(f)　恒温槽

25～70℃の範囲で、設定温度に対して±0.5℃に調整でき、30～120分間保持できるもの

(g)　ガスタイトシリンジ

容量20～5000μlの適当な容量のもので、気密性の高いもの（注42）

(3)　ガスクロマトグラフ質量分析計（注43）

(a)　ガスクロマトグラフ

(ｱ)　第２の２の(3)の(a)の(ｱ)に掲げるキャピラリーカラム

(ｲ)　第２の２の(3)の(a)の(ｲ)に掲げるキャリアーガス

(ｳ)　カラム槽昇温プログラムは第２の２の(3)の(a)の(ｳ)による。

(ｴ)　インターフェース部は第２の２の(3)の(a)の(ｴ)による。

(ｵ)　試料導入方法

スプリット方式、スプリットレス方式又は全量導入方式による（注44）。

(ｶ)　試料導入部

温度を150～250℃に保つことができるもの

(b)　第２の２の(3)の(b)に掲げる質量分析計

（注39）　あらかじめ装置の取扱説明書等に従って洗浄し、試験操作に支障がないことを確認する。

（注40）　シリコーン製のもので、凹凸のない平面のものが使用しやすい。

（注41）　厚さが50μm程度でない場合、長時間では揮散することがある。

（注42）　ヘッドスペースからの試料の採取及びキャピラリーカラムへの導入は、自動注入法としてシリンジ方式、ループ方式及び圧力バランス方式がある。また、トラップ機能を有する装置の場合、トラップ管による導入も可能である。その場合、ヘッドスペース装置の最適条件は、吸着剤の種類、使用量等によって異なるので、十分な回収が得られる条件をあらかじめ求めておき、トラップ管の破過容量を超えないように注意する。

（注43）　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、0.2μg／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44）　導入試料量が多い場合には、スプリット方式がよい。

3　試料の採取及び保存は、第２の３に定める方法よる。

4　試験操作

(1)　測定用試料の調製

(a)　バイアルに試料10mlにつき塩化ナトリウム３gを加える（注45）。

(b)　試料の適量（10～100mlの一定量、例えば10ml）(注46）を泡立てないようにバイアル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。

(c)　直ちに四ふつ化エテン樹脂フィルムを載せ、バイアル用ゴム栓をし、その上からアルミニウムキャップを載せ、アルミニウムキャップ締め器でバイアルとバイアル用ゴム栓を固定する。

(d)　バイアルを塩化ナトリウムが溶けるまで振り混ぜた後、25～70℃の範囲で設定した恒温槽で、30～120分間静置する。

(2)　空試験液の調製

試料と同量の水を用いて(1)と同様に操作して得られる液を、空試験液とする(注47)。

(3)　添加回収試験液の調製

バイアル中の試料に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46)(注48)。

(4)　分析

(a)　バイアル用ゴム栓を通して、ガスタイトシリンジ（注49）を用いて気相の一定量を採り、直ちに２の(3)の(a)の(ｵ)の試料導入方法によつてガスクロマトグラフ質量分析計に注入する。

(b)　質量数による測定は、第２の４の(4)の(c)に掲げる方法による。

(c)　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。

(d)　試料中の１，４－ジオキサン濃度の計算は、第２の４の(4)の(e)に掲げる方法による。

（注45）　塩化ナトリウムの添加は、試料の塩類濃度の違いによる測定値の変動を防ぐとともに、塩析効果による感度増加を考慮したものである。なお、試料採取量を変えた場合は、採取量に応じて塩化ナトリウムの添加量を増減させるとよい。

（注46）　バイアル中の気相の割合が15～60%になるように試料又は水を採取する。

（注47）　空試験値については、可能な限り低減化を図る。

（注48）　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49）　検量線作成に用いたものと同じものを用いる。ただし、恒温槽の温度が30℃以上の場合、バイアルの気相の試料採取時には、ガスタイトシリンジを同じ温度以上に保温する。

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、１～500μg／mlの１，４－ジオキサン標準液を調製する。

４の(1)に従つて、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。

これについて、試料と同様にヘッドスペース－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。

備考

1　第２の方法は、日本工業規格Ｋ0125の「5.1　パージ・トラップ－ガスクロマトグラフ質量分析法」に規定された方法に基づいており、ジクロロメタンやベンゼン等の１，４－ジオキサン以外の揮発性有機化合物の標準物質及び必要な内標準物質（フルオロベンゼン、４－ブロモフルオロベンゼン等）を追加し、同時分析が可能である（ただし、揮発性の高い塩化ビニルは除く。）。また、１，４－ジオキサンについて、装置の感度が十分得られない場合に、パージ時間を長くすることにより対応することがあるが、これにより、他の揮発性有機化合物がトラップ管から破過したり、トラップ管充てん剤が水分の影響を受けたりするおそれがあるので注意する。

2　第３の方法は、日本工業規格Ｋ0125の「5.2　ヘッドスペース－ガスクロマトグラフ質量分析法」に規定された方法に基づいており、ジクロロメタンやベンゼン等の１，４－ジオキサン以外の揮発性有機化合物の標準物質及び必要な内標準物質（フルオロベンゼン、４－ブロモフルオロベンゼン等）を追加し、同時分析が可能である（ただし、揮発性が高い塩化ビニルは除く。）。

3　これらの測定法の定量下限は、いずれも５μg／Ｌである。

4　ここで示す商品は、これらの測定法使用者の便宜のために、一般に入手できるものとして例示したが、これらを推奨するものではない。これと同等以上の品質、性能のものを用いてもよい。

5　この測定方法における用語の定義その他この測定方法に定めのない事項については、日本工業規格に定めるところによる。