日本農林規格

JAS

0600-2 : 20XX

<u>枠組壁工法構造用製材及び枠組壁工法構造用たて継ぎ材-第2部:試験方法</u>

<u>Structural Lumber and FingerJointed Structural Lumber for Wood Frame Construction — Part 2:</u>
Test methods

1 適用範囲

この規格は, JAS 0600-1 の試験方法について規定する。

2 引用規格

<u>次に掲げる引用規格は、この規格に引用されることによって、その一部又は全部がこの規格の要求</u> 事項を構成している。この引用規格は、その最新版(追補を含む。)を適用する。

JIS K 1570 木材保存剤

3 用語及び定義

この規格で用いる主な用語及び定義は、次による。

3.1

関係温湿度の条件

温度 20±2 °C, 湿度 65±5 %の温湿度条件。

4 測定方法

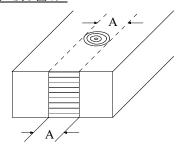
材面等の測定方法は、次のとおりとする。

<u>4.1</u> 節

4.1.1 節の径

節の径の測定方法は、次のとおりとする。

a) その存する材面における長さの方向のりょう線に平行な2接線間の距離とする。(図1) ただし、その節が1又は2のりょう線によって切られている場合には、そのりょう線と接線との 距離又はその幅とする。(図2及び図3)



(新設)

図1-中央節の径の測定方法

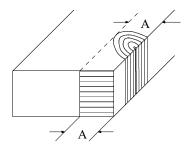


図2-材縁部の節の径の測定方法

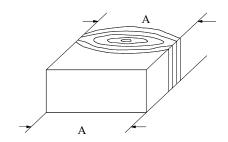


図3 一幅に係る材面を横断した節の径の測定方法

b) 節が群状に現れ、その周辺の繊維が乱れているものは、全体を1個の節とみなし測定する。(図4)

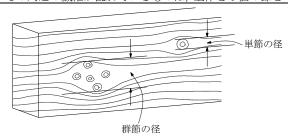


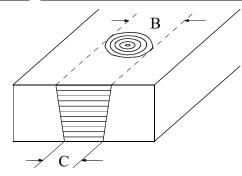
図4-群節の径の測定方法

c) <u>節に沿って入り皮が存在している場合又は節と入り皮が離れているが入り皮部分まで繊維の乱れ</u>が明らかに認められる場合には、入り皮の部分までを節とみなし測定する。

4.1.2 幅に係る材面の節の径

幅に係る材面の節の径の測定方法は、次のとおりとする。

a) 相対面に貫通しているもの 2 材面の節の径の平均をその節の径とする。(図 5)

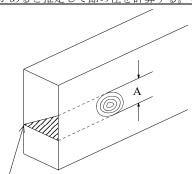


$$X = \frac{B + C}{2}$$

<u>ここで、 X:</u> 節の径

図5-相対面に貫通している幅に係る材面の節の径の測定方法

b) 1材面のみのもの 心去り材にあっては、相対面まで、心持ち材にあっては、節に近い側の木口面の樹心まで、それぞれ節があると推定して節の径を計算する。(図6及び図7)

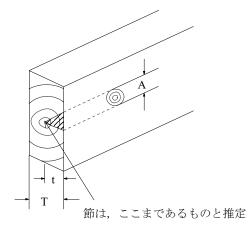


節は、ここまであるものと推定

$$X = \frac{A}{2}$$

<u>ここで、</u> <u>X:</u> 節の径

図6-心去り材の幅に係る材面の節の径の測定方法



 $X = \frac{A}{2} \times \frac{t}{T}$

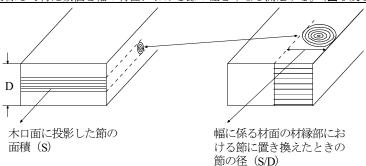
<u>ここで、 X:</u> 節の径

図7-心持ち材の幅に係る材面の節の径の測定方法

4.1.3 厚さに係る材面における節

厚さに係る材面における節の測定方法は、次のとおりとする。

a) 幅に係る材面の材縁部における節に置き換えるものにあっては、節を木口面に投影したときの面積を厚さで除して得た数値を幅の材面における節の径とみなし測定する。(図8及び図9)



$$X = \frac{S}{D}$$

ここで,

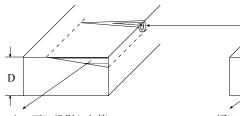
X: 幅に係る材面の材縁部における節に置き換えたときの節の径

(mm)

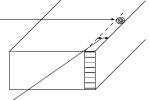
<u>D:</u> 厚さ (mm)

<u>S:</u> 木口面に投影した節の面積 (mm²)

図8-厚さに係る材面における節の置き換え方法(厚面から厚面)



木口面に投影した節の 面積(S)



幅に係る材面の材縁部にお ける節に置き換えたときの 節の径(S/D)

$$X = \frac{S}{D}$$

<u>ここで,</u>

X: 幅に係る材面の材縁部における節に置き換えたときの節の径

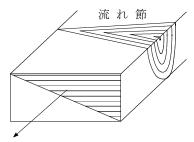
(mm)

D: 厚さ (mm)

<u>S:</u> 木口面に投影した節の面積 (mm²)

図9-厚さに係る材面における節の置き換え方法(厚面から幅面)

b) 相当径比によるものにあっては、節を木口面に投影したときの面積のその木口面に対する割合によって測定する。(図 10)



木口面に投影した節の面積

図10-相当径比による測定方法

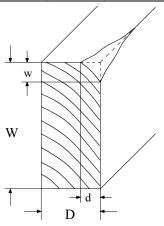
<u>4.2</u> 穴

穴は、4.1 に準じて測定する。虫穴のうち厚面のピンホールは、穴として判定しない。

4.3 丸身

丸身の測定方法は、次のとおりとする。

a) 厚丸身は、丸身の厚さの厚さに対する比、幅丸身は、丸身の幅の幅に対する比とする。(図11)



$$m_{\rm D} = \frac{d}{D}$$

<u>ここで</u>, <u>mo</u>: <u>厚丸身(%)</u> W

$$m_{\rm W} = \frac{w}{W}$$

<u>ここで,</u> mw: 幅丸身(%)

図 11 -丸身の測定方法

- **b)** 同一材面上で木口面に平行な同一断面に2以上の丸身がある場合は、その合計とする。
- c) 通常のバンドル跡又は長さ5cm程度若しくは深さ3mm程度のりょう線上の欠け若しくは傷は、 丸身とみなさない。

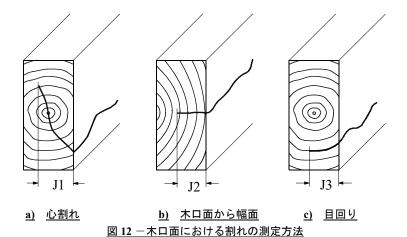
<u>4.4</u> 割れ

<u>4.4.1</u> 割れの長さ

割れの長さは、材面上の割れの材長方向のりょう線に平行な距離を求め測定する。

<u>4.4.2</u> 木口面における割れの深さ

木口面における割れの深さは、木口面上の割れの厚さ方向のりょう線に平行な距離を求め測定する。 (図 12)

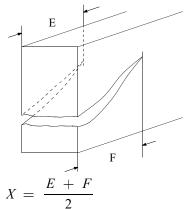


4.4.3 節に伴う割れ

節に伴う割れは、節の中の割れが節の範囲を超えている場合には、節の部分の長さも含めて割れの 長さを測定する。ただし、りょう線上の節でその一部が欠け落ちているものは、割れとはみなさず、 丸身(材長方向の長さが5cm以上のもの)又は穴(材長方向の長さが5cm未満のもの)とみなす。

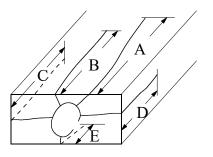
4.4.4 木口面における貫通割れ

木口面における貫通割れは、両材面における割れの長さの平均とし計算する。(図 13) ただし、目回りによって 3 材面又は 4 材面の割れがつながっている場合には、最も長い割れの 2 つ (同一材面のものを除く。)の割れの長さの平均とし計算する。(図 14)



 ここで、
 X:
 割れの長さ (mm)

 図 13 -貫通割れの測定方法 (木口面)



A > B > C > D > E とした場合,

$$X = \frac{A + C}{2}$$

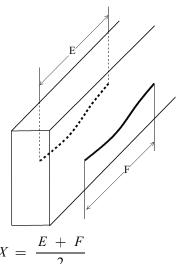
<u>ここで、 X:</u> 割れの長さ (mm)

図 14 - 貫通割れの測定方法(目回り)

4.4.5 木口面以外の材面における貫通割れ

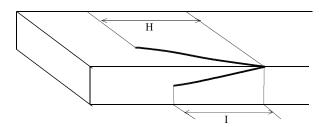
木口面以外の材面における貫通割れの長さの測定方法は、次のとおりとする。この場合において、りょう線付近の割れ部分を剝がしとったときに厚丸身及び幅丸身が 1/4 以下になると認められるものは、貫通割れとみなさない。

a) 相対する材面及び2材面(りょう線を境に割れが折り返しているもの)に貫通している割れの場合には、両材面における貫通割れの長さの平均とする。(図 15 及び図 16)



 ここで,
 X:
 割れの長さ (mm)

 図 15 一貫通割れの測定方法 (相対 2 材面)

