

平成 27 年度化学物質環境実態調査 (N,N-ジメチルアセトアミド)

山下紗矢香・田辺智子

福岡市保健環境研究所環境科学課

Environmental Survey and Monitoring of Chemicals in FY2015
(N,N-Dimethylacetamide)

Sayaka YAMASHITA and Tomoko TANABE

Environmental Science Section, Fukuoka City Institute of Health and Environment

要約

福岡市では、一般環境中における化学物質の残留状況を把握することを目的に環境省が実施している化学物質環境実態調査に参加している。平成 27 年度は環境リスクが懸念される化学物質について一般環境中のデータ取得を行う初期環境調査として、N,N-ジメチルアセトアミドについて「平成 26 年度化学物質分析法開発調査報告書」に基づき分析条件の検討を行い、博多湾中部海域 C-4 地点の水質について調査を行った。その結果、今回の調査では N,N-ジメチルアセトアミドは検出されなかった。

Key Words : 化学物質環境実態調査 (エコ調査) Environmental Survey and Monitoring of Chemicals, N,N-ジメチルアセトアミド N,N-Dimethylacetamide, ガスクロマトグラフ質量分析計 GC-MS

1 はじめに

福岡市では、環境省が実施している化学物質環境実態調査 (エコ調査) に参加している。エコ調査は、一般環境中における化学物質の残留状況を把握することを目的に実施されており、分析法開発調査、初期環境調査、詳細環境調査およびモニタリング調査から構成されている¹⁾。初期環境調査は環境リスクが懸念される化学物質について、一般環境中で高濃度が予想される地域においてデータ取得することにより「特定化学物質の環境への排出量の把握等及び管理の改善の促進に関する法律 (化管法)」の指定化学物質の指定、その他化学物質による環境リスクに係る施策について検討する際のばく露の可能性について判断するための基礎資料等とすることを目的としており、詳細環境調査は「化学物質の審査及び製造等の規制に関する法律 (化審法)」の優先評価化学物質のリスク評価等を行うため、一般環境中における全国的なばく露評価について検討するための資料とすることを目的としている。また、モニタリング調査は POPs 条約の対象物質およびその候補となる可能性のある物質並びに化審法の特定化学物質および監視化学物質等のうち、環境残留性が高く環境残留実態の推移の把握が必要な物

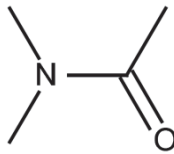
質を経年的にモニタリングすることを目的としている。調査対象物質については、環境省内の各担当部署からの要望物質を中心に選定されており、調査の結果が環境中の化学物質施策に活用されるようになっている。平成 27 年度、福岡市は初期環境調査においてサンプリングから対象物質の分析まで担当し、水質における N,N-ジメチルアセトアミドについて調査を実施したので、その詳細について報告する。

N,N-ジメチルアセトアミドは、反応溶媒や精製溶剤、樹脂溶剤に使用されており、広く流通している。化管法の対象物質が平成 20 年に見直され、新たに第一種指定化学物質となっている。平成 22 年度から平成 26 年度の PRTR データ²⁾によると、全国における届出排出量・届出外排出量合計は 475,787~684,064kg/年で推移しており、届出排出量が約 90%を占めていた。構造および性状等を表 1 に示す³⁾。

環境省より提出された PRTR 排出量データを利用した試料採取地点の選定案によれば、福岡県における N,N-ジメチルアセトアミド排出量は 1,876kg/年であり、全国 17 位と比較的上位であった。また、届出排出量の原単位と届出外排出量の原単位の和を都道府県別に比較したところ、福岡県は全国 8 位と上位であった。以上の理由から、

表1 構造および性状等

N,N-ジメチルアセトアミド	
分子式	C ₄ H ₉ NO
分子量	87.12~87.14
CAS 番号	127-19-5
化管法	第一種
性状	液体
融点	-18.59℃
沸点	163~165℃
水溶解度	1,000,000 mg/L (25℃)
蒸気圧	3.3 hPa (20℃)
分配係数	-0.77
比重	0.9429



