

## アクリル酸 *n*-デシル

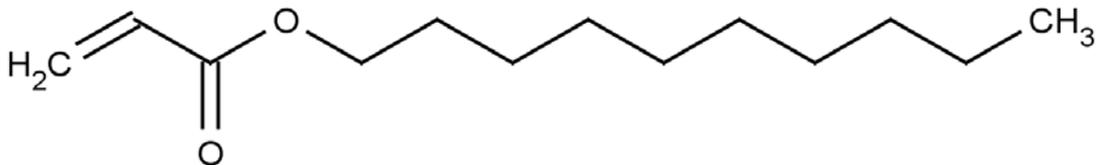
### Decyl acrylate

IUPAC名：Decyl prop-2-enoate

別名：デシル=アクリラート、プロペン酸デシル

Acrylic acid, Decyl ester

#### 【対象物質の構造】



アクリル酸 *n*-デシル

CAS 番号：2156-96-9

分子式：C<sub>13</sub>H<sub>24</sub>O<sub>2</sub>

#### 【物理化学的性状】

[分子量]	212.33
[分子量 (モノアイソトピック質量)]	212.1776
[沸点]	158°C <sup>1)</sup>
[融点]	-69°C <sup>1)</sup>
[比重]	0.8781 g/cm <sup>3</sup> <sup>1)</sup>
[溶解度]	1.4258 mg/L <sup>2)</sup>
[log Pow]	5.15 <sup>2)</sup>

#### 【毒性、用途】

[毒性]<sup>3)</sup>

急性毒性 マウス (経口) LD<sub>50</sub> 6460 mg/kg

[用途]<sup>4)</sup>

樹脂原料

出典

- 1) [https://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty\\_JP\\_CB5307586.htm](https://www.chemicalbook.com/ChemicalProductProperty_JP_CB5307586.htm)
- 2) U.S.EPA, Estimation Programs Interface (EPI) Suite v4.11  
(<http://www.epa.gov/oppt/exposure/pubs/episuitedl.htm>)
- 3) U.S. National Center for Biotechnology Information's PubChem system
- 4) NITE Chemical Risk Information Platform (NITE 化学物質総合情報提供システム)

## § 1 分析法

### (1) 分析法の概要

水質試料を塩化ナトリウムが入ったバイアル瓶に採取し、内標準を添加してヘッドスペース GC/MS -SIM で測定する。

### (2) 試薬・器具

#### 【試薬】 (注 1)

アクリル酸 <i>n</i> -デシル	: APOLLO SCIENTIFIC 製 (99%)
ナフタレン- <i>d</i> <sub>8</sub>	: 富士フイルム和光純薬製 環境分析用 (98%)
メタノール	: 関東化学製 LC/MS 用
<i>L</i> (+)-アスコルビン酸	: 富士フイルム和光純薬製 特級
塩化ナトリウム	: 富士フイルム和光純薬製 水質試験用
精製水 (注 2)	: 市販のミネラルウォーター (南アルプスの天然水)

#### 【標準液の調製】

##### 〔標準原液〕

アクリル酸 *n*-デシル 20.0 mg を正確に量り取り、メタノール 100 mL に溶解し、200 µg/mL の標準原液を調製する。

##### 〔内標準液〕

ナフタレン-*d*<sub>8</sub> 20.0 mg を正確に量り取り、メタノール 100 mL に溶解し、200 µg/mL の内標準原液を調製する。内標準原液をメタノールで希釈し、2.0 µg/mL の内標準液を調製する。

##### 〔検量線用標準液〕

標準原液をメタノールで適宜希釈し、0.050 µg/mL ~ 0.50 µg/mL の検量線用標

準液を調製する。

#### 【器具】

ヘッドスペース用 20 mL バイアル瓶、シリコン/PTFE セプタム付キャップ、メスフラスコ、ホールピペット、マイクロシリンジ（注3）

### (3) 分析法

#### 【試料の採取及び保存等】

試料の採取及び保存は、環境省「化学物質環境実態調査実施の手引き」（最新版）に従う。

容量 100 mL 程度の密栓できるガラス製容器に気泡が入らず、満水となるように採取する。直ちに分析できない場合は、試料水 100 mL に対してアスコルビン酸 0.1 g を添加し、冷暗所に保管する。

ガラス製容器（容量 100 mL 程度）は、事前に乾燥機で 200°C、2 時間乾燥しておく。

#### 【試料の前処理及び試験液の調製】

ヘッドスペース用 20 mL バイアル瓶に塩化ナトリウム 3 g（海水は 2.7 g）を入れ、乾燥機で 200°C、2 時間乾燥する。

乾燥後常温に戻したバイアル瓶に、ホールピペットを用いて水質試料 10 mL を泡立てないように分取し、内標準液(2.0 µg/mL) をマイクロシリンジで 10 µL 添加して密栓する。塩化ナトリウムが完全に溶解するまで混合し、試験液とする。

#### 【空試験液の調製】

水質試料と同様に精製水を用いて、【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：島津製作所製 GC2010 Plus
	MS：島津製作所製 GCMS-QP2010 Ultra
使用カラム	: GL Science 製 InertCap 5MS/Sil 30 m × 0.25 mm, 0.50 µm
カラム温度	: 60°C (1 min) → 20°C/min → 120°C (0 min) → 5°C/min

→220 (0 min)→20°C/min →300°C (3 min)

試料導入方法	: 全量注入
キャリアーガス	: He 51.6 cm/s (2.0 mL/min)
インターフェース温度	: 230°C
イオン化法	: EI
イオン源温度	: 230°C
イオン化エネルギー	: 70 eV
イオン化電流	: 50 $\mu$ A
検出モード	: SIM
モニターイオン	: アクリル酸 <i>n</i> -デシル $m/z$ 55 (定量用) $m/z$ 70 (確認用)
	ナフタレン- <i>d</i> <sub>8</sub> $m/z$ 136 (定量用)

#### [ヘッドスペースオートサンプラー条件]

使用機種	: 島津製作所製 HS-20
モード	: 1 mL ループ
オープン温度	: 70°C
サンプルライン温度	: 200°C
トランスファーライン温度	: 200°C
バイアル加圧用ガス圧力	: 80 kPa
バイアル保温時間	: 30 分
バイアル加圧時間	: 2 分
注入時間	: 1 分
ニードルフラッシュ時間	: 5 分

#### [検量線]

ヘッドスペース用 20 mL バイアル瓶に塩化ナトリウム 3 g を入れ、乾燥機で 200°C、2 時間乾燥する。

乾燥後常温に戻したバイアル瓶に、ホールピペットを用いて精製水 10 mL を泡立てないように分取し、内標準液 (2.0  $\mu$ g/mL) 及び検量線用標準液 (0.050  $\mu$ g/mL~0.50  $\mu$ g/mL) をマイクロシリンジでそれぞれ 10  $\mu$ L 添加し、密栓する。塩化ナトリウムが完全に溶解するまで混合し、0.050 ~0.50 ng/mL の範囲の検量線試験液とする。

この試験液をヘッドスペース-GC/MS-SIM に導入して分析する。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 10 mL をヘッドスペース-GC/MS で分析し、対象物質と内標準物質のピーク面積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/L) は次式により算出する。

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

$R$  : 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物質の量 (ng)

(= 添加した内標準液の濃度 (ng/μL) × 添加した内標準液の液量 (μL))

$V$  : 試料量 (L)

本分析法に従った場合、以下の数値を使用する。

$$Q = 20 \text{ (ng)}$$

(= 添加した内標準液の濃度 (2.0 ng/μL) × 添加した内標準液の液量 (10 μL))

$$V = 0.010 \text{ (L)}$$

即ち、

$$C = R \times 2000 \text{ (ng/L)} = R \times 2 \text{ (μg/L)}$$

である。

#### 〔装置検出下限値 (IDL) 〕

本分析に用いた GC/MS の IDL を表 1 に示す (注 4)。

表 1 IDL の算出結果

物質名	試料量 (L)	IDL (μg/L)
アクリル酸 <i>n</i> -デシル	0.010	0.011

#### 〔分析方法の検出下限 (MDL) 及び定量下限 (MQL) 〕

本分析の MDL 及び MQL を表 2 に示す (注 5)。

表 2 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	試料	試料量 (L)	MDL ( $\mu\text{g/L}$ )	MQL ( $\mu\text{g/L}$ )
アクリル酸 <i>n</i> -デシル	湖水	0.010	0.017	0.044

## 注解

- (注 1) ここに示す製品は実際に使用した商品を掲げているが、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) 使用する精製水は、あらかじめブランクがないことを確認しておく。
- (注 3) 試験に使用するマイクロシリンジは、精度管理ないしはバリデーションされたものを用いることを基本とし、測定誤差 2%以下となることを担保しておくことが望ましい。

(注 4) IDL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 28 年 3 月)に従って、表 3 のとおり算出した。また、図 1 に IDL 測定時の対象物質のクロマトグラム、図 2 に内標準物質のクロマトグラムを示す。

表 3 IDL の算出結果

物質名	アクリル酸 <i>n</i> -デシル
試料量 (L)	0.010
試料濃度 (ng/mL)	0.050
結果 1 (ng/mL)	0.0541
結果 2 (ng/mL)	0.0596
結果 3 (ng/mL)	0.0566
結果 4 (ng/mL)	0.0521
結果 5 (ng/mL)	0.0587
結果 6 (ng/mL)	0.0533
結果 7 (ng/mL)	0.0570
平均値 (ng/mL)	0.05591
標準偏差 ( $\sigma_{n-1}$ ) (ng/mL)	0.00282
IDL (ng/mL) *	0.011
S/N 比	13
CV (%)	5.0

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

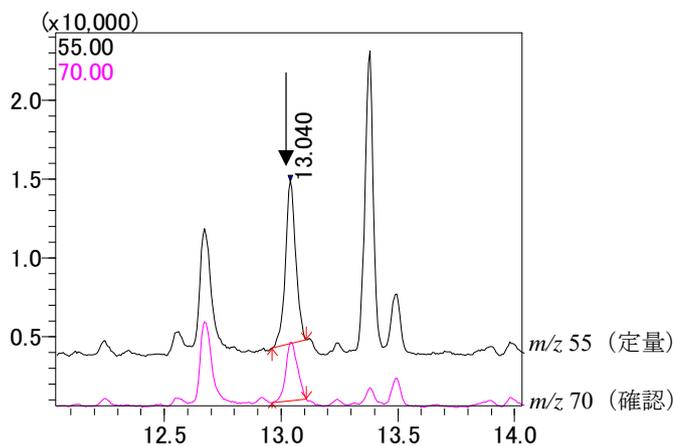


図 1 IDL 測定時(0.050 ng/mL)の対象物質のクロマトグラム

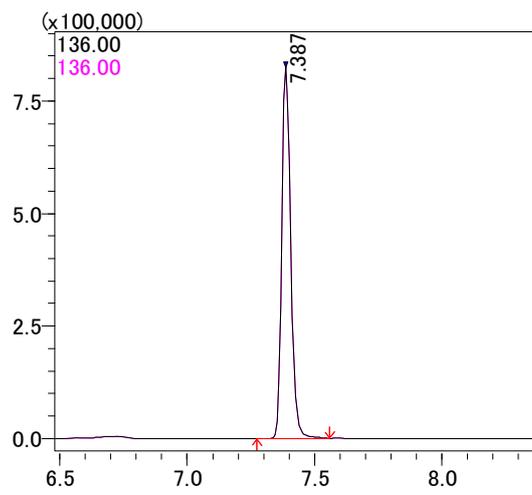


図 2 IDL 測定時(0.050 ng/mL)の内標準物質のクロマトグラム

(注 5) MDL 及び MQL は、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 28 年 3 月)に従って、表 4 のとおり算出した。また、図 3 に MDL 測定時の対象物質のクロマトグラム、図 4 に内標準物質のクロマトグラムを示す。

表 4 MDL 及び MQL の算出結果

物質名	アクリル酸 <i>n</i> -デシル
試料	湖水
試料量 (L)	0.010
標準添加量 (ng)	0.50
試料換算濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	0.050
操作ブランク平均 ( $\mu\text{g/L}$ ) <sup>*1</sup>	< 0.017
無添加平均 ( $\mu\text{g/L}$ ) <sup>*2</sup>	< 0.017
結果 1 ( $\mu\text{g/L}$ )	0.0522
結果 2 ( $\mu\text{g/L}$ )	0.0531
結果 3 ( $\mu\text{g/L}$ )	0.0398
結果 4 ( $\mu\text{g/L}$ )	0.0500
結果 5 ( $\mu\text{g/L}$ )	0.0498
結果 6 ( $\mu\text{g/L}$ )	0.0494
結果 7 ( $\mu\text{g/L}$ )	0.0478
平均値 ( $\mu\text{g/L}$ )	0.04887
標準偏差( $\sigma_{n-1}$ ) ( $\mu\text{g/L}$ )	0.00436
MDL ( $\mu\text{g/L}$ ) <sup>*3</sup>	0.017
MQL ( $\mu\text{g/L}$ ) <sup>*4</sup>	0.044
S/N 比	14
CV (%)	8.9

\*1 : 空試験液を測定した値の平均値( $n = 3$ )

\*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

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

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

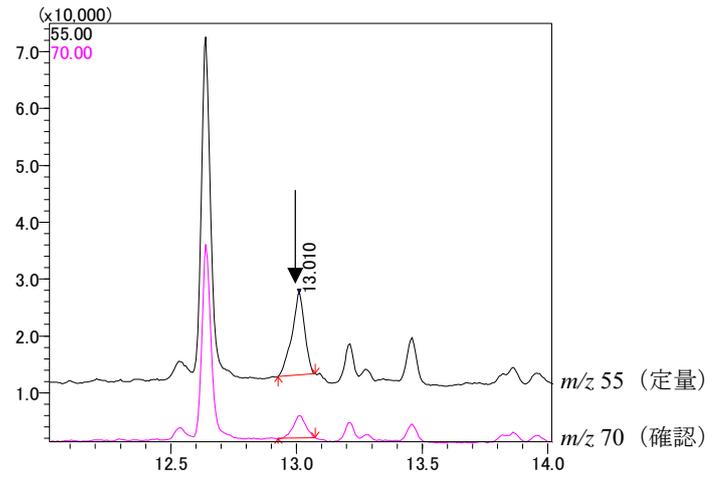


図3 MDL測定時（湖水 0.50 ng 添加）の対象物質のクロマトグラム

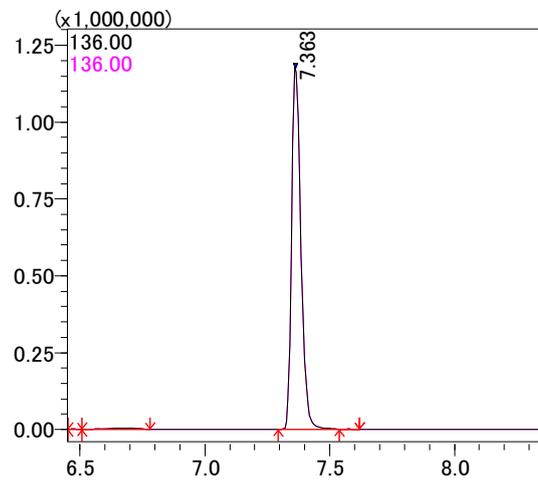


図4 MDL測定時（湖水 0.50 ng 添加）の内標準物質のクロマトグラム

## § 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5に示す。

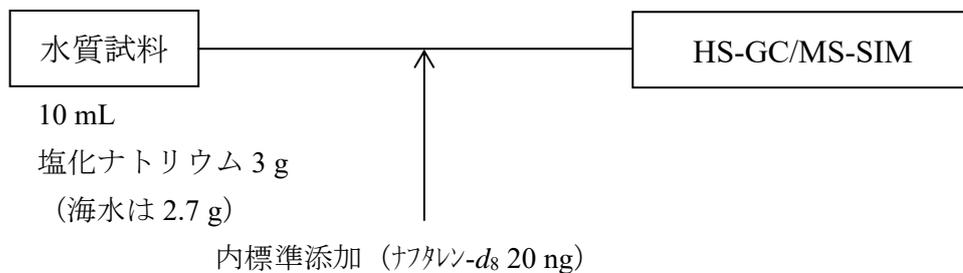


図5 分析法のフローチャート

### 〔検量線〕

検量線を図6に、検量線作成データを表5に示す。

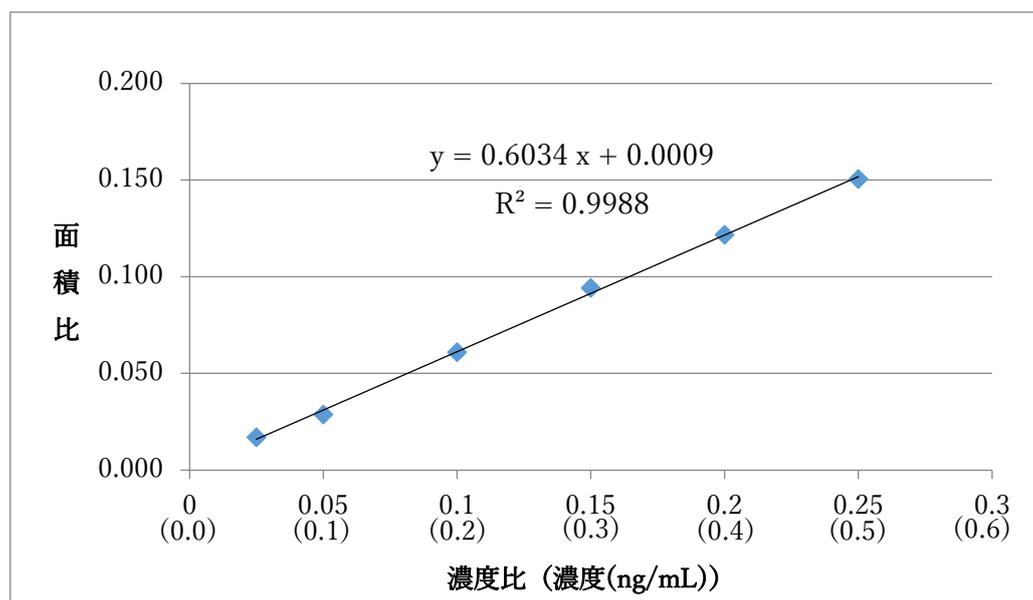


図6 アクリル酸 *n*-デシルの検量線  
(0.050~0.50 ng/mL 内標準物質: 2.0 ng/mL)

表 5 検量線作成用データ

標準液 濃度 (ng/mL) (Cs)	濃度比 (Cs/Cis*)	応答値		
		対象物質 (As) 【アクリル酸 <i>n</i> -デシル】 ( <i>m/z</i> 55)	内標準物質 (Ais) 【ナフタレン- <i>d</i> <sub>8</sub> 】 ( <i>m/z</i> 136)	応答比 (As/Ais)
0.050	0.025	43023	2539807	0.0169
0.10	0.050	84195	2928533	0.0287
0.20	0.10	161962	2657707	0.0609
0.30	0.15	269208	2857015	0.0942
0.40	0.20	383993	3156044	0.122
0.50	0.25	471826	3135931	0.150

Cis\* : 内標準物質濃度 2.0 ng/mL

〔クロマトグラム〕

標準液測定時のアクリル酸 *n*-デシルのクロマトグラムを図 7、ナフタレン-*d*<sub>8</sub>のクロマトグラムを図 8、アクリル酸エステル類の混合標準液のクロマトグラムを図 9 に示す。

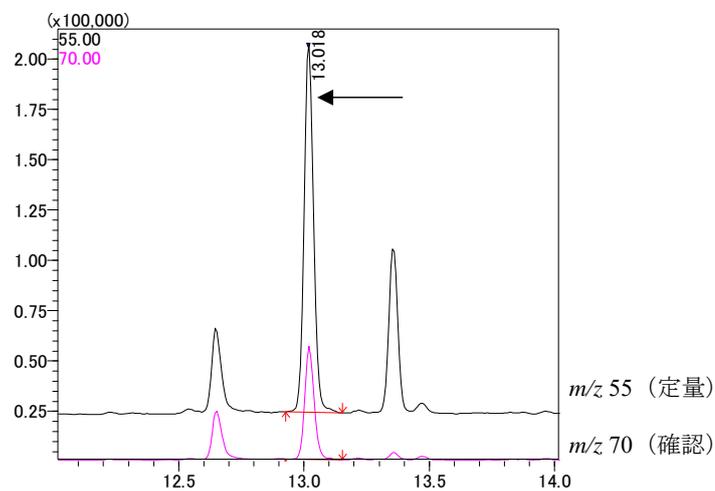


図 7 アクリル酸 *n*-デシル(0.50 ng/mL) のクロマトグラム

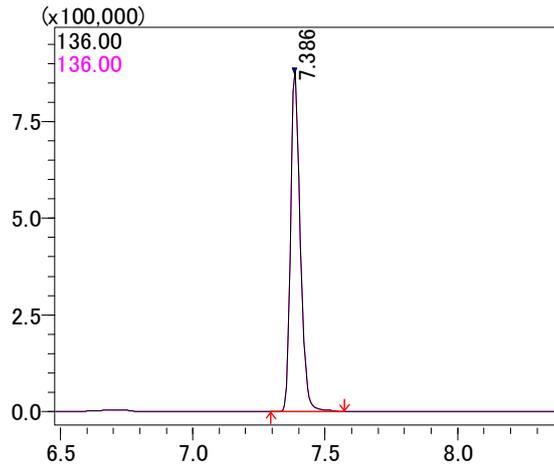


図8 ナフタレン- $d_8$ のクロマトグラム

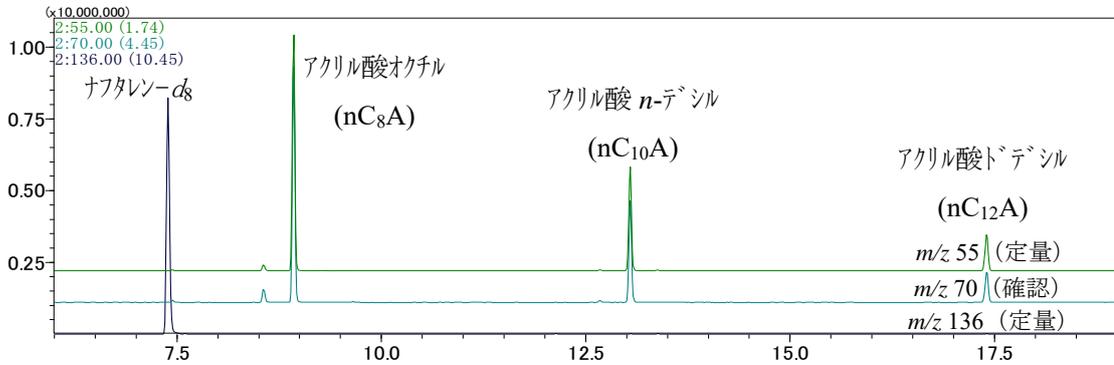


図9 アクリル酸エステル類（アクリル酸オクチル、アクリル酸  $n$ -デシル、アクリル酸ドデシル各 0.50 mg/L）標準液のスクリーン測定時のクロマトグラム（内標準物質 10 ng/mL）

〔マススペクトル〕

対象物質のマススペクトルを図10、内標準物質のマススペクトルを図11に示す。

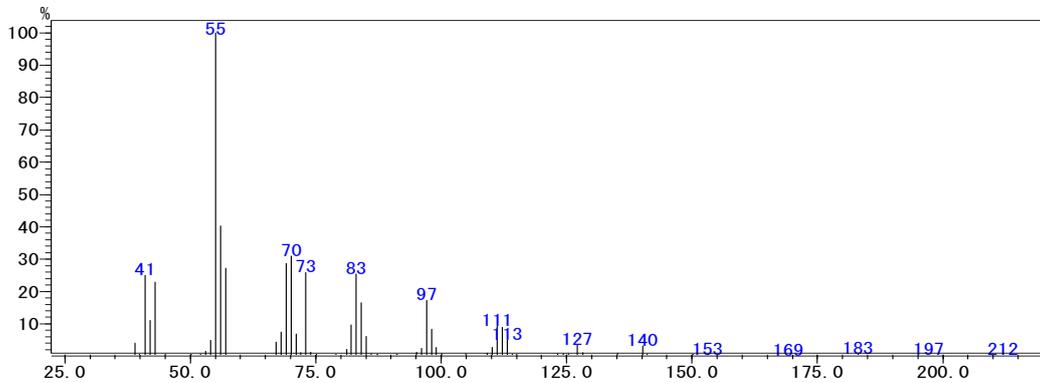


図10 アクリル酸  $n$ -デシルのマススペクトル

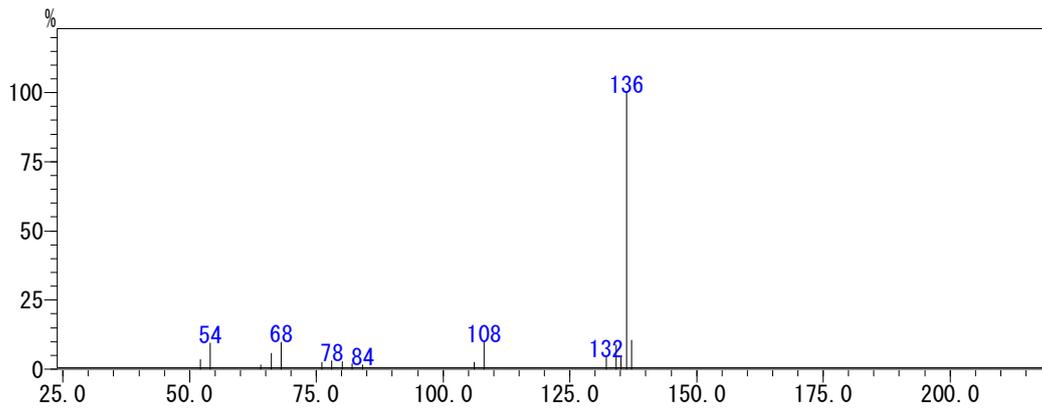


図 11 ナフタレン- $d_8$  のマススペクトル

〔操作ブランク〕

操作ブランク試験の結果は MDL 以下( $< 0.017 \mu\text{g/L}$ )であった (表 6)。操作ブランクのクロマトグラムを図 12 に示す。

表 6 操作ブランク試験結果

物質名	試験数	検出濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )
アクリル酸 <i>n</i> -デシル	3	$< 0.017$

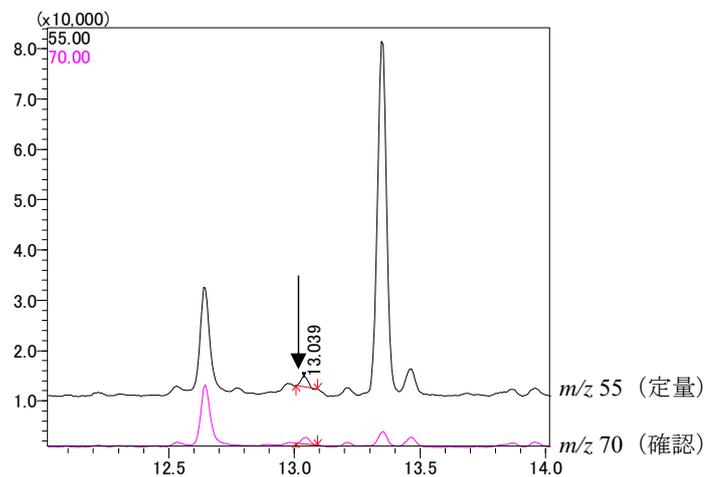


図 12 操作ブランク試験 (南アルプスの天然水) のクロマトグラム

〔添加回収試験〕

海水、湖水、河川水への標準物質添加回収試験結果を表 7 に、無添加及び  $0.50 \text{ ng}$  添加のクロマトグラムを図 13-1～図 13-6 に示す。

表 7 添加回収試験結果

物質名	試料	試料量 (mL)	添加量 (ng)	試験数	試料濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	回収率 (%)	変動係数 (%)
アクリル酸 <i>n</i> -デシル	海水	10	0	2	< 0.017	—	—
		10	0.50	7	0.055	109	6.7
	湖水	10	0	2	< 0.017	—	—
		10	0.50	7	0.049	98	8.9
	河川水	10	0	2	< 0.017	—	—
		10	0.50	7	0.052	104	7.2

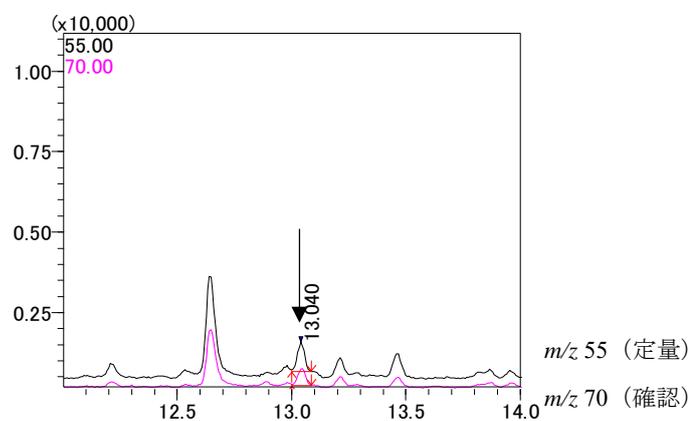


図 13-1 添加回収試験（海水、無添加）のクロマトグラム

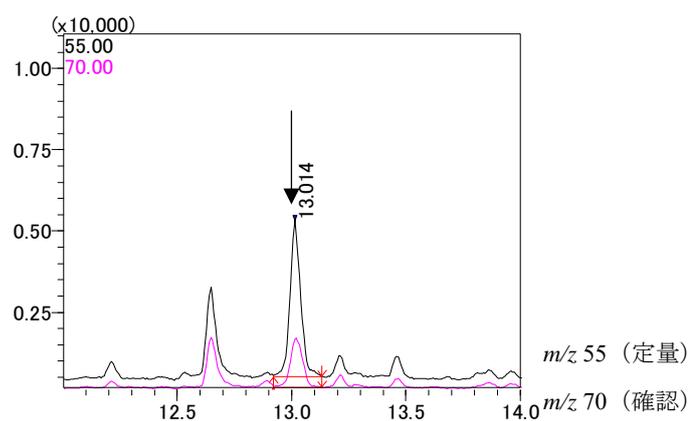


図 13-2 添加回収試験（海水、0.50 ng 添加）のクロマトグラム

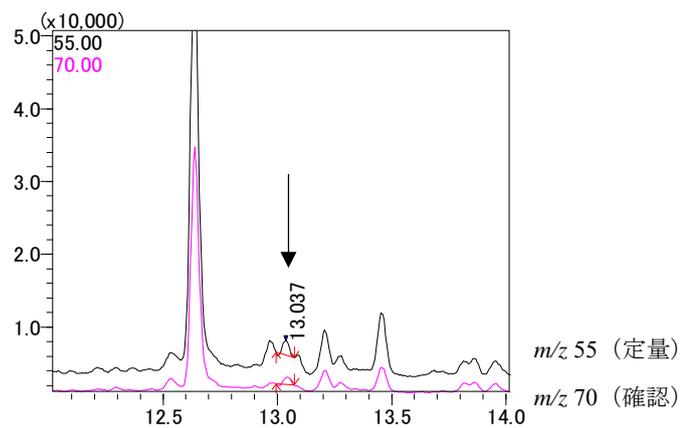


図 13-3 添加回収試験（湖水、無添加）のクロマトグラム

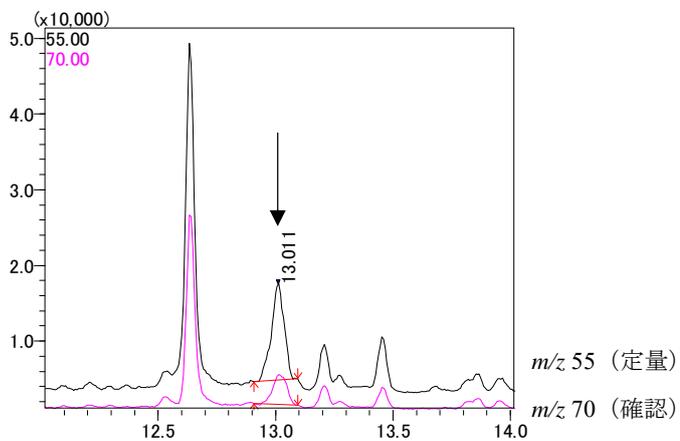


図 13-4 添加回収試験（湖水、0.50 ng 添加）のクロマトグラム

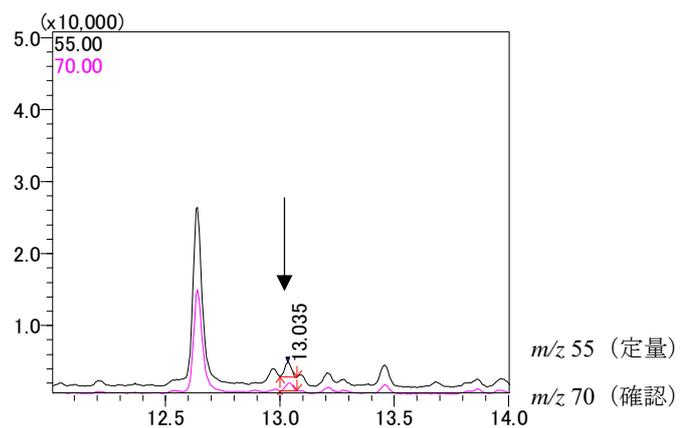


図 13-5 添加回収試験（河川水、無添加）のクロマトグラム

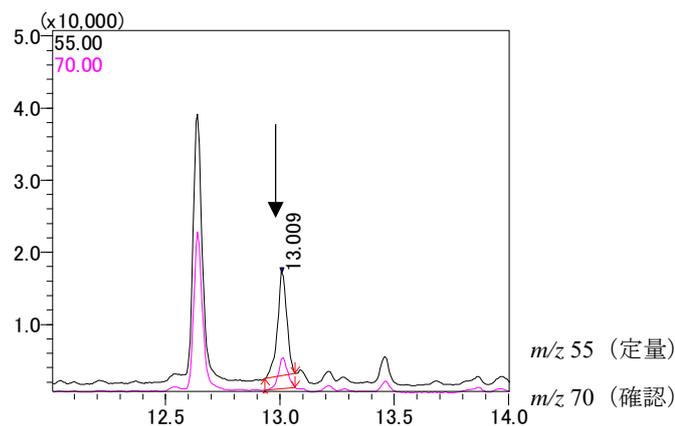


図 13-6 添加回収試験（河川水、0.50 ng 添加）のクロマトグラム

〔分解性スクリーニング試験〕

分解性スクリーニング試験結果を表 8 に示す。pH 5 及び pH7 の暗所では、1 時間放置後及び 7 日間放置後に安定であった。一方、pH7 の明所及び pH9 の暗所では、7 日間放置後の残存率は 70%を下回った。

表 8 分解性スクリーニング試験結果

pH	試験数	調製濃度 ( $\mu\text{g/L}$ )	検出濃度 ( $\mu\text{g/L}$ ) (残存率 (%)*)		
			1 時間 放置後	7 日間放置後	
				暗所	明所
5	2	0.20	0.19 (93)	0.15 (77)	-
7	2	0.20	0.17 (86)	0.17 (87)	0.11 (53)
9	2	0.20	0.16 (78)	0.12 (59)	-

