

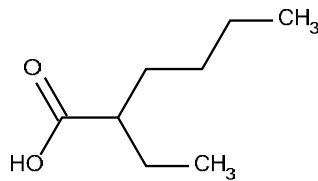
2-エチルヘキサン酸

2-Ethylhexanoic acid

別名：ブチルエチル酢酸

Butylethylacetic acid

【対象物質の構造】



CAS 番号：149-57-5

分子式：C₈H₁₆O₂

【物理化学的性状】

[分子量]	144.21 ¹⁾
[モノアイソトピック質量]	144.1146
[沸点]	228°C ²⁾
[比重]	0.9031 (25°C) ²⁾
[蒸気圧]	0.03 mmHg (20°C) ³⁾
[溶解性]	水：2000 mg/L (20°C) ²⁾
[log P _{ow}]	2.64 (実測値) ²⁾

【毒性、用途】

〔毒性〕

ウサギ（経皮）LD₅₀：1260 mg/m³（8時間）³⁾

ラット（経口）LD₅₀：3000 mg/kg³⁾

〔用途〕

塩ビ安定剤、塗料、インキ乾燥剤、可塑剤原料²⁾

出典：

- 1) Webkis-plus（化学物質データベース）
- 2) 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)
- 3) 神奈川県化学物質安全情報提供システム (kis-net)

§ 1 分析法

(1) 分析法の概要

固相抽出カートリッジに大気試料を通気捕集し、これをアセトンで溶出後、内部標準物質を添加して GC/MS-SIM 法で分析する。

(2) 試薬・器具

【試薬】

2-エチルヘキサン酸	: 和光純薬工業製 (含量 > 97%)
ナフタレン- d_8	: 和光純薬工業製 (含量 > 98%)
アセトン	: 和光純薬工業製 残留農薬試験用
ジクロロメタン	: 関東化学工業製 残留農薬試験用
固相カートリッジ	: Waters 製 Sep-Pak PS-Air

【標準液の調製】

2-エチルヘキサン酸 50 mg を精秤し、アセトンに溶解して 50 mL としたものを 1000 $\mu\text{g/mL}$ の標準原液とする。

【内標準液の調製】

ナフタレン- d_8 50 mg を精秤し、アセトンに溶解して 50 mL としたものを 1000 $\mu\text{g/mL}$ の内標準原液とする。この内標準原液を 0.5 mL 分取し、アセトンで 50 mL としたものを 10.0 $\mu\text{g/mL}$ の内標準液とする。

【検量線用標準液の調製】

標準原液をアセトンで順次希釈し、20.0 ng/mL から 1000 ng/mL の標準液を調製し、内標準液 (ナフタレン- d_8) を 100 ng/mL の濃度になるように添加したものを検量線用標準液とする。

【器具】

メスフラスコ、ホールピペット、マイクロシリンジ、注射筒

(3) 分析法

【試料の採取方法及び保存】

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。

【捕集管の調製】

固相カートリッジをジクロロメタン 10 mL、アセトン 10 mL で洗浄し、窒素ガスを 30 分程度通気して乾燥させたものを捕集管として用いる。

【試料の採取及び保存】

大気試料採取用ミニポンプに固相カートリッジ (Sep-Pak PS-Air) をセットし、0.1 L/min の流量で 24 時間、大気試料を採取する。大気捕集後の捕集管は密栓し、チャック付アルミパック等に入れ、分析時まで冷暗所で保存する。

【試料の前処理及び試験液の調製】

大気試料を捕集した固相カートリッジに注射筒を接続し、対象物質をアセトン 10 mL で溶出する。この溶出液をアセトンで 10 mL に定容後、1 mL 分取しナフタレン- d_8 100 ng を添加した試験液を GC/MS で測定する。

【空試験液の調製】

洗浄した固相カートリッジを用いて【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従って操作し、得られた試験液を空試験液とする。

【測定】

〔GC/MS 測定条件〕 (注 1)

GC/MS 機器	: GC ; Agilent6890 MS ; JMS-K9 (日本電子製)
カラム	: J&W 製 DB-WAX (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm)
昇温条件	: 40°C (1 min) → 10°C/min → 200°C → 20°C/min → 230°C (2 min)
注入法	: スプリットレス
注入口温度	: 230°C
キャリアーガス	: He (流量 1.2 mL/min)
注入量	: 1 μL
インターフェース温度	: 230°C
イオン源温度	: 230°C
測定モード	: SIM
モニターイオン	: 2-エチルヘキサン酸 定量用 116 確認用 101、88 : ナフタレン- d_8 定量用 136

