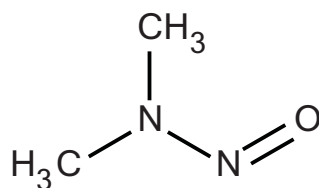


N-ニトロソジメチルアミン

N-Nitrosodimethylamine

別名：N,N-ジメチルニトロソアミン、N-メチル-N-ニトロソメタンアミン、
N-ニトロソ-N,N-ジメチルアミン、NDMA

【対象物質の構造】



CAS 番号：62-75-9

分子式：C₂H₆N₂O

【物理化学的性状】

項目	値	出典
分子量（平均分子量）	74.08	-
分子量（モノアイソトピック質量）	74.04801	-
融点	- 28°C	1)
沸点	151 - 153°C	2)
水溶解度	1,000,000 mg/L	3)
蒸気圧	2.7 mmHg (3.6 hPa ^{*1})	4)
logP _{ow}	- 0.57	4)
比重	1.0048 ^{*2}	2)
蒸気密度	-	-
ヘンリー定数	1.82 × 10 ⁶ atm·m ³ /mol	5)

*1：換算値による（1 mmHg = 1.33 hPa）

*2：4°C における水の密度と 20°C における当該物質の密度との比

【毒性・用途等】

〔毒性〕⁶⁾

発がん性

評価機関	評価内容
IARC	2A: ヒトに対しておそらく発がん性を示す
EPA	B2 (Probable human carcinogen - based on sufficient evidence of carcinogenicity in animals): 動物での十分な証拠に基づいて、おそらくヒト発がん性物質
EU	B2 (Probable human carcinogen - based on sufficient evidence of carcinogenicity in animals): 動物での十分な証拠に基づいて、おそらくヒト発がん性物質
NTP	R: ヒト発がん性があると合理的に予測される物質

〔用途〕⁶⁾

潤滑油添加剤、難燃剤

出典：

- 1) Beilstein Handbook of Organic Chemistry
- 2) Budavari, S.,(Ed), The Merck Index Ver.12:2
- 3) Philip H. Howard, William M. Meylan, Handbook of Physical Properties of Organic Chemicals
- 4) International Chemical Safety Cards ICSC0525
- 5) web sites ; Data from SRC PhysProp Database
- 6) 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)

§1 分析法

以下の本文においては、分析対象である *N*-ニトロソジメチルアミンを NDMA と略記する。

(1) 分析法の概要

サンプリングスパイク内標準を添加した固相カートリッジを用いて環境大気を採取後、ジクロロメタンで溶出する。溶出液を脱水、濃縮後、シリンジスパイク内標準を添加し、GC/HRMS-SIM 法で分析する。

(2) 試薬・器具

【試薬】

NDMA 標準品	: 和光純薬工業（純度 > 99.5%）
<i>N</i> -Nitrosodimethyl- <i>d</i> ₆ -amine	: C/D/N Isotopes (98.1 atom % D)
ナフタレン- <i>d</i> ₈	: 和光純薬工業（純度 > 98.0%）
ジクロロメタン	: 和光純薬工業製 残留農薬（PCB 試験用 5000 倍濃縮）
無水硫酸ナトリウム	: 関東化学製 残留農薬（PCB 試験用）
固相カートリッジ	: Waters 製 Sep-Pak plus AC-2（充填量 400 mg、粒子径 80 μm）

【標準液の調製】

〔標準原液〕

NDMA 標準品を正確に 10.0 mg 量り取り、ジクロロメタンで 10.0 mL として、1000 μg/mL の標準原液を調製する。

〔サンプリングスパイク内標準液〕

NDMA-*d*₆ を正確に 10.0 mg 量り取り、ジクロロメタンで 10.0 mL として 1000 μg/mL のサンプリングスパイク内標準原液を調製する。このサンプリングスパイク内標準原液をジクロロメタンで希釈し、20.0 μg/mL のサンプリングスパイク内標準液を調製する。なお、サンプリングスパイク内標準は回収率の確認用に使用し、定量にはシリンジスパイク内標準を用いる。分析対象である NDMA は日光による分解等の可能性が指摘されている（注 1）ことから、対象物質の捕集が定量的に行われているかどうかの確認に用いた。

〔シリンジスパイク内標準液〕

ナフタレン- d_8 を正確に 10.0 mg 量り取り、ジクロロメタンで 10.0 mL として 1000 $\mu\text{g/mL}$ のシリンジスパイク内標準原液を調製する。このシリンジスパイク内標準原液をジクロロメタンで希釈し、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 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〕

標準原液をジクロロメタンで順次希釈し、0.200～10.0 ng/mL（低濃度領域）及び 20.0～400 ng/mL（高濃度領域）の標準液を作成する。それぞれに、NDMA- d_6 を 100 ng/mL、ナフタレン- d_8 を 10 ng/mL 含むようにサンプリングスパイク内標準液及びシリンジスパイク内標準液を添加する。

【器具】

メスフラスコ、ホールピペット、注射筒（5 mL）、スクリューキャップ付き試験管（10 mL、褐色）（注 1）

大気サンプリングポンプ：GL サイエンス SP208-10L

(3) 分析法

【試料の捕集及び保存】

ジクロロメタン 5 mL であらかじめ洗浄した AC-2 に窒素ガスを通気（0.1 L/min 程度、30 分間）して溶媒を除去した後、2.00 $\mu\text{g/mL}$ のサンプリングスパイク内標準液 25.0 μL （NDMA- d_6 50.0 ng）を添加する。AC-2 をアルミ箔等で遮光した上で（注 1）サンプリングポンプに接続し、吸引流量 2.0 L/min で 24 時間採取する。

試料採取後は AC-2 の両端に栓をした上でアルミ箔等で AC-2 を覆い、ラミジップ等の密閉可能な容器に入れて冷暗所にて保存する（注 1）。その他は、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。

【試料の前処理及び試験液の調製】

大気捕集した AC-2 をジクロロメタン 2 mL で溶出する。この溶出液を無水硫酸ナトリウムで脱水した後、窒素気流下で 0.5 mL まで濃縮する。これに 5.0 $\mu\text{g/mL}$ のシリンジスパイク内標準液 1.0 μL （ナフタレン- d_8 5.0 ng）を添加したものを試験液とする。

【空試験液の調製】

大気を通気していない洗浄済みの AC-2 を用いて【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。

【測定】

〔GC/MS 条件〕

使用機種	: GC : 7890 (Agilent 製)	
	: MS : JMS-700 (日本電子製)	
イオン化電圧	: 35 eV	
使用カラム	: InertCap Pure WAX (ジーエルサイエンス製)	
	(30 m × 0.25 mm, 0.25 μm)	
試料導入方法	: スプリットレス	
カラム温度	: 40°C (2 min) → 10°C/min → 180°C (0 min) → 20°C/min → 250°C (10 min))	
注入口温度	: 200°C	
試料注入量	: 1.0 μL	
キャリアーガス	: ヘリウム (1 mL/min、コンスタントフロー)	
インターフェース温度	: 230°C	分析法の測定条件にモニターイオンは定量 m/z 74.0480 等とされているが、分解能の記述がない。m/z 74 となる他分子式の物質を考慮すると、分解能10,000が必要と考えられる。(2016(H28)精査等検討会コメント)
イオン源温度	: 230°C	
検出モード	: SIM	
モニターイオン	: NDMA	
	: m/z 74.0480 (定量用)、42.0344 (確認用)	
	: ナフタレン- <i>d</i> ₈	m/z 136.1128 (定量用)
	: NDMA- <i>d</i> ₆	m/z 80.0857 (定量用)、46.0595 (確認用)
	: ロックマス	m/z 68.9952 (NDMA)
		m/z 142.9920 (ナフタレン- <i>d</i> ₈)

〔検量線〕

検量線用標準液 1.0 μL を GC/MS に注入し、対象物質の濃度とシリンジスパイク内標準物質の濃度比、及び得られた対象物質のピーク面積とシリンジスパイク内標準物質のピーク面積の比から検量線を作成する。

〔定量〕

試験液 1.0 μL を GC/MS に注入し、対象物質とシリンジスパイク内標準物質の面積比から検量線により定量する。

〔濃度の算出〕

大気試料中の濃度 C (ng/m³) は次式から算出する。

$$C = ((R_a - R_b) \cdot Q / V) \times ((273 + t) / (273 + 20.0)) \times (101 / P)$$

R_a : 検量線から求めた試験液中のシリンジスパイク内標準物質に対する対象物質の濃度比

R_b : 検量線から求めた空試験液中のシリンジスパイク内標準物質に対する対象物質の濃度比

Q : 試料中に添加したシリンジスパイク内標準の量 (ng)

V : 試料量 (m³)

t : 捕集時の平均気温 (°C)

P : 捕集時の平均気圧 (kPa)

本分析法に従った場合、以下の数値を使用する。

$$Q = 5.0 \text{ (ng)}$$

$$V = 2.88 \text{ (m}^3\text{)}$$

即ち、

$$C = (R_a - R_b) \times 1.736 \times ((273 + t) / (273 + 20.0)) \times (101 / P) \text{ (ng/m}^3\text{)}$$

である。

〔サンプリングスパイク回収率の算出〕

「検量線用標準液の NDMA- d_6 (100 ng/mL)のピーク面積」／「検量線用標準液のシリンジスパイク内標準（ナフタレン- d_8 、10 ng/mL）のピーク面積」の比を100とし、「試験液の NDMA- d_6 のピーク面積」／「試験液のシリンジスパイク内標準（ナフタレン- d_8 ）のピーク面積」の比からサンプリングスパイク回収率を算出する。

〔装置検出下限 (IDL)〕

本分析に用いた GC/HRMS の IDL を表 1 に示す（注 2）。

表 1 IDL の算出結果				
物質名	IDL (ng/mL)	試料量 (m ³)	最終液量 (mL)	IDL 試料換算値 (ng/m ³)
NDMA	0.18	2.88	0.50	0.032

〔測定方法の検出下限 (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 3)。

表 2 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	試料量 (m ³)	最終液量 (mL)	MDL (ng/m ³)	MQL (ng/m ³)
NDMA	2.88	0.50	0.068	0.17

