

# ヘッドスペース-GC-MSによる1,4-ジオキサンの 分析-TRACE DSQ FullScan + SIM mode-

サーモエレクトロン株式会社 C&MS 応用技術部  
編集発行：サーモエレクトロン株式会社 マーケティング部

GCMS06002

## Key Words

- TRACE DSQ
- 水道法
- 1,4-ジオキサン
- ヘッドスペースGC/MS

## はじめに

平成16年4月より施行されている改正水道法[平成15年7月22日厚生労働省告示第261号(一部改正平成17年3月30日厚生労働省告示第125号)]では、水道水質基準項目が46項目から50項目に変更され、新たに13項目が追加されています(9項目が削除)。また、水道法では各項目について検出下限値が基準値の1/10以下となることが求められています。今回は新たに追加された水道水質基準項目である1,4-ジオキサン[固相抽出-GC/MS, 別表第16(基準値 0.05 mg/L)]ですが、ヘッドスペース-四重極型GC/MS(TRACE DSQ)を用いてFullScan Mode及びSIM Modeによる測定を行い、定量性について検討を行いました。従来の固相抽出によりGC/MS測定に供されるのと異なり、ヘッドスペースより一定の気相をそのままGC/MS測定に供されます。1,4-ジオキサンのGC/MS測定目標濃度は、基準値の1/10の値そのままとなり、5 µg/L(ppb)となります。

## 分析条件

### Instrument

HS : TriPlus

GC : TRACE GC ultra

MS : TRACE DSQ

### HS

Syringe Size : 2.5 mL  
Injection Volume : 2.0 mL  
Oven : 80 (20 min)  
Syringe Needle Temp. : 120

### GC

Column : DB-624 30 m × 0.32 mm I.D. df=1.8 µm  
Oven : 35 (5 min)-10 /min-200 (5 min)  
Injector Temp. : 180  
Injector Mode : Split  
Split Flow : 20 mL/min(Split Ratio 10 : 1)  
Flow Rate : 2.0 mL/min  
Transfer Line Temp. : 200

### MS

Ionization Mode : EI positive  
Ion Source Temp. : 200  
Electron Energy : 70 eV  
Emission Current : 300 µA  
Detector Gain : 3.00 × 10<sup>5</sup> (Multiplier Voltage 1332 V)  
FullScan (m/z=50-150 ; Scans per second 2.0000, Scan rate 209.2 amu/s),  
SIM (m/z=58, 88, 96 ; Dwell Time 180 ms)

## 測定目標濃度と分析法

Compounds	1,4-Dioxane
水道水質基準値	0.05 mg/L
基準値の1/10	0.005 mg/L
分析上での濃縮	200
GC-MS測定目標濃度(ppb)	1000



Compounds	1,4-Dioxane
水道水質基準値	0.05 mg/L
基準値の1/10	0.005 mg/L
分析上での濃縮	-
GC-MS測定目標濃度(ppb)	5

試料 200 mL <公定法>

内部標準液 500 ng添加

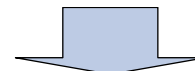
### 固相抽出

スチレンジニルベンゼン共重合体-活性炭  
10 mL/minで通水  
精製水 10 mL  
窒素ガス通気, 乾固

### 溶出

活性炭 アセトン2 mLでバックフラッシュ  
1 mLに定容

### GC-MS



試料 15 mL <ヘッドスペース法>

### ヘッドスペース

試料調製手順は下記の試料の調製参照

### GC-MS

## 試料の調製

### 試薬

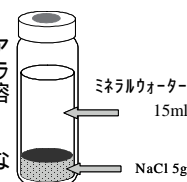
1,4-Dioxane(水質試験用; 1000 ppm)  
1,4-Dioxane-d8(水質試験用; 1000 ppm)  
塩化ナトリウム(水質試験用)  
ミネラルウォーター(市販のもの)

