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、３　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。

３　追加試験

⑴　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。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　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３　追加試験⑴　試験溶液の調製によつて得た試験溶液をそれぞれ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。