

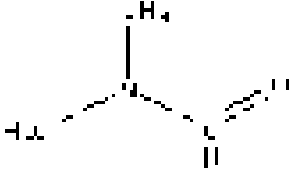
N,N-ジメチルホルムアミドの
測定・分析手法に関する検討結果報告書

1. はじめに

N,N-ジメチルホルムアミド (N,N-Dimethylformamide: DMF) は、人工皮革またはウレタン系合成皮革、スパンデックス繊維、分析化学用及び有機溶剤用の溶媒、触媒、各種ポリマーの溶媒等に多用されている¹⁾。わが国の生産量は2012年では50,000トンと推定されている¹⁾。表1にDMFの物理化学的性質と有害性GHS情報を要約した。DMFは、GHS分類では、眼に対する重篤な損傷性/眼刺激性 区分1、発がん性 区分1B、生殖毒性 区分1B、標的臓器/全身毒性 (単回ばく露) 区分1 (肝臓) と区分2 (呼吸器)、標的臓器/全身毒性 (反復ばく露) 区分1 (肝臓) に分類される有害化学物質である。また、国際的な機関によって勧告されているDMFの職業性ばく露限界値(OEL)を示した (表1)。DMFのOELは、ACGIHが10 ppm (TWA)²⁾を、日本産業衛生学会が10 ppm³⁾を、米国のNIOSHとOSHAが10 ppm^{4, 5)}を勧告しているが、ドイツは、10 ppmよりも低い値である5 ppm (MAK値)を勧告している⁶⁾。また、DMFは経皮吸収率の高い物質として知られ、OEL値には経皮吸収性[skin]が付記されている²⁻⁶⁾。特に、DMFの経皮吸収性が高いことから、DMFを取り扱う労働者のDMFばく露の評価にはDMFの気中ばく露濃度の測定とともに尿中代謝物 N-Methylformamide (NMF) 及び N-acetyl-S(N-methylcarbamoyl)-cysteine (AMCC)の測定も必要であると報告されている^{7, 8)}。また、IARCを含む国際機関が公表しているDMFの発がん分類を示した (表1)。厚生労働省は、日本バイオアッセイ研究センターにおける2年がん原性試験によって肝臓腫瘍がみられたことから、DMFを安衛法第28条第3項に基づく健康障害予防指針(発がん物質)の対象物質に指定しており⁹⁾、日本産業衛生学会もDMFの発がん性を第2群Bに分類している³⁾。しかし、IARC、NIOSH、ACGIHはDMFの発がん性を認めていない^{4, 5)}。

本報告書では、日本産業衛生学会の許容濃度 10 ppmを二次評価値として採用し、労働者の個人ばく露濃度を評価するために4時間にわたる気中DMF蒸気の採取 (吸引速度0.1 L/min) によって、二次評価値 10 ppmの1/1,000を目標濃度 (0.01 ppm、定量下限) として設定し、二次評価値の2倍の濃度(20 ppm)と目標濃度(0.01 ppm)の間に直線性の検量線が成立する定量分析法を開発することを目的とした。作業環境気中のDMF分析法では、DMFの管理濃度10 ppmが設定され、10分間の短い捕集時間(吸引速度 0.1 L/min)に気中サンプリングし、10 ppmの1/10の濃度の気中DMFを定量し得る捕集及び分析法が開発されている^{10, 11)}。本研究で開発されたGC-MS (Gas chromatograph-Mass spectrometer)分析法は、作業環境中のDMF分析に適用し得ることを確認することも本報告書の目的とした。

表1 N,N-ジメチルホルムアミド (DMF)の物理化学的性状

CAS No.	68-12-2	
別名	Formyldimethylamine	
用途	人工皮革またはウレタン系合成皮革スパンデックス繊維、分析化学用及び有機溶剤用の溶媒、触媒、各種ポリマーの溶媒等	
構造式	 <chem>CN(C)C=O</chem> C_3H_7NO	
分子量	73.09	
物性	比重	0.9445 (25/4)
	沸点	153
	融点	-61
	蒸気圧	3.7 mmHg at 25
	形状	液体
許容濃度等	日本産業衛生学会	10 ppm (30 mg/m ³) [skin] 経皮吸収性
	OSHA	TWA 10 ppm (30 mg/m ³) [skin]
	NIOSH	TWA 10 ppm (30 mg/m ³) [skin]
	ACGIH	10 ppm (TWA) [skin]

2. 文献調査

作業環境測定ガイドブック^{10, 11)}では直接捕集法が、OSHA Method no 66¹²⁾ (ヤシガラ活性炭)とNIOSH Manual 2004¹³⁾ (シリカゲル)では固体捕集法が確立されていることが文献調査から確認された。

3. 捕集および分析条件

3-1. 捕集方法

本報告書では、OSHA Method no 66¹²⁾ (ヤシガラ活性炭を用いた固体捕集法)に準拠し、即ち、球状活性炭を捕集材として用いた固体捕集方法を用いた。ミニポンプで作業環境空気を吸引した後、ガスクロマトグラフ法の代わりにGC-MS分析法を採用した。

