

## パージ&トラップ-GC/MSによる水中の1,4-ジオキサンと揮発性有機化合物(VOC)の同時分析

### Simultaneous Analysis of 1,4-Dioxane and Volatile Organic Compounds (VOCs) in Water using Purge & Trap-GC/MS

1,4-ジオキサンは水溶性が高く、排水や排出蒸気からの環境への汚染および健康への影響が懸念されており、厚生労働省は平成15年の水道法改訂に伴い、1,4-ジオキサンを基準項目として追加し基準値を50 µg/Lと決めました。

公定法には準じていませんが、1,4-ジオキサンはHS-GC/MS法やP&T-GC/MS法で測定することが可能です。HS-GC/MS法を用いた分析例はアプリケーションニュー

ズM225Aですすでにご紹介しました。しかし1,4-ジオキサンは水溶性が非常に高いため他の基準項目の揮発性有機化合物(VOC)と比べると大幅に感度が低下してしまうので、同時分析を行うことは困難になります。

P&T-GC/MS法を用いると、水溶性が高い化合物でも高感度での分析が可能となります。ここではP&T-GC/MSで、1,4-ジオキサンと基準項目となっている他のVOCを同時分析した例をご紹介します。

S.Fukumoto

### 分析条件

#### Analytical Conditions

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Model	: AQUA PT 5000J (Tekmar)	
	: GCMS-QP2010	
-P&T-		
Trap	: GLtrap1	
Purge Time	: 7min	Preheat Temp. : 60°C
Purge Flow	: 40mL/min	Dry Purge Time : 7min
Desorb Time	: 3min	Desorb Temp. : 200°C
Sample Amount	: 5mL	
-GC-		
Column	: AQUATIC2 (60m × 0.32mm I.D. df=1.8µm)	
Column Temp.	: 40°C(7min)-3°C/min-80°C-15°C/min-220°C(5min)	
Injection Temp.	: 200°C	
-MS-		
Interface Temp.	: 220°C	
Ionsource Temp.	: 200°C	
Ionization Method	: EI	

Table 2 モニターイオンテーブル  
Monitor Ion Table

ピーク番号	成分名	Compound	SIM( m/z )		
1	1,1-ジクロロエチレン	1,1-Dichloroethylene	96	61	98
2	ジクロロメタン	Dichloromethane	84	86	49
3	メチル-t-ブチルエーテル	Methyl-t-butyl ether	73	57	
4	trans-1,2-ジクロロエチレン	trans-1,2-Dichloroethylene	96	61	98
5	cis-1,2-ジクロロエチレン	cis-1,2-Dichloroethylene	96	61	98
6	クロホルム	Chloroform	83	85	47
7	1,1,1-トリクロロエタン	1,1,1-Trichloroethane	97	99	61
8	四塩化炭素	Carbontetrachloride	117	119	121
9	ベンゼン	Benzene	78	77	52
10	1,2-ジクロロエタン	1,2-Dichloroethane	62	49	64
11	トリクロロエチレン	Trichloroethylene	130	95	132
12	1,2-ジクロロプロパン	1,2-Dichloropropane	63	62	
13	ブロモジクロロメタン	Bromodichloromethane	83	85	47
14	1,4-ジオキサン	1,4-Dioxane	88	58	
15	cis-1,3-ジクロロプロペン	cis-1,3-Dichloropropene	75	110	
16	トルエン	Toluene	91	92	
17	trans-1,3-ジクロロプロペン	trans-1,3-Dichloropropene	75	110	
18	1,1,2-トリクロロエタン	1,1,2-Trichloroethane	83	97	85
19	テトラクロロエチレン	Tetrachloroethylene	166	164	129
20	ジブロモクロロメタン	Dibromochloromethane	129	127	131
21	m,p-キシレン	m,p-Xylene	106	105	91
22	o-キシレン	o-Xylene	106	105	91
23	ブロモホルム	Bromoform	173	171	175
24	p-ジクロロベンゼン	p-Dichlorobenzene	146	148	