今年度は初期環境調査の対象物質 13 物質の中から N,N-ジメチルアセトアミドを調査することとした。

2 実験方法

2.1 調査地点および調査日

調査は平成 27 年 11 月 30 日に実施した。調査地点は福岡市内における一般環境の代表地点として博多湾中部海域 C-4 地点とし、表層水のサンプリングを行った。調査地点を図 1 に示す。

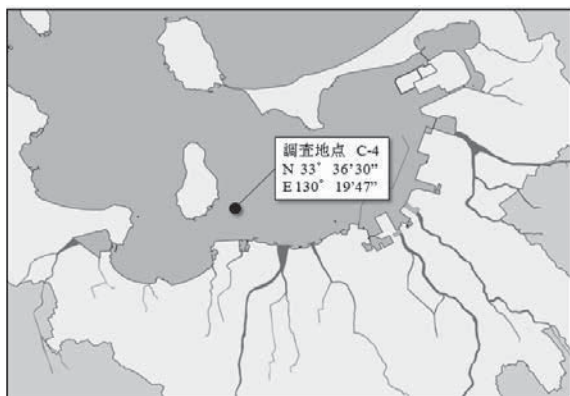


図1 調査地点図

2.2 試薬等

2.2.1 標準品

標準品は関東化学製、サロゲート内標準物質 (N,N-ジメチルアセトアミド-d₉) は CDN isotopes 製, シリンジスパイク内標準物質 (4-ブロモフルオロベンゼン) は関東化学製を使用した。

2.2.2 その他の試薬

酢酸エチル：関東化学製 残留農薬・PCB 用

メタノール：関東化学製 残留農薬・PCB 用

硫酸ナトリウム：和光純薬工業製 残留農薬・PCB 用

固相カートリッジ：Waters 製 Sep-Pak AC-2

2.3 装置および測定条件

GC-MS の GC 部は Agilent 製 6890N, MS 部は日本電子製 JMS-Q1000GC を使用した。GC-MS の測定条件を表 2 に示す。

表2 GC-MS 測定条件

パラメータ	測定条件
カラム	ThermoFisher Scientific 製 TR-WAX (30m×0.25mm, 0.25μm)
カラム温度	50℃ (5min)-3℃/min-80℃ -5℃/min -100℃-25℃/min-200℃ (3min)
注入口温度	150℃
インターフェース温度	200℃
イオン源温度	200℃
注入方法	スプリットレス (パージ開始時間 1.0min)
注入量	1 μL
キャリアガス	He (1.0 mL/min)
モニターイオン	定量(m/z) 確認(m/z)
N,N-ジメチルアセトアミド	87 72
N,N-ジメチルアセトアミド-d ₉	96 50
4-ブロモフルオロベンゼン	174 95

2.4 分析法

分析法は「平成 26 年度化学物質分析法開発調査報告書³⁾」に準拠して行った。水質試料 100mL にサロゲート内標準液 (N,N-ジメチルアセトアミド-d₉ 標準液 2.0mg/L, メタノール) を 50μL 添加し,十分に混和した。あらかじめ酢酸エチル 10mL, メタノール 10mL および超純水 10mL でコンディショニングした固相カートリッジ (Waters 製 Sep-pak AC-2) に毎分 20mL の流速で通水し, 試料通水後, 超純水 10mL で容器を洗い, これも通水した。固相カートリッジを遠心分離 (3000rpm, 20min) で脱水し, さらに吸引 (30min) により脱水した。固相カートリッジにバックフラッシュアダプターを取り付け, 試料の通水方向とは逆方向から酢酸エチル 2mL で溶出した。シリンジスパイク内標準液 (4-ブロモフルオロベンゼン標準液 2.0mg/L, 酢酸エチル) を 50μL 添加し, 酢酸エチルで 2.0mL に定容した。無水硫酸ナトリウムを添加し, 脱水したものを GC-MS で測定した。分析フローを図 2 に示す。