〔検量線〕

検量線用標準液 1 μL を GC/MS に注入して分析する。対象物質の濃度と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 μL を GC/MS に注入して分析する。対象物質と内標準物質の濃度比とピーク面積比を用いて検量線を作成し、試料中の濃度を求める。

〔濃度の算出〕

試料中の濃度 C ($\mu\text{g}/\text{m}^3$) は次式により算出する。

$$C = (W - Wb) \times (273 + t) / (V \times (273 + 20.0)) \times (101.3 / P)$$

W : 検量線から求めた対象物質質量 (ng)

Wb : 空試験液の対象物質質量 (ng)

T : 試料採取時の平均気温 ($^{\circ}\text{C}$)

V : 大気採取量 (L)

P : 試料採取時の気圧 (kPa)

〔装置検出下限 (IDL)〕 (注 2)

本分析に用いた GC/MS の IDL を表 1 に示す。

表 1 IDL の算出結果

対質名	試料量 (m^3)	IDL (ng/mL)	IDL 試料換算値 ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
2-エチルヘキサン酸	0.144	4.8	0.33

〔測定方法の検出下限値 (MDL) 及び定量下限値 (MQL) 〕 (注 3)

本分析法における MDL 及び MQL を表 2 に示す。

表 2 MDL 及び MQL の算出結果

対質名	試料量 (m^3)	MDL ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	MQL ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
2-エチルヘキサン酸	0.144	0.39	1.0

注解

(注 1) 環境試料を測定する際、定量イオン 116、確認イオン 101 にピークが検出されていないことを確認する。本検討では、検量線用標準液 1 ng/mL

を測定後、溶媒のみを測定すると定量イオン 116、確認イオン 101 共に S/N=2 程度のピークが検出された。これは、溶媒を 3 本測定すると解消された。しかし確認イオン 88 については、10 本測定しても S/N=2 程度のピークが検出された。

(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)に従って表 3 のとおり算出した。

表 3 IDL の算出結果

物質名	2-エチルヘキサン酸
試料量 (m ³)	0.144
最終液量 (mL)	10
注入濃度 (ng/mL)	20
装置注入量 (μL)	1
結果 1 (ng/mL)	21.3
結果 2 (ng/mL)	19.4
結果 3 (ng/mL)	20.7
結果 4 (ng/mL)	18.7
結果 5 (ng/mL)	18.0
結果 6 (ng/mL)	18.2
結果 7 (ng/mL)	19.2
平均値 (ng/mL)	19.34
標準偏差 (ng/mL)	1.24
IDL (ng/mL)*	4.8
IDL 試料換算値 (ng/m ³)	0.33
S/N 比	9.8
CV (%)	6.4