注解

- (注 1) 日光による分解は著しい。NDMA 3030 ng/m³ を含む 20 L テドラーバッグに日光を照射した時の分解時間を検討した例では、2 時間でほとんどの NDMA が分解したと報告されている¹⁾。一方、暗所では NDMA はほとんど分解しない。国際化学物質簡潔評価文書 (WHO)²⁾によれば、直射日光による光分解半減期は 0.5～1.0 時間と記載されている。したがって、大気中濃度は採取時の日照及び時間にも大きく左右されることが想定される。
- (注 2) IDL 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、GC/HRMS を用いて表 3 のとおり算出した。測定時のクロマトグラムを図 1 に示す。

表 3 IDL の算出結果

物質名	NDMA
試料量 (m ³)	2.88
最終液量 (mL)	0.5
注入液濃度 (ng/mL)	0.500
装置注入量 (μL)	1.0
結果 1 (ng/mL)	0.543
結果 2 (ng/mL)	0.471
結果 3 (ng/mL)	0.492
結果 4 (ng/mL)	0.604
結果 5 (ng/mL)	0.545
結果 6 (ng/mL)	0.508
結果 7 (ng/mL)	0.479
平均値 (ng/mL)	0.5202
標準偏差 (ng/mL)	0.0469
IDL (ng/mL)*	0.18
IDL 試料換算値 (ng/m ³)	0.032
S/N 比	20
CV (%)	9.0

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

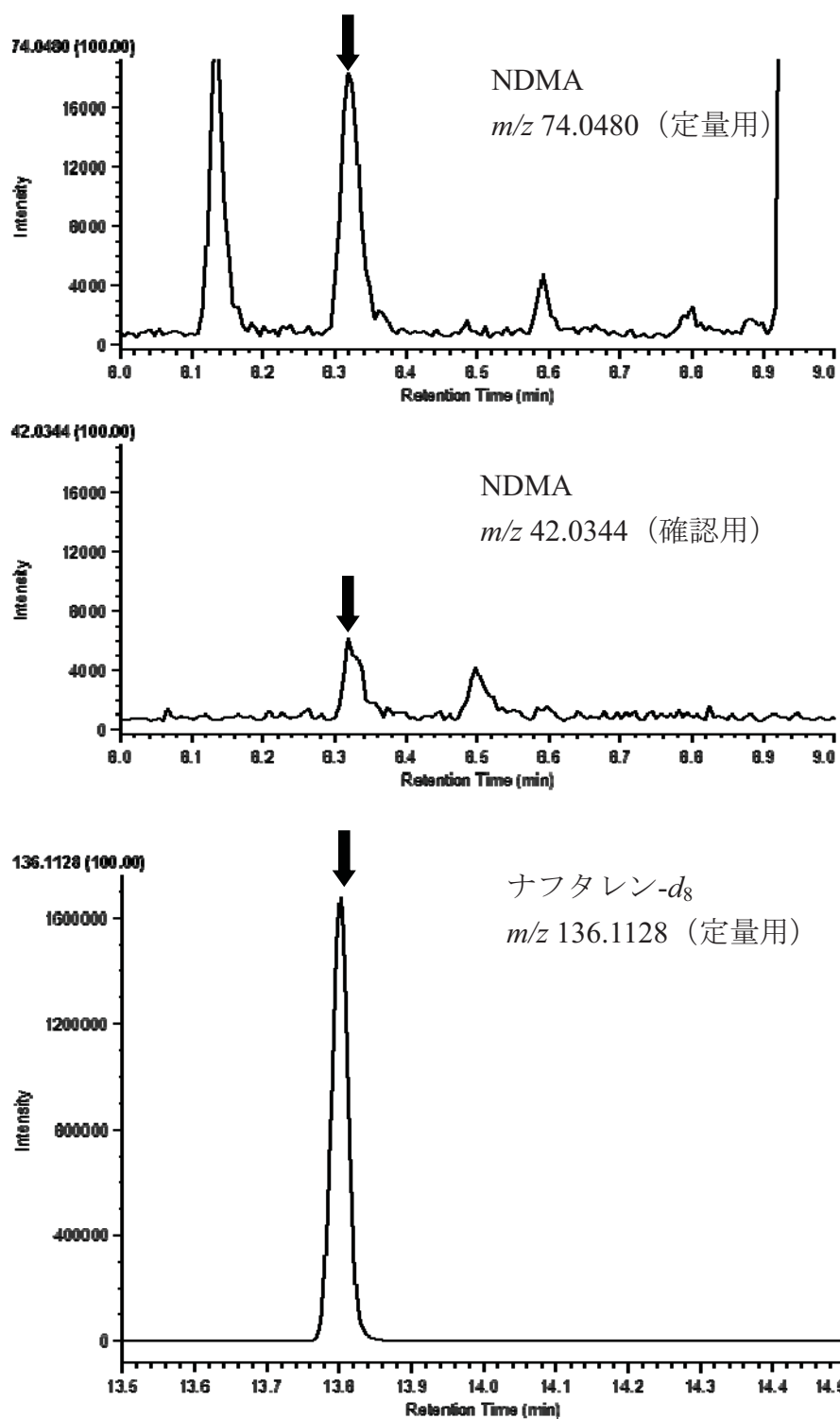


図1 IDL 算出時のクロマトグラム (NDMA:0.5 ng/mL、ナフタレン- d_8 :10 ng/mL)

(注 3) 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。MDL 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

物質名	NDMA	サンプリング スパイク回収率 (%)
試料	環境大気 ^{*1}	-
試料採取量 (m ³)	2.88	-
標準添加量 (ng)	0.5	-
試料換算濃度(ng/m ³)	0.174	-
最終液量 (mL)	0.5	-
装置注入量 (μL)	1.0	-
操作ブランク平均 (ng/m ³) ^{*2}	不検出	-
無添加平均 (ng/m ³) ^{*3}	不検出	104
結果 1 (ng/m ³)	0.1044	100
結果 2 (ng/m ³)	0.1403	111
結果 3 (ng/m ³)	0.1108	90
結果 4 (ng/m ³)	0.1301	111
結果 5 (ng/m ³)	0.1470	114
結果 6 (ng/m ³)	0.1296	117
結果 7 (ng/m ³)	0.1032	102
平均値 (ng/m ³)	0.12365	106
標準偏差 (ng/m ³)	0.0176	
MDL (ng/m ³) ^{*4}	0.068	
MQL (ng/m ³) ^{*5}	0.17	
S/N 比	16	
CV (%)	14.2	8.7

*1 : 環境大気から NDMA が IDL 試料換算値の 5 倍以上検出されたため、AC-2 を 2 連で接続して後段の AC-2 (ポンプ側) に NDMA 及びサンプリングスパイクを添加し、環境大気を捕集後、後段の AC-2 を用いて MDL・MQL 試験を実施した。

*2 : 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、測定した時の平均値 (n = 2)

*3 : MDL 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)

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

*5 : $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

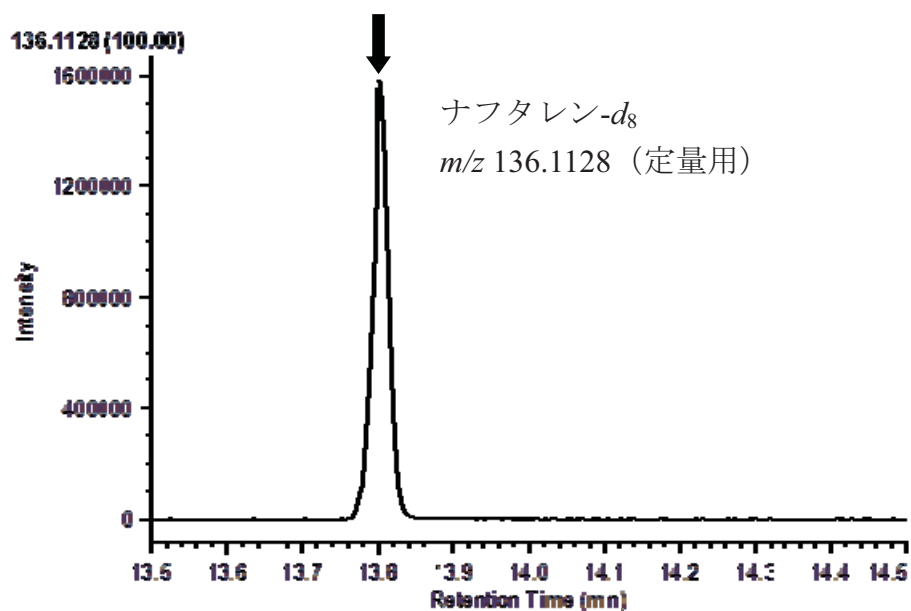
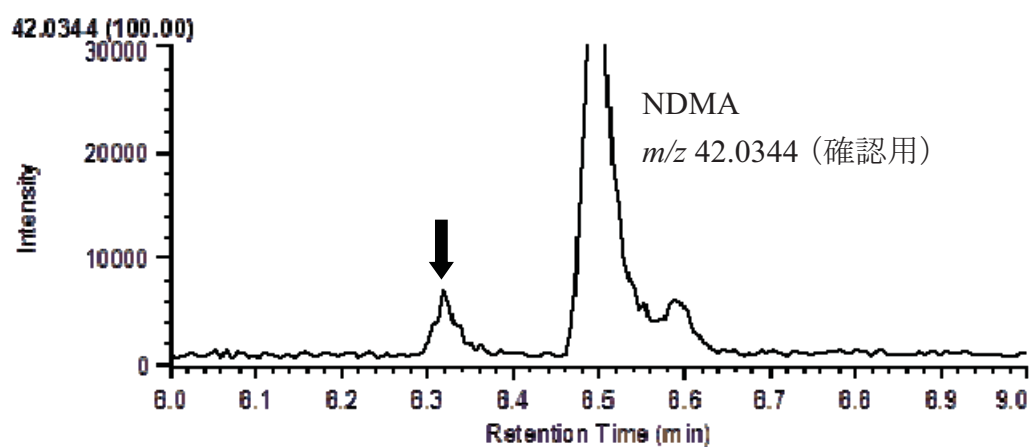
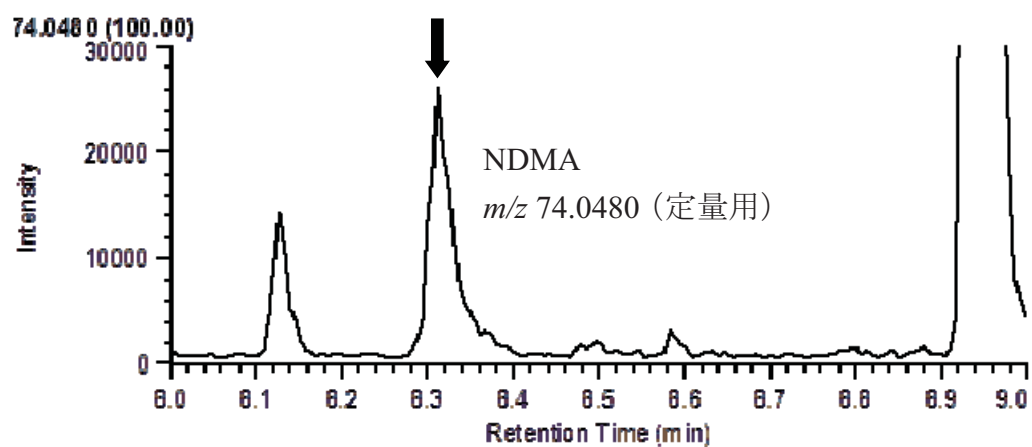