具体的な捕集方法は下記とした。

サンプラー：ガラス管に球状活性炭400 mgと200 mgを2層充填した (ガステック製258A) 構造。長さ100 mm、外径6 mm、内径4 mm、第1層の前部にガラスウール及び第2層の前後にウレタンが充填されている。

測定範囲：0.01 ~ 20 ppm (目標濃度(二次評価値の1/1,000)~二次評価値×2)、二次評価値 10 ppm、日本産業衛生学会のDMF許容濃度を二次評価値として採用)

サンプラーに捕集されるDMF量：0.717 µg ~ 1433.7µgと設定される。

サンプリング流量：0.10 L/min

サンプリング時間：最大4時間（採気量：最大24 L）

3 - 2 . 検出方法の選択

作業環境測定ガイドブック5 No.5030¹¹⁾(直接捕集法)、NIOSH Manual 2004¹³⁾では、GCの検出器としてFID (flame ionization detector)が、OSHA Method no 66¹²⁾ではNPD(nitrogen / phosphorus detector)が採用されているが、本方法ではGC-MSを用いてGCで分離したピーク成分をMSで同定した。

3 - 3 - 1 . 試料の前処理

脱着用溶媒のアセトン2.0mLを加えた共栓小試験管を2本用意し、DMFを吸着させた活性炭管の前層と後層の活性炭(およびガラスウール)を別々に取り出し、上述の試験管に入れ、すばやく密栓した。これをときどき振とうし、約1時間放置して、上澄液をGC-MS分析に供した。

3 - 3 - 2 . GC-MS分析条件

キャピラ - リカラムをGC恒温槽内に取り付け、十分にエージングした。ガスクロマトグラフを分析条件に合わせて運転した。

最終試料液1.0 μLをオートサンブラ - でガスクロマトグラフに導入し、得られるクロマトグラム上の測定対象物質のピーク面積を測定し、検量線を用いて最終試料液中の測定対象物質濃度を求めた。尚、定量イオンは m/z 73、確認イオンはm/z 44及びm/z 42とした。

環境空气中濃度の計算は下記の式で行った。

$$C = c \times 2.0 \times \frac{24.47}{73.08} \times \frac{1}{Q} \times \frac{1}{\epsilon}$$

C:環境空气中のN,N-ジメチルホルムアミド濃度 (ppm)

c:最終試料液中のN,N-ジメチルホルムアミド濃度 (μg/ml)

Q:吸引試料空気量 (L)

ε:脱着率

決定した分析条件を下記(表2)に示した。

表2 GC-MSの分析条件

装置	6890N Net Work System (Agilent Technologies 製)
カラム	DB-624 (0.32 mm×60 m 膜厚 1.8 μm) (J&W 製)
注入法	スプリット (40:1)
注入量	1 μL
キャリアガス	He (1.0 mL/min)
注入口温度	200
オ - プン温度	80 (2分)-10 /min-200 (2分)
インタ - フェイス温度	250
イオン源温度	220
四重極温度	160
EM電圧	(相対) 2000V
定量イオン (確認イオン)	m/z 73 (m/z 44、m/z 42)

