



# フタル酸エステル類のGC-MS分析 GC液相の特性比較

By Dan Li, Rebecca Stevens, and Chris English

## 概要

フタル酸エステル類は環境中の至る所に存在し、ヒトの健康に悪影響をおよぼす可能性があるため注目を集めており、このため検出と分離が必要とされてきました。ガスクロマトグラフィーはフタル酸エステル類の分離に効果的な手法で、電子捕獲検出器 (ECD)、水素炎イオン検出器 (FID)、質量分析計 (MS) を含むいくつかの検出技術と組み合わせることができます。この研究では、Pro EZGCガスクロマトグラフモデリングソフトウェアを使用し、対象化合物のGC-MS分析に最適な液相と分析条件を確定しました。フタル酸エステル類の分離はRtx-440、Rxi-XLB、Rxi-5ms、Rtx-50、Rxi-35Sil MS、Rtx-CLPesticidesおよびRtx-CLPesticides2の7種の異なる液相で比較し、すべての液相において、EPAもしくはEUで規制されている18種のフタル酸エステル類を6分以内で分析できました。さらに37成分のフタル酸エステル類に対象を拡げても、最適化された方法で40分以内に分析され、Rxi-XLBとRestekオリジナルであるRtx-440の両方で複雑な混合物が最良の分離を示しました。

## はじめに

フタル酸エステル類は可塑剤として種々の工業製品に広く使用されていますが、そのうちいくつかは内分泌擾乱物質であると考えられており<sup>[1]</sup>、先天性欠損症<sup>[2]</sup>や小児高血圧<sup>[3]</sup>、妊娠高血圧症候群<sup>[4]</sup>、呼吸器障害<sup>[5]</sup>、肥満<sup>[6]</sup>といった多数の問題と関連付けられています。欧州連合 (EU) や米国環境保護庁 (U.S. EPA) は最も毒性の高いフタル酸エステル類の使用を制限しています (表 I)。

GC-MSはシンプルで迅速、安価であるため、フタル酸エステル類の分析に一般的に使用されている技術です。GC-MSではマススペクトルの情報も得られるため、測定のための強力な分析機器ですが、フタル酸エステル類の構造類似性はMSでの定性・定量分析を困難にすることがあるため、良好なクロマトグラフィー分離が行えるGCカラムを使用することは重要です。たとえばフタル酸エステル類の多くは共通のベースピークイオン ( $m/z$  149) を有しているため、共溶出するフタル酸エステルの同定や定量は困難です。混合物である工業用グレードや異性体は問題をさらに複雑にします。

最近発表された報告ではフタル酸エステル類の分析に最も採用されているGCとLCカラムについてまとめられています。<sup>[7]</sup>文献によると、フタル酸エステル類の定量ではGC-MSはLC-MSと比較してより良好なクロマトグラフィー分離が得られます。一般的に使用されているGCカラムは、よく使用されている順に5系、XLB系、35系、17系、50系、1系です。各液相で得られる分離は機器の条件を調整することで改善することができますが、これを実際に検討すると長時間を要するおそれがあります。Pro EZGCモデリングソフトウェアは、特定の固定相において分析時間を最短とするために、GCパラメーター(キャリアガスの種類、流量、昇温プログラム、カラムサイズやガードカラムなど)を迅速に最適化することができます。この研究では、7種の液相(Rtx-440、Rxi-XLB、Rxi-5ms、Rtx-50、Rxi-35Sil MS、Rtx-CLPesticides、Rtx-CLPesticides2)について、37成分のフタル酸エステル類(表II)のライブラリがPro EZGCに組み込まれました。またこれらの液相で、規制あり、規制なし両方のフタル酸エステル類の分析を評価しました。

## 試薬

RestekのEPA Method 8061Aフタル酸エステル混合溶液(cat.# 33227)は15種類の分析対象化合物を各1,000 µg/mLの濃度で含んでおり、一次標準試薬として使用しました。安息香酸ベンジル(cat.# 31847)を内部標準として使用しました。そのほかのフタル酸エステル類はすべてChem Serviceから購入しました。

## 装置

GC-MS分析には島津製作所社製QP2010 Plus GC-MSを使用しました。装置には7種類のRestek GCカラム(カラムサイズ30mx 0.25 mm x 0.25 µm、Rtx-CLPesticides2のみ膜厚0.2 µm)のうち1本を取り付けました。WindowsベースのPro EZGCソフトウェアを使用し、それぞれのカラムについて最適な条件を決定し、その後、全体の分離が最良となった条件に統一してサンプルを分析することで、すべてのカラムを直接比較しました。この直接比較ではカラム間の選択性の違いをよく理解することができます。カラムの詳細説明とGC-MS実験パラメーターは表Iと表IIIにそれぞれ示されています。

## サンプル前処理

標準試薬を溶解しジクロロメタンで希釈しました。標準溶液は50 µg/mL(内部標準である安息香酸ベンジルは 80 µg/mL)に調製しました。サンプル調製において、プラスチックの使用は完全に避け、すべての調製作業にはガラス器具(メスフラスコ、シリンジ、バイアルなど)を使用しました。

## 結果と考察

EPAならびにEUで規制されているフタル酸エステル類の分離についてカラム性能の直接比較を行いました。7種の異なる液相におけるフタル酸エステルの保持時間は同じGC条件のもとPro EZGCによって予測しました。表Iに示されているこれらの条件は、それぞれのカラム用に最適化された中で、全体的に最良のクロマトグラムが得られる条件でした。共溶出は分離度が1.5未満の隣り合って溶出するピークであると定義づけました。トータルの分析時間は6分未満でした。Pro EZGCが予測した保持時間を確認するために、ソフトウェアで使用した同じ条件下での各液相のクロマトグラムを示しました(図1)。カラムの長さはシミュレーションのように30 mきっかりではないため、絶対保持時間は予測した値から少しずれました。しかしながら溶出順と共溶出するピークの組み合わせは予測と一致しています。Rtx-440、Rtx-XLB、Rtx-CLPesticides、Rxi-35Sil MSの各カラムではEPAならびにEUで規制されているフタル酸エステル類すべてについてベースライン分離を達成しました。bis[4-methyl-2-pentyl]phthalateの2つの異性体は7種の液相のいずれにおいても分離しませんでした。溶出順はRtx-440、Rtx-XLB、Rtx-CLPesticides、Rxi-5msの各カラムで同じでした。