図 2-1 MDL 測定時のクロマトグラム

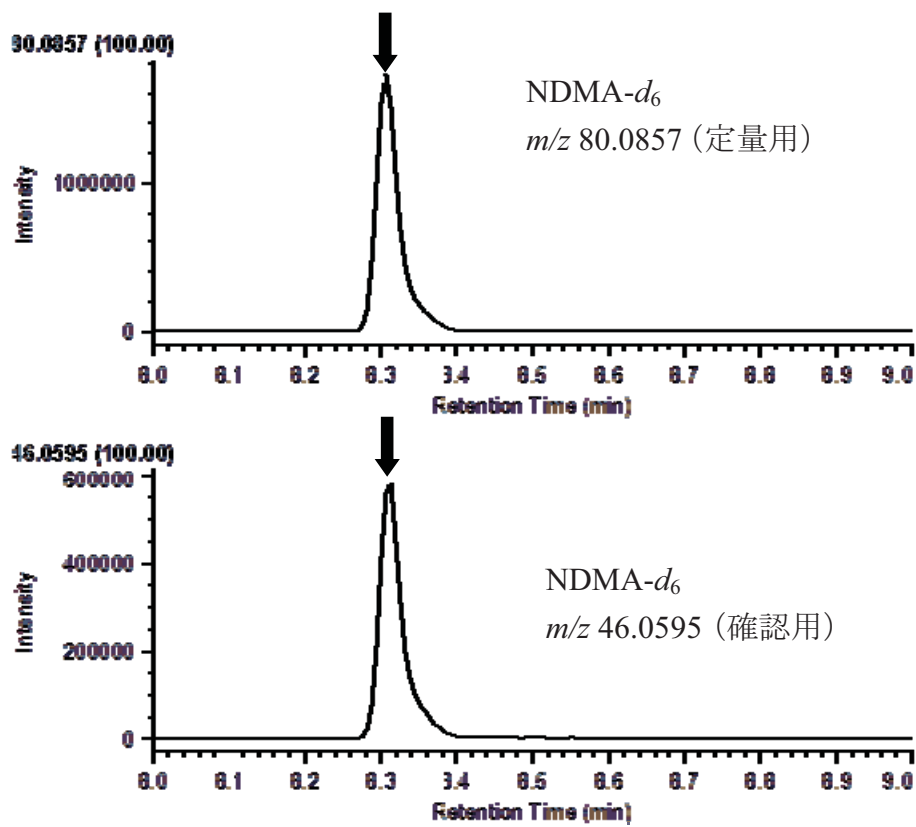


図 2-2 MDL 測定時のクロマトグラム

§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。

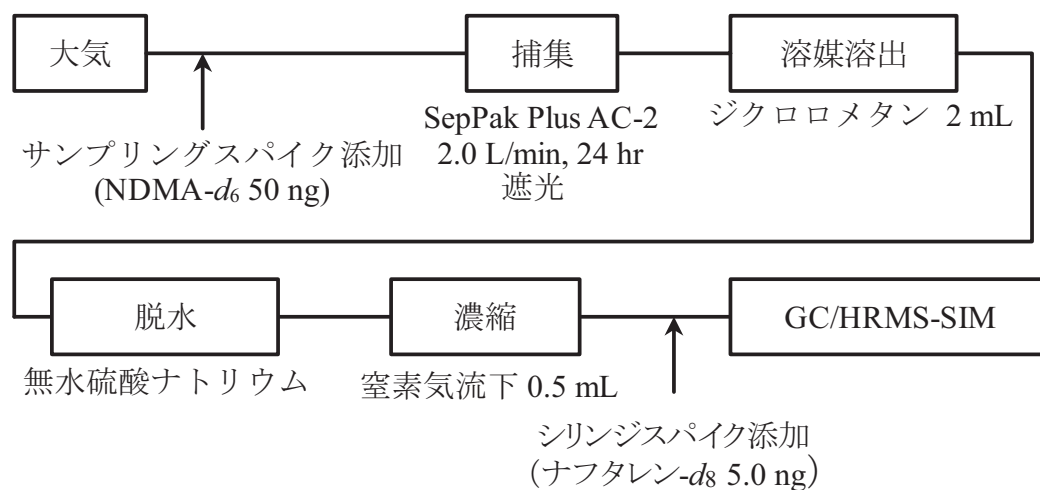


図 3 分析法のフローチャート

〔検量線〕

検量線を図 4-1 及び図 4-2 に、検量線作成用データを表 5 に、検量線測定時のクロマトグラムを図 5-1 及び図 5-2 に示す。NDMA 0.500 ng/mL～400 ng/mL の範囲で良好な直線関係が得られた。

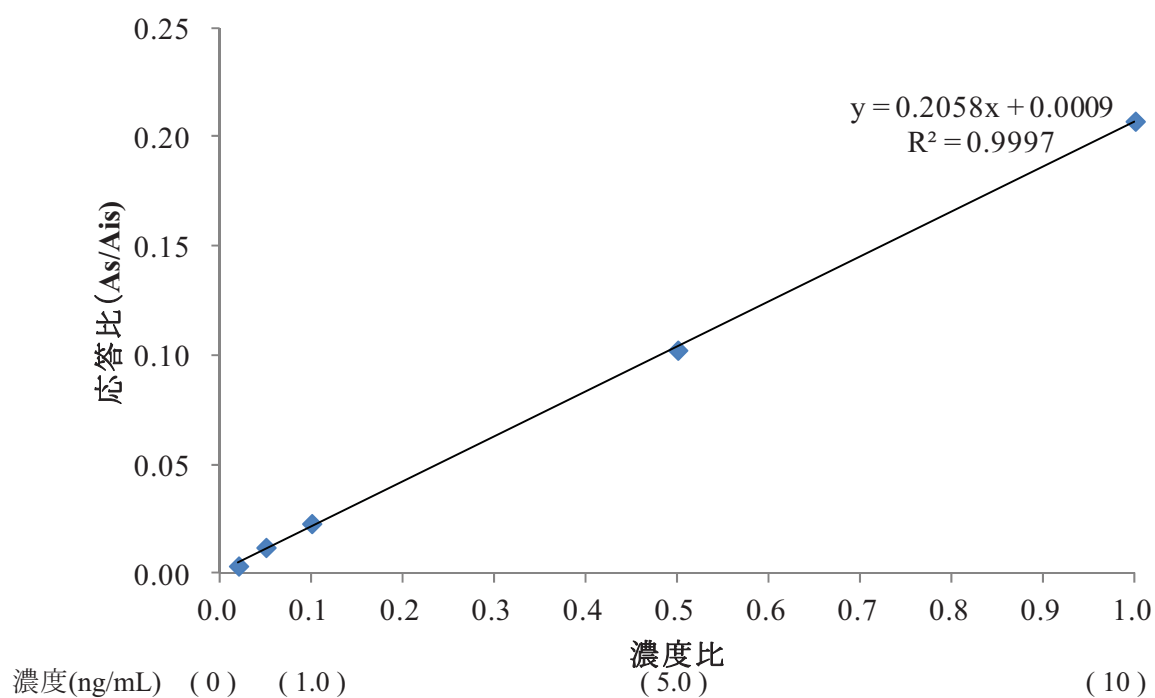


図 4-1 検量線（低濃度領域：0.200～10.0 ng/mL）
 (サンプリングスパイク内標準 100 ng/mL、シリンジスパイク内標準 10.0 ng/mL)

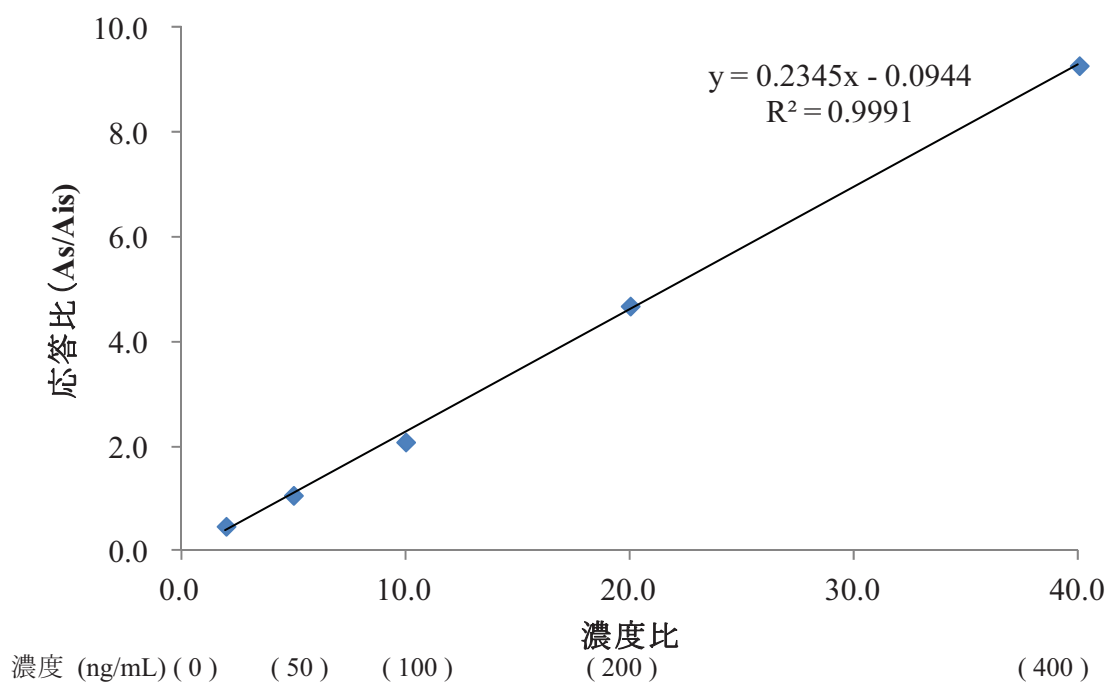


図 4-2 検量線（高濃度領域：20.0～400 ng/mL）
 (サンプリングスパイク内標準 100 ng/mL、シリンジスパイク内標準 10.0 ng/mL)

