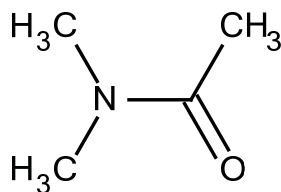


N,N*-ジメチルアセトアミド**N,N*-Dimethylacetamide**

別名：アセチルジメチルアミン

Acetyl dimethylamine

【対象物質の構造】

CAS 番号：127-19-5

分子式：C₄H₉NO**【物理化学的性状】**

項目	値	測定条件	備考	出典
分子量	87.12 ~ 87.14	—	—	—
モライトビツク質量	87.068413	—	—	—
沸点	163 - 165°C	—	—	1)
融点	- 18.59°C	—	—	2)
水溶解度	1000000 mg/L	25°C	実測値	3)
蒸気圧	3.3 hPa	20°C	—	4)
log P _{ow}	- 0.77	—	—	2)
比重又は密度	0.9429	20/4°C	—	1)
蒸気密度	3.01	—	—	4)
ヘンリー定数	1.31E - 08 atm-m ³ /mol	25°C	—	5)
引火点	70°C	open cup	—	5)
発火点	490°C	—	—	5)

【毒性、用途等】

分解性 ⁶⁾	良分解性
環境影響 ⁷⁾	急性毒性
	経気道：TC _{Lo} ：20 mg/m ³ （ヒト）
	経口：LD ₅₀ ：4620 mg/kg（マウス）
	腹腔内注射：LD ₅₀ ：3920 mg/kg（マウス）
	経口：LD ₅₀ ：4800 mg/kg（ラット）
用途 ⁸⁾	反応溶媒、精製溶剤、樹脂溶剤

出典：

- 1) Budavari, S.,(ed), The Merck Index Ver.12:2
- 2) Lide, D.R.,(ed), CRC Handbook of Chemistry and Physics 84th Edition
- 3) Philip H. Howard, William M. Meylan, Handbook of Physical Properties of Organic Chemicals
- 4) 国際化学物質安全性カード ICSC 番号 0259
- 5) Hazardous Substances Data Bank, National Library of Medicine
- 6) Webkis-plus（化学物質データベース）
http://db-out.nies.go.jp/kis-plus/Ed_top2.php?cas_id=127-19-5&cas=127-19-5
- 7) 神奈川県化学物質安全情報提供システム (kis-net)
<http://www.k-erc.pref.kanagawa.jp/kisnet/hyouji.asp>
- 8) 独立行政法人製品評価技術基盤機構：化学物質総合情報提供システム (CHRIP)
http://www.safe.nite.go.jp/japan/sougou/view/ComprehensiveInfoDisplay_jp.faces

§ 1 分析法

(1) 分析法の概要

水質試料にサロゲート内標準物質を添加し、固相抽出カラムに通水後、酢酸エチルで溶出する。シリンジスパイク内標準を添加して GC/MS-SIM で分析する。

(2) 試薬・器具

【試薬】（注 1）

N,N-ジメチルアセトアミド：関東化学製、純度 99.0%

<i>N,N</i> -ジメチルアセトアミド- <i>d</i> ₉	： CDN isotopes 製、純度 99.4%
4-ブロモフルオロベンゼン	： 関東化学製、水質試験用 (1 mg/mL メタノール溶液)
酢酸エチル	： 関東化学製 残留農薬・PCB 試験用 (5000 倍濃縮)
メタノール	： 関東化学製 残留農薬・PCB 試験用 (5000 倍濃縮)
精製水	： JISK0557 (1998)に規定される種別 A4 と 同等以上の質の水
固相カートリッジ	： Waters 製、Sep-Pak [®] AC-2

【標準液の調製】

〔標準原液〕

N,N-ジメチルアセトアミドを 1000 mg 精秤し、メタノールで正確に 10 mL とし、100 g/L の標準原液を調製する。

〔サロゲート内標準液〕

N,N-ジメチルアセトアミド-*d*₉を 100 mg 精秤し、メタノールで正確に 100 mL とし、1000 mg/L のサロゲート内標準原液を調製する。このサロゲート内標準原液をメタノールで希釈して、10.0 mg/L のサロゲート内標準液を調製する。

〔シリンジスパイク内標準液〕

市販の 4-ブロモフルオロベンゼンの標準品 (1 mg/mL、メタノール溶液) を 1 mL 量りとり、酢酸エチルで 100 mL として 10.0 mg/L のシリンジスパイク内標準液を調製する。

〔検量線用標準液〕

標準原液を順次メタノールで希釈し、10.0 mg/L、1.0 mg/L、0.10 mg/L の標準液を調製する。各標準液を標準列が 2 µg/L (0.10 mg/L を 1.0 mL 分取し、50 mL に定容) ~ 1500 µg/L (10.0 mg/L を 1.5 mL 分取し、10 mL に定容) となるように調製する。これを 2 mL 分取し、サロゲート内標準液 10 µL およびシリンジスパイク内標準液 10 µL を添加し、検量線用標準液とする。

【器具】

コンセントレーター	： Waters 製
バキュームマニホールド	： ジーエルサイエンス製

遠心分離機	: 日立製
メスフラスコ	: 10 mL、20 mL、50 mL、100 mL
マイクロシリンジ	: 25 μ L
メスシリンダー	: 100 mL
ホールピペット	: 1 mL、1.5 mL
注射筒 (10 mL)	: PP 製
共栓目盛付遠沈管 (10 mL)	: ガラス製
コニカルビーカー	: 200 mL
バックフラッシュアダプター	: ジーエルサイエンス製
バイアル	: Agilent 製 1.5 mL バイアル
パスツールピペット	

(3) 分析法

【試料の採取及び保存】

環境省「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に従う。試料採取後、できるだけ速やかに分析を行う。

【試料の前処理及び試験液の調製】

水質試料 100 mL にサロゲート内標準液 (10.0 mg/L、メタノール溶液) を 10 μ L 添加し、十分に混和する。あらかじめ酢酸エチル 10 mL、メタノール 10 mL 及び精製水 10 mL の順でコンディショニングした固相カートリッジ (Sep-Pak[®] AC-2 (注 2)) に試料を 20 mL/min で通水する。試料通水後、固相カートリッジは精製水 10 mL で洗浄し、遠心分離 (4000 rpm、10 min) および吸引 (20 min) により脱水する。固相カートリッジにバックフラッシュアダプターを装着し、試料を通水した方向とは逆方向から、酢酸エチル 2 mL で溶出させる。シリンジスパイク内標準液として 4-ブロモフルオロベンゼン (10.0 mg/L、酢酸エチル溶液) を 10 μ L 添加し、酢酸エチルで 2 mL に定容し、試験液とする。

【空試験液の調製】

試料と同じ量の精製水を用い、【試料の前処理及び試験液の調製】に従って操作し、得られた試験液を空試験液とする (注 3)。

【測定】

〔GC/MS 測定条件〕

使用機種 : GC : ThermoFisher Scientific 製 Trace GC ultra

	MS : ThermoFisher Scientific 製 DSQ II
使用カラム	: ThermoFisher Scientific 製 TG-WAX (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm)
カラム温度	: 50°C (5 min) → 3°C /min → 80°C → 5°C /min → 100°C → 25°C /min → 200°C (3 min)
試料導入方法	: スプリットレス (パージ開始時間 : 1.0 min) 高圧注入法 (160 kPa, 1.0 min)
注入口温度	: 150°C
キャリアーガス	: He 1.0 mL/min
試料注入量	: 1 μL
インターフェース温度	: 200°C
イオン化法	: EI
イオン源温度	: 200°C
イオン化エネルギー	: 70 eV
イオン化電流	: 25 μA
検出モード	: SIM
モニターイオン	: <i>N,N</i> -ジメチルアセトアミド (注 4) 定量用 <i>m/z</i> 86.9 確認用 <i>m/z</i> 44.0 : <i>N,N</i> -ジメチルアセトアミド- <i>d</i> ₉ (注 4) 定量用 <i>m/z</i> 96.0 確認用 <i>m/z</i> 50.0 : 4-ブロモフルオロベンゼン 定量用 <i>m/z</i> 173.8 確認用 <i>m/z</i> 94.9

