【19】中華民國　　【12】專利公報　（B）

【11】證書號數：I443323
【45】公告日： 中華民國 103 (2014) 年 07 月 01 日
【51】Int. Cl.：　*G01N1/40　(2006.01)*　*G01N21/31　(2006.01)*
發明　全 4 頁

【54】名　稱：鄰苯二甲酸酯類之分析方法
METHOD FOR ANALYZING PHTHALATE ESTERS

【21】申請案號：101122746　【22】申請日： 中華民國 101 (2012) 年 06 月 26 日
【11】公開編號：201400799　【43】公開日期： 中華民國 103 (2014) 年 01 月 01 日

【72】發 明 人： 馮嘉嫻 (TW) FENG, CHIA HSIEN；江欣叡 (TW) JIANG, SHIN RUEI；蔡佳汝 (TW) TSAI, CHIA JU
【71】申 請 人： 高雄醫學大學　KAOHSIUNG MEDICAL UNIVERSITY
高雄市三民區十全一路 100 號
【74】代 理 人： 洪澄文；顏錦順

【56】參考文獻：
Solbu, K. (2003). Sensitive determination of four urinary phthalate metabolites by packed capillary on-line micro solid phase extraction liquid chromatography electrospray ionization mass spectrometry
Mitani, K. et al., Journal of Pharmaceutical and Biomedical Analysis, 2003, 32(3): 469-478
Ma J. et al., Current Analytical Chemistry, 2012, 5: 78-90

審查人員：蔡雨靜

[57]申請專利範圍

1. 一種鄰苯二甲酸酯類之分析方法，包括以下步驟：提供一液態樣品或固態樣品；對該液態樣品或固態樣品進行一前處理方法以得到一萃取液，其中該前處理方法包括液相液相萃取(liquid liquid extraction,LLE)、超音波輔助萃取(ultrasonic-assisted extraction,UAE)、微波輔助萃取(microwave-assisted extraction,MAE)、分散液液微萃取(dispersive liquid-liquid microextraction,DLLME)、冷凝分散液液微萃取(dispersive liquid-liquid microextraction-solidification of floating organic droplet,DLLME-SFO)或霧點萃取(cloud point extraction,CPE)；將該萃取液送入一毛細管液相層析儀搭配紫外光/可見光光譜儀中進行偵測，以分析該液態樣品或固態樣品中之鄰苯二甲酸酯類；以及提供一沖提液送入該毛細管液相層析儀搭配紫外光/可見光光譜儀中，其中該沖提液包括水、乙腈或上述之組合，其中該沖提液使用梯度沖提(gradient elution)方式：於 0-1 分鐘時，沖提液為 80%水與 20%乙腈，流速為 15μL/ml；於 1-3 分鐘時，沖提液由 80%水與 20%乙腈以線性速度增加至 25%水與 75%乙腈，流速為 15μL/ml；於 3-5 分鐘時，沖提液由 25%水與 75%乙腈以線性速度增加至 100%乙腈，流速為 15μL/ml；於 5-16.5 分鐘時，沖提液為 100%乙腈，流速維持為 15μL/ml；於 16.5-17 分鐘時，沖提液為 100%乙腈，流速由 15μL/ml 以線性速度增加至 20μL/ml；於 17-40 分鐘時，沖提液為 100%乙腈，流速維持為 20μL/ml；以及其中該毛細管管柱為 C18 管柱，該紫外光/可見光光譜儀之偵測波長包括 202nm、225nm 或 275nm。
2. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該鄰苯二甲酸酯類包括鄰苯二甲酸二甲酯(dimethyl phthalate,DMP)、鄰苯二甲酸二乙酯(diethyl phthalate,DEP)、

