A：マノメーター
B：二方コック
C：三方コック
D：濃縮管（石英ガラス製で、正確に0.9mL又はそれ以上の蒸留物を測定し、正確に2.0mLに希釈できるように目印をつける。）
E：ナス型フラスコ
F：真空トラップ管

操作法

試料約20gを0.01gの桁まで量り、その数値を記録し、ナス型フラスコEに入れる。試料が半固体又はワックス状の場合は、水浴上で加熱し、液状とした後、ナス型フラスコEに入れる。試料が結晶状の場合は、これに1.5mLの水を加え、液状、半固体又はワックス状の場合は、1.0mLの水を加える。なお、試料の水分含量が多い場合は、水の絶対量が1.0～1.5mLとなるように調整する。マグネチックスターラーを用いて水と試料をよくかき混ぜた後、フラスコEを氷浴中に浸し、約１分間冷却する。次に、フラスコEと濃縮管Dを接続する管にリボンヒーターを巻き、約10～15Vの電圧で通電する。フラスコE及び濃縮管Dを蒸留装置に取り付け、各々のジョイントに、高圧真空用シリコーングリースを塗布する。真空トラップ管Fを液体窒素を満たしたデュワー瓶に浸し、コックBを閉じ、その後、コックCを開いて真空ポンプを作動させる。フラスコEをドライアイス・メタノール浴に約10分間浸し、真空度が0.007kPa以下になったとき、コックBを20秒間開き、再び閉じる。ドライアイス・メタノール浴を除き、約１分間室温に放置した後、20～25℃の水浴中に約５分間浸す。水浴の温度を35～40℃に上げ（大部分の試料が液状になる。）、マグネチックスターラーを用いて試料を完全に溶解させた後、氷水中で２分間冷却する。次に、水浴をドライアイス・メタノール浴に取りかえて約10分間浸し、内容物を凍結させ、コックBを20秒間開き、再び閉じる。ドライアイス・メタノール浴を除いて水浴中に浸し、水浴の温度を45～50℃に上げ、試料が完全に溶解するまで攪拌する。このとき、フラスコEと濃縮管Dとの連結管に濃縮物が認められる場合は、リボンヒーターの電圧をゆっくり上げ、濃縮物が消失するまで加熱する。さらに、試料を攪拌しながら、濃縮管Dを液体窒素を満たしたデュワー瓶に破損しないように注意してゆっくり浸す。水が管中で蒸留を始め、濃縮管Dに氷ができれば、氷の面のやや下に液体窒素面を保つようにデュワー瓶を少しずつ上げていく。濃縮管Dの首まで水が凍結する又は濃縮管Dの2.0mLの目盛りまで液体窒素面を上げるときに、デュワー瓶を除き、室温で氷を溶かす。氷が溶けた後、蒸留された水の量が0.9mL以上になるまで冷却と加温を連続して繰り返す。濃縮管Dを再び２分間冷却して内容物を凍結させ、コックCを開いて真空を解除した後、真空ポンプを停止し、コックBを開く。濃縮管Dを取り外し、栓をして室温で氷を溶かす。濃縮管Dに水を加えて正確に2.0mLとした後、均一になるまで攪拌して試料溶液とする。試料溶液及び１，４-ジオキサン測定用標準溶液につき、次の条件でガスクロマトグラフ法により試験を行い、各々のピーク高さを測定する。

操作条件

検出器：水素炎イオン化検出器
カラム：内径３mm、長さ2.0mのガラス管又はステンレス管に149～177μmのガスクロマトグラフ用多孔性アクリロニトリルジビニルベンゼン重合体又はこれと同等のものを充塡する。
カラム温度：140～150℃の一定温度
キャリヤーガス及び流量：ジオキサンが約40分後に現れるように窒素の流量を調節する。

１，４-ジオキサン測定用標準溶液の調製

ジオキサン1.000g（0.9995～1.0004g）を量り、水を加えて溶かし、100mLの全量フラスコに入れ、更に水を標線まで加えて100mLとする。この溶液１mLを全量ピペットを用いて量り、100mLの全量フラスコに入れ、水を標線まで加えて100mLとする。冷所に保存し、１週間以内に使用する。

⑯　重金属試験法

重金属試験法は、試料中に混在する重金属の限度試験である。この重金属とは、酸性で硫化ナトリウム試液により呈色する金属性混在物をいい、その量は、鉛（Pb）の量として表す。

各条には、重金属（Pbとして）の限度をμg/gで（　）内に付記する。

操作法

試料溶液及び比較液の調製法は、別に規定する場合を除き、次の方法によるものとする。

①　第１法

各条に規定する量の試料をネスラー管に入れ、適量の水を加えて溶かし、40mLとする。これに希酢酸２mL及び水を加えて50mLとし、試料溶液とする。

比較液は、各条に規定する量の鉛標準液をネスラー管に入れ、希酢酸２mL及び水を加えて50mLとする。

②　第２法

各条に規定する量の試料を石英製又は磁製のるつぼに量り、ゆるく蓋をし、弱く加熱して炭化する。放冷した後、硝酸２mL及び硫酸５滴を加え、白煙の生じるまで注意して加熱した後、500～600℃で強熱して灰化する。放冷した後、塩酸２mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸３滴で潤し、熱湯10mLを加え、２分間加温する。次に、フェノールフタレイン試液１滴を加え、アンモニア試液を溶液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸２mLを加え、必要ならば、ろ過し、水10mLで洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて50mLとし、試料溶液とする。

比較液は、硝酸２mL、硫酸５滴及び塩酸２mLを水浴上で蒸発し、更に砂浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸３滴で潤し、以下試料溶液の調製法と同様に操作し、各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて50mLとする。

③　第３法

各条に規定する量の試料を石英製又は磁製のるつぼに量り、初めは注意して弱く加熱し、その後、強熱して灰化する。放冷した後、王水１mLを加え、水浴上で蒸発乾固し、残留物を塩酸３滴で潤し、熱湯10mLを加え、２分間加温する。次に、フェノールフタレイン試液１滴を加え、アンモニア試液を溶液が微赤色となるまで滴加し、希酢酸２mLを加え、必要ならば、ろ過し、水10mLで洗い、ろ液及び洗液をネスラー管に入れ、水を加えて50mLとし、試料溶液とする。

比較液は、王水１mLを水浴上で蒸発乾固し、以下試料溶液の調製法と同様に操作し、各条に規定する量の鉛標準液及び水を加えて50mLとする。

試料溶液の試験は、別に規定する場合を除き、次の方法によるものとする。

試料溶液及び比較液に硫化ナトリウム試液１滴ずつを加え、混和し、５分間放置した後、両管を白色の背景を用い、上方又は側方から観察して液の色を比較する。

このとき試料溶液の呈する色は、比較液の呈する色より濃くてはならない。

⑰　水分定量法（カールフィッシャー法）

水分定量法は、メタノール及びピリジンの存在で、水がヨウ素及び二酸化イオウと次式に示すように定量的に反応することを利用して水分を定量する方法である。

$$H_2O+I_2+SO_2+3C_5H_5N=2(C_5H_5N^+H)I^-+C_5H_5N\cdot SO_3$$

$$C_5H_5N\cdot SO_3+CH_3OH=(C_5H_5N^+H)O^-SO_2\cdot OCH_3$$