4 . ブランク

脱着溶媒および捕集材のブランクの確認を行ったところ、DMFは認められなかった。

5 . クロマトグラム

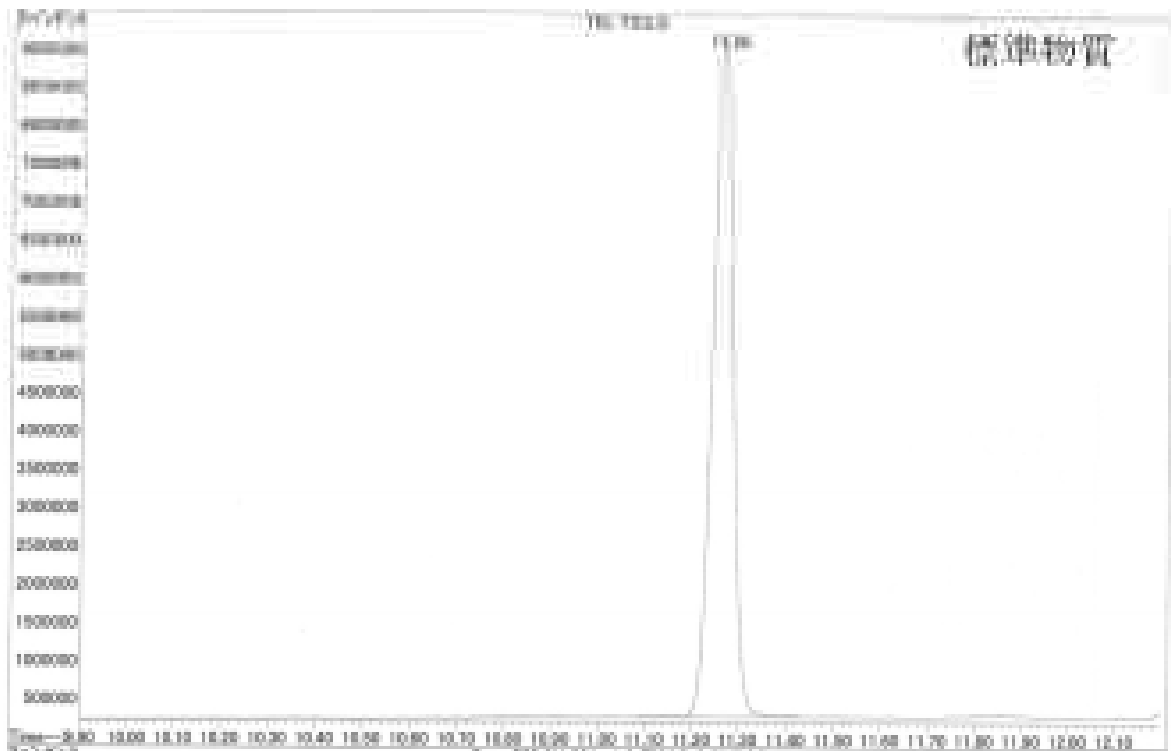


図1-1 GC-MSによるDMFのTIC (Total Ion Chromatogram)