溶出順の違いはRxi-35Sil MSとRtx-50で見られました。特にRxi-35Sil MSでは、bis(2-methoxyethyl) phthalateとbis(4-methyl-2-pentyl) phthalate異性体(ピーク6と7/8)、bis(2-ethoxyethyl) phthalateとdi-n-pentyl phthalate(ピーク9と10)、butyl benzyl phthalateとhexyl-2-ethylhexyl phthalate(ピーク12と13)、bis(2-butoxyethyl) phthalateとbis(2-ethylhexyl) phthalate(ピーク14と15)を含む4対のフタル酸エステル類の溶出順が変わっています。

Rtx-440とRxi-XLBではこれらの条件下で全体的に最良の分離が得られました。他の液相では共溶出したピークはRtx-440とRxi-XLBで分離が改善しています。他の液相で分離されなかったピークには次の組み合わせが含まれています。Rxi-5msカラムでのbis(2-ethylhexyl) phthalateとdicyclohexyl phthalate(ピーク15と16)；Rtx-50でのbis(2-ethylhexyl) phthalateとbutyl benzyl phthalate(ピーク15と12)；Rtx-CLPesticides2でのbis(2-methoxyethyl)とbis[4-methyl-2-pentyl] phthalate(ピーク6と7、8)およびbis(2-ethoxyethyl) phthalateとdi-n-pentyl phthalate(ピーク9と10)。工業用グレードの異性体混合物ではdiisonyl phthalateやdiisodecyl phthalate(ピーク18と19)のような異性体グループを特定することができますが、グループ内の個々の異性体を完全分離することはできません。幸いなことに、diisonyl phthalateであればm/z 293、diisodecyl phthalateであればm/z 307のような(図1)固有のフラグメントイオンを定性や定量に利用することができます。

Pro EZGCで予測された保持時間を使い、7種の液相を用いて、フタル酸エステル37成分(3つの異性体を含むため、総ピーク数は40)の分離をより総合的に比較しました(表II)。表IIIに示されたGCパラメータはRtx-440とRxi-XLB両方で40分未満で40ピークのうち34ピークの分離が得られ、共溶出する化合物は2つの液相で異なりました。Rtx-440カラムのクロマトグラムは図2にまとめて示されています。ベースライン分離されていないいくつかのピークについては、定性分析であれば充分な分離能です。すべての液相に共通する最適な分析条件はありません。分析時間とピークの分離の全体的な結果からカラムの直接比較のためのプログラムを選びました。分析担当者はPro EZGCを使用して特定の対象リストのために分析条件を最適化することができます。全体の分析のスピードと分析対象物の分離度に基づくと、フタル酸エステル類のGC-MS分析にRtx-440とRxi-XLBをおすすめいたします。

**表 I: Restek GCカラムにおける規制対象フタル酸エステル類の予測保持時間**

カラム: 30 m x 0.25 mm x 0.25 μm (0.20 μm for Rtx-CLPesticides2 column)

定線速度: 66.7 cm/sec

オーブン: 200 °C (hold 0.5 min) to 330 °C (320 °C for Rtx-50 column) at 30 °C/min (hold 1 min)

Peak #	化合物名	規制法令	保持時間 (分)							CAS #	純度
			Rtx-440 (cat. 12923)	Rxi-XLB (cat. 13723)	Rtx-CLPesticides (cat. 11123)	Rxi-35Sil MS (cat. 13823)	Rtx-50 (cat. 10523)	Rxi-5ms (cat. 13423)	Rtx-CLPesticides2 (cat. 11323)		
1	Dimethyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority	1.28	1.16	1.14	1.29	1.46	1.10	1.23	131-11-3	Neat
2	Diethyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority, EU	1.54	1.39	1.33	1.55	1.73	1.30	1.47	84-66-2	Neat
3	Benzyl benzoate	Internal Standard	2.11	1.87	1.56	2.17	2.31	1.70	1.88	120-51-4	Neat
4	Diisobutyl phthalate*	EPA 8061A	2.25	2.04	1.88	2.21	2.34	1.91	2.10	84-69-5	Neat
5	Di-n-butyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority	2.58	2.33	2.10	2.53	2.69	2.17	2.38	84-74-2	Neat
6	Bis(2-methoxyethyl) phthalate*	EPA 8061A	2.74	2.48	2.26	2.86	3.10	2.27	2.63	117-82-8	Neat
7	Bis(4-methyl-2-pentyl) phthalate isomer 1*	EPA 8061A	2.85	2.62	2.37	2.71	2.83	2.50	2.64	84-63-9	Neat
8	Bis(4-methyl-2-pentyl) phthalate isomer 2*	EPA 8061A	2.86	2.63	2.37	2.72	2.84	2.51	2.65	84-63-9	Neat
9	Bis(2-ethoxyethyl) phthalate*	EPA 8061A	3.08	2.80	2.51	3.13	3.33	2.59	2.90	605-54-9	Neat
10	Di-n-pentyl phthalate*	EPA 8061A	3.16	2.91	2.58	3.08	3.21	2.71	2.89	131-18-0	Neat
11	Di-n-hexyl phthalate*	EPA 8061A	3.73	3.46	3.07	3.61	3.69	3.25	3.42	84-75-3	Neat
12	Butyl benzyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority, EU	3.85	3.56	3.12	3.93	4.13	3.30	3.63	85-68-7	Neat
13	Hexyl 2-ethylhexyl phthalate	EPA 8061A	3.98	3.72	3.29	3.83	3.92	3.52	3.66	75673-16-4	工業用
14	Bis(2-butoxyethyl) phthalate*	EPA 8061A	4.12	3.82	3.39	4.08	4.21	3.60	3.85	117-83-9	Neat
15	Bis(2-ethylhexyl) phthalate*	EPA 8061A	4.21	3.95	3.52	4.05	4.12	3.82	3.91	117-81-7	Neat
16	Dicyclohexyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority, EU	4.33	4.04	3.55	4.42	4.58	3.78	4.08	84-61-7	Neat
17	Di-n-octyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority, EU	4.76	4.50	3.97	4.59	4.62	4.24	4.39	117-84-0	Neat
18	Diisonyl phthalate	EU	5.10	4.84	4.23	4.84	4.84	4.50	4.64	68515-48-0	異性体混合物
19	Diisodecyl phthalate	EU	5.20	4.95**	4.42	5.01	5.18	4.71	4.90	26761-40-0	異性体混合物
20	Dinonyl phthalate*	EPA 8061A	5.24	4.95**	4.39	5.04	5.10	4.72	4.83	84-76-4	Neat