表 5 検量線作成用データ

NDMA 濃度 (ng/mL)	濃度比	NDMA 応答値(A_s) (m/z 74.0480)	ナフタレン- d_8 応答値(A_{is}) (m/z 136.1128)	応答比 (A_s/A_{is})
0.200	0.02	169	47240	0.00358
0.500	0.05	547	45299	0.01208
1.00	0.1	1094	47494	0.02303
5.00	0.5	4107	40102	0.10241
10.0	1	8307	40080	0.20726
20.0	2	18435	38988	0.47283
50.0	5	47194	44351	1.0641
100	10	85363	40973	2.0834
200	20	190345	40647	4.6829
400	40	443818	47831	9.2789

*ナフタレン- d_8 濃度 : 10 ng/mL

〔クロマトグラム〕

各検量線用標準液のクロマトグラムを図 5-1~5-2 に示す。

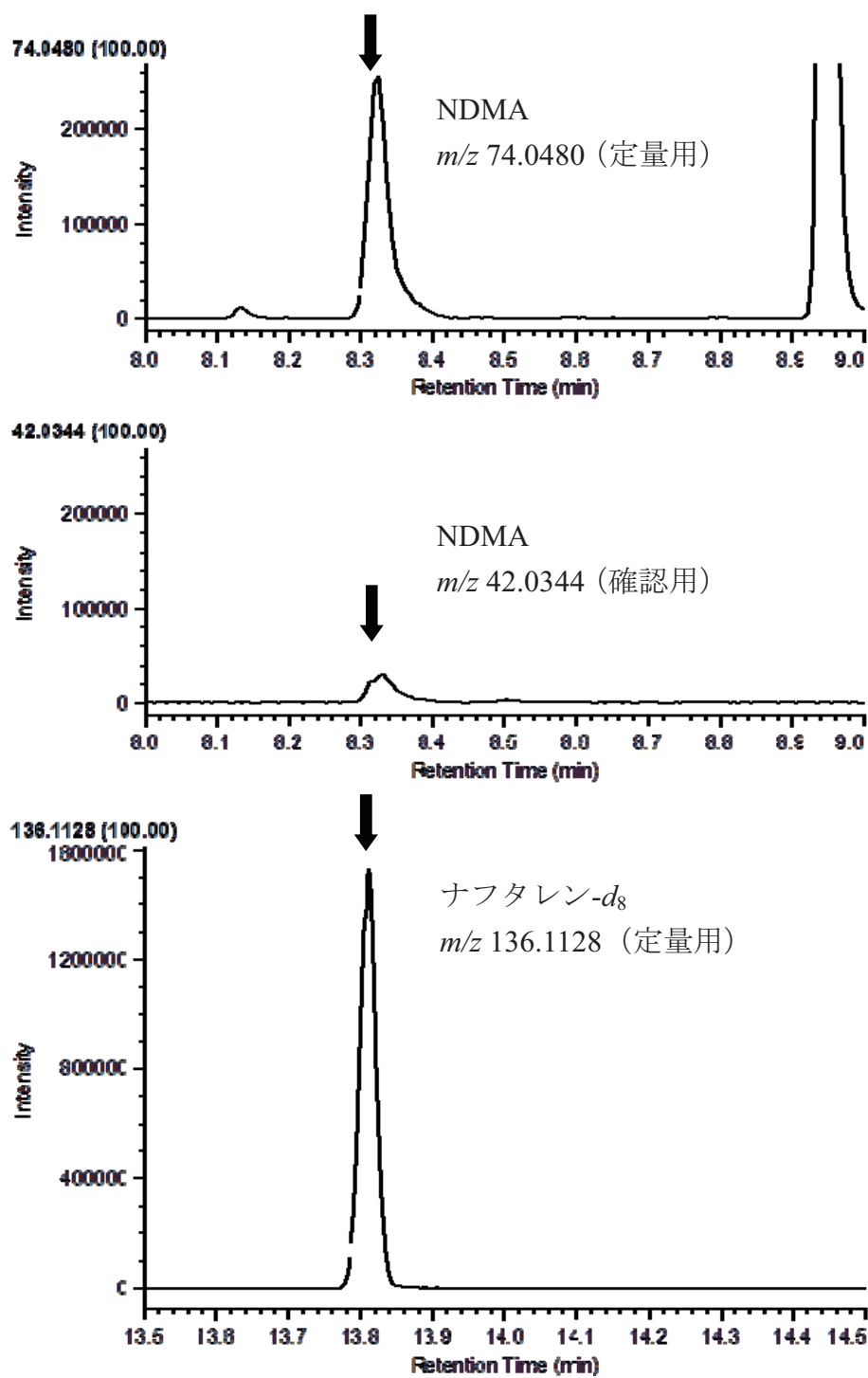


図 5-1 検量線用標準液のクロマトグラム
(NDMA 10.0 ng/mL、ナフタレン- d_8 10 ng/mL)

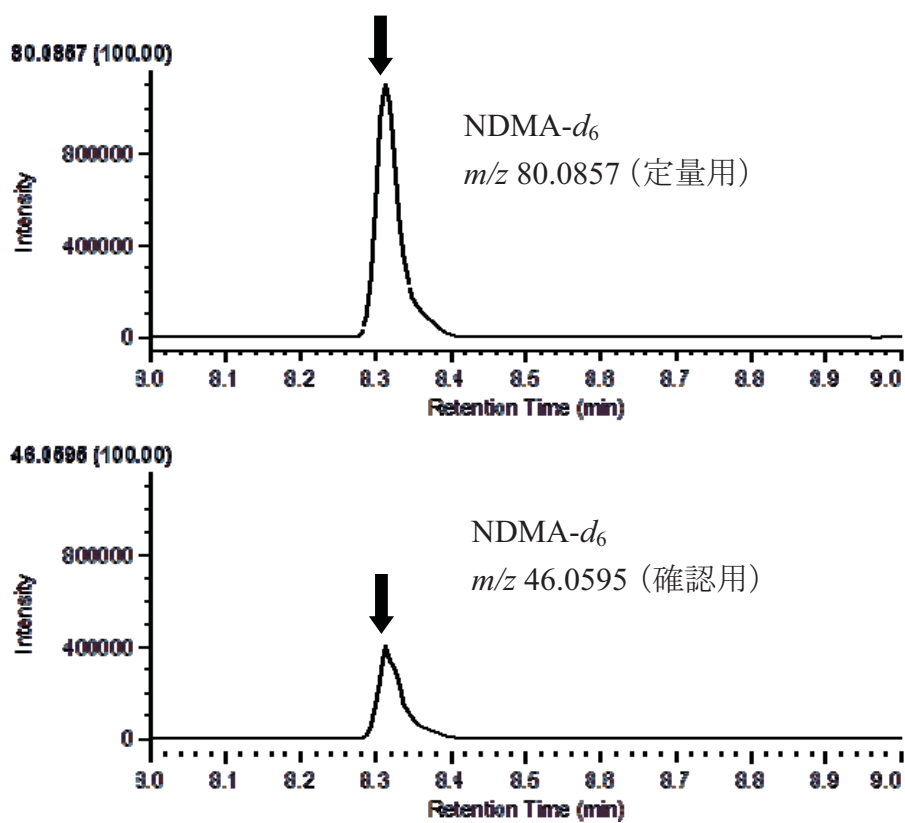


図 5-2 検量線用標準液のクロマトグラム(NDMA- d_6 100 ng/mL)

[マススペクトル]

