和し、熱水200mL中にかき混ぜながら加える。約1分間煮沸し、冷却した後、ろ過したもの。

f ホルムアルデヒド標準原液

ホルムアルデヒド液（J I S K 8872（ホルムアルデヒド液（試薬））に規定するもの。）1 mLを1,000mLの全量フラスコに入れ、水で定容としたもの。

この溶液のホルムアルデヒド濃度は、次の要領により求める。

上記、ホルムアルデヒド標準原液20mLを100mLの共栓付き三角フラスコ（J I S R 3503（化学分析用ガラス器具）に規定するもの。以下同じ。）に分取し、aのよう素溶液25mL及びcの水酸化ナトリウム溶液10mLを加え、遮光した状態で15分間室温に放置する。次に、dの硫酸溶液15mLを加え、遊離したよう素を直ちにbのチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。溶液が淡黄色になつてから、eのでんぷん溶液1 mLを指示薬として加え、更に滴定する。別に水20mLを用いて空試験を行い、次の式によってホルムアルデヒド濃度を求める。

$$C = 1.5 \times (B - S) \times f \times 1,000 / 20$$

Cは、ホルムアルデヒド標準原液中のホルムアルデヒド濃度（mg/L）

Sは、ホルムアルデヒド標準原液の0.1mol/Lのチオ硫酸ナトリウム溶液の滴定量（mL）

Bは、空試験における0.1mol/Lのチオ硫酸ナトリウム溶液の滴定量（mL）

fは、0.1mol/Lのチオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

1.5は、0.1mol/Lのチオ硫酸ナトリウム溶液1 mLに相当するホルムアルデヒド量（mg）

g ホルムアルデヒド標準溶液

ホルムアルデヒド標準原液を水1,000mL中に3 mgのホルムアルデヒドを含むように、1,000mLの全量フラスコに適量採り、水で定容としたもの。

h アセチルアセトン-酢酸アンモニウム溶液

アセチルアセトン-酢酸アンモニウム溶液は、150 gの酢酸アンモニウム（J I S K 8359（酢酸アンモニウム（試薬））に規定するもの。）を800mLの水に溶かし、これに3 mLの氷酢酸（J I S K 8355（酢酸（試薬））に規定するもの。）と2 mLのアセチルアセトン（J I S K 8027（アセチルアセトン（試薬））に規定するもの。）を加え、溶液の中で十分混和させ、

チオ硫酸ナトリウム五水和物（J I S K 8637（チオ硫酸ナトリウム五水和物（試薬））に規定するもの。）26 gと炭酸ナトリウム（J I S K 8625（炭酸ナトリウム（試薬））に規定するもの。）0.2 gを溶存酸素を含まない水1,000mLに溶かし、2日間放置した後、よう素酸カリウム（J I S K 8005（容量分析用標準物質）に規定するもの。）を用いて、J I S K 8001（試薬試験方法通則）の4.5（滴定用溶液）（21.2）0.1mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液に規定する標定を行った溶液。

c 水酸化ナトリウム溶液（1mol/L）

水酸化ナトリウム（J I S K 8576（水酸化ナトリウム（試薬））に規定するもの。）40 gを水200mLに溶かし、これを1,000mLのメスフラスコに移し入れ、定容としたもの。

d 硫酸溶液（1mol/L）

硫酸（J I S K 8951（硫酸（試薬））に規定するもの。）56mLを水200mLに溶かし、これを1,000mLのメスフラスコに移し入れ、定容としたもの。

e でんぷん溶液

でんぷん（J I S K 8659（でんぷん（溶性）（試薬））に規定するもの。）1 gを水10mLとよく混和し、熱水200mL中にかき混ぜながら加える。約1分間煮沸し、冷却した後、ろ過した溶液。

f ホルムアルデヒド標準原液

ホルムアルデヒド液（J I S K 8872（ホルムアルデヒド液（試薬））に規定するもの。）1 mLを1,000mLのメスフラスコに入れ、水で定容としたもの。

この溶液のホルムアルデヒド濃度は、次の要領により求める。

上記、ホルムアルデヒド標準原液20mLを100mLの共栓付き三角フラスコ（J I S R 3503（化学分析用ガラス器具）に規定するもの。以下同じ。）に分取し、aのよう素溶液25mL及びcの水酸化ナトリウム溶液10mLを加え、遮光した状態で15分間室温に放置する。次に、dの硫酸溶液15mLを加え、遊離したよう素を直ちにbのチオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。溶液が淡黄色になつてから、eのでんぷん溶液1 mLを指示薬として加え、更に滴定する。別に水20mLを用いて空試験を行い、次の式によってホルムアルデヒド濃度を求める。