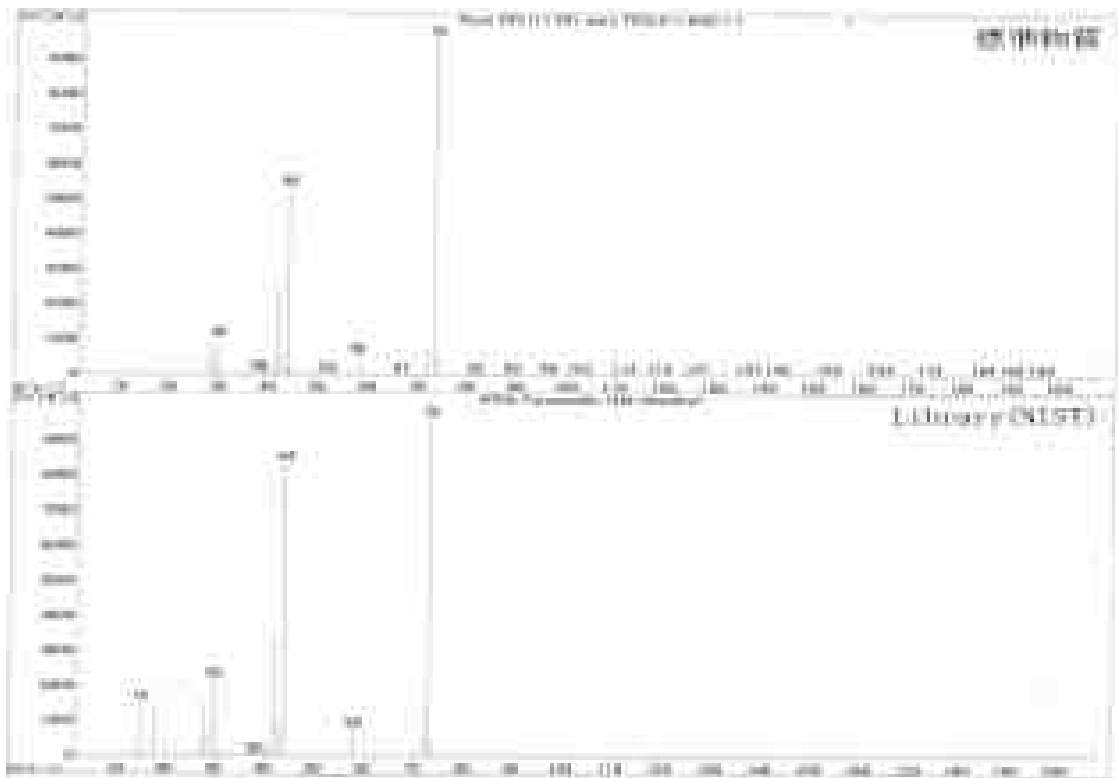


図1-2 DMFのSIM質量スペクトル

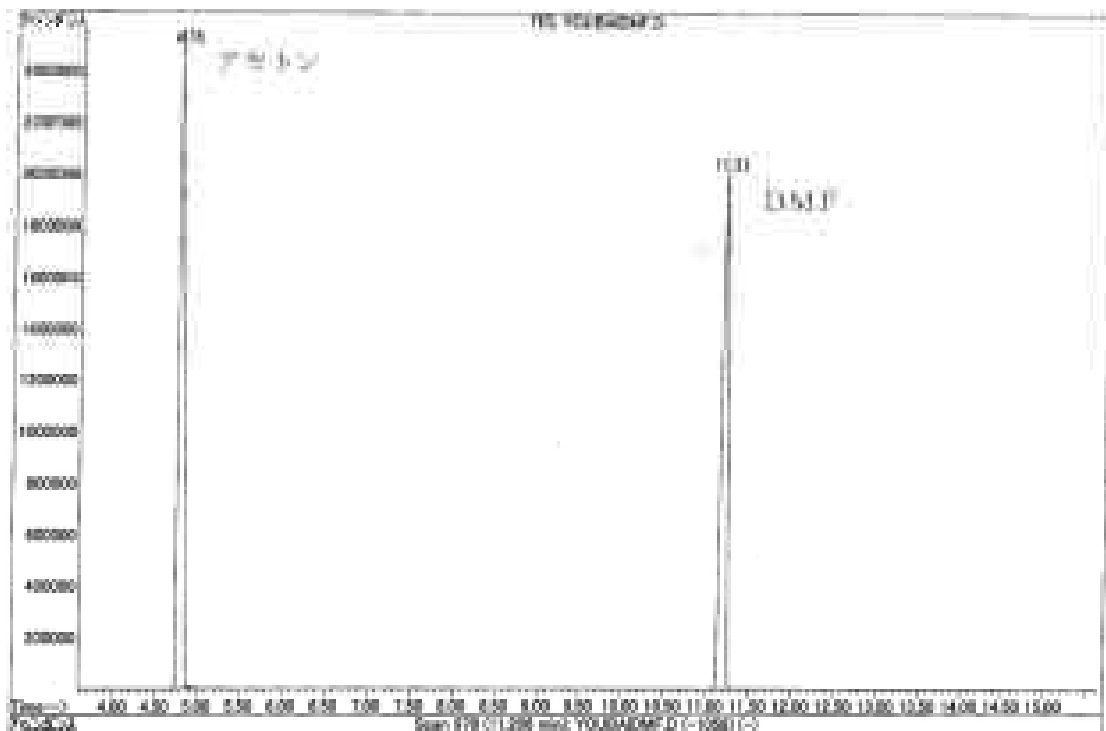


図1-3 GC-MSによるアセトンとDMFのTIC (Total Ion Chromatogram)

DMFはTIC (total ion chromatogram) とマススペクトルデータより、約11.3分に大きなピークとして確認された。また、球状活性炭管に捕集されたDMFをアセトンで抽出した溶液のTICを図1-3に示す。このクロマトグラムでは溶媒として用いたアセトンとDMFが明らかに分離していることが分かった。

6 . 検量線

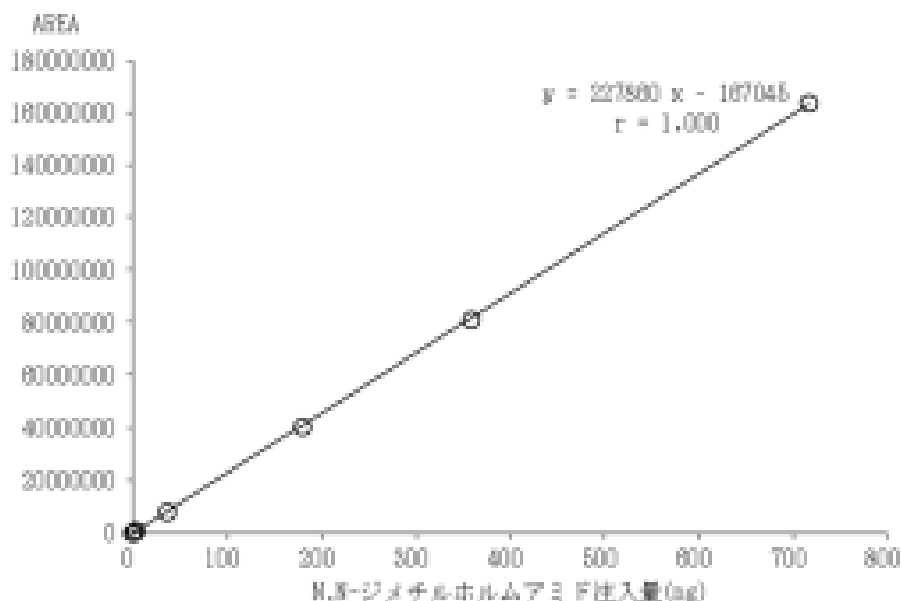


図2 DMF検量線（注入量0～716.9 ng）

DMF標準液をアセトンにより希釈し、0～716.9 µg/mLの範囲で標準系列を調製し、検量線の直線性について確認を行った。その結果、当該範囲で良好な直線性を示した（図2、表3）。

表3 DMFの標準系列（0～716.9 µg/mL）

N,N-ジメチルホルムアミド濃度 (µg/ml)	4時間捕集としての濃度 (ppm)	相当の濃度	AREA		
			m/z 73	m/z 44	m/z 42
716.9	20	2次評価値 × 2	163585061	77353464	37187459
358.4	10	2次評価値	80875702	38361685	18509397
179.2	5	2次評価値 / 2	40271753	19163951	9200845
35.8	1	目標濃度 × 100	8092689	3951332	1885827
3.58	0.1	目標濃度 × 10	833086	423079	192806
0.36	0.01	目標濃度	89728	53060	22168
0.00	0.00	ブランク	0	0	0

7. 検出下限および定量下限

検出下限（LOD）は目標濃度（2次評価値の1/1,000）の標準液を5サンプル分析して標準偏差（SD）を算出し、SDの3倍を検出下限値とした。LOQ（µg/sample）は目標濃度値の標準液を5サンプル分析し、その標準偏差（SD）を算出し、SDの10倍を定量下限値とした。得られた標準偏差から検量線を用い、次式より検出下限および定量下限を求めた。

$$\text{検出下限 (µg/mL)} = 3SD / a$$

$$\text{定量下限 (µg/mL)} = 10SD / a$$

aは検量線の傾き

その結果、検出下限および定量下限は表4に示すとおりとなった。

表4 検出下限 (LOD) 及び定量下限 (LOQ)