〔検量線〕

検量線用標準液 1 μL を GC/MS に注入し、対象物質とサロゲート物質の濃度比、及び得られたピーク面積比から検量線を作成する。

〔定量〕

試験液 1 μL を GC/MS に注入し、対象物質とサロゲート内標準物質のピーク面積比から検量線により検出量を求める。また、4-ブロモフルオロベンゼンはサロゲート内標準物質の回収率の計算に使用する。

〔濃度の算出〕

試料水中濃度 *C* (ng/L) は次式により算出する。

$$C = R \cdot Q / V$$

R ：検量線から求めたサロゲート物質濃度に対する対象物質濃度の比

Q ：試料中に添加したサロゲート物質の量 (ng)

V ：試料水量 (L)

本分析法に従った場合、以下の数値を使用する。

$Q = 100$ (ng)

(= 添加サロゲート物質の濃度 (10.0 µg/mL) × 添加サロゲート物質の容量 (10 µL))

$V = 0.100$ (L)

即ち、

$C = R \times 1000$ (ng/L)

である。

〔サロゲート回収率の算出〕

「検量線用標準液の N,N -ジメチルアセトアミド- d_9 のピーク面積 / 4-ブロモフルオロベンゼンのピーク面積」の比を 100 とし、「試験液の N,N -ジメチルアセトアミド- d_9 のピーク面積 / 4-ブロモフルオロベンゼンのピーク面積」の比からサロゲート回収率を算出する。

〔装置検出下限値 (IDL)〕

本分析に用いた GC/MS の IDL を表 1 に示す (注 5)。

表 1 IDL の算出結果

物質名	IDL (µg/L)	試料量 (L)	最終液量 (mL)	IDL 試料換算値 (µg/L)
N,N -ジメチルアセトアミド	0.63	0.10	2.0	0.013

〔測定方法の検出下限値 (MDL)及び定量下限値 (MQL)〕

本測定方法における MDL 及び MQL を表 2 に示す (注 6)。

表 2 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	試料量 (L)	最終液量 (mL)	MDL (µg/L)	MQL (µg/L)
N,N -ジメチルアセトアミド	0.10	2.0	0.012	0.031

注解

- (注 1) ここで示す製品は実際に使用した商品を掲げたが、これらを推奨するわけではなく、これらと同等以上の品質、性能のものを用いても問題ない。
- (注 2) マトリックスが多い試料の場合には、活性炭カートリッジの前に C₁₈ カートリッジを連結して使用する。C₁₈ カートリッジを使用する場合のコンディショニングは、酢酸エチル 20 mL、メタノール 20 mL 及び精製水 20 mL の順で行う。
- (注 3) 空試験値が十分低いことを確認すること。高い場合には、使用溶媒を開封直後のものにする、使用器具を酢酸エチルで洗浄する、固相のロットを換えるなどして低減化を行うこと。
- (注 4) 定性イオンとして、*N,N*-ジメチルアセトアミドは m/z 44.0 を選定したが、CO₂ 由来のバックグラウンドの影響を受けるため、 m/z 71.9 のピークが十分に確認できる場合には、 m/z 71.9 を使用するのが望ましい。その場合には、*N,N*-ジメチルアセトアミド-*d*₉ の定性イオンについても m/z 78.0 を使用するのが望ましい（図 6-1 及び 6-2 参照）。

2015(H27)調査において、複数機関から、固相カートリッジの脱水について分析法記載(遠心分離 (4000rpm,10分)+吸引脱水(20分))の内容では不足している可能性が指摘された。吸引時間の延長、窒素通気に変更、無水硫酸ナトリウムでの脱水を追加した機関(吸引時間+無水硫酸ナトリウムの併用が1機関)もあったが、そのまま分析したところ回収率に問題は見られなかったとの報告もあった。(2016(H28)精査等検討会コメント)

(注 5) IDL は、「化学物質環境実態調査の手引き」(平成 21 年 3 月)に従って算出した。結果を以下に示す。

表 3 IDL の算出結果

対象物質名	<i>N,N</i> -ジメチルアセトアミド
試料量 (L)	0.100
最終液量 (mL)	2.0
注入液濃度 (μg/L)	2.00
装置注入量 (μL)	1.00
結果 1 (μg/L)	2.12
結果 2 (μg/L)	2.03
結果 3 (μg/L)	1.73
結果 4 (μg/L)	2.14
結果 5 (μg/L)	1.88
結果 6 (μg/L)	1.77
結果 7 (μg/L)	1.96
平均値 (μg/L)	1.949
標準偏差 (μg/L)	0.162
IDL (μg/L)*	0.63
IDL 試料換算値 (μg/L)	0.013
S/N 比	8.7
CV (%)	8.3

