

## ブタン-1-イル=アクリラート

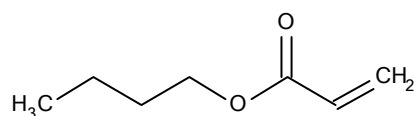
### Butan-1-yl acrylate

IUPAC 名：n-Butyl prop-2-enoate

別名：アクリル酸 n-ブチル、ブチルアクリレート

Acrylic acid butyl, Butyl acrylate

### 【対象物質の構造】



CAS 番号：141-32-2

分子式：C<sub>7</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>

### 【物理化学的性状】

[ 分子量 (平均分子量) ]	128.17 <sup>1)</sup>
[ 分子量 (モル質量) ]	128.0837
[ 融点 ]	-64.6°C <sup>2)</sup>
[ 密度 ]	0.8986 <sup>2)</sup>
[ 蒸気圧 ]	13.3～26.7 hPa (35.5～104°C) <sup>1)</sup>
[ 溶解性 ]	水：0.14 g/100mL (20°C) <sup>2)</sup>
[ log P <sub>ow</sub> ]	2.38 <sup>2)</sup>

### 【毒性、用途】

#### 〔毒性〕

健康影響	生分解性 <sup>3)</sup>	良好
	生物濃縮性 <sup>3)</sup>	良分解性
	急性毒性 <sup>1)</sup>	ラット (経口) LD <sub>50</sub> ：900 mg/kg
		ラット (経皮) LD <sub>Lo</sub> ：1700 mg/kg
		ウサギ (経皮) LD <sub>50</sub> ：2000 mg/kg
		ラット (腹腔内注射) LD <sub>50</sub> ：550 mg/kg
		マウス (腹腔内注射) LD <sub>50</sub> ：853 mg/kg
		ラット (経気道) LC <sub>50</sub> ：2730ppm (4 時間)
		ラット (経気道) LD <sub>Lo</sub> ：135ppm (6 時間)

マウス（経気道）LC<sub>50</sub>：7800 mg/m<sup>3</sup>（2 時間）  
実験動物に対する発がん性試験報告あり

## 発がん性

評価機関	評価内容
IARC	3: ヒトに対する発がん性について分類できない
EPA	該当せず
EU	該当せず
NTP	該当せず
ACGIH	A4: ヒトに対して発がん性物質として分類できない物質

## 〔用途〕<sup>1)</sup>

アクリル樹脂原料，塗料・接着剤・乳化剤原料

出典：

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

# § 1 分析法

## (1) 分析法の概要

生物試料をメタノールでホモジナイズ抽出する。抽出液の一部を塩化ナトリウム(20%)を加えた精製水に添加した後、内標準物質を添加し、ページ・トラップ-GC/MS-SIM 法で測定する。

## (2) 試薬・器具

### 【試薬】（注1）

ブタン-1-イル=アクリラート	：和光純薬工業製 特級（純度 98.0%）
酢酸ブチル- <i>d</i> <sub>12</sub>	：CDN 製（純度 99.5 atm% D）
メタノール	：和光純薬工業製 トリハロメタン測定用 （注2）
精製水	：ミネラルウォーター（ボルビック）（注2）
塩化ナトリウム	：関東化学製 残留農薬試験・PCB 試験用 150℃で2時間乾燥させたものを使用する。

### 【標準液の調製】

#### 〔標準液〕

ブタン-1-イル=アクリラート 50.0 mg をあらかじめメタノールを約 40 mL 入れた 50 mL メスフラスコに量り取り、メタノールを加えて定容し、1000 µg/mL の標準原液とする。

#### 〔内標準液〕

酢酸ブチル- $d_{12}$  50.0 mg をあらかじめメタノールを約 40 mL 入れた 50 mL メスフラスコに量り取り、メタノールを加えて定容し、1000 µg/mL の内標準原液とする。内標準原液をメタノールで希釈して 1.00 µg/mL の内標準液を調製する。

#### 〔検量線用標準液の調製〕

1000 µg/mL 標準原液をメタノールで順次希釈し、検量線用標準液を調製する。検量線用標準液の各濃度は、0.0100 ~ 10.0 µg/mL とする。

### 【器具】

ホモジナイザー	: エスエムテール 型式: PB95
遠心分離装置	: コクサン 型式: H-9R
超音波洗浄装置	: BRANSON yamato2200
マイクロシリンジ	: 内標準の添加に用いる (注 3)。
バイアル	: VOC 測定用 (内容量 40 mL)

## (3) 分析法

### 【試料の採取及び保存等】

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)の「試料の採取及び検体の調製等」に従って採取する。試料搬入後は速やかに分析する。

### 【試料の前処理及び試験液の調製】(注 4)

生物試料 10 g-wet を遠心管に量り、メタノール 20 mL を加え、3 分間ホモジナイズする。3000 rpm で 10 分間遠心分離し、液層をメスフラスコに採る。残渣にメタノール 20 mL を加え、10 分間超音波抽出を行う。3000 rpm で 10 分間遠心分離し、液層をメスフラスコに加え合わせ、50 mL に定容し、試料液とする。50 mL メスフラスコに精製水及び試料液 200 µL を採り、50 mL に定容する。内標準液(1.00 µg/mL)5.00 µL を添加し、ゆるやかに混合したものを試験液とする。

**【空試験液の調製】(注5)**

精製水を用いずに、メタノール 20 mL を【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6)**

GC/MS 機器	: GCMS-QP2010 Ultra (島津製作所製)
カラム	: AQUATIC (GL サイエンス製) 60 m × 0.25 mm × 1.0 μm
昇温条件	: 35°C (5min) → 10°C /min → 200°C (5min)
注入法	: ダイレクト
キャリアガス	: He (2.5 mL/min)
インターフェース温度	: 200°C
イオン源温度	: 200°C
イオン化法	: 電子イオン化法(EI)
イオン化電圧	: 70 eV
検出モード	: Selected Ion Monitoring (SIM)
モニターイオン	: ブタン-1-イル=アクリラート (定量) $m/z$ 55.0 (確認) $m/z$ 56.0 酢酸ブチル- $d_{12}$ (定量) $m/z$ 46.0 (確認) $m/z$ 64.0

**〔パージ&トラップ測定条件〕(注7)**

装置	: AQUA PT 5000J PLUS (GL サイエンス製)
クライオフォーカス	: あり -100°C インジェクト時間 2 min インジェクト温度 200°C クライオスタンバイ温度 150°C)
塩析	: あり 8 g/44 mL バイアル
吸着管	: AQUA-TRAP1 (GL サイエンス製)
キャリア圧力	: 100 kPa
バルブ温度	: 150°C
トランスファー温度	: 150°C
マウント温度	: 60°C
パージ温度	: 加温なし
パージ時間	: 10 min
パージ流量	: 40 mL/min

ドライパージ時間	: 3 min
ドライパージ温度	: 20°C
ドライパージ流量	: 40 mL/min
ディソープ温度	: 225°C
ディソープ時間	: 8 min
パージ試料量	: 20 mL

#### 〔検量線〕

50 mL メスフラスコに精製水を入れて標線に合わせ、検量線用標準液 5.00 µL 及び内標準液(1.00 µg/mL) 5.00 µL を添加し、ゆるやかに混合する。これをあらかじめ塩化ナトリウム 8 g を入れたバイアルに気泡が入らないように入れて(注 4) 満水にし、塩化ナトリウムが溶解するまで転倒攪拌した後、パージ・トラップ-GC/MS に導入し、対象物質と内標準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〕

試験液をあらかじめ塩化ナトリウム 8 g を入れたバイアルに気泡が入らないように入れて(注 8) 満水にし、塩化ナトリウムが溶解するまで転倒攪拌した後、パージ・トラップ-GC/MS に導入し、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を検量線に照らして定量する。

#### 〔濃度の算出〕

試料中濃度  $C$  (ng/g-wet) は次式により算出する。

$$C = R \cdot Q \cdot 250/V$$

$R$ : 検量線から求めた内標準物質濃度に対する対象物質濃度の比

$Q$ : 試料中に添加した内標準の量 (ng)

(= 添加する内標準の濃度 (ng/µL) × 添加する内標準の容量 (µL))

$V$ : 試料量 (g)

#### 〔装置検出下限値(IDL)〕

本分析に用いたパージ・トラップ-GC/MS の IDL を表 1 に示す。

表 1 IDL の算出結果 (注 9)

物質名	IDL (ng/mL)	試料量 (g-wet)	最終液量 (mL)	IDL 試料換算値 (ng/g-wet)
ブタン-1-イル= アクリラート	0.00015	10	50	0.18

## 〔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。

表 2 MDL 及び MQL の算出結果 (注 10)

物質名	媒体名	試料量 (g-wet)	最終液量 (mL)	MDL (ng/g-wet)	MQL (ng/g-wet)
ブタン-1-イル= アクリラート	生物	10	50	0.38	0.99

