

## ．フタル酸エステルの分析法

### 1 対象物質 (注1)

フタル酸ジエチル，フタル酸ジプロピル，フタル酸ジイソブチル，フタル酸ジ-n-ブチル，\*フタル酸ジペンチル，\*フタル酸ジヘキシル，フタル酸ジ-2-エチルヘキシル，フタル酸ジシクロヘキシル，フタル酸ブチルベンジル，但し，\*は混合物注 2)であるが，今回はノルマルとした.)

### 2 目標検出限界

本分析法の水質試料の検出限界はフタル酸ジ-n-ブチル，フタル酸ジ-2-エチルヘキシルで 0.5  $\mu$  g/L，その他のフタル酸エステルで 0.2  $\mu$  g/L を目標とする．また底質試料・生物試料の検出限界はフタル酸ジ-n-ブチル，フタル酸ジ-2-エチルヘキシルで 25  $\mu$  g/kg，その他のフタル酸エステルで 10  $\mu$  g/kg を目標とする．

なお，対象物質の内，最も感度の良い物質はフタル酸ジ-n-プロピル，最も感度の悪い物質はフタル酸ジ-2-エチルヘキシルであり，その感度差は約 10 倍である．

### 3 分析法概要

水質試料は試料水に塩化ナトリウムを加えてヘキサンで抽出後，GC/MS-SIM で測定する．

試料水 —— 塩析 —— 攪拌抽出 —— 濃縮 —— 脱水 —— 定量

底質試料は振とう器と超音波洗浄器を用いてアセトニトリルで抽出する．このアセトニトリル抽出液をゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)にかけ，フタル酸エステル分画を分取し，GC/MS-SIM で測定する．またはアセトニトリル抽出液に 5 % 塩化ナトリウム水溶液を加えた後，ヘキサンに転溶し，フロリジルカラムクロマトグラフィーでクリーンアップして，GC/MS-SIM で測定する．

底質試料 —— アセトニトリル超音波抽出 —— 濃縮 —— GPCカラム —— 濃縮 —— 脱水 —— 定量  
| |  
塩化Na溶液 —— ヘキサン抽出 —— 脱水濃縮 —— 含水フロリジルカラム

生物試料はホモナイザーを用いてアセトニトリルで抽出する．このアセトニトリル抽出液をゲルパーミエーションクロマトグラフィー(GPC)にかけ，フタル酸エステル分画を分取し，GC/MS-SIM で測定する．またはアセトニトリル抽出液をアセトニトリルヘキサン分配で脂質を除去した後，アセトニトリル層に 5 % 塩化ナトリウム水溶液を加え，ヘキサンで抽出する．ヘキサン抽出液を脱水濃縮後，このヘキサン抽出液をフロリジルカラムクロマトグラフィーでクリーンアップして，GC/MS-SIM で測定する．

生物試料 —— アセトニトリルホモナイザー抽出 —— 濃縮 —— GPCカラム —— 濃縮 —— 脱水 —— 定量  
| |  
脂質除去 —— 塩化Na水溶液 —— ヘキサン抽出 —— 脱水濃縮 —— 含水フロリジルカラム

なお，試験方法では試薬，溶媒類，器具類からの汚染，操作中及び空気中からの汚染がフ

タル酸エステルの測定結果に大きく影響を及ぼすので、細心の注意が必要である。操作中及び空気中からの汚染を避ける為、また試薬、溶媒類、器具類の管理上、クリーンルームで試験を行うことが望ましい。多くの試験室ではクリーンルームはないので、試薬量、溶媒量を最小に、また空気との接触量、接触時間を最小にする必要がある。

## 4 試料の採取及び保存方法

### 4.1 水質試料

洗剤、水、アセトン、ヘキサン(注 3)の順に洗浄した後、200 で 2 時間以上加熱し、放冷した 1L のネジ口ガラスビン(注 4)に試料水を泡立てないように静かに採取し、満水にして密栓をする。試験は試料採取後速やかに行う。速やかに試験できない場合には冷暗所(4 )で保存する。