$$C = 1.5 \times (B - S) \times f \times 1,000 / 20$$

Cは、ホルムアルデヒド標準原液中のホルムアルデヒド濃度（mg/L）

Sは、ホルムアルデヒド標準原液の0.1mol/Lのチオ硫酸ナトリウム溶液の滴定量（mL）

Bは、空試験における0.1mol/Lのチオ硫酸ナトリウム溶液の滴定量（mL）

fは、0.1mol/Lのチオ硫酸ナトリウム溶液のファクター

1.5は、0.1mol/Lのチオ硫酸ナトリウム溶液1 mLに相当するホルムアルデヒド量（mg）

g ホルムアルデヒド標準溶液

ホルムアルデヒド標準原液を水1,000mL中に3 mgのホルムアルデヒドを含むように、1,000mLのメスフラスコに適量とり、水を標線まで加えて調製した溶液。

h アセチルアセトン-酢酸アンモニウム溶液

アセチルアセトン-酢酸アンモニウム溶液は、150 gの酢酸アンモニウム（J I S K 8359（酢酸アンモニウム（試薬））に規定するもの。）を800mLの水に溶かし、これに3 mLの氷酢酸（J I S K 8355（酢酸（試薬））に規定するもの。）と2 mLのアセチルアセトン（J I S K 8027（アセチルアセトン（試薬））に規定するもの。）を加え、溶液の中で十分混合させ、

更に水を加えて1,000mLとしたもの。(直ちに測定ができない場合は、0から10℃の冷暗所に調整後3日を超えない間保管することができる。)

(f) ホルムアルデヒドの捕集

図7のように大きき240mm(内容積9~11Lまで)のデシケーター(JIS R 3503(化学分析用ガラス器具)に規定するもの。)の底の中央部に300±1mLの蒸留水を入れた直径120mm、高さ60mmの結晶皿を置き、その上に図8のように試験片をそれぞれが接触しないように支持金具に固定して載せ、20±1℃で24時間-0、+5分放置して、放散するホルムアルデヒドを蒸留水に吸収させて試料溶液とする。

また、バックグラウンドのホルムアルデヒド濃度を測定するために試験片を入れない状態で上記の操作を行い、これをバックグラウンド溶液とする。

図7

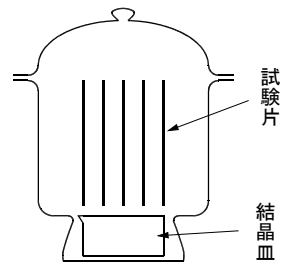
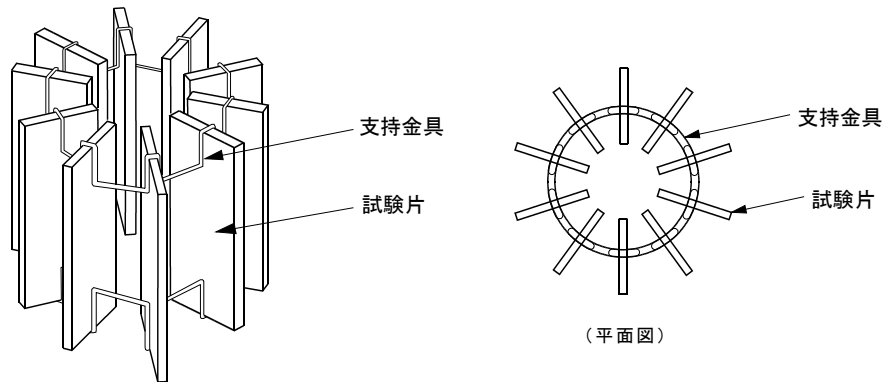


図8



(見取図)

(g) 試料溶液中のホルムアルデヒドの濃度の測定

試料及びバックグラウンド溶液中のホルムアルデヒド濃度の測定は、アセチルアセトン吸光度法によって測定する。

(f)の試料溶液25mLを共栓付き容器に入れ、次に、アセチルアセトン-酢酸アンモニウム溶液25mL

定容としたもの。(直ちに測定ができない場合は、0から10℃の冷暗所に調整後3日を超えない間保管することができる。)

(f) ホルムアルデヒドの捕集

図1のように大きき240mm(内容積9~11Lまで)のデシケーター(JIS R 3503(化学分析用ガラス器具)に規定するもの。)の底の中央部に300±1mLの蒸留水を入れた直径120mm、高さ60mmの結晶皿を置き、その上に図2のように試験片をそれぞれが接触しないように支持金具に固定してのせ、20±1℃で24時間-0、+5分放置して、放散するホルムアルデヒドを蒸留水に吸収させて試料溶液とする。