各標準物質のマススペクトルを図 6 に示す。

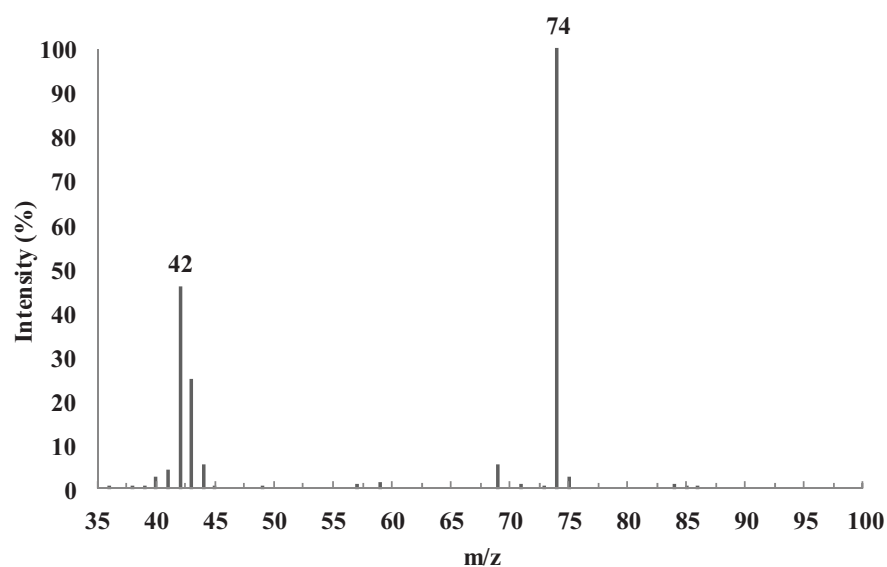


図 6-1 NDMA のマススペクトル

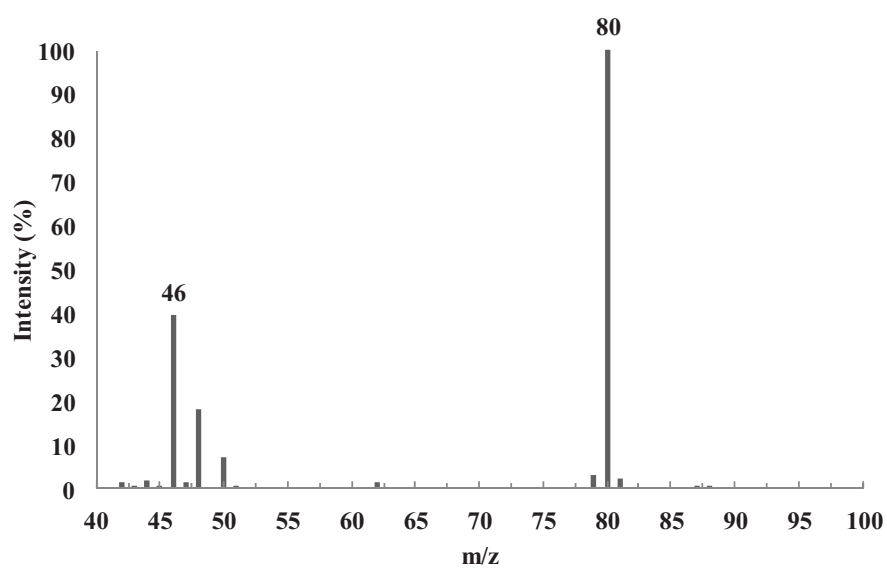


図 6-2 NDMA-d₆ のマススペクトル

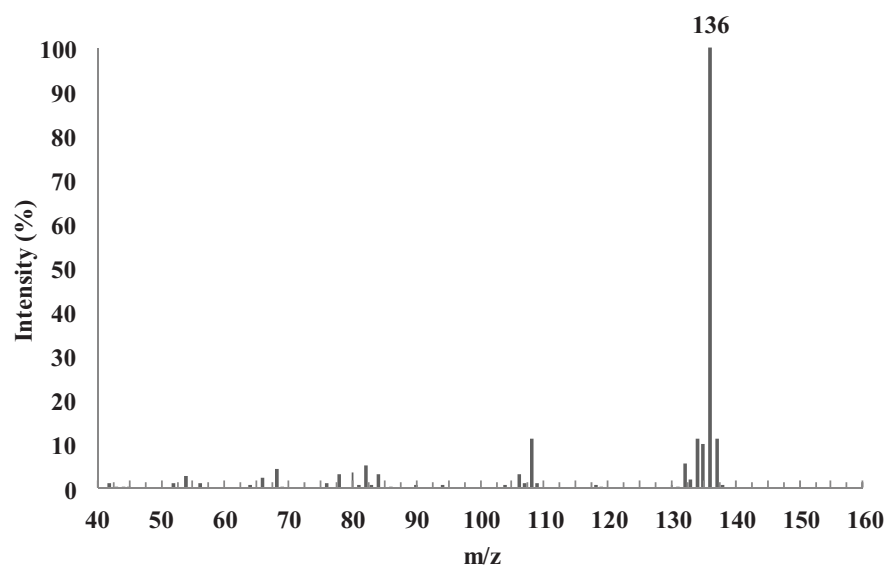


図 6-3 ナフタレン- d_8 のマススペクトル

〔操作ブランク試験〕

操作ブランク試験時に NDMA のピークの極近傍にピークが検出されることがあることを確認した。クロマトグラムを図 7 に示す。このピークは使用している溶媒からは検出されなかったため、AC-2 由来と考えられた。使用前にジクロロメタン 5 mL で洗浄した AC-2 では当該ピークは検出されなかったことから、AC-2 はジクロロメタン 5 mL であらかじめ洗浄後、窒素通気 (0.1 L/min、30 分間) によって溶媒を除いてから使用することとした。

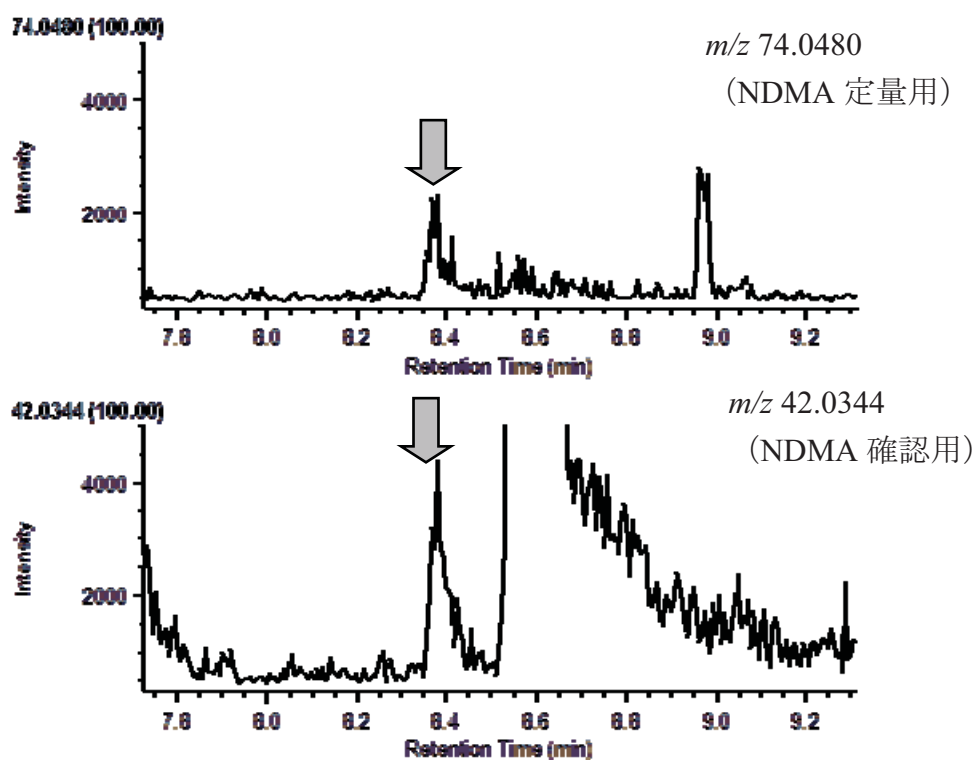


図 7-1 操作ブランク試験におけるクロマトグラムの例 (AC-2 未洗浄)

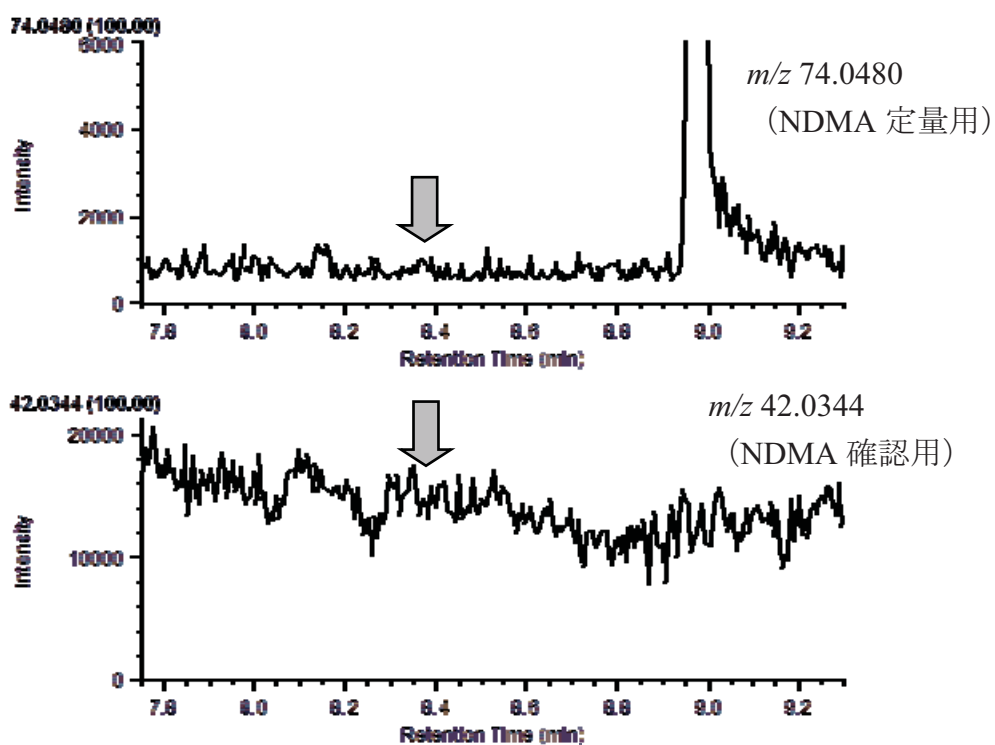


図 7-2 操作ブランク試験におけるクロマトグラムの例 (AC-2 洗浄後)

〔添加回収試験〕

NDMA 25 ng を捕集材入口に設置した石英ウールに添加した AC-2 を用意し、**【試料の採取及び保存等】・【試料の前処理及び試験液の調製】**にしたがって試験液を調製、GC/HRMS により測定した。結果を表 6、クロマトグラムを図 8（無添加試料）及び図 9（添加試料）に示す。NDMA の回収率は 105%、サンプリングスパイク内標準物質の回収率は 102%と共に良好な回収率が得られた。

表 6 添加回収試験結果

物質名	添加量 (ng)	試験数	試料量 (m ³)	検出量 (ng)	検出 濃度 (ng/m ³)	回収率 (%)	変動 係数 (%)	サンプリング スパイク 回収率(%)
NDMA	0	1	2.88	8.1	2.8	-	-	107
	25	5	2.88	34.4	12	105	8.8	102

