

ヘッドスペース-GC/MSによる水中1,4-ジオキサンの測定

Analysis of 1,4-Dioxane in Water using Headspace-GC/MS

1,4-ジオキサンはワックスや染料などの溶剤として幅広く使用されており、環境中への残留や人の健康への影響が懸念されています。世界保健機関(WHO)は、飲料水水質ガイドラインの全面改訂により1,4-ジオキサンを対象物質として追加しました。日本では、厚生労働省により2003年に水道法が改訂され、1,4-ジオキサンが基準項目として追加されました。今回ご紹介するヘッドスペース-

GC/MS法は水中の揮発性有機化合物の測定方法として使用されている簡易かつ迅速な分析手法です。本法はサンプルをバイアルに封入するだけで、それ以降の操作は全て自動化することができます。本アプリケーションニュースでは、ヘッドスペース-GC/MS法により1,4-ジオキサンの測定を検討した結果をご紹介します。

K.Tanaka

分析方法

Analytical Conditions

ヘッドスペース

オートサンプラー : TurboMatrix 40 (Perkin Elmer)

装置 : GCMS-QP2010

GCカラム : Rtx-624

(Restek, 60m x 0.32mm I.D. df=1.8 μm)

HS Sample Amount	: 10mL(NaCl 3g)	GC Injector Temp.	: 200°C
Sample Temp.	: 60°C (30min)	Column Temp.	: 35°C(1min)-10°C/min-230°C(5min)
Injection Time.	: 0.25min	MS Interface Temp.	: 220°C
Needle Temp.	: 100°C	Ion Source Temp.	: 200°C
Transfer Temp.	: 150°C	Monitor Ion	: m/z 88, 58
Carrier Gas Press.	: 140kPa	Interval	: 0.2 sec.

SCAN測定

Result of SCAN Mode

Fig.1に1,4-ジオキサンのトータルイオンクロマトグラムおよびマススペクトルを示します。

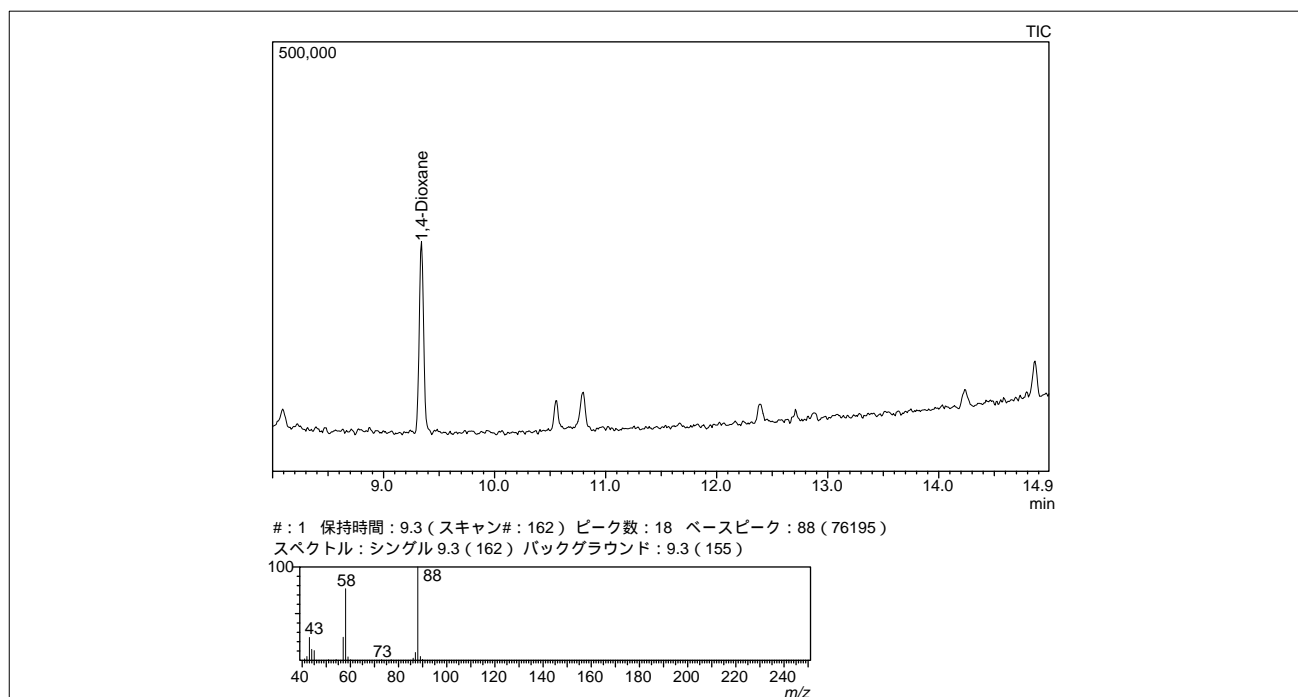


Fig.1 トータルイオンクロマトグラムおよびマススペクトル
 Total Ion Chromatogram and Mass Spectrum

感 度

Sensitivity

Fig.2に0.001mg/Lおよび0.005mg/LのSIMクロマトグラムを示します。1,4-ジオキサン¹の基準値は0.05mg/Lであり、この基準値の1/10の感度(0.005mg/L)が要求さ

