



Analyse GC-MS des phtalates : comparaison de 7 phases stationnaires

Par Dan Li, Rebecca Stevens et Chris English

Abstract

Les phtalates sont omniprésents dans notre environnement et doivent être contrôlés en raison de leur impact négatif potentiel sur la santé humaine. Il est donc indispensable de pouvoir les séparer et les détecter. La chromatographie en phase gazeuse est la technique de choix pour séparer ces composés. Elle peut être associée à différents modes de détection, notamment la capture d'électrons (ECD), l'ionisation de flamme (FID) et la spectrométrie de masse (SM). Dans cette étude, le logiciel de modélisation chromatographique Pro EZGC a été utilisé pour identifier la meilleure phase stationnaire et déterminer les conditions optimales pour l'analyse GC-MS des phtalates. Sept phases stationnaires ont été étudiées : Rtx-440, Rxi-XLB, Rxi-5ms, Rtx-50, Rxi-35Sil MS, Rtx-CLPesticides et Rtx-CLPesticides2. Les résultats obtenus ont été comparés. Dans tous les cas, les 18 phtalates répertoriés dans les méthodes EPA (Environmental Protection Agency) et/ou européennes ont été analysés en moins de 6 minutes. Par ailleurs, 37 phtalates ont également été analysés en moins de 40 minutes grâce à une méthode optimisée. La meilleure résolution de ce mélange complexe de phtalates a été obtenue avec les colonnes Rtx-440, phase exclusive Restek, et Rxi-XLB.

Introduction

Les phtalates sont couramment utilisés comme plastifiants dans divers produits industriels. Certains d'entre eux sont cependant considérés comme des perturbateurs endocriniens [1] et sont liés à de nombreuses pathologies comme les malformations congénitales [2], l'hypertension artérielle chez les enfants [3], les cardiopathies hypertensives induites par la grossesse [4], les troubles respiratoires [5] et l'obésité [6]. L'Union européenne (UE) et l'EPA ont restreint l'utilisation des phtalates les plus nocifs (Tableau I).

La GC-MS est couramment utilisée pour l'analyse des phtalates car elle est simple, rapide et économique. La détection par spectrométrie de masse permet de déterminer la nature des phtalates. Il est essentiel de choisir une colonne chromatographique garantissant de bonnes séparations car les similitudes structurelles entre les phtalates peuvent rendre difficile l'identification et la quantification MS. Par exemple, de nombreux phtalates partagent un même ion de base (m/z 149), ce qui complique l'identification et la quantification des phtalates coélusés. La présence dans les mélanges de phtalates de grade technique et d'isomères constitue une difficulté supplémentaire.

Un article publié récemment passait en revue les colonnes GC et LC les plus fréquemment utilisées pour l'analyse des phtalates [7]. Selon ce document, la GC-MS produit une meilleure résolution de ces composés par rapport à la LC-MS. Les colonnes GC les plus couramment utilisées sont dans l'ordre : de type 5% phényle siloxane, XLB, 35% phényle siloxane, 17, 50% phényle siloxane et 1 (100% méthyle siloxane). Les séparations obtenues avec chaque phase stationnaire peuvent être optimisées en ajustant les conditions analytiques. Dans la pratique, ces ajustements constituent un travail long et fastidieux. Le logiciel de modélisation Pro EZGC permet d'optimiser rapidement les conditions analytiques (par exemple, le choix du gaz vecteur, son débit, le programme de température, les dimensions de la colonne et de la précolonne) pour obtenir les meilleurs résultats dans le temps le plus court possible, avec chacune des phases stationnaires. Pour cette étude, une bibliothèque de 37 phtalates (Tableau II) a été créée dans le programme Pro EZGC pour être ensuite utilisée avec les sept phases stationnaires : Rtx-440, Rxi-XLB, Rxi-5ms, Rtx-50, Rxi-35Sil MS, Rtx-CLPesticides et Rtx-CLPesticides2.

Étalons analytiques

La solution-étalon d'esters de phtalate EPA 8061A (réf. 33227) contenant 15 des analytes-cibles, chacun à une concentration de 1000 µg/ml, a été utilisée comme étalon principal. Le benzoate de benzyle (réf. 31847) était l'étalon interne. Tous les autres étalons proviennent de la société Chem Service.

Appareillage

L'analyse GC-MS a été réalisée avec un Shimadzu QP2010 Plus. Chacune des sept colonnes Restek (dans leur configuration de 30 m × 0,25 mm × 0,25 µm - 0,20 µm pour la colonne Rtx-CLPesticides2) est tour à tour installée dans l'appareil. Le logiciel Pro EZGC (sous Windows) a permis de déterminer les conditions optimales pour chaque colonne. Les performances des colonnes ont ensuite été comparées en procédant à l'analyse réelle des solutions préparées, en appliquant pour chaque colonne les mêmes conditions analytiques qui avaient produit les meilleures séparations. Cette comparaison permet de mieux comprendre les différences de sélectivité entre les colonnes. Les descriptions détaillées des colonnes et les conditions analytiques sont présentées respectivement dans le Tableau I et le Tableau III.

Préparation des échantillons

Les étalons ont été dissous et dilués dans du chlorure de méthylène pour préparer des solutions à 50 µg/ml (80 µg/ml pour l'étalon interne de benzoate de benzyle). Pour ces préparations, toute vaisselle ou accessoires en plastique ont été proscrits au profit de matériel en verre (flacons jaugés, seringues, fioles, etc.).

Résultats et discussion

Nous avons comparé la performance de sept colonnes pour la séparation de 37 phtalates. Le logiciel Pro EZGC a permis de prévoir les temps de rétention pour chaque phase stationnaire en utilisant les mêmes conditions analytiques. Ces conditions, décrites dans le Tableau I, sont celles qui ont permis d'obtenir les meilleurs résultats parmi l'ensemble de conditions spécifiques optimisées pour chaque colonne. Nous avons considéré qu'il y avait « coélation » lorsque la résolution entre deux composés était inférieure à 1,5. Le temps d'analyse total était inférieur à 6 minutes. Pour confirmer les temps de rétention prévus par le logiciel Pro EZGC, des analyses ont été faites avec chaque phase stationnaire dans les mêmes conditions que celles « conseillées » par le logiciel (Figure 1). Étant donné que la longueur réelle des colonnes n'était pas exactement de 30 mètres, comme dans la simulation, les temps de rétention absolus étaient légèrement différents par rapport aux valeurs prévues. L'ordre d'élution et les coélations étaient conformes à ce qu'avait prévu le logiciel. Les colonnes Rtx-440, Rxi-XLB, Rtx-CLPesticides et Rxi-35Sil MS ont séparé à la ligne de base les 37 phtalates répertoriés. Les deux isomères de phtalate de bis[4-méthyle-2-pentyle] n'ont été résolus sur aucune des sept phases. L'ordre d'élution était comparable sur les colonnes Rtx-440, Rxi-XLB, Rtx-CLPesticides et Rxi-5ms.