## 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) 使用前に空試験を行い、ブランクが検出されないことを確認する。
- (注 3) 吐出誤差 2%以下であることをあらかじめ確認しておくことが望ましい。  
精度を保証するため、校正されたデジタルマイクロシリンジや検量証明書付きマイクロシリンジの使用が有効である。例として SGE 製があるが推奨するものではない。
- (注 4) 添加回収試験を行う場合は、添加直後に抽出操作を行う。
- (注 5) 精製水には対象物質が含有する可能性が考えられるため、精製水を用いずに行う。
- (注 6) 検出時の確認方法の一つとして、異なるカラムで測定する方法がある。  
カラムの一例として DB-624 (Agilent 製 60 m × 0.25 mm, 0.50 µm) が挙げられる。
- (注 7) 装置からブランクが検出される場合の低減方法として、パージ管の洗浄、吸着管の焼き出し又は交換、精製水 (場合によりメタノールを添加) の繰り返し測定 (空測定) が挙げられる。
- (注 8) 塩析を行っているため、測定後は装置を十分に精製水で洗浄する。
- (注 9) IDL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 21 年 3 月)に準じて、以下の表 3 のとおり算出した。

表 3 IDL の算出結果

物質名	ブタン-1-イル=アクリラート
試料量 (g-wet)	10.0
最終液量 (mL)	50.0
注入液濃度 (ng/mL)	0.00100
結果 1 (ng/mL)	0.000956
結果 2 (ng/mL)	0.000956
結果 3 (ng/mL)	0.000980
結果 4 (ng/mL)	0.00101
結果 5 (ng/mL)	0.00101
結果 6 (ng/mL)	0.000975
結果 7 (ng/mL)	0.00106
平均値 (ng/mL)	0.0009934
標準偏差 (ng/mL)	0.0000379
IDL (ng/mL) *	0.00015
IDL 試料換算値 (ng/g-wet)	0.18
S/N	8.1
CV (%)	3.8

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

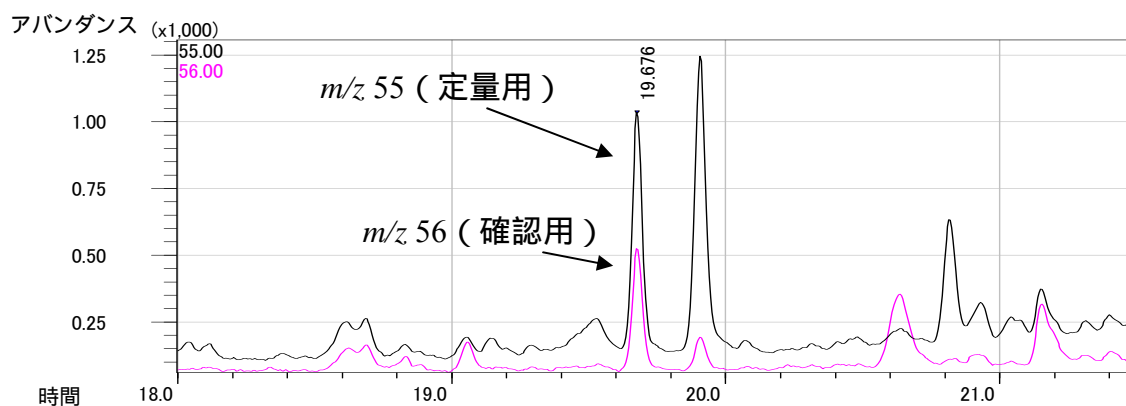


図 1-1 ブタン-1-イル=アクリラート IDL 測定時(0.00100 ng/mL)  
のクロマトグラム

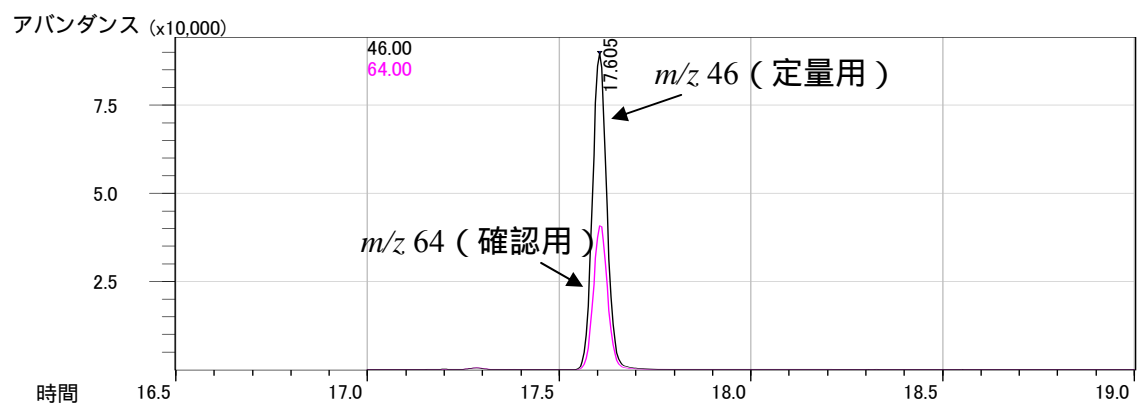


図 1-2 酢酸ブチル- $d_{12}$  IDL 測定時(0.100 ng/mL) のクロマトグラム



(注 10) 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)に準じて、以下の表 4 のとおり算出した。

表 4 MDL 及び MQL の算出

対象物質名	ブタン-1-イル=アクリラート
試料	スズキ
試料量 (g-wet)	10.0
標準添加量 (ng)	25.1
試料換算濃度 (ng/g-wet)	2.51
最終液量 (mL)	50.0
操作ブランク平均 (ng/g) <sup>*1</sup>	<0.38
無添加平均 (ng/g-wet) <sup>*2</sup>	<0.38
結果 1 (ng/g-wet)	2.17
結果 2 (ng/g-wet)	1.92
結果 3 (ng/g-wet)	1.96
結果 4 (ng/g-wet)	1.99
結果 5 (ng/g-wet)	2.08
結果 6 (ng/g-wet)	2.01
結果 7 (ng/g-wet)	2.03
結果 8 (ng/g-wet)	2.20
平均値 (ng/g-wet)	2.048
標準偏差 (ng/g-wet)	0.0990
MDL (ng/g-wet) <sup>*3</sup>	0.38
MQL (ng/g-wet) <sup>*4</sup>	0.99
S/N 比	15
CV (%)	4.8