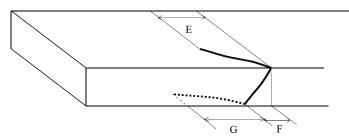


$$X = \frac{H + I}{2}$$

<u>ここで、 X:</u> 割れの長さ (mm)

図 16 - 貫通割れの測定方法(隣接2材面折り返し)

b) 3 材面 (りょう線を境に割れが折り返しているもの) に貫通している割れの場合には, 3 材面に おける貫通割れの長さの合計の 1/2 とする。(**図 17**)

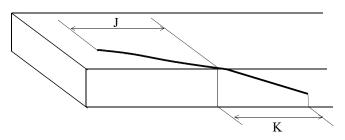


$$X = \frac{E + F + G}{2}$$

ここで, X: 割れの長さ (mm)

図 17 - 貫通割れの測定方法(3 材面折り返し)

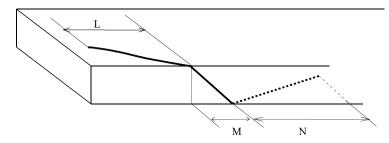
c) 上記 a)又は b)以外の 2 材面又は 3 材面に貫通している割れの場合には、それぞれの材面における 貫通割れの長さの合計とする。(図 18 及び図 19)



X = J + K

<u>ここで、</u> X: 割れの長さ (mm)

図 18 - 貫通割れの測定方法(隣接 2 材面に沿った割れ)



X = L + M + N

<u>ここで, X:</u> 割れの長さ (mm)

図 19 - 貫通割れの測定方法(3 材面に沿った割れ)

4.4.6 その他の割れ

その他の割れの測定方法は、材面における割れの長さを測定する。(図 20)

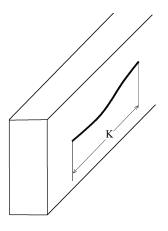


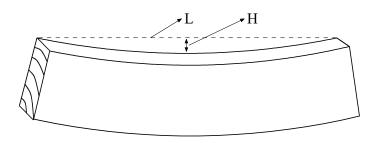
図 20 - その他の割れの測定方法

4.4.7 その他の割れ同一材面に 2 個以上ある場合

同一材面に2個以上ある場合には、最も大きいものの深さ又は長さを測定する。

<u>4.5</u> 曲がり

曲がりの測定方法は、材長方向に沿う内曲面の最大矢高を測定し、弦の長さに対する百分率を求める。(図 21)



$$X = \frac{H}{L} \times 100$$

$$\frac{X = \frac{H}{L} \times 100}{\text{ in } X : \text{ in } M \text{ in } M$$

図 21 -曲がりの測定方法

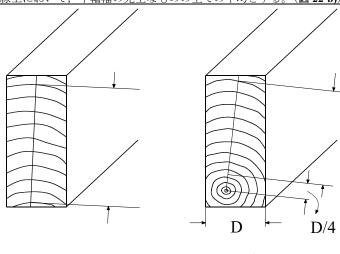
4.7 平均年輪幅

木口面上の平均年輪幅は、次のとおりとする。

a) 心去り材の場合は、年輪にほぼ垂直方向の同一直線上において、年輪幅の完全なものの全ての平

均とする。(図 22 a))

b) 心持ち材の場合は、樹心から材の厚さの 1/4 の長さに相当する部分を除いて、年輪にほぼ垂直方向の同一直線上において、年輪幅の完全なものの全ての平均とする。(図 22 b))



<u>a)</u> 心去り材

<u>b)</u> 心持ち材

図 22 - 平均年輪幅の測定方法

4.8 髄心部 (ラジアタパインに限る。)

髄心部は、透明なプラスチックの板等に半径が 50 mm から 100 mm まで 5 mm 単位に半円を描いた 器具等(以下"測定器具"という。)を用いて、木口面上の最も髄に近い年輪界の上に測定器具の半径が 50 mm の曲線の部分を合致させ、測定器具の半径が 50 mm から 100 mm までの曲線の間における年輪界と測定器具の曲線とを対比して測定する。(図 23)

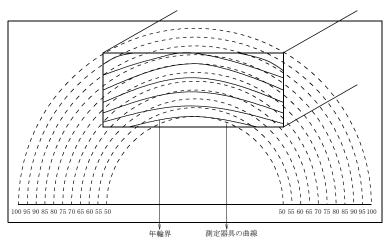


図 23 一髄心部の測定方法

4.9 繊維走向の傾斜比

繊維走向の傾斜比は、材長方向の 1 m あたりにおける繊維走向の傾斜の高さの最大値 (M) の比と する。 (図 24)

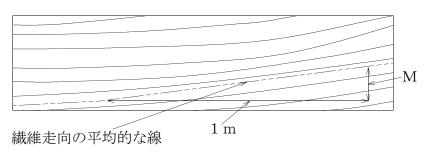


図 24 -繊維走向の傾斜の測定方法

5 試験

(新設)

5.1 寸法の測定試験

a) 厚さ及び幅は2点の測定する。

この場合、測定は試料枠組材の長さ方向の両端部から300 mm 以上内側で測定する。

b) 長さにあっては、最も短い箇所を測定する。

注記 寸法の測定にあっては、節、接着層、その他の欠点が存在する箇所は避けて測定すること。

<u>5.2</u> 含水率試験

5.2.1 試験片の作製

試験片は、各試料枠組材の長さ方向の両端から約30 cm 内側で欠点の影響が最も少ない部分から、 切断によって質量20g以上のものを各1個、合計2個ずつ作成する。

5.2.2 手順

試験片の質量を測定し、これを乾燥器中で103±2°Cの温度で乾燥し、恒量に達したと認められる ときの質量(以下"全乾質量"という。)を測定する。なお,5.2以外の方法によって試験片の適合基 準に適合するかどうかを明らかに判定できる場合には、その方法によることができる。

注記 恒量とは一定時間(6時間以上とする。)ごとに測定したときの質量の差が試験片の質量の0.1 %以下の状態にあることをいう。

5.2.3 算出方法

全乾質量を測定後,式(1)によって 0.1 %の単位まで含水率を算出し、同一試料枠組材から作製され た試験片の含水率の平均値を 0.5 %の単位まで算出する。

$$W = \frac{W_1 - W_2}{W_2} \times 100 \dots (1)$$

ここで, W: 含水率(%)

W₁: 乾燥前の質量 (g)

W2: 全乾質量 (g)

5.3 煮沸繰返し試験

5.3.1 試験片の作製

試験片は、各試料たて継ぎ材から、中央部にフィンガージョイントを含む、木口断面寸法をそのま まとした長さ 180 mm のものを採取する。フィンガーの長さが 16 mm 以下の場合は、フィンガーの 先端部を切断し、木口に接着層が露出した試験片を1個作製する。フィンガーの長さが16 mm を超 える場合は、フィンガーの中央部を切断し、試験片を2個作製する。

5.3.2 手順

試験片を沸騰水中に5時間浸せきし、更に室温水中に1時間浸せきした後、水中から取り出し、60±3 ℃ の恒温乾燥器中に 18 時間以上入れ,含水率が 19 %以下となるように乾燥する処理を 1 サイクル とし、1 サイクル終了時の剝離率又は平均剝離率が5%を超えた場合には、更に2 サイクルの処理を 行う。

5.3.3 算出方法

剝離率又は平均剝離率の算出方法は、次のとおりとする。

a) 試験片を1個作製した場合 剝離(剝離の長さが3mm未満のものを除く。以下同じ。)の長さ を測定し、剝離率を式(2)によって算出する。ただし、剝離の長さの測定に当たっては、両外側の 接着層の剝離及び節の境界面の剝離は、剝離とみなさない。

$$D = \frac{L_d}{L_f} \times 100 \qquad (2)$$

<u>ここで、</u> D: 剝離率 (%)

L_d: 木口面の剝離の長さの合計 (mm)

L: 木口面の接着層の長さの合計 (mm)

b) 試験片を2個作製した場合 剝離の長さを測定し、平均剝離率を算出する。平均剝離率は、式(2) によって算出した2個の試験片の剝離率の平均値とする。ただし、剝離の長さの測定に当たっては、両外側の接着層の剝離及び節の境界面の剝離は、剝離とみなさない。

5.4 減圧加圧試験

5.4.1 試験片の作製

5.3.1 に同じ。

5.4.2 手順

試験片を室温水中に浸せきし、 $0.068 \sim 0.085$ MPa の減圧を 30 分間行い、更に 0.51 ± 0.03 MPa の加圧を 2 時間行った後、水中から取り出し、 70 ± 3 $^{\circ}$ の恒温乾燥器中に 18 時間以上入れ、含水率が 19 %以下となるように乾燥する処理を 1 サイクルとし、1 サイクル終了時の剝離率又は平均剝離率が 5 %を超えた場合には、更に 2 サイクルの処理を行う。

5.4.3 算出方法

5.3.3 に同じ。

5.5 曲げ試験 (MSR 区分)

