

検量線の作成

標準溶液について、選択イオンクロマトグラム (SIM) を測定し、そのピーク面積の和を用いて検量線を作成する。

[エポキシ化大豆油およびエポキシ化アマニ油]

エポキシ化大豆油およびエポキシ化アマニ油は分子量が約 1000 であることから、分析には高速液体クロマトグラフィーの一種であるゲルパーミエーションクロマトグラフィー (GPC) が適している。

1. 装置

高速液体クロマトグラフー示差屈折計および紫外検出器 (LC - RI / UV)

2. 試験溶液の調製

試料をテトラヒドロフランに溶解して数%濃度に調製する。不溶性の安定剤等を 0.45 μ m のメンブランフィルターでろ過し、試験溶液とする。

3. 試験操作

高速液体クロマトグラフィーの条件

カラム：スチレンジビニルベンゼン系ポラスポリマー (分析用 300 \times 8.0mm I.D. (排除限界 1000 および 5000) 各 1 本

分取用 600 \times 20mm I.D. (排除限界 1000 および 5000) 各 1 本

移動相：テトラヒドロフランまたはクロロホルム

流量：1 または 3 mL/min

定性

定性を行う前にカラムの標準ポリスチレンによる分子量の検量線 (校正曲線) を作成する。次いで試験溶液を注入し、分子量 1000 付近に現れるピークを分取した後、溶離液を除去し、得られた残渣物

の赤外吸収スペクトルを測定する。標準スペクトルと比較し同定を行う。

定量

定性試験で検出した場合、試験溶液のピーク面積を用いて定量を行う。

[アジピン酸ジ n - アルキル]

1. 標準溶液

アジピン酸ジ n - アルキル 100mg を精秤し、n - ヘキサンを加えて溶解して 100.0 mL とし、以下適宜希釈して標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフー質量分析器付き

3. 試験溶液の調製

試料を 5 \times 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 $^{\circ}$ C 以下で減圧下濃縮する。残留物にアセトン 1mL を加えて溶解し、これに n - ヘキサンを加えて全量 10.0mL の溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：5%ジフェニルジメチルシリコンキャピラリカラム

内径 0.32 mm I.D. \times 25 m、

膜厚 0.25 μ m

カラム温度：初期温度 100 $^{\circ}$ C (3min)、

最終温度 280 $^{\circ}$ C (5min)、

昇温速度 10 $^{\circ}$ C/min

注入口および GC インターフェース

温度：280 $^{\circ}$ C

イオン源温度：200 $^{\circ}$ C

イオン化法：EI法（70 eV）
キャリアーガスおよび流量：He、1.6
mL / min
注入法：スプリット方式
注入量：1 μL

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。なお、アジピン酸ジ n -アルキルはガスクロマトグラム上 5 本の複合ピークとなって現れるので、マススペクトルを測定して同定を行い、ピークを確定する。

定量

定性試験で確定した複合ピークの面積の和を用いて検量線から定量を行う。

検量線の作成

標準溶液について、選択イオンクロマトグラム（SIM）を測定し、そのピーク面積の和を用いて検量線を作成する。

[アジピン酸ジ n -アルキル]

1. 標準溶液

アジピン酸ジ n -アルキル 100mg を精秤し、n -ヘキサンを加えて溶解して 100.0 mL とし、以下適宜希釈して標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフー質量分析器付き

3. 試験溶液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗

い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧下濃縮する。残留物にアセトン 1mL を加えて溶解し、これに n -ヘキサンを加えて全量 10.0mL の溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：5%ジフェニルジメチルシリ
コンキャピラリカラム

内径 0.32 mm I.D. × 25 m、膜厚
0.25 μm

カラム温度：初期温度 100 °C (3min)、
最終温度 280 °C (5min)、昇温速度
10 °C/min

注入口および GC インターフェース
温度：280 °C

イオン源温度：200 °C

イオン化法：EI法（70 eV）

キャリアーガスおよび流量：He、1.6
mL / min

注入法：スプリット方式

注入量：1 μL

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。なお、アジピン酸ジ iso -アルキルは異性体を多く含むためガスクロマトグラム上、1 本のピークではなく複合ピークとなって現れるので、その範囲を確定する。

定量

定性試験で確定した複合ピークの面積の和を用いて検量線から定量を行う。

検量線の作成

標準溶液について、選択イオンクロマトグラム（SIM）を測定し、そのピーク面積の和を用いて検量線を作成する。

[ソルビタン脂肪酸エステル]

試験法の概要

ソルビタン脂肪酸エステルは、ソルビトール、ソルビタン及びソルバイドの各種脂肪酸エステルの混合物である。ソルビタン脂肪酸エステルは、けん化分解後得られたソルビトール、ソルビタン及びソルバイドをトリメチルシリル体とし、ガスクロマトグラフィーによりソルビタンモノ脂肪酸エステルとして定量する。