Note: 色つきセルは共溶出ピークを示しています (Rs<1.5)。それぞれのカラムについて、色の違うセルは異なる共溶出対を示しています。

\*これらの化合物はRestekのEPA Method 8061A phthalates esters mixture (cat.# 33227)に含まれています。

\*\*ピーク19と20はアイソバリック化合物ではないので、SIMモードで分離が可能です。

GC-MSはより確定的な情報が得られるため一般的に採用されていますが、フタル酸エステル類の分析はGC-ECDでも良好に達成されます。EPA 8061Aは並列カラムと2台の電子捕獲型検出器を使用した水中ならびに固体マトリクス中のフタル酸エステル類の定性・定量法です[8]。Rtx-440とRxi-35Sil MSカラムは2本の並列デュアルカラムとして理想的です。Pro EZGCはRtx-440を使用した高速分析条件を提案し、前述の溶出順の違いによりRxi-35Sil MSは優れた確認カラムとして有用でした。GC-ECD条件は、フリーオンラインソフトPro EZGCメソッドranslateを使用し表IIIに示したGC-MS条件から簡単に変換できます。あるいは次のURLから、最適化されたGC-ECD装置のパラメーターとクロマトグラム例をご参照いただけます。<https://blog.restek.com/?p=17388> [9]。

**表 II:** Restek GCカラムにおけるフタル酸エステル類の予測保持時間（規制対象外の追加含む）

カラム: 30 m x 0.25 mm x 0.25 μm (0.20 μm for Rtx-CLPesticides2 column)

定線速度: 48 cm/sec

オーブン: 150 °C (hold 0.8 min) to 200 °C at 5 °C/min to 275 °C at 3 °C/min (hold 2 min)

Peak #	化合物名	規制法令	Rtx-440 (cat. 12923)	Rxi-XLB (cat. 13723)	Rxi-5ms (cat. 13423)	Rtx-50 (cat. 10523)	Rxi-355il MS (cat. 13823)	Rtx-CLPesticides (cat. 11123)	Rtx-CLPesticides2 (cat. 11323)	CAS #	純度
1	Dimethyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority	4.606	3.924	3.294	5.912	4.902	3.75	4.334	131-11-3	Neat
2	Dimethyl isophthalate	—	5.491	4.690	3.85	6.35	5.498	4.174	4.793	1459-93-4	Neat
3	Diethyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority, EU	6.537	5.642	4.762	7.809	6.785	5.24	6.106	84-66-2	Neat
4	Benzyl benzoate	Internal Standard	9.931	8.667	N/A	11.099	N/A	6.725	8.583	120-51-4	Neat
5	Diisobutyl phthalate*	EPA 8061A	11.185	10.029	8.817	11.817	11.008	9.101	10.333	84-69-5	Neat
6	Di-n-butyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority	13.152	11.850	10.405	14.031	13.094	10.481	12.029	84-74-2	Neat
7	Bis(2-methoxyethyl) phthalate*	EPA 8061A	14.343	12.784	11.045	17.095	15.424	11.54	13.725	117-82-8	Neat
8	Bis(4-methyl-2-pentyl) phthalate isomer 1*	EPA 8061A	15.192	13.754	12.47	15.184	14.454	12.166	13.825	84-63-9	Neat
9	Bis(4-methyl-2-pentyl) phthalate isomer-2*	EPA 8061A	15.350	13.828	12.55	15.277	14.542	12.233	13.906	84-63-9	Neat
10	Bis(2-ethoxyethyl) phthalate*	EPA 8061A	16.910	15.132	13.199	19.063	17.59	13.186	15.875	605-54-9	Neat
11	Di-n-pentyl phthalate*	EPA 8061A	17.454	15.880	13.856	17.974	17.128	13.588	15.768	131-18-0	Neat
12	Butyl cyclohexyl phthalate	—	19.452	17.689	15.478	21.19	19.843	14.979	17.96	84-64-0	工業用
13	Butyl 2-ethylhexyl phthalate	—	19.823	18.172	16.174	20.062	19.238	15.566	17.958	85-69-8	工業用
14	Di-n-hexyl phthalate*	EPA 8061A	22.138	20.279	17.984	22.152	21.469	17.215	19.829	84-75-3	Neat
15	Butyl octyl phthalate	—	22.338	20.557	18.136	22.37	21.668	17.344	20.009	84-78-6	工業用
16	Butyl benzyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority, EU	22.799	20.783	18.029	25.365	23.782	17.384	21.128	85-68-7	Neat
17	Hexyl 2-ethylhexyl phthalate	EPA 8061A	24.404	22.668	20.266	24.110	23.500	19.126	22.049	75673-16-4	工業用
18	Butyl isodecyl phthalate	—	24.632	22.793	20.392	24.220	23.685	19.424	22.22	42343-36-2	工業用
19	Bis(2-ethylhexyl) hexahydro phthalate	—	25.066	23.389	21.254	23.089	23.063	19.142	21.961	84-71-9	Neat
20	Bis(2-n-butoxyethyl) phthalate*	EPA 8061A	25.601	23.563	20.930	26.746	25.647	19.849	23.533	117-83-9	Neat
21	Dicyclohexyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority, EU	26.651	24.495	21.771	28.989	27.671	20.530	24.792	84-61-7	Neat
22	Bis(2-ethylhexyl) phthalate*	EPA 8061A	26.692	24.845	22.585	25.903	25.458	21.135	24.048	117-81-7	Neat
23	Butyl-n-decyl phthalate	—	27.362	25.268	22.657	26.888	26.410	21.404	24.471	89-19-0	工業用
24	Diphenyl phthalate	—	27.987	25.712	22.372	32.277	30.170	21.614	26.473	84-62-8	Neat
25	Bis(4-methylcyclohexyl) phthalate isomer 1	—	28.003	25.922	23.016	29.547	28.476	21.677	25.923	59-43-8	異性体混合物
26	Bis(4-methylcyclohexyl) phthalate isomer 2	—	29.002	26.993	23.816	30.345	29.400	22.604	26.739	59-43-8	異性体混合物
27	Hexyl isodecyl phthalate	—	29.176	27.271	24.523	28.189	27.965	23.224	26.336	61702-81-6	工業用
28	Benzyl 2-ethylhexyl phthalate	—	29.791	27.781	24.747	31.498	30.216	23.219	27.594	27215-22-1	工業用