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

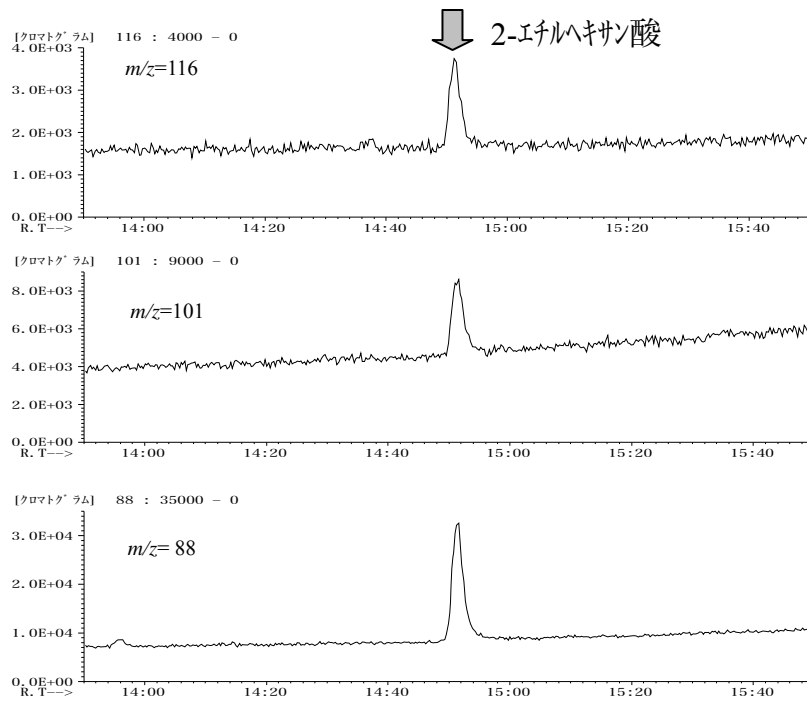


図1 IDL (20 ng/mL) の GC/MS クロマトグラム

(注3) MDL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。

表4 MDL及びMQLの算出結果

物質名	2-エチルヘキサン酸
試料量 (m ³)	0.144
最終液量 (mL)	10
注入濃度 (ng/mL)	20
試料量換算濃度 (μg/m ³)	1.39
装置注入量 (μL)	1
操作ブランク平均 (μg/m ³)* ¹	ND
無添加平均 (μg/m ³)* ²	ND
結果 1 (μg/m ³)	1.54
結果 2 (μg/m ³)	1.52
結果 3 (μg/m ³)	1.36
結果 4 (μg/m ³)	1.38
結果 5 (μg/m ³)	1.38
結果 6 (μg/m ³)	1.59
結果 7 (μg/m ³)	1.36
平均値 (μg/m ³)	1.45
標準偏差 (μg/m ³)	0.101
MDL (μg/m ³)* ³	0.39
MQL (μg/m ³)* ⁴	1.01
S/N	8.1
CV (%)	7.0

*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: 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)