### 調製

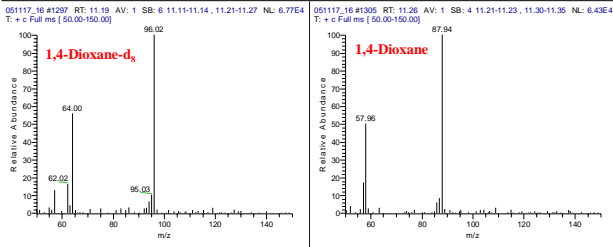
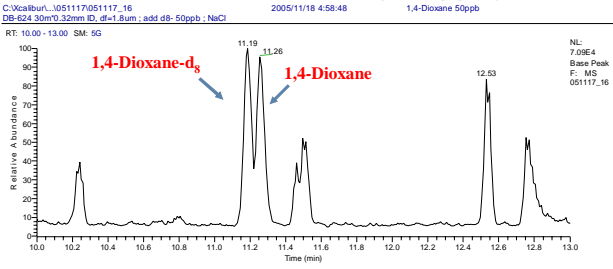
上記の標準溶液を順次メタノールを用いて、50及び5 ppm溶液を調製しました。

ヘッドスペースサンプラー用の20 mLバイアルに水質分析用の塩化ナトリウム5 g, ミネラルウォーター15 mLを加え、攪拌し、予め溶解させました。

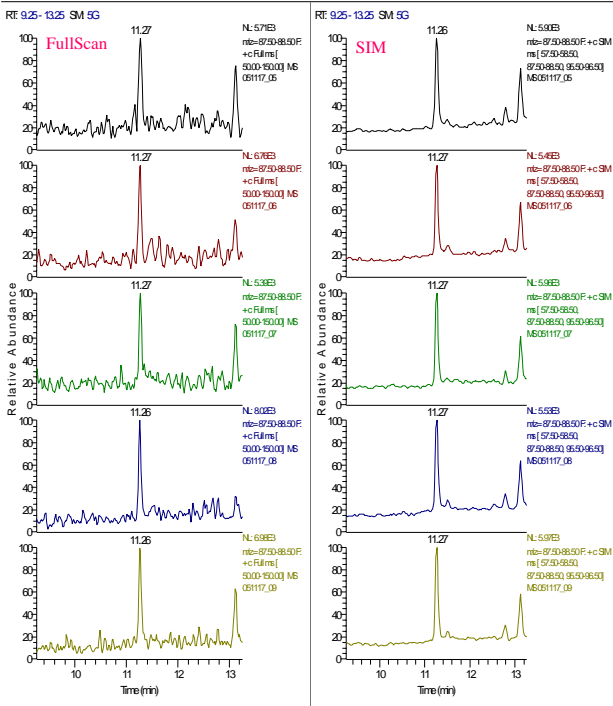
それぞれ2.5, 5, 10, 20, 50及び100 ppbとなるように1,4-Dioxane及び内部標準として1,4-Dioxane-d8を各試料に50 ppbとなるよう添加しました。



# TIC及びマススペクトル(50 ppb)



# 1,4-Dioxaneのマスクロマトグラム (5ppb ; m/z=88)



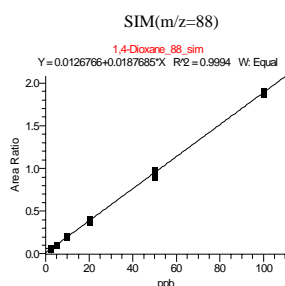
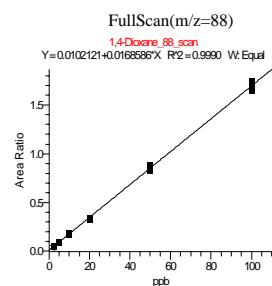
# 再現性(Calc. Amount)及び検量線グラフ

FullScan(5ppb)	n=1	n=2	n=3	n=4	n=5	Average	STDEV	CV(%)
m/z=58	-	-	-	-	-	-	-	-
m/z=88	5.004	5.125	5.210	5.002	5.107	5.09	0.09	1.73