* : $IDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

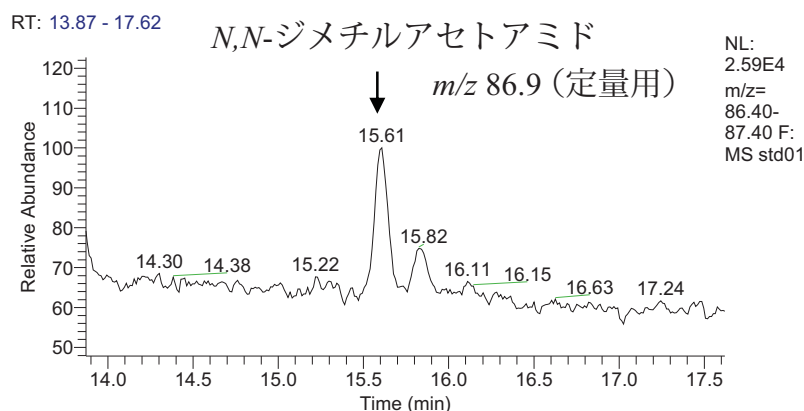


図 1-1 IDL 測定時 (*N,N*-ジメチルアセトアミド (2.00 μg/L))
のクロマトグラム

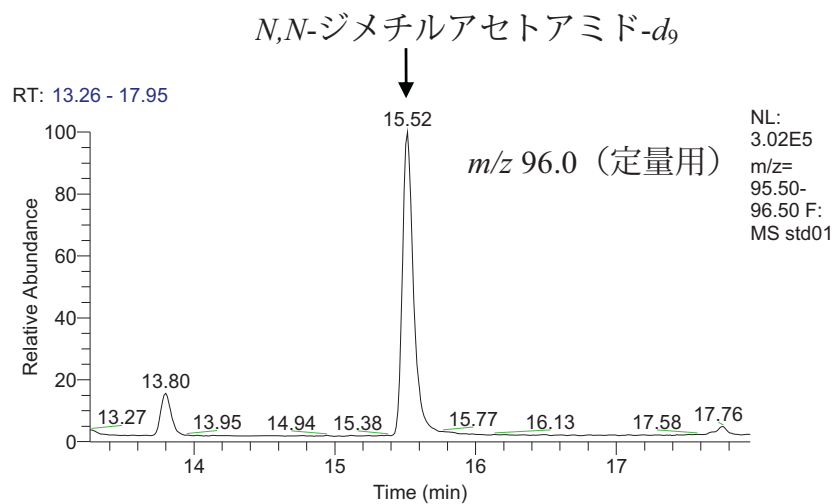


図 1-2 IDL 測定時 (*N,N*-ジメチルアセトアミド-*d*₉ (50.0 µg/L)) のクロマトグラム

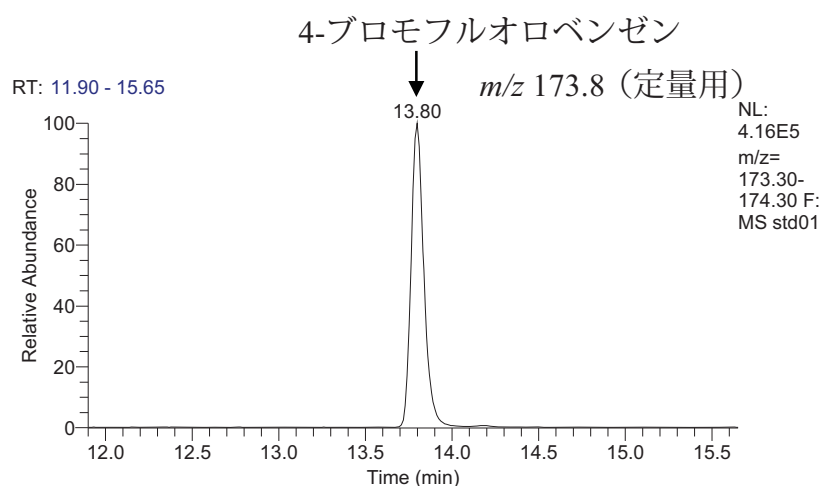


図 1-3 IDL 測定時 (4-ブロモフルオロベンゼン (50.0 µg/L)) のクロマトグラム

(注 6) MDL 及び MQL は「化学物質環境実態調査実施の手引き（平成 21 年 3 月）に従って表 4 のとおり算出した。測定時のクロマトグラムを図 2 に示す。

表 4 MDL 及び MQL の算出結果

対象物質名	N,N-ジメチルアセトアミド	サロゲート回収率(%)
試料	水質（河川水）	—
試料量(L)	0.100	—
標準添加量(ng)	5.00	—
試料換算濃度(μg/L)	0.050	—
最終液量 (mL)	2.0	—
注入液濃度(μg/L)	2.50	—
装置注入量(μL)	1.00	—
操作ブランク平均 (μg/L) ^{*1}	< 0.012 (0.0056) ^{*3}	110
無添加試料平均 (μg/L) ^{*2}	< 0.012 (0.0085) ^{*3}	110
結果 1 (μg/L)	0.0532	103
結果 2 (μg/L)	0.0505	107
結果 3 (μg/L)	0.0548	111
結果 4 (μg/L)	0.0467	109
結果 5 (μg/L)	0.0510	107
結果 6 (μg/L)	0.0482	109
結果 7 (μg/L)	0.0472	106
平均値 (μg/L)	0.05025	107
標準偏差 (μg/L)	0.00306	
MDL (μg/L) ^{*4}	0.012	
MQL (μg/L) ^{*5}	0.031	
S/N 比	15	
CV (%)	6.1	

*1：試料マトリクスのみがない状態で他は同様の操作を行い、測定した値の平均値 (n = 2)

*2：MQL 算出用試料に標準を添加していない状態で含まれる濃度の平均値 (n = 2)

