

●水質試料中の 1,4-ジオキサン定量法

TN204

Determination of 1,4-Dioxane in Aqueous Samples

【概要】

1,4-ジオキサンは、該当する特別管理産業廃棄物における基準等が平成 25 年に定められ、廃棄物最終処分場からの放流水、地下水等における基準が改正されました。また、化管法（化学物質排出把握管理促進法）では第 1 種指定化学物質に指定されており、製品の含有量や取扱量によっては排出移動の際の届け出義務（PRTR 制度）や譲渡提供する際の情報提供の義務（SDS 制度）の対象となります。

公定法に採用されている分析法には①活性炭抽出・ガスクロマトグラフ質量分析法、②ページ・トラップーガスクロマトグラフ質量分析法、③ヘッドスペースーガスクロマトグラフ質量分析法の 3 種類があります。

当社では、前処理方法が簡便かつ、試料性状の影響を受けにくい③ヘッドスペースーガスクロマトグラフ質量分析法を主な分析法として採用しており、本稿ではその詳細を紹介いたします。

なお、ヘッドスペース法以外の分析法も対応可能ですが、試料性状によっては対応できない場合がございます。お問い合わせ時にご相談ください。

【背景】

1,4-ジオキサンは常温常圧において無色透明の液体の有機化合物です。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およ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されています。非常に水溶性が高いために水処理施設などでの除去が困難であり、発癌性の懸念があるとされている化合物です。

平成 21 年に公共用水域・地下水、平成 24 年には排水・地下浸透水の規制対象となりました。平成 25 年「廃棄物の処理及び清掃に関する法律施行規則等の一部を改正する省令」においては、ばいじん、廃油、汚泥、廃酸およ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は、特別管理産業廃棄物に追加されることとなりました。

ヘッドスペースーガスクロマトグラフ質量分析法（HS-GC/MS 法）

【分析方法】

HS-GC/MS 法とは、密閉容器の上部に空間が残る状態で試料を封入し、一定の温度・時間で加熱し、気液平衡状態とした気相の一部を GC/MS で測定することで、試料濃度を定量します。

清浄なバイアルに塩化ナトリウムを 3 g 加えて、試料 10 mL を静かに泡立てないように加えます。次いで、内標準物質を添加し、直ぐにキャップを締め、密閉します。バイアルを十分に振り混ぜ、塩化ナトリウムを完全に溶解させ、これを測定液とし、HS サンプラー付き GC/MS にて測定します。分析方法のフローチャートを Fig. 1 に示します。

【精度管理】

本法の精度管理データを Table 1 に示します。目標定量下限値は水質汚濁に係る環境基準値の 1/10 に相当する 0.005 mg/L としました。検量線最低濃度（0.005 mg/L 試料相当）の繰り返し測定から求めた MDL（分

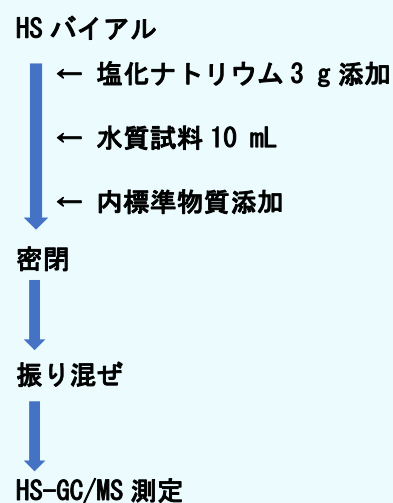


Fig. 1 分析フローチャート

析法の検出下限値)は0.000147 mg/Lであり、目標とした定量下限を十分満足するデータが得られています。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もありますので、あらかじめご了承ください。

Table 1 分析法の検出下限値測定結果

測定対象物質	基準値 (mg/L)	目標定量下限値 (mg/L)	MDL (mg/L)	CV (%)
1,4-ジオキサン	0.05	0.005	0.000147	1.0

※MDLは5回繰り返し測定を行った結果より標準偏差を3倍して算出しました。

[事 例]

本法の目標定量下限値付近の濃度(0.005 mg/L)の標準溶液および地下水のクロマトグラムをそれぞれ Fig. 2 左および Fig. 2 中央に示します。実試料においても夾雑物質の影響を受けることなく測定ができ、地下水と排水サンプルを用いた場合の添加回収試験結果は100.0~100.5%の良好な回収率が得られております (Table 2)。地下水サンプルの添加回収試験(0.005 mg/L)の結果得られたクロマトグラムを Fig. 2(右)に示します。