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

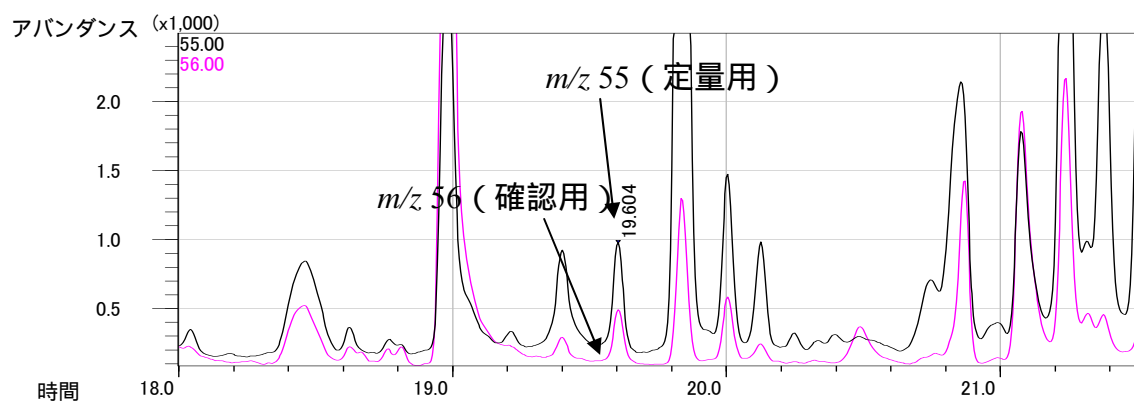


図 2-1 ブタン-1-イル=アクリレート MDL 測定時のクロマトグラム

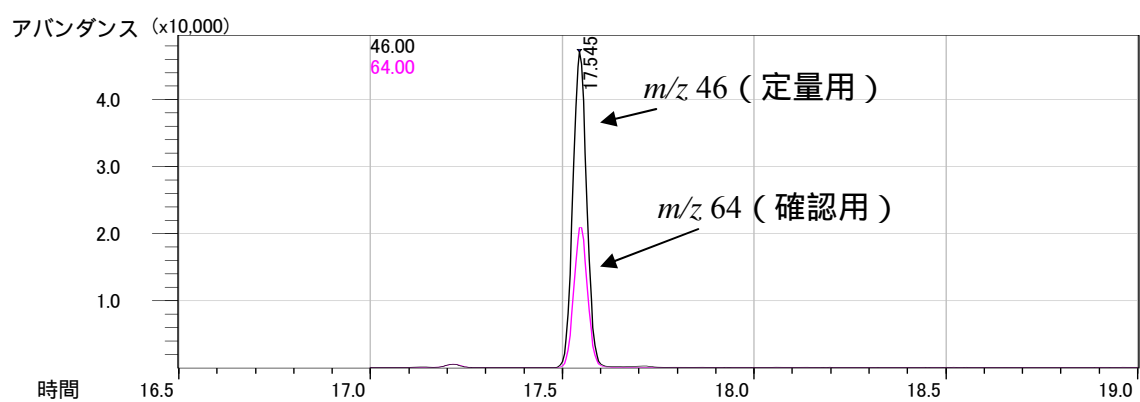


図 2-2 酢酸ブチル- $d_{12}$  MDL 測定時(0.100 ng/mL)のクロマトグラム

## §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。

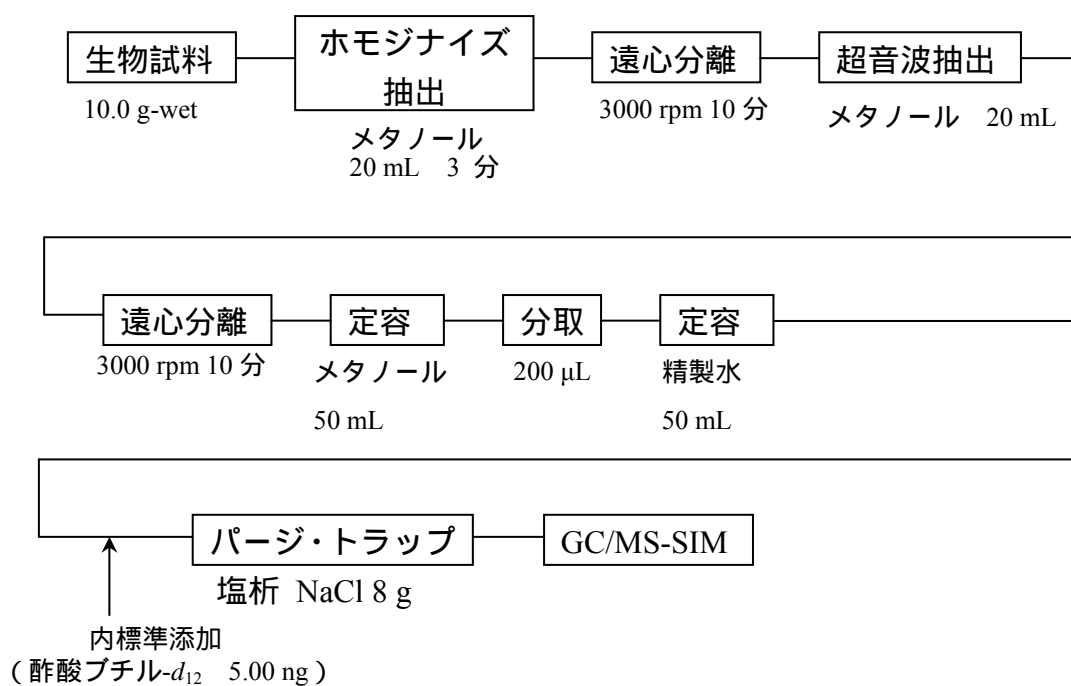


図3 分析法のフローチャート

# 〔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 5-1 及び表 5-2 に示す。

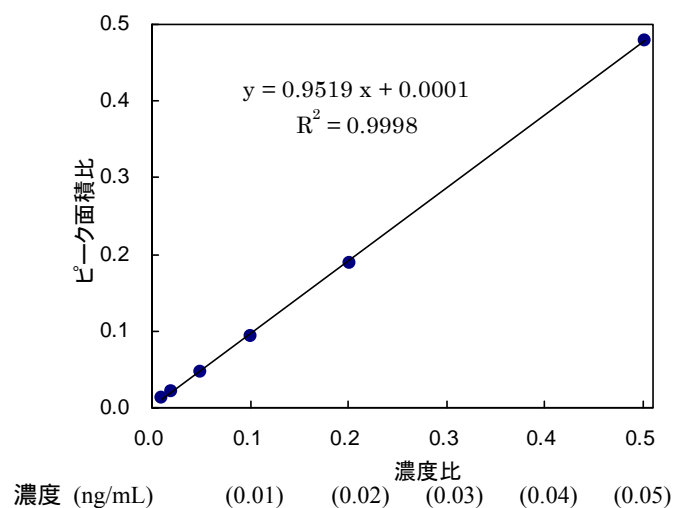


図 4-1 ブタン-1-イル=アクリラートの検量線  
(低濃度領域 0.00100 ng/mL ~ 0.0500 ng/mL)

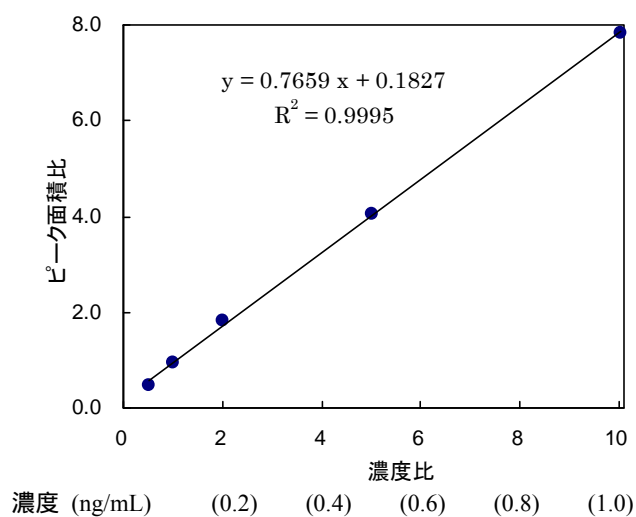


図 4-2 ブタン-1-イル=アクリラートの検量線  
(高濃度領域 0.0500 ng/mL ~ 1.00 ng/mL)

表5-1 低濃度領域の検量線作成用データ

標準液濃度 (ng/mL) (C <sub>s</sub> )	濃度比 (C <sub>s</sub> /C <sub>is</sub> )	応答値		応答比 (A <sub>s</sub> /A <sub>is</sub> )
		対象物質(A <sub>s</sub> ) ブタン-1-イル= アクリラート ( <i>m/z</i> 55)	内標準物質(A <sub>is</sub> ) 酢酸ブチル- <i>d</i> <sub>12</sub> ( <i>m/z</i> 46)*	
0	0	481	218270	0.00220
0.00100	0.0100	2809	210989	0.0133
0.00201	0.0201	4569	221818	0.0206
0.00502	0.0502	9954	212109	0.0469
0.0100	0.100	18274	197029	0.0927
0.0201	0.201	40234	213412	0.189
0.0502	0.502	101169	210937	0.480

\*: 内標準濃度: 0.100 ng/mL (C<sub>is</sub>)

表5-2 高濃度領域の検量線作成用データ

標準液濃度 (ng/mL) (C <sub>s</sub> )	濃度比 (C <sub>s</sub> /C <sub>is</sub> )	応答値		応答比 (A <sub>s</sub> /A <sub>is</sub> )
		対象物質(A <sub>s</sub> ) ブタン-1-イル= アクリラート ( <i>m/z</i> 55)	内標準物質(A <sub>is</sub> ) 酢酸ブチル- <i>d</i> <sub>12</sub> ( <i>m/z</i> 46)*	
0	0	481	218270	0.00220
0.0502	0.502	101169	210937	0.480
0.100	1.00	190043	202609	0.938
0.201	2.01	378133	208341	1.82
0.502	5.02	901988	221786	4.07
1.00	10.0	1603577	204567	7.84

\*: 内標準濃度: 0.100 ng/mL (C<sub>is</sub>)