*3：()内は実測値

*4：MDL = $t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

*5：MQL = $\sigma_{n-1} \times 10$

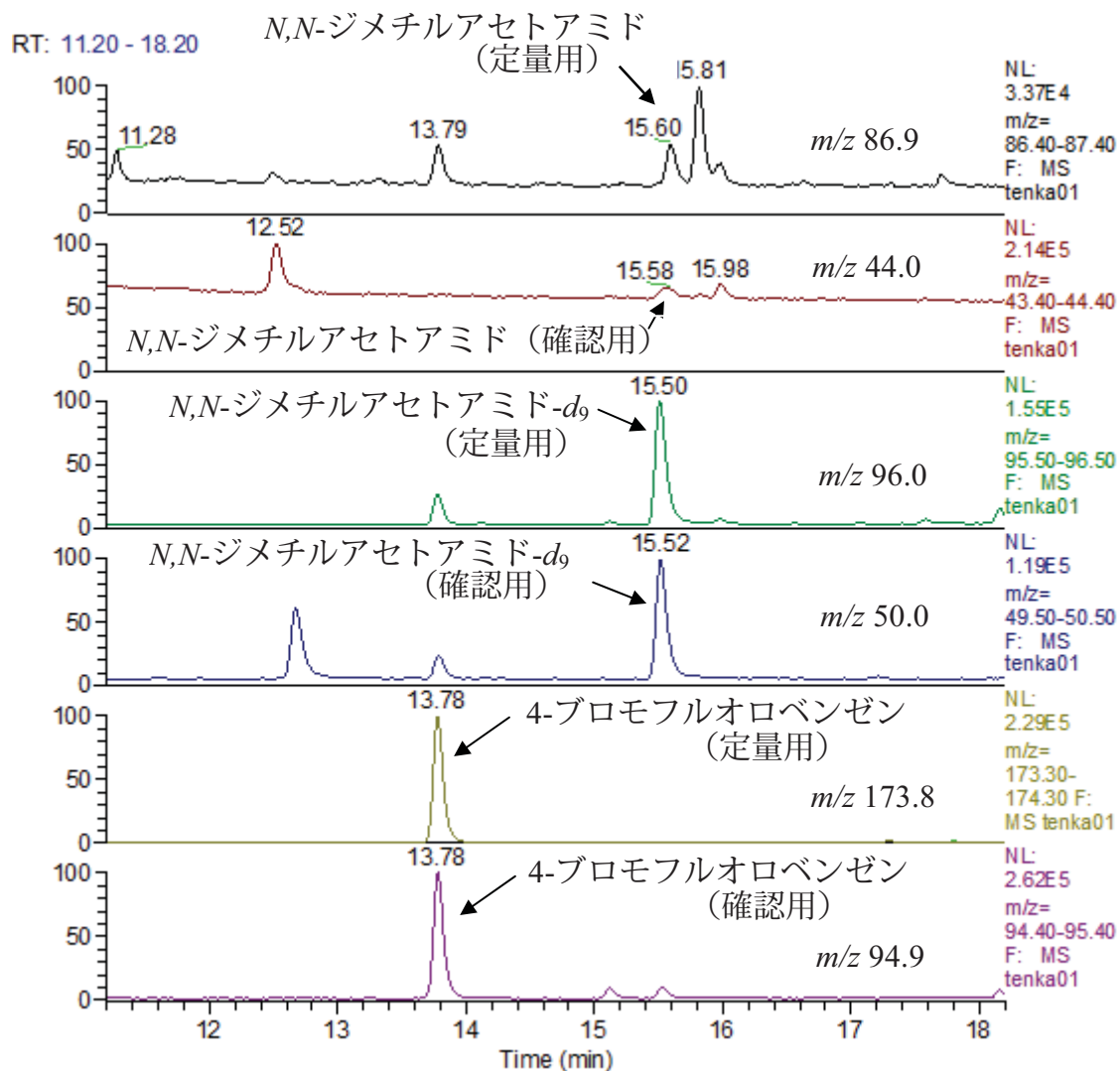


図2 MDL 測定時のクロマトグラム

§ 2 解説

【分析法】

〔フローチャート〕

分析法のフローチャートを図 3 に示す。

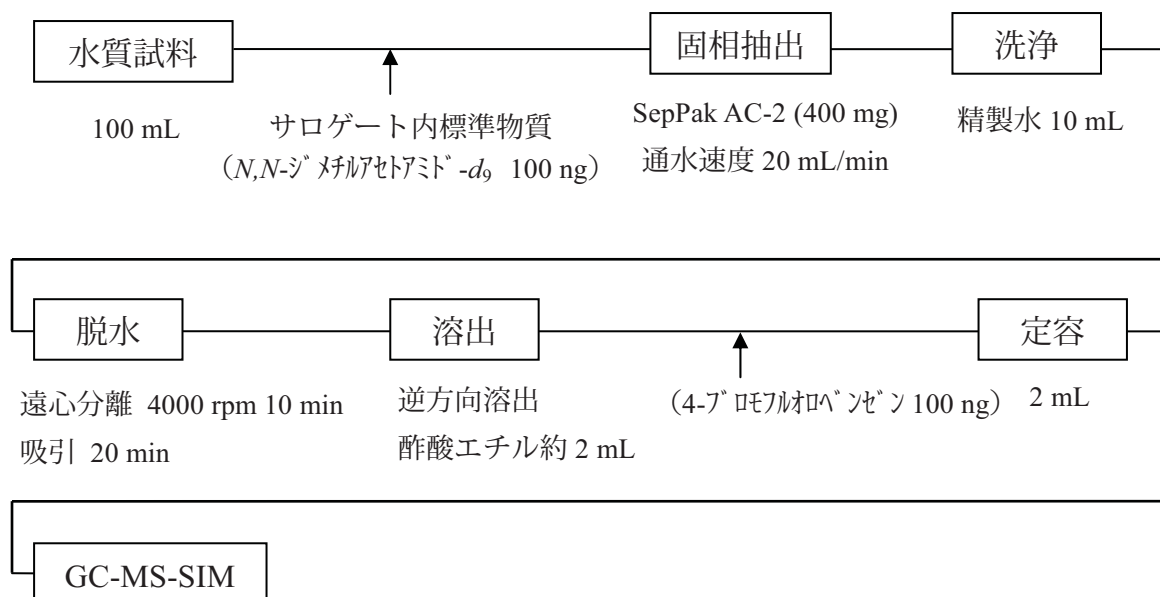


図 3 分析法のフローチャート

〔検量線〕

検量線図を図 4 に、検量線作成用データを表 5-1 および 5-2 に示す。

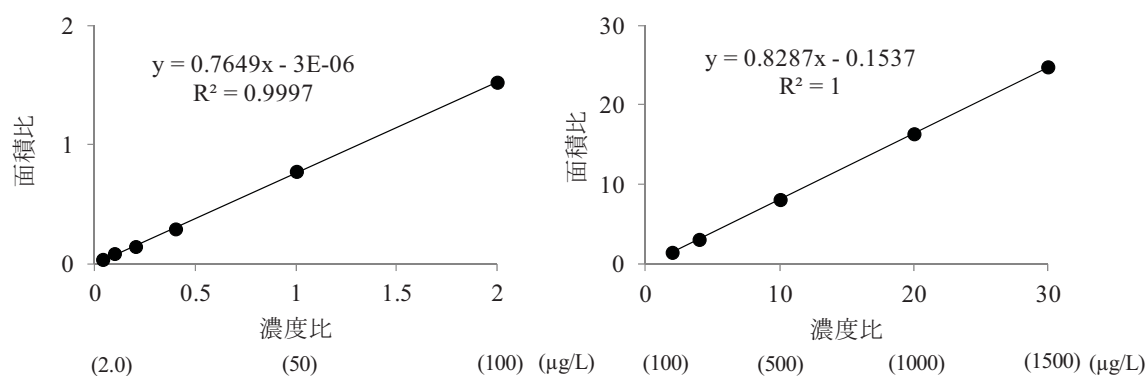


図 4 *N,N*-ジメチルアセトアミドの検量線

(サロゲート内標準物質 *N,N*-ジメチルアセトアミド-*d*₉ : 50.0 µg/L)

(対象濃度範囲 2.00 µg/L ~ 100 µg/L (左図) ; 100 µg/L ~ 1500 µg/L (右図))

表 5-1 検量線作成用データ一覧 (*N,N*-ジメチルアセトアミド；低濃度用)

濃度比	標準液濃度 ($\mu\text{g/L}$) (C_s)	応答値		応答比 (A_s/A_{is})
		<i>N,N</i> -ジ メチルアセトアミド [*]	<i>N,N</i> -ジ メチルアセトアミド [*] - d_9	
		(A_s) (m/z 86.9)	(A_{is}) (m/z 96.0)	
0.04	2.00	51863	1637411	0.032
0.1	5.00	140761	1734774	0.081
0.2	10.0	210780	1451981	0.145
0.4	20.0	505608	1700449	0.297
1	50.0	1234135	1578639	0.782
2	100	2211816	1451706	1.52

サロゲート内標準物質濃度：50.0 $\mu\text{g/L}$

表 5-2 検量線作成用データ一覧 (*N,N*-ジメチルアセトアミド；高濃度用)

濃度比	標準液濃度 ($\mu\text{g/L}$) (C_s)	応答値		応答比 (A_s/A_{is})
		<i>N,N</i> -ジ メチルアセトアミド [*]	<i>N,N</i> -ジ メチルアセトアミド [*] - d_9	
		(A_s) (m/z 86.9)	(A_{is}) (m/z 96.0)	
2	100	2211816	1451706	1.52
4	200	5147154	1630962	3.16
10	500	13777292	1688457	8.16
20	1000	26045258	1595654	16.3
30	1500	40364631	1630173	24.8