1. 標準溶液

α -(D) ソルビトール、1, 4-ソルビタン及び1, 4, 3, 6-ソルバイド 100mg ずつをそれぞれ正確に量り、合わせ、クロロホルムを加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100mL とし、標準液とする（この液 1mL は、 α -(D) ソルビトール、1, 4-ソルビタン及び1, 4, 3, 6-ソルバイドそれぞれ 20 μ g ずつを含む）。

標準液 0.1、0.5 及び 1mL をそれぞれ正確にとり、濃縮器に入れ、減圧濃縮してクロロホルムを留去する。次にピリジン 3mL および TMS 試液 3mL ずつをそれぞれ正確にとってそれぞれに加え、30 分間振り混ぜ、検量線用標準液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ-水素炎イオン化型検出器付 (GC-FID)

3. 試験液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗

い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧下濃縮する。残留物にクロロホルムを加えて溶解し、全量 10.0mL の溶液とする

試料液を濃縮器に入れ、減圧濃縮してクロロホルムを留去し、エタノール製 0.5N 水酸化カリウム試液 100mL を加えて 1 時間加熱還流し、減圧濃縮した後、0.5N 塩酸 120mL を加えて 1 時間加熱還流する。冷後、分液漏斗に移し、*n*-ヘキサン 25mL ずつで 2 回水層を洗い、それぞれ洗液は捨て、水層を濃縮器に入れ、エタノール製 0.5N 水酸化ナトリウムで中和し、減圧濃縮した後、無水硫酸ナトリウム 3g 及び *n*-ブタノール 25mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。残留物をブタノール 25mL で洗い、ろ液および洗液を合わせ、ろ過する。減圧濃縮して *n*-ブタノールを留去する。これにピリジン 3mL 及び TMS 試液 3mL をそれぞれ正確に加え、30 分間振り混ぜ、試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：3% JXR シリコン/クロ

モソルブ (60 - 80 メッシュ)、

内径 3 mm × 長さ 1 m

カラム温度：120 °C → 220 °C (昇温速度 10 °C/min)

注入口および検出器温度：300 °C

キャリアーガス：ヘリウム 50mL/min

検量線の作成

標準液 5 μ L を量り、それぞれガスクロマトグラフに注入し、得られたピーク高さ比又はピーク面積比から α -(D) ソルビトール、ソルビタン及び1, 4, 3, 6-ソルバイドのそれぞれの検量線を作成する。

定量

試験液 5 μ L をとり、標準液と同様の操作を行い、検量線から試験液中のそれ

その濃度を求める。

注入量：1 μ L

[フタル酸ジ 2 -エチルヘキシル]

1. 標準溶液

フタル酸ジ 2 -エチルヘキシル 100mg を精秤し、n -ヘキサンを加えて溶解して 100.0 mL とし、以下適宜希釈して標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフィー質量分析器付き

3. 試験溶液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧下濃縮する。残留物にアセトン 1mL を加えて溶解し、これに n -ヘキサンを加えて全量 10.0mL の溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：5%ジフェニルジメチルシリコンキャピラリカラム

内径 0.32 mm I.D. × 25 m、膜厚 0.25 μ m

カラム温度：初期温度 100 °C (3min)、最終温度 280 °C (5min)、昇温速度 10 °C/min

注入口および GC インターフェース温度：280 °C

イオン源温度：200 °C

イオン化法：EI 法 (70 eV)

キャリアーガスおよび流量：He、1.6 mL / min

注入法：スプリット方式

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[グリセリン脂肪酸エステル]

試験法の概要

グリセリン脂肪酸エステルは、その主成分のモノグリセリドをトリメチルシリル体として、測定するガスクロマトグラフィーによりモノグリセリドとして定量する。

1. 標準液の調製

ステアリン酸モノグリセリドそれぞれ 100mg を正確に量り、クロロホルムを加えて溶かして正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100mL とし、標準液とする (この液 1mL は、ステアリン酸モノグリセリド 50 μ g を含む)。

2. 装置

ガスクロマトグラフィー水素炎イオン化型検出器付き (GC - FID)。

3. 試験液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧

下濃縮する。残留物にクロロホルムを加えて溶解し、全量 10.0mL の溶液とする。この液を濃縮器に入れ、約 40 °C の水浴中で減圧下蒸発乾固する。これにピリジン 0.5mL を加えて溶かし、TMS 試薬 0.5mL を加え、よく振り混ぜ、10 分間放置したものを試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：0.5%OV - 17/クロモソルブ WAW(80 - 100 メッシュ)、
内径 3mm × 長さ 5cm

