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。

3　試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。アニリン・１，４―フエニレンジアミン混合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、アニリン・１，４―フエニレンジアミン混合標準液のアニリン又は１，４―フエニレンジアミン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、アニリン又は１，４―フエニレンジアミン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、アニリン・１，４―フエニレンジアミン混合標準液において得られたクロマトグラム上でのアニリン又は１，４―フエニレンジアミンのピーク面積の内部標準物質のピーク面積に対する比（Rs）を求める。このとき、次式により計算する試料１ｇについてのアニリン又は１，４―フエニレンジアミンの量が５μg未満でなければならない。

ただし、５μg以上の場合には、４　追加試験を行わなければならない。

試料１ｇについてのアニリン又は１，４―フエニレンジアミン含有量（μg）

$$=K\times\frac{Rt}{Rs}\times\text{試験溶液の液量（ml）}\times\frac{1}{\text{試料採取量（g）}}$$

ただし、K：アニリン・１，４―フエニレンジアミン混合標準液におけるアニリン又は１，４―フエニレンジアミンの濃度（μg／ml）

操作条件

原則として、次の条件で操作すべきであるが、使用する装置、カラム等により、クロマトグラム上で確認試験の対象となつた物質とそれ以外の物質のピークが重複しないような条件を適切に選択することが望ましい。

カラム管　内径0.25㎜、長さ30m、膜厚0.25μmの35％フエニルメチルポリシロキサンを液相とするキヤピラリーカラムを用いる。

カラム温度　55℃で５分間保持し、その後230℃まで毎分15℃で昇温した後、290℃まで毎分５℃で昇温し、更に310℃まで毎分20℃で昇温させ、310℃に到達後、５分間保持する。

試験溶液注入口温度　250℃

キヤリアーガス　高純度ヘリウムを用いる。アニリンが約９～10分及び１，４―フエニレンジアミンが約13～14分で流出する流速に調整する。

注入方法　スプリツトレス又はスプリツト

モニターイオン　原則として「アニリン93」及び「１，４―フエニレンジアミン108」を選択すべきであるが、使用する装置、カラム等により、対象とする物質に特異性が高く、かつ、イオン強度が高いフラグメントイオンを適切に選択する。

4　追加試験

⑴　分散染料が使用されていない繊維製品の場合

１　試料の調製⑴　分散染料が使用されていない繊維製品の場合によつて得た試料1.0ｇを反応容器に正確に量り採る。次に、２％水酸化ナトリウム水溶液９ml及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液１mlを加え、密せんし、激しく振り混ぜた後、40±２℃で30分間加温する。次に、反応容器を１分以内に20～25℃まで冷却する。次に、メチル―tert―ブチルエーテル５mlを正確に加え、塩化ナトリウム７ｇを加える。この液について、振とう機を用いて１秒間に約５回の速度で45分間水平振とうを行う。なお、冷却後から振とう開始までの時間は５分を超えないようにする。その後、メチル―tert―ブチルエーテル層を分取し、試験溶液とする。この際、必要に応じて遠心分離操作を行つてよい。

⑵　分散染料が使用されている繊維製品の場合

１　試料の調製⑵　分散染料が使用されている繊維製品の場合によつて得た試料1.0ｇを正確に量り採り、還流冷却器内に、沸騰した抽出液に直接触れないよう、かつ、冷却凝縮した抽出液が十分に試料に浸潤するように、試料を宙づりに設置する。ナス型フラスコ等に抽出溶媒としてクロロベンゼンを25ml以上加えて加温し、クロロベンゼンが沸騰し、凝縮し、抽出が開始してから30分間還流を行う。還流後、この抽出液を20～25℃まで冷却したのち、ロータリーエバポレーターを用いて45～60℃で少量の残さになるまで濃縮する。その後、メタノール４mlを加え、超音波浴を用いて染料を分散させてから反応容器に移す。このナス型フラスコ等をメタノール１mlで洗い、洗液を反応容器に移す。この操作を３回繰り返す。この際、必要に応じて超音波浴を使用する。更に、試料を還流冷却器内から取り出し、試料が完全に脱色されている場合には試料を破棄する。また、試料が脱色されていない場合には、ｎ―ペンタン又はメチル―tert―ブチルエーテルを用いて試料に残留するクロロベンゼンを洗い、除去し、乾燥させた後、細かく切り、反応容器に加える。次に、２％水酸化ナトリウム水溶液９ml及び亜ジチオン酸ナトリウム水溶液１mlを加え密せんし、激しく振り混ぜた後、40±２℃で30分間加温する。次に、反応容器を１分以内に20～25℃まで冷却する。次に、メチル―tert―ブチルエーテル５mlを正確に加え、塩化ナトリウム７ｇを加える。この液について、振とう機を用いて１秒間に約５回の速度で45分間水平振とうを行う。なお、冷却後から振とう開始までの時間は５分を超えないようにする。その後、メチル―tert―ブチルエーテル層を分取し、試験溶液とする。この際、必要に応じて遠心分離操作を行つてよい。

⑶　試験

ガスクロマトグラフ質量分析計を用いる。パラ―フエニルアゾアニリン標準液及び４　追加試験⑴　分散染料が使用されていない繊維製品の場合又は⑵　分散染料が使用されている繊維製品の場合によつて得た試