サロゲート内標準物質濃度：50.0 $\mu\text{g/L}$

〔クロマトグラム〕

N,N-ジメチルアセトアミド、*N,N*-ジメチルアセトアミド- d_9 、4-ブロモフルオロベンゼンのクロマトグラムを図 5 に示す。

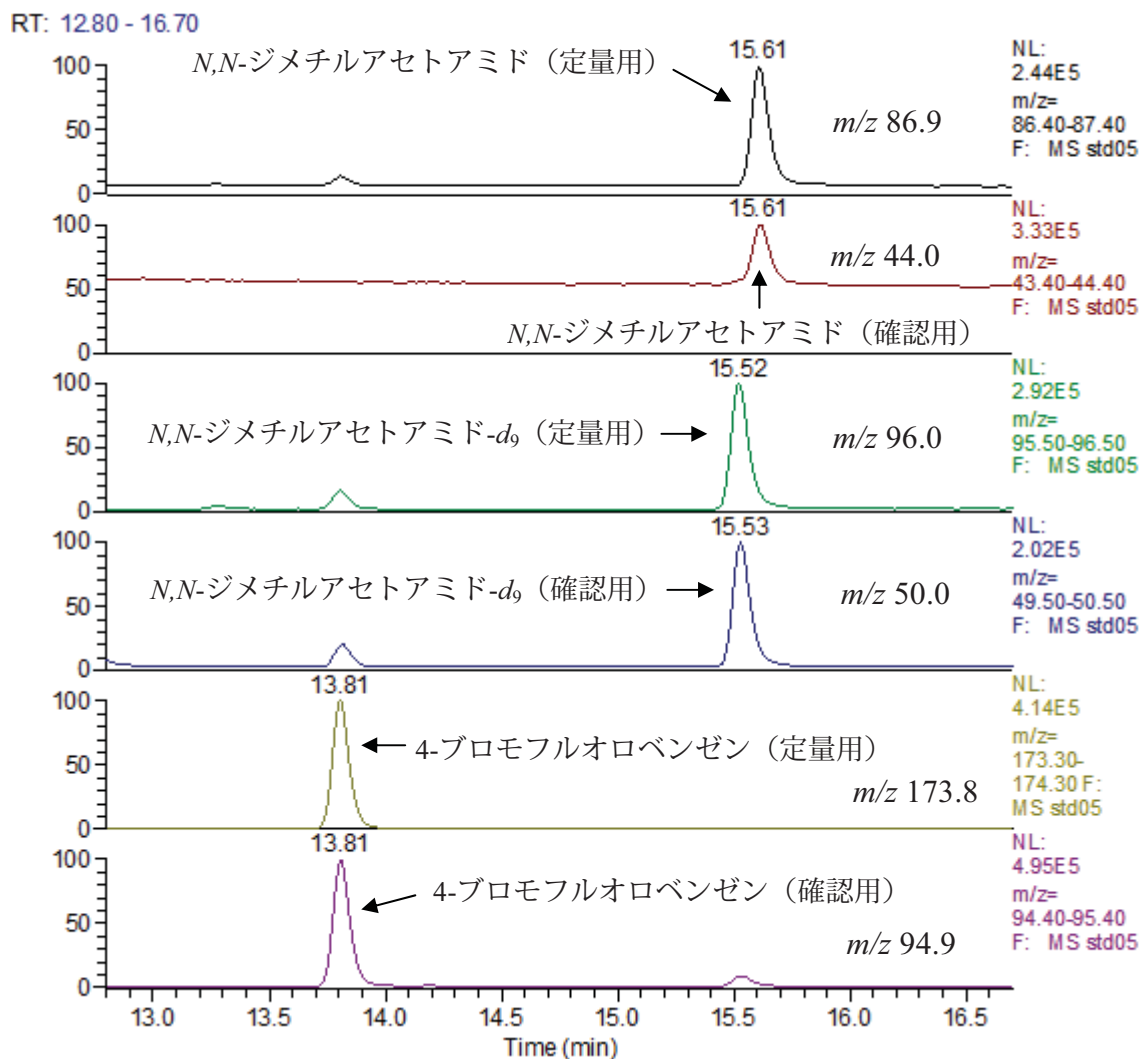


図5 検量線用標準液のクロマトグラム (50.0 ng/L)

〔標準物質のマスペクトル〕

対象物質およびサロゲート内標準物質、シリンジスパイク内標準物質のマスペクトルをそれぞれ図 6-1 から 6-3 に示す。

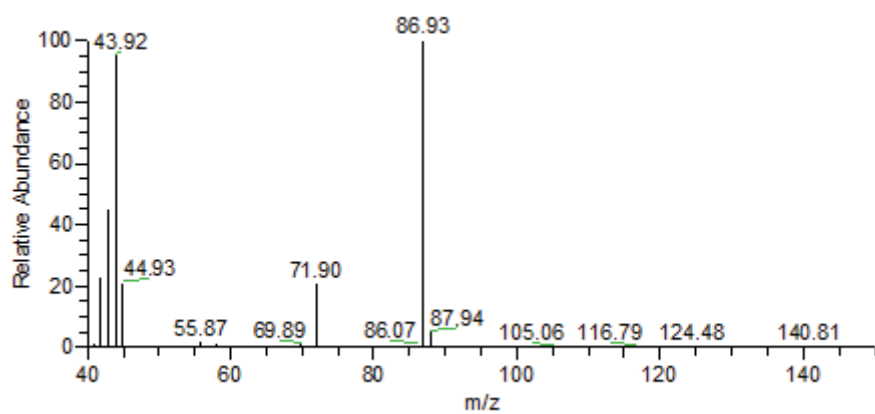


図 6-1 *N,N*-ジメチルアセトアミドのマススペクトル

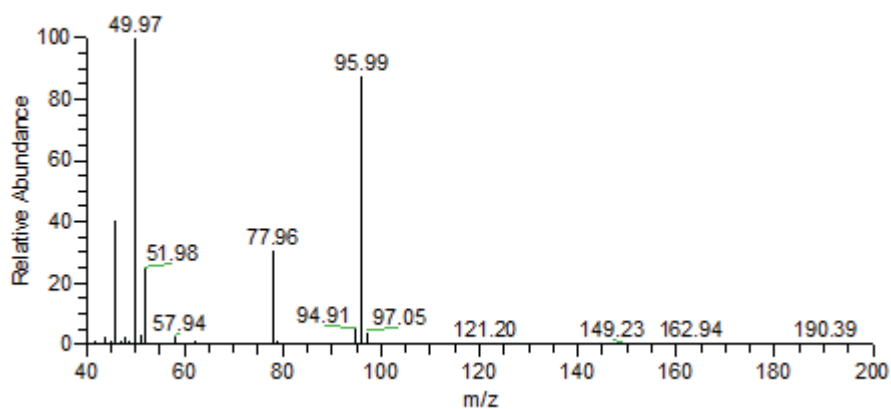


図 6-2 *N,N*-ジメチルアセトアミド-*d*₉のマススペクトル

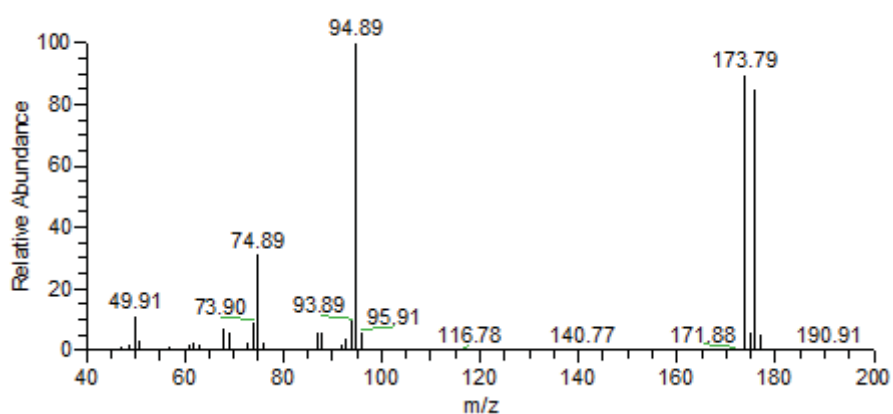


図 6-3 4-ブロモフルオロベンゼンのマススペクトル

〔操作ブランク試験〕

精製水を用いて操作ブランクの検討を行った結果、*N,N*-ジメチルアセトアミドのピークは検出されたが、MDL 以下の濃度であった。操作ブランク測定時のクロマトグラムを図 7 に示す。

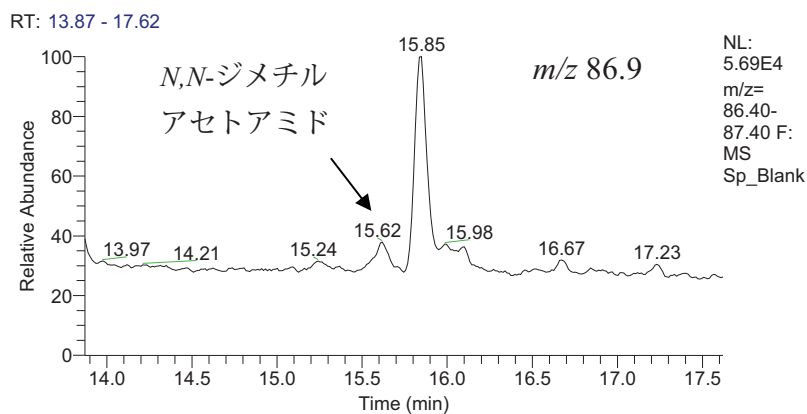


図 7 操作ブランクのクロマトグラム

〔添加回収試験〕

河川水（鴨川）および海水（東京湾）への添加回収試験結果を表 6 に、添加回収試験時のクロマトグラムを図 8-1～8-4 に示す。

表 6 添加回収試験結果

試料名	試料量 (L)	添加量 (ng)	試験数	検出濃度 ($\mu\text{g/L}$)	回収率 (%)	変動 係数 (%)	サロゲート 回収率 (%)
河川水	0.100	無添加	2	< 0.012	-	-	109
	0.100	5.00	7	0.0503	101	6.1	108
海水	0.100	無添加	2	< 0.012	-	-	81.1
	0.100	30.0	5	0.273	91.0	4.3	86.7