〔標準液のクロマトグラム〕

ブタン-1-イル=アクリラート及び酢酸ブチル- $d_{12}$  のクロマトグラムを図 5-1、5-2 に示す。

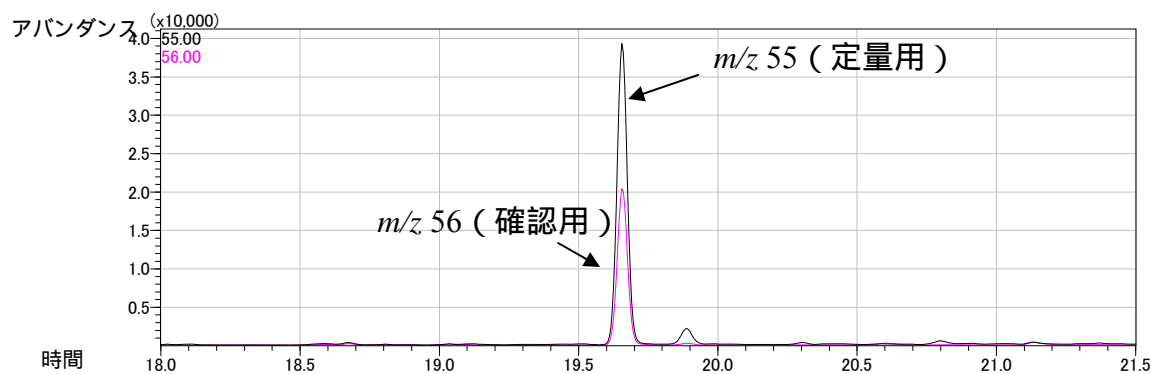


図 5-1 ブタン-1-イル=アクリラート(0.0500 ng/mL)のクロマトグラム

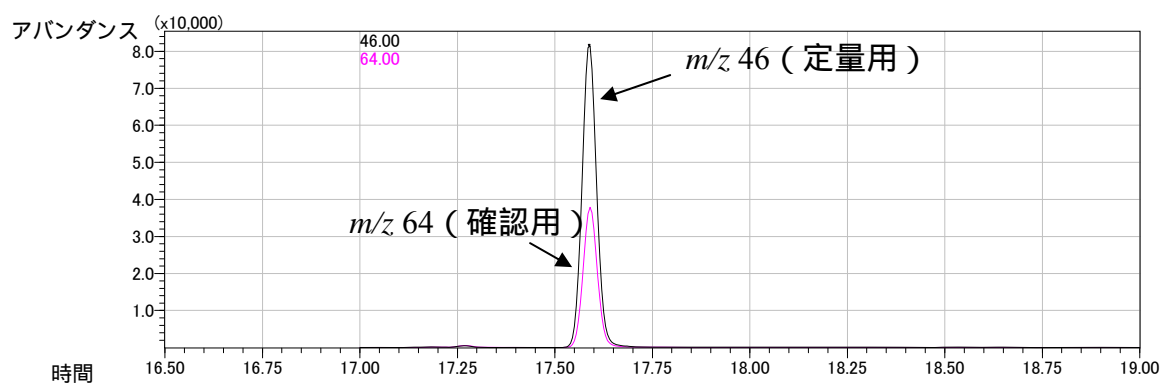


図 5-2 酢酸ブチル- $d_{12}$ (0.100 ng/mL)のクロマトグラム

### 〔マススペクトル〕

検量線用標準液のマススペクトルを図 6-1、6-2 に示す。

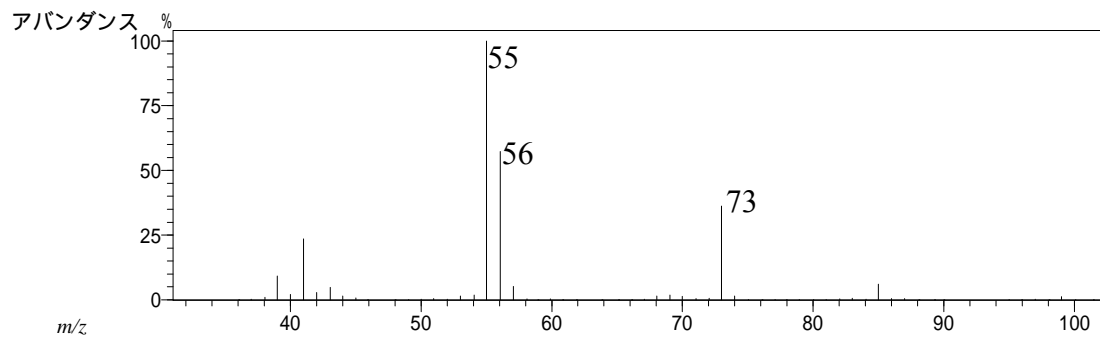


図 6-1 ブタン-1-イル=アクリラートのマススペクトル

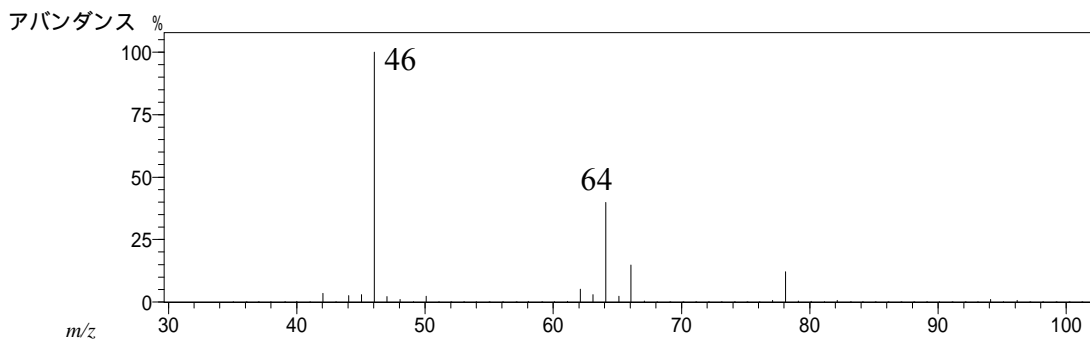


図 6-2 酢酸ブチル- $d_{12}$  のマススペクトル

### 〔操作ブランク〕

操作ブランクから微量のブタン-1-イル=アクリラートが検出されたが、MDL(0.38 ng/g-wet) 未満であった。クロマトグラムを図 7 に示す。

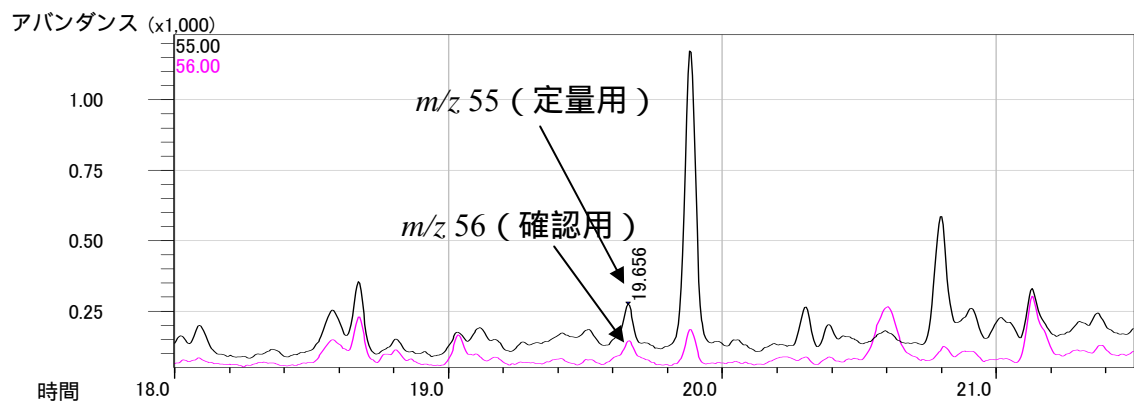


図 7 操作ブランクのクロマトグラム

### 〔添加回収試験〕

スズキ、ムラサキイガイ、ムクドリへの標準物質添加回収試験結果を表 6 に、クロマトグラムを図 8-1 ～ 8-6 に示す。

表 6 添加回収試験結果

試料名	試料量 (g-wet)	添加量 (ng)	試験数	検出濃度 (ng/g-wet)	回収率 (%)	変動係 数(%)
スズキ	10.0	無添加	2	<0.38	-	-
	10.0	100	5	7.85	79	5.6
ムラサキイ ガイ	10.0	無添加	2	<0.38	-	-
	10.0	100	5	9.23	92	3.7
ムクドリ	10.0	無添加	2	<0.38	-	-
	10.0	100	5	9.34	93	6.8

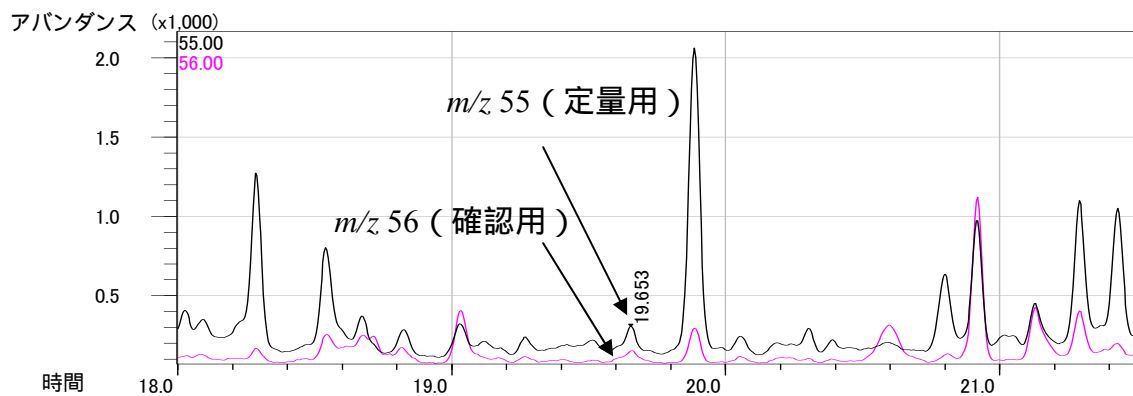


図 8-1 無添加試料（スズキ）のクロマトグラム

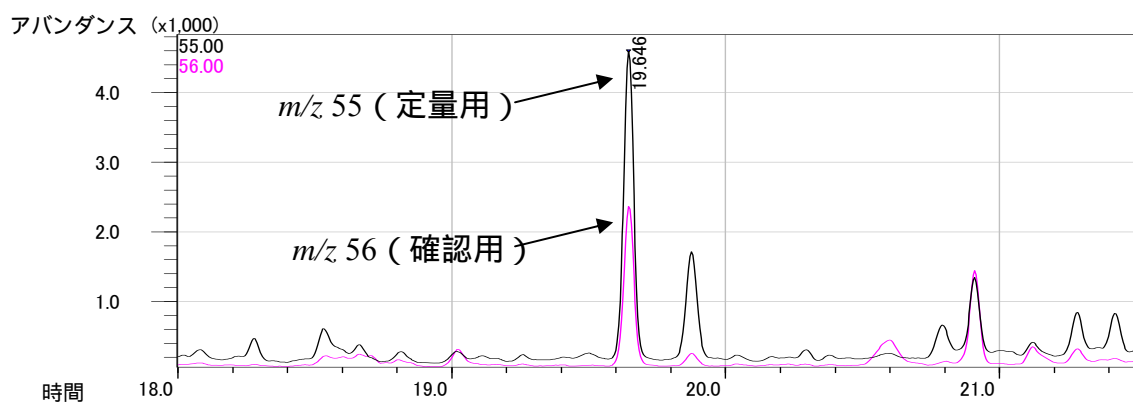


図 8-2 添加回収試験（スズキ）のクロマトグラム



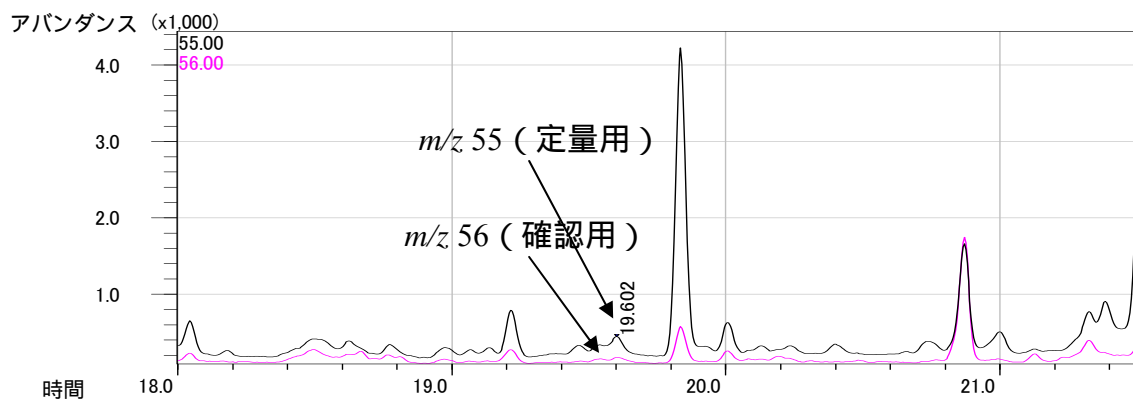


図 8-3 無添加試料 (ムラサキガイ) のクロマトグラム

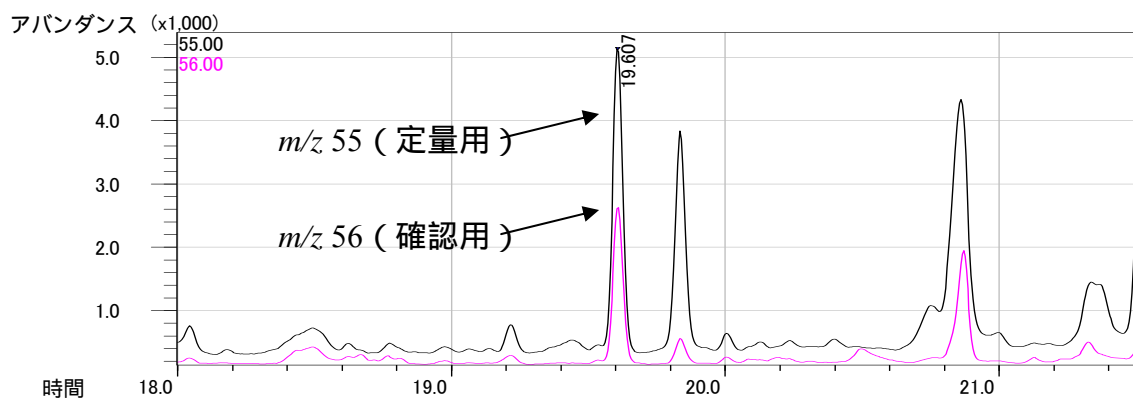


図 8-4 添加回収試験 (ムラサキガイ) のクロマトグラム

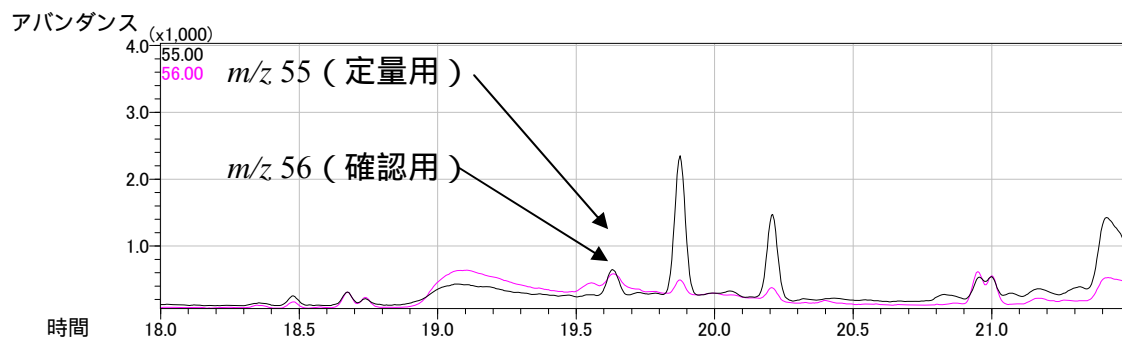


図 8-5 無添加試料 (ムクドリ) のクロマトグラム

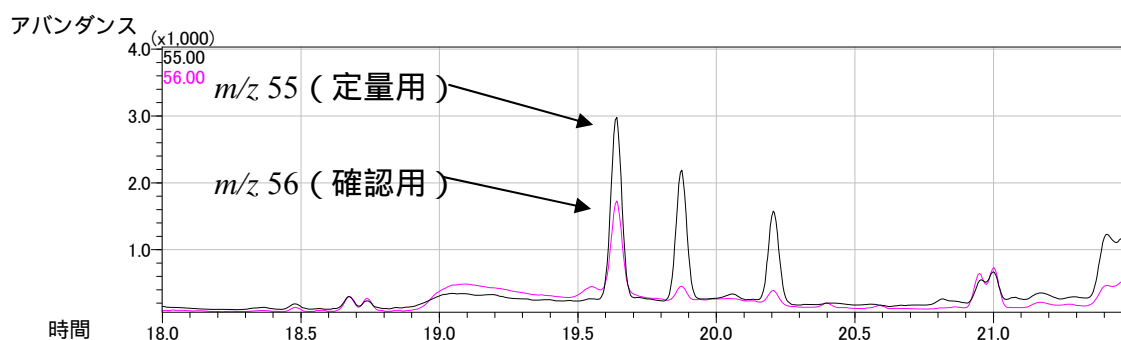


図 8-6 添加回収試験（ムクドリ）のクロマトグラム

### 〔保存性試験〕

粗抽出液の保存性試験結果を表 7 に示す。

生物試料（スズキ、10.0 g-wet）にブタン-1-イル=アクリラートを 100 ng 添加し、抽出液を作製した。密栓した後、冷暗所(4°C)で保存し、作製直後及び 7 日目に測定した。抽出液中のブタン-1-イル=アクリラートは 7 日間安定であった。また、標準液も 1 ヶ月間安定であった。

表 7 粗抽出液の保存性試験結果

試料	初期濃度	残存率(%)			
		1 日間	4 日間	7 日間	1 ヶ月間
スズキ	7.85 ng/g	100	87	82	-
標準液	1.00 ng/mL	-	-	-	115