なお、ガラスビンのネジ口はフタル酸エステルの汚染のないテフロンまたはアルミホイル等の付いた内蓋を使用すること。

### 4.2 底質試料

水質試料と同様の方法で洗浄・加熱した摺り合わせの広口ガラスビンに入れ密栓し、-10 以下で保存する。

### 4.2 生物試料

試料をミキサーで摩砕均一化し、底質試料と同様にして保存する。

## 5 試薬・器具(注 5)

### 5.1 試薬

有機溶媒：使用直前に、未開封の残留農薬 1000 倍試験用(注 6)を使用。

フタル酸エステル：市販標準試薬、または特級試薬。

サロゲート物質(フタル酸ジエチル-d<sub>4</sub>、フタル酸ジイソブチル-d<sub>4</sub>、フタル酸ジ-n-ブチル-d<sub>4</sub>、フタル酸ジ-n-ヘプチル-d<sub>4</sub>、フタル酸ジ-2-エチルヘキシル-d<sub>4</sub>、フタル酸ブチルベンジル-d<sub>4</sub>、フタル酸ジシクロヘキシル-d<sub>4</sub>)：市販標準試薬。

内標準物質(4-クロロトルエン-d<sub>4</sub>、ナフタレン-d<sub>8</sub>、ピフェニル-d<sub>10</sub>、フェナントレン-d<sub>10</sub>、フルオランテン-d<sub>10</sub>、クリセン-d<sub>12</sub>、ペリレン-d<sub>12</sub>)：市販標準試薬。

無水硫酸ナトリウム：PCB・フタル酸エステル試験用(注 7)。

塩化ナトリウム：試薬特級を 500 ~ 700 で 8 時間加熱後、汚染のないところで放冷したもの。

精製水(注 8)：逆浸透さらにミリQ処理した精製水(注 9)を活性炭カートリッジ(注 10)に通したもの。(備考 1)

5 %塩化ナトリウム：精製水に 5 % (W/V)となるように処理済の塩化ナトリウムを加えて、溶解させたもの。

含水フロリジル：残留農薬試験用(60/100 メッシュ)フロリジルを 130 で 16 時間加熱し、デシケーター内で放冷する。このフロリジル 100g を共栓付き三角フラスコにとり、精製水

5.7mL 加えて栓をし、時々振りまぜながら均一になるまで 4 ~ 5 時間放置したもの。

窒素ガス：窒素ガス吹き付けに使用するガスは高純度窒素ガス(純度 99.999 %以上)を使用する。但し、フタル酸エステルの汚染が認められる窒素ガスの場合には活性炭カートリッジを通して使用する。

その他の試薬：未開封の特級試薬。

## 5.2 器具及び装置

含水フロリジルカラム：長さ 30cm，内径 1cm のガラスカラムに 2g のフロリジルをヘキサンを用いて湿式充填し，この上部に無水硫酸ナトリウムを 1cm 積層したもの。

ロータリーエバポレーター，または K D 濃縮装置

分液漏斗：S P 摺り合わせまたは透明摺り合わせを使用する。この分液漏斗は 200 以上の温度で 2 時間以上加熱(注 11)し，汚染のないところで放冷する。

共栓付試験管，共栓付遠沈管，ナス型フラスコ等のガラス器具：SPC 摺り合わせ，または透明摺り合わせを使用する。これらガラス器具は 200 以上の温度で 2 時間以上加熱(注 11)し，汚染のないところで放冷する。

その他のガラス器具：200 以上の温度で 2 時間以上加熱(注 11)し，汚染のないところで放冷する。

マグネチックスターラー：水質試料の抽出に使用する。

ホモジナイザー：生物試料の溶媒抽出に使用する。

超音波照射器（超音波洗浄器でもよい）：底質試料の溶媒抽出に使用する。

遠心分離器：底質・生物試料の固液分離に使用する。

乾燥器：ガラス器具等の加熱に使用する。

電気炉：塩化ナトリウムの焼成に使用する。

振とう器：液液抽出に使用する。

高速液体クロマトグラフィー用充填カラム：水溶媒有機溶媒両用タイプで排除限界分子量 40000 以下のポリビニルアルコール系ハードゲル(通称，GPC)をステンレス鋼製分離管(内径は 8 ~ 20mm，長さは 300mm)に充填したもの(注 12)。