Nous avons observé des différences dans l'ordre d'élution avec les phases Rxi-35Sil MS et Rtx-50. L'ordre d'élution a notamment changé avec la colonne Rxi-35Sil MS pour ces quatre paires de composés : les isomères de phtalate de bis(2-methoxyéthyle) et bis(4-méthyle-2-pentyle) (pics 6 et 7/8), de bis(2-éthoxyéthyle) et di-n-pentyle (pics 9 et 10), de benzyle butyle et d'hexyle-2-éthylhexyle (pics 12 et 13) et de bis(2-butoxyéthyle) et bis(2-éthylhexyle) (pics 14 et 15).

Les colonnes Rtx-440 et Rxi-XLB présentaient globalement les meilleures séparations dans ces conditions. Les pics qui ont coélué avec les autres colonnes étaient bien résolus avec les colonnes Rtx-440 et Rxi-XLB. Les paires non résolues avec les autres phases sont les phtalates de bis(2-éthylhexyle) et de dicyclohexyle (pics 15 et 16) avec la colonne Rxi-5ms ; les phtalates de bis(2-éthylhexyle) et de benzyle butyle (pics 15 et 12) avec la colonne Rtx-50 ; et les phtalates de bis(2-méthoxyéthyle) et de bis[4-méthyle-2-pentyle] (pics 6 et 7,8) ainsi que le phtalate de bis(2-ethoxyéthyle) et de di-n-pentyle (pics 9 et 10) sur la colonne Rtx-CLPesticides2. Dans les mélanges d'isomères de grade technique, il est possible d'identifier des groupes d'isomères, tels que le phtalate de diisononyl et le phtalate de diisodécyle (pics 18 et 19). Il est cependant impossible de résoudre complètement chaque isomère au sein de ces groupes. Heureusement, leurs ions spécifiques permettent leur identification et quantification, comme le m/z 293 pour le phtalate de diisononyl et le m/z 307 pour le phtalate de diisodécyle (Figure 1).

Une comparaison plus complète des sept phases stationnaires a également été réalisée pour la séparation de 37 phtalates (40 pics en tout, dont trois isomères) en utilisant les temps de rétention prévus par le programme Pro EZGC (Tableau II). Les conditions analytiques reprises dans le Tableau III ont permis la séparation de 34 des 40 pics avec les colonnes Rtx-440 et Rxi-XLB en moins de 40 minutes, les deux phases présentant des différences d'ordre d'élution. Le chromatogramme obtenu avec la colonne Rtx-440 est présenté en Figure 2. Pour certaines paires qui n'étaient pas résolues à la ligne de base, la résolution reste suffisante pour une analyse qualitative. Il n'a pas été possible d'établir des conditions analytiques qui soient optimales pour toutes les phases. Le programme qui produit les meilleurs résultats en termes de durée de l'analyse et de nombre de pics résolus a été retenu pour réaliser cette comparaison. Ces conditions peuvent être optimisées avec le logiciel Pro EZGC si d'autres composés doivent être séparés. Considérant les durées d'analyse et les séparations obtenues, les colonnes Rtx-440 et Rxi-XLB apparaissent comme les meilleurs choix pour l'analyse des phtalates.

Tableau I : Temps de rétention prévus par le logiciel Pro EZGC avec 7 colonnes Restek

Colonne : 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm (0,20 µm pour la colonne Rtx-CLPesticides2)

Vitesse linéaire constante : 66,7 cm/sec

Four : 200 °C (isotherme de 0,5 min) à 330 °C (320 °C pour la colonne Rtx-50) à 30 °C/min (isotherme de 1 min)

N° de pic	Nom	Méthode	Temps de rétention (min)							N° CAS	Pureté
			Rtx-440 (réf. 12923)	Rxi-XLB (réf. 13723)	Rtx-CLPesticides (réf. 11123)	Rxi-35Sil MS (réf. 13823)	Rtx-50 (réf. 10523)	Rxi-5ms (réf. 13423)	Rtx-CLPesticides2 (réf. 11323)		
1	Phtalate de diméthyle*	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire	1,28	1,16	1,14	1,29	1,46	1,10	1,23	131-11-3	Pur
2	Phtalate de diéthyle*	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire, UE	1,54	1,39	1,33	1,55	1,73	1,30	1,47	84-66-2	Pur
3	Benzoate de benzyle	Étalon interne	2,11	1,87	1,56	2,17	2,31	1,70	1,88	120-51-4	Pur
4	Phtalate de diisobutyle*	EPA 8061A	2,25	2,04	1,88	2,21	2,34	1,91	2,10	84-69-5	Pur
5	Phtalate de dibutyle	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire	2,58	2,33	2,10	2,53	2,69	2,17	2,38	84-74-2	Pur
6	Phtalate de bis(2-méthoxyéthyle)	EPA 8061A	2,74	2,48	2,26	2,86	3,10	2,27	2,63	117-82-8	Pur
7	Isomère 1 du phtalate de bis(4-méthyle-2-pentanyle)*	EPA 8061A	2,85	2,62	2,37	2,71	2,83	2,50	2,64	84-63-9	Pur
8	Isomère 2 du phtalate de bis(4-méthyle-2-pentanyle)*	EPA 8061A	2,86	2,63	2,37	2,72	2,84	2,51	2,65	84-63-9	Pur
9	Phtalate de bis(2-éthoxyéthyle)*	EPA 8061A	3,08	2,80	2,51	3,13	3,33	2,59	2,90	605-54-9	Pur
10	Phtalate de dipentyle	EPA 8061A	3,16	2,91	2,58	3,08	3,21	2,71	2,89	131-18-0	Pur
11	Phtalate de dihexyle*	EPA 8061A	3,73	3,46	3,07	3,61	3,69	3,25	3,42	84-75-3	Pur
12	Phtalate de benzyle et de butyle*	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire, UE	3,85	3,56	3,12	3,93	4,13	3,30	3,63	85-68-7	Pur
13	Phtalate de 2-éthylhexyle et d'hexyle	EPA 8061A	3,98	3,72	3,29	3,83	3,92	3,52	3,66	75673-16-4	Grade technique
14	Phtalate de bis(2-butoxyéthyle)*	EPA 8061A	4,12	3,82	3,39	4,08	4,21	3,60	3,85	117-83-9	Pur
15	Phtalate de bis(2-éthylhexyle)*	EPA 8061A	4,21	3,95	3,52	4,05	4,12	3,82	3,91	117-81-7	Pur
16	Phtalate de dicyclohexyle*	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire, UE	4,33	4,04	3,55	4,42	4,58	3,78	4,08	84-61-7	Pur
17	Phtalate de Di-n-octyle*	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire, UE	4,76	4,50	3,97	4,59	4,62	4,24	4,39	117-84-0	Pur
18	Phtalate de diisononyle	UE	5,10	4,84	4,23	4,84	4,84	4,50	4,64	68515-48-0	Mélange d'isomères
19	Phtalate de diisodécyle	UE	5,20	4,95**	4,42	5,01	5,18	4,71	4,90	26761-40-0	Mélange d'isomères
20	Phtalate de dinonyle*	EPA 8061A	5,24	4,95**	4,39	5,04	5,10	4,72	4,83	84-76-4	Pur

Remarque : les zones grisées indiquent les coélutions (Rs<1,5).

*Ces composés figurent dans le mélange d'esters de phtalate de la Méthode 8061A EPA Restek (réf. N° 33227).