*環境大気、川崎市、晴れ、平均気温 13℃、平均湿度 80%

〔高温高湿時の添加回収試験〕

高温多湿状態にした乾燥機内の室内空気を採取した試料からは高濃度の NDMA が検出されたため、MDL 試験と同様に 2 連に接続した AC-2 を用いて高温多湿時の添加回収試験を実施した。

予めジクロロメタンで洗浄した AC-2 を 2 連で接続して後段（ポンプ側）の AC-2 に NDMA25 ng 及びサンプリングスパイク 50.0 ng を添加して、気温 38.3℃、相対湿度 80.3%に保った乾燥機の室内空気を 24 時間採取した。**【試料の前処理及び試験液の調製】**にしたがって試験液を調製し、GC/HRMS により測定した結果を表 7 に示す。

高温多湿時においても、良好な回収率が得られた。

表 7 高温多湿時における添加回収試験結果

物質名	添加量 (ng)	試験数	試料量 (m ³)	検出量 (ng)	検出 濃度 (ng/m ³)	回収率 (%)	変動 係数 (%)	サンプリング スパイク 回収率(%)
NDMA	0	2	2.88	不検出	不検出	-	-	99.0
	25	4	2.88	26.0	9.0	104	2.4	105

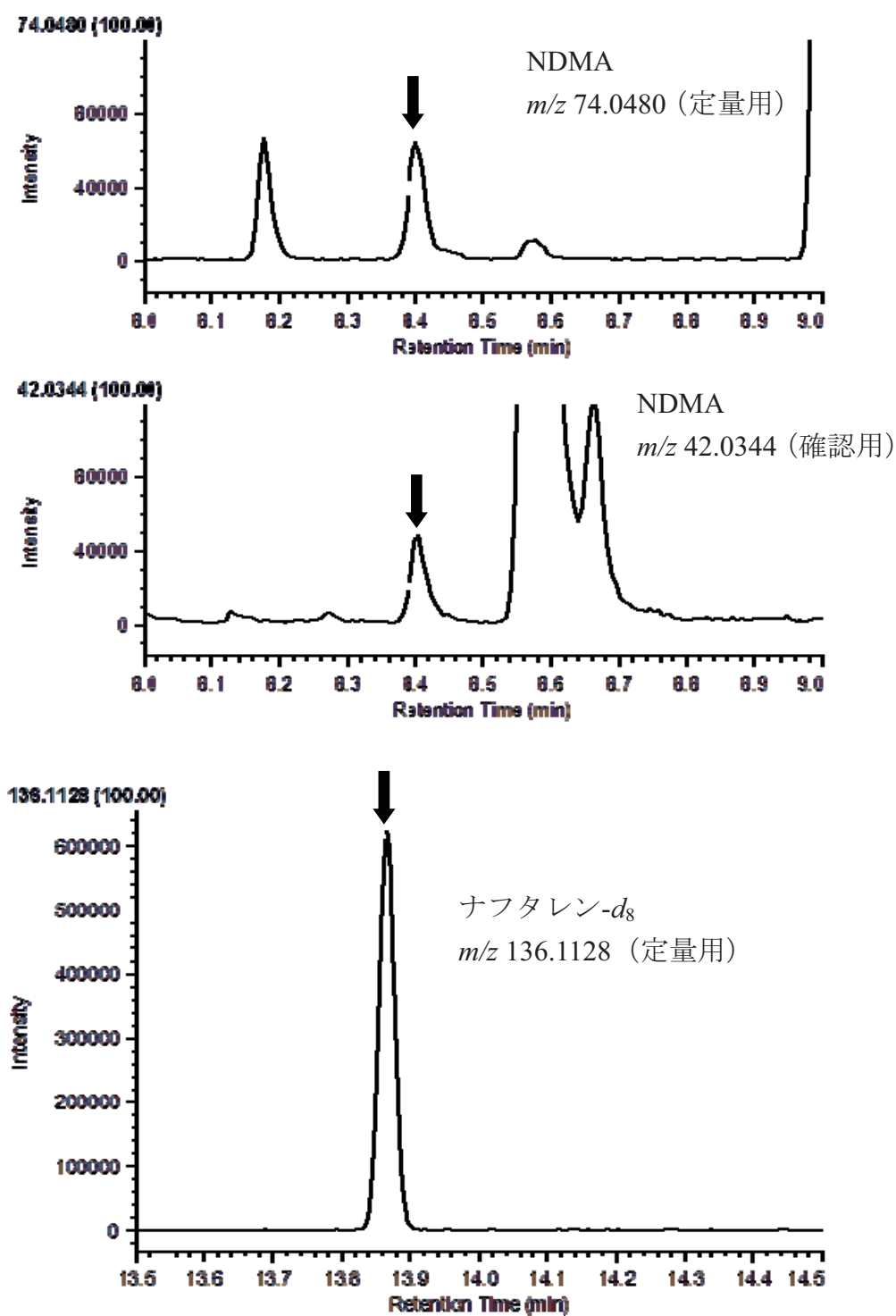


図 8-1 添加回収試験におけるクロマトグラム（環境大気、無添加試料）

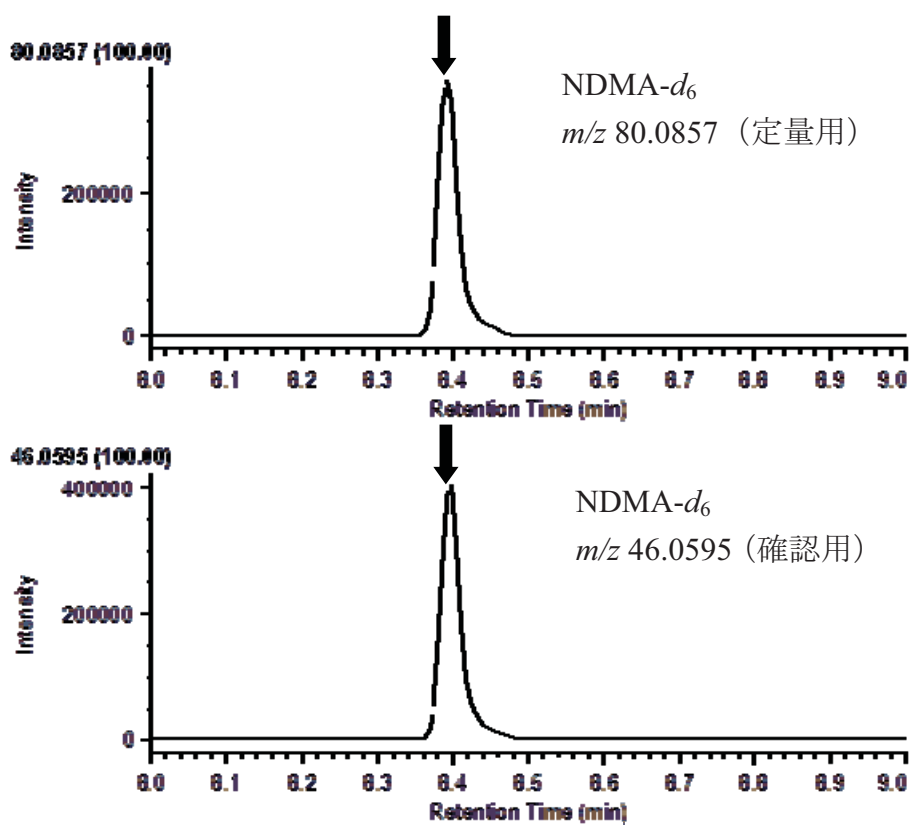


図 8-2 添加回収試験におけるクロマトグラム（環境大気、無添加試料）

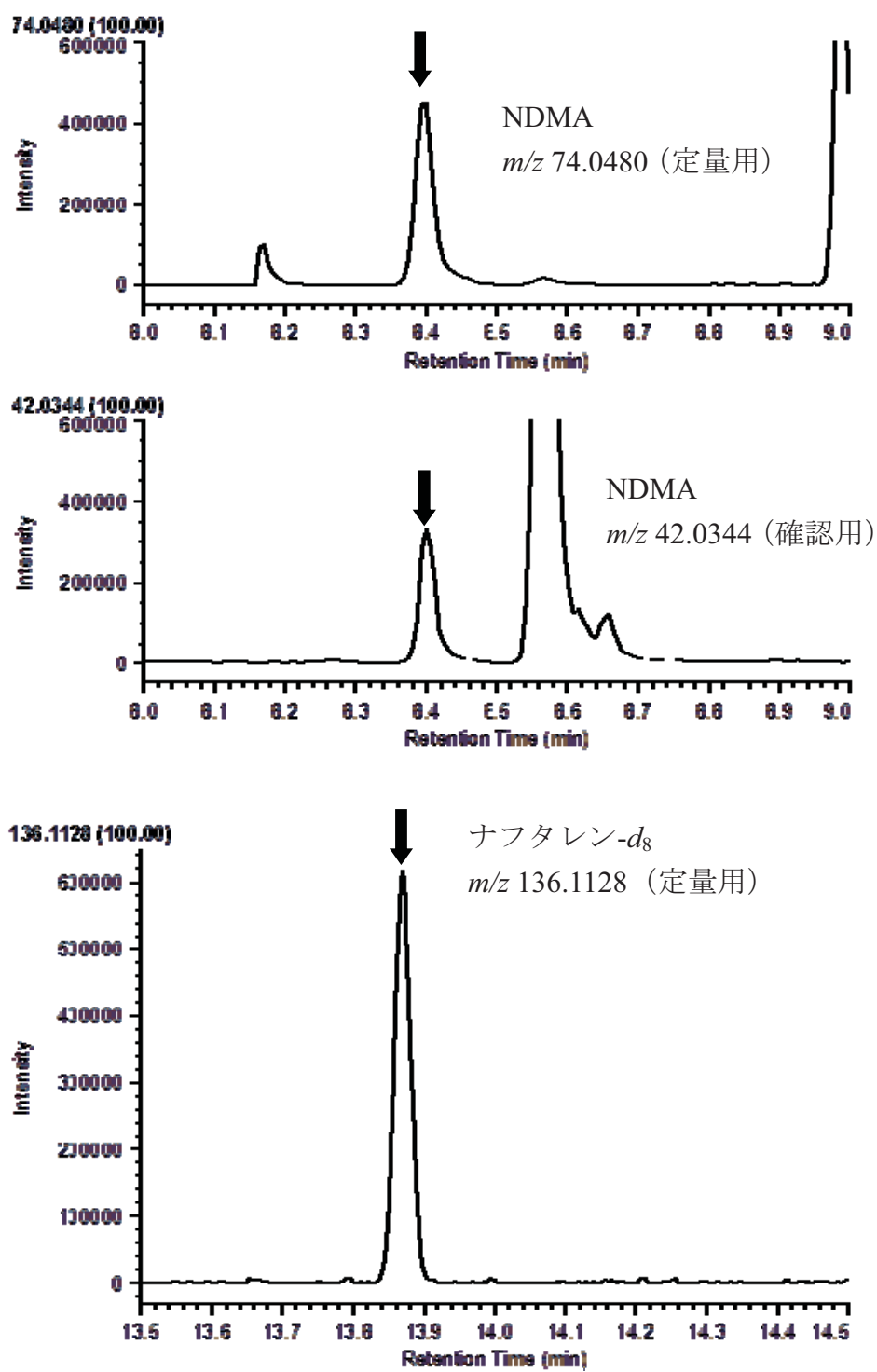


図 9-1 添加回収試験におけるクロマトグラム（環境大気、NDMA 25 ng 添加）

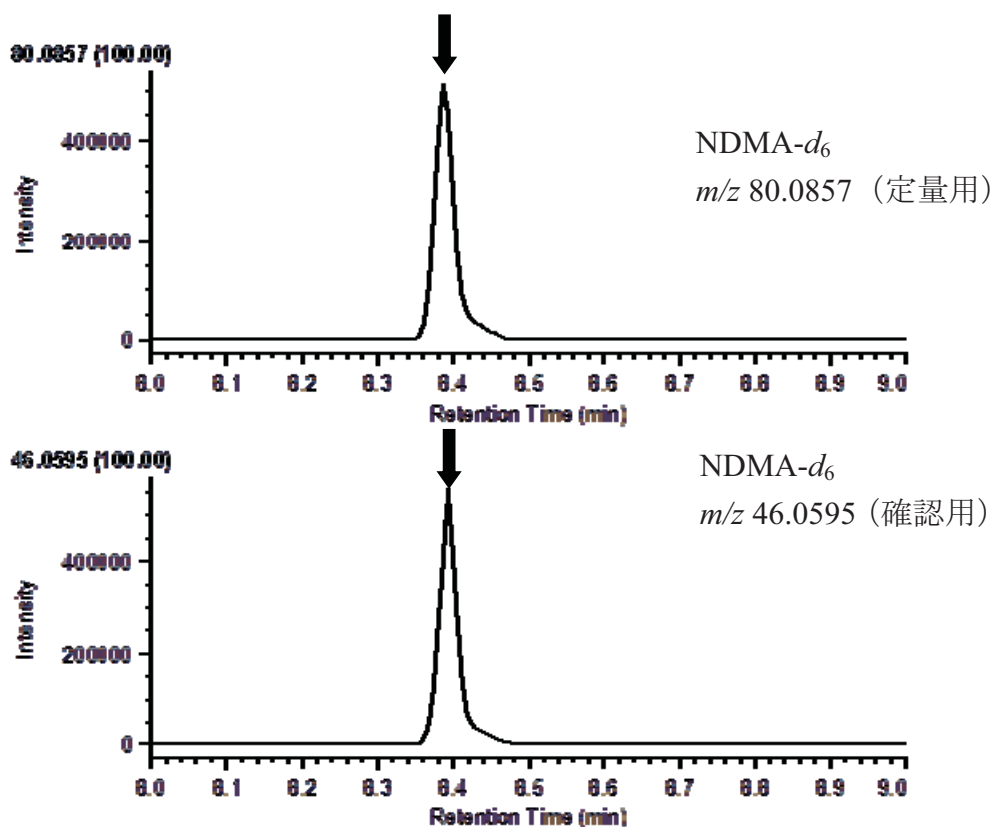


図 9-2 添加回収試験におけるクロマトグラム（環境大気、NDMA 25 ng 添加）

〔保存性試験〕

大気捕集後の AC-2 を密栓後、冷暗所で保存し、保存性試験に用いた。結果を表 8 に示す。捕集剤を冷暗所で保存することにより、NDMA は大気捕集後 7 日間経過した後であっても 90%以上残存することを確認した。

表 8 保存性試験結果

試料	NDMA 添加量(ng)	保存日数	NDMA 検出濃度 (ng/m ³)	残存率 (%)
捕集材	0	0	0.72	100
		7	0.68	93.8

〔捕集材の検討〕

田中宏明(2013)³⁾による水中の NDMA 分析では、AC-2 を用いて捕集し、ジクロロメタンで溶出する手法が報告されている。大気試料でも同様に活性炭系の

固相を用いることで NDMA が捕集できると考えられたため、AC-2 と 3M™ エムポア™ カーボン（直径 47 mm）を検討対象とした。3M™ エムポア™ カーボンはディスク型固相であるため、AC-2 のようなコマ型カラムよりも捕集時の流量を大きくできると考えて選択したが、同一のポンプを使った場合に吸引可能な流量に AC-2 と大きな差は見られなかった。ディスク型固相で流量に違いが見られなかったのは、3M™ エムポア™ カーボンが圧力損失の大きな固相であったためと考えられた。AC-2 は乾燥及び溶出操作がディスク型固相よりも簡便であるため、本検討では AC-2 を捕集材として選択した。