### 分離

#### Separation

VOC23成分の標準試料に1,4-ジオキサンとメチル-t-ブチルエーテルを添加し、1 µg/Lの濃度の標準溶液を作成し、

測定を行いました。定量を行う上で十分な分離が得られています。

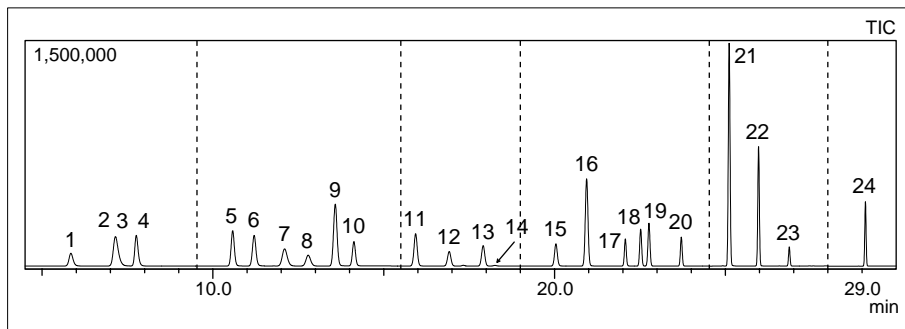


Fig.1 VOC(25成分)のSIMクロマトグラム  
SIM Chromatogram of VOCs

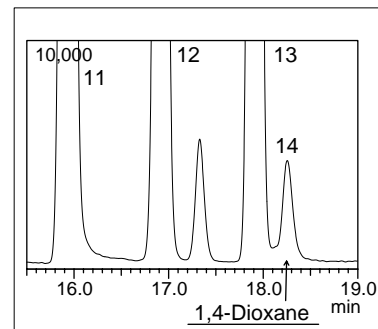


Fig.2 拡大クロマトグラム  
Enlarged SIM Chromatogram

## 感度・再現性

### Sensitivity and Repeatability

Fig.3に1,4-ジオキサンの0.1 µg/LのSIMクロマトグラムを示しました。1,4-ジオキサンの基準値は50 µg/Lですが、そのさらに1/500以下でも十分に測定可能です。

また、1,4-ジオキサンも他のVOCの成分も十分な再現性が得られています。1,1-ジクロロエチレン、クロロホルム、1,4-ジオキサン、テトラクロロエチレンの0.1 µg/Lの再現性をTable 3に示しました。

Table 3 繰り返し再現性 (濃度0.1 µg/L)  
Repeatability

	1	2	3	4	5	平均値	CV値 (%)
1,1-ジクロロエチレン	0.095	0.092	0.095	0.093	0.092	0.094	1.5
クロロホルム	0.093	0.092	0.092	0.091	0.089	0.092	1.45
1,4-ジオキサン	0.119	0.117	0.12	0.119	0.105	0.116	5.5
テトラクロロエチレン	0.117	0.118	0.118	0.119	0.12	0.119	1.04

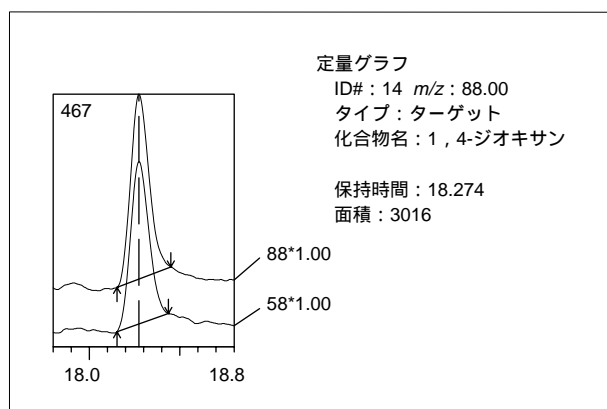


Fig.3 1,4-ジオキサンの0.1 µg/LのSIMクロマトグラム  
SIM Chromatograms of 1,4-Dioxane

## 検量線

### Calibration Curves

1,4-ジオキサンとVOCの0.1 µg/L ~ 50 µg/Lの範囲での検量線を作成しました。相関係数は0.999以上となり十分な直線性が得られました。そのうち、1,4-ジオキサン、1,1-