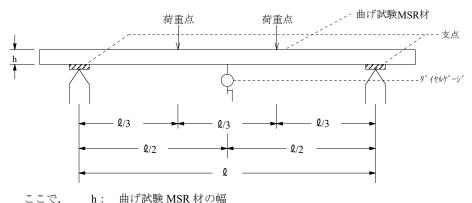
5.5.1 試料の調湿

試験枠組材または試験たて継ぎ材(以下"曲げ試験 MSR 材"という。) を, 関係温湿度の条件の中で質量が一定になるまで調湿する。

5.5.2 手順

試験は、関係温湿度の条件の中で、図 25 に示す方法によって加力し、比例域における上限荷重及び下限荷重並びにこれらに対応するたわみを測定し、曲げヤング係数を求める。この場合の平均荷重速度は毎秒 2 mm 以下とし、最大の強度低減欠点を 2 つの荷重点の間に位置させるものとする。なお、MSR たて継ぎ材の場合は、ジョイント部を荷重スパン間にくるように配置すること。スパンは、曲げ試験 MSR 材の幅の 21 倍とし、JAS 0600-1 4.4.4 の式(1)で求めた数値まで加力する。

ただし、曲げ試験 MSR 材の長さが幅の 21 倍に満たない場合には、 $10 \sim 20$ 倍とすることができる。 また、関係温湿度の条件の中での試験が困難な場合には、試料の調湿後、直ちに試験を行うことができる。



0: スパン

図 25 一曲げ試験(MSR 区分)

5.5.3 算出方法

曲げヤング係数は、式(3)によって計算する。

ただし、スパンが曲げ試験 MSR 材の幅の 21 倍に満たない場合には、算出した曲げヤング係数 (E) に表1のスパンの曲げ試験 MSR 材の幅に対する比の区分に従い、それぞれ表1の右欄の係数を乗じ て得た数値を曲げヤング係数とする。

なお, 5.5.1 の調湿を行わない場合にあっては、試験の結果と試料枠組材又はたて継ぎ材の含水率 の関係等によって関係温湿度条件下における曲げヤング係数が確保されていることが適切に評価でき る方法によって求めること。

$$E = \frac{23 \times \Delta P \times \ell^3}{108 \times b \times h^3 \times \Delta y} \tag{3}$$

<u>ここで、</u> <u>E:</u> <u>曲げヤング係数 (MPa 又は N/mm²)</u>

b: 厚さ (mm)

h: 幅 (mm)

ℓ: スパン (mm)

ΔP: 比例域における上限荷重と下限荷重との差(N)

 Δv : ΔP に対応するスパン中央のたわみ (mm)

表1-スパンの曲げ試験 MSR 材の幅に対する比に応じた係数

スパンの曲げ試験 MSR	係数
材の幅に対する比	
<u>20</u>	1.003
<u>19</u>	1.007
<u>18</u>	1.012

<u>17</u>	1.017
<u>16</u>	1.023
<u>15</u>	1.032
<u>14</u>	1.041
<u>13</u>	1.053
<u>12</u>	1.069
<u>11</u>	1.086
<u>10</u>	<u>1.113</u>

5.6 曲げ試験 (たて継ぎ部)

5.6.1 試料の調湿

曲げ試験(たて継ぎ部)に供する枠組壁工法構造用たて継ぎ材(以下"試験たて継ぎ材"という。) を,関係温湿度の条件の中で質量が一定になるまで調湿する。

5.6.2 手順

試験は、関係温湿度の条件の中で、試験たて継ぎ材の半数をフラットワイズ¹⁾にし、残りの半数をエッジワイズ²⁾にして、図 26 に示す方法によって加力し、最大荷重を測定し、曲げ強さを求める。この場合の平均荷重速度は毎分 29.4 MPa 以下とし、ジョイント部を荷重スパン間に配置し、全スパンは表 2 によるものとする。

ただし、関係温湿度の条件の下での試験が困難な場合には、試験たて継ぎ材の調湿後、直ちに試験 を行うことができる。

注¹⁾ 幅の材面を上面にすることをいう。

注²)厚さの材面を上面にすることをいう。

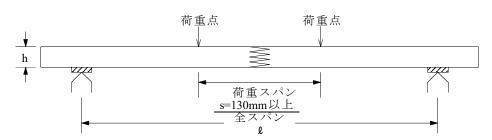


図 26 -曲げ試験(たて継ぎ部)

<u>注記</u> 荷重スパンは,130 mm を基本とし、横倒れ防止装置を取り付ける場合、必要最低限の間隔をとるものとする。

表 2 - 寸法型式ごとの全スパン

<u>単位</u> mm

		<u>全</u> ス	パン	
寸法型式	<u>フラットワ</u>	<u> 1イズ</u>	<u>エッジ</u>	ワイズ
<u>203</u>			1 090 以上	1 410 以下
<u>204</u>			<u>1 460 以上</u>	1910以下
<u>206</u>	700以上 8	890以下	2 230 以上	2 930 以下
208			2 890 以上	3 810 以下
<u>210</u>			3 650 以上	4 830 以下
<u>212</u>			<u>4 420 以上</u>	5 850 以下

5.6.3 算出方法

曲げ強さは、式(4)によって計算する。

なお, **5.6.1** の調湿を行わない場合にあっては、試験の結果と試験たて継ぎ材の含水率の関係等によって関係温湿度条件下における曲げ強さが確保されていることが適切に評価できる方法によって求めること。

$$\sigma = \frac{3 \times P_b \times (\ell - s)}{2 \times b \times h^2} \qquad (4)$$

ここで, σ : 曲げ強さ (MPa 又は N/mm²)

P_b: 最大荷重(N)

b: フラットワイズ¹⁾の場合は、幅。エッジワイズ²⁾の場合は、厚さ (mm)

h: フラットワイズ¹⁾の場合は、厚さ。エッジワイズ²⁾の場合は、幅 (mm)

0: 全スパン (mm)

s: 荷重スパン (mm)

<u>5.7</u> <u>引張</u>り試験

5.7.1 試料の作成

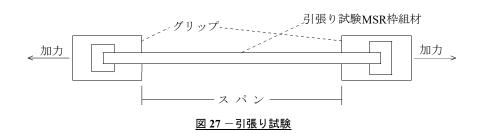
試験片は、引張り試験に供する MSR 枠組材 (以下"引張り試験 MSR 枠組材"という。)から、木口断面寸法をそのままとし、長さは、公称幅³⁾の 4 倍以上のスパンを確保できるように採取する。

<u>注³)</u> 寸法型式が 203 の場合 76.2 mm, 204 の場合 101.6 mm とし,以下 152.4 mm, 203.2 mm, 254.0 mm 及び 304.8 mm とする。

5.7.2 手順

試験は、図 27 に示す方法によって加力する。この場合の平均荷重速度は毎分 27.5 MPa 以下とする。また、強度低減欠点 $^{4)}$ のうち最大のものは、グリップに掛からないようにし、かつ、グリップから公称幅 $^{3)}$ の 2 倍以上離す。スパンは、公称幅 $^{3)}$ の 4 倍以上とし、JAS 0600-1 の 4.4.5 式(2)で求めた数値まで加力する。

注4) 節, 穴, 腐れ等の強度を減少させる欠点



5.8 浸潤度試験

5.8.1 試験片の作製

5.8.1.1 切断によって試験片を採取する場合

試験片は、各試料枠組材の長さの中央部付近において、試料枠組材そのものの厚さ及び幅の状態によって、5 mm以上の長さの試験片を1枚ずつ採取する。ただし、ほう素化合物系保存処理薬剤で処理されたものにあっては、各試料枠組材から辺材部分の長さの中央部付近において、試料枠組材そのものの厚さ及び幅の状態によって、5 mm以上の長さの試験片を1枚ずつ採取する。

5.8.1.2 生長錐によって試験片を採取する場合

各試料枠組材の長さ及び幅の中央部付近において、インサイジング、割れ等の欠点の影響が最も少ない部分から材面に向かって直角に内径 4.3 ~ 5.2 mm の生長錐を用いて、表3 の左欄に掲げる試験 片を採取する部分の区分に応じ、それぞれ同表の右欄に掲げる長さの試験片を採取する。

= 2	# E ## 1-	・ レ フ = + E수	上の短距却八
表式	一年長年に	よる試験	片の採取部分

試験片を採取する部分の区分	試験片を採取する長さ
心材が材の表面から深さ 10 mm 以内の部分に存在するもの	<u>材の表面から 10 mm</u>
心材が材の表面から深さ 10 mm を超え 15 mm 以内の部分に存	<u>材の表面から 15 mm</u>
在するもの	
心材が材の表面から深さ 15 mm を超え 20 mm 以内の部分に存	材の表面から 20 mm
在するもの	
心材が材の表面から深さ 20 mm を超えた部分に存在するもの	材の表面から心材に達するまで
心材が存在しないもの	材の表面から材の厚さの 1/2 ま
	で

5.8.2 手順

試験片の切断面を木材保存剤ごとに次に定める方法によって呈色させる。使用する薬品(試薬)について JIS が定められている場合には、当該 JIS によるものとする。

5.8.2.1 第四級アンモニウム化合物系木材保存剤(AAC-1)で処理されたもの

酢酸 18 g に水を加えて 100 mL としたものを塗布し、又は噴霧して約 3 分間放置した後、ブロモフェノールブルー 0.2 g をアセトンに溶解して 100 mL としたものを塗布し、又は噴霧することによって、約 5 分後に、浸潤部を青色に呈色させる。