(4ページの続き)

**表 II:** Restek GCカラムにおけるフタル酸エステル類の予測保持時間（規制対象外の追加含む）

カラム: 30 m x 0.25 mm x 0.25 μm (0.20 μm for Rtx-CLPesticides2 column)

定線速度: 48 cm/sec

オーブン: 150 °C (hold 0.8 min) to 200 °C at 5 °C/min to 275 °C at 3 °C/min (hold 2 min)

Peak #	化合物名	規制法令	Rtx-440 (cat. 12923)	Rxi-XLB (cat. 13723)	Rxi-5ms (cat. 13423)	Rtx-50 (cat. 10523)	Rxi-35Sil MS (cat. 13823)	Rtx-CLPesticides (cat. 11123)	Rtx-CLPesticides2 (cat. 11323)	CAS #	純度
29	Bis(4-methylcyclohexyl) phthalate isomer-3	—	29.964	28.034	24.617	31.189	30.285	23.498	27.559	59-43-8	異性体混合物
30	Bis(2-ethylhexyl) isophthalate	—	30.132	28.037	25.684	28.133	28.243	23.907	26.648	137-89-3	Neat
31	Bis(2-(ethoxyethoxy) ethyl) phthalate	—	30.233	28.434	24.879	32.942	31.252	23.995	28.681	117-85-1	工業用
32	Di-n-octyl phthalate*	EPA 8061A, EPA Priority, EU	31.562	29.626	26.796	30.475	30.328	24.915	28.455	117-84-0	Neat
33	n-Hexyl decyl phthalate	—	31.680	29.748	26.878	30.788	30.450	24.994	28.566	25724-58-7	工業用
34	Diphenyl isophthalate	—	32.362	29.850	N/A	34.707	32.396	25.114	29.437	744-45-6	Neat
35	Dibenzyl phthalate	—	33.234	30.725	27.141	37.396	35.372	25.501	31.359	523-31-9	Neat
36	Diisobutyl phthalate	EU	33.684	31.802	28.779	32.500	32.708	27.391	30.811	68515-48-0	異性体混合物
37	Di-n-octyl isophthalate	—	34.483	32.463	29.168	32.035	N/A	27.223	30.388	4654-18-6	Neat
38	Diisodecyl phthalate	EU	35.775	33.792	30.876	35.041	N/A	29.11	32.169	26761-40-0	異性体混合物
39	Dinonyl phthalate*	EPA 8061A	36.159	34.103	30.994	34.609	34.705	28.867	32.604	84-76-4	Neat
40	n-Octyl-n-decyl phthalate	—	36.182	34.170	30.961	34.664	34.7	28.861	32.628	119-07-3	工業用

Note: 色つきセルは共溶出ピークを示しています (Rs&lt;1.5)。それぞれのカラムについて、色の違うセルは異なる共溶出対を示しています。

\*これらの化合物はRestekのEPA Method 8061A phthalates esters mixture (cat.# 33227)に含まれています。

**表 III:** GC-MS パラメータ

パラメータ	EPA EU 規制対象	拡張リスト
Inlet temperature (°C)	280	280
Injection volume (μL)	1.0	1.0
Liner	Restek Premium 3.5 mm Precision liner w/ wool (cat.# 23320.1)	Restek Premium 3.5 mm Precision liner w/ wool (cat.# 23320.1)
Oven temperature program	200 °C (hold 0.5 min) to 330 °C* at 30 °C/min (hold 1 min)	150 °C (hold 0.8 min) to 200 °C at 5 °C/min to 275 °C at 3 °C/min (hold 2 min)
Carrier gas: He control mode	Constant linear velocity: 66.7 cm/sec @ 200 °C (3 mL/min**)	Constant linear velocity: 48 cm/sec @ 150 °C (1.6 mL/min)
Split ratio	20:1	20:1
Detector	MS	MS
Mode:	Full Scan (59-400)	Full Scan (59-400)
Transfer line temp.:	300 °C	300 °C
Scan event time	0.1 sec	0.1 sec
Analyzer type:	Quadrupole	Quadrupole
Source temp.:	280 °C	280 °C
Solvent delay time:	0.9 min	2.5 min
Tune type:	PFTBA	PFTBA
Ionization mode:	EI	EI

\*320 °C for Rtx-50 column

\*\*3 mL/min may be too high for some instruments. Consult your instrument operations manual prior to programming.

## まとめ

GCの最適化を柔軟にまた容易にするPro EZGCを使用して、フタル酸エステル類の分析によく使用される7種類のGCカラムを直接比較しました。Rtx-440とRxi-XLBの優れた選択性と高い効率により、規制対象のフタル酸エステル類と拡張した化合物群の両方について分析時間を短縮することができました。良好な分離、高い最高使用温度(Rtx-440では340°C、Rxi-XLBでは360 °C [表IV])および最小限のカラムブリードにより、Rtx-440とRxi-XLBはフタル酸エステル類のGC-MS分析に最適な選択肢です。Rtx-440とRxi-35Sil MSの2本のカラムの組み合わせは、GC-MSの代わりにGC-ECDを使用する場合におすすめです。

**表 IV:** 最高使用温度

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

## 謝辞

The authors would like to thank Shimadzu Corporation for their consultation.