〔洗浄及び溶出方法の検討〕

田中宏明(2013)³⁾による水中の NDMA 分析では AC-2 からジクロロメタン 2 mL で溶出していることから、ジクロロメタンを溶出溶媒として選択した。

溶出操作に必要なジクロロメタン量を決定するため、分画試験を実施した。AC-2 に NDMA を 100 ng 添加し、窒素通気により溶媒を除去した後に、ジクロロメタンを 2 mL ずつ通液し、2～8 mL までの溶出液を得た。2 mL ずつ採取した溶出液を窒素気流下で 0.5 mL 程度まで濃縮し、NDMA-*d*₆ を 100 ng 添加して GC/LRMS で測定した。その結果、最初の 2 mL で NDMA は全量溶出し、4 mL、6 mL、8 mL の溶出液からは NDMA は検出されなかった。したがって、既報と同様にジクロロメタン 2 mL で溶出することとした。

〔捕集時の分解性の確認〕

NDMA はオゾン及び日光によって分解することが指摘^{1,2)}されており、大気捕集中に NDMA が分解する可能性が考えられた。そこで、NDMA-*d*₆ を用いて大気捕集中の分解性の確認を行った。AC-2 に NDMA-*d*₆ を 100 ng 添加して窒素を通気させて溶媒を除いたものに、NDMA-*d*₆ を添加していない AC-2 をポンプ側に接続した。2 つの AC-2 全体をアルミ箔で遮光した状態でポンプに接続し、24 時間環境大気を捕集した。大気捕集後、それぞれの AC-2 を【試料の前処理及び試験液の調製】に示した抽出操作を行い、NDMA-*d*₆ の捕集時における分解性を確認した。その結果、前段（大気側）の AC-2 から NDMA-*d*₆ は 93%回収され、後段に接続した AC-2 からは NDMA-*d*₆ は検出されなかった。以上より、本試験条件では捕集時の NDMA の酸化分解は確認されなかった。なお、Tenax GC を用いて NDMA を捕集した松村ら(1979)¹⁾の報告でも同様に捕集時の分解は確認されなかったと述べている。

〔環境試料の分析〕

環境大気を 24 時間捕集で 3 日間、各 3 試料ずつ採取し、大気中濃度の変化を確認した。その結果を表 9 に、クロマトグラムを図 10 に示す。2015 年 1 月 15

日は降雨があったが、サンプリングスパイク回収率に大きな変化は認められなかった。なお、松村ら(1979)¹⁾は環境大気中から 9～32 ng/m³ 検出されたと報告している（検出限界 9 ng/m³）。

表 9 環境試料分析結果

採取日	平均 気温 (°C)	平均 湿度 (%)	試 験 数	検出濃度 (ng/ m ³)	変動係数 (%)	サンプリング スパイク 回収率(%)
2015/1/13-1/14	6.6	41	3	3.1	9.5	103
2015/1/14-1/15	7.0	56	3	4.1	6.1	108
2015/1/15-1/16	5.9	76	3	1.8	6.5	100