カラム温度：185 °C

注入口及び検出器温度：230 °C

キャリアーガス：窒素、20 - 40mL / min

検量線の作成

標準液 0.5、1.0、1.5 及び 2mL をそれぞれ正確にとり、それぞれ濃縮器に入れ、以下試験液の調製と同様に操作し、検量線用標準試験溶液とする（これらの液 1 mL は、ステアリン酸モノグリセリドそれぞれ 25、50、75 μ g 及び 100 μ g を含む）。

検量線用標準試験溶液 5 μ L ずつをそれぞれとり、ガスクロマトグラフに注入し、得られたステアリン酸モノグリセリドそれぞれのピーク高さ又はピーク面積から検量線を作成する。

定量

測定液 5 μ L とり、ガスクロマトグラフに注入し、得られたステアリン酸モノグリセリドのピーク高さ又はピーク面積を求め検量線から測定液中のモノグリセリド濃度 (μ g / mL) を求める。

[ジブチルスズマレイン酸エステル
およびジ n - オクチルスズマレイン酸エステル]

1. 試薬および器具

1) ヘキサン：試薬特級

2) テトラヒドロフラン (THF)：試薬特級

3) グリニアル試薬：臭化メチルマグネシウム 1mol / L THF 溶液

臭化エチルマグネシウム 1mol / L THF 溶液

臭化プロピルマグネシウム 2mol / L THF 溶液

4) 無水硫酸ナトリウム：試薬特級

5) 塩酸：試薬特級

6) 1N 硫酸

7) ジブチルスズジクロライド (DBTC) 標準溶液 (50 μ g / mL)：

DBTC (東京化成製) 100.0mg をヘキサンに溶かし 100mL として標準原液とする。そのうち 5mL を採り、ヘキサンで 100mL として標準溶液とする。

8) テトラブチルスズ (TBT) 標準溶液 (50 μ g / mL)：

TBT (東京化成製) 100.0mg をヘキサンに溶かし 100mL として標準原液とする。そのうち 5mL を採り、ヘキサンで 100mL として標準溶液とする。

9) シリカゲルカラム：

カラムクロマトグラフ用シリカゲル(和光純薬製) 3g をヘキサンに懸濁させ内径 1cm 長さ 20cm のガラスカラムに流し込んで充填し、その上に無水硫酸ナトリウム 1g を積層させる。

10) 標準液の調製

DBTC 標準溶液 1 ~ 2mL と TBT 標準溶液 1 ~ 2mL を 50mL 共栓付ナスフラスコに正確に採取し、フラスコを水で冷やしながらグリニアル試薬 2mL を加え直ちに

栓をして 30 分室温で放置する。ついで 1N 硫酸 10mL をフラスコを冷やしながら加え過剰のグリニアル試薬を分解させる。ヘキサンおよび水 30mL を加え栓をして激しく振とう後静置し、上層のヘキサン層を分取して標準液とする。この標準液は使用時に調製する。

2. 装置

ガスクロマトグラフィ—水素炎イオン化検出器 (FID) 又は炎光光度検出器 (FPD) 付き。

3. 試験溶液の調製

試料 1 ~ 2g を 300mL 三角フラスコに精秤し、THF30mL を加え、溶解させる。溶解後 TBT 標準溶液の 1 ~ 2mL を正確に加えた後、攪拌しながら塩酸を 1 ~ 2 滴加え、塩素化する。次にヘキサン 100mL 徐々に滴下させ樹脂を析出させる。樹脂をろ別し、ろ液に無水硫酸ナトリウム 2 ~ 3g を加え脱水しろ過する。50mL 共栓付ナスフラスコを用いて、ロータリーエバポレーター (40 °C 以下) で乾固させないように約 2mL 程に濃縮する。フラスコを水で冷やしながら、グリニアル試薬 2mL を加え直ちに栓をして 30 分室温で放置する。

次いで 1N 硫酸 10mL をフラスコを冷やしながら加え過剰のグリニアル試薬を分解させる。ヘキサン 5mL および水約 30mL を加え栓をして激しく振とう後静置し、上層のヘキサン層をガスクロマトグラフに注入し測定する。

GC - FID を用いた場合ジブチルスズの付近に擬似ピークが認められた時は、次の方法によりクリーンアップを行う。

ヘキサン層を分離し、シリカゲルカラムを用いヘキサン 30mL で流出させる。流出留分を乾固させないように約 2mL 程に濃縮しガスクロマトグラフに注入して測定する。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリー又はオープンチューブラカラム、カラム径及び長さ：径 0.25 ~ 0.53mm、長さ 25 ~ 60m

カラム温度：100 °C — 10 °C / min
→ 280 °C (

検量線の作成

検量線用標準測定液 1 μL ずつをそれぞれとり、ガスクロマトグラフに注入し、得られたそれぞれのピーク高さ又はピーク面積のから検量線を作成する。

定量

試験液 1 μL とり、ガスクロマトグラフに注入し、得られたピーク高さ又はピーク面積を求め検量線から濃度 (μg / mL) を求める。

[アセチルクエン酸トリブチル]