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

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

2-エチルヘキサン酸

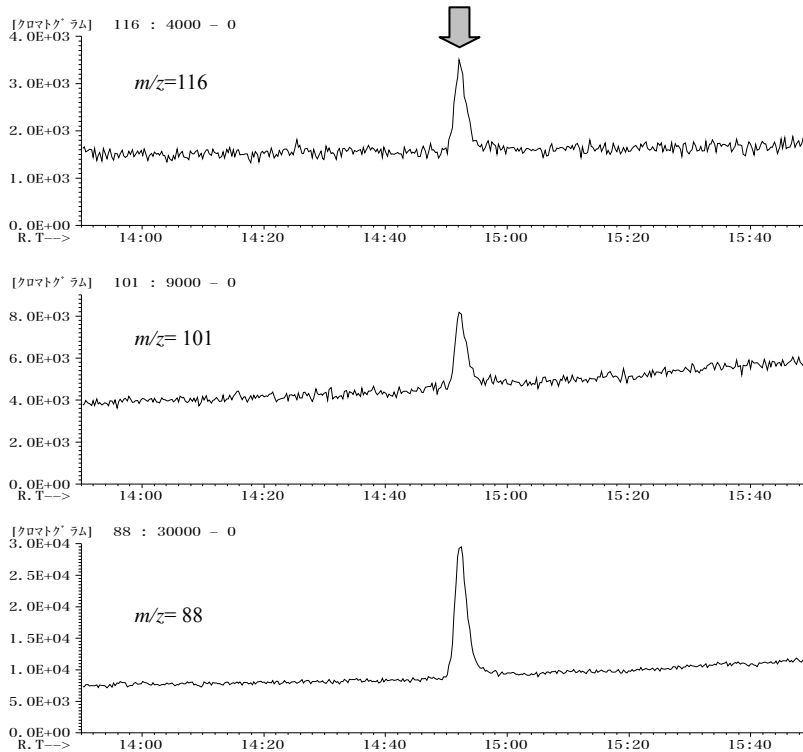


図2 MDL 試験試料 (大気) の GC/MS クロマトグラム

§2 解説

〔フローチャート〕

分析法のフローチャートを図3に示す。

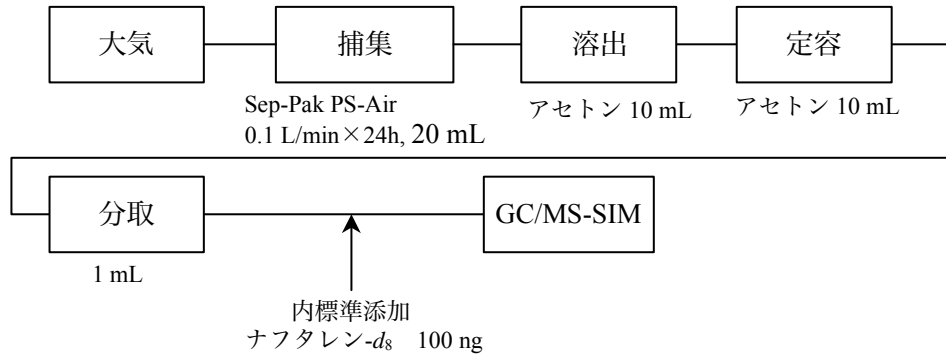


図3 分析法のフローチャート

〔検量線〕

2-エチルヘキサン酸の検量線を図4に示す。

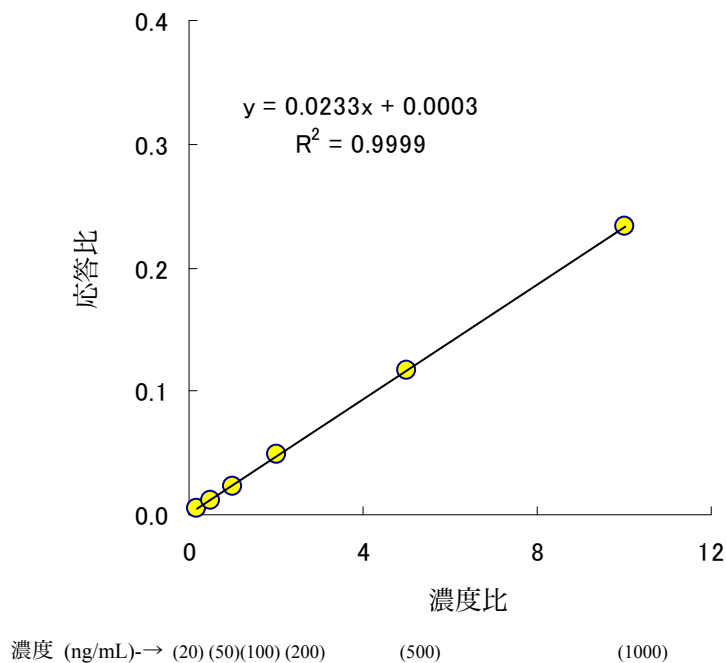


図4 2-エチルヘキサン酸の検量線
(対象物質濃度範囲 20.0 ng/mL ~ 1000 ng/mL)

表 5 検量線作成用データ (2-エチルヘキサン酸)

濃度比	標準液濃度 (ng/mL) (C _s)	応答値		応答比 (A _s /A _{is})
		対象物質(A _s) 2-エチルヘキサン酸 (m/z = 116)	内標準物質(A _{is}) ナフタレン-d ₈ (m/z = 136)	
0.2	20.0	10273	2081652	0.0049
0.5	50.0	25993	2244994	0.0116
1	100	47662	2089836	0.0228
2	200	120399	2478409	0.0486
5	500	262313	2259882	0.1161
10	1000	535738	2298050	0.2331

〔クロマトグラム〕

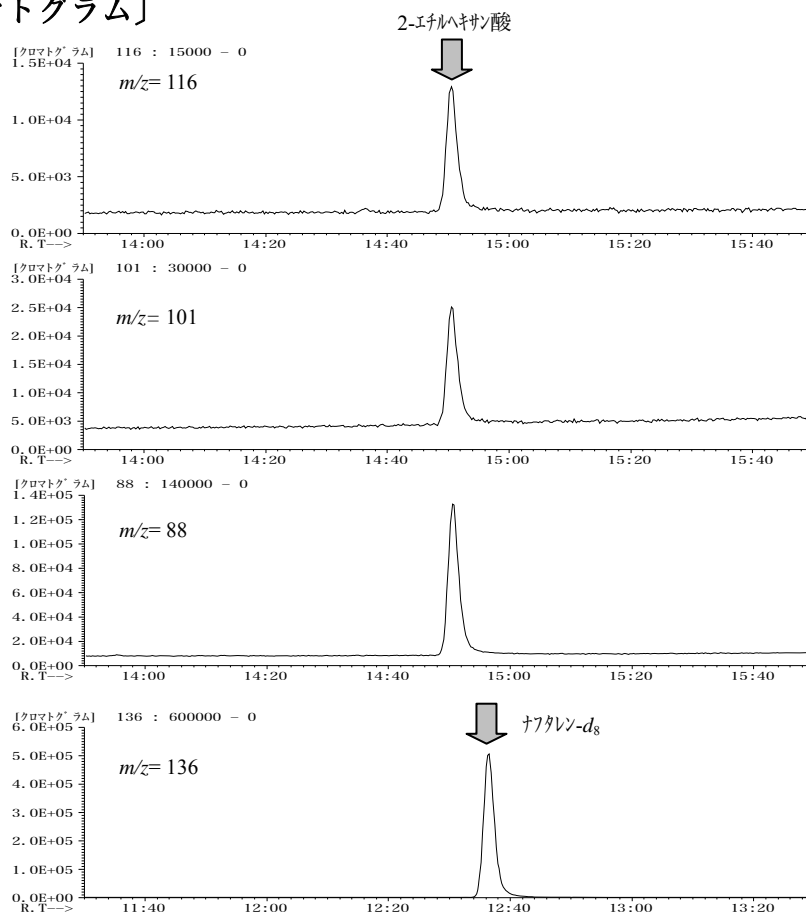


図 5 標準液 (100 ng/mL) の GC/MS クロマトグラム

[マススペクトル]