## 参考文献

- [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. Sathyannarayana, 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. <https://blog.restek.com/?p=17388>

図1: 7種類の異なるGC液相による、EPAとEUにて規制されているフタル酸エステル類と内部標準(安息香酸ベンジル)の分離をTICとEIC ( $m/z$  293、 $m/z$  307) で示します(分析条件は表IIIをご参照ください)。

Rtx-440

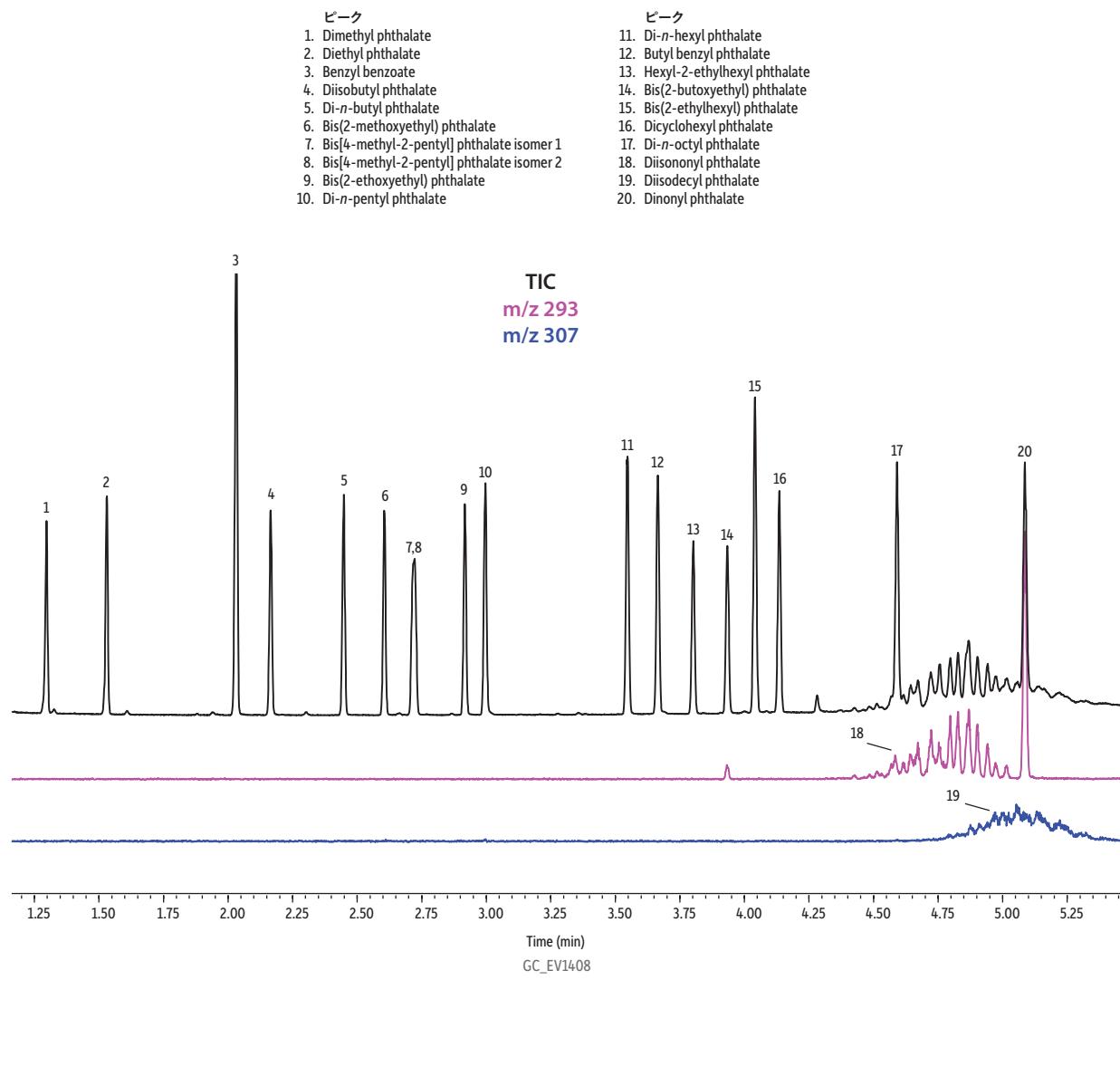
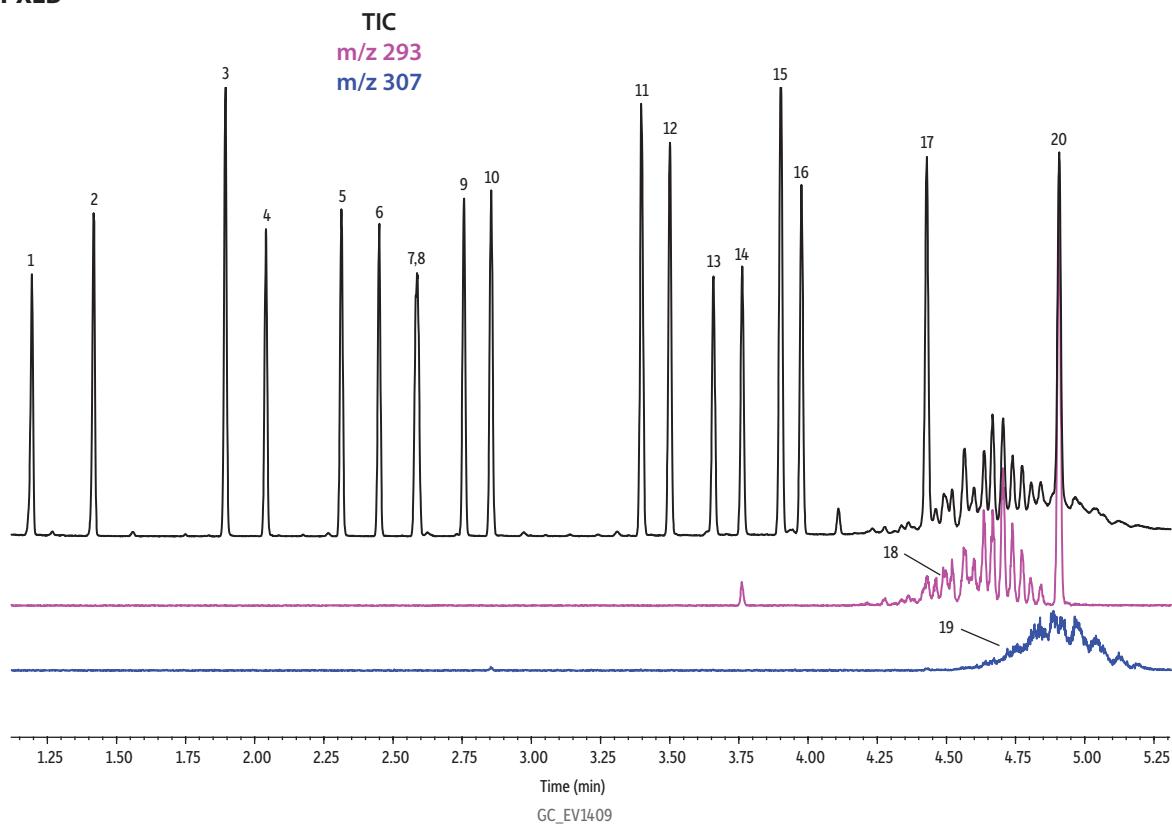