### 〔抽出溶媒の検討〕

試料（スズキ）を 10.0 g-wet 量り取り、ブタン-1-イル=アクリラート 250 ng を添加して、メタノールあるいはアセトニトリル 20 mL を加え 3 分間ホモジナイズした。3000 rpm で 10 分間遠心分離し、上澄み液を 50 mL メスフラスコに回収した。残渣にメタノールあるいはアセトニトリルを 20 mL 加え、10 分間超音波抽出を行い遠心分離した。上澄み液を前の抽出液と合わせ、定容した。50 mL メスフラスコに抽出液 500  $\mu$ L を取り、精製水で 50 mL に定容し、内標準を添加して試験液とした。結果を表 8 に示す。

メタノール及びアセトニトリルでは、回収率に差は見られなかった。ただし、アセトニトリルではクロマトグラム上で妨害が見られたため、メタノールを採用することとした。

表8 抽出溶媒の違いによるブタン-1-イル=アクリラートの回収率の確認

試料	添加量 (ng/g)	メタノール		アセトニトリル	
		試料濃度 (ng/g-wet)	回収率 (参考)(%)	試料濃度 (ng/g-wet)	回収率 (参考)(%)
スズキ	無添加	<0.38	-	<0.38	-
	25.0	17.7	71	18.5	74

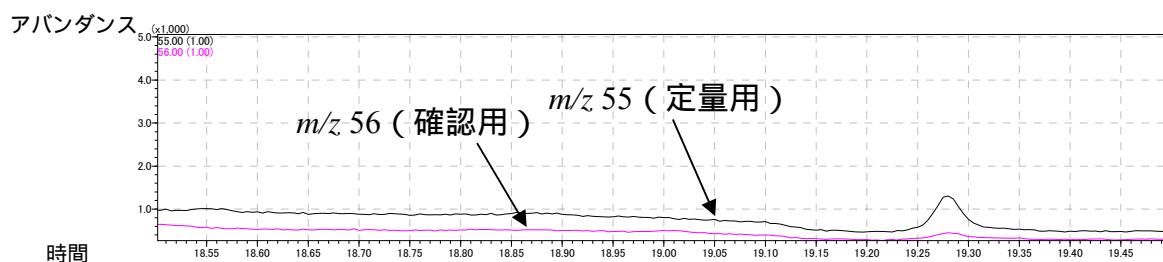


図 9-1 メタノール抽出した生物試料のクロマトグラム

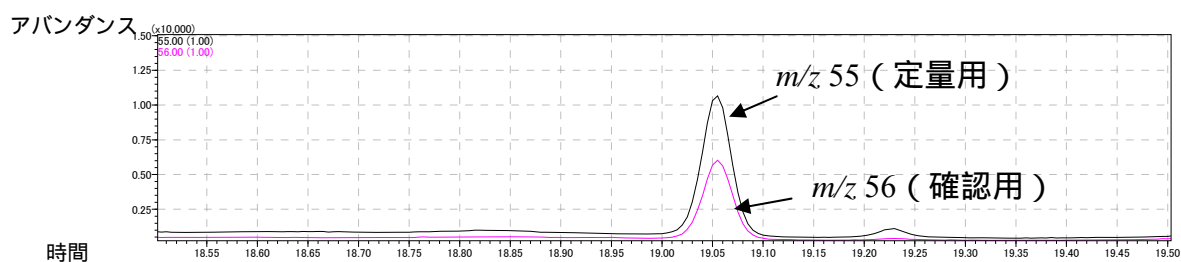


図 9-2 メタノール抽出したブタン-1-イル=アクリラート添加試料 (25.0 ng/g)のクロマトグラム

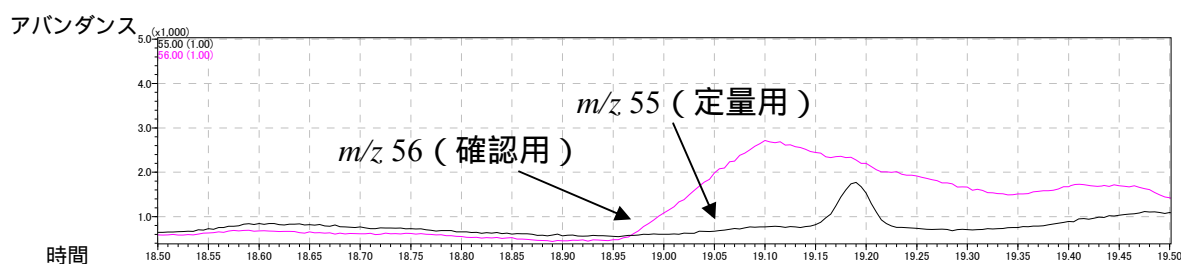


図 9-3 アセトニトリル抽出した生物試料のクロマトグラム

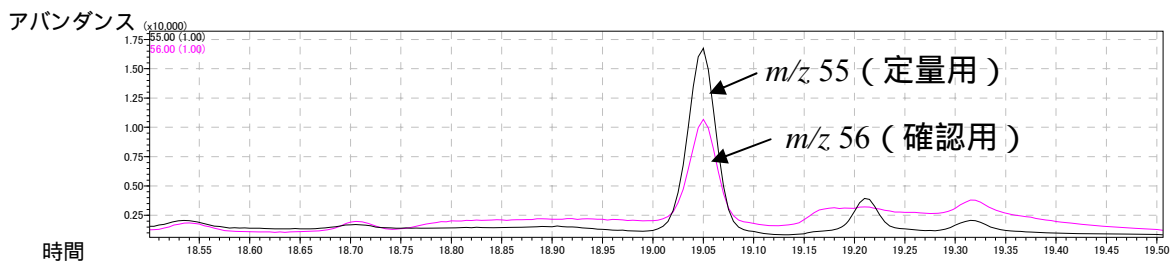


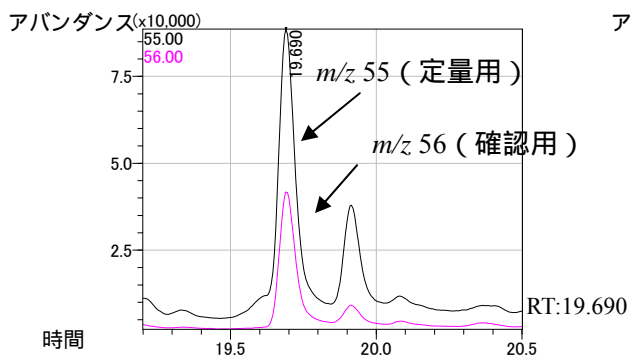
図 9-4 アセトニトリル抽出したブタン-1-イル=アクリラート添加試料 (25.0 ng/g)のクロマトグラム

### 〔メタノール抽出液の添加量の検討〕

スズキ 10.0 g-wet のメタノール抽出液を 500  $\mu$ L と 200  $\mu$ L 添加して測定した。なお、ピーク形状を確認するため、標準液を最終濃度 50.0 ng/L となるように添加した。

抽出物の添加量を 500  $\mu$ L/50 mL とした場合、パージ中に白濁が見られ、リテンションタイムが早くなった。そこで、添加量を 200  $\mu$ L/50 mL としたところ、白濁は見られず、リテンションタイムは標品とほぼ同じになった。

#### <ブタン-1-イル=アクリラート>



#### <酢酸ブチル- $d_{12}$ (100 ng/L)>

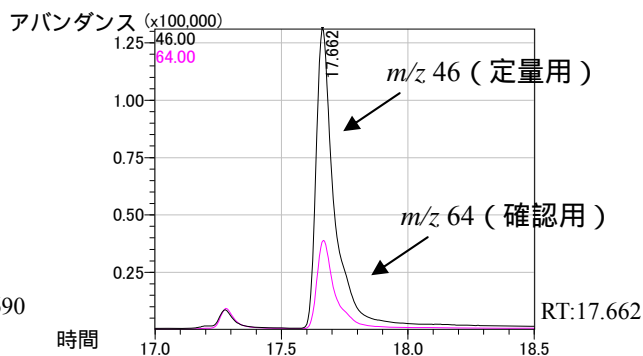


図 10-1 ブタン-1-イル=アクリラート標準液(50.0 ng/L)のクロマトグラム

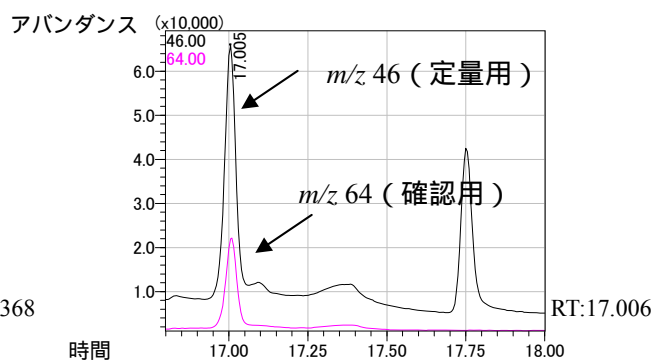
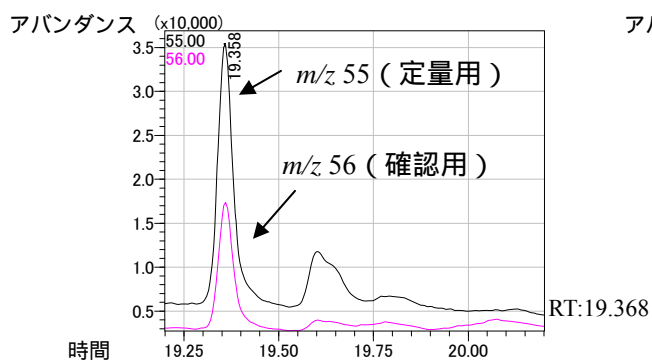