1. 標準溶液

アセチルクエン酸トリブチル 100mg を精秤し、n -ヘキサンを加えて溶解して 100.0 mL とし、以下適宜希釈して標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ—質量分析器付き

3. 試験溶液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスコにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧下濃縮する。残留物にアセトン 1mL を加

えて溶解し、これに n-ヘキサンを加えて全量 10.0mL の溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：5%ジフェニルジメチルシリコンキャピラリカラム

内径 0.32 mm I.D.× 25 m、膜厚

0.25 μm

カラム温度：初期温度 100 °C (3min)、

最終温度 280 °C (5min)、昇温速度 10

°C/min

注入口および GC インターフェース

温度：280 °C

イオン源温度：200 °C

イオン化法：EI 法 (70 eV)

キャリアーガスおよび流量：He、1.6

mL / min

注入法：スプリット方式

注入量：1 μL

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[アジピン酸ジ 2-エチルヘキシル]

1. 標準溶液

アジピン酸ジ 2-エチルヘキシル 100mg を精秤し、n-ヘキサンを加えて溶解して 100.0 mL とし、以下適宜希釈して標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフー質量分析器付き

3. 試験溶液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切し、その約

1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧下濃縮する。残留物にアセトン 1mL を加えて溶解し、これに n-ヘキサンを加えて全量 10.0mL の溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：5%ジフェニルジメチルシリ

コンキャピラリカラム

内径 0.32 mm I.D.× 25 m、膜厚 0.25

μm

カラム温度：初期温度 100 °C (3min)、

最終温度 280 °C (5min)、昇温速度 10

°C/min

注入口および GC インターフェース

温度：280 °C

イオン源温度：200 °C

イオン化法：EI 法 (70 eV)

キャリアーガスおよび流量：He、1.6

mL / min

注入法：スプリット方式

注入量：1 μL

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[フタル酸ジ iso - ノニル]

1. 標準溶液

フタル酸ジ iso - ノニル 100mg を精秤し、n - ヘキサンを加えて溶解して 100.0 mL とし、以下適宜希釈して標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフー質量分析器付き

3. 試験溶液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切り、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスコにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧下濃縮する。残留物にアセトン 1mL を加えて溶解し、これに n - ヘキサンを加えて全量 10.0mL の溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：5%ジフェニルジメチルシリコンキャピラリカラム

内径 0.32 mm I.D. × 25 m、膜厚 0.25 μm

カラム温度：初期温度 100 °C (3min)、最終温度 280 °C (5min)、昇温速度 10 °C/min

注入口および GC インターフェース温度：280 °C

イオン源温度：200 °C

イオン化法：EI 法 (70 eV)

キャリアーガスおよび流量：He、1.6 mL / min

注入法：スプリット方式

注入量：1 μL

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[ステアリン酸 n - ブチル]

1. 試薬

1) テトラヒドロフラン：試薬特級

2) メチルアルコール：試薬特級

3) 内部標準溶液：フタル酸ジエチル 200mg をテトラヒドロフランに溶かし 1000mL とする

2. 装置

ガスクロマトグラフー水素炎イオン化検出器付き

3. 試験溶液の調製

試料約 1g を三角フラスコ (300mL) に精秤し、内部標準溶液 50mL を正確に加え溶解する。溶解後攪拌しながらメチルアルコールを徐々に滴下し、樹脂を析出させる。静置し、上澄液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：5% PEG - HT / Uniport - HT 60/80 mesh、内径 3 mm I.D. × 長さ 2 m

カラム温度：230 °C

注入口温度：310 °C

キャリアーガス：窒素 30 ~ 50 mL/min

定量

既知量のフタル酸ジエチルとステアリン酸 n - ブチルを含む標準液を調製し、

相対感度を求める。

上記で調製した試験溶液を同様に測定し、次の計算式でステアリン酸 n-ブチルの量を求める。

当該物質の濃度 (%)

$$= s \times I \times F \times 100 / i \times S$$

S: 試料量 (mg)

I: 内部標準物質質量 (mg)

s: ステアリン酸 n-ブチルのガスクロマトグラフ面積

i: 内部標準物質のガスクロマトグラフ面積

F: 補正係数

[2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール]

試験の概要

試料をテトラヒドロフランに溶解し、メチルアルコールで樹脂を析出後濃縮し、高速液体クロマトグラフまたはガスクロマトグラフを用いて 2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾールを定量する。

1. 標準溶液

2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾールの 0.01~0.05%メチルアルコール溶液をつくり標準溶液とする。

2. 装置

高速液体クロマトグラフ-紫外部検出器付き (LC-UV)