**Les pics 19 et 20 sont non-isobariques et peuvent être séparés en mode SIM.

Même si la GC-MS est la technique la plus couramment utilisée, l'analyse des phtalates peut également être réalisée par GC-ECD. La méthode EPA 8061A décrit l'identification et la quantification des phtalates dans des matrices aqueuses et solides avec deux colonnes montées en parallèle et deux détecteurs à capture d'électrons [8]. Les colonnes Rtx-440 et Rxi-35Sil MS répondent parfaitement aux exigences de cette méthode. Le logiciel Pro EZGC a permis d'établir des conditions opératoires pour une analyse rapide avec la colonne Rtx-440. La colonne Rxi-35Sil MS s'est avérée être une excellente colonne de confirmation étant donné les différences dans l'ordre d'élution observées. Les conditions analytiques en GC-ECD peuvent facilement être adaptées à partir des méthodes GC-MS décrites dans le Tableau III en utilisant le translateur de méthode en ligne gratuit Pro EZGC Restek. Les conditions d'analyse en GC-ECD optimisées et des exemples de chromatogrammes sont disponibles sur <http://blog.restek.com/?p=17388> [9].

Tableau II : Temps de rétention prévus par le logiciel ProEZGC avec 7 colonnes Restek

Colonne : 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm (0,20 µm pour la colonne Rtx-CLPesticides2)

Vitesse linéaire constante : 48 cm/sec

Four : 150 °C (isotherme de 0,8 min) à 200 °C à 5 °C/min à 275 °C à 3 °C/min (isotherme de 2 min)

N° de pic	Nom	Méthode	Rtx-440 (réf. 12923)	Rxi-XLB (réf. 13723)	Rxi-5ms (réf. 13423)	Rtx-50 (réf. 10523)	Rxi-35SiL MS (réf. 13823)	Rtx-CLPesticides (réf. 11123)	Rtx-CLPesticides2 (réf. 11323)	N° CAS	Pureté
1	Phtalate de diméthyle*	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire	4,606	3,924	3,294	5,912	4,902	3,75	4,334	131-11-3	Pur
2	Diméthyle isophtalate	—	5,491	4,690	3,85	6,35	5,498	4,174	4,793	1459-93-4	Pur
3	Phtalate de diéthyle*	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire, UE	6,537	5,642	4,762	7,809	6,785	5,24	6,106	84-66-2	Pur
4	Benzoate de benzyle	Étalon interne	9,931	8,667	S.O.	11,099	S.O.	6,725	8,583	120-51-4	Pur
5	Phtalate de diisobutyle*	EPA 8061A	11,185	10,029	8,817	11,817	11,008	9,101	10,333	84-69-5	Pur
6	Phtalate de dibutyle	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire	13,152	11,850	10,405	14,031	13,094	10,481	12,029	84-74-2	Pur
7	Phtalate de bis(2-méthoxyéthyle)	EPA 8061A	14,343	12,784	11,045	17,095	15,424	11,54	13,725	117-82-8	Pur
8	Isomère 1 du phtalate de bis(4-méthyle-2-pentanyle)*	EPA 8061A	15,192	13,754	12,47	15,184	14,454	12,166	13,825	84-63-9	Pur
9	Isomère 2 du phtalate de bis(4-méthyle-2-pentanyle)*	EPA 8061A	15,350	13,828	12,55	15,277	14,542	12,233	13,906	84-63-9	Pur
10	Phtalate de bis(2-éthoxyéthyle)*	EPA 8061A	16,910	15,132	13,199	19,063	17,59	13,186	15,875	605-54-9	Pur
11	Phtalate de dipentyle	EPA 8061A	17,454	15,880	13,856	17,974	17,128	13,588	15,768	131-18-0	Pur
12	Phtalate de butyle et de cyclohexyle*	—	19,452	17,689	15,478	21,19	19,843	14,979	17,96	84-64-0	Grade technique
13	Phtalate de 2-éthylhexyle et de butyle	—	19,823	18,172	16,174	20,062	19,238	15,566	17,958	85-69-8	Grade technique
14	Phtalate de dihexyle*	EPA 8061A	22,138	20,279	17,984	22,152	21,469	17,215	19,829	84-75-3	Pur
15	Phtalate de butyle et d'octyle*	—	22,338	20,557	18,136	22,37	21,668	17,344	20,009	84-78-6	Grade technique
16	Phtalate de benzyle et de butyle*	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire, UE	22,799	20,783	18,029	25,365	23,782	17,384	21,128	85-68-7	Pur
17	Phtalate de 2-éthylhexyle et d'hexyle	EPA 8061A	24,404	22,668	20,266	24,110	23,500	19,126	22,049	75673-16-4	Grade technique
18	Phtalate de butyle et d'isodécyle*	—	24,632	22,793	20,392	24,220	23,685	19,424	22,22	42343-36-2	Grade technique
19	Phtalate de bis(2-éthylhexyle) hexahydro*	—	25,066	23,389	21,254	23,089	23,063	19,142	21,961	84-71-9	Pur
20	Phtalate de bis(2-n-butoxyéthyle)*	EPA 8061A	25,601	23,563	20,930	26,746	25,647	19,849	23,533	117-83-9	Pur
21	Phtalate de dicyclohexyle*	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire, UE	26,651	24,495	21,771	28,989	27,671	20,530	24,792	84-61-7	Pur
22	Phtalate de bis(2-éthylhexyle)*	EPA 8061A	26,692	24,845	22,585	25,903	25,458	21,135	24,048	117-81-7	Pur
23	Phtalate de butyle-n-décyle	—	27,362	25,268	22,657	26,888	26,410	21,404	24,471	89-19-0	Grade technique
24	Phtalate de diphényle	—	27,987	25,712	22,372	32,277	30,170	21,614	26,473	84-62-8	Pur
25	Isomère 1 du phtalate de bis(4-methylcyclohexyle)*	—	28,003	25,922	23,016	29,547	28,476	21,677	25,923	59-43-8	Mélange d'isomères
26	Isomère 2 du phtalate de bis(4-methylcyclohexyle)*	—	29,002	26,993	23,816	30,345	29,400	22,604	26,739	59-43-8	Mélange d'isomères
27	Phtalate d'hexyle et d'isodécyle	—	29,176	27,271	24,523	28,189	27,965	23,224	26,336	61702-81-6	Grade technique
28	Phtalate de 2-éthylhexyle et de benzyle	—	29,791	27,781	24,747	31,498	30,216	23,219	27,594	27215-22-1	Grade technique

(Suite de la page 4.)

Tableau II : Temps de rétention prévus par le logiciel Pro EZGC avec 7 colonnes Restek

Colonne : 30 m x 0,25 mm x 0,25 µm (0,20 µm pour la colonne Rtx-CLPesticides2)

Vitesse linéaire constante : 48 cm/sec

Four : 150 °C (isotherme de 0,8 min) à 200 °C à 5 °C/min à 275 °C à 3 °C/min (isotherme de 2 min)

N° de pic	Nom	Méthode	Rtx-440 (réf. 12923)	Rxi-XLB (réf. 13723)	Rxi-5ms (réf. 13423)	Rtx-50 (réf. 10523)	Rxi-35Sil MS (réf. 13823)	Rtx-CLPesticides (réf. 11123)	Rtx-CLPesticides2 (réf. 11323)	N° CAS	Pureté
29	Isomère 3 du phtalate de bis(4-méthylcyclohexyle)	—	29,964	28,034	24,617	31,189	30,285	23,498	27,559	59-43-8	Mélange d'isomères
30	Isophtalate de bis(2-éthylhexyle)	—	30,132	28,037	25,684	28,133	28,243	23,907	26,648	137-89-3	Pur
31	Phtalate de bis(2-éthoxyéthoxyéthyle)	—	30,233	28,434	24,879	32,942	31,252	23,995	28,681	117-85-1	Grade technique
32	Phtalate de dinoctyle*	EPA 8061A, EPA comp. prioritaire, UE	31,562	29,626	26,796	30,475	30,328	24,915	28,455	117-84-0	Pur
33	Phtalate de n-hexyle décyle	—	31,680	29,748	26,878	30,788	30,450		28,566	25724-58-7	Grade technique
34	Isophtalate de diphenyle	—	32,362	29,850	S.O.	34,707	32,396	25,114	29,437	744-45-6	Pur
35	Phtalate de dibenzyle	—	33,234	30,725	27,141	37,396	35,372	25,501	31,359	523-31-9	Pur
36	Phtalate de diisononyle	UE	33,684	31,802	28,779	32,500	32,708	27,391	30,811	68515-48-0	Mélange d'isomères
37	Isophtalate de Di-n-octyle	—	34,483	32,463	29,168	32,035	S.O.	27,223	30,388	4654-18-6	Pur
38	Phtalate de diisodécyle	UE	35,775	33,792	30,876	35,041	S.O.	29,11	32,169	26761-40-0	Mélange d'isomères
39	Phtalate de dinonyle*	EPA 8061A	36,159	34,103	30,994	34,609	34,705	28,867	32,604	84-76-4	Pur
40	Phtalate de n-octyle-n-décyle	—	36,182	34,170	30,961	34,664	34,7	28,861	32,628	119-07-3	Grade technique

Remarque : les zones grisées indiquent les coélutions (Rs<1,5).

*Ces composés se trouvent dans le mélange d'esters des phtalates 8061A de la méthode EPA Restek (réf. N° 33227).

Tableau III Conditions analytiques GC-MS

Paramètres	Pour les composés des listes EPA et UE	Pour les composés de la liste étendue
Température d'injection (°C)	280	280
Volume d'injection (µl)	1,0	1,0
Insert d'injection	Precision Restek Premium 3,5 mm avec laine (réf. 23320.1)	Precision Restek Premium 3,5 mm avec laine (réf. 23320.1)
Programme de température du four	200 °C (isotherme de 0,5 min) à 330 °C à 30 °C/min (isotherme de 1 min)	150 °C (isotherme de 0,8 min) à 200 °C à 5 °C/min à 275 °C à 3 °C/min (isotherme de 2 min)
Gaz vecteur : He	Vitesse linéaire constante : 66,7 cm/s à 200 °C (3 ml/min**)	Vitesse linéaire constante : 48 cm/s à 150 °C (1,6 ml/min**)
Rapport de « split »	20:1	20:1
Détecteur	MS	MS
Mode :	Full scan (59-400)	Full scan (59-400)
Temp. de la ligne de transfert :	300 °C	300 °C
Durée du scan	0,1 sec	0,1 sec
Type d'analyseur :	Quadrupole	Quadrupole
Temp. source :	280 °C	280 °C
Temps de retard du solvant :	0,9 min	2,5 min
Tune :	PFTBA	PFTBA
Mode d'ionisation :	EI	EI

*320 °C pour la colonne Rtx-50

**3 ml/min peut être trop élevé pour certains appareils. Consultez le manuel d'utilisation de l'appareil.

Conclusion

Les performances des 7 colonnes GC les plus couramment utilisées pour l'analyse des phtalates ont été comparées en utilisant le programme Pro EZGC, qui a grandement facilité l'optimisation des conditions d'analyse. La sélectivité et l'efficacité des colonnes Rtx-440 et Rxi-XLB ont garanti des temps d'analyse courts pour l'ensemble des phtalates étudiés. Considérant la bonne résolution globale, les températures maximales autorisées par leur excellente stabilité thermique (340 °C pour la colonne Rtx-440 et 360 °C pour la colonne Rxi-XLB [Tableau IV]), et leur très faible «bleeding», les colonnes Rtx-440 et Rxi-XLB s'imposent pour l'analyse GC-MS des phtalates. Les colonnes Rtx-440 et Rxi-35Sil MS utilisées en parallèle sont recommandées dans le cas d'analyse par GC-ECD.

Tableau IV : Températures maximales

	Rtx-440 (réf. 12923)	Rxi-XLB (réf. 13723)	Rxi-5ms (réf. 13423)	Rtx-50 (réf. 10523)	Rxi-35Sil MS (réf. 13823)	Rtx-CLPesticides (réf. 11123)	Rtx-CLPesticides2 (réf. 11323)
Température maximale (°C)	340	360	350	320	360	340	340

Remerciements

Les auteurs remercient la société Shimadzu Corporation pour son aide.

Références

- [1] H. Choi, J. Kim, Y. Im, S. Lee, Y. Kim, The association between some endocrine disruptors and hypospadias in biological samples. *J. Environ. Sci. Health, Part A: Toxic/Hazard. Subst. Environ. Eng.* 47 (13) (2012) 2173–2179. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/22871016>
- [2] N. Nassar, P. Abeywardana, A. Barker, C. Bower, Parental occupational exposure to potential endocrine disrupting chemicals and risk of hypospadias in infants. *Occup. Environ. Med.* 67 (9) (2010) 585–589. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/19939854>
- [3] L. Trasande, S. Sathyaranayana, A.J. Spanier, H. Trachtman, T.M. Attina, E.M. Urbina, Urinary phthalates are associated with higher blood pressure in childhood. *J. Pediatr.* 163 (3) (2013) 747–753e1. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC4074773/>
- [4] E.F. Werner, J.M. Braun, K. Yolton, J.C. Khoury, B.P. Lanphear, The association between maternal urinary phthalate concentrations and blood pressure in pregnancy: The HOME Study. *Environ. Health* 14 (2015) 75. <http://www.ehjournal.net/content/14/1/75>
- [5] J.J. Jaakkola, T.L. Knight, The role of exposure to phthalates from polyvinyl chloride products in the development of asthma and allergies: A systematic review and meta-analysis. *Environ. Health Perspect.* 116 (7) (2008) 845–853. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC2453150/>
- [6] E.E. Hatch, J.W. Nelson, R.W. Stahlhut, T.F. Webster, Association of endocrine disruptors and obesity: Perspectives from epidemiological studies. *Int. J. Androl.* 33 (2) (2010) 324–332. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/20113374>
- [7] S. Net, A. Delmont, R. Sempere, A. Paluselli, B. Ouddane, Reliable quantification of phthalates in environmental matrices (air, water, sludge, sediment and soil): A review. *Sci. Total Environ.* 515–516 (2015) 162–180. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/25723871>
- [8] U.S. Environmental Protection Agency, Method 8061A, Phthalate Esters by Gas Chromatography with Electron Capture Detection (GC/ECD), Rev. 1, December 1996. <https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/8061a.pdf>
- [9] D. Li, Phthalate determination by dual column set in eight minutes, ChromaBLOGraphy, Restek Corporation, 2015. <http://blog.restek.com/?p=17388>

Figure 1 : Analyse de 19 phtalates avec la colonne Rtx-440 (en mode « full scan » et en mode SIM (m/z 293 et m/z 307) (voir le Tableau III pour les conditions).

Colonne Rtx-440

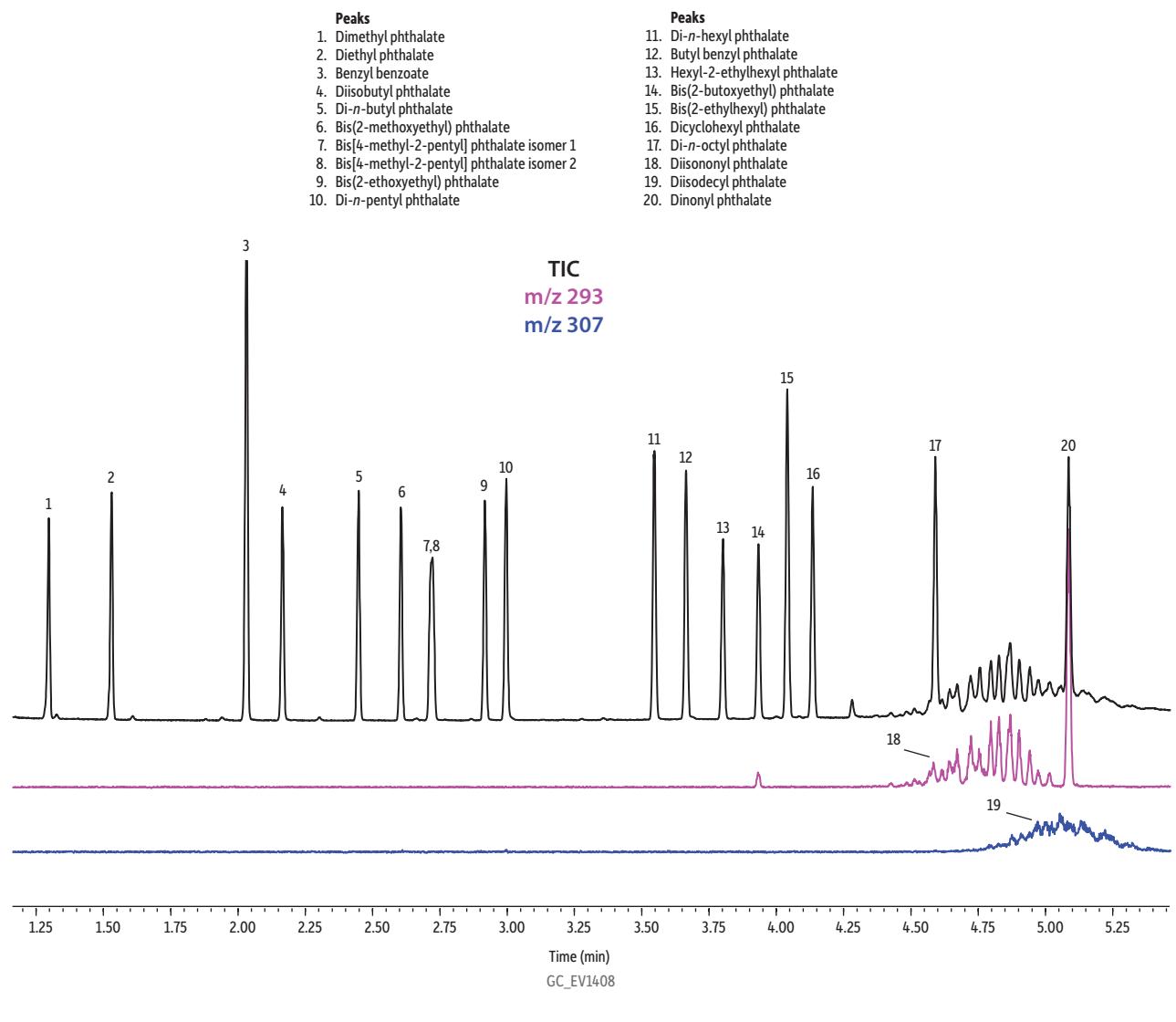
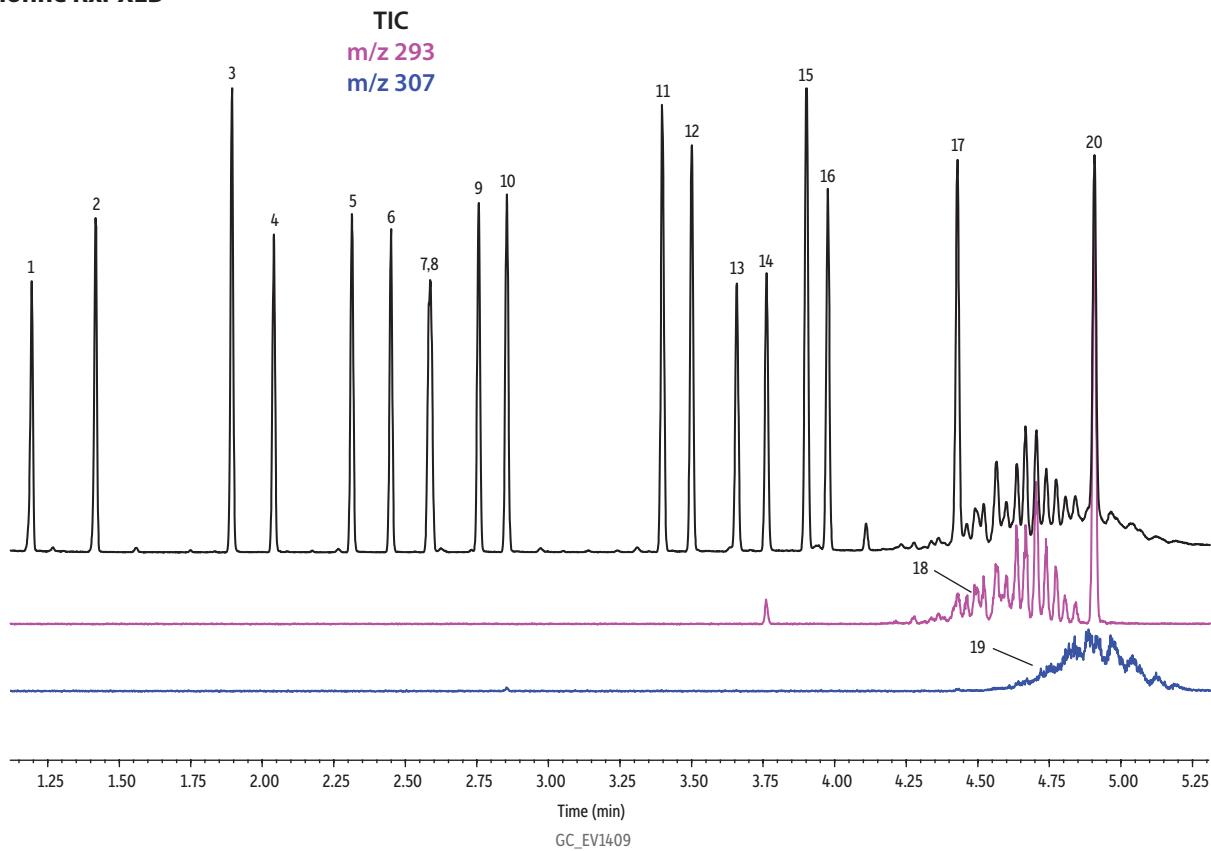


Figure 1 : Analyse de 19 phtalates avec la colonne Rxi-XLB et Rtx-CLPesticides (en mode « full scan » et en mode SIM (m/z 293 et m/z 307) (voir le Tableau III pour les conditions).

Colonne Rxi-XLB



Colonne Rtx-CLPesticides

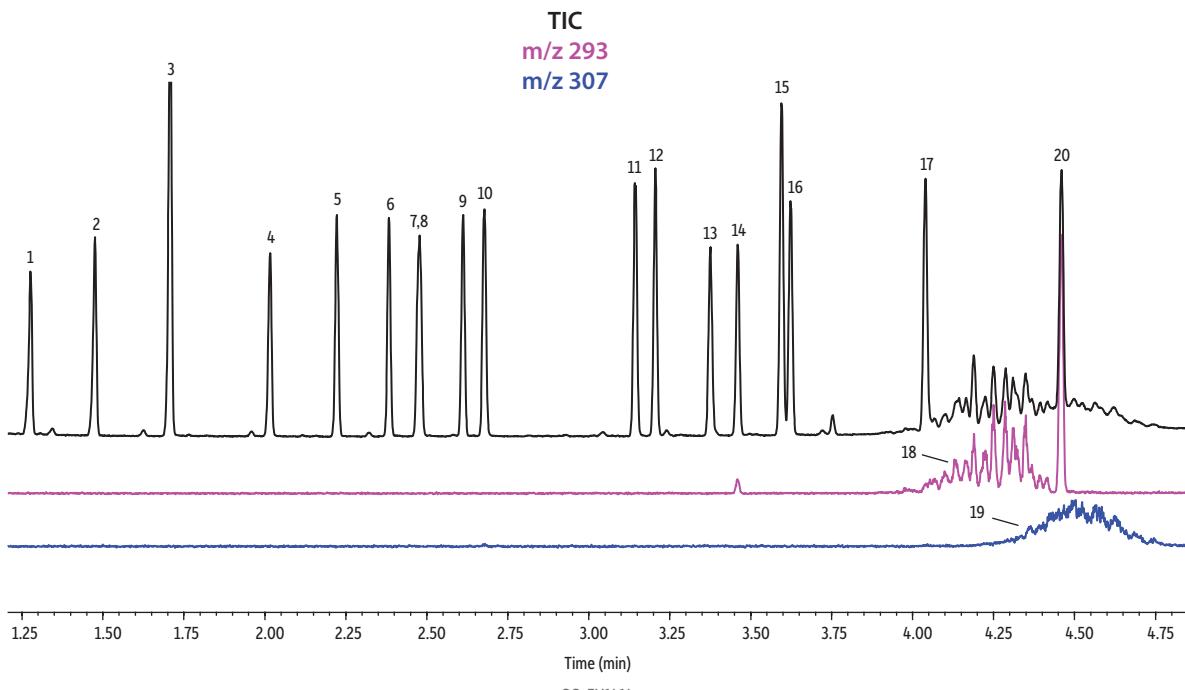
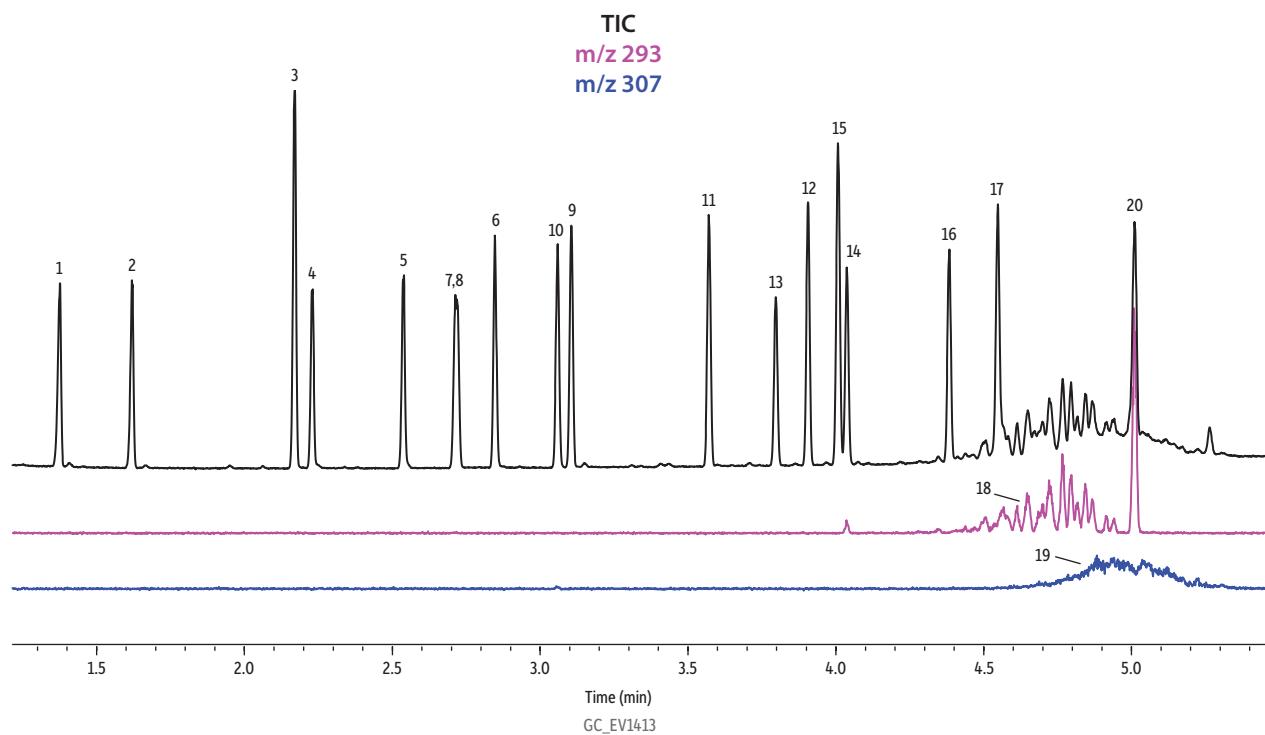


Figure 1 : Analyse de 19 phtalates avec la colonne Rxi-35Sil MS et Rtx-50 (en mode « full scan » et en mode SIM (m/z 293 et m/z 307) (voir le Tableau III pour les conditions).

Colonne Rxi-35Sil MS



Colonne Rtx-50

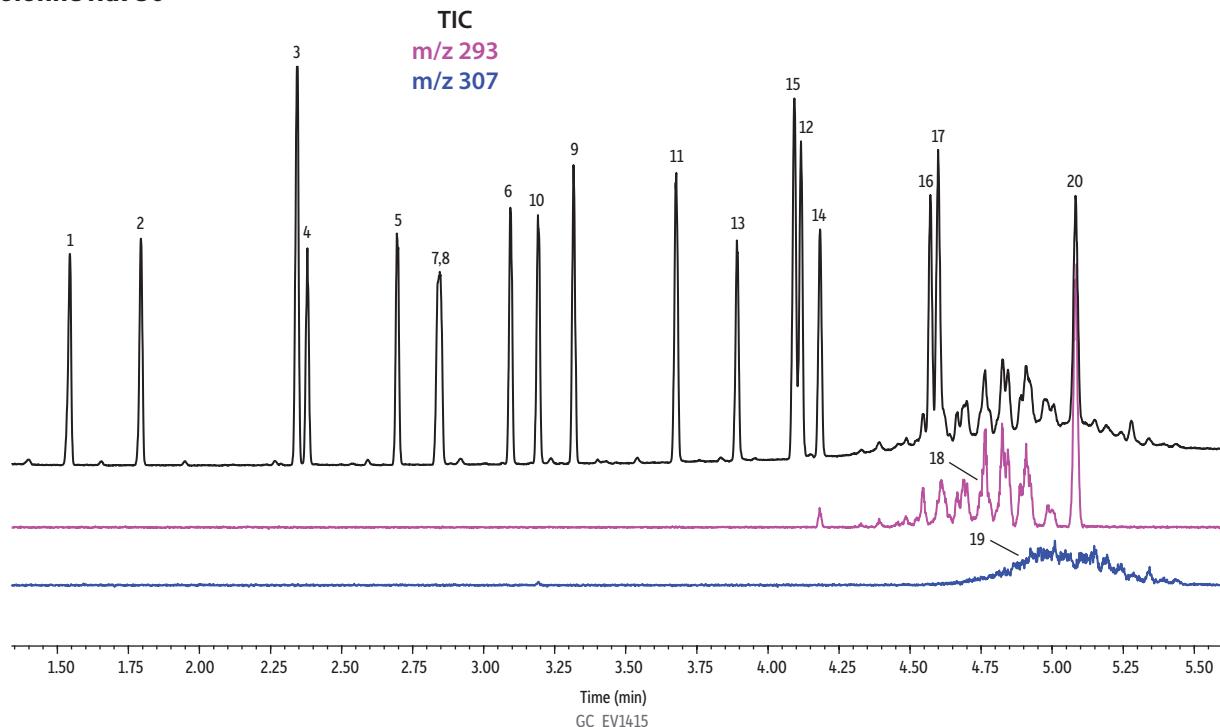
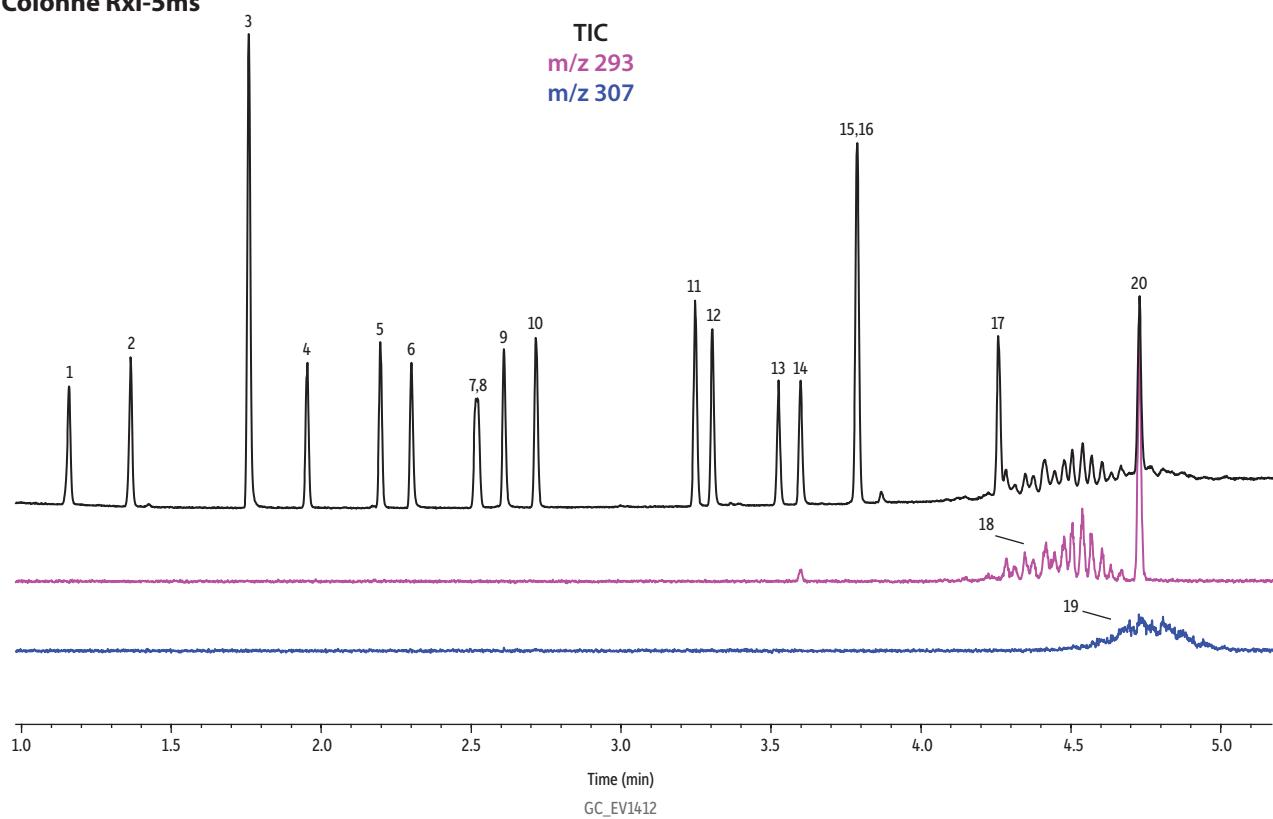


Figure 1 : Analyse de 19 phtalates avec la colonne Rxi-5 MS et Rtx-CLPesticides2(en mode « full scan » et en mode SIM (m/z 293 et m/z 307) (voir le Tableau III pour les conditions).

Colonne Rxi-5ms



Colonne Rtx-CLPesticides2

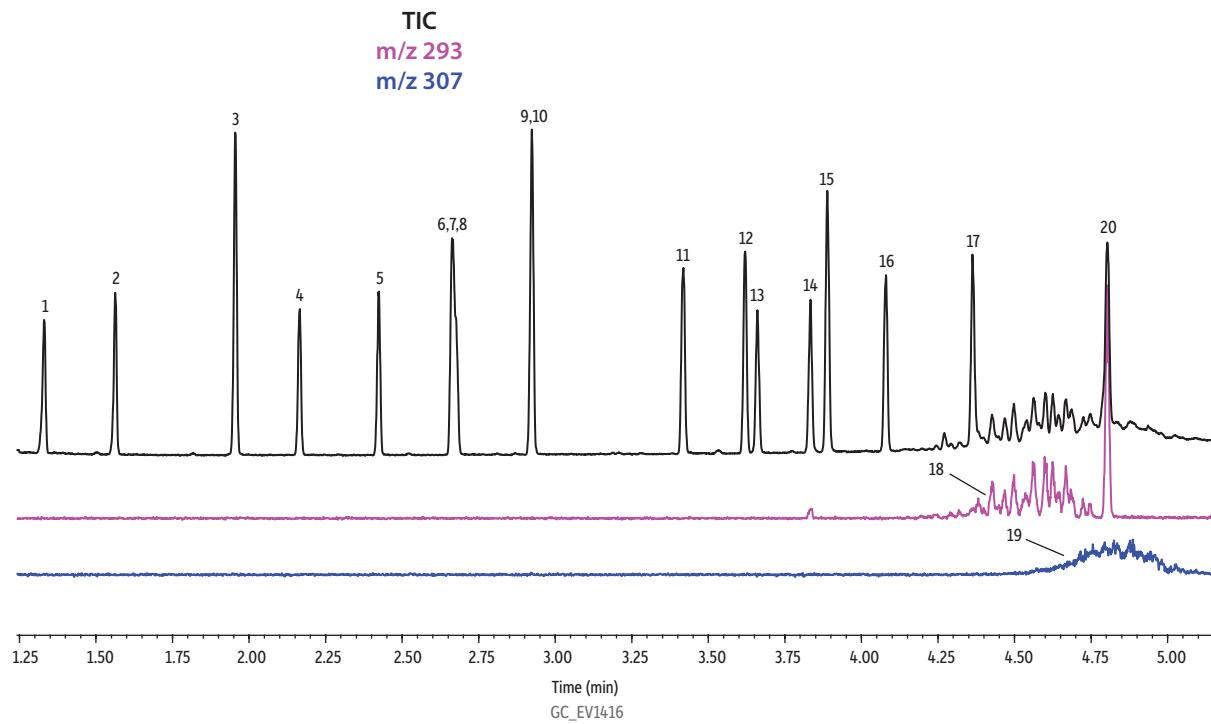
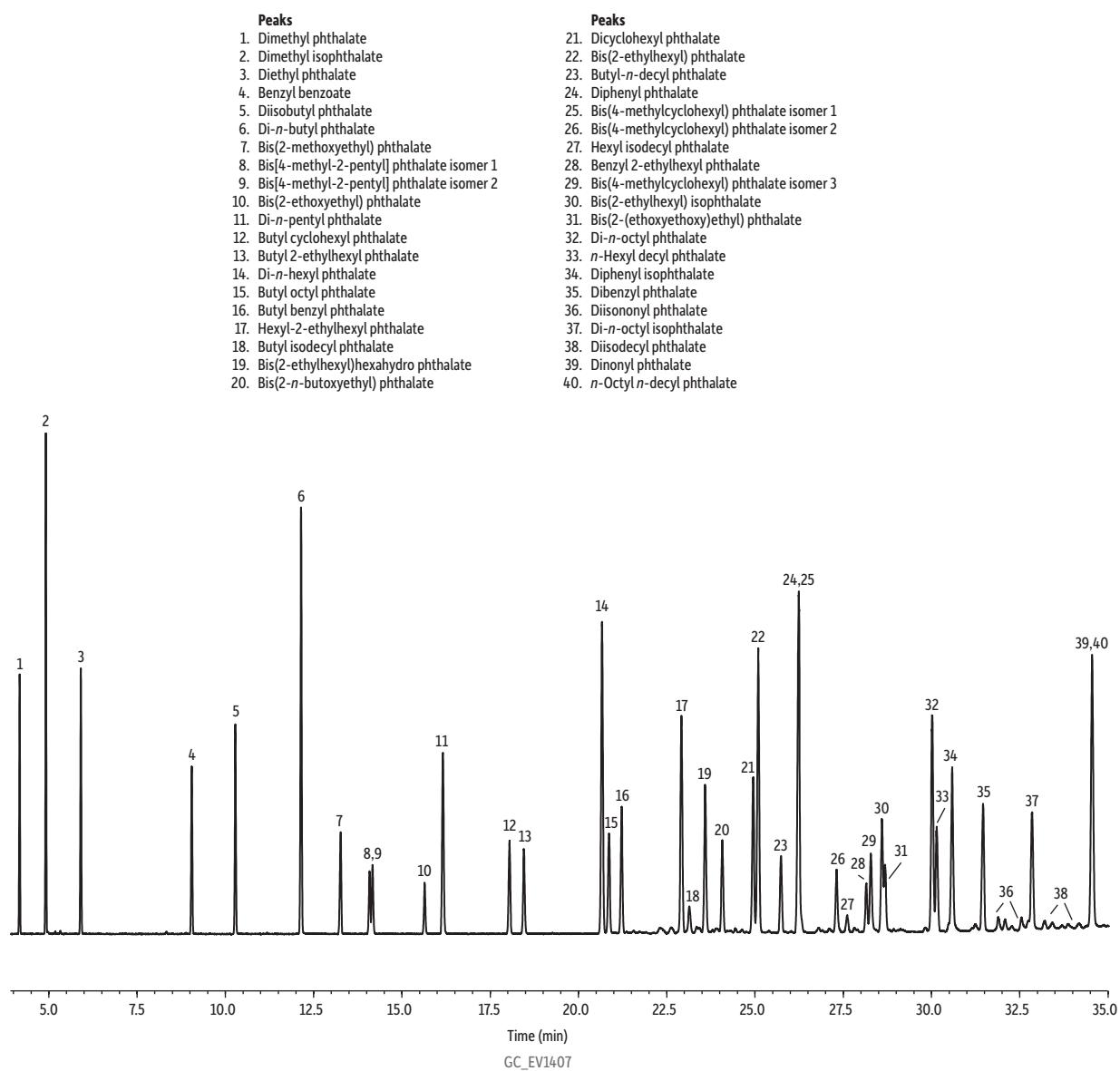


Figure 2 : Analyse en mode "full scan" de 39 phtalates (à 50 µg/ml) avec la colonne Rtx-440 (voir le Tableau III pour les conditions).



Des questions ? Contactez-nous au 01 60 78 32 10 ou sur restek.france@restek.com

Les brevets et marques commerciales de Restek sont la propriété de Restek Corporation. (Voir le site www.restek.com/Trademarks pour la liste complète.) Les autres marques commerciales citées dans la documentation Restek ou sur ce site Web sont la propriété de leurs détenteurs respectifs. Les marques déposées de Restek sont enregistrées aux États-Unis et peuvent aussi être enregistrées dans d'autres pays. Pour vous désabonner des futures communications de Restek ou pour mettre à jour vos préférences, consultez le site www.restek.com/subscribe. Pour mettre à jour votre statut auprès d'un distributeur agréé Restek ou un partenaire de distribution pour les instruments, veuillez les contacter directement..

© 2019 Restek France. Tous droits réservés.

www.restek.fr



Réf. GNAN2380B-FR