- <u>5.8.2.2</u> 銅・第四級アンモニウム化合物系木材保存剤(ACQ-1 及び ACQ-2)で処理されたもの
- <u>クロムアズロール S 0.5 g 及び酢酸ナトリウム 5 g を水 500 mL に溶解したものを塗布し、又は噴霧</u>することによって、浸潤部を濃緑色に呈色させる。
- 5.8.2.3銅・アゾール化合物系木材保存剤 (CUAZ) で処理されたもの5.8.2.2に同じ。
- 5.8.2.4ほう素・第四級アンモニウム化合物系木材保存剤(BAAC)で処理されたもの5.8.2.1に同じ。
- <u>5.8.2.5</u> <u>第四級アンモニウム・非エステルピレスロイド化合物系木材保存剤(SAAC)で処理された</u> もの

5.8.2.1 に同じ。

<u>5.8.2.6</u> <u>アゾール・第四級アンモニウム・ネオニコチノイド化合物系木材保存剤(AZNA)で処理さ</u>れたもの

5.8.2.1 に同じ。

<u>5.8.2.7</u> 脂肪酸金属塩系及びナフテン酸金属塩系の木材保存剤のうち、銅を主剤としたもの(NCU-E 及び NCU-O)で処理されたもの

<u>クロムアズロールS 0.5 g 及び酢酸ナトリウム 5 g を水及びエタノールを1:1(V/V)</u>に混合したもの 500 mL に溶解したものを塗布し、又は噴霧することによって、浸潤部を青紫色に呈色させる。

- <u>5.8.2.8</u> 脂肪酸金属塩系及びナフテン酸金属塩系の木材保存剤のうち、亜鉛を主剤としたもの (NZN-E、VZN-E 及び NZN-O) で処理されたもの
- <u>ジチゾン (1,5-ジフェニルチオカルバゾン) 0.1 g をアセトン 100 mL に溶解したものを塗布し、又</u>は噴霧することによって、浸潤部を赤色に呈色させる。
 - <u>注記</u> 当該薬剤の場合には、処理材中に有効成分と同様に浸潤する亜鉛化合物が含まれており、 これが呈色する。
- **5.8.2.9 アゾール・ネオニコチノイド化合物系木材保存剤(AZN)で処理されたもの 5.8.2.8** に同じ。
- 5.8.2.10 クレオソート油木材保存剤(A)で処理されたもの

クレオソート油による着色を確認する。浸潤部を淡褐色に呈色させる。

5.8.2.11 ほう素化合物系木材保存剤(B)で処理されたもの

クルクミン (植物製) 2 g をエタノール (95%) 98 g に溶解したものを塗布し、又は噴霧して乾燥させた後、塩酸 20 mL に水を加えて 100 mL としたものにサリチル酸を飽和させたものを塗布、又は噴霧することによって、浸潤部を赤色に呈色させる。

5.8.3 浸潤度の算出

浸潤度 5 は、試験片に含有される薬剤を $^{5.8.2}$ に定める方法によって呈色させ、式 $^{(5)}$ 及び式 $^{(6)}$ によって算出する。

<u>注5</u> <u>試験片の切断面が辺材部分のみからなる場合にあっては、当該辺材部分の浸潤度とし、心材</u> 部分のみからなる場合にあっては、当該心材部分の浸潤度とする。

$$P_s = \frac{C_S}{S_S} \times 100 \qquad (5)$$

ここで, Ps: 辺材部分の浸潤度 (%)

 C_s : 試験片の辺材部分の呈色面積 6 (mm 2)

 $S_{s:}$ 試験片の辺材部分の面積 6 (mm 2)

$$P_d = \frac{C_d}{S_d} \times 100 \tag{6}$$

ここで、 P_a : 材の表面から深さ d (mm) までの心材部分の浸潤度 (%)

 Ca:
 試験片の材の表面から深さ d (mm) までの心材部分の呈色面積⁶ (mm²)

 S_d : 試験片の材の表面から深さ d (mm) までの心材部分の面積d (mm^2)

注6生長錐によって試験片を採取する場合には、"呈色面積 (mm²)" とあるのは "呈色長 (mm)" と、"面積 (mm²)" とあるのは "長さ (mm)" と読み替えるものとする。)

5.9 吸収量試験

5.9.1 試料の作製

5.9.1.1 切断によって試験片を採取する場合

各試料枠組材から 5.8.1.1 と同様に作成したもの又は 5.8.2 によって呈色させたものを試験片とし、 試験片ごとに、それぞれ図 28 を参考にして、4 か所から深さ 10 mm、幅 5 mm 及び長さ 20 mm(辺の長さが 20 mmに満たない場合にあっては、その長さとする。)の木片を採取する。同一の荷口から採取された当該木片を全て合わせて、これを細かく砕いて混合した後、全乾にしたものを試料とする。

注記 ほう素化合物で処理したものにあっては、試験片の辺材の表面及び裏面(表面又は裏面のいずれか一方のみが辺材である場合にあっては、その面)から1mmの深さまでを削って取り去り、更に5mmの深さまで木片を削り取り採取する。同一の荷口から採取された当該木片を全て合わせて、これを細かく砕いて混合した後、全乾にしたものを試料とする。

注記 各辺の中央部から採取すること。 図 28 - 吸収量試験の木片採取位置

5.9.1.2 生長錐によって試験片を採取する場合

各試料枠組材から 5.8.1.2 と同様に作成したもの (採取する試験片の長さは, 10 mm 以上とする。) 又は 5.8.2 によって呈色させたものを試験片とし、試験片ごとに、材の表面から 10 mm の深さまでの部分を切断し、木片を採取する。同一の荷口から採取された当該木片を全て合わせて、これを細かく砕いて混合した後、全乾にしたものを試料とする。

5.9.2 手順

5.9.2.1 第四級アンモニウム化合物系木材保存剤で処理されたもの

a) 試験溶液の調製 試料約1gを球管冷却器付き300 mLの平底フラスコに正確に量り採り,塩酸 -エタノール混液50 mLを加えて湯浴上で3時間煮沸する。放冷した後,抽出物を吸引ろ過する とともに,木粉を約30 mLのエタノールで洗浄する。ろ液を100 mLの全量フラスコに移し,エ タノールで定容としたものを試験溶液とする。

b) 試薬の調製

- 1) <u>ジデシルジメチルアンモニウムクロリド (以下 DDAC という。) 標準溶液</u> DDAC 0.1 g を正確に量り採り, 水に溶解し, 1 000 mL の全量フラスコで定容としたもの
- 2) 検量線用標準溶液 DDAC 標準溶液 0~4 mL を段階的にビーカーに量り採り、それぞれについて塩酸-エタノール混液 2 mL を加えた後、水を加えて約 40 mL とし、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液数滴を加えて、万能 pH 試験紙による pH を約 3.5 としたもの
- 3) <u>塩酸-エタノール混液</u> <u>塩酸(35%)3 mL にエタノールを加えて 100 mL としたもの</u>
- **4) 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液** 水酸化ナトリウム 4 g を水に溶解して 100 mL としたもの
- 5) pH3.5 の緩衡液 0.1 mol/L 酢酸水溶液及び 0.1 mol/L 酢酸ナトリウム水溶液を 16:1(V/V)の比率で混合したもの
- <u>6</u> <u>オレンジ II 溶液</u> <u>オレンジ II (p-β-ナフトール・アゾベンゼンスルフォン酸) 0.1 g を水に溶解</u>

して 100 mL としたもの

- c) 検量線の作成 あらかじめ、pH 3.5 の緩衡液 10 mL、オレンジ II 溶液 3 mL、塩化ナトリウム 5 g 及びクロロホルム 20 mL を入れた 100 mL の分液ロートに検量線用標準溶液を加える。約 5 分間振とうした後、約 30 分間静置してクロロホルム層と水層との分離を待った後、クロロホルム層の一部を採り、少量の硫酸ナトリウム(無水)を加えて脱水し、波長 485 nm における吸光度を測定して検量線を作成する。
- d) 定量方法 a)で調製した試験溶液のうちから、DDAC として 0.4 mg 以下を含む量を正確に量り 採り、100 mL のビーカーに入れ、水を加えて約 40 mL とした後、1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 数滴を加えて、万能 pH 試験紙による pH を約 3.5 とし、これを試験溶液とする。 あらかじめ、pH 3.5 の緩衝液 10 mL、オレンジ II 溶液 3 mL、塩化ナトリウム 5 g 及びクロロホ ルム 20 mL を入れた 100 mL の分液ロートに、試験溶液を加える。約 5 分間振とうした後、約 30 分間静置してクロロホルム層と水層との分離を待った後、クロロホルム層の一部を採り、少量の 硫酸ナトリウム (無水) を加えて脱水し、波長 485 nm における吸光度を測定し、検量線から DDAC の量を求める。
- e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(7)によって薬剤含有量を算出する。

$$R_{\rm DC1} = P_{\rm DC1} \times \frac{100}{V_{\rm DC1}} \tag{7}$$

<u>ここで,</u> *R_{DCI}*: 薬剤含有量 (mg)

PDCI: 検量線から求めた DDAC の量 (mg)

V_{DCI}: 試験溶液の採取量 (mL)