3. 試験溶液の調製

試料約 1~3g を精秤しテトラヒドロフラン 30mL に溶解する。この溶液に攪拌下メチルアルコール 100mL を徐々に滴下して樹脂を析出させる。樹脂をろ過後さらにメチルアルコールで洗浄する。ろ液

と洗液を合わせ蒸発乾固しチルアルコールで 10mL 定容とし試験溶液とする。

4. 試験操作

高速液体クロマトグラフィーの条件

カラム: 充てん剤 オクタデシルシラン系カラム径及び長さ 4 × 200mm

溶離液: メチルアルコール・水 (88:12)

流速: 1 mL/min

検出器: UV 340 nm

検量線の作成

標準溶液を用いて、ピーク面積を用いて検量線を作成する。

定量

試験溶液について、ピーク面積から 2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾールの濃度を求め、次式により試料中の濃度を算出する。

$$\text{濃度 (\%)} = \text{検量線から求めた濃度 (\%)} \times 10 / S$$

ただし、S: 試料量(g)

II. ポリエチレン

[n-オクタデシル-β-(4'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)プロピオネート]

1. 標準溶液

n-オクタデシル-β-(4'-ヒドロキシ-3', 5'-ジ-tert-ブチルフェニル)プロピオネート 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ-質量分析器付き (GC-MS)

3. 試験溶液の調製

試料は細切り、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2-プロパノール混液（1：1）10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニトリルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.25mm i.d. × 5m、膜厚 0.5 μm)

カラム温度：50 ~ 300 °C (20 °C / min 昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、2.95 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[エルカ酸アミド]

1. 標準溶液

エルカ酸アミド 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフィー質量分析器付き (GC-MS)

3. 試験溶液の調製

試料は細切り、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2-プロパノール混液（1：1）10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニトリルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.25mm i.d. × 5m・膜厚 0.5 μm)

カラム温度：50 ~ 300 °C (20 °C / min 昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、2.95 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[トリス (2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル) フォスファイト]

1. 標準溶液

トリス (2, 4-ジ-tert-ブチルフェニル) フォスファイト 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ-質量分析器付き (GC-MS)

3. 試験溶液の調製

試料 (フィルム状) は細切し、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2-プロパノール混液 (1:1) 10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニトリルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.25mm i.d. × 5m · 膜厚 0.5 μm)

カラム温度：50 ~ 300 °C (20 °C / min 昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、2.95 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[ジブチルヒドロキシトルエン (BHT)]

1. 標準溶液

ジブチルヒドロキシトルエン 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ-質量分析器付き (GC-MS)

3. 試験溶液の調製

試料は細切し、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2-プロパノール混液 (1:1) 10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニトリルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.25mm i.d. × 5m · 膜厚 0.5 μm)

カラム温度：50 ~ 300 °C (20 °C / min 昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、2.95 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[オレイン酸アミド]

1. 標準溶液

オレイン酸アミド 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフー質量分析器付き (GC - MS)

3. 試験溶液の調製

試料は細切し、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2 - プロパノール混液 (1 : 1) 10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニトリルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.25mm i.d. × 5m · 膜厚 0.5 μm)

カラム温度：50 ~ 300 °C (20 °C / min 昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、2.95 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得

られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[テトラキス [メチレン - 3 - (3', 5' - ジ - t - ブチル - 4' - ヒドロキシフェニル)プロピオネート] メタン]

1. 標準溶液

テトラキス [メチレン - 3 - (3', 5' - ジ - t - ブチル - 4' - ヒドロキシフェニル)プロピオネート] メタン 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

高速液体クロマトグラフー紫外検出器付き (LC - UV)

3. 試験溶液の調製

試料は細切し、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2 - プロパノール混液 (1 : 1) 10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニトリルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

高速液体クロマトグラフィーの条件

カラム：ODS (4.6 mm I.D. × 250 mm)

移動相：A 液；水、B 液：アセトニトリル

リニアグラジエント

min	A (%)	B (%)
0	40	60
13	0	100
35	0	100
40	40	60

流速：1.5 mL/min

カラム温度：50 °C

測定波長：235 nm

定性

標準溶液および試験溶液の各 10 μ L について、得られたクロマトグラムより保持時間を比較して定性を行う。

定量

得られたピーク高またはピーク面積を用いて検量線により定量を行う。

検量線の作成

標準溶液 0.5 ~ 50 μ g を用い、得られたピーク高またはピーク面積を用いて検量線を作成する。

[ステアリン酸アミド]

1. 標準溶液

ステアリン酸アミド 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフー質量分析器付き (GC-MS)

3. 試験溶液の調製

試料 (フィルム状) は細切り、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2-プロパノール混液 (1:1) 10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニト

リルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.25mm i.d. × 5m · 膜厚 0.5 μ m)