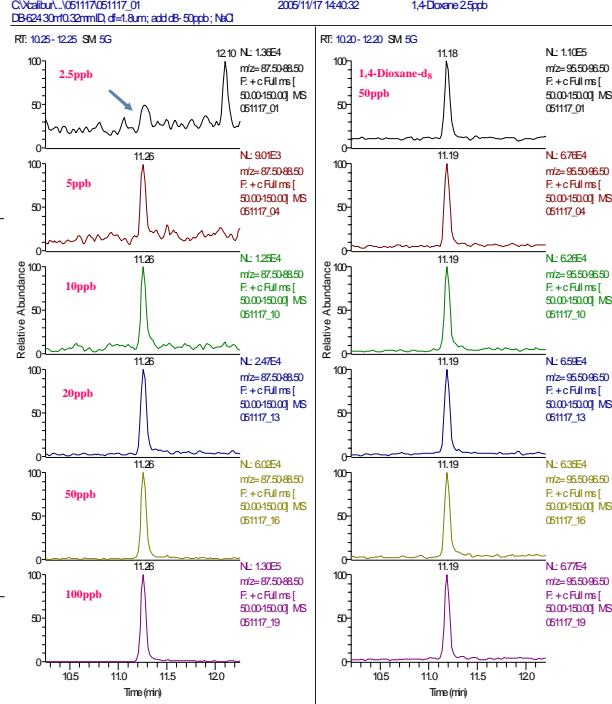
1,4-Dioxane-d8(I.S.) 50 ppb : CV=7.2 %

SIM(5ppb)	n=1	n=2	n=3	n=4	n=5	Average	STDEV	CV(%)
m/z=58	5.160	4.770	4.538	5.048	4.809	4.87	0.24	5.03
m/z=88	4.930	4.873	4.787	4.842	4.920	4.87	0.06	1.20

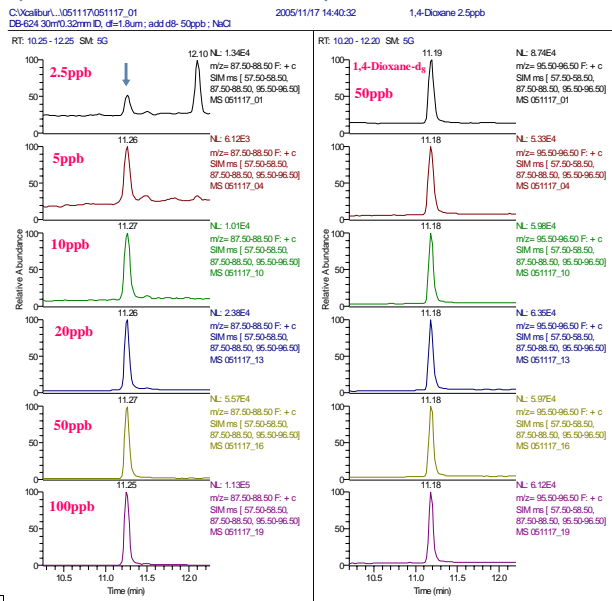
1,4-Dioxane-d8(I.S.) 50 ppb : CV=4.9 %



# 1,4-Dioxaneのマスクロマトグラム (m/z=88 ; FullScan Mode)



# 1,4-Dioxaneのマスクロマトグラム (m/z=88 ; SIM Mode)



# まとめ

今回、1,4-ジオキサン(基準値 0.05 mg/L)を固相抽出-GC/MSではなくヘッドスペース-ガスクロマトグラフ-質量分析計による分析を行いました。ThermoElectron社のヘッドスペース(Triplus)-四重極型GC/MS(TRACE DSQ)システムを用いることで、1,4-ジオキサンについてFullScan Mode及びSIM Modeともに水道水質基準値の1/10の値であるGC/MSの測定目標濃度5 g/L(ppb)以下まで十分に確認することができました。

また、標準溶液濃度2.5~100 ppbの範囲においていずれの測定モードで検量線の直線性は良好でした。再現性(標準溶液濃度5 ppb)につきましてもCV<5%と非常に良好でした。

この分析法についてFullScan Modeではm/z=88で2.5ppbまで、SIM Modeではm/z=58で5ppb、m/z=88で2.5ppbまで十分に確認することができました。

GCMS06002

サーモエレクトロン株式会社

C&MS 営業部

横浜本社

045-453-9197

大阪支店

06-6863-1551

E-mail

info-jp@thermo.com

www.thermoelectron.jp

(日本)

www.thermo.com

(グローバル)

©2005 Thermo Electron Corporation. All trademarks are the property of Thermo Electron Corporation and its subsidiaries.

Specification, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.

**Thermo**  
ELECTRON CORPORATION