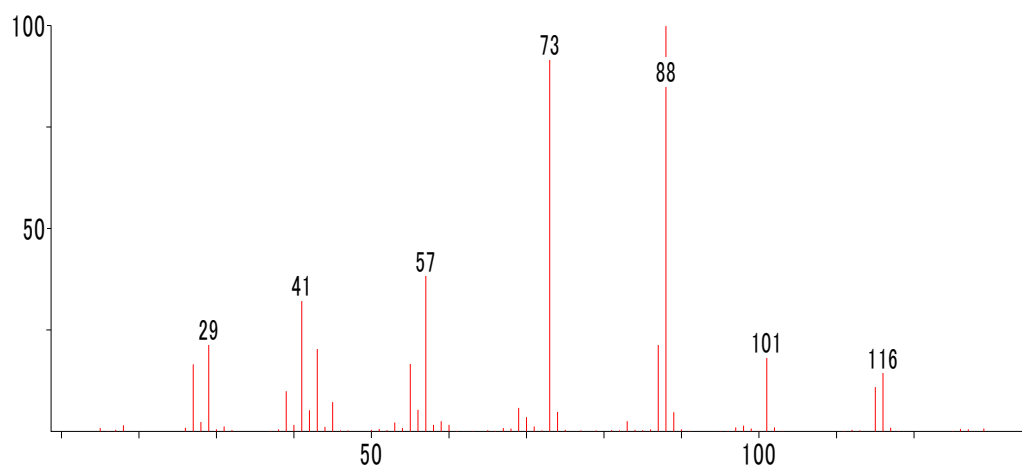


図6 2-エチルヘキサン酸のマススペクトル

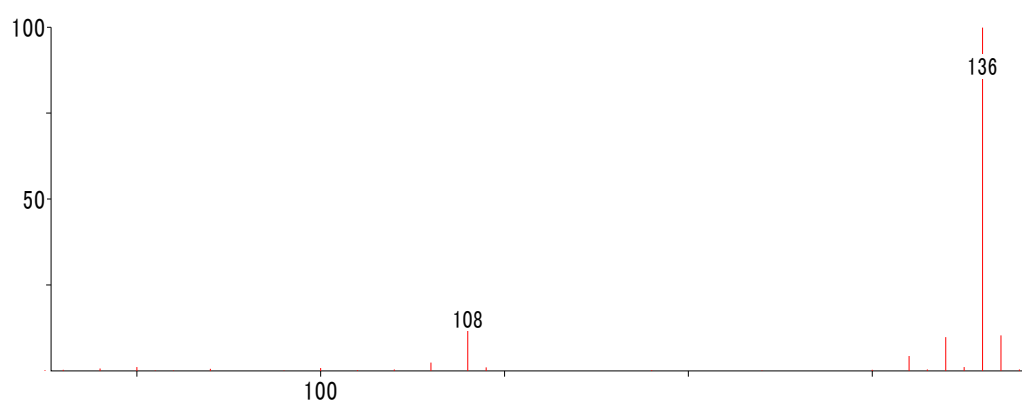


図7 ナフタレン-d₈のマススペクトル

〔操作ブランク試験〕

【空試験液の調製】のとおり調製し、測定した。測定結果は不検出であった。

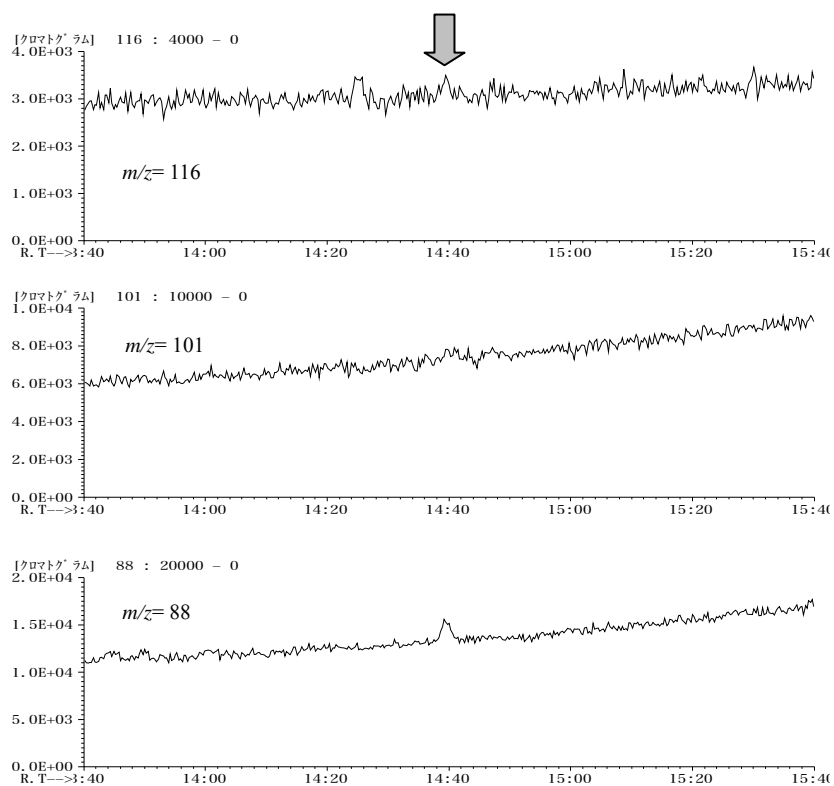


図8 操作ブランク試験のクロマトグラム

〔添加回収試験〕

表 6 に 2-エチルヘキサン酸の添加回収試験結果を示す。また高温、高湿度条件下（温度 35℃、湿度 >70%）での添加回収試験結果を表 7 に示す。高温、高湿度条件は、恒温槽内を 35℃ 一定に保ち、純水を入れたガス洗浄瓶を繋げることで湿度 70% 以上を確保した。

表 6 添加回収試験結果

(気温 12.5℃、湿度 61%)				
測定場所	添加量 (ng)	試験数	回収率 (%)	
			2-エチルヘキサン酸	
			平均値	CV
姫路市	無添加	2	不検出	-
	2000	5	94.4	1.7

(気温 16.9℃、湿度 75%)				
測定場所	添加量 (ng)	試験数	回収率 (%)	
			2-エチルヘキサン酸	
			平均値	CV
姫路市	無添加	2	不検出	-