カラム温度：50 ~ 300 °C (20 °C / min 昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、2.95 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[グリセリン脂肪酸エステル]

試験法の概要

グリセリン脂肪酸エステルは、その主成分のモノグリセリドをトリメチルシリル体として、測定するガスクロマトグラフィーによりモノグリセリドとして定量する。

1. 標準液の調製

ステアリン酸モノグリセリドそれぞれ 100mg を正確に量り、クロロホルムを加えて溶かして正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100mL とし、標準液とする (この液 1mL は、ステアリン酸モノグリセリ

ド 50 μ g を含む)。

2. 装置

ガスクロマトグラフー水素炎イオン化型検出器付き (GC - FID)

3. 試験液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧下濃縮する。残留物にクロロホルムを加えて溶解し、全量 10.0mL の溶液とする。この液を濃縮器に入れ、約 40 °C の水浴中で減圧下蒸発乾固する。これにピリジン 0.5mL を加えて溶かし、TMS 試薬 0.5mL を加え、よく振り混ぜ、10 分間放置したものを試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：0.5%OV - 17/クロモソルブ WAW (80 - 100 メッシュ)、
内径 3mm × 長さ 5cm

カラム温度：185 °C

注入口及び検出器温度：230 °C

キャリアーガス：窒素、20 - 40mL / min

検量線の作成

標準液 0.5、1.0、1.5 及び 2mL をそれぞれ正確にとり、それぞれ濃縮器に入れ、以下試験液の調製と同様に操作し、検量線用標準試験溶液とする (これらの液 1 mL は、ステアリン酸モノグリセリドそれぞれ 25、50、75 μ g 及び 100 μ g を含む)。

検量線用標準試験溶液 5 μ L ずつをそ

れそれぞれ、ガスクロマトグラフに注入し、得られたステアリン酸モノグリセリドそれぞれのピーク高さ又はピーク面積から検量線を作成する。

定量

測定液 5 μ L とり、ガスクロマトグラフに注入し、得られたステアリン酸モノグリセリドのピーク高さ又はピーク面積を求め検量線から測定液中のモノグリセリド濃度 (μ g / mL) を求める。

[ポリエチレングリコール]

1. 標準溶液

ポリエチレングリコール (平均分子量 200、400、600) 各 100mg を精秤し、メタノールを加えて溶解して 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフー質量分析器付き (GC - MS)

3. 試験溶液の調製

試料を細切し、その 2.0g をソックスレー用円筒ろ紙に精秤し、クロロホルム 100mL をを用いて 6 時間加熱抽出する。抽出後、抽出液を水浴上で蒸発乾固する。残渣物にクロロホルムを加えて溶解し 2.0mL とし、試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.2mm i.d. × 12m・膜厚 0.33 μ m)

カラム温度：100 ~ 200 °C (20 °C / min 昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、1.5 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[エポキシ化大豆油およびエポキシ化アマニ油]

試験法の概要

エポキシ化大豆油およびエポキシ化アマニ油は分子量が約 1000 であることから、分析には高速液体クロマトグラフィーの一種であるゲルパーミエーションクロマトグラフィー (GPC) が適している。

1. 装置

高速液体クロマトグラフィー示差屈折計および紫外部検出器 (LC - RI / UV)

2. 試験溶液の調製

試料をテトラヒドロフランに溶解して数%濃度に調製する。不溶性の安定剤等を 0.45 μ m のメンブランフィルターでろ過し、試験溶液とする。

3. 試験操作

高速液体クロマトグラフィーの条件

カラム：スチレンジビニルベンゼン系ポラスポリマー (分析用 300 \times 8.0mm I.D. (排除限界 1000 および 5000) 各 1 本

分取用 600 \times 20mm I.D. (排除限界 1000 および 5000) 各 1 本

移動相：テトラヒドロフランまたはクロロホルム

流量：1 または 3 mL/min

定性

定性を行う前にカラムの標準ポリスチレンによる分子量の検量線 (校正曲線) を作成する。次いで試験溶液を注入し、分子量 1000 付近に現れるピークを分取した後、溶離液を除去し、得られた残査物の赤外吸収スペクトルを測定する。標準スペクトルと比較し同定を行う。

定量

定性試験で検出した場合、試験溶液のピーク面積を用いて定量を行う。

[エチレンビスステアリン酸アミド]

試験法の概要

試料をクロロホルムで抽出し、重量分析にてエチレンビスステアリン酸アミドを定量する。

1. 試薬及び器具

- 1) クロロホルム：試薬特級
- 2) テトラヒドロフラン：試薬特級
- 3) ソックスレー抽出装置
- 4) ガラスフィルター (G3)