直線範囲 (ng)	0.36 ~ 716.9
相関係数	1.000
LOD ($\mu\text{g/sample}$)	0.180
LOQ ($\mu\text{g/sample}$)	0.600

また、添加回収試験の結果から、本法の定量下限は0.600 $\mu\text{g/sample}$ であったため、個人ばく露測定 (24 L採気) の定量下限値は、8.38 ppb (0.00838 ppm)となった (表5)。

表5 測定法の定量下限

評価項目	定量下限	
N,N-ジメチルホルムアミド量	0.300	($\mu\text{g/mL}$)
24 L 採気時の気中濃度	8.38	(ppb)

8. 破過および添加回収率(通気試験)

活性炭管にDMFアセトン溶液 (71.7 $\mu\text{g/mL}$ 、0.717 mg/mL、71.7 mg/mL、143.4 mg/mL) を10 μL 添加後 (各々n=5) 室内空気 (25.0、40.0%) を流速0.1 L/minで240分間吸引し、4の冷蔵庫にて12時間保存し、分析を行った。添加回収率は90.4%~99.3%であった (表6)。なお、今回の検討に用いたサンプラーの2層目およびBlankからはDMFは検出されなかった。

表6 添加回収率

N,N,-ジメチルホルムアミドとしての添加量 (μg)	4時間捕集としての濃度 (ppm)	相当の濃度	回収率 (%) (n = 5)		RSD (%)
			Mean	SD	
0.717	0.01	目標濃度	96.7	3.8	4.0
7.17	0.1	目標濃度 $\times 10$	99.3	5.4	5.5
716.9	10	2次評価値	96.7	3.3	3.4
1433.7	20	2次評価値 $\times 2$	90.4	1.8	2.0

9. 保存性

活性炭チューブ (球状活性炭) に、DMF標準液 (71.7 $\mu\text{g/mL}$ 、71.7 mg/mL、143.4 mg/mL) を添加 (10 μL) し、室内空気 (25.0、40.0%) を流速0.1 L/minで30分間吸引した後、速やかに両端にキャップをし、冷蔵保存した。そして、捕集直後を基準として、0, 1, 3, 5日目の保存安定性を確認した (表7)。5日間の保存でも、添加回収率は90%以上であり、良好な保存安定性を示した。

表7 保存安定性

N,N,-ジメチルホルムアミドとしての添加量 (μg)	4時間捕集としての濃度 (ppm)	相当の濃度	保存日数	回収率 (%) (n = 5)		RSD (%)
				Mean	SD	
0.717	0.01	目標濃度	0	94.8	1.9	2.0
			1	91.9	5.9	6.4
			3	90.5	4.9	5.4
			5	92.6	4.7	5.1
716.9	10	2次評価値	0	99.3	5.4	5.5
			1	93.6	6.3	6.7
			3	93.7	5.6	6.0
			5	90.9	4.8	5.3
1433.7	20	2次評価値 × 2	0	96.7	3.3	3.4
			1	95.0	5.2	5.5
			3	95.7	8.8	9.2
			5	90.0	5.5	6.1

10. まとめ

10-1. 個人ばく露濃度測定法

本分析法では、作業環境測定ガイドブック5 No.5030¹¹⁾ (直接捕集法)、OSHA Method no 66¹²⁾、NIOSH Manual 2004¹³⁾ を参照して、DMF取り扱い作業場で働く作業者のDMF個人曝露濃度および作業環境気中 (作業環境管理のための) のDMF濃度を定量する方法を検討した。本分析法の特徴は、球状活性炭を用いる固体捕集法とGC-MS法を用いることである。

OSHA Analytical Method no 66¹²⁾ではヤシ殻活性炭を用いた固体捕集方法が用いられているが、本法では球状活性炭を用いた。球状活性炭は、表面積もより大きく、安定した吸着力を示すと言われ、活性炭を2つの層 (前層と後層) に分かれた管に封入し、前層400 mg、後層200 mg と多いため、より広い濃度範囲の対応が可能であると報告されている^{14, 15)}。また、植木ら¹⁶⁾によれば、球状およびヤシ殻活性炭のDMF吸着能および溶媒脱着率に有意な差は認められないと報告している。

また、本分析法では、GC-MSを用いているため、他の有機溶剤物質等の共存物質との分離をキャピラリーカラムによる保持時間、および標準物質質量スペクトルのイオン強度比の一致性から試料を同定し、DMFは正確に分離定量されると結論付けられた。

本報告書では、球状活性炭を用いた固体捕集法における定量下限値は、24 L採気(吸引速度は0.1 L/min)では、8.38 ppb (0.00838 ppm)であり、4時間の個人ばく露濃度測定では、目標濃度(0.01 ppm)まで測定可能であった。高濃度の領域では、2次評価値の2倍のDMF濃度(20 ppm)までの定量分析が可能であることを確認した。また、保存は冷蔵(4)にて5日間保存可能であった。

