（注30）　用いるガスクロマトグラフ質量分析計やカラムにより最適な条件を設定する。例えば、内標準物質又は揮発性有機化合物を用いて、4に準じて操作をし、0.1μg／Lが定量できる感度に調節しておく。内標準物質として、1，4－ジオキサン－d8を用いる場合は、5μg／Lが定量できる感度に調節しておく。

（注31）　用いるカラムとしては、この他に内径0.53㎜以上（例えば、内径が0.53～0.75㎜、長さ30～120m）のものも使用できる。

3　試料の採取及び保存

試料容器を採取試料で数回共洗いしてから、試料を泡立てないように静かに採取容器に移し入れ、気泡が残らないように満たして密栓する。試料を運搬する場合には、汚染のない運搬用容器を用いて遮光及び冷蔵する。試験は試料採取後直ちに行う。直ちに行えない場合には、4℃以下の暗所で凍結させないで保存し、できるだけ早く試験する（注32）。

（注32）　試料の採取及び保存において、揮発性有機化合物は、揮散、揮発等によって濃度が変化するので注意が必要である。揮発性有機化合物の安定性は物質によって異なるが、試料中の揮発性有機化合物の濃度が低い場合は、試料を暗所で保存する場合でも、物質によっては揮発性有機化合物の濃度が急激に低下するものもある。

4　試験操作

⑴　測定用試料の調製

試料の適量（0.5～25mlの一定量、例えば5ml）を泡立てないようにパージ容器に全量ピペット等で静かに注入し、内標準液（1，4－ジオキサン－d8）を加えて20μg／Lとなるようにし、測定用試料とする（注33）。

⑵　空試験液の調製

試料と同量の水を用いて⑴と同様に操作して得られる液を、空試験液とする（注33）（注34）。

⑶　添加回収試験液の調製

パージ容器中の試料に1，4－ジオキサン標準液を加えて5～50μg／Lとし、更に内標準液（1，4－ジオキサン－d8）を加えて20μg／Lとなるようにして得られる液を添加回収試験液とする（注33）（注35）。

⑷　分析

(a)　パージ容器をパージ容器恒温装置に入れ、試料の温度を一定（例えば、40℃以下）にする。トラップ管の温度が室温程度であることを確認して、パージガスを一定量通気して対象物質を気相中に移動させてトラップ管に捕集する。

(b)　トラップ管を加熱し対象物質を脱着させ、冷却凝縮装置に吸着（注36）させる。次に、冷却凝縮装置を加熱（注36）し、対象物質をガスクロマトグラフ質量分析計に導入する。

(c)　ガスクロマトグラフ質量分析では、あらかじめ設定した特有の質量数について選択イオン検出法又はこれと同等の方法によつて測定を行い、そのクロマトグラムを記録する。特有の質量数の例として、1，4－ジオキサンでは88、58、内標準（1，4－ジオキサン－d8）では96、64がある（注37）。

(d)　保持時間並びに定量用質量数及び確認用質量数のイオン強度比を確認し、該当するピーク面積を測定する。

(e)　1，4－ジオキサン及び内標準（1，4－ジオキサン－d8）のピーク面積比並びに内標準（1，4－ジオキサン－d8）の添加量から、あらかじめ5により作成した検量線を用いて、1，4－ジオキサンの量を求め、次式によつて試料中の1，4－ジオキサン濃度を計算する（注38）。

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

（注33）　装置によつては、パージ容器の代わりにバイアルを用いる。測定用試料をバイアル中で調製した場合は、バイアルをパージ・トラップ装置にセットし、パージ・トラップ装置の取扱説明書等に従つて操作し、測定用試料の一部又は全量をパージ容器に移し入れる。

（注34）　空試験値については、可能な限り低減化を図る。

（注35）　試料中の対象物質濃度や試験操作条件に応じて適切な濃度範囲を決める。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%であることを確認する。

（注36）　冷却凝縮装置を使用しない場合は、この操作は省略できる。

（注37）　特有の質量数は、イオン強度が大きく、実試料で妨害のないものを設定する。ここで示した例を参考に、最適な質量数を2つ選定し、強度の大きいものを定量用、他方を確認用とする。

（注38）　1，4－ジオキサンは、その保持時間が加えた内標準（1，4－ジオキサン－d8）の保持時間と一致し、検量線作成時の保持時間に対して±5秒以内に出現し、かつ、定量イオンと確認イオンの強度比が検量線作成時の強度比の±20%以内であれば、測定試料中に存在しているとみなす。

5　検量線の作成

1，4－ジオキサン標準原液をメタノールで希釈し、0.25～250μg／mlの1，4－ジオキサン標準液を調製する。

4の⑴に従って、試料と同量の水に1，4－ジオキサン標準液を加えて5～50μg／Lとし、更に内標準液（1，4－ジオキサン－d8）を加えて20μg／Lとなるようにする（注35）。

これについて、試料と同様にパージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析計による測定を行い、1，4－ジオキサン及び内標準（1，4－ジオキサン－d8）の含有量比及びピーク面積比による検量線を作成する。

第3　ヘッドスペース－ガスクロマトグラフ質量分析法

1　試薬

⑴　第2の1の⑴に掲げる水

⑵　塩化ナトリウム

日本工業規格K8150に定めるもの

⑶　第2の1の⑵に掲げるメタノール

⑷　第2の1の⑶に掲げる1，4－ジオキサン

⑸　第2の1の⑷に掲げる1，4－ジオキサン標準原液（1g／L）

⑹　第2の1の⑸に掲げる1，4－ジオキサン標準液（100mg／L）

⑺　第2の1の⑹に掲げる内標準原液（1g／L）

⑻　第2の1の⑺に掲げる内標準液（10mg／L）

2　器具及び装置

⑴　第2の2の⑴に掲げる試料容器

⑵　ヘッドスペース装置（注39）

(a)　バイアル

試料10～100mlを入れたとき、15～60%の空間が残る、同形で同じ容量のガラス製容器であつて、バイアル用ゴム栓で密栓でき、加熱しても気密性が保てるもの（あらかじめ日本工業規格K0557に規定するA2又はA3の水で洗浄した後、105±2℃で約3時間加熱し、デシケーター中で放冷する。）

(b)　バイアル用ゴム栓

バイアルを密栓できるもの（注40）

(c)　四ふつ化エテン樹脂フィルム

厚さ50μm程度（注41）の四ふつ化エテン樹脂フィルム又は同等の性能をもつもので、バイアルとバイアル用ゴム栓の間に挿入した場合に試料とバイアル用ゴム栓が接触しない大きさのもの

(d)　アルミニウムキャップ

バイアルとバイアル用ゴム栓を固定できるもの

(e)　アルミニウムキャップ締め器

アルミニウムキャップをバイアルに締めて固定できるもの