高速クロマトグラフ(HPLC)：GPC カラムを使用して，フタル酸エステル分画を分取するのに使用する。

ガスクロマトグラフ/質量分析計(GC/MS)：GC は，キャピラリーカラム対応のもの。MS は，二重収束型もしくは四重極型のもの。

## 6 試験操作

### 6.1 測定用試料液の調製

#### (1) 水質試料 (注 13)

試料水 95ml を SPC 共栓付又は透明摺り合わせ共栓付メスフラスコ 100ml(注 14)にとり，所定量のサロゲート物質(注 15)及び塩化ナトリウム 15g(注 16)，ヘキサン 2.5ml(注 17)，攪拌子(注 18)を加え，マグネチックスターラーで攪拌を 1 ~ 4 時間(注 19)行う。この抽出液に窒素ガスを穏やかに吹き付けて 1ml(注 20)に濃縮し，更に無水硫酸ナトリウムをミクロスパーテ

ル 1 杯を加えて脱水した後，これを GC/MS 測定用試料液(注 21)とする。

但し，夾雑物の多い試料(注 22)では，「測定用試料液の調製」の底質・生物試料の GPC カラムクロマトグラフィー，またはフロリジルカラムクロマトグラフィーでクリーンアップを行う。

なお，内標準法で測定する場合には，測定用試料液に内標準液を所定量添加後，GC/MS に注入する。

### (2) 底質試料

底質(湿泥)20g を共栓付遠沈管 100ml にとり，所定量のサロゲート物質(注 15)を添加後，アセトニトリル(注 23)30ml を加えて 5 分間振とうする。さらに，超音波洗浄器を用いて 10 分間超音波抽出を行った後，3000rpm で 10 分間遠心分離し，上澄液を回収する。この抽出分離操作を計 2 回行い，このアセトニトリル抽出液を合わせる。

このアセトニトリル抽出液の 1/4，即ち 15ml を SPC 試験管に移し，窒素ガスを穏やかに吹き付けて 1 ~ 5ml(注 24，注 25)に濃縮する。この濃縮液を GPC カラムに注入して，フタル酸エステル分画(注 26)を SPC 試験管に分取する。この分取液を窒素ガスを穏やかに吹き付けて 1ml に濃縮(注 25)し，更に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水した後，GC/MS 測定用試料液(注 21，注 27)とする。

または上澄液のアセトニトリル抽出液の 1/4，即ち 15ml を，予め 5 %塩化ナトリウム溶液 100ml を入れた分液漏斗 300ml に加える。これにヘキサン 25ml を加え 5 分間振とう抽出する。この抽出操作を計 2 回行い，ヘキサン層を合わせて無水硫酸ナトリウムで脱水後，40

以下の湯浴中でロータリーエバポレーター(注 28)を用いて，10ml 弱まで濃縮する。この濃縮液を含水フロリジルカラムに負荷する。受器を設置し，1ml 強/分の速度で液面をカラムヘッド面まで下げてから，ヘキサン 50ml(注 29)を同速度で流す。このヘキサン溶出液は捨てる。再び，受器を変えてヘキサンが断続しないようにアセトニトリル/ヘキサン(0.5 : 100)100ml(注 30)を用いて，1ml 強分の速度で溶出させる。この溶出液は無水硫酸ナトリウムで脱水後，40 以下の湯浴中でロータリーエバポレーター(注 28)を用いて，約 10ml 弱まで濃縮し，更に窒素ガスを穏やかに吹き付けて 1ml(注 20)にし，GC/MS 測定用試料液(注 21，注 27)とする。

なお，内標準法で測定する場合には，測定用試料液に内標準液を所定量添加後，GC/MS に注入する。

### (3) 生物試料

均一化した試料 20g を共栓付遠沈管 200ml にとり，所定量のサロゲート物質(注 15)を添加後，アセトニトリル(注 23)30ml を加えてポリトロン型ホモジナイザーを用いて 2 ~ 5 分間ホモジナイズする。これを 3000rpm で 10 分間遠心分離し，上澄液を回収する。この抽出分離操作を計 2 回行い，このアセトニトリル抽出液を合わせる。

このアセトニトリル抽出液の 1/4，即ち 15ml を SPC 試験管に移し，窒素ガスを穏やかに吹き付けて 1 ~ 5ml(注 24，注 25)に濃縮する。この濃縮液を GPC カラムに注入して，フタル酸エステル分画(注 26)を SPC 試験管に分取する。この分取液を窒素ガスを穏やかに吹き付けて 1ml に濃縮(注 25)し，更に無水硫酸ナトリウムを加えて脱水した後，GC/MS 測定用試料液(注 21，注 27)とする。