5.9.2.2 銅・第四級アンモニウム化合物系木材保存剤で処理されたもの

5.9.2.2.1 銅化合物

5.9.2.2.1.1 原子吸光光度法

a) 試験溶液の調製 試料 1 ~ 2 g を正確に量り採り,500 mL の共通すり合わせトラップ球付き丸 底フラスコに入れ,過酸化水素水 (30 %。以下同じ。)20 mL 及び硫酸 2 mL を添加する。これ を砂浴上で徐々に加熱し、内容物を分解する。フラスコの内容物が約 2 mL 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、木材が完全に分解して内容物が透明な緑 色になったところで約 2 mL になるまで濃縮した後、放冷する。フラスコの内壁を水で洗いなが ら内容物を 250 mL の全量フラスコに移し、水で定容としたものを試験溶液とする。

b) 試薬の調製

- 1) 銅標準原液 原子吸光分析用の銅標準液(1 000 mg/L) 5 mL 及び硫酸(1+4) 4 mL を 100 mL の全量フラスコに入れ、水で定容としたもの
- **2)** 硫酸 (1+4) 溶液 硫酸 (97%) 及び水を1:4(V/V)の比率で混合したもの
- 3) 硫酸 (1+124) 溶液 硫酸 (97%) 及び水を1:124(V/V)の比率で混合したもの
- c) 検量線の作成 銅標準原液 0 ~ 15 mL を段階的に 100 mL の全量フラスコに正確に量り採り, 硫酸 (1+124) 溶液で定容としたものを標準溶液とする。それぞれの標準溶液について, 波長 324.8 nm における吸光度を原子吸光光度計によって測定し, 検量線を作成する。

- **d)** 定量方法 試験溶液を検量線の範囲内に入るように硫酸(1+124)溶液で一定量に希釈し、原子 吸光光度計によって c)と同じ条件で吸光度を測定し、検量線の直線領域から銅の濃度を求める。
- <u>e)</u> 薬剤含有量の計算方法 <u>d)によって求めた値から式(8)によって薬剤含有量を算出する。</u>

$$R_{CR1} = P_{CR1} \times \frac{250 \times M_{CR1}}{1000} \times 1.252$$
 (8)

ここで, R_{CRI}: 薬剤含有量 (mg)

Pcri: 検量線から求めた銅の濃度 (mg/L)

<u>McRi</u>: 試験溶液の希釈倍数

5.9.2.2.1.2 プラズマ発光分光法(以下 "ICP 発光分光法"という。)

- <u>a)</u> 試験溶液の調製 試料 1~2 g を正確に量り採り, 5.9.2.2.1.1 a)によって分解し、放冷した後, 250 mL の全量フラスコに水で定容したもののうち 25 mL を 100 mL の全量フラスコに量り採った後, 硫酸 (1+124) 溶液で定容したものを試験溶液とする。
- <u>b)</u> <u>試薬の調製</u> <u>5.9.2.2.1.1 b)</u>に同じ。
- c) 検量線の作成 銅標準原液 0 ~ 5 mL を, 段階的に 100 mL の全量フラスコに正確に量り採り, 硫酸 (1+124) 溶液で定容としたものを標準溶液とする。それぞれの標準溶液について ICP 発光 分光分析装置で測定し, 検量線を作成する。
- d) 定量方法 ICP 発光分光分析装置によって,試験溶液の発光強度を測定し,あらかじめ作成した 検量線から銅の量を求める。試験溶液の吸光度が検量線の範囲を超える場合には,5.9.2.2.1.1 と 同様に検量線の範囲内に入るように試験溶液の濃度を調整して測定する。
- e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(9)によって薬剤含有量を算出する。

$$R_{CR2} = P_{CR2} \times \frac{1000 \times M_{CR2}}{1000} \times 1.252$$
(9)

<u>ここで,</u> <u>Rcm</u>: 薬剤含有量 (mg)

<u>Pcm</u>: 検量線から求めた銅の濃度 (mg/L)

Mcn2: 試験溶液の希釈倍数

5.9.2.2.1.3 蛍光 X 線法

- **a)** 試験ペレットの調製 試料を $2\sim3$ g 採取し、ボールミル型粉砕器で5 分間粉砕し、粉砕された 試料から約 150 mg を正確に量り採り、錠剤成型器に入れて試験ペレットを作成する。
- b) 試薬の調製 5.9.2.2.1.1 b)に同じ。
- c) 検量線の作成 試料製材と同じ樹種の木片であって,無処理のもの約3gを採取し,105℃の乾燥器中で恒量になるまで乾燥し,ボールミル型粉砕器を用いて5分間粉砕する。粉砕した木粉を10 mLのビーカーに150 mg ずつ正確に5つ量り採る。それぞれのビーカーに,銅標準原液0~5 mLを段階的に100 mLの全量フラスコに正確に量り採り,水で定容としたものを0.5 mL正確に加え,かくはんする。それぞれのビーカーを105℃の乾燥器中で恒量になるまで乾燥し,錠剤成型器に入れてペレットを作成する。当該ペレットを蛍光X線分析装置にセットし、蛍光X線

強度から関係線を作成し、検量線とする。

- **d)** 定量方法 蛍光 X 線分析装置によって、試験ペレットの X 線強度を測定し、あらかじめ作成した検量線から銅の量を求める。
- e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(10)によって薬剤含有量を算出する。

 $R_{\text{CR3}} = P_{\text{CR3}} \times V_{\text{CR3}} \times 100 \times 1.252$ (10)

<u>ここで, Rcrs: 薬剤含有量(mg)</u>

Pcr3: 検量線から求めた銅の含有率 (%)

<u>V_{CR3}</u>: 試料採取量 (mg)

5.9.2.2.2 DDAC

5.9.2.1 に同じ。

5.9.2.2.3 N-アルキルベンジルジメチルアンモニウムクロリド(以下"BKC"という。)

5.9.2.1 に同じ。ただし、"DDAC"とあるのは、"BKC"と読み替えるものとする。

5.9.2.3 銅・アゾール化合物系木材保存剤で処理されたもの

5.9.2.3.1 銅化合物

5.9.2.2.1 に同じ。

5.9.2.3.2 シプロコナゾール

5.9.2.3.2.1 高速液体クロマトグラフ法(以下 "HPLC 法" という。)

a) 試験溶液の調製 試料約1gを共栓付き三角フラスコ等のメタノールに対する耐性を有する密栓 可能な容器に正確に量り採り、メタノール20 mL を加えて栓をし、30分ごとによく振り混ぜな がら超音波による抽出工程(水温は、約30~40℃とする。)を2時間行う。静置した後、抽出 物を吸引ろ過し、木粉を約5 mL のメタノールで洗い込み、洗液をろ液と共に回収する。得られ たろ液はメタノールを用いて25 mL に定容としたものを抽出溶液とする。

抽出溶液 25 mL のうち、予想されるシプロコナゾール濃度に応じて $1 \sim 5 \text{ mL}$ を分取し、ロータ リーエバポレータに装着して $45 ^{\circ}$ C の湯浴上で減圧しながら留去する。残さをアセトニトリル、 100 mM りん酸緩衝液(pH2.1)及び蒸留水 50:10:40(V/V/V)の比率で混合した溶液に溶解しながら $1 \sim 5 \text{ mL}$ に定容したものを試験溶液とする。

なお、この試験溶液による分析で、木材成分などの影響によって、シプロコナゾールのピークが不明確な場合にあっては、以下による抽出(固相抽出法)を更に行い、それを試験溶液とする。 抽出溶液 25 mL のうち 5 mL を分取し、事前にメタノール 2 mL 及び水 2 mL で洗浄した固相抽出カートリッジに導入する。ただし、HPLC 分析においてシプロコナゾールのピーク高さが検量線の範囲を超えた場合は、導入量を 5 mL 以下で行う。また、シプロコナゾールの濃度が低い場合は、抽出溶液 25 mL のうち 5 mL を超える量を固相抽出してよいが、その場合は、溶液を濃縮し、メタノール 5 mL で溶解、導入するものとする。

<u>この固相抽出カートリッジを、メタノール3 mL 及びメタノールーアンモニア混液 A 3 mL で洗</u> 浄した後、メタノールーアンモニア混液 B 5 mL で溶出する。

その後、溶出した液をロータリーエバポレータに装着して 45 ℃ の湯浴上で減圧しながら留去する。残さをアセトニトリル、100 mM りん酸緩衝液(pH2.1)及び蒸留水 50:10:40(V/V/V)の

比率で混合した溶液に溶解しながら 1 mL に定容したものを試験溶液とする。

<u>b)</u> <u>試薬の調製</u>

- 1) シプロコナゾール標準溶液 シプロコナゾール標準品 (純度 95 %以上で既知のもの) 約 0.05 g を正確に量り採り、アセトニトリル、100 mm りん酸緩衝液 (pH2.1) 及び蒸留水 50:10:40 (V/V/V) の比率で混合した溶液に溶解して 100 mL の全量フラスコで定容としたもの
- 2)100 mm りん酸緩衝液 (pH2.1)りん酸二水素ナトリウム二水和物 7.8 g 及びりん酸 (85 %) 3.4mL を水に溶解して 1 000 mL の全量フラスコで定容としたもの
- 3) <u>メタノールーアンモニア混液 A</u> メタノール及び 1 mol/L アンモニア水を 20:80(V/V)の比率 で混合したもの
- **4) メタノールーアンモニア混液 B** メタノール及び 28 %アンモニア水を 95:5(V/V)の比率で混合したもの
- 5) 固相抽出カートリッジ 強陽イオン交換基としてスルホン基が導入されたジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体又はそれと同等の保持能力を持つ物を担体とするものであること。また、担体の充塡量は、1.0 meq/g が 60 mg 以上充塡されている場合に相当する量であること。
- **d)** 定量方法 試験溶液を HPLC 専用フィルタでろ過し、表 4 に掲げる条件を標準として HPLC で測定して作成した検量線からシプロコナゾールの量を求める。ただし、カラムの内径等の変更、それに伴うアセトニトリルの割合や流量等の変更は可能とする。