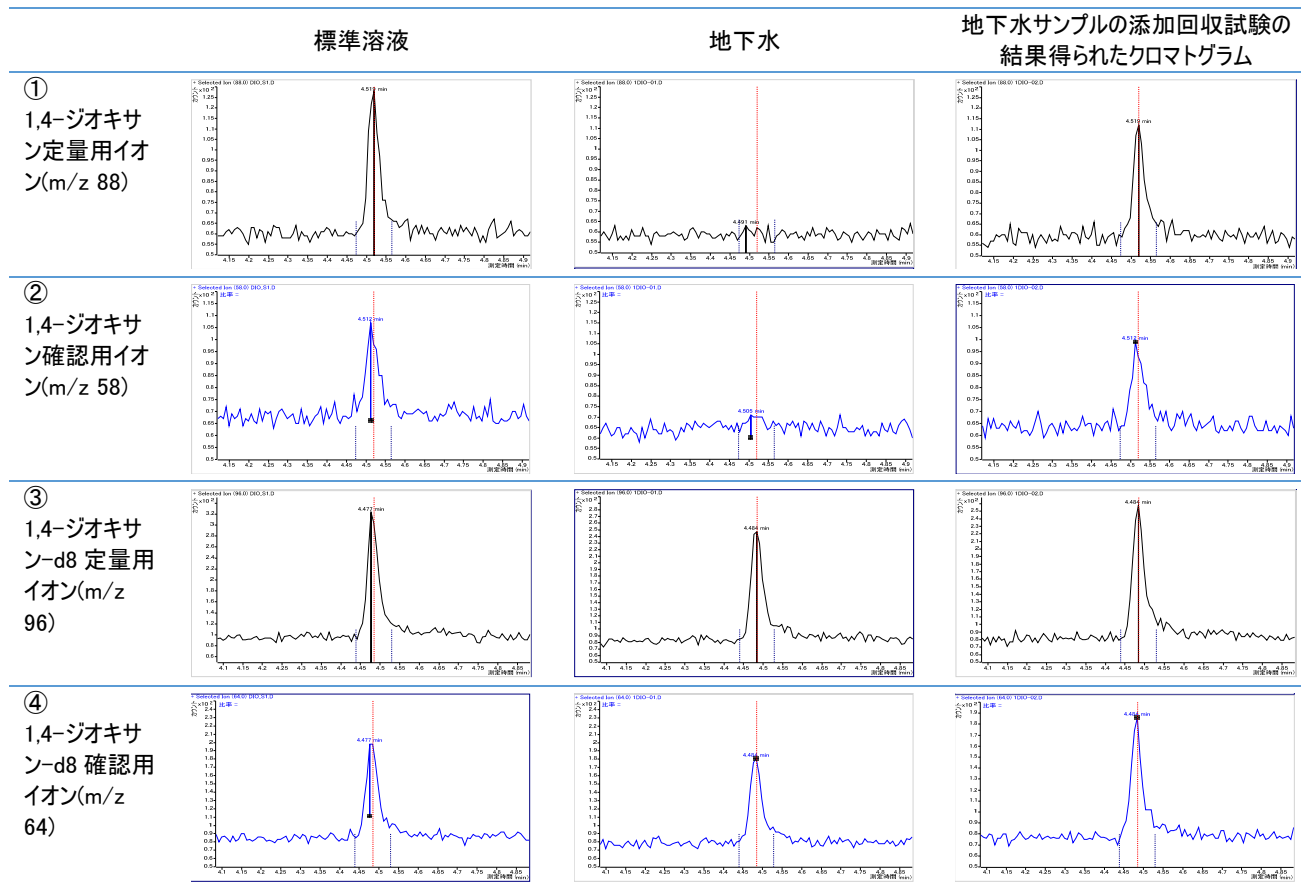


Fig. 2 標準溶液, 地下水サンプルおよび地下水サンプルの添加回収試験のマスクロマトグラム
Y軸: カウント X軸: 測定時間 ピーク(黒線): 定量用イオン ピーク(青線): 確認用イオン

Table 2 サンプルの添加回収試験結果

測定対象水質試料	回収率 (%)
地下水	100.5
排水	100.0

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。