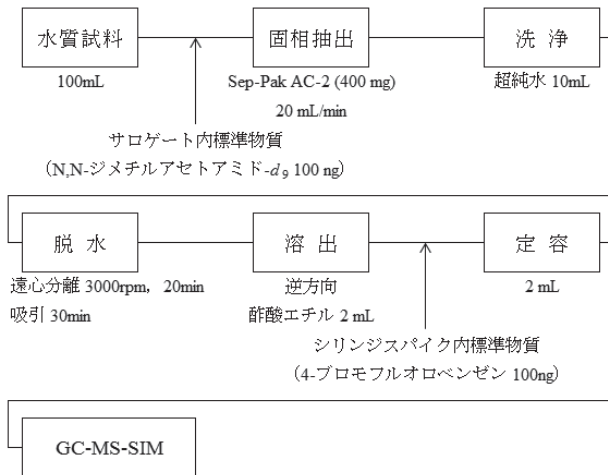


図2 分析法フローチャート

3 実験結果および考察

3.1 装置検出下限値 (IDL)

「化学物質環境実態調査実施の手引き（平成 20 年度版）⁴⁾」に準拠し、濃度 2.0 $\mu\text{g/L}$ の標準溶液を 7 回繰り返し GC-MS に導入して分析し、サロゲート内標準法により IDL を求めた。IDL の結果を表 3 に、測定時のクロマトグラムを図 3 に示す。平成 26 年度化学物質分析法開発調査報告書では IDL 0.63 $\mu\text{g/L}$ となっており、今回はそれを満足していた。

表 3 装置検出下限値(IDL)

平均値 ($\mu\text{g/L}$)	変動係数 (%)	IDL ($\mu\text{g/L}$)	IDL 試料換算値 ($\mu\text{g/L}$)	S/N 比
2.4	1.8	0.16	0.0032	12

n=7

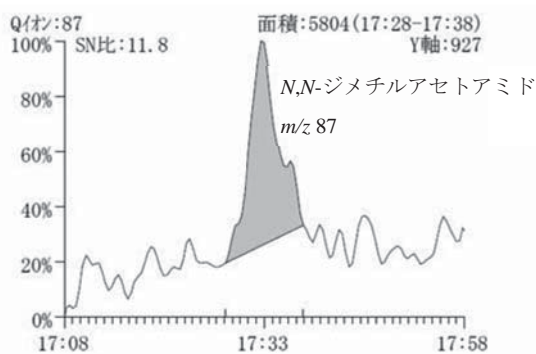


図3 IDL測定時クロマトグラム

3.2 測定方法の検出下限値 (MDL) および定量下限値 (MQL)

N,N-ジメチルアセトアミドが不検出の環境試料(海水)に標準物質を 0.15 $\mu\text{g/L}$ となるように添加し、前処理から GC-MS による測定までを 7 回繰り返し、MDL および MQL を求めた。結果を表 4 に、測定時のクロマトグラムを図 4 に示す。平成 26 年度化学物質分析法開発調査報告書では MDL 0.012 $\mu\text{g/L}$, MQL 0.031 $\mu\text{g/L}$ となっており、今回の結果はそれを満足していた。

表 4 測定方法の検出下限値(MDL)および定量下限値 (MQL)

平均値 ($\mu\text{g/L}$)	変動係数 (%)	MDL ($\mu\text{g/L}$)	MQL ($\mu\text{g/L}$)	サロゲート 回収率 (%)
0.19	1.6	0.012	0.030	94

n=7

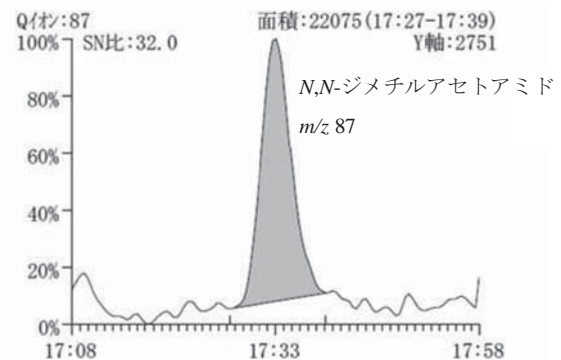


図4 MDL測定時クロマトグラム

3.3 添加回収試験

N,N-ジメチルアセトアミドが不検出の環境試料(海水)および標準物質を 0.30 $\mu\text{g/L}$ となるように添加した試料について前処理から GC-MS による測定を行った。結果を表 5 に、測定時のクロマトグラムを図 5 に示す。*N,N*-ジメチルアセトアミドの回収率が 100%、サロゲート回収率が 100%と良好な結果であった。