DMF取り扱い作業者の個人曝露を評価する分析法として、OSHA Analytical Method no.66¹²⁾とNIOSH Manual 2004¹³⁾が既に公表されている。OSHA Analytical Method no.66¹²⁾は、ヤシ殻活性炭を用いた固体捕集法と窒素/リン検出器を持つガスクロマトグラフ分析から構成されるDMF測定法を示している。即ち、0.2 L/minで10 Lの作業環境空気を採取することによって、分析目標濃度をOSHA PEL 10 ppm(30 mg/m³)及び10 ppmの精度を7.4%とし、定量下限を0.02 ppmとした。ヤシ殻活性炭のDMF吸着・脱着試験にはDMF蒸気発生装置を用いていることが注目に値する。NIOSH Manual2004法¹³⁾は、シリカゲルを捕集剤として、脱着剤としてメタノールを使用し、回収した試料をガスクロマトグラフ(Packed column)で分析している。捕集率と脱着率ともに良好な結果を与えた。即ち、45 L採気量で11 - 60 mg/m³(1.6 - 8.7 ppm)の範囲で直線性あり、5日間安定の保存、回収率は約90%、Precision 0.056、Accuracy ±11.7%

であった。

津田ら⁷⁾と宮内ら⁸⁾は、Passive sampler (Lips)を用いて、DMFを溶剤として用いる化学工場で働く作業者の個人曝露濃度を測定し、作業者のDMF曝露を評価した。本方法で用いる球状活性炭による固体捕集法はActive samplerに分類されるが、津田らと宮内らによるPassive samplerによる捕集は、空気中に拡散しているガスや蒸気を自然拡散現象を利用して吸着させる受動的な捕集法であるため、Active samplerに比較して高濃度領域での定量性に課題を有すると報告されている¹⁸⁾。それに比べ、吸引ポンプを使用したActive samplerによる固体捕集法では採気量が多いため、定量下限値を低くすることが可能である。宮内ら⁸⁾により報告されているPassive samplerを用いたDMF個人曝露測定の場合の8時間捕集した場合の定量下限値は0.053 ppmであり、Active samplerによる本法(4時間捕集)の定量下限値は0.00838 ppmであった。従って、Active samplerによる捕集方法はPassive samplerを用いた捕集方法より約1/6の定量下限値となり、Active samplerの採用によって、より低濃度のDMFが定量可能であると考察される。

また、津田ら⁷⁾の論文では夏季の作業環境気中DMF濃度は対数分布に従い、GM 7.4 ppm、GSD 2.2であると報告されているので、対数分布から、二次評価値×2に相当する20 ppmよりも高いDMF濃度に曝露される作業者は全作業者の約40%と推測される。従って、二次評価値×2よりも高い20 ppmを超えるDMF濃度に曝露された作業者数は無視し得ないことを示唆している。今後の課題としてより高濃度DMFの分析も考慮する必要がある。

10 - 2 . 本分析方法の作業環境中DMF濃度分析への適用

本報告書では、DMF取扱い作業者の個人曝露を評価することを目的として開発されたが、同時に、開発された測定法が作業環境気中のDMF濃度の測定(作業場の環境管理)に応用し得るかどうかを検討することである。本研究の成果として、24L採気時の気中DMF濃度の定量下限は8.38 ppb (0.00838 ppm)となった。一方、作業環境測定のア測定とB測定の採気時間を10分間とすると、採気量は1.0 L(0.10 L/分×10分)となり、この場合の定量下限は201.1 ppb (0.201 ppm)になる。この値(0.201 ppm)は、作業環境測定基準のDMF定量下限(DMF管理濃度10 ppmの1/10 (1 ppm))¹⁹⁾よりも低い値である。従って、本分析法は、作業環境中のDMF測定に十分な精度をもって適用できると考えられる。

作業環境測定ガイドブック5 No.5030¹¹⁾では、直接捕集方法がDMFの作業環境測定として推奨されている。ガイドブックによれば、DMFは捕集容器内で濃度が変化しやすいので、試料採取には真空捕集瓶を用い、試料採取後1時間以内にガスクロマトグラフに分析試料を導入するとしている。この直接捕集法に比べて、球状活性炭を用いる本測定方法は5日間の保存でも、90%以上の回収率を与え、捕集されたDMFが活性炭内で安定に存在することが確認された。植木・吉川¹⁶⁾と吉川・植木¹⁷⁾は、ヤシ殻活性炭と球状活性炭を用いた固体捕集法とGC-MS分析法またはFIDガスクロマトグラフ分析法による作業環境気中DMF測定法を検討した。彼等の測定法の特徴は、活性炭の吸収・脱着率等の検討を、標準液を用いた添加法及びテドラーバッグを用いたDMF標準蒸気を用いたこと、ヤシ殻活性炭と球状活性炭の吸収・脱着能及びGC-MS法とFID-GC法を比較したことである。即ち、球状活性炭を用いてDMF蒸気を固体捕集法で捕集し、GC-MS法で分析を行った点は本分析法と同じであるが、植木ら¹⁶⁾の使用した活性炭の充填量が100 mgと50 mgに対し、本法では、400 mgと200 mgと4倍近く多く、測定結果につ