図1の続き

### Rxi-XLB



### Rtx-CLPesticides

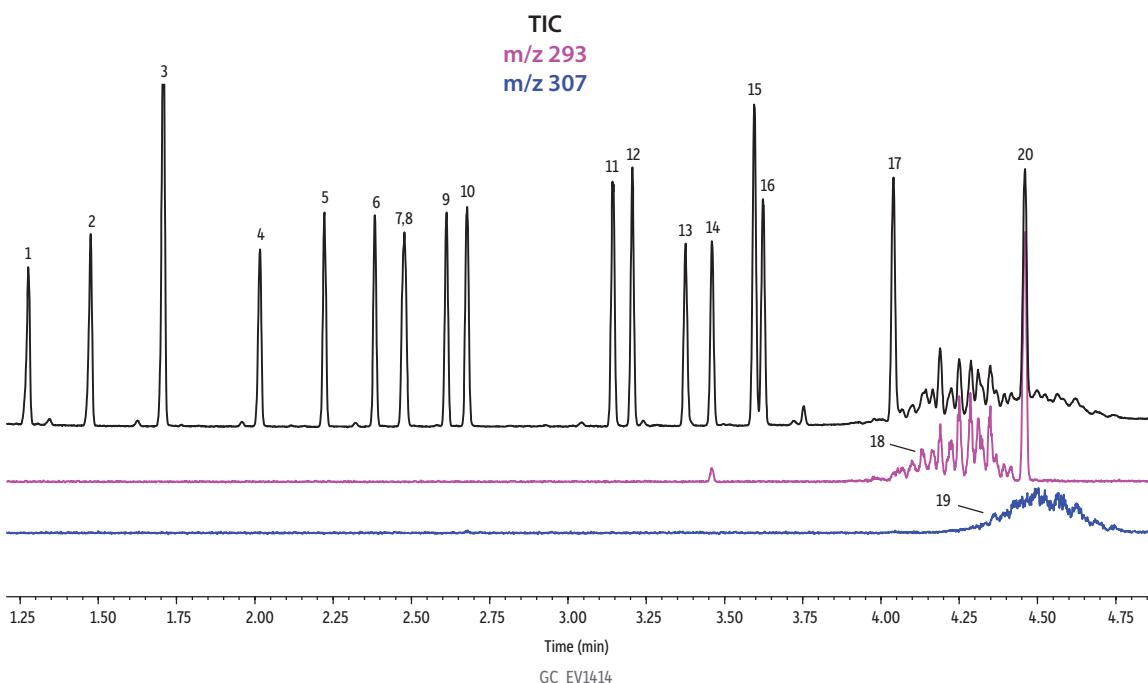
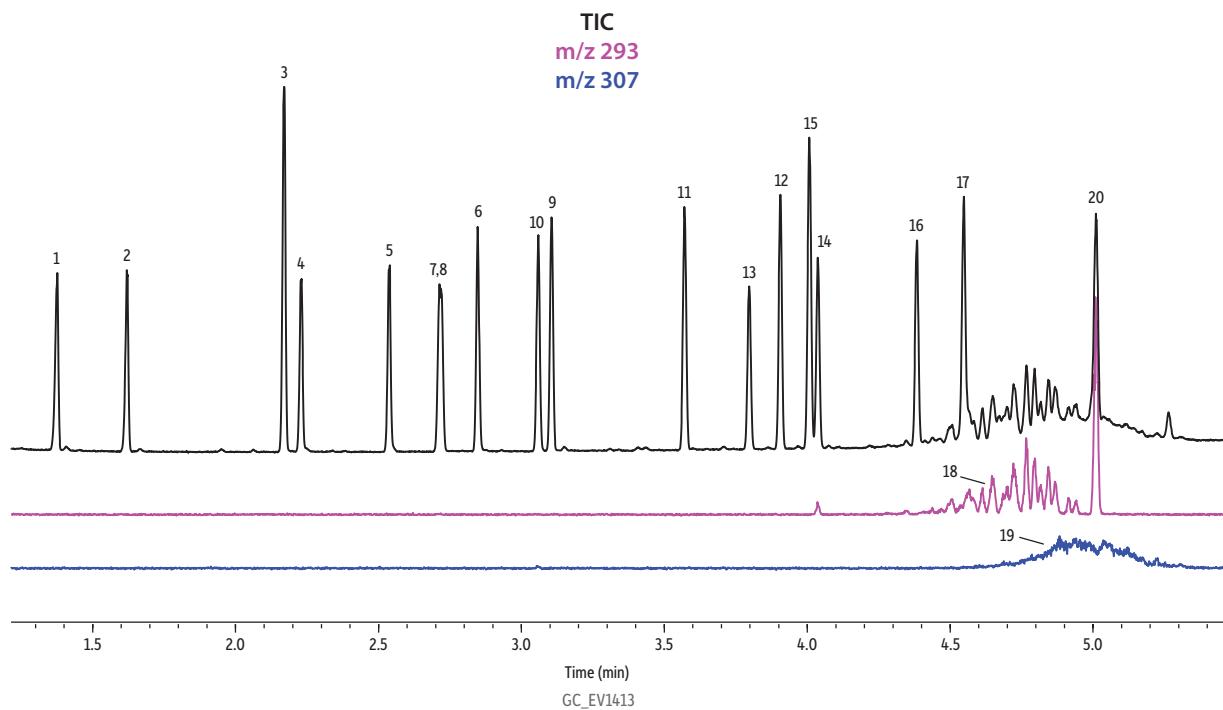


