

固相抽出-GC/MS法による1,4-ジオキサン (地下水の水質汚濁に係る環境基準)の測定

Analysis of 1,4-dioxane in Groundwater Using Solid Phase-GC/MS

本アプリケーションニュースは、地下水中の1,4-ジオキサン測定に関するものです。分析は、平成22年11月時点の下記の法規に準拠して行いました。ただし、本条件で測定される前には、必ず関連する法規を確認いただくようお願いいたします。

T. Kondo

■分析メソッド

Analytical Methods

本分析メソッドは、次に示します項目に対応した分析に適用できます。

マトリックス：地下水

対象成分：1,4-ジオキサン

分析手法：固相抽出-GC/MS法（公共用水域告示付表7に掲げる方法）

関連法規：地下水の水質汚濁に係る環境基準について（平成9年3月13日環境庁告示第10号）

〔一部改正 平成21年11月30日の環境省告示第79号〕

■前処理および分析条件

Sample Preparation and Analytical Conditions

“公共用水域告示付表7に掲げる方法”の前処理フローチャートをFig. 1に、GC/MSの分析条件をTable 1に示します。

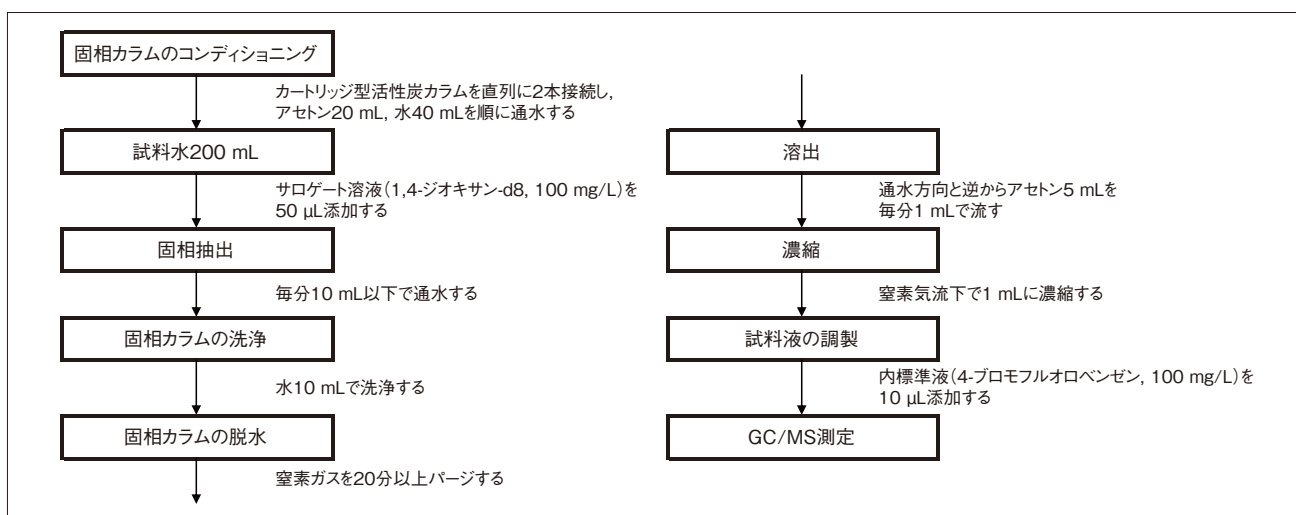


Fig. 1 前処理フローチャート
Flow Chart of Sample Preparation

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

装置モデル：GCMS-QP2010 Plus
分析カラム：Stabilwax (RESTEK社製) [0.25 mm (内径) \times 30 m (長さ) 膜厚0.5 μ m]

-GC-
 気化室温度：200 $^{\circ}$ C
 注入モード：スプリットレス
 サンプル時間：2分
 キャリアガス：He
 試料注入量：1 μ L
 キャリアガス制御：線速度 (40 cm/秒)
 高圧注入：200 kPa (2.5分)
 オープン温度：40 $^{\circ}$ C (1分) \rightarrow (10 $^{\circ}$ C/分) \rightarrow 140 $^{\circ}$ C (0分)
 \rightarrow (20 $^{\circ}$ C/分) \rightarrow 220 $^{\circ}$ C (3分)

-MS-
 インターフェース温度：200 $^{\circ}$ C
 イオン源温度：200 $^{\circ}$ C
 イオン化モード：電子イオン化法 (EI)
 測定モード：スキャン
 開始m/z - 終了m/z：m/z 35 - 250
 モニターイオン：Fig. 2参照
 イベント時間：0.3秒

■結果

Results

標準試料を測定して得られた結果をFig. 2に示します。(A)には、1,4-ジオキサン-d8 (ピーク1)と1,4-ジオキサン (ピーク2)のトータルイオンカレントクロマトグラムおよびマスククロマトグラムを、(B)には1,4-ジオキサン-d8 (ピーク1)と4-ブロモフルオロベンゼン (ピーク3)のトータルイオンカレントクロマトグラムをそれぞれ示します。また、各成分のマススペクトルをFig. 3に示します。

