(b)　検出器

選択イオン検出法又はこれと同等の性能を有する方法（注９）でクロマトグラフ測定が可能な四重極型、磁場型又はイオントラップ型のもの

(c)　キャリヤーガス

ヘリウム（純度99.9999vol%以上）であつて線速度を毎秒40cmとしたもの

(d)　カラム槽昇温プログラム

40℃で１分保ち、40～約150℃の範囲で毎分５℃の昇温を行うことができるもの

(e)　注入口

温度を200℃程度に保つことができるもの

(f)　注入部

スプリットレス法により２分後にパージオフできるもの

（注６）　疎水性物質による妨害が認められた場合は、活性炭カラムの上部に装着することにより妨害を取り除くことができる。この方法は、浮遊物質による目詰まり防止に有効である。

（注７）　サロゲート物質の回収率が50～120%で安定的に得られることを確認した上で、吸引通水式のものを用いてもよい。

（注８）　１，４－ジオキサンの測定には、高極性及び高膜厚のカラムが適している。

（注９）　感度が十分であれば、スキャンニング法が望ましい。

3　試料の採取及び運搬

２回分析ができるように試料500ml以上をガラス瓶に入れ、冷蔵状態で梱包して運搬する。

4　試験操作

(1)　前処理

試料水200ml（注10）にサロゲート溶液を50μl添加して十分混合後、活性炭カートリッジカラムを直列に２本接続（注11）したものに、毎分10ml以下で通過させる（注12）。次に、水10mlでカートリッジを洗浄後、窒素ガスを20分以上パージして脱水する（注13）。溶出は、通水と逆方向にアセトン５mlを毎分１mlで流して行う。得られた溶出液を窒素気流下で１mlに濃縮し、試料処理液とする（注14）。

(2)　試料液の調製

試料処理液に内標準液を10μl加えてガスクロマトグラフ質量分析用試料とする。

(3)　空試験液の調製

水200mlにサロゲート溶液を50μl加えて(1)及び(2)と同様に操作して得られる液を空試験液とする。

(4)　添加回収試験液の調製

水200mlに所定量の対象物質及びサロゲート溶液50μlを加えて十分混合後、60分放置して(1)及び(2)に従つて操作を行い、得られた試料液を添加回収試験液とする（注15）。

(5)　分析

(a)　表に掲げる質量数を用い、モニターする。

表　質量数

物　　質　　名	定量用質量数（確認用質量数）
１，４－ジオキサン	88(58)
１，４－ジオキサン－ｄ８	96(64)
４－ブロモフルオロベンゼン	174(95)

(b)　空試験液、ガスクロマトグラフ質量分析用試料及び添加回収試験液（注15）を注入して測定を行い、あらかじめ５により作成した検量線を用いて検出量を求め、次式により試料中の濃度を算出する（注16）。

濃度（μg／Ｌ）＝（検出量（μg）－空試験液の検出量（μg））／試料量（Ｌ）

なお、一定時間ごとに検量線の中間濃度の標準液を測定し、期待値の20%以内の変動であることを確認する。20%を超えている場合は、ガスクロマトグラフ質量分析計を再調整後、検量線を作成し直して測定を行う。

（注10）　装置検出限界が低い場合は、試料量を減らしてもよい。その場合、それに比例してサロゲート及び内標準の添加量を変えること。

（注11）　１本でサロゲート物質の回収率が50%を超える場合は、１本でもよい。

（注12）　通水速度が遅いほど、回収率は向上する。毎分５mlと10mlでは、５mlの回収率が10～20%良い。

（注13）　アスピレーターでの吸引や遠心分離等を組み合わせて水を除いてもよい。いずれの方法でも、水分除去が不十分な場合は、ピーク形状が不良になり定量精度に影響を及ぼし、脱水し過ぎた場合は、揮散ロスを生ずることがあるので、20分は目安の時間とする。

（注14）　装置の感度が十分得られる場合は、窒素吹き付けによる濃縮を行わずに、アセトンで５ml又は10mlに定容してもよい。

（注15）　実試料を分析する前に添加回収試験を行い、１，４－ジオキサンの回収率が70～120%であり、かつ、サロゲートの回収率が50～120%であることを確認する。

（注16）　選択イオン検出法では、対象物質（サロゲート物質）の定量イオン及び確認イオンのピークが、予想保持時間の±５秒以内に出現し、定量イオンと確認イオンのピーク強度比が予想値と±20%以内で一致した場合、物質が存在しているとみなす（最終試料液の濃縮等により、マススペクトルが測定できる場合は、マススペクトルによる確認が望ましい。）。

スキャンニング法では、対象物質（サロゲート物質）のピークが、予想保持時間の±５秒以内に出現し、マススペクトルが標準物質のスペクトルと一致した場合、物質が存在しているとみなす。

5　検量線の作成

検量線標準液として使用するために、１，４－ジオキサン標準液を０～200μlの範囲で段階的に採り、それらにサロゲート溶液を加え５μg／mlとなるようにし、アセトンで５mlに希釈する。また、サロゲート溶液を０～100μlの範囲で段階的に採り、それらに内標準液（４－ブロモフルオロベンゼン）を加え１μg／mlとなるようにし、アセトンで５mlに希釈する。なお、検量線用標準液は、使用時に調製すること。

調製した検量線用標準液を、それぞれ１～２μlずつガスクロマトグラフに注入し、対象物質及びサロゲート物質並びにサロゲート物質及び内標準物質（４－ブロモフルオロベンゼン）のピーク面積比により検量線を作成し、前者を対象物質の定量に、後者をサロゲートの回収率の算出に用いる。

第２　パージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法

1　試薬

(1)　水

日本工業規格Ｋ0557に規定するＡ３又はＡ４のもの（Ａ４の水の方が望ましい）（注17）

(2)　メタノール

日本工業規格Ｋ8891に定めるもの（注18）

(3)　１，４－ジオキサン

日本工業規格Ｋ8461に定めるもの

(4)　１，４－ジオキサン標準原液（１ｇ／Ｌ）

１，４－ジオキサン標準物質100mgを全量フラスコ100mlに採り、メタノールを標線まで加えたもの（注19）（注20）