図1の続き

### Rxi-35Sil MS



### Rtx-50

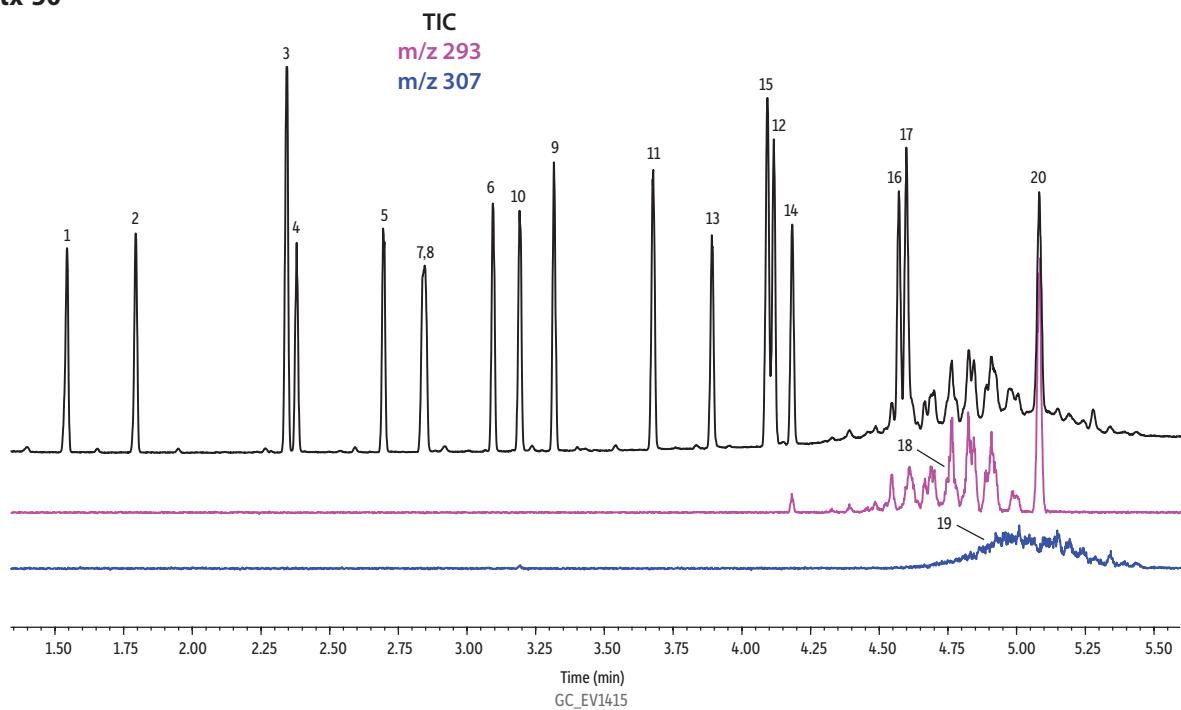


図1の続き

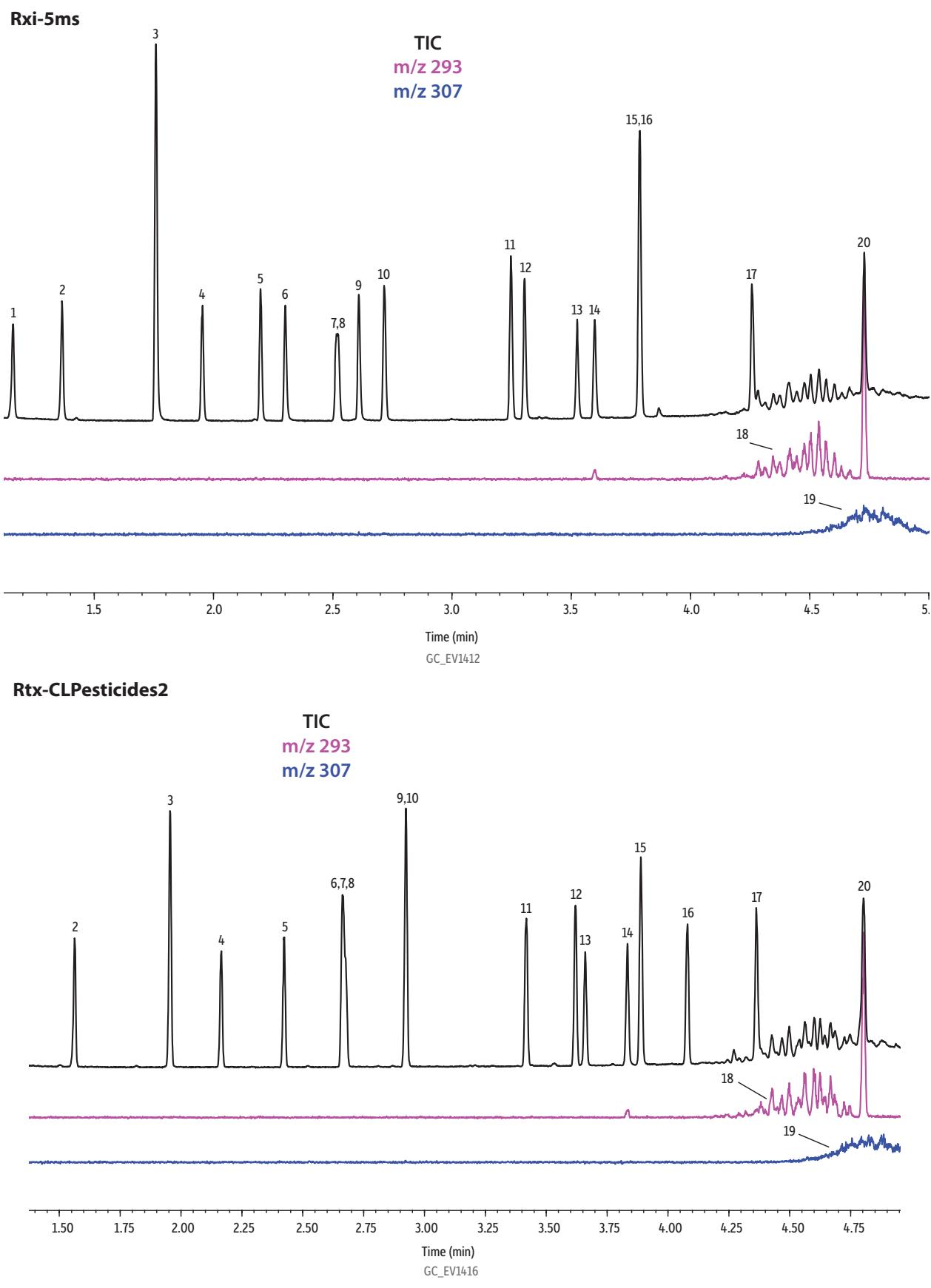
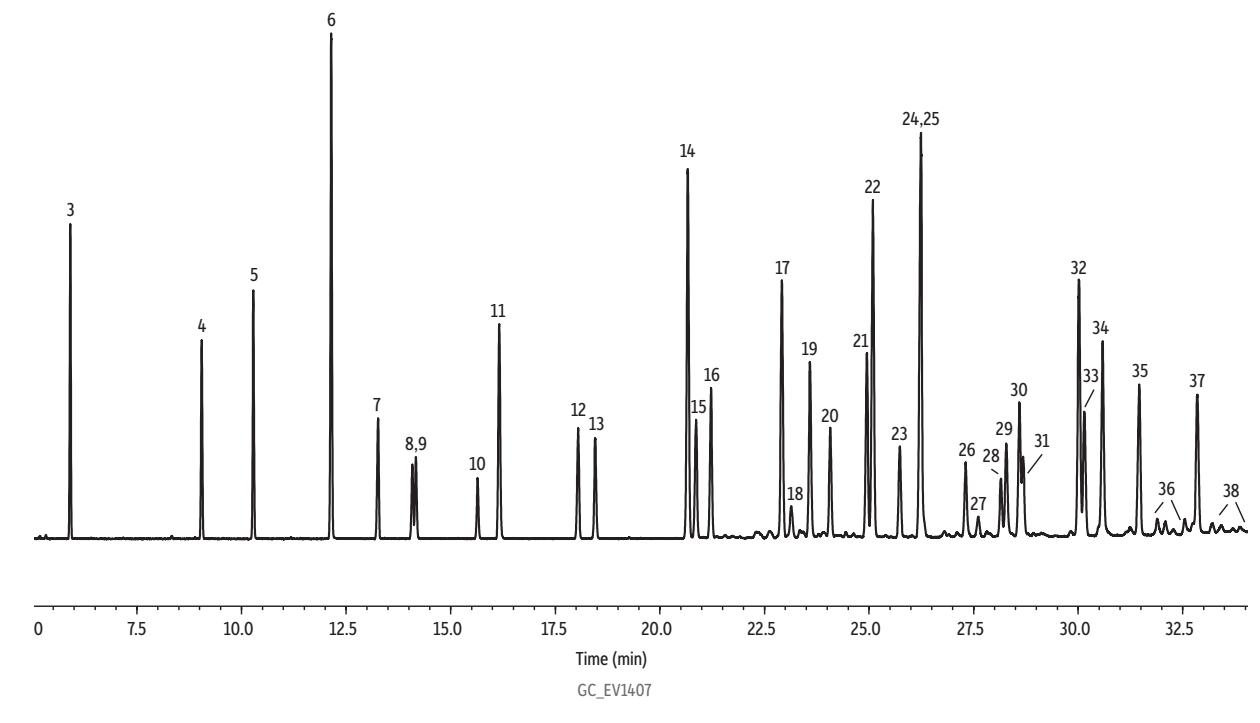