±	· · ·	A	TIDE CORPL
表 4 一ン.	ノロコナソー	・ルの正軍の	HPLC の条件

<u>項目</u>	<u>HPLC の条件</u>
<u>カラム</u>	ODS 系カラム (I.D: 4.6 mm, L: 150 mm)
移動相	アセトニトリル:100 mm りん酸緩衝液(pH2.1): 水= 50:10:40
	<u>(V/V/V)</u>
移動相流速	1.0 mL/min
カラム温度	40 °C
測定波長	220 nm(UV 検出器)
注入量	<u>10 μL</u>

e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(11)によって薬剤含有量を算出する。

$$R_{\text{CEI}} = \frac{P_{\text{CEI}} \times Y_{\text{CEI}}}{X_{\text{CEI}} \times 25} \times \frac{1}{1000}$$
 (11)

<u>ここで,</u> Rcel: 薬剤含有量 (mg)

<u>Pcel:</u> 検量線から求めたシプロコナゾールの濃度 (μg/mL)

XCEI: 抽出定容した 25 mL の溶液から分取した試料量 (mL)。ただし、 固相抽出を用いた場合は、固相抽出に供した量とする。

 YCEI:
 抽出液から分取した試料を濃縮乾固した残さを溶解した移動相量(mL)

5.9.2.3.2.2 ガスクロマトグラフ法(以下 "GC 法"という。)

a) 試験溶液の調製 試料約1gを200 mLのなす形フラスコに正確に量り採り,水10 mLを加えて30分間膨潤させる。この試料にアセトン50 mLを加えて30分間振とうしながら抽出し,抽出物を吸引ろ過するとともに,試料を約50 mLのアセトンで洗い込む。ろ紙上の試料を再度200 mLのなす形フラスコに移し,水10 mL及びアセトン50 mLを加えて上記の抽出操作を行う。ろ液をロータリーエバポレータに装着して40℃の湯浴上で減圧しながら,おおむね10 mLになるまで濃縮する。これに水を加えて約20 mLとする。これをけい藻土カラムに加え,10分間保持する。けい藻土カラムに注射器を取り付け、トルエン120 mLを加えて溶出させる。溶出液をロータリーエバポレータに装着して40℃の湯浴上で減圧しながら留去する。残さをトルエン10 mLで溶解し、10 mL容注射器を取り付け洗浄を終えたシリカゲルミニカラムに10 mL/minの速度でこれを通液する。同様に、酢酸エチルーシクロヘキサン溶液5 mLを通液した後、これを酢酸エチル10 mLで溶出し、溶出液をロータリーバポレータに装着して40℃の湯浴上で減圧しながら留去する。残さをアセトンで溶解しながら5 mLに定容したものを試験溶液とする。

b) 試薬の調製

- 1) シプロコナゾール標準溶液 5.9.2.3.2.1 b) 1)と同じ。ただし, "アセトニトリル"とあるのは, "アセトン"と読み替えるものとする。
- **2) 酢酸エチルーシクロヘキサン溶液** 酢酸エチル及びシクロヘキサンを 2:3(V/V)の比率で混合したもの
- 3) <u>シリカゲルミニカラム</u> 使用時に酢酸エチル 10 mL で洗浄した後, 更にトルエン 10 mL で洗浄したもの
- **c)** 検量線の作成 シプロコナゾール標準溶液をアセトンで段階的に $10 \sim 50 \,\mu \text{g/mL}$ になるよう調整 した後,ガスクロマトグラフ(以下"GC"という。)で測定し、検量線を作成する。
- **d) 定量方法 表 5** に掲げる条件を標準として試験溶液を **GC** で測定して作成した検量線からシプロ コナゾールの量を求める。

表 5 ーシプロコナゾールの定量の GC の条件

	<u> 公立 ファーイナナー NORE OCO NATI</u>	
<u>項目</u>	<u>GC の条件</u>	
カラム	5%フェニルメチルポリシロキサンを 0.25 μm コーティングしたシリコン	
	溶融シリカキャピラリカラム (I.D: 0.32 mm, L: 30 m)	
カラム温度	60 °C, 1 min → $(20$ °C/min) → 240 °C, 10 min → $(20$ °C/min) → 260 °C	
インジェクション温	<u>250 °C</u>	
<u>度</u>		
<u>メイクアップガス</u>	He 30 mL/min	
キャリアガス	He Split Vent 93 mL/min, Purge Vent 1 mL/min	

燃焼ガス	水素 30 mL/min,空気 370 mL/min
検出器	FID 又は NPD
注入量	<u>2 μL</u>

e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(12)によって薬剤含有量を算出する。

 $R_{\text{CE2}} = P_{\text{CE2}} \times 5$ (12)

<u>ここで,</u> <u>Rce2</u>: <u>薬剤含有量(mg)</u>

Pce2: 検量線から求めたシプロコナゾールの量 (mg)

5.9.2.4 ほう素・第四級アンモニウム化合物系木材保存剤で処理されたもの

5.9.2.4.1 ほう素化合物

5.9.2.4.1.1 クルクミン法

a) 試験溶液の調製 試料約1gをるつぼ又は蒸発皿に正確に量り採り、炭酸ナトリウム溶液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限り低い温度でゆっくり灰化させ、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らないようにする。放冷した後、灰分を塩酸(1+9)で酸性とした後、100 mLの全量フラスコに移し入れ、水で定容としたものを試験溶液とする。

b) 試薬の調製

- 1) 炭酸ナトリウム溶液 無水炭酸ナトリウム 10 g を水に溶解して全量を 1 000 mL にしたもの
- **2) クルクミン溶液** クルクミン (植物製) 0.1 g をエタノールに溶解して 400 mL にしたもの
- 3) しゅう酸アセトン溶液 しゅう酸 50gをアセトンに溶解して 500 mL とし、ろ過したもの
- 4) 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約 0.5 g を正確に量り採り, 水に溶解して 1 000 mL の全量フラスコで定容としたものをほう酸標準原液とし,使用時にこの原液を水で 50 倍に希釈したもの
- <u>**c**</u>) 検量線の作成 ほう酸標準溶液 $0 \sim 4 \text{ mL}$ を,段階的に内径 5 cm のるつぼに正確に量り採り,**d**) と同様に操作してほう酸の量と吸光度との関係線を作成し、検量線とする。
- e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(13)によって薬剤含有量を算出する。

 $\underline{R_{\text{BNI}} = P_{\text{BNI}} \times 100 \times M_{\text{BNI}}} \tag{13}$

<u>ここで,</u> <u>Reni</u>: 薬剤含有量 (mg)

PBNI: 検量線から求めた試験溶液中のほう酸の量 (mg)

M_{BNI}: 試験溶液の希釈倍数

5.9.2.4.1.2 カルミン酸法

a) 試験溶液の調製 試料約1gを石英ガラス製又は無ほう酸ガラス製の200~500 mLの共通すり合わせトラップ球付き丸底フラスコに正確に量り採り、過酸化水素水15 mL、硫酸2 mL及びり 心酸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内容物を200 mLの全量フラスコに移し入れ、水で定容としたものを試験溶液とする。

<u>b)</u> 試薬の調製

- 1) カルミン酸溶液 カルミン酸 25 mg を硫酸に溶解して 100 mL にしたもの
- **2)** <u>硫酸第一鉄溶液</u> <u>硫酸第一鉄(硫酸鉄(II)七水和物)5gを0.5 mo/L 硫酸 100 mL に溶解した</u>もの
- 3) 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約0.25gを正確に量り採り, 水に溶解して100 mLの全量フラスコで定容としたものをほう酸標準原液とし,使用時にこの 原液を水で50倍に希釈したもの
- c)検量線の作成ほう酸標準溶液 0~2 mL を, 段階的に 25 mL の全量フラスコに正確に量り採り、
それぞれの全量が 2 mL になるよう水を加えた後、d)の定量方法と同様に操作してほう酸の濃度
と吸光度との関係線を作成し、検量線とする。
- d) 定量方法 試験溶液 2 mL を 25 mL の全量フラスコに正確に量り採り, 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て水冷した後、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。試験溶液の一部を吸収セルに移し、空試験溶液を対照液として波長 600 mm 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る。試験溶液の吸光度が検量線の範囲を超える場合には、硫酸で一定量に希釈し、検量線の範囲内に入るように調整して測定する。
- e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(14)によって薬剤含有量を算出する。

 $R_{\rm BN2} = P_{\rm BN2} \times 100 \times M_{\rm BN2}$ (14)

<u>ここで、</u> <u>Ren2</u>: 薬剤含有量 (mg)

P_{BN2}: 検量線から求めた試験溶液中のほう酸の量 (mg)

<u>MBN2</u>: 試験溶液の希釈倍数

5.9.2.4.1.2 ICP 発光分光法

- **a)** 試験溶液の調製 5.9.2.4.1.2 a)によって分解濃縮した内容物を100 mL の全量フラスコに移し、内部標準として原子吸光分析用イットリウム標準原液 (1 g/L) 1 mL を加えた後、水で定容としたものを試験溶液とする。
- b) 試薬の調整 5.9.2.4.1.2 b)に同じ。