	200	7	104	7.0

表 7 高温、高湿度条件下における添加回収試験結果

(気温 35℃、湿度 >70%)				
測定場所	添加量 (ng)	試験数	回収率 (%)	
			2-エチルヘキサン酸	
			平均値	CV
恒温槽内	無添加	1	不検出	-
	500	4	87.9	5.4

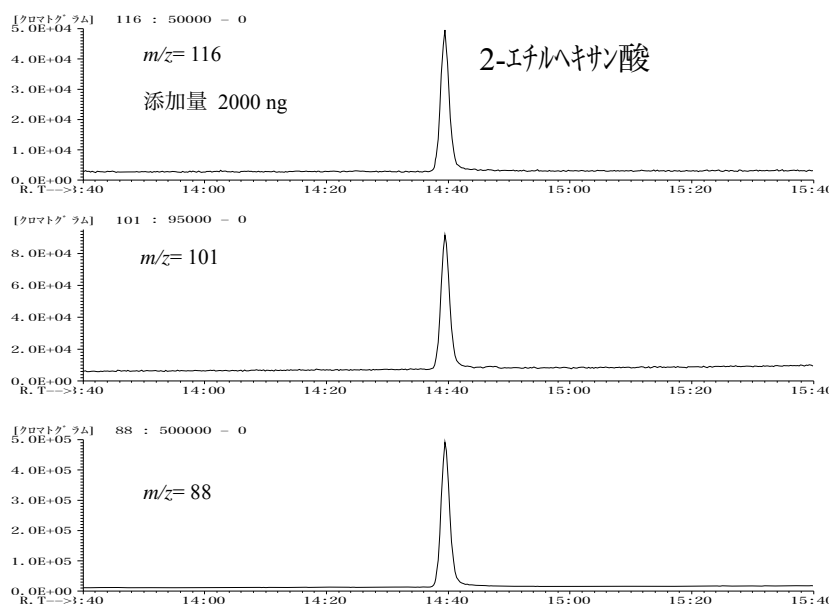


図9 添加回収試験時のクロマトグラム

〔保存性試験〕

捕集管に標準物質 500 ng を添加し、大気を捕集後、捕集管の両端を密栓し、チャック付アルミバック等に入れて冷蔵庫 (4°C) で保管した。捕集後直ちに測定した際の回収率を 100% として保存状況を表 8 に示す。捕集剤、抽出液ともに、12 日間迄は、良好な結果であった。

表 8 保存性試験結果

媒体	回収率 (%)			
	1 日間保存	3 日間保存	7 日間保存	12 日間保存
捕集剤	100	97.0	96.7	99.0
抽出液	93.7	97.0	90.2	91.3

〔環境試料の分析例〕

本分析法により分析した姫路市内の環境大気試料 (平均気温 12.5°C、平均湿度 61%) のクロマトグラムを図 10 に示す。環境大気試料から 2-エチルヘキサン酸は不検出であったが、溶媒由来のピークが検出する場合があるので注意が必要である。