または上澄液のアセトニトリル抽出液の 1/4，即ち 15ml にヘキサンを滴下して飽和にする。

これにヘキサン 5ml を加えて 5 分間振とうし、アセトニトリルを分取する。残ったヘキサン層に 5 % 含水アセトニトリル 20ml を加えて逆抽出し、アセトニトリル層と先のアセトニトリル抽出液を合わせる。これを予め 5 % 塩化ナトリウム溶液 100ml を入れた分液漏斗 300ml に加える。これにヘキサン 25ml を加え 5 分間振とう抽出する。この抽出操作を計 2 回行い、ヘキサン層を合わせて無水硫酸ナトリウムで脱水後、40 以下の湯浴中でロータリーエバポレーター(注 28)を用いて、10ml 弱まで濃縮する。この濃縮液を含水フロリジルカラム(10 × 300mm のカラムに 2g の含水フロリジルをヘキサンで湿式充填し、この上層に無水硫酸ナトリウムを 1cm の高さに層積して調製)に負荷する。受器を設置し、1ml 強/分の速度で液面をカラムヘッド面まで下げてから、ヘキサン 50ml(注 29)を同速度で流す。このヘキサン溶出液は捨てる。再び、受器を変えてヘキサンが断続しないようにアセトニトリル/ヘキサン(0.5 : 100)100ml(注 30)を用いて、1ml 強/分の速度で溶出させる。この溶出液は無水硫酸ナトリウムで脱水後、40 以下の湯浴中でロータリーエバポレーター(注 28)を用いて、約 10ml 弱まで濃縮し、更に窒素ガスを穏やかに吹き付けて 1ml(注 20)にして、GC/MS 測定用試料液(注 21, 注 27)とする。

なお、内標準法で測定する場合には、測定用試料液に内標準液を所定量添加後、GC/MS に注入する。

## 6.2 GPC カラムによるフタル酸エステル分画の分取条件 (注 31)

使用カラム：ポリビニルアルコール系ハードゲルの GPC カラム(注 12)

移動相：アセトニトリル(注 32)

流速：最高分離能を示す流速

(一例として、内径 8mm の Shodex AsahipakGF-310HQ の場合には 0.5 ~ 0.6ml/min)

カラム槽温度：30

## 6.3 空試験液の調製

試料を用いずに「測定用試料液の調製」に従って操作を行い、得られた試料液を空試験液とする。

## 6.4 標準液の調製(注 33)

各測定対象物質の標準品または特級試薬をヘキサンに溶解させ、1000mg/L 標準原液を調製する。水質測定用試料液及び含水フロリジルカラムでクリーンアップした場合の底質・生物測定用試料液の場合には、ヘキサン標準原液を適宜ヘキサンで希釈混合して所定濃度の混合標準液を 5 段階以上作製、GPC カラムでフタル酸エステル分画を分取した底質・生物測定用試料液の場合には、ヘキサン標準原液を適宜アセトニトリルで希釈混合して所定濃度の混合標準液を 5 段階以上作製する。

サロゲート物質は各測定対象物質と同様にヘキサンに溶解し 100mg/L 標準原液を調製し、またこの標準原液をアセトンに溶解して、所定濃度(通常、0.1mg/L)の混合標準液も調製する。

内標準物質は各対象物質と同様にヘキサンに溶解し 1000mg/L 標準原液を調製し、またこの標準原液をアセトンに溶解して、所定濃度(通常、1 ~ 10mg/L)の混合標準液を調製する。

全ての標準原液及び混合標準液は暗所-5 以下で保存する。

## 6.5 GC/MS測定条件

### (1) GC(注 34)

カラム：溶融シリカキャピラリーカラム (30m × 0.25mm i.d., 0.25 μ m)

液相は、メチルシリコンまたは5%フェニルメチルシリコン

カラム温度：50 (2分) - 約 10 /分 - 270 (10分)

注入口温度：210 ~ 250

注入法：スプリットレス法 (1分後パーズ), 1 μ l 注入

キャリアーガス：He, 平均線速度：40cm / 秒

インターフェース温度(またはデテクター温度)：270

### (2) MS

イオン化法：EI

イオン化電圧：70V

イオン源温度：220 ~ 280 (機種により200 以下でも可能)

検出モード：SIM法(注 35), または同等のもの

### (3) 定量イオン

対象物質の測定質量数(m/z)：149

対象物質の確認用イオン(m/z)：以下の通り

フタル酸ジエチル：177, フタル酸ジ-n-プロピル：209, フタル酸ジイソプロピル：209, フタル酸ジ-n-ブチル：223, フタル酸ジペンチル：237, フタル酸ジ-n-ヘキシル：251, フタル酸ジ-2-エチルヘキシル：167, フタル酸ジシクロヘキシル：167, フタル酸ブチルベンジル：206,

サロゲートの測定質量数(m/z)：153

内標準物質の測定質量数(m/z)：以下の通り

4-クロロトルエン-d<sub>4</sub>：130, ナフタレン-d<sub>8</sub>：136, ビフェニル-d<sub>10</sub>：164, フェナントレン-d<sub>10</sub>：188, フルオランテン-d<sub>10</sub>：212, クリセン-d<sub>12</sub>：240, ペリレン-d<sub>12</sub>：264

## 6.6 検量線

絶対検量線法を用いる場合は、所定濃度の各対象物質の混合標準液をそれぞれ 1 μ l を GC に注入し、得られた各対象物質のピーク面積値(高さ)から対象物質毎に検量線を作成する。検量線の濃度範囲は、分析法の検出限界付近と予想される検出濃度レベルを含む5段階以上とする。

内標準法を用いる場合は、所定濃度の各対象物質の混合標準液に所定量の内標準を加え、その 1 μ l を GC に注入し、各対象物質と内標準とのピーク面積値(高さ)の比から対象物質毎の検量線を作成する。検量線の濃度範囲は、分析法の検出限界付近と予想される検出濃度レベルを含む5段階以上とする。

サロゲートを用いる場合は、混合標準液に所定量のサロゲート物質を加え、以下内標準法と同様に行う。

## 6.7 定量及び計算(注 36)

絶対検量線法を用いる場合は、測定試料液 1 μ l を GC に注入し、得られた各対象物質のピーク面積値（高さ）から検量線により検出量を求める。

内標準法を用いる場合は、測定試料液 1 μ l を GC に注入し、得られた各対象物質と内標準とのピーク面積値（高さ）の比から検量線により検出量を求める。

次に、検出量、GC 注入量、分析した試料量及び濃縮率などから試料中の各対象物質の濃度を計算する。

〔計算〕次式で試料中の各対象物質濃度を計算する。

試料濃度 ( μ g/ml または μ g/g ) = 検出量 (ng) × ( 測定用試料液量 (ml) / 注入量 ( μ l ) ) × ( 1 / 試料量 (ml または g) )

但し、底質試料・生物試料では約 20g の内、1/4 を測定試料に使用しているため、実際の試料量は約 5 g である。

サロゲートを用いる場合は、測定試料液 1 μ l を GC に注入し、得られた各対象物質とサロゲート物質とのピーク面積値（高さ）の比から検量線により検出量を求める。これに添加したサロゲート物質の重量を乗じて各対象物質の重量を求め、これを試料量で除して算出する。なお、サロゲート物質と内標準物質とのピーク面積値（高さ）の比を求め、相対感度係数からサロゲート物質の重量を求め、その時の回収率を求める。この回収率が 70 ~ 130 % の範囲内にある測定値を採用し、それ以外の測定値は棄却する。

## 7 添加回収試験

10 試料毎に 1 回または 1 日に 1 回、試料と同じあるいは類似の試料をもちいて添加回収試験を行い回収率を求める。対象物質のアセトン標準液を検出限界の 10 倍量程度添加して十分に混合後、60 分以上放置してから回収試験を開始する。

## 8 注意事項

( 1 ) 水中から検出されるフタル酸エステルでは、フタル酸-n-ブチル、フタル酸ジエチルヘキシルは特に、高濃度、高頻度で検出される。その次にフタル酸ジヘブチル、フタル酸ジオクチル等が検出される。

( 2 ) 市販のフタル酸ジヘキシルは約 13 種類の異性体の混合物である。

( 3 ) 使用器具があまり汚染されていない場合には、ヘキサン洗浄を省略してもよい。

( 4 ) 一例として、残留農薬試験用の空瓶を加熱処理して使用。

( 5 ) 有機溶媒、試薬、精製水は定量に支障のないものを使用する。有機溶媒、試薬、精製水、ガラス器具等は汚染を受け易いので、細心の注意を払う。

( 6 ) 開封と共に、アセトン・アセトニトリルはヘキサンより早く DBP、DEHP 等に汚染される。開封後、数時間経過したら、新たに未開封の 1000 倍残留農薬試験用・PCB 試験用を使用する。なお、1000 倍残留農薬試験用・PCB 試験用のアセトニトリルに比較して、HPLC 用のアセトニトリルは DBP、DEHP 等の汚染が少ない場合が多い。

( 7 ) PCB・フタル酸エステル試験用は残留農薬試験用に比較して、DBP、DEHP 等の汚染量は約 1 / 3 である。

無視できない汚染が認められる場合には、500 ~ 700 で 8 時間程度焼成した後、汚染のない場所で放冷してから用いる。

( 8 ) 市販のミネラルウォーターの中にはフタル酸エステル汚染の比較的少ないものがある。予めチェックすれば、使用可能なミネラルウォーターもある。

( 9 ) 精製水の貯蔵するタンク等は塩化ビニール製で、かつ空気との接触に活性炭を付けていない場合が多くある。タンク等はテフロン製等にし、空気との接触口は必ず活性炭を付ける。

( 10 ) 活性炭カートリッジはステンレス製、もしくはテフロン製であることが望ましい。

( 11 ) 環境庁保健調査室の報告書では採水ピンを含めたガラス器具等は 200 で 2 時間以上加熱した後、使用することを推奨している。一方上水試験方法では 500 で 2 時間以上加熱した後、Giam らの分析法では 320 で 10 時間以上加熱した後、使用することを推奨している。但し、500 で加熱すると、SPC 等の摺り合わせがダメになり、またフタル酸エステルは固化して、除去不可能になる可能性がある。

( 12 ) 一例として、Shodex AsahipakGF-310HQ

( 13 ) EPA method506 では検出器 PID を、EPA method525.2 では検出器 GC/MS を使用したカートリッジ型固相抽出法、ディスク型抽出法の試験方法が報告されている。また「平成 6 ~ 8 年度 化学物質分析法開発調査報告書」では SPME 抽出法の試験方法が報告されている。しかし、今回試験方法を併記しなかった。

( 14 ) 空気中からの汚染を考慮すると、SPC 共栓付又は透明摺り合わせ共栓付メスフラスコは使用可であるが、従来の摺り合わせは使用不可である。

( 15 ) サロゲート法で測定しない場合には省略する。サロゲート法で測定する場合には測定対象の全フタル酸エステルのサロゲート物質を用いて行うことが望ましい。しかし、DBP、DEHP 及び他のフタル酸エステル(1 ~ 2 物質)のサロゲート物質を用いても良い。

( 16 ) 塩化ナトリウムをメスフラスコに入れる時、摺り合わせ箇所塩化ナトリウムを絶対に付着させないこと。ロートを用いて塩化ナトリウムを入れると便利である。また塩化ナトリウムの添加量は試料水に対して 10 % で十分であるが、ここでは 15 % 添加することにした。

( 17 ) Speed98' のフタル酸エステルの抽出にはヘキサン量は十分であるが、Speed98' の対象外であるフタル酸ジメチルの抽出にはヘキサン量が足りない。

浮遊物が多い場合、即ち下水処理水等にはアセトンを 0.1 ~ 0.5ml 添加することにより、フタル酸エステルの回収が上がる。

( 18 ) 攪拌子は金属製、または金属をガラス等で覆ったもの。

( 19 ) 攪拌時間はスタラーの回転速度に大きく影響されるので、各自が攪拌時間を確認すること。攪拌時間が長い場合には、最初に十二分振とうした後、スタラーで攪拌する。スタラーの攪拌時間が長くなればなるほど、スタラーが加熱し、フタル酸エステルの抽出率はバラッキ、またコンタミの影響を受ける可能性が高くなる。

( 20 ) 窒素ガス吹き付けで濃縮する時、絶対に乾固させないこと。乾固させると河川水等ではキーパー量が少ないので、特にフタル酸ジメチル、フタル酸ジエチルは顕著に損失する。

