5　試薬、標準液等

⑴　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。

⑵　クロロベンゼン

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑶　メタノール

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑷　ｎ―ペンタン

日本工業規格試薬特級を用いる。

⑸　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）10ｇを精製水90mlに溶解させたものを用いる。

⑹　精製水

日本薬局方精製水を用いる。

⑺　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）12.526ｇ及び水酸化ナトリウム（日本工業規格試薬特級）6.320ｇ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／１、pH＝6.0である。

⑻　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）20ｇを精製水に溶かし、100mlとしたものを用いる。用時調製する。

⑼　ケイソウ土カラム

内径25～30㎜、長さ130～150㎜で先端にガラスフイ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。

⑽　標準液

４―アミノジフエニル等のそれぞれ10㎎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―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―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。

⑾　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―d_8、ベンジジン―d_8、アントラセン―d_{10}等が使用できる。その内部標準物質10㎎を正確に採り、メタノールで正確に10mlとする。その２mlを採り、メチル―tert―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―tert―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。

⑿　溶離液１

リン酸二水素カリウム0.68ｇ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。

⒀　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。

⒁　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	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。 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㎜平方以下に細切する。この試料1.0ｇ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―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―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―tert―ブチルエーテル20mlを反応容器に入れ同様に洗つた後、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―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―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１ml試験管に採り、内部標準液50μlを加え混ぜ合わせた後、それぞれの試験管から１～２μl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―アミノジフエ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―アミノジフエ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（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４―アミノジフエニル等それぞれのピーク面積の内部標