2. 試験溶液の調製

試料約 5g をソックスレー円筒ろ紙に精秤し、クロロホルムを抽出液として 10 時間抽出を行なう。抽出液は濃縮乾固し、テトラヒドロフラン 50m を加え、加温し完全に溶解する。これを冷蔵庫中で一夜冷却し、生成した沈澱を重量既知のガラスフィルター (G3) でろ過する。残査物は冷蔵庫で一夜冷却したテトラヒドロフラン 100mL で洗浄する。ガラスフィルターを 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥しデシケーター中で 1 時間放冷後秤量し、残査物量を求める。

次式により、エチレンビスステアリン酸アミド量を求める。

$$\text{当該物質の濃度 (\%)} = W \times 100 / S$$

ただし、W：残査物量 (g)

S：試料量 (g)

[2-ヒドロキシ-4-n-オクトキシベンゾフェノン]

1. 標準溶液

2-ヒドロキシ-4-n-オクトキシベンゾフェノン 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ-質量分析器付き (GC-MS)

3. 試験溶液の調製

試料は細切し、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2-プロパノール混液 (1:1) 10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニトリルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.25mm i.d. × 5m・膜厚 0.5 μm)

カラム温度：50 ~ 300 °C (20 °C / min 昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、2.95 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[ベヘン酸アミド]

1. 標準溶液

ベヘン酸アミド 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ-質量分析器付き (GC-MS)

3. 試験溶液の調製

試料 (フィルム状) は細切し、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2-プロパノール混液 (1:1) 10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニトリルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.25mm i.d. × 5m・膜厚 0.5 μm)

カラム温度：50 ~ 300 °C (20 °C / min 昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、2.95 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[ジラウリル 3、3'-チオジプロピオネート]

1. 標準溶液

ジラウリル 3、3'-チオジプロピオネート 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ-質量分析器付き (GC-MS)

3. 試験溶液の調製

試料は細切し、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2-プロパノール混液 (1:1) 10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニトリルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.25mm i.d. × 5m · 膜厚 0.5 μm)

カラム温度：50 ~ 300 °C (20 °C / min 昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、
2.95 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

III. ポリスチレン

[流動パラフィン]

1. 試薬

1) アルミナカラム：クロマト管 (内径 25mm、長さ 400mm) の底部に脱脂綿を詰め、(残留物の重 × 20g) の活性アルミナを少量ずつ、十分にタッピングしながら加える。アルミナの上面には適当な大きさのろ紙をおき、使用したアルミナと同量の石油エーテルで洗う。コックはテフロン製を用いる。

2) 活性アルミナ：80 - 200 メッシュのクロマトグラフィー用。塩基性で水分は 1 % 以内のもの。

3) 石油エーテル：使用前に蒸留したものをを用いる。

4) 脱脂綿：あらかじめ n-ヘキサンで洗い、乾燥させたものをを用いる。

5) n-ヘキサン：使用前に蒸留したものをを用いる。

6) ベンゼン：使用前に蒸留したものをを用いる。

2. 試験溶液の調製

試料を細切し、その約 10g を正確に精

秤し、円筒ろ紙に入れ、脱脂綿で表面を覆い、ソックスレー抽出装置にセットする。n-ヘキサン 150 mL を用い、6 時間加熱還流を行い、抽出を行う。抽出後、n-ヘキサンを約 10mL まで減圧下濃縮乾固する。得られた残渣物の重量を測定する。残渣物に n-ヘキサン 10mL を加えて溶かし、少量の n-ヘキサンを用いて 3 ~ 4ml / 分（以下同じ）の流速で定量的にアルミナカラムに注入し、次いで石油エーテル・ベンゼン混液（9:1）を流す（残留物重量 g × 60mL）。得られた溶離液を減圧濃縮した後、105 ~ 110 °C の乾燥器中で 30 分間乾燥し、冷却後重量を測定する。

3. 試験操作

定性

赤外吸収スペクトル法により同定する。得られた流動パラフィン塩化ナトリウム板につけ、赤外吸収スペクトルを測定し、3.4、6.82、7.26、13.89 μ m の吸収を確認する。

[グリセリン脂肪酸エステル]

試験法の概要

グリセリン脂肪酸エステルは、その主成分のモノグリセリドをトリメチルシリル体として、測定するガスクロマトグラフィーによりモノグリセリドとして定量する。

1. 標準液の調製

ステアリン酸モノグリセリドそれぞれ 100mg を正確に量り、クロロホルムを加えて溶かして正確に 100mL とする。この液 5mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100mL とし、標準液とする（この液 1mL は、ステアリン酸モノグリセリド 50 μ g を含む）。

2. 装置

ガスクロマトグラフィー水素炎イオン化型検出器付き（GC - FID）

3. 試験液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧下濃縮する。残留物にクロロホルムを加えて溶解し、全量 10.0mL の溶液とする。この液を濃縮器に入れ、約 40 °C の水浴中で減圧下蒸発乾固する。これにピリジン 0.5mL を加えて溶かし、TMS 試薬 0.5mL を加え、よく振り混ぜ、10 分間放置したものを試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：0.5%OV - 17/クロモソルブ