*採取地点：川崎市、13～14 日は晴天、15 日のみ雨天。

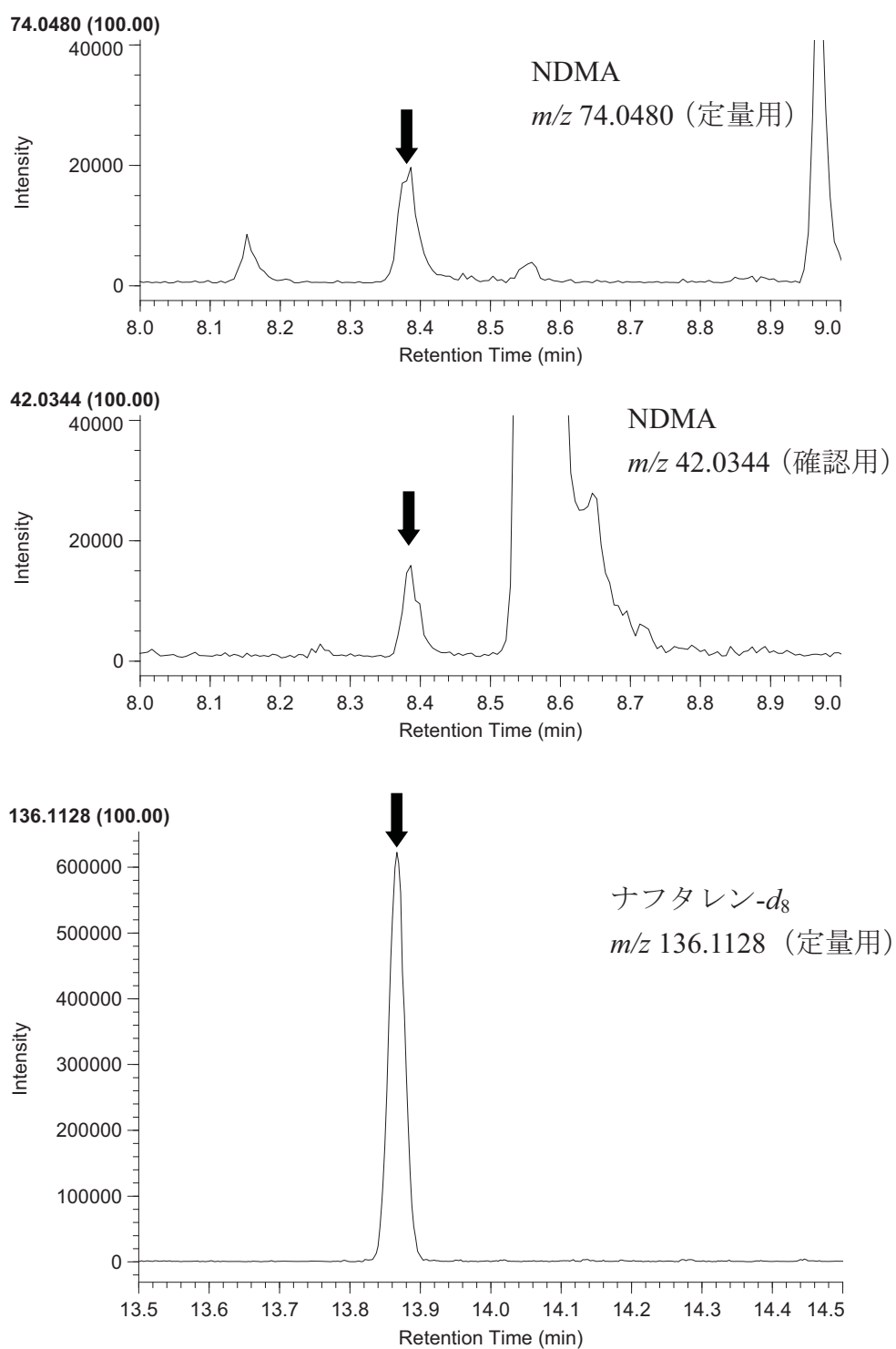


図 10-1 環境試料分析時におけるクロマトグラム (1/15-1/16 採取大気)

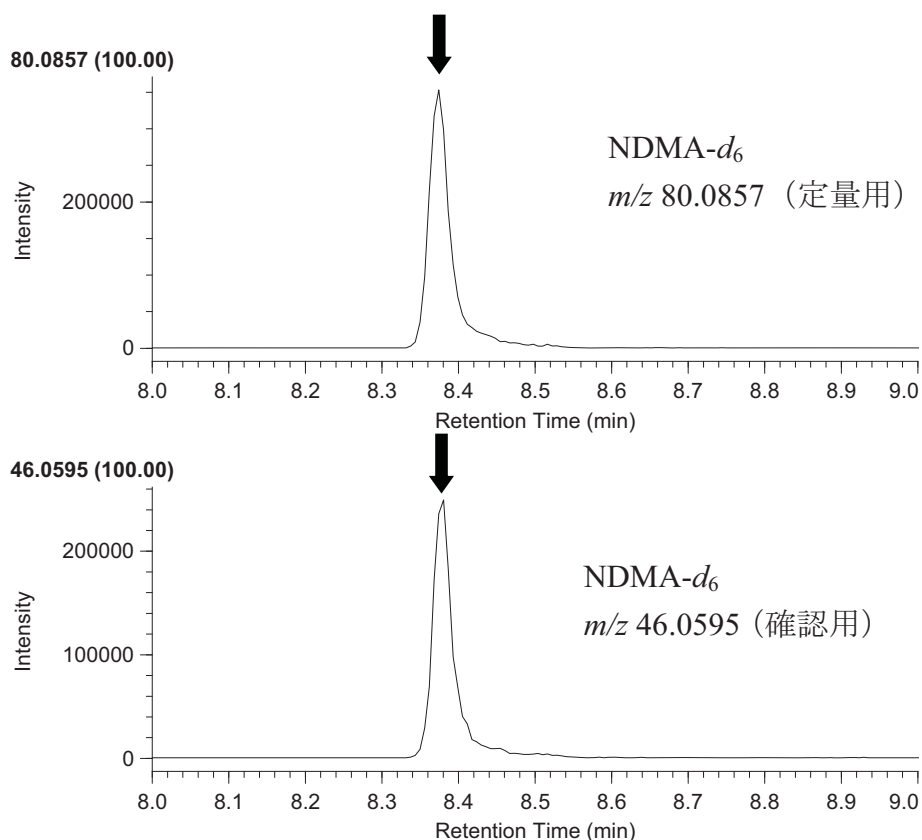


図 10-2 環境試料分析時におけるクロマトグラム (1/15-1/16 採取大気)

【評価】

環境大気中に含まれる NDMA の定量分析法を開発した。MDL は 0.068 ng/m^3 、MQL は 0.17 ng/m^3 であった。検量線は $0.200 \sim 400 \text{ ng/mL}$ の範囲で良好な直線関係が得られた。本分析法により、川崎市の環境大気を用いた添加回収試験での回収率は 105%、サンプリングスパイク回収率は 102% であり、環境大気中から NDMA は $1.8 \sim 4.1 \text{ ng/m}^3$ 検出された。以上より、本分析法によって環境大気中に含まれる 0.07 ng/m^3 レベルの NDMA を検出することが可能であると考えられる。

【参考文献】

- 1) 松村ら：日本化学会誌, 10, 1410-1414 (1979)
- 2) WHO：Concise International Chemical Assessment Document, No38
N-Nitrosodimethylamine (2002)
- 3) 田中宏明：「水道水源淀川水系での都市排水の窒素由来の新たな消毒副生成物の動態に関する研究」(平成 24 年度河川整備基金助成事業)

【担当者連絡先】

所属先名称：一般財団法人 日本環境衛生センター

所属先住所：神奈川県川崎市川崎区四谷上町 10-6

TEL : (044)288-4905 FAX : (044)288-5232

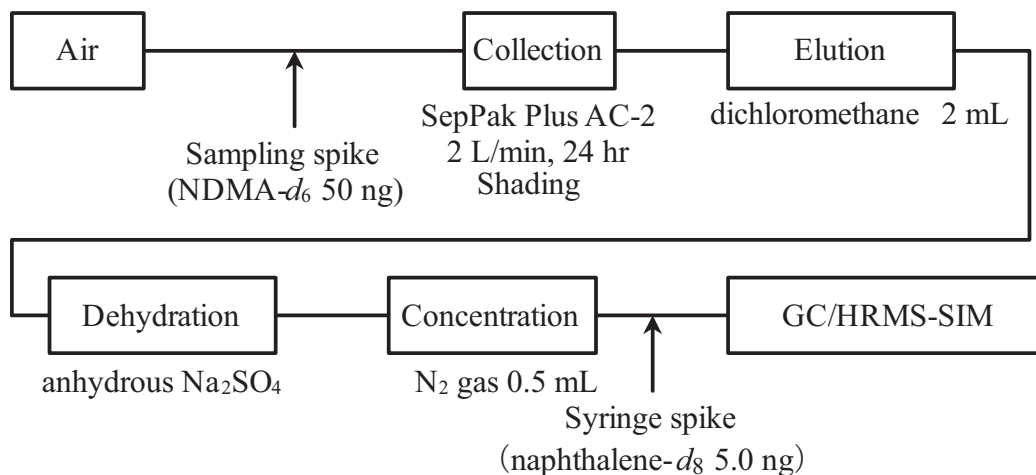
担当者名 : 庄司 貴

E-mail : takashi_shoji@jesc.or.jp

***N*-Nitrosodimethylamine**

An analytical procedure has been developed for the determination of *N*-nitrosodimethylamine in ambient air by gas-chromatography/high-resolution mass spectrometry (GC/HRMS).

Ambient air is drawn through a Sep-Pak plus AC-2 previously added with 50 ng of NDMA-*d*₆ as a sampling spike at a constant flow rate of 2.0 L/min for 24 hr (total volume is 2.88 m³). After collection, the collected substances are extracted into 2 mL of dichloromethane, the extract is dehydrated by anhydrous Na₂SO₄ and concentrated to 0.5 mL, and added with 5.0 ng of naphthalene-*d*₈ as a syringe spike, finally, measured by GC/HRMS. The instrument detection limit (IDL) of *N*-nitrosodimethylamine is 0.032 ng/m³. The method detection limit (MDL) and the method quantification limit (MQL) of *N*-nitrosodimethylamine are 0.068 ng/m³ and 0.17 ng/m³, respectively. The average of recoveries (*n* = 5) from ambient air samples spiked with 25 ng of *N*-nitrosodimethylamine was 105%, where the relative standard deviation was 8.8%. With this method, the concentration of *N*-nitrosodimethylamine in ambient air were in the range of 1.8 - 4.1 ng/m³ in Kawasaki city.



物質名	分析法フローチャート	備考
<i>N</i>-ニトロソジメチルアミン 別名：<i>N,N</i>-ジメチルニトロソアミン、<i>N</i>-メチル-<i>N</i>-ニトロソメタンアミン、<i>N</i>-ニトロソ-<i>N,N</i>-ジメチルアミン、NDMA	【大気】 <pre> graph LR Air[大気] --> Collect[捕集] Spike1[サンプリングスパイク添加 (NDMA-d6 50 ng)] --> Collect Collect -- "SepPak Plus AC-2 2.0 L/min, 24 hr 遮光" --> Extract[溶媒溶出] Extract -- "ジクロロメタン 2 mL" --> Dehydrate[脱水] Dehydrate -- "無水硫酸ナトリウム" --> Concentrate[濃縮] Spike2[シリジンスパイク添加 (ナフタレン-d8 5.0 ng)] --> Concentrate Concentrate -- "窒素気流下 0.5 mL" --> GC[GC/HRMS-SIM] </pre>	分析原理： GC/MS-SIM 検出下限値 【大気】(ng/m³) 0.032 分析条件： 機器 GC：Agilent製 7890 MS：日本電子 製 JMS-700 カラム InertCap Pure WAX (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm)