５　検量線の作成

混合標準液を段階的にメスフラスコ４個以上に採り、それぞれに試験溶液と同じ割合になるように内部混合標準液を加え、更にメチルアルコールを加えて、濃度を段階的にした溶液を調製する。この場合、調製した溶液のＰＦＯＳ及びＰＦＯＡの濃度は、上記４⑴に示す検水の濃度範囲から算定される試験溶液の濃度範囲を超えてはならない。以下、上記４⑵と同様に操作して、直鎖ＰＦＯＳ及び直鎖ＰＦＯＡとそれぞれの内部標準物質とのモニターイオンのピーク面積の比を求め、直鎖ＰＦＯＳ及び直鎖ＰＦＯＡのそれぞれの濃度との関係を求める。

６　空試験

精製水を一定量採り、以下上記４⑴及び⑵同様に操作して試験溶液中のＰＦＯＳ及びＰＦＯＡの濃度を求め、検量線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。

備考

１　全ての操作において、標準液及び試料と触れる部分にポリテトラフルオロエチレンが使用されている容器を用いないこと。

２　上記４⑵において、表１の別表第17の２の２⑷エ②に該当する検出器を用いた場合の確認イオンの例を表２に示す。

表２　確認イオンの例

検出器／対象物質	別表第17の２の２⑷エ②に該当する検出器	
	プリカーサイオン（m／z）	プロダクトイオン（確認イオン）（m／z）
ＰＦＯＳ	499	99、130
ＰＦＯＡ	413	169、219