WAW(80 - 100 メッシュ)、

内径 3mm × 長さ 5cm

カラム温度：185 °C

注入口及び検出器温度：230 °C

キャリアーガス：窒素、20 - 40mL / min

検量線の作成

標準液 0.5、1.0、1.5 及び 2mL をそれぞれ正確にとり、それぞれ濃縮器に入れ、以下、試験溶液の調製と同様に操作し、検量線用標準試験溶液とする（これらの液 1 mL は、ステアリン酸モノグリセリドそれぞれ 25、50、75 μ g 及び 100 μ g を含む）。

検量線用標準試験溶液 5 μ L ずつをそれぞれとり、ガスクロマトグラフに注入し、得られたステアリン酸モノグリセリ

ドそれぞれのピーク高さ又はピーク面積から検量線を作成する。

定量

測定液 5 μ L とり、ガスクロマトグラフに注入し、得られたステアリン酸モノグリセリドのピーク高さ又はピーク面積を求め検量線から測定液中のモノグリセリド濃度 (μ g / mL) を求める。

[フタル酸ジ 2 -エチルヘキシル]

1. 標準溶液

フタル酸ジ 2 -エチルヘキシル 100mg を精秤し、n -ヘキサンを加えて溶解して 100.0 mL とし、以下適宜希釈して標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフー質量分析器付き

3. 試験溶液の調製

試料を 5 \times 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 $^{\circ}$ C 以下で減圧下濃縮する。残留物にアセトン 1mL を加えて溶解し、これに n -ヘキサンを加えて全量 10.0mL の溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：5%ジフェニルジメチルシリコンキャピラリカラム

内径 0.32 mm I.D. \times 25 m、膜厚 0.25 μ m

カラム温度：初期温度 100 $^{\circ}$ C (3min)、最終温度 280 $^{\circ}$ C (5min)、昇温速度 10 $^{\circ}$ C/min

注入口および GC インターフェース
温度：280 $^{\circ}$ C

イオン源温度：200 $^{\circ}$ C

イオン化法：EI 法 (70 eV)

キャリアーガスおよび流量：He、1.6
mL / min

注入法：スプリット方式

注入量：1 μ L

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[エチレンビスステアリン酸アミド]

試験法の概要

試料をクロロホルムで抽出し、重量分析にてエチレンビスステアリン酸アミドを定量する。

1. 試薬及び器具

- 1) クロロホルム：試薬特級
- 2) テトラヒドロフラン：試薬特級
- 3) ソックスレー抽出装置
- 4) ガラスフィルター (G3)

2. 試験溶液の調製

試料約 5g をソックスレー円筒ろ紙に精秤し、クロロホルムを抽出液として 10 時間抽出を行なう。抽出液は濃縮乾固し、テトラヒドロフラン 50m を加え、加温し完全に溶解する。これを冷蔵庫中で一夜冷却し、生成した沈澱を重量既知のガラスフィルター (G3) でろ過する。残渣物は冷蔵庫で一夜冷却したテトラヒドロフラン 100mL で洗浄する。ガラスフィルターを 105 $^{\circ}$ C で 2 時間乾燥しデシケー

ター中で 1 時間放冷後秤量し、残渣物量を求める。

次式により、エチレンビスステアリン酸アミド量を求める。

$$\text{当該物質の濃度 (\%)} = W \times 100 / S$$

ただし、W：残渣物量 (g)
S：試料量 (g)

[n-オクタデシル-β-(4'-ヒドロキシ-3',5'-ジ-tert-ブチルフェニル)プロピオネート]

1. 標準溶液

n-オクタデシル-β-(4'-ヒドロキシ-3',5'-ジ-tert-ブチルフェニル)プロピオネート 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ-質量分析器付き (GC-MS)

3. 試験溶液の調製

試料は細切り、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2-プロパノール混液 (1:1) 10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニトリルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.25mm i.d. × 5m · 膜厚 0.5 μm)

カラム温度：50 ~ 300 °C (20 °C / min

昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、
2.95 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[ポリエチレングリコール]

1. 標準溶液

ポリエチレングリコール (平均分子量 200、400、600) 各 100mg を精秤し、メタノールを加えて溶解して 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ-質量分析器付き (GC-MS) き

3. 試験溶液の調製

試料 2.0g を精秤し、クロロホルム 20mL を加えて溶解後、メタノール 100mL を少量ずつ加えてポリマーを析出させる。ついでガラスろ過器でろ過し、ろ液を分取後残渣物をメタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ、水浴上で蒸発乾固する。残渣物をメタノールで溶解して 2.0mL とし、試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.2mm i.d. × 12m · 膜厚 0.33 μm)