いては、植木ら¹⁶⁾は2 Lの採気量(測定範囲:0.95 ~ 18.9 ppm)で定量下限値が13 ppb、本分析法では、24 Lの採気量(測定範囲:0.01 ~ 20 ppm)で定量下限値が8.38 ppbである。従って、本測定法のほうが定量下限値が低い結果となった。活性炭に吸着したDMFを有機溶剤で脱着する代わりに加熱脱着法も報告されている。即ち、渡辺ら²⁰⁾は、280℃に熱した加熱脱着装置TD-20に通気し脱着したDMFを冷却器に捕集し、GC-MSで分析した。脱着率は98%と高能率であったと報告した。

NIOSH Manual 2004法¹³⁾と同じように、シリカゲルを用いる固体捕集方法²¹⁻²³⁾も3法報告されている。藪田²¹⁾はシリカゲル管を用いるNIOSH固体捕集法の改良を試み、脱着溶媒としてメタノールを用いた場合の脱着率は87.8%であり、定量下限値は1.8 ngであること、および冷蔵保存において3日目まで90%以上の保存率が認められたことを報告している。本間ら²²⁾は、シリカゲル管を用いたDMFの捕集と希アンモニア水による脱着を検討した結果、92 - 99%の回収率と100%近い脱着率が認められた。この論文で注目に値する点は、校正用ガス調製装置を用いてDMF標準蒸気を発生させ、回収・脱着率を求めたことである。横山ら²³⁾は、活性炭とシリカゲル管を用いた固体捕集法において二硫化炭素-精製水の脱着剤を用いた場合に90%以上の回収率、7日間の保存安定性を示したと報告している。

なお、作業環境測定ガイドブックによれば、試料採取には真空捕集瓶を用い、試料採取後1時間以内にガスクロマトグラフに分析試料を導入するとしているが、山田²⁴⁾は、活性炭を用いた固体捕集法とアセトン/二硫化炭素溶液を脱着剤として用いる測定法を、吸着・脱着率を真空捕集瓶を用いた標準DMF蒸気を調製して測定諸条件を検討した。

10 - 3 . 結論

球状活性炭を用いた固体捕集法とGC-MSを用いた分析法から構成される本DMF測定法、DMF取扱い作業者が8時間の労働時間内に曝露されるDMF個人曝露濃度を十分な精度と感度でもって定量分析することが可能であることを確認した。なお、測定可能な個人曝露濃度の範囲は0.01 ppmから20 ppmである。

開発された分析法が作業環境気中DMF濃度の測定に応用し得るかどうかを検討した結果、本分析法は、作業環境中のDMF測定に、適用し得る濃度範囲と十分な精度をもって適用できると考えられる。

11 . 参考文献

- 1) 16514の化学商品 2014年版化学日報社、東京 (2014)、 p540.
- 2) American Conference of Governmental Industrial Hygienists (ACGIH). Dimethylformamide. In: Documentation of TLV and BEI. 2001 ACGIH, Cincinnati, OH, USA. CD-ROM Version.
- 3) 許容濃度等の勧告(2013年度) 産業衛生学雑誌 2013:55巻 182 - 208頁、日本産業衛生学会、東京
- 4) American Conference of Governmental Industrial Hygienists (ACGIH). 2013 Guide to

Occupational Exposure Values Compiled by ACGIH, OH, USA.

- 5) CDC-NIOSH Pocket Guide to Chemical Hazards –Dimethylformamide- (<http://www.cdc.gov/niosh/npg/npgd0226.html>) accessed on July 22, 2014
- 6) Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) (2013) List of MAK and BAT values 2013. Commission for the Investigation of Health Hazards of Chemical Compounds in the Work Area. Report No. 49, p68. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., KGaA, Germany: DFG.
- 7) Tsuda Y, Miyauchi H, Minozoe A, et al. Seasonal difference in percutaneous absorption of N,N-dimethylformamide as determined using two urinary metabolites. J Occup Health 2014; 56, 252 – 259.
- 8) Miyauchi H, Tsuda Y, Minozoe A, et al. Occupational Exposure to N,N-Dimethylformamide in the Summer and Winter. Ind Health 2014, 52 (In press).
- 9) 労働衛生のしおり平成26年度版、中央労働災害防止協会、平成26年8月13日
- 10) 作業環境測定ガイドブック0 総集編 第4版第4刷 日本作業環境測定協会 平成22年12月24日
- 11) 作業環境測定ガイドブック5 No.5030 第4版第2刷 有機溶剤関係 258 - 259頁、日本作業環境測定協会 編集発行 平成25年6月27日
- 12) OSHA Analytical Method no 66 Dimethylformamide, Occupational Safety and Health Administration (OSHA) Organic Methods Evaluation Branch, OSHA Analytical Laboratory, Salt Lake City, UT, USA. (<http://www.osha.gov/dts/sltc/methods/organic/org066/org066.html>) accessed on July 22, 2014
- 13) NIOSH Manual of Analytical Method (NMAM) 2004, Dimethylformamide. National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH), Cincinnati, OH, USA. Fourth edition, 8/15/94.
- 14) 海福雄一郎、松延邦明、若山雅彦 溶媒脱着用 球状活性炭捕集管Cat.No.258 作業環境 2008; 35 – 39.
- 15) 吉川正博、楠本純一、中村亜衣、海福雄一郎 石油ピッチを原料とする球状活性炭の20有機溶剤に対する吸着・脱着特性 作業環境 2009; 30. 1 – 7.
- 16) 植木明日香、吉川 博 活性炭捕集/溶媒/奪着/ガスクロマトグラフィー質量分析法によるN,N-ジメチルホルムアミドの作業環境測定手法 作業環境 2014; 35, 71 – 76.