図2: Rtx-440による化合物数を拡大したフタル酸エステル類(50 µg/mL)の分離をTICで示しました(分析条件は表 IIIをご参照ください)。

ピーク	ピーク
1. Dimethyl phthalate	21. Dicyclohexyl phthalate
2. Dimethyl isophthalate	22. Bis(2-ethylhexyl) phthalate
3. Diethyl phthalate	23. Butyl- <i>n</i> -decyl phthalate
4. Benzyl benzoate	24. Diphenyl phthalate
5. Diisobutyl phthalate	25. Bis(4-methylcyclohexyl) phthalate isomer 1
6. Di- <i>n</i> -butyl phthalate	26. Bis(4-methylcyclohexyl) phthalate isomer 2
7. Bis(2-methoxyethyl) phthalate	27. Hexyl isodecyl phthalate
8. Bis[4-methyl-2-pentyl] phthalate isomer 1	28. Benzyl 2-ethylhexyl phthalate
9. Bis[4-methyl-2-pentyl] phthalate isomer 2	29. Bis(4-methylcyclohexyl) phthalate isomer 3
10. Bis(2-ethoxyethyl) phthalate	30. Bis(2-ethylhexyl) isophthalate
11. Di- <i>n</i> -pentyl phthalate	31. Bis(2-(ethoxyethoxy)ethyl) phthalate
12. Butyl cyclohexyl phthalate	32. Di- <i>n</i> -octyl phthalate
13. Butyl 2-ethylhexyl phthalate	33. <i>n</i> -Hexyl decyl phthalate
14. Di- <i>n</i> -hexyl phthalate	34. Diphenyl isophthalate
15. Butyl octyl phthalate	35. Dibenzyl phthalate
16. Butyl benzyl phthalate	36. Diisobutyl phthalate
17. Hexyl-2-ethylhexyl phthalate	37. Di- <i>n</i> -octyl isophthalate
18. Butyl isodecyl phthalate	38. Diisodecyl phthalate
19. Bis(2-ethylhexyl)hexahydro phthalate	39. Dinonyl phthalate
20. Bis(2- <i>n</i> -butoxyethyl) phthalate	40. <i>n</i> -Octyl <i>n</i> -decyl phthalate



アプリケーションやRestek製品についてなにかご質問はありますか？  
Restek株式会社へお問合せください([www.restek.jp/contact-us](http://www.restek.jp/contact-us))

Restekの特許および商標は、Restek Corporationの所有物です。(全リストについては[www.restek.jp/Patents-Trademarks](http://www.restek.jp/Patents-Trademarks)を参照)Restekの文献またはウェブサイトにあるその他の商標は、それぞれの所有者に帰属します。Restek登録商標は米国で登録されており、他の国でも登録されている可能性があります。

© 2018 Restek Corporation. All rights reserved. Printed in Japan.

[www.restek.jp](http://www.restek.jp)



Lit. Cat.# GNAN2380B-JP