ジクロロエチレン、クロロホルム、テトラクロロエチレンの検量線をFig.4に示します。

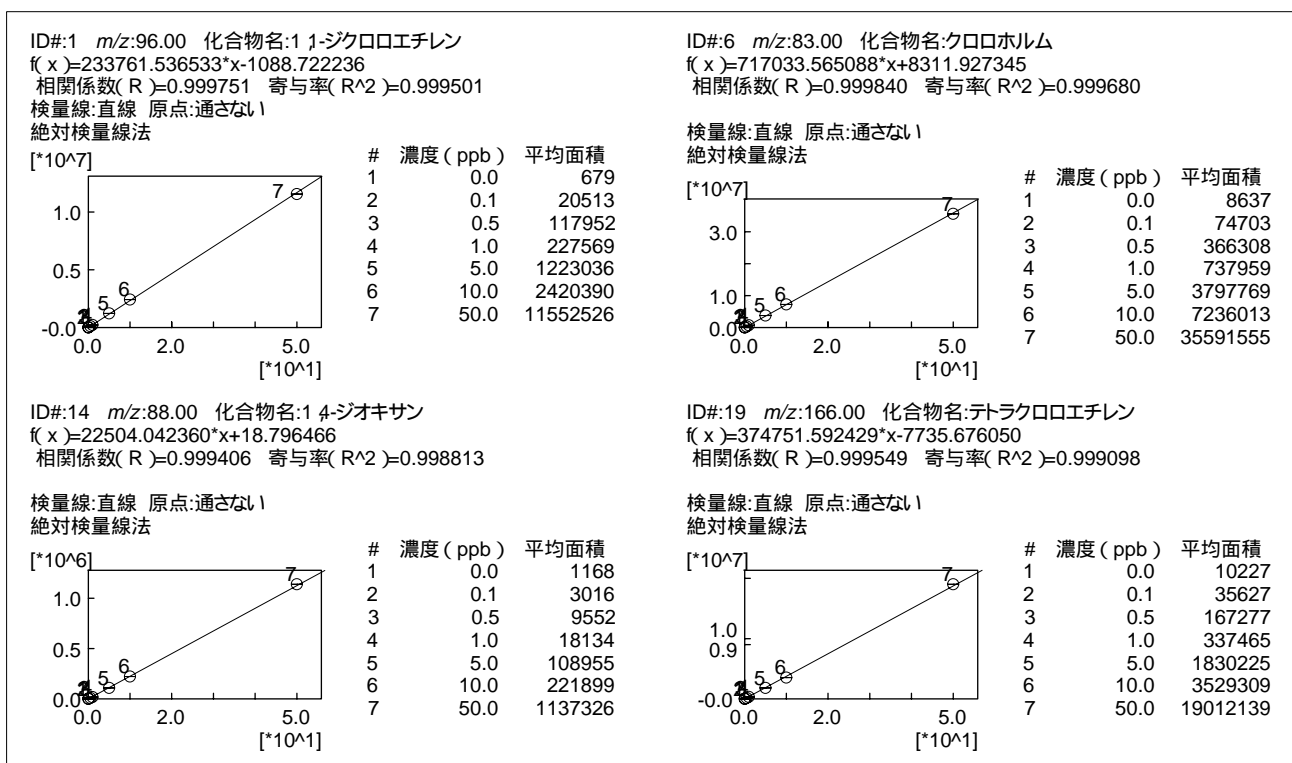


Fig.4 各成分の検量線  
Calibration Curves

初版発行: 2005年1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。