図 10-2 500 μL/50 mL 添加試料のクロマトグラム

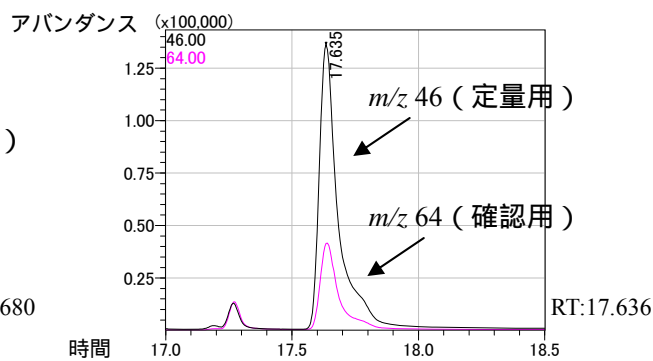
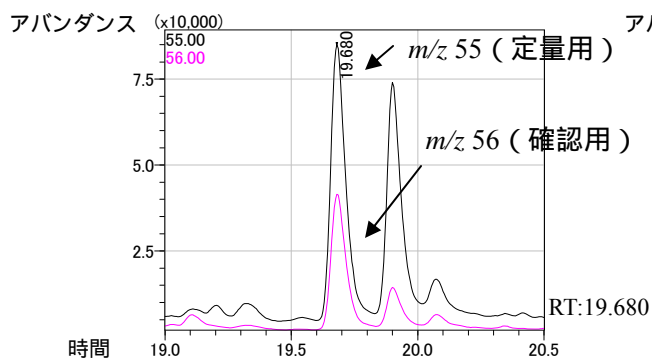


図 10-3 200 μL/50 mL 添加試料のクロマトグラム

### 〔パージ条件の検討〕

塩析を行うことで、ブタン-1-イル=アクリラート及び酢酸ブチル- $d_{12}$  の検出感度が向上し、試料測定時も安定した測定が可能となった。温度及びパージ時間の影響は少なかった。

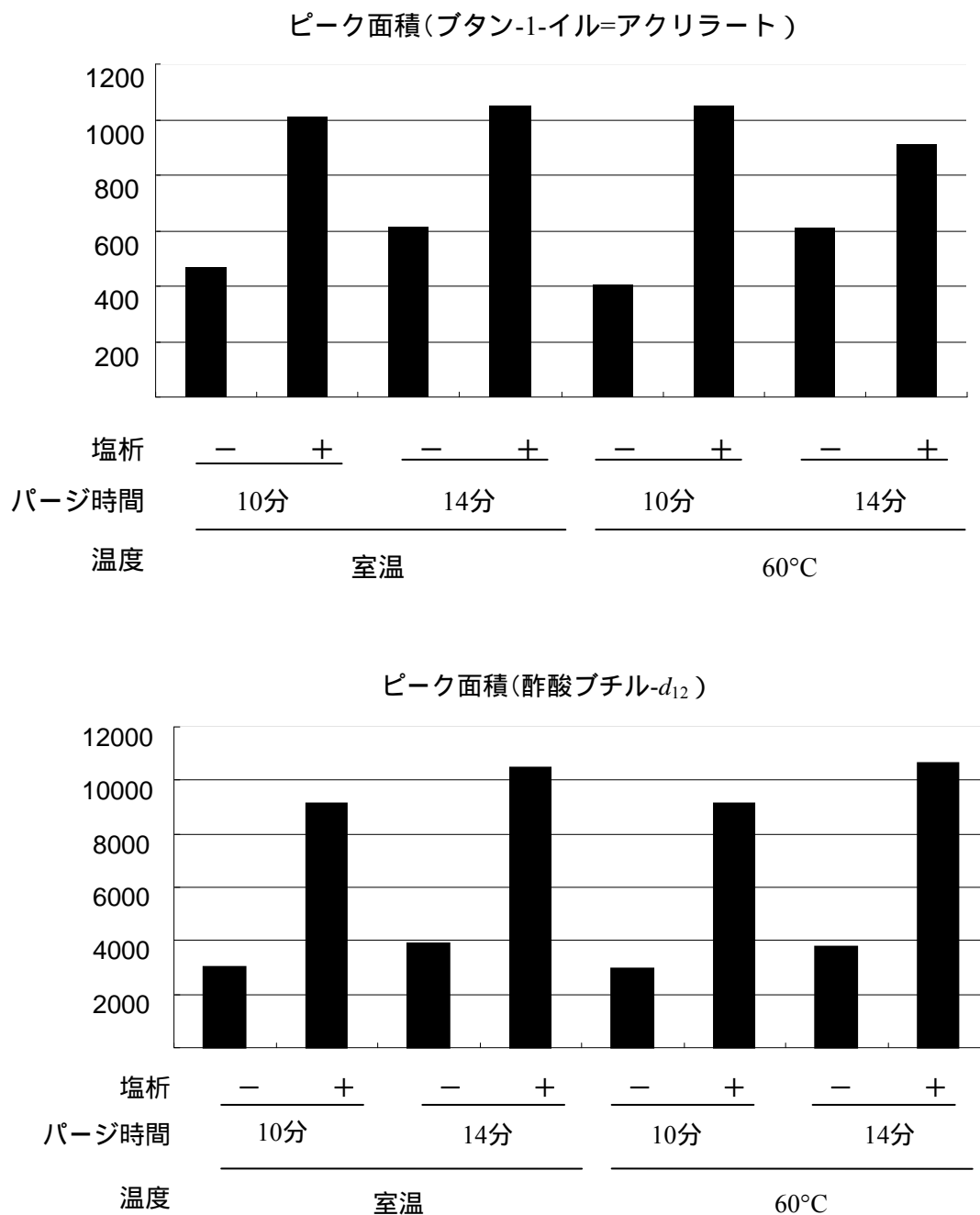


図 11 パージ条件の検討

### 〔DB-624 使用時のクロマトグラム〕

操作ブランクや環境試料からブタン-1-イル=アクリラートが微量検出された場合の同定手法として、異なるカラムで測定することも有効である。図 12 及び図 13 に分析カラムとして Agilent 製 DB-624( 60 m × 0.25 mm, 0.50 μm )を使用し、同様の条件で測定したときのクロマトグラムを示す。本カラムでも対象物質は良好なピーク形状が得られた。

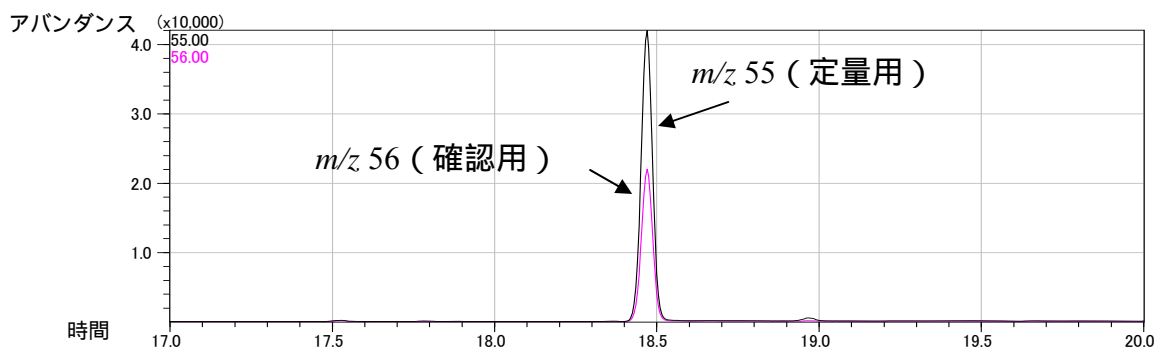


図 12 ブタン-1-イル=アクリラート(0.0500 ng/mL)のクロマトグラム  
(DB-624 使用時)