- 17) 吉川正博、植木明日香 [17]N,N-ジメチルホルムアミド 作業環境 2014; 35, 81 – 83.
- 18) 中山和好、日野隆信 室内空气中のカルボニル化互応物の測定に用いたパッシブサンプラーのポンプ法との比較検討 千葉衛研報告 2002; 26, 15 – 18.
- 19) 作業環境測定ガイドブック5(有機溶剤関係) 第4版第2刷 日本作業環境測定協会発行 平成25年6月27日
- 20) 渡辺雄飛、名古屋俊士 [17]N,N-ジメチルホルムアミド 作業環境 2002;35, 50 – 54.
- 21) 藪田十司 N,N-ジメチルホルムアミドの固体捕集方法(シリカゲル)を用いた実用性に関する研究 作業環境 2009; 30, 65 – 70.
- 22) 本間直人、斎藤 誠、河合直樹、星野房助 固体捕集法によるN,N-ジメチルホルムアミドの測定方法の検討 作業環境 2006; 27, 44 – 49.
- 23) 横山和也、神田秀人、高橋克明、高倉敏行、山田誠二 N,N-ジメチルホルムアミドの固体捕集法 作業環境 2002; 23.
- 24) 山田 勝 活性炭管を用いたN,N-ジメチルホルムアミドの測定に関する研究 作業環境 2005; 26, 63 – 66.

(別紙)

N,N-ジメチルホルムアミド標準測定分析法

構造式：C ₃ H ₇ NO	分子量：73.09	CAS No：68-12-2
許容濃度等： 産衛 (OEL) 10 ppm OSHA (PEL) 10 ppm ACGIH (TLV-TWA) 10 ppm 管理濃度：10 ppm		物性等 比重：0.9445 (25/4) BP：153 MP：-61 VP：3.7 mmHg at 25
別名：Formyldimethylamine		
サンプリング	分析	
サンプラー：球状活性炭捕集管 258A (ガステック製) サンプリング流量：0.1 L/min サンプリング時間：240 min (24.0 L) 保存性：1433.7～0.717 μ gの添加の範囲で、冷蔵 で5日間保存可能。 ブランク：脱着溶媒およびサンプラーブランクと もに検出されない。	分析方法：質量分析計型検出器付ガスクロマトグラフ (GC-MS)分析法 脱着：アセトン(環境分析用 χ 和光純薬工業(株)), 2.0 mL (60 min 浸漬) 機器：GC-MS, 6890N Net Work System (Agilent Technologies 製) カラム：DB-624 (60 m \times 0.32 mm, 1.8 μ m) (J&W 製) キャリアガス：He (1.0 mL/min) オープン条件：80 (2 min) - 10 /min - 200 (2 min) 注入口温度：200 インタ-フェイス温度：250 イオン源温度：220 注入口モード：スプリット(40:1) 注入量：1 μ L 定量モ-ド：SIM 定量イオン(確認イオン)：m/z 73 (m/z 44、m/z 42) 検量線：0.36 - 716.9 μ g/ mL の範囲で直線 定量法：絶対検量線法	
精度		
添加回収率 0.717 μ g 添加で96.7% 7.17 μ g 添加で99.3% 716.9 μ g 添加で96.7% 1433.7 μ g 添加で90.4%		
検出下限 (3SD) 0.090 μ g/ mL (2.51 ppb, 0.1 L/min \times 4 h)		
定量下限 (10SD) 0.300 μ g/mL (8.38 ppb, 0.1 L/min \times 4 h)		

適用：個人ばく露濃度測定

妨害：-

参考文献：

作業環境測定ガイドブック 5 No.5030 第4版第2刷 有機溶剤関係 258 - 259頁、日本作業環境測定協会
編集発行 平成25年6月27日NIOSH Manual of Analytical Method (NMAM) 2004, Dimethylformamide. National Institute for
Occupational Safety and Health (NIOSH), Cincinnati, OH, USA. Fourth edition, 8/15/94.OSHA Analytical Method no 66 Dimethylformamide, Occupational Safety and Health Administration
(OSHA) Organic Methods Evaluation Branch, OSHA Analytical Laboratory, Salt Lake City,
UT, USA. (<http://www.osha.gov/dts/sltc/methods/organic/org066/org066.html>) accessed on July 22, 2014.

作成日：平成27年2月23日