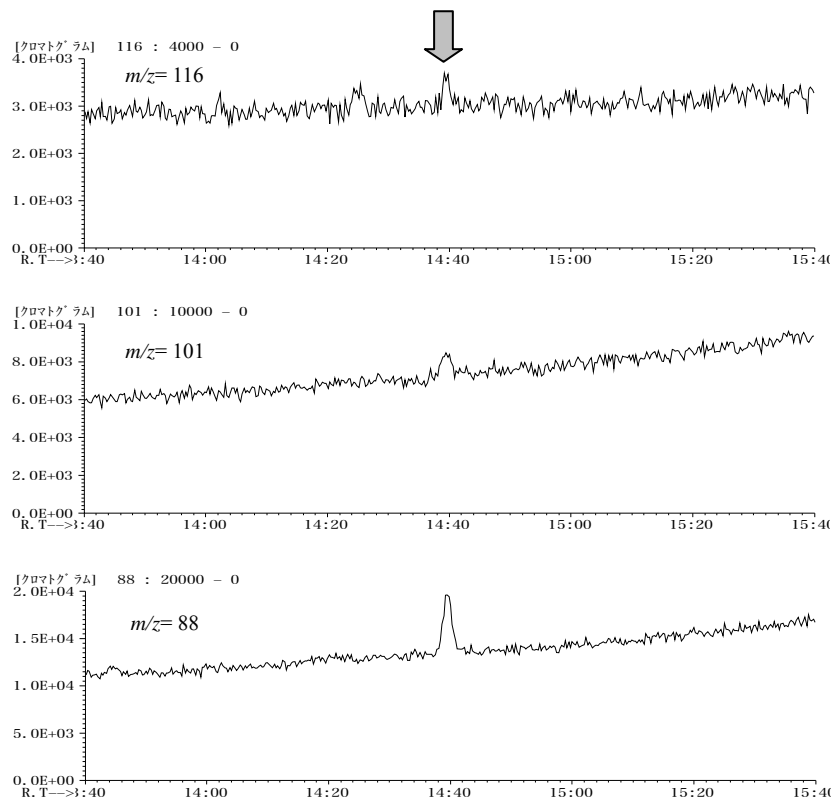


図 10 環境試料のクロマトグラム

〔分析カラムの検討〕

注入量 1000 pg (注入液濃度 1 µg/mL) の 2-エチルヘキサン酸の GC/MS 測定時の分析カラムの検討を行った。図 11 に微極性カラム (HP-5ms) と強極性カラム (DB-WAX) で測定したクロマトグラムを示す。強極性カラムで分析した結果の方が、良好なピーク形状を得ることができた。

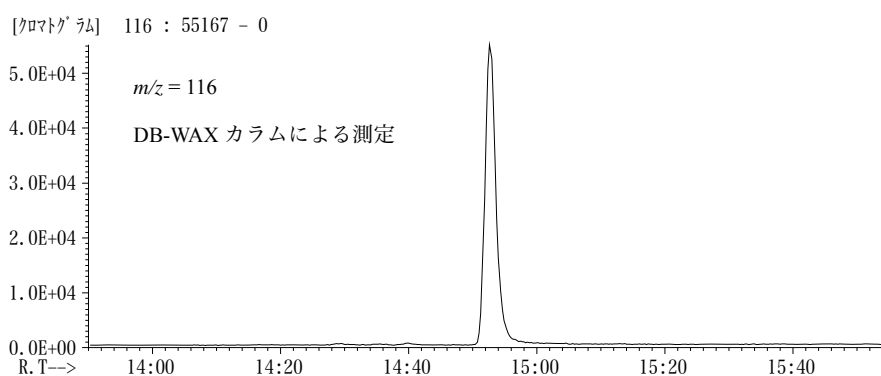
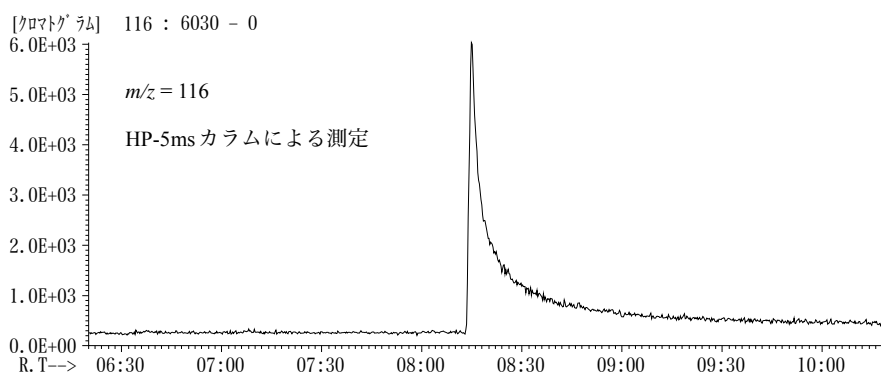