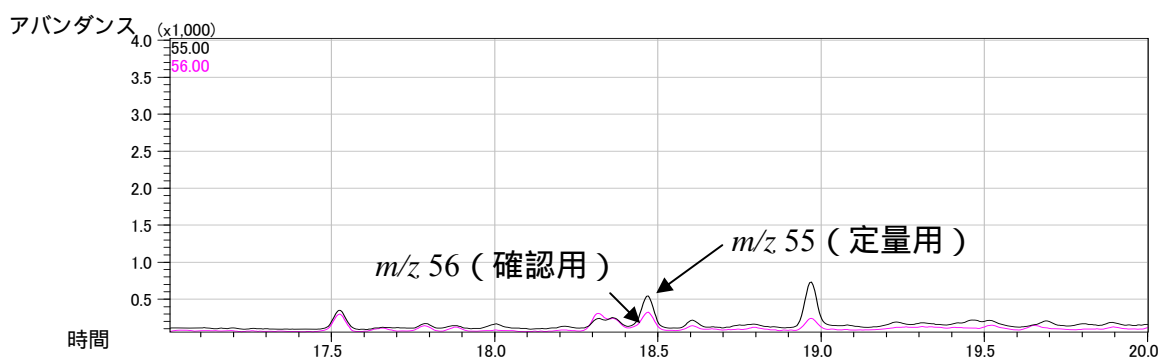


図 13 スズキのクロマトグラム (DB-624 使用時)

### 〔添加回収試験（添加 12 時間後）〕

試料（スズキ）を 10.0 g-wet 量り取り、ブタン-1-イル=アクリラート 100 ng を添加して、12 時間冷暗所で保管した後、添加回収試験を実施した。結果を表 9 に示す。添加 12 時間後には、回収率は 27%にまで低下した。

表 9 添加回収試験（添加 12 時間後）

試料名	試料量 (g-wet)	添加量 (ng)	試験数	検出濃度 (ng/g-wet)	回収率 (%)	変動係数 (%)
スズキ	10.0	無添加	2	<0.38	-	-
	10.0	100	3	2.68	27	12

### 〔環境試料の分析〕

スズキ及びムラサキイガイにおいて、ブタン-1-イル=アクリラートは不検出であった（クロマトグラムは〔添加回収試験〕を参照）。

### 【評価】

本分析法におけるブタン-1-イル=アクリラートの MDL は、0.38 ng/g-wet、MQL は、0.99 ng/g-wet であった。スズキ、ムラサキイガイ及びムクドリを用いた添加回収試験の回収率は、それぞれ 79%、92%及び 93%であった。以上の結果から、本法は、生物試料中に 0.4 ng/g-wet レベルで存在するブタン-1-イル=アクリラートの検出に適応可能であると判断される。ただし、ブランクから MDL 以下ではあるが、対象物質が検出された。用いる試薬類は、ブランクが検出されないことを十分に確認する必要がある。

### 【担当者連絡先】

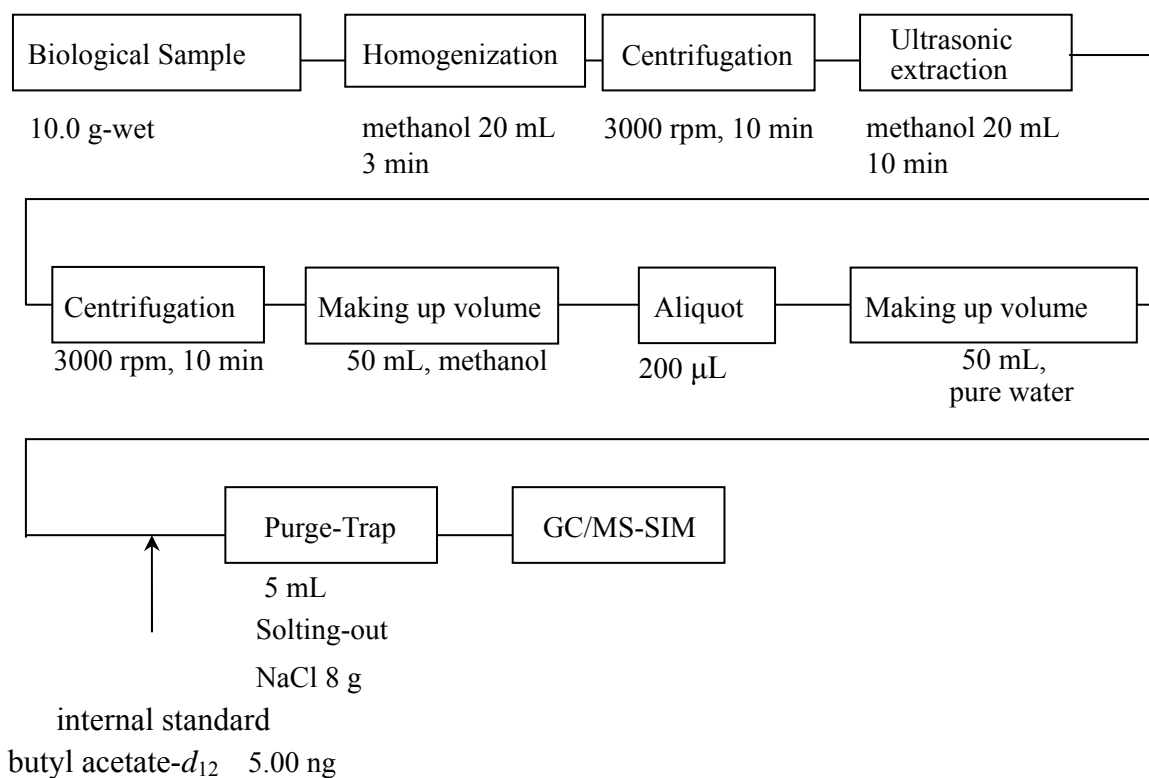
所属先名称 : 一般財団法人 化学物質評価研究機構  
所属先住所 : 〒345-0043 埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野 1600 番地  
TEL : 0480-37-2601 FAX : 0480-37-2521  
担当者名 : 川勝 健伸、蒲池 祥子  
E-mail : kawakatsu-takenobu@ceri.jp, kamachi-shoko@ceri.jp



## Butan-1-yl acrylate

This method provides procedures for the determination of butan-1-yl acrylate in biological samples by purge and trap coupled to gas chromatography/mass spectrometry with selected ion monitoring (purge trap -GC/MS-SIM). A sample (10.0 g) is extracted by homogenizing for 3 min and ultrasonication for 10 min with 20 mL of methanol, and centrifuged at 3000 rpm for 10 min after each extraction. Then, two extracts are combined. The volume of methanol extract is fixed to 50 mL with methanol. A 200  $\mu$ L aliquot of methanol extract is fixed to 50 mL with purified water. Finally, 5.00 ng of butyl acetate- $d_{12}$  as an internal standard is added to 50 mL of the sample. Then a vial containing 8 g of NaCl is filled with the sample. Five milliliter of the solution is analyzed by purge trap -GC/MS-SIM.

The instrument detection limit (IDL) of butan-1-yl acrylate is 0.18 ng/g-wet. The method detection limit (MDL) and method quantification limit (MQL) of butan-1-yl acrylate are 0.38 ng/g-wet and 0.99 ng/g-wet, respectively. The average of recoveries ( $n=5$ ) from 100 ng butan-1-yl acrylate added to samples was 79%, and the relative standard deviation was 5.6%.



物質名	分析法フローシート	備考
ブタン-1-イル=アクリレート IUPAC 名： <i>n</i> -Butyl prop-2-enoate  別名：アクリル酸 <i>n</i> -ブチル、ブチルアクリレート	<p>【生物】</p> <pre> graph LR     A[生物試料 10.0 g-wet] --&gt; B[ホモジナイズ抽出 メタノール 20 mL 3 分]     B --&gt; C[遠心分離 3000 rpm, 10 分]     C --&gt; D[超音波抽出 メタノール 20 mL]     D --&gt; E[遠心分離 3000 rpm, 10 分]     E --&gt; F[定容 メタノール 50 mL]     F --&gt; G[分取 200 µL]     G --&gt; H[定容 50 mL, 精製水]     H --&gt; I[パージ・トラップ 塩析 NaCl 8 g]     I --&gt; J[GC/MS-SIM]     K[シリンジスパイク内標準添加 (酢酸ブチル-d12 5.00 ng)] --&gt; I           </pre> <p>シリンジスパイク内標準添加 (酢酸ブチル-<i>d</i><sub>12</sub> 5.00 ng)</p>	分析原理： パージ・トラップ GC/MS-SIM  検出下限値： 【生物】(ng/g-wet) 0.38  分析条件： 機器 GC/MS： GCMS-QP2010 Ultra (島津製作所) パージ・トラップ： AQUA PT 5000J PLUS (GLサイエンス) カラム：(GL サイエンス) AQUATIC (60 m × 0.25 mm × 1.0 µm)