4　試験操作

⑴　前処理

固相カラムにメチルアルコール５ml及び精製水５mlを順次注入する。次に、水酸化ナトリウム溶液（４w／v％）を用いてpH値を９に調整した検水500ml（検水に含まれる非イオン界面活性剤としての濃度が0.01mg／Lを超える場合には、0.002～0.01mg／Lとなるように精製水を加えて500mlに調製したもの）を毎分10～20ml（ディスク型の固相カラムを使用する場合は10～100ml）の流量で固相カラムに流し、更に精製水10mlを流した後、吸引又は窒素ガスを通気して固相カラムを乾燥させる。次いで、固相カラムの通水方向とは逆から（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）トルエンを緩やかに流し、遠心分離管に５mlを採り、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にチオシアノコバルト(Ⅱ)酸アンモニウム溶液2.5ml及び塩化カリウム1.5ｇを加えて５分間振り混ぜ、回転数約2,500rpmで10分間遠心分離する。パスツールピペットを用いてトルエン層４mlを別の遠心分離管に移し、ＰＡＲ溶液0.75mlを加え、静かに３分間振り混ぜる。これを回転数約2,500rpmで10分間遠心分離し、トルエン層を除去する。

この溶液の一定量を高速液体クロマトグラフに注入し、コバルトと４－（２－ピリジアルアゾ）－レゾルシノールの錯体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非イオン界面活性剤の濃度をヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度として求め、検水中の非イオン界面活性剤の濃度を算定する。

5　検量線の作成

非イオン界面活性剤標準液を段階的にメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて500mlとする。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。以下上記４⑴及び⑵と同様に操作して、ヘプタオキシエチレンドデシルエーテルの濃度とコバルトと４－（２－ピリジアルアゾ）－レゾルシノールの錯体のピーク高さ又はピーク面積との関係を求める。

6　空試験

精製水500ml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29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４⑵中「、下記⑶で求めた空試験のピーク高さ又はピーク面積の比を差し引いた後」を削り、同⑶を削り、同表の５中「メスフラスコ」の下に「４個以上」を、「500mlとする。」の下に「この場合、調製した溶液のそれぞれのフェノールとしての濃度は、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500mlを採り、以下上記４⑴及び⑵と同様に操作してそれぞれのフェノール類の濃度を求め、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30の３中「24時間以内」を「72時間以内」に改め、同表の５中「用いて、」を「段階的にメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに精製水を加えて一定量とする。以下」に改め、同表の５の次に次のように加える。

6　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６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±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31の３中「試験する。」の下に「速やかに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12時間以内に試験する。」を加える。

別表第33の１中「試験する。」の下に「直ちに試験できない場合は、冷暗所に保存し、12時間以内に試験する。」を加え、同表の２の次に次のように加える。

3　空試験

精製水100mlを採り、以下上記２と同様に操作して味を調べる。

別表第34の２の次に次のように加える。

3　空試験

精製水100mlを採り、以下上記２と同様に操作して臭気を調べる。

別表第35の４の次に次のように加える。

5　空試験

精製水100mlを採り、以下上記４と同様に操作して色度を求める。

別表第36の５中「メスフラスコ」の下に「４個以上」を、「100mlとする。」の下に「この場合、調製した溶液の色度は、上記４に示す検水の色度の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

精製水を一定量採り、以下上記４と同様に操作して色度を算定する。