

●水質試料中の 1,4-ジオキサン定量法

TN204

Determination of 1,4-Dioxane in Aqueous Sample

【概要】

1,4-ジオキサンは溶剤や安定剤の用途に使用されるほか、ポリオキシエチレン系非イオン界面活性剤及びその硫酸エステル製造工程において副生し、洗剤などの製品中に不純物として存在していると言われております。本物質は非常に水溶性が高いため水処理施設などでの除去が困難であり、また近年その発癌性が問題とされている化合物です。

平成 21 年に公共用水域・地下水の基準値と分析方法が制定され、平成 24 年に排水・地下浸透水の基準値と分析方法が制定されました。また平成 25 年 1 月 23 日に交付された、「廃棄物の処理及び清掃に関する法律施工規則等に一部を改正する省令」が、平成 25 年 6 月 1 日に施行されています。産業廃棄物であるばいじん、廃油、汚泥、廃酸及び廃アルカリのうち、特定の施設から排出され、かつ環境省令で定める基準を超えて、1,4-ジオキサンを含むものを特別管理産業廃棄物に追加することが規定されました。

加えて、本物質は PRTR 法（化学物質排出把握管理促進法）第 1 種指定化学物質にも指定されており、その移動量を把握することも重要です。

【分析方法】

試料 200 mL にサロゲート溶液を添加し、直列に接続したスチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラムと活性炭カラムに毎分 10 mL 流量にて通水します。スチレンジビニルベンゼン共重合体固相カラムを外し、活性炭固相カラムを通気して脱水、乾燥します。次いで、活性炭固相カラムに通水方向の逆方向からアセトンをゆっくり流し、目的成分を溶出させ、溶出液に窒素ガスを緩やかに吹き付けて正確に 1 mL まで濃縮し、これを試験溶液として GC-MS にて定量します。分析方法のフローチャートを Fig. 1 に示します。

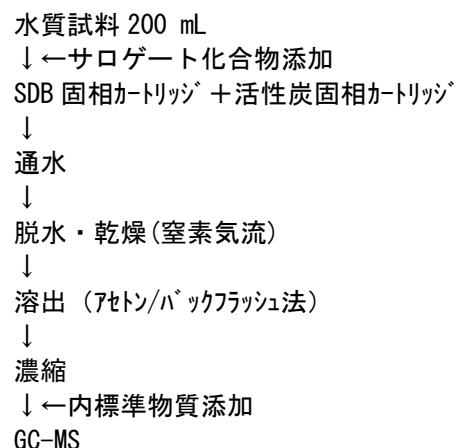


Fig. 1 分析フローチャート

【精度管理】

本法の精度管理データを Table 1 に示します。目標定量下限値は基準値の 1/10 に相当する 5 μ g/L とし、検量線最低濃度 (0.5 μ g/L 試料相当) の繰り返し測定から求めた IDL (Instrumental Detection Limit) は 0.026 μ g/L、精製水を用いた添加回収試験 (2.5 μ g/L 試料相当) の繰り返し再現性から求めた MDL (Method Detection Limit) は 0.18 μ g/L であり、目標とした定量下限を充分満足するデータが得られています。また、その際の変動係数は 4.1% でした。なお、試料の性状によっては上記の下限値を満足できない場合がありますので、あらかじめご了承ください。

Table 1 IDL 及び MDL 測定結果

測定対象物質	基準値 (mg/L)	目標定量下限値 (mg/L)	IDL (mg/L)	MDL (mg/L)	CV (%)
1,4-ジオキサン	0.05(排水) 0.005(地下水)	0.005	0.000 026	0.000 18	4.1

※IDL は 6 回繰り返し測定を行った結果より標準偏差を 3 倍して算出し、MDL は 6 回繰り返し添加回収試験を行った結果より標準偏差の 2.015 倍として算出しました。

[事 例]

本法の目標定量下限値付近濃度の測定クロマトグラム及び飲料水を用いた場合の測定クロマトグラムを Fig. 2 及び Fig. 3 に示します。定量下限値付近の濃度においても十分な SN 比が得られており、また実試料を用いた場合にも夾雑物質の影響を受けることなく測定することが可能でした。また、飲料水を用いた場合の添加回収試験結果は 89.7~90.7%と良好であり、排水処理施設の水質試料においても原水で 89.4%、放流水で 101%の良好な回収率が得られております。添加回収試験結果の一覧を Table 2 に示します。

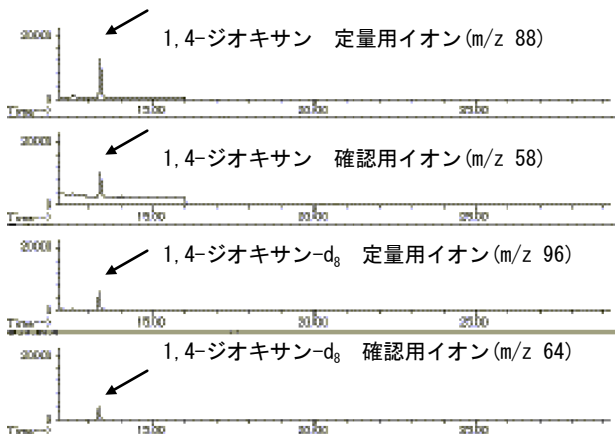


Fig. 2 標準溶液測定クロマトグラム

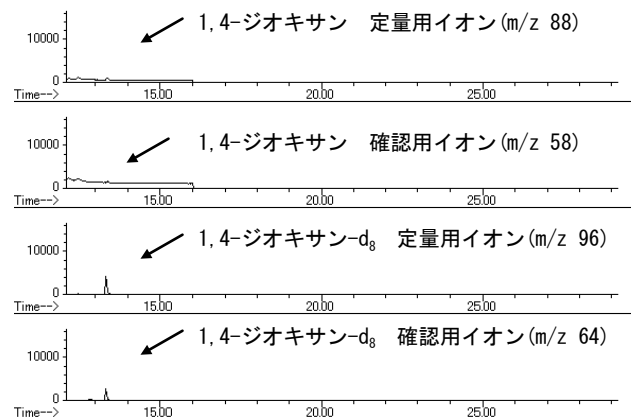


Fig. 3 実試料（飲料水）測定クロマトグラム

Table 2 添加回収試験結果

測定対象水質試料	回収率 (%)
飲料水	89.7~90.7
水処理プラント原水	89.4
水処理プラント放流水	101

事例は測定の一例であり、同様の回収率を保証するものではありませんので、あらかじめご了承ください。