- c) 検量線の作成 原子吸光分析用ほう素標準原液 1 mL を 100 mL の全量フラスコに正確に量り採ったものと、これとは別に 100 mL の全量フラスコを用意し、それぞれに原子吸光分析用イットリウム標準原液 (1 g/L) 1 mL を正確に加えた後、水で定容とし、ほう素とイットリウムとの発光強度比から関係線を作成し、検量線とする。
- **d)** 定量方法 ICP 発光分光分析装置によって,試験溶液の発光強度を表 6 の各成分ごとの測定波長によって測定し,あらかじめ作成した検量線からほう素の量を求める。試験溶液の吸光度が検量線の範囲を超える場合には,検量線の範囲内に入るように試験溶液を調整して測定する。

表 6 一分析成分ごとの波長

	<u>単位</u> nm
<u>成分</u>	測定波長
ほう素	249.773
イットリウム	371.030

e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(15)によって薬剤含有量を算出する。

 $R_{\rm BN3} = P_{\rm BN3} \times 5.718 \times 100 \times M_{\rm BN3}$ (15)

ここで, R_{EN3}: 薬剤含有量 (mg)

PBN3: 検量線から求めた試験溶液中のほう酸の量 (mg)

MBN3: 試験溶液の希釈倍数

5.9.2.4.1.3 DDAC

5.9.2.1 に同じ。

5.9.2.5 第四級アンモニウム・非エステルピレスロイド化合物系木材保存剤で処理されたもの 5.9.2.5.1 N, N-ジデシル-N-メチル-ポリオキシエチルアンモニウムプロピオネート(以下"DMPAP" という。)

5.9.2.5.1.1 HPLC 法

a) 試験溶液の調製 試料約1gを共栓付き三角フラスコ等のエタノールに対する耐性を有する密栓 可能な容器に正確に量り採り、ぎ酸ーエタノール混液20 mLを加えて栓をし、30分ごとによく 振り混ぜながら超音波による抽出工程(水温は、約30~40°Cとする。)を3時間行う。放冷した後、抽出物を吸引ろ過するとともに、木粉を約20 mLのエタノールで洗浄する。ろ液を50 mLの全量フラスコに移し、エタノールで定容とし、これを試験溶液とする。

<u>b)</u> <u>試薬の調製</u>

- 1)DMPAP 標準溶液DMPAP 標準品 (純度 70 %以上で既知のもの) 約 1.4 g を正確に量り採り、
エタノールに溶解して 100 mL の全量フラスコで定容としたもの
- **2) ぎ酸-エタノール混液** ぎ酸 5: エタノール 95 (V/V) の割合で調製したもの
- 3) 酢酸緩衝溶液 酢酸 20 mL 及び塩化ベンゼトニウム 0.75 g をメタノール 5: 水1 (V/V) の割合で調製したもので溶解して 1 000 mL にしたもの
- <u>c)</u> 検量線の作成 <u>DMPAP 標準溶液を段階的に 50~1 000 μg/mL になるようエタノール(ぎ酸で</u>

pH5.0 に調整したもの) で調整し、**HPLC** 専用フィルタ (孔径 0.45 μm のもの。以下同じ。) でろ 過したものを **HPLC** で測定し、検量線を作成する。

d) 定量方法 試験溶液を HPLC 専用フィルタでろ過し、表 7 に掲げる条件を標準として HPLC で測定して作成した検量線から DMPAP の量を求める。なお、本分析法では DMPAP のピークがマイナスピークとして記録されるため、適当な方法を用いてピークの反転処理を行い分析する。

表 7 - DMPAP の定量の HPLC の条件

<u>項目</u>	<u>HPLC の条件</u>
カラム	SCX カラム (I.D: 4.6 mm, L: 125 mm 又は 150 mm)
移動相	酢酸緩衝溶液
移動相流速	2.5 mL/min
カラム温度	40 °C
測定波長	262 nm (UV 検出器) (マイナスピーク)
<u>注入量</u>	<u>10 μL</u>

e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(16)によって薬剤含有量を算出する。

 $R_{\rm DP} = P_{\rm DP} \times 50...$ (16)

ここで, R_{DP}: 薬剤含有量 (mg)

PDP: 検量線から求めた DMPAP の濃度 (mg/mL)

5.9.2.5.1.2 分光光度法

5.9.2.1 に同じ。ただし、"DDAC"とあるのは"DMPAP"と読み替える。

<u>5.9.2.5.2</u> $\underline{4}$ -エトキシフェニル[$\underline{3}$ -($\underline{4}$ -フルオロ- $\underline{3}$ -フェノキシフェニル)プロピル]ジメチルシラン(以下"シラフルオフェン"という。)

- a) 試験溶液の調製 試料約5gを共栓付き200 mLの三角フラスコに正確に量り採り,アセトニト リル50~70 mL及びぎ酸3 mLを加えて1時間振とうしながら抽出する。その後,抽出物を吸 引ろ過するとともに,木粉を約30 mLのアセトニトリルで洗い込む。ろ液をロータリーエバポレ ータに装着して45℃の湯浴上で減圧しながら,おおむね0.5 mLになるまで濃縮する。これを 少量のアセトニトリルで溶解した後,25 mLの全量フラスコに移し,アセトニトリルで定容とし たものを試験溶液とする。
- **b) シラフルオフェン標準溶液の調製** シラフルオフェン標準品 (純度 95 %以上で既知のもの) 約 0.01 g を正確に量り採り, アセトニトリルに溶解して 100 mL の全量フラスコで定容としたもの
- **c)** 検量線の作成 シラフルオフェン標準溶液を段階的に $10 \sim 50 \,\mu\text{g/mL}$ になるよう調整し、HPLC 専用フィルタでろ過したものを HPLC で測定し、検量線を作成する。
- **d)** 定量方法 試験溶液を HPLC 専用フィルタでろ過し、表 8 に掲げる条件を標準として HPLC で測定して作成した検量線からシラフルオフェンの量を求める。

表 8 - シラフルオフェンの定量の HPLC の条件

<u>項目</u>	<u>HPLC の条件</u>	
カラム	ODS 系カラム (I.D: 4.6 mm, L: 150 mm)	
移動相	アセトニトリル:メタノール:水 = 65:15:20 (V/V/V)	
移動相流速	2.0 mL/min	
カラム温度	40 °C	
測定波長	230 nm(UV 検出器)	
<u>注入量</u>	<u>5 μL</u>	

e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(17)によって薬剤含有量を算出する。

 $R_{\rm SN} = P_{\rm SN} \times 25 \qquad (17)$

<u>ここで,</u> R_{SN}: 薬剤含有量 (mg)

Psn: 検量線から求めたシラフルオフェンの量 (mg)

<u>5.9.2.6</u> <u>アゾール・第四級アンモニウム・ネオニコチノイド化合物系木材保存剤で処理されたもの</u> 5.9.2.6.1 テブコナゾール

<u>5.9.2.3.2</u> に同じ。ただし,"シプロコナゾール"とあるのは"テブコナゾール"と,<u>5.9.2.3.2.1 b) 1)</u> の "約 0.05 g"とあるのは "約 25 mg"と,<u>5.9.2.3.2.1 c)</u>の "20 μg/mL"とあるのは "70 μg/mL"と,読み替えるものとする。

5.9.2.6.2 DDAC

5.9.2.1 に同じ。

5.9.2.6.3 イミダクロプリド

- a) 試験溶液の調製 試料約5gを共栓付き三角フラスコに正確に量り採り、ジメチルスルホキシド (DMSO) 5 mL を試料全体に滴下した後、エタノール 50 ~ 100 mL を加えて栓をし、1 時間ごとによく振り混ぜながら超音波による抽出工程(水温は、約40 °C とする。)を 3 時間行う。静置した後、抽出物を吸引ろ過するとともに、木粉を約30 mL のエタノールで洗い込む。ろ液をロータリーエバポレータに装着して45 °C の湯浴上で減圧しながら、おおむね5 mL になるまで濃縮する。これを少量のエタノールで溶解した後、25 mL の全量フラスコに移し、エタノールで定容したものを試験溶液とする。
- b) イミダクロプリド標準溶液の調製イミダクロプリド標準品 (純度 95 %以上で既知のもの) 約0.05 g を正確に量り採り, エタノールに溶解して 50 mL の全量フラスコで定容としたもの
- c) 検量線の作成 イミダクロプリド標準溶液を段階的に $5 \sim 50 \mu g/mL$ になるよう調整し(ただし、 試験溶液の濃度が検量線から外れる場合には、検量線の濃度を調整することができる。)、HPLC 専用フィルタでろ過したものを HPLC で測定し、検量線を作成する。
- d) 定量方法 試験溶液を HPLC 専用フィルタでろ過し、表 9 に掲げる条件を標準として HPLC で測定して作成した検量線からイミダクロプリドの量を求める。

表 9 ーイミダクロプリドの定量における HPLC の条件

<u>項目</u>	<u>HPLC の条件</u>
カラム	ODS 系カラム (I.D: 4.6 mm, L: 150 mm)
移動相	アセトニトリル:水=60:40 (V/V)
移動相流速	1.0 mL/min
カラム温度	<u>40 °C</u>
測定波長	271 nm(UV 検出器)
注入量	<u>10 μL</u>

e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(18)によって薬剤含有量を算出する。

 $R_{\rm ID} = P_{\rm ID} \times 25 \qquad (18)$

<u>ここで,</u> R_{ID:} 薬剤含有量 (mg)