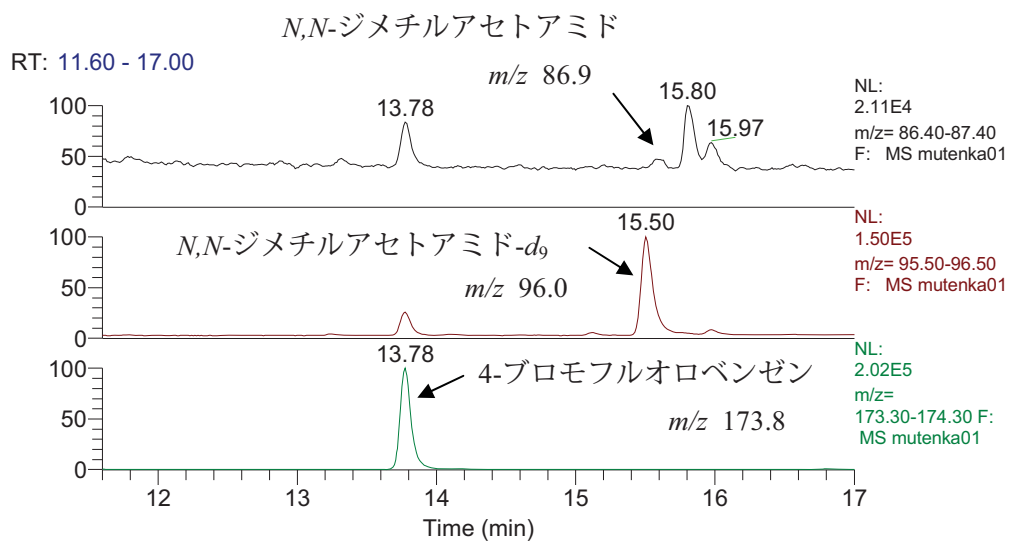


図 8-1 河川水（鴨川）試料のクロマトグラム（無添加試料）

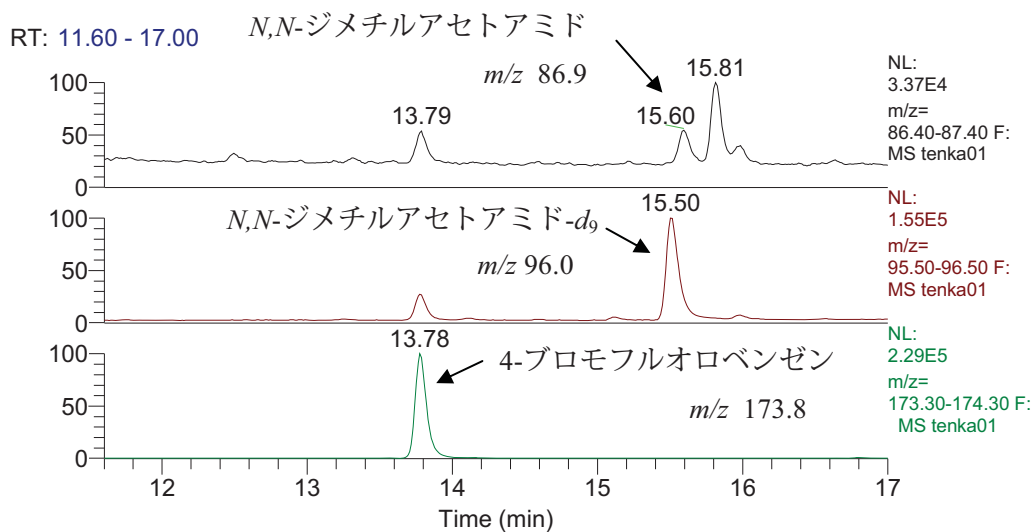


図 8-2 河川水（鴨川）試料のクロマトグラム（標準 5.00 ng 添加）

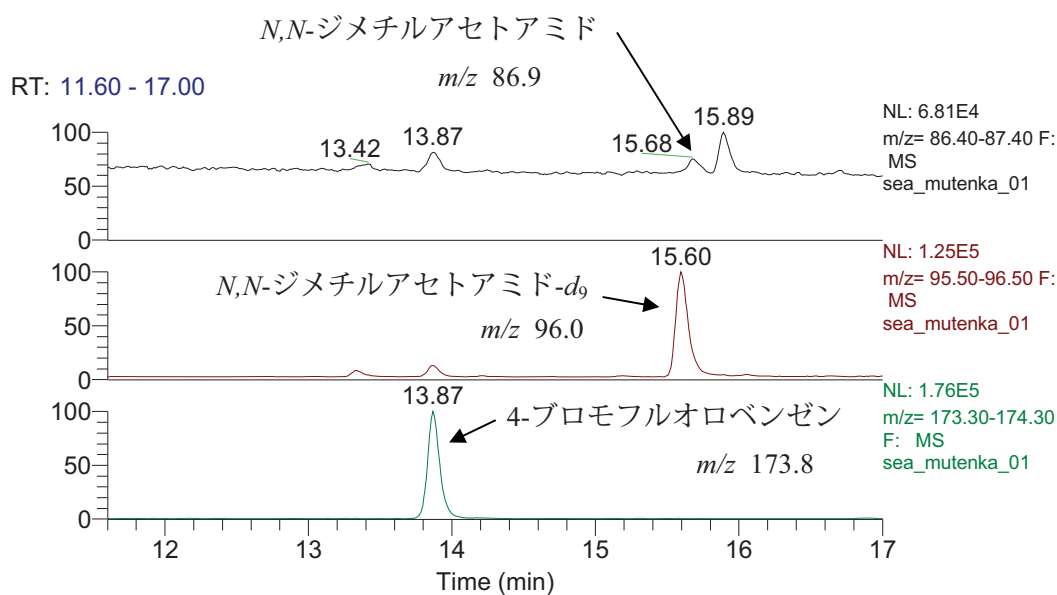


図 8-3 海水（東京湾）試料のクロマトグラム（無添加試料）

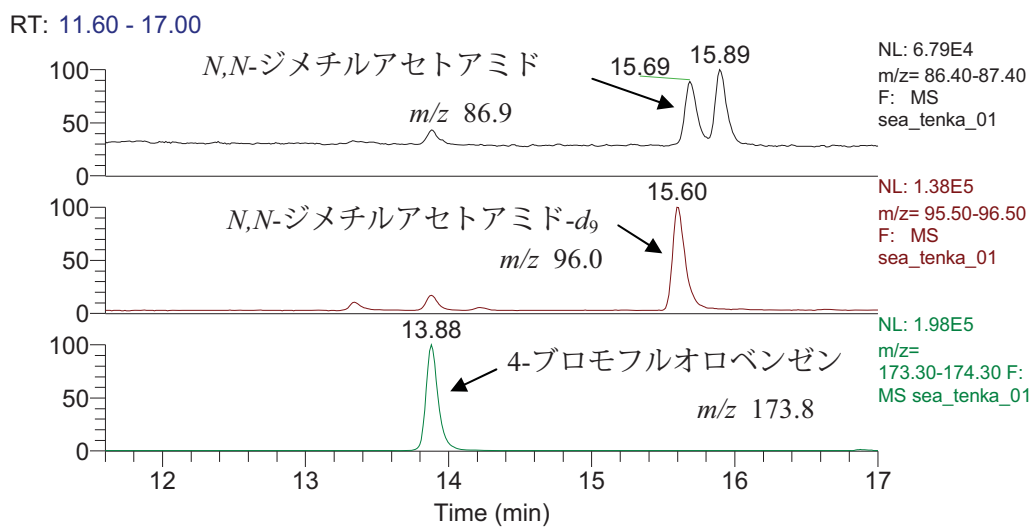


図 8-4 海水（東京湾）試料のクロマトグラム（標準 30.0 ng 添加）

〔分解性スクリーニング試験〕

フタル酸塩、中性リン酸塩、ほう酸塩標準緩衝液を用いて pH 調整した精製水に標準物質を添加し、分解性スクリーニング試験を行った。結果を表 7 に示す。

表7 分解性スクリーニング試験結果

pH	試験数	初期濃度 ($\mu\text{g/L}$)	7日後の残存率 (%)	
			暗所	明所
5	2	0.50	110	—
7	2	0.50	103	104
9	2	0.50	103	—