図 11 分析カラムの違いにおけるクロマトグラム

〔固相カートリッジの検討〕

固相カートリッジ 3 種 (Sep-Pak PS-Air, Sep-Pak PS-2, Sep-Pak AC-2) に 2-エチルヘキサン酸標準液を 200 ng 添加し、窒素ガスで通気後、各種溶出溶媒（アセトン、ジクロロメタン）5~10 mL で溶出した液を 10 mL に定容し、測定を行った。その結果を表 9 に示す。

表 9 固相カートリッジにおける検討結果

溶媒種類 溶出液量	添加量に対する回収率：(%)			
	アセトン		ジクロロメタン	
	5 mL	10 mL	5 mL	10 mL
Sep-Pak PS-Air	65.8	97.4	60.6	70.2
Sep-Pak PS-2	79.6	91.0	77.3	78.2
Sep-Pak AC-2	66.4	84.5	12.4	35.1

【評価】

本法により環境大気中の 2-エチルヘキサン酸は不検出であった。本分析法において、2-エチルヘキサン酸は、 $0.39 \mu\text{g}/\text{m}^3$ レベルで検出 ($1.0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ レベルで定量) が可能である。ただし、溶媒由来のピークが検出する場合があるので、事前に使用する溶媒の確認が必要である。

【担当者連絡先】

所属先名称：株式会社ニッテクリサーチ

所属先住所：兵庫県姫路市広畑区富士町 1 番地

TEL：079-239-9715 FAX：079-236-2618

担当者名：古村暢崇 古元智裕 宮崎徹

E-mail：ntr03@nittech.co.jp, tfurumoto@nittech.co.jp, tmiyazaki@nittech.co.jp

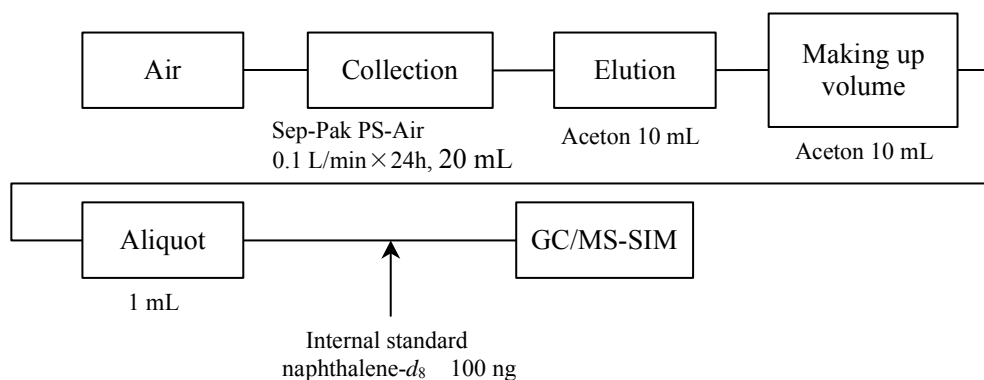
2-Ethylhexanoic acid

An analytical method is developed for the determination of 2-ethylhexanoic acid in ambient air by gas-chromatography mass spectrometry (GC/MS).

Ambient air is collected with Sep-Pak PS-Air cartridge at a constant flow rate (0.1 L/min) for 24 hr. 2-ethylhexanoic acid in the cartridge is eluted with 10 mL of acetone, and then added with internal standard (naphthalene- d_8).

The target compound is determined by GC/MS with selected ion monitoring (SIM).

The instrumental detection limit (IDL), the method detection limit (MDL), and the method quantification limit (MQL) are $0.33 \mu\text{g}/\text{m}^3$, $0.39 \mu\text{g}/\text{m}^3$, and $1.0 \mu\text{g}/\text{m}^3$, respectively. The recovery from the adsorption cartridge added with 200 ng of 2-ethylhexanoic acid followed by air sampling (144 L in volume under 16.9°C of temperature and 75% of relative humidity) was 104% in average ($n=7$), and the relative standard deviation was 7.0%.



物質名	分析法フローチャート	備考
2-エチルヘキサン酸	<p>【大気】</p> <pre> graph LR A[大気] --> B[捕集 Sep-Pak PS-Air 0.1 L/min × 24h, 20 mL] B --> C[溶出 アセトン 10 mL] C --> D[定容 アセトン 10 mL] D --> E[分取 1 mL] E --> F[GC/MS-SIM] G[内標準添加 ナフタレン-d8 100 ng] --> F </pre>	<p>分析原理: GC/MS-SIM</p> <p>検出下限値: 【大気】 (ng/m³) 0.39</p> <p>分析条件 機器 GC ; Agilent6890 MS ; JMS-K9</p> <p>カラム DB-WAX (30 m × 0.25 mm, 0.25 μm)</p>