5　検量線の作成

ジェオスミン及び2―メチルイソボルネオール標準液を段階的にメスフラスコ4個以上に採り、それぞれに内部標準液Aを1ml加え、更にメチルアルコールを加えて10mlとする。次いで、精製水を上記4⑴と同様に採り、これに段階的に調製した溶液を精製水10mlに対して5μlの割合で注入する。この場合、調製した溶液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は、上記4⑴に示す検水の濃度範囲を超えてはならない。以下上記4⑴及び⑵と同様に操作して（内部標準液Bを注入する操作は除く。）、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、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の関係を求める。

6　空試験

精製水を一定量採り、以下上記4⑴及び⑵と同様に操作してジェオスミン及び2―メチルイソボルネオールのそれぞれの濃度を求め、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28の2⑶中「振盪器」を「振盪（とう）器」に改め、同表の3中「保存する」を「保存し、72時間以内に試験する」に改め、同表の4⑴中「毎分10～20ml」の下に「（ディスク型の固相カラムを使用する場合は10～100ml）」を、「固相カラムの通水方向とは逆から」の下に「（ディスク型の固相カラムを使用する場合は通水方向から）」を加え、同表の5中「メスフラスコ」の下に「4個以上」を、「1000mlとする。」の下に「この場合、調製した溶液の非イオン界面活性剤としての濃度は、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1000mlを採り、以下上記4⑴及び⑵と同様に操作して非イオン界面活性剤の濃度を求め、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28の次に次の1表を加える。

別表第28の2

固相抽出―高速液体クロマトグラフ法

ここで対象とする項目は、非イオン界面活性剤である。

1　試薬

⑴　亜硫酸水素ナトリウム溶液（1w／v%）
⑵　メチルアルコール
⑶　四ホウ酸ナトリウム溶液（0.01mol／L）
⑷　トルエン
⑸　チオシアノコバルト(Ⅲ)酸アンモニウム溶液
　別表第28の1⑷の例による。
⑹　水酸化ナトリウム溶液（4w／v%）
⑺　塩化カリウム
⑻　PAR溶液
　別表第28の1⑺の例による。
⑼　非イオン界面活性剤標準原液
　別表第28の1⑻の例による。
⑽　非イオン界面活性剤標準液
　別表第28の1⑼の例による。

2　器具及び装置

⑴　遠心分離管
　別表第28の2⑴の例による。
⑵　固相カラム
　別表第28の2⑵の例による。
⑶　振盪器
⑷　遠心分離機
⑸　パスツールピペット
⑹　高速液体クロマトグラフ
　ア　分離カラム
　　内径4.6mm、長さ15～25cmのステンレス管で、オクタデシルシリル基を化学結合した粒径が5μm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、四ホウ酸ナトリウム溶液（0.01mol／L）とメチルアルコールを体積比で62：38の割合で混合したもの
　ウ　可視吸収検出器
　　波長510nm付近に設定したもの

3　試料の採取及び保存

別表第28の3の例による。