表 5 添加回収試験

平均値 ($\mu\text{g/L}$)	変動係数 (%)	回収率 (%)	サロゲート 回収率 (%)
0.30	2.3	100	100

n=7

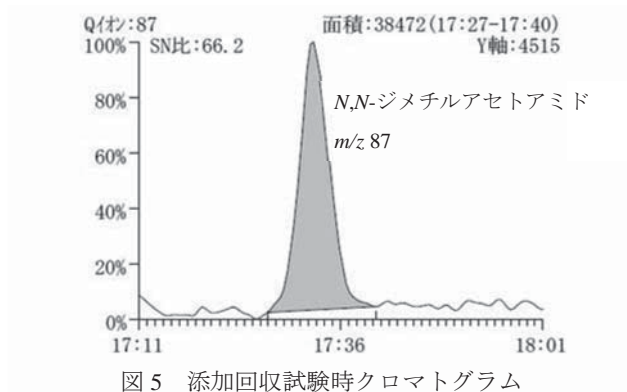


図5 添加回収試験時クロマトグラム

3.4 試料測定結果

博多湾中部海域 C-4 地点でサンプリングを行った水質試料について分析を行った結果, *N,N*-ジメチルアセトアミドは検出されなかった. 測定時のクロマトグラムを図6に示す.

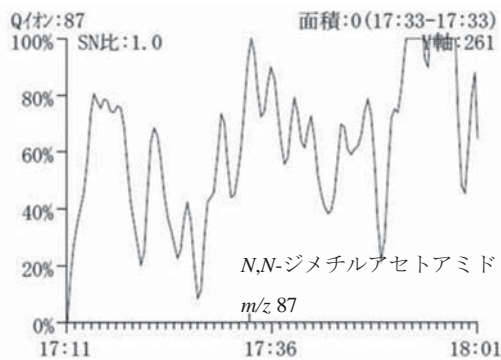


図6 C-4 測定時クロマトグラム

3.5 考察

平成 26 年度の PRTR データによると, 福岡県内における *N,N*-ジメチルアセトアミドの排出届出事業所は 5 事業

所存在した. そのうち, 3 事業所は北九州市に, 残り 2 事業所は大牟田市および築上郡にあり, 福岡市内には *N,N*-ジメチルアセトアミドの届出事業所は存在しなかった. 博多湾中部海域 C-4 地点において *N,N*-ジメチルアセトアミドが検出されなかったことから, 福岡市周辺の地域において排出届出事業所以外で調査地点に影響を及ぼすような排出源は存在しないと考えられる.

4 まとめ

N,N-ジメチルアセトアミドの分析法について検討を行い, 博多湾中部海域 C-4 地点において *N,N*-ジメチルアセトアミドの分析を行った. その結果, *N,N*-ジメチルアセトアミドは検出されなかった. 結果については, 環境省で取りまとめ, 今後の施策検討に活かされる.

なお, この調査は平成 27 年度化学物質環境実態調査委託業務として実施した.

文献

- 1) 環境省環境保健部環境安全課: 平成 27 年度版化学物質と環境, 2016
- 2) 環境省: PRTR インフォメーション広場集計結果概要, <http://www.env.go.jp/chemi/prtr/result/gaiyo.html>
- 3) 環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課: 化学物質と環境 平成 26 年度化学物質分析法開発調査報告書, 71-94, 2015
- 4) 環境省総合環境政策局環境保健部環境安全課: 化学物質環境実態調査実施の手引き (平成 20 年度版), 2009