〔保存性試験〕

保存性試験結果を表8に示す。

初期濃度を $0.10 \mu\text{g/L}$ に調製した河川水（綾瀬川）及び海水（東京湾）を冷暗所（ 4°C ）で7日間保存し、濃度を測定した。標準液については、メタノール溶液を1ヶ月保存したのち、MDLの10倍程度の濃度である $5.00 \mu\text{g/L}$ 、低濃度検量線の最高濃度の $100 \mu\text{g/L}$ 、検量線最高濃度の $1500 \mu\text{g/L}$ について測定した。

河川水および海水中の *N,N*-ジメチルアセトアミドは7日間安定であった。また標準液についても1ヶ月間安定であった。

表8 保存性試験結果

試料名	試験数	初期濃度* ($\mu\text{g/L}$)	残存率 (%)	
			7日間	1ヶ月
河川水	2	0.10	93.5	—
海水	2	0.10	96.9	—
標準液	2	5.00	—	105
	2	100	—	102
	2	1500	—	95.5

* 標準液の上段はMDLの10倍程度、中段は低濃度検量線の最高濃度、下段は検量線の最高濃度を示す。

〔抽出液の保存性の検討〕

保存性試験の際に抽出した、試料の最終溶液（酢酸エチル溶液）を 4°C 以下の暗所で保存し、1ヶ月後に再度測定を行い、抽出液中での対象物質の安定性について検討を行った。結果を表9に示す。抽出後1ヶ月経過後も、酢酸エチル溶媒中では対象物質は安定であった。

表 9 抽出液中の 1 ヶ月後残存率

試料名	試験数	初期濃度* ($\mu\text{g/L}$)	残存率 (%)
河川水	2	0.10	117
海水	2	0.10	128

*保存性試験時の設定濃度

〔通水速度の検討〕

固相に試料を通水する速度を 5 ~ 20 mL/min の範囲で変動させ、河川水にサロゲート内標準物質を添加したものを分析し、回収率を求めた。結果を表 10 に示す。

通水速度を 20 mL/min まで上げても回収率は低下しなかったため、本法では 20 mL/min で通水することとした。

表 10 通水速度による回収率への影響

通水速度 (mL/min)	<i>N,N</i> -ジメチルアセトアミド- <i>d</i> ₉ 回収率 (%)
5	98.5
10	84.1
15	94.0
20	96.3

〔C₁₈ カラムの有無によるクロマトグラムの比較〕

活性炭カラムは選択性が低いため、夾雑物も同時に抽出してしまう可能性が高い。環境分析において活性炭カラムを使用する場合には、その前に C₁₈ カラムを重ね、試料を活性炭カラムに通す前に、疎水性化合物を除去する方法が多く用いられる。そこで本法においても C₁₈ カラムを併用する必要があるか検討を行った。

河川水（綾瀬川）試料に標準物質を添加し、C₁₈ カラムと活性炭カラムを併用した場合と、活性炭カラムのみで抽出した場合との比較を行った。図 9 にスキャン測定を行ったクロマトグラムを、図 10 に対象物質のマスクロマトグラムを示す。

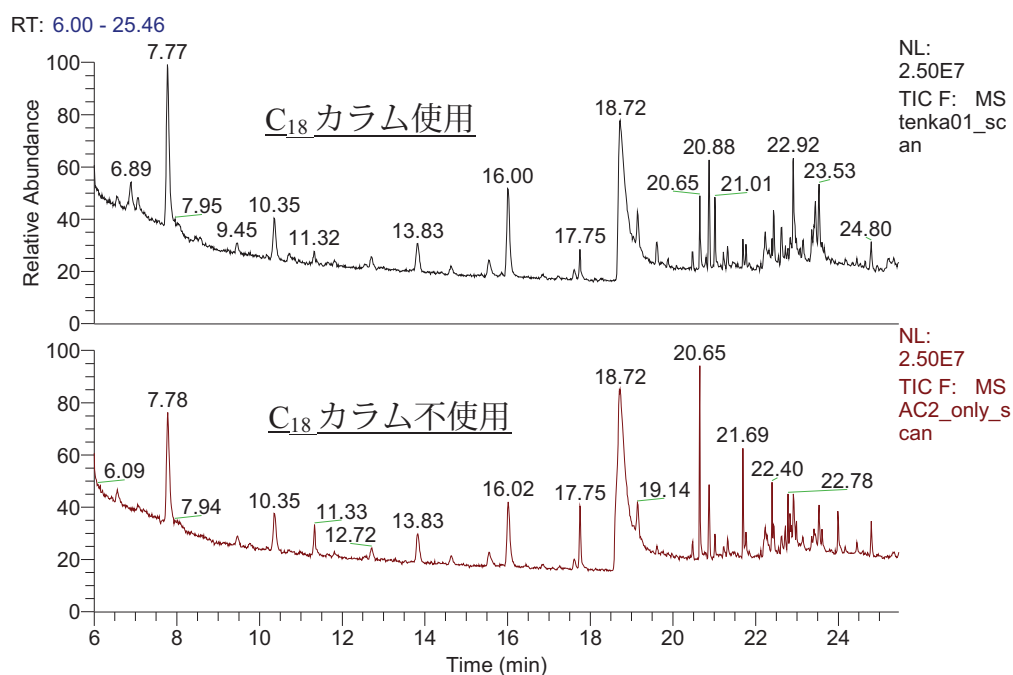


図9 C₁₈ カラム使用の有無による TIC の比較 (40 - 200 *m/z*)

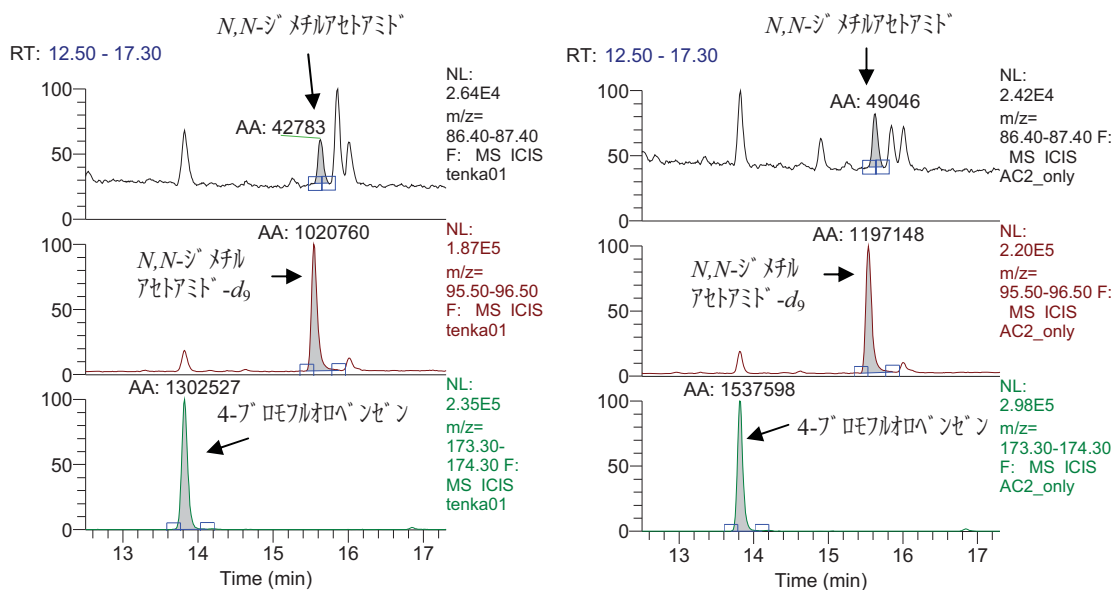


図10 C₁₈ カラム使用の有無によるマスクロマトグラムの比較
(左：C₁₈ カラム使用、右：C₁₈ カラム不使用)

