7　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

⑴　おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４⑵に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

⑵　上記⑴により求められた差が調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記⑴で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記⑴により求められた差が再び調製濃度の±10％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第17の１⑼中「tert―ブチル―メチルエーテル」を「メチルアルコール」に改め、同表の１中⑼を⑽とし、同表の１中⑻を⑼とし、同表の１中「tert―ブチル―メチルエーテル」の下に「又はメチルアルコール」を加え、同表の１中⑻を⑼とし、⑸から⑺までを⑹から⑻までとし、⑷の次に次のように加える。

⑸　メチルアルコール

測定対象成分を含まないもの

別表第17の３中「冷蔵保存する」を「冷蔵保存し、72時間以内に試験する」に改め、同表の５中「メスフラスコ」の下に「４個以上」を「50mlとする。」の下に「この場合、調製した溶液のそれぞれの対象物質の濃度は、上記４⑴に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。」を加え、同表の５の次に次のように加える。

6　空試験

精製水50mlを採り、以下上記４⑴及び⑵と同様に操作してそれぞれの対象物質の濃度を求め、上記４⑴に示す検水の濃度範囲の下限値を下回ることを確認する。

求められた濃度が当該濃度範囲の下限値以上の場合は、是正処置を講じた上で上記４⑴及び⑵と同様の操作を再び行い、求められた濃度が当該濃度範囲の下限値を下回るまで操作を繰り返す。

7　連続試験を実施する場合の措置

オートサンプラーを用いて10以上の試料の試験を連続的に実施する場合には、以下に掲げる措置を講ずる。

⑴　おおむね10の試料ごとの試験終了後及び全ての試料の試験終了後に、上記５で調製した溶液の濃度のうち最も高いものから最も低いものまでの間の一定の濃度（以下この７において「調製濃度」という。）に調製した溶液について、上記４⑴及び⑵に示す操作により試験を行い、算定された濃度と調製濃度との差を求める。

⑵　上記⑴により求められた差が調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、是正処置を講じた上で上記⑴で行った試験の前に試験を行ったおおむね10の試料及びそれらの後に試験を行った全ての試料について再び分析を行う。その結果、上記⑴により求められた差が再び調製濃度の±20％の範囲を超えた場合には、上記４及び５の操作により試験し直す。

別表第17の次に次の１表を加える。

別表第17の２

液体クロマトグラフ―質量分析計による一斉分析法

ここで対象とする項目は、クロロ酢酸、ジクロロ酢酸及びトリクロロ酢酸である。

1　試薬

⑴　精製水

測定対象成分を含まないもの

⑵　tert―ブチル―メチルエーテル

別表第17の１⑷の例による。

⑶　メチルアルコール

別表第17の１⑸の例による。

⑷　ぎ酸（0.2ｖ／ｖ％）

⑸　クロロ酢酸標準原液、ジクロロ酢酸標準原液及びトリクロロ酢酸標準原液

別表第17の１⑼の例による。

⑹　ハロ酢酸混合標準液

別表第17の１⑽の例による。

2　器具及び装置

⑴　ねじ口瓶

別表第14の２⑴の例による。

⑵　ねじ口バイアル

別表第17の２⑵の例による。

⑶　クリーンアップ用固相カラム

通水方向から順にバリウム型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたもの、銀型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたもの及び水素型陽イオン交換基を結合した充填剤を詰めたものを連結したもの又はこれと同等以上の妨害物質除去性能を有するもの

⑷　液体クロマトグラフ―質量分析計

ア　分離カラム

内径4.6㎜、長さ15㎝のステンレス管に、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が３μmのシリカゲルを充填したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

イ　移動相

最適条件に調製したもの

例えば、Ａ液はメチルアルコール、Ｂ液はぎ酸（0.2ｖ／ｖ％）のもの

ウ　移動相流量

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、毎分0.2mlの流量で、Ａ液とＢ液の混合比が５：95のものを、Ａ液の割合を毎分2.5ポイントずつ上昇させて100％にできるもの

エ　検出器

次のいずれかに該当するもの

①　選択イオン測定（ＳＩＭ）又はこれと同等以上の性能を有するもの

②　選択反応測定（ＳＲＭ）又はこれと同等以上の性能を有するもの

オ　モニターイオンを得るための電圧

上記エ①に該当する検出器を用いる場合にあっては、エレクトロスプレーイオン化法（ＥＳＩ法）(負イオン測定モード）で、最適条件に設定できる電圧

上記エ②に該当する検出器を用いる場合にあっては、ＥＳＩ法（負イオン測定モード）により得られたプリカーサイオンを開裂させてプロダクトイオンを得る方法で、最適条件に設定できる電圧

3　試料の採取及び保存

別表第17の３の例による。

4　試験操作

⑴　前処理

検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.2㎎／Ｌを超える場合には、0.002～0.2㎎／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）を試験溶液とする。ただし、検水中に高濃度の陰イオン類が含まれる場合には、必要に応じて検水をクリーンアップ用固相カラムに通し、これを試験溶液とする。

⑵　分析

上記⑴で得られた試験溶液の一定量を液体クロマトグラフ―質量分析計に注入し、表１に示すそれぞれの対象物質のモニターイオンのピーク高さ又はピーク面積を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のそれぞれの対象物質の濃度を求め、検水中のそれぞれの対象物質の濃度を算定する。