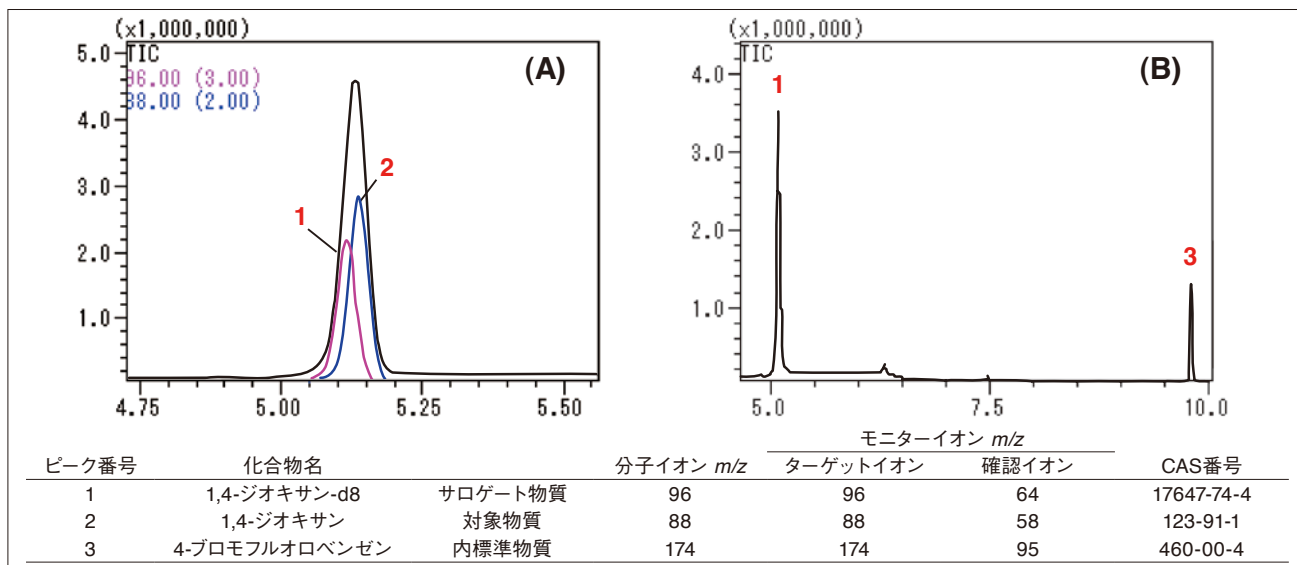


Fig. 2 トータルイオンカレントクロマトグラム (TIC) およびマスククロマトグラム (MC)
Total Ion Current Chromatogram (TIC) and Mass Chromatogram (MC)

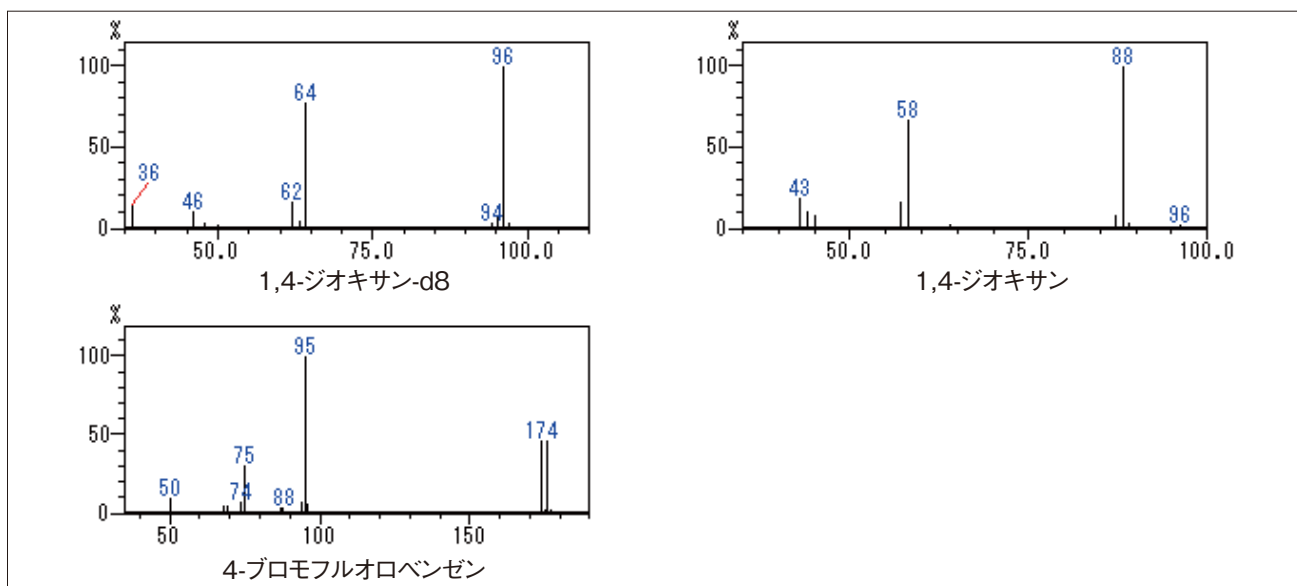


Fig. 3 各成分のマススペクトル
Mass Spectra of the Target Compounds

■分析上の注意点

Analytical Note

“公共用水域告示付表7に掲げる方法”に従って試薬を調製する際、サロゲート溶液 (1,4-ジオキサン-d8 100 mg/L) を水で希釈するため、検量線作成用標準試料に水が含まれます。無極性もしくは微極性のキャピラリカラムで分析すると水の影響によりピーク形状が悪くなるため、極性の高いキャピラリカラムを使用する必要があります。

初版発行：2011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。