図9に示したとおり、TICにおいてはC₁₈カラムの使用の有無による大きな違いは見られなかった。また、図10に示したように、定量イオンで比較した場合にも妨害物質等は確認されなかった。面積値を比較すると、C₁₈カラムを使用

しない場合の方がピーク面積は大きくなっており、マトリックス効果が考えられたが、サロゲート補正を行うことにより、定量値に違いは見られなかった。この結果より、C₁₈ カラムは使用せず分析を行うことが可能である。

ただし、汚濁が進んだ、夾雑物の多い試料を対象とする場合には、活性炭カラムの保持容量を超えてしまう可能性も考えられるため、C₁₈ カラムを用いて疎水性物質を除去した後に活性炭カラムによって抽出する方法を用いることが望ましい。

【環境試料の分析】

河川試料については、さいたま市内の 5 河川（鴨川、笹目川、藤右衛門川、芝川、綾瀬川）6 地点の試料を分析した。すべての地点でピークは確認されたが、MDL 以下の濃度であった。

海水試料については、東京湾（城南島海浜公園）の試料を分析した。河川試料同様、ピークは確認されたが、MDL 以下の濃度であった（図 8-3 クロマトグラム参照）。

【評価】

環境水中に含まれる *N,N*-ジメチルアセトアミドの定量分析法を開発した。本法の MDL は 0.012 µg/L、MQL は 0.031 µg/L であった。河川水を用いた添加回収試験（添加量 5.00 ng）の回収率は 101%（サロゲート回収率 108%、変動係数 6.1%）、海水を用いた添加回収試験（添加量 30.0 ng）の回収率は 91.0%（サロゲート回収率 86.7%、変動係数 4.3%）であった。以上の結果から、本法は環境水中に含まれる 0.02 µg/L オーダーの *N,N*-ジメチルアセトアミドの検出に適用可能であると判断される。

【参考文献】

- 1) 新潟県保健環境科学研究所：*N,N*-ジメチルホルムアミド、「平成 9 年度化学物質分析法開発調査報告書」環境庁環境保健部環境安全課、141-152 (1998)
- 2) 門上希和夫、佐藤健司、古賀実：14 種の水溶性化学物質による北九州地方の水環境汚染、環境化学、Vol.3、No.1、15-23(1993)

【担当者連絡先】

所属先名称：さいたま市健康科学研究センター

所属先住所：〒338-0013 埼玉県さいたま市中央区鈴谷 7-5-12

TEL：048-840-2266

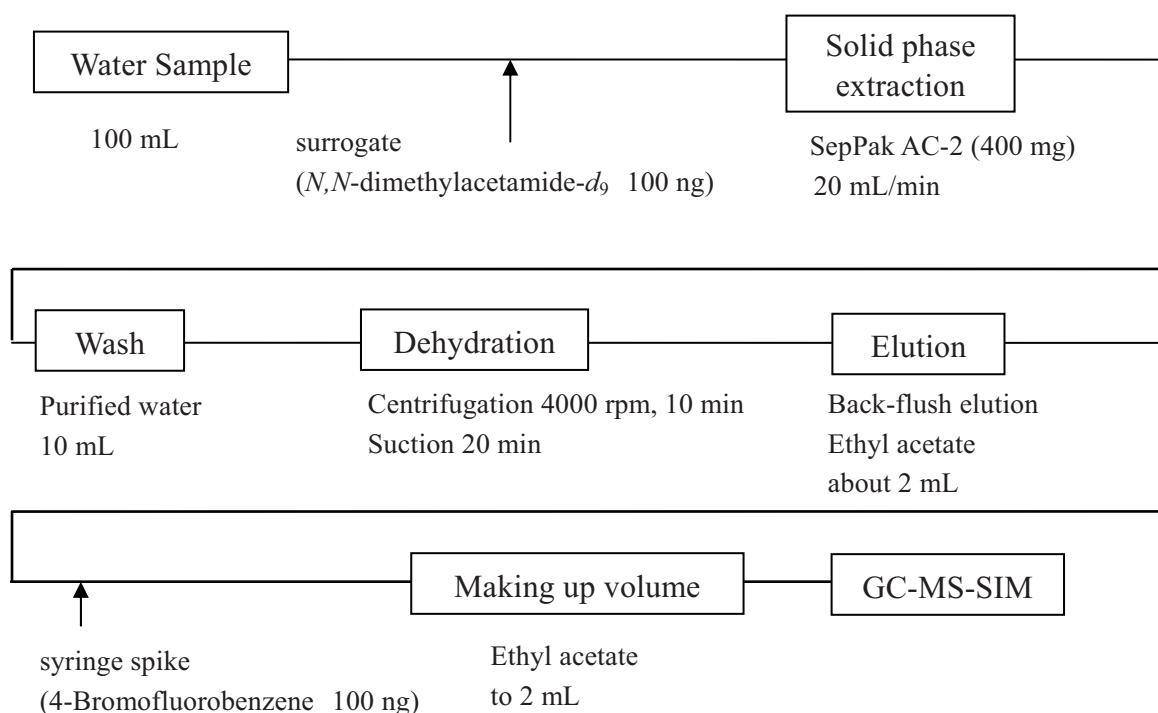
FAX：048-840-2267

担当者名：木村 久美子

E-mail：aea47-u1u1@city.saitama.lg.jp

N,N-Dimethylacetamide

This method provides procedures for the determination of *N,N*-dimethylacetamide in water samples by gas-chromatography/mass-spectrometry with selected ion monitoring (GC/MS-SIM). A water sample (0.100 L) is spiked with *N,N*-Dimethylacetamide-*d*₉ (10.0 ng) as a surrogate. The sample is then extracted by solid-phase extraction with a solid-phase extraction cartridge (Sep-Pak Plus AC-2) at a flow rate of 20 mL/min. After sample loading, water in the cartridge is removed by centrifugation and suction. The cartridge is backflush-eluted with 2 mL of ethyl acetate. Then 10.0 ng of 4-bromofluorobenzene is spiked into the extract as a syringe spike. The concentration of *N,N*-dimethylacetamide is determined by GC/MS-SIM. The instrument detection limit (IDL) is 0.63 µg/L. The method detection limit (MDL) and method quantification limit (MQL) are 0.012 µg/L and 0.031 µg/L, respectively. The average recovery (n = 7) from 5.00 ng of *N,N*-dimethylacetamide added to river water was 101%, and the relative standard deviation was 6.1%. The average recovery (n = 5) from 30.0 ng of *N,N*-dimethylacetamide added to seawater was 91.0%, and the relative standard deviation was 4.3%.



物質名	分析法フローチャート	備考
<i>N,N</i>-ジメチル アセトアミド 別名： アセチルジメ チルアミン	【水質】 <pre> graph TD A["水質試料 100 mL サロゲート添加 (N,N-ジメチルアセトアミド-d₉ 100 ng)"] --> B["固相抽出 SepPak AC-2 通水速度 20 mL/min"] B --> C["洗浄 精製水 10 mL"] C --> D["脱水 遠心分離 4000 rpm 10 min 吸引 20 min"] D --> E["溶出 逆方向溶出 酢酸エチル 2 mL"] E --> F["定容 シリンジスライク添加 (4-ブロモフルオロベンゼン 2 mL 100 ng)"] F --> G["GC-MS-SIM"] </pre>	分析原理： GC/MS-SIM 検出下限： 【水質】(μg/L) 0.012 分析条件： 機器 GC：Trace GC ultra (ThermoFisher Scientific) MS：DSQ II (ThermoFisher Scientific) カラム： TG-WAX (ThermoFisher Scientific) 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm