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27の次に次の１表を加える。

別表第27の２

固相マイクロ抽出―ガスクロマトグラフ―質量分析法

ここで対象とする項目は、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールである。

1　試薬

⑴　精製水

別表第25の１⑴の例による。

⑵　塩化ナトリウム

別表第25の１⑵の例による。

⑶　メチルアルコール

別表第25の１⑶の例による。

⑷　内部標準原液

別表第25の１⑷の例による。

⑸　内部標準液

別表第25の１⑸の例による。

⑹　ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準原液

別表第25の１⑹の例による。

⑺　ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオール標準液

別表第25の１⑺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　バイアル

別表第15の２⑶の例による。

⑷　セプタム

⑸　ポリテトラフルオロエチレンシート

別表第15の２⑸の例による。

⑹　バイアルキャップ

⑺　固相マイクロ抽出装置

ア　恒温槽

60～80℃の範囲内で一定の温度に保持でき、検水のかくはんが可能であるもの

イ　固相マイクロ抽出（ＳＰＭＥ）ファイバー

直径110μm、長さ１㎝のフューズドシリカにジビニルベンゼンをポリジメチルシロキサンを用いて65μmの厚さに被覆したもの又はこれと同等以上の吸着性能を有するもので、金属製中空針に収納できるもの

ウ　加熱部

ヘリウムガス又は窒素ガスを流しながら250℃以上の温度で固相マイクロ抽出（ＳＰＭＥ）ファイバーを加熱できるもの

ただし、加熱を行う必要がない場合は使用しなくてもよい。

⑻　ガスクロマトグラフ―質量分析計

ア　試料導入部

固相マイクロ抽出（ＳＰＭＥ）ファイバーから対象物質を加熱脱着できるもの

イ　分離カラム

内径0.20～0.53㎜、長さ15～60ｍの溶融シリカ製のキャピラリーカラムで、内面に５％フェニル―95％ジメチルポリシロキサンを0.1～0.5μmの厚さで被覆したもの又はこれと同等以上の分離性能を有するもの

ウ　分離カラムの温度

対象物質の最適分離条件に設定できるもの

例えば、40℃を３分間保持し、毎分10℃の速度で上昇させ170℃にし、更に毎分20℃の速度で上昇させて250℃にして３分間保持できるもの

エ　検出器

別表第14の２⑷ウの例による。

オ　イオン化電圧

別表第14の２⑷エの例による。

カ　キャリアーガス

別表第14の２⑷オの例による。

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

塩化ナトリウムが過飽和になるように塩化ナトリウムの一定量をバイアルに加えた後、検水（検水に含まれるそれぞれの対象物質の濃度が0.00005㎎／Ｌを超える場合には、0.000001～0.00005㎎／Ｌとなるように精製水を加えて調製したもの）をバイアル容量に対して0.50～0.75となるように採り、内部標準液Ｂを検水量10mlに対して５μlの割合で注入する。直ちにポリテトラフルオロエチレンシート、セプタム及びバイアルキャップをのせ、密閉する。次いで、バイアルを振り混ぜて塩化ナトリウムを溶解させた後、恒温槽で、かくはんしながら５分間以上加温し、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気相中に固相マイクロ抽出（ＳＰＭＥ）ファイバーを露出させ、恒温槽で、かくはんしながら試験溶液を20分間以上加温し、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールを抽出する。次いで、固相マイクロ抽出（ＳＰＭＥ）ファイバーをガスクロマトグラフ―質量分析計に導入し、ジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールを加熱脱着する。別表第25の表１に示すジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれと内部標準物質とのフラグメントイオンのピーク高さ又はピーク面積の比を求め、下記５により作成した検量線から試験溶液中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、検水中のジェオスミン及び２―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を算定する。