験溶液をそれぞれ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、パラ―フエニルアゾアニリン標準液のパラ―フエニルアゾアニリ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、パラ―フエニルアゾアニリ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、パラ―フエニルアゾアニリン標準液において得られたクロマトグラム上でのパラ―フエニルアゾアニリ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についてのパラ―フエニルアゾアニリンの量は30μg以下でなければならない。

試料１ｇについてのパラ―フエニルアゾアニリン含有量（μg）

$$= K \times \frac{Rt}{Rs} \times 5 \times \frac{1}{\text{試料採取量（g）}}$$

ただし、K：パラ―フエニルアゾアニリン標準液の濃度（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。パラ―フエニルアゾアニリンが約21～22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「パラ―フエニルアゾアニリン197」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。

5　確認試験

４　追加試験において、試料１ｇについてのパラ―フエニルアゾアニリンの量が30μgを超えて検出されたときは、次の⑴及び⑵の試験により、これがパラ―フエニルアゾアニリンによるものであることを確認しなければならない。

⑴　ガスクロマトグラフ質量分析法

ガスクロマトグラフ質量分析法において、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験溶液をスキヤンモード（範囲［m／ｚ］＝60～300）で測定し得られたパラ―フエニルアゾアニリンのマススペクトルと、パラ―フエニルアゾアニリン標準液を同様にして測定した際のマススペクトルが一致することを確認しなければならない。

⑵　高速液体クロマトグラフ法

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験溶液及びパラ―フエニルアゾアニリン標準液をそれぞれ一定量採り、不活性ガス気流下でメチル―tert―ブチルエーテルを除去後、一定量のメタノールに溶解させる。このメタノール溶液から５～20μl採り、次の操作条件で試験を行う。試験溶液のクロマトグラム上に、パラ―フエニルアゾアニリン標準液のピークと保持時間が一致するピークが存在しなくてはならない。

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4.6μm、長さ150㎜のステンレス管を用いる。

カラム充填剤　粒径３～５μmのオクタデシルシリル化シリカゲルを用いる。

カラム温度　30～40℃

検出器　紫外可視検出器

検出波長　240、280、305、380nm等

移動相　溶離液１：溶離液２＝90：10の状態から22.5分間かけて直線的に溶離液１：溶離液２＝45：55とし、その後、５分間かけて直線的に溶離液１：溶離液２＝５：95とした後、溶離液１：溶離液２＝５：95で１分間保持する。次いで、0.5分間かけて直線的に溶離液１：溶離液２＝90：10とし、溶離液１：溶離液２＝90：10で６分間保持する。

流速　毎分0.6mlで27.5分間保持した後、１分間かけて直線的に毎分２mlとする。その後、2.5分間かけて直線的に毎分0.6mlとし、毎分0.6mlで４分間保持する。

6　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。