\* 残存率 (%) : 調製濃度に対する検出濃度の割合

〔保存性試験〕

保存性試験結果を表 9 に示す。海水、湖水及び河川水の保存性試験は、アクリル酸 *n*-デシルを添加した各試料を 100 mL ふらん瓶に気泡が入らないように密栓し、冷暗所に保存した。保存性を高める目的で、1.0 g/L 相当のアスコルビン酸を添加して測定した。

表 9 保存性試験結果

試料	アスコルビン酸添加	調製濃度 (µg/L)	検出濃度 (µg/L) (残存率 (%) * <sup>1</sup> )		
			当日	7日後	31日後
海水	無	0.20	0.16 (82)	0.01 (7)	—
	有	0.20	0.17 (87)	0.23 (115)	—
湖水	無	0.20	0.15 (73)	0.01 (6)	—
	有	0.20	0.20 (101)	0.15 (75)	—
標準液* <sup>2</sup>	—	0.20	0.20 (101)	—	0.19 (96)

\*1：残存率 (%)：調製濃度に対する検出濃度の割合

\*2：メタノール溶液

### 〔環境試料の分析〕

海水、湖水及び河川水の環境試料からは、対象物質は検出されなかった（クロマトグラムは図 13-1、図 13-3 及び図 13-5 参照）。

### 【評価】

環境水中のアクリル *n*-酸デシルの定量分析法を開発した。本分析法で用いたヘッドスペース-GC/MS による分析対象物質の IDL は、0.011 ng/mL であり、0.05～0.5 ng/mL の濃度範囲で直線性( $r^2 > 0.999$ )が確認された。また、本法の MDL 及び MQL は 0.017 µg/L 及び 0.044 µg/L であり、操作ブランクは不検出である。

また、海水、湖水及び河川水を用いた添加回収試験（添加量 0.50 ng）における回収率は、それぞれ 109%、98%及び 104%であった（変動係数は 6.7%、8.9%及び 7.2%）。

以上の結果から本法は、0.05 µg/L レベルの環境水中に含まれるアクリル酸 *n*-デシルの定量分析に適用可能であると判断される。なお、環境試料（海水、湖水及び河川水）から当該物質は検出されなかった。

### 【担当者連絡先】

所属先名称：長野県環境保全研究所 循環型社会部  
 所属先住所：〒380-0944 長野県長野市安茂里米村 1978  
 TEL：026-227-0391 FAX：026-224-3415  
 担当者名：中山 隆、清水 健志  
 E-mail：kanken-junkan@pref.nagano.lg.jp

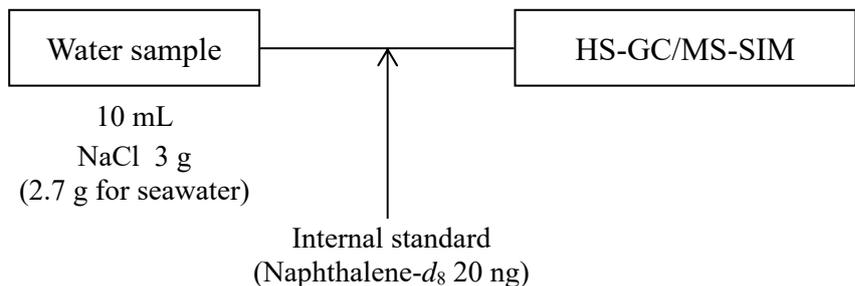
### Decyl acrylate

This method provides procedures for the determination of decyl acrylate in water samples by gas chromatography/mass spectrometry equipped with a head-space auto sampler (HS-GC/MS).

Put 3 g of sodium chloride (2.7 g for seawater) in a vial and heat at 200°C for 2 hours. After 20 ng of naphthalene-*d*<sub>8</sub> as an internal standard are spiked into 10 mL of a water sample in a vial cooled to room temperature, the solution is analyzed by HS-GC/MS (SIM).

The analytes are determined in the selected-ion-monitoring mode. The method detection limit (MDL) and the quantification limit (MQL) are 0.017 µg/L and 0.044 µg/L, respectively. The average recovery (n=7) from sea, lake and river water samples spiked with 0.50 ng of standard was 109%, 98% and 104%, and the relative standard deviation was 6.7%, 8.9% and 7.2%, respectively.

Using this method, decyl acrylate was not detected in seawater (Naoetsu Port), lake water (Suwa Lake) and river water (Achi River).



物質名	分析法フローチャート	備考
アクリル <i>n</i> -酸デシル	<pre>           graph LR             A["水質試料 10 mL 塩化ナトリウム 3 g (海水は 2.7 g)"] --&gt; B["HS-GC/MS-SIM"]             C["内標準添加 (ナフタリン-d8 20 ng)"] --&gt; A           </pre>	分析原理： ヘッドスペース- GC/MS-SIM  検出下限値： <b>【水質】</b> (μg/L) 0.017  分析条件： 機器 GC: 島津製作所製 GC2010 Plus MS: 島津製作所製 GCMS-QP2010 Ultra カラム GL Science Inc.製 InertCap 5MS/Sil (30 m × 0.25 mm, 0.50 μm)