れています。本方法では要求された感度は十分得られることが確認できます。

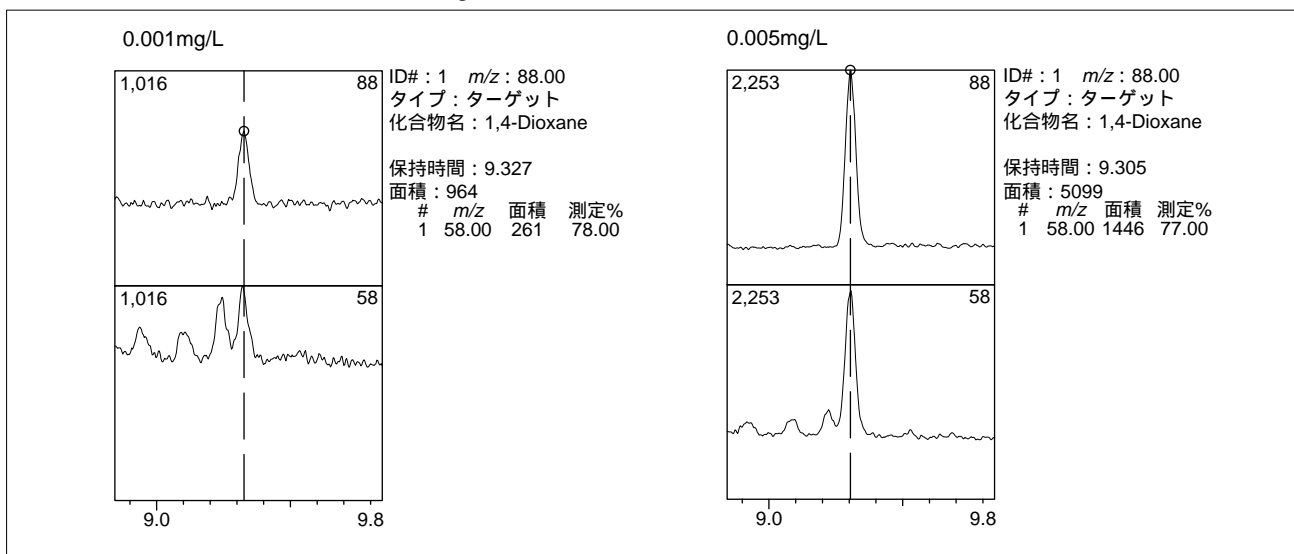


Fig.2 SIMクロマトグラム (0.001mg/L 0.005mg/L)
SIM Chromatograms of 1,4-Dioxane (0.001mg/L and 0.005mg/L)

検量線および繰り返し分析精度

Calibration Curve and Repeatability

Fig.3に検量線を、Table1に繰り返し分析精度を示します。検量線に関しては0~0.2mg/Lの範囲で良好な直線性を得

ることができました。また、繰り返し分析精度も0.001mg/LでCV値4.5%と良好な値が得られました。

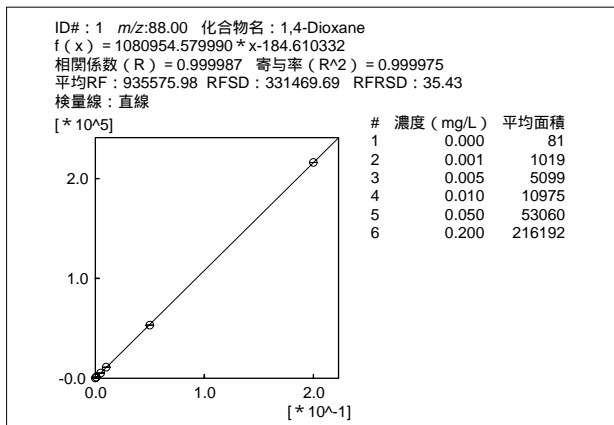


Fig.3 検量線(0~0.2mg/L)
Calibration Curve (0~0.2mg/L)

Table 1 繰り返し分析精度 (n=5 0.001mg/L)
Repeatability (n=5 0.001mg/L)

成分名	データ1	データ2	データ3	データ4	データ5	CV値(%)
1,4-Dioxane	964	1033	1001	1010	1088	4.49

まとめ

Conclusion

本アプリケーションニュースではヘッドスペース-GC/MS法による1,4-ジオキサン¹の測定を検討しました。検討の結果、良好な感度および定量性を確認することができました。また、本方法は水中の揮発性有機化合物測

定に使用している分析法と同条件であるため、これらの化合物との一斉分析の可能性が示唆されました。本方法は水道法提示の分析法ではありませんが、有用な手法であると考えられます。

初版発行: 2004年3月
A改訂版発行: 2007年1月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。