( 21 ) 夾雑物の除去法として、硫酸処理がある。フタル酸イソプロピル、フタル酸ジシクロヘキシル、フタル酸ブチルベンジル、フタル酸ジフェニルは硫酸処理により加水分解する



ので、硫酸処理を行えないが、それ以外のフタル酸エステルに対して、硫酸処理は可能である。しかし、硫酸処理により、多数の夾雑物が発生するので、硫酸処理を推奨しない。

(22) マススペクトルにより確認する事が望ましい。しかし、マススペクトルの確認ができない場合には、測定質量数と確認イオンのピーク強度比で確認する。

(23) アセトンでも可能である。アセトンはアセトニトリルに比較して、夾雑物をより多く抽出する。

(24) GPC カラムに1回に注入できる量から、濃縮量を決める。先端濃縮効果が得られるので、内径8mmのGPCカラムでは1回につき500 $\mu$ l注入することが可能である。内径8mmのGPCカラムでは1~2mlに濃縮して、数回注入する。

(25) SPC 試験管を約60 $^{\circ}$ の湯浴中に浸けて、窒素ガスを吹き付けると、アセトニトリル抽出液及びアセトニトリル分画液は比較的早く濃縮できる。

(26) 使用するGPCカラム、及びその内径等により、フタル酸エステルの溶出パターンが異なるので、予めフタル酸エステル分画を確認すること。

試料によっては、フタル酸エステルが溶出後、多数の物質が長時間に渡り、溶出する場合がある。この場合、THF溶媒を注入し、多数の物質を素早く溶出させて、次の操作に移る。

(27) 夾雑物が多い場合には、さらに他のカラムクロマトグラフィーによるクリーンアップ(フロリジル、シリカゲルなど)を行う。

(28) 活性炭で汚染を除去した窒素・空気等で減圧を解除する。

(29) 含水フロリジルカラムクロマトグラフィーの第1分画には、分子状硫黄が溶出してくる。含水フロリジルカラムクロマトグラフィーのクリーンアップで単体硫黄を十分に除去できない場合には、測定用試料液を還元銅カラムに通して、硫黄を除去する。

(30) 予め含水フロリジルカラムクロマトグラフィーにおける各物質の溶出パターンと回収率を確認しておく。

(31) 高濃度のフタル酸エステル等を注入すると、注入口及び流路のラインを汚すので、特に注意すること。

(32) アセトンを用いても良いが、アセトンはアセトニトリルに比較して、脂肪等とフタル酸エステルとの分離が多少悪い。

(33) 各対象物質の標準原液・標準液、サロゲート物質の標準原液・標準液、内標準物質の標準原液・標準液は汚染されやすい。汚染が認められた場合には、再度調製する。

(34) ゴーストがないGC注入口セプタムを使用する。一例として、スペルコのグリーンセプタム等がある。(備考1) またGC注入口のインジェクターライナーも油滴等が付着すると、ピークの分離の悪化及びゴーストの原因になるので、清浄な状態が保たれるようにインサートを維持管理する必要がある。

(35) 十分な感度が得られる場合にはSIM測定の代わりにスキャン測定でもよい。

(36) 絶対検量線法では定量値のバラッキが大きいので、内標準法またはサロゲート法を推奨する。

(備考1) ここに示す商品は、このマニュアルの使用者の便宜上、一般に入手できるものとして例示したが、これを推奨するものではない。これと同等または同等以上の品質・性能のものを用いても良い。

## 参考文献

1. 環境庁環境保健部環境安全課：平成 7 年度 化学物質分析法開発調査報告書
2. 環境庁環境保健部環境安全課：昭和 59 年度 化学物質分析法開発調査報告書
3. 環境庁環境保健部環境安全課：昭和 58 年度 化学物質分析法開発調査報告書
4. 環境庁環境保健部環境安全課：昭和 56 年度 化学物質分析法開発調査報告書
5. 環境庁環境保健部環境安全課：昭和 50 年度 化学物質分析法開発調査報告書
- 6.(財)日本公衆衛生協会：生物試料中の化学物質分析法の確立に関する研究（昭和 5 6 年度  
環境庁公害防止等調査研究委託費による報告書）
7. EPA:Method 8270B, US EPA
8. EPA:Method 525.2, USEPA
9. EPA:Method 506, USEPA