<u>P_D:</u> 検量線から求めたイミダクロプリドの濃度(mg/mL)

5.9.2.7 脂肪酸金属塩系木材保存剤及びナフテン酸金属塩系木材保存剤で処理されたもの

5.9.2.7.1 銅化合物

5.9.2.7.1.1 原子吸光光度法

- a) 試験溶液の調製 5.9.2.2.1.1 a)に同じ。
- b) 試薬の調製 5.9.2.2.1.1 b)に同じ。
- c) 検量線の作成 5.9.2.2.1.1 c)に同じ。
- <u>d)</u> 定量方法 5.9.2.2.1.1 d)に同じ。
- e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(19)によって薬剤含有量を算出する。

$$R_{\rm CR2} = P_{\rm CR2} \times \frac{250 \times M_{\rm CR2}}{1000}$$
(19)

<u>ここで, Rcr2: 薬剤含有量(mg)</u>

Pcm2: 検量線から求めた銅の濃度 (mg/L)

<u>McR2</u>: 試験溶液の希釈倍数

5.9.2.7.1.2 ICP 発光分光法

- a) 試験溶液の調製 5.9.2.2.1.2 a)に同じ。
- <u>b)</u> <u>試薬の調製</u> <u>5.9.2.2.1.2 b)</u>に同じ。
- c) 検量線の作成 5.9.2.2.1.2 c)に同じ。
- <u>d)</u> 定量方法 5.9.2.2.1.2 d)に同じ。
- e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(20)によって薬剤含有量を算出する。

 $R_{\text{CR3}} = P_{\text{CR3}} \times 100 \times M_{\text{CR3}}$ (20)

<u>ここで,</u> <u>Rcr3</u>: 薬剤含有量 (mg)

Pcr3: 検量線から求めた銅の濃度 (mg/L)

<u>Mcra:</u> 試験溶液の希釈倍数

5.9.2.7.1.3 蛍光 X 線分析法

- <u>a)</u> 試験溶液の調製 5.9.2.2.1.3 a)に同じ。
- b) 試薬の調製 5.9.2.2.1.3 b)に同じ。
- c) 検量線の作成 5.9.2.2.1.3 c)に同じ。
- d) 定量方法 5.9.2.2.1.3 d)に同じ。
- e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(21)によって薬剤含有量を算出する。

 $R_{\rm CR4} = P_{\rm CR4} \times 100 \times M_{\rm CR4}$ (21)

ここで, R_{CR4}: 薬剤含有量 (mg)

 PCR4:
 検量線から求めた銅の濃度 (mg/L)

McR4: 試験溶液の希釈倍数

5.9.2.7.2 亜鉛化合物

5.9.2.7.2.1 原子吸光光度法

5.9.2.2.1.1 に同じ。ただし、"銅"とあるのは"亜鉛"と、5.9.2.2.1.1 a)の "透明な緑色"とあるのは "透明"と、5.9.2.2.1.1 b) 1)の "銅標準液(1 000 mg/L)5 mL"とあるのは "亜鉛標準液(1 000 mg/L)10 mL"と、5.9.2.2.1.1 c)の "波長 324.8 nm"とあるのは "波長 213.9 nm"と、読み替えるものとする。また、式(8)中の "×1.252"を削る。

5.9.2.7.2.2 ICP 発光分光法

<u>5.9.2.2.1.2</u> に同じ。ただし、"鲖"とあるのは"亜鉛"と、5.9.2.2.1.2 a)の "透明な緑色"とあるのは "透明"と読み替えるものとする。また、式(9)中の"× 1.252"を削る。

5.9.2.2.1.3 蛍光 X 線分析法

5.9.2.2.1.3 に同じ。ただし、"銅"とあるのは"亜鉛"と、5.9.2.2.1.3 b)の "銅標準液(1 000 mg/L)5 mL"とあるのは"亜鉛標準液(1 000 mg/L)10 mL"と読み替えるものとする。また、式(10)中の"× 1.252"を削る。

5.9.2.7.3 ペルメトリン

a) 試験溶液の調製 試料約5gを球管冷却器付き200 mLの平底フラスコに正確に量り採り,アセトン100 mLを加えて約60 ℃の湯浴上で2時間抽出する。その後,抽出物を吸引ろ過するとともに,木粉を約30 mLのアセトンで洗い込む。ろ液をロータリーエバポレータに装着して30 ℃の湯浴上で減圧しながら,おおむね0.5 mLになるまで濃縮する。これを少量のアセトンで溶解した後,内部標準溶液1 mLを正確に加えて50 mLの全量フラスコに移し,アセトンで定容としたものを試験溶液とする。

b) 試薬の調製

- 1) ペルメトリン標準溶液 ペルメトリン標準品 (純度 95 %以上で既知のもの) 約 0.1 g を正確に 量り採り, アセトンに溶解し 100 mL の全量フラスコで定容としたもの
- **2)** 内部標準溶液 フタル酸ジ-n-オクチル 0.1 g を正確に量り採り, アセトンに溶解し 100 mL の 全量フラスコで定容としたもの
- c) 検量線の作成 ペルメトリン標準溶液 5 mL 及び内部標準溶液 5 mL を 50 mL の全量フラスコに

正確に加えた後,アセトンで定容し、ペルメトリンとフタル酸ジ-n-オクチルとの重量比及びピー ク面積比を求める。

d) 定量方法 表10 に掲げる条件を標準として試験溶液を GC で測定し、内標準法によってペルメ トリンの量を求める。

表 10 -ペルメトリンの定量の GC の条件

項目	GC の条件
<u>カラム</u>	<u>ガラスカラム (I.D: 3.0 mm, L: 1 000 mm)</u>
固定相液体	DEGS (ジエチレングリコールサクシネート) 2 %
固定相担体	(参考) Chromosorb W (HP) (149 ~ 177 メッシュ)
<u>カラム温度</u>	<u>215 °C</u>
インジェクション温	250 °C
<u>度</u>	
水素ガス圧力	88.3 KPa
空気圧力	49.0 KPa
窒素ガス流量	50 mL/min
検出器	<u>FID</u>
<u>注入量</u>	<u>2 μL</u>

e) 薬剤含有量の計算方法 d)によって求めた値から式(22)によって薬剤含有量を算出する。

$$R_{\rm PN} = \frac{S_t}{50} \times \frac{P_{\rm PN}}{P_n} \tag{22}$$

<u>ここで、 R_{PN}:</u> 薬剤含有量 (mg)

S_i: 標準ペルメトリンの質量 (g)

Ppx: 試験溶液中のペルメトリンと内部標準との面積比 Pn: 標準溶液中のペルメトリンと内部標準との面積比

5.9.2.7 アゾール・ネオニコチノイド化合物系木材保存剤で処理されたもの

<u>5.9.2.7.1</u> シプロコナゾール

5.9.2.3.2 に同じ。

<u>5.9.2.7.2</u> イミダクロプリド

5.9.2.6.3 に同じ。

5.9.2.8 クレオソート油木材保存剤で処理されたもの

- a) エタノールーベンゼン混液の調製 エタノール及びベンゼンを1:2 (V/V) の比率で混合したも
- b) 試験溶液の調製 試料約1g(薬剤含有量によって試料の量を調整するものとする。以下同じ。) を円筒ろ紙に正確に量り採り、ソックスレー抽出器に装着して、エタノールーベンゼン混液 50 mL で抽出流下液が無色透明になるまで抽出し、これを試験溶液とする。

- c) 定量方法 試験溶液を 100 mL のなす形フラスコにエタノールーベンゼン混液 10 mL で洗いな がら移し入れ、ロータリーエバポレータに装着して50℃の湯浴上で減圧しながら濃縮する。100 mLのなす形フラスコの質量が恒量になるまで濃縮した後、フラスコの外面をよく拭って質量を 測定する。別に、空試験として、試料製材と同じ樹種の木材であって、無処理のものを用いて同 様に操作して質量を測定する。
- d) 薬剤含有量の計算方法 c)によって求めた値から式(23)によって薬剤含有量を算出する。

$$R_{\rm A} = (S_m - S_{mf}) - (S_b - S_{bf}) \qquad (23)$$

ここで, R_A: 薬剤含有量 (mg)

S_m: 本試験の質量 (mg)

Smf: 本試験に用いたなす形フラスコの質量 (mg)

S_b: 空試験の質量 (mg)

S_{bf}: 空試験に用いたなす形フラスコの質量 (mg)

5.9.2.9 ほう素化合物系木材保存剤で処理されたもの

5.9.2.4.1 に同じ。

5.9.3 吸収量の算出

試料に含有される薬剤又は主要成分を木材保存剤ごとに 5.9.2 に定める方法によって定量し、式(24) によって算出する。なお、当該薬剤が複数成分の混合物である場合には、成分ごとに吸収量を求め、 それぞれの合計をもって吸収量とする。

$$A_b = \frac{R_0}{V_0} \tag{24}$$

<u>ここで,</u> *A_b*: 吸収量 (kg/m³)

R₀: 薬剤含有量 (mg)

Vo: 採取した試料の全乾体積 (cm³)

また、採取した試料の全乾体積は、採取した試験片又は近接した部分から採取した木片から全乾度 <u>を求め、これ</u>を用いて式(25)によって算出する。

$$V_0 = \frac{M_t}{D_t}....(25)$$

ここで, M.: 採取した試料の全乾質量 (g)

D_i: 全乾密度 (g/cm³)