図1

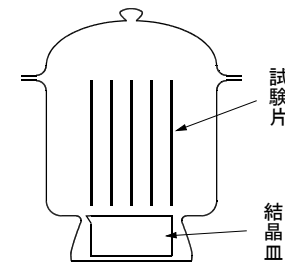
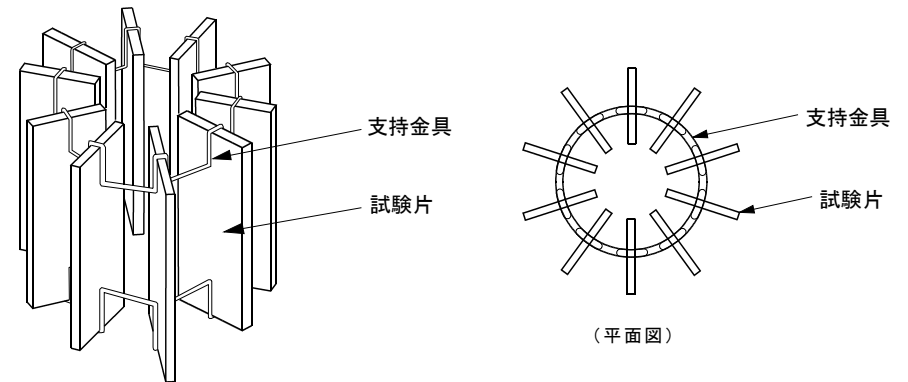


図2



(見取図)

(g) 試料溶液中のホルムアルデヒドの濃度の測定

試料溶液中のホルムアルデヒド濃度の測定は、アセチルアセトン吸光度法によって測定する。

(f)の試料溶液25mLを共栓付き三角フラスコに入れ、次に、アセチルアセトン-酢酸アンモニウム溶液25mLを加え、軽く栓をして混和する。共栓付き三角フラスコを、65±2℃の水中で10分間加温

を加え、軽く栓をして混和する。共栓付き容器を、 65 ± 2 ℃の水中で10分間加温した後、この溶液を室温になるまで遮光した状態で静置する。この溶液を吸収セルに採り、水を対照として、波長412nmの吸光度を分光光度計を用いて測定する。

(㌠) 検量線の作成

検量線は、ホルムアルデヒド標準溶液を、全量ビペット (J I S R 3505 (ガラス製体積計))に規定するもの。)で0mL、5mL、10mL、20mL、50mL及び100mL採り、別々の100mLの全量フラスコに入れた後、水で定容とし、検量線作成用ホルムアルデヒド溶液とする。それぞれの検量線作成用溶液から25mLを分取し(㌡)の操作を行い、ホルムアルデヒド量(0～3mg)と吸光度との関係線を作成する。その傾き(F)は、グラフ又は計算によつて求める。

(㌢) ホルムアルデヒド濃度の算出

試料溶液のホルムアルデヒド濃度は次の式により算出する。

$$G = F \times (A_d - A_b)$$

Gは、試験片のホルムアルデヒド濃度 (mg/L)

A_dは、試料溶液の吸光度

A_bは、バックグラウンド溶液の吸光度

Fは、検量線の傾き (mg/L)

(9) [略]

別記様式 (第3条及び第4条関係)

[略]

した後、この溶液を室温になるまで遮光した状態で静置する。この溶液を吸収セルにとり、水を対照として、波長412nmで分光光度計で吸光度を測定する。

(㌠) 検量線の作成

検量線は、ホルムアルデヒド標準溶液を、ビペット (J I S K 3505 (ガラス製体積計))に規定するもの。)で0mL、5mL、10mL、20mL、50mL及び100mLとり、別々の100mLのメスフラスコに入れた後、水を標線まで加え、検量線作成用ホルムアルデヒド溶液とする。それぞれの検量線作成用溶液から25mLを分取し(㌡)の操作を行い、ホルムアルデヒド量(0～3mg)と吸光度との関係線を作成する。その傾き(F)は、グラフ又は計算によつて求める。

(㌢) ホルムアルデヒド濃度の算出

試料溶液のホルムアルデヒド濃度は次の式により算出する。

$$G = F \times (A_d - A_b)$$

Gは、試験片のホルムアルデヒド濃度 (mg/L)

A_dは、試料溶液の吸光度

A_bは、空試験 (新鮮な蒸留水)の吸光度

Fは、検量線の傾き (mg/L)

(9) [略]

別記様式 (第3条及び第4条関係)

[略]