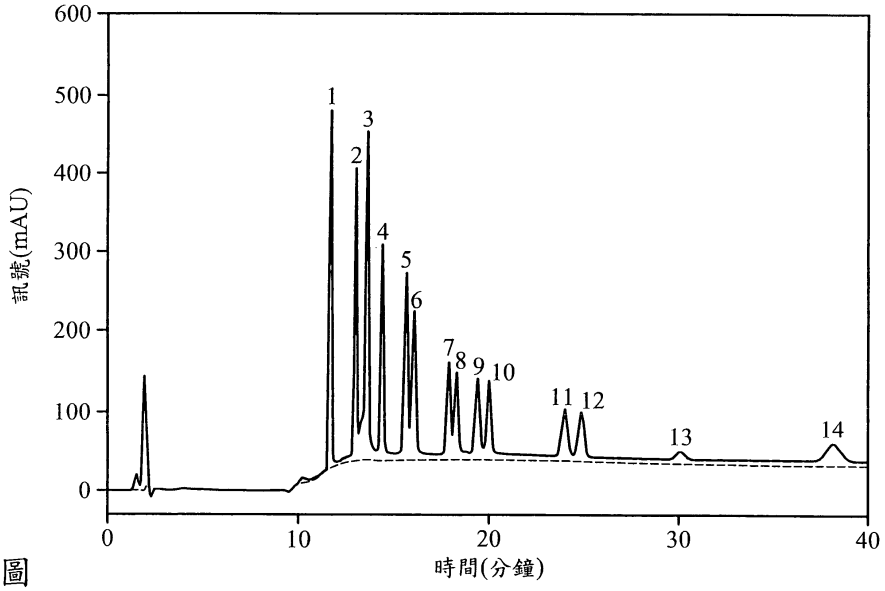
鄰苯二甲酸二烯丙酯(Diallyl phthalate,DAP)、鄰苯二甲酸二丙酯(di-n-propyl phthalate,DprP)、鄰苯二甲酸丁基苯甲酯(butyl benzyl phthalate,BBP)、鄰苯二甲酸二正丁酯(di-n-butyl phthalate,DBP)、鄰苯二甲酸正戊酯(di-n-pentyl phthalate,DPP)、鄰苯二甲酸二環己酯(dicyclohexyl phthalate,DCHP)、鄰苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯(Bis(4-methyl-2-pentyl)phthalate,BMPP)、鄰苯二甲酸二正己酯(di-n-hexyl phthalate,DnHP)、鄰苯二甲酸二(乙基己基)酯(di-(2-ethyl hexyl)phthalate,DEHP)或鄰苯二甲酸二辛酯(di-n-octyl phthalate,DOP)、鄰苯二甲酸雙十一酯(Diundecyl phthalate,DUP)。

3. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該液態樣品包括流動性液體樣品或半流動性液體樣品。
4. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分 析方法，其中該固態樣品包括塑膠製品。
5. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該毛細管液相層析儀中之一毛細管管柱之內徑為 0.05-1.0mm。
6. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該鄰苯二甲酸酯類於偵測波長 225nm 與 275nm 之偵測訊號的面積比例為(6-9)：1。
7. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為液相液相萃取(LLE)時，使用一萃取溶劑，該萃取溶劑包括甲苯(toluene)、乙酸乙酯(ethyl acetate)、己烷(hexane)、二氯甲烷(methylene chloride,CH_2Cl_2)或三氯甲烷(chloroform,$CHCl_3$)。
8. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為超音波輔助萃取(UAE)時，使用一萃取溶劑，其中該萃取溶劑包括甲苯(toluene)、乙酸乙酯(ethyl acetate)、己烷(hexane)、二氯甲烷(methylene chloride,CH_2Cl_2)或三氯甲烷(chloroform,$CHCl_3$)。
9. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為超音波輔助萃取(UAE)時，超音波輔助萃取之萃取溫度為 30℃-50℃。
10. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為超音波輔助萃取(UAE)時，超音波輔助萃取之萃取平衡時間為 5-20 分鐘。
11. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為微波輔助萃取(MAE)時，使 用一萃取溶劑，其中該萃取溶劑包括甲苯(toluene)、乙酸乙酯(ethyl acetate)、己烷(hexane)、二氯甲烷(methylene chloride,CH_2Cl_2)或三氯甲烷(chloroform,$CHCl_3$)。
12. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為微波輔助萃取(MAE)時，使用一微波，其中該微波之能量(microwave power)為 200-1100 瓦(W)。
13. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為微波輔助萃取(MAE)時，微波輔助萃取之萃取平衡時間為 3-9 分鐘。
14. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為分散液液微萃取(DLLME)時，使用一萃取溶劑，其中該萃取溶劑包括二氯甲烷(methylene chloride,CH_2Cl_2)、三氯甲烷(chloroform,$CHCl_3$)或四氯甲烷(tetrachloromethane,CCl_4)。
15. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為分散液液微萃取(DLLME)時，使用一分散溶劑，其中該分散溶劑包括乙腈(acetonitrile)、丙酮(acetone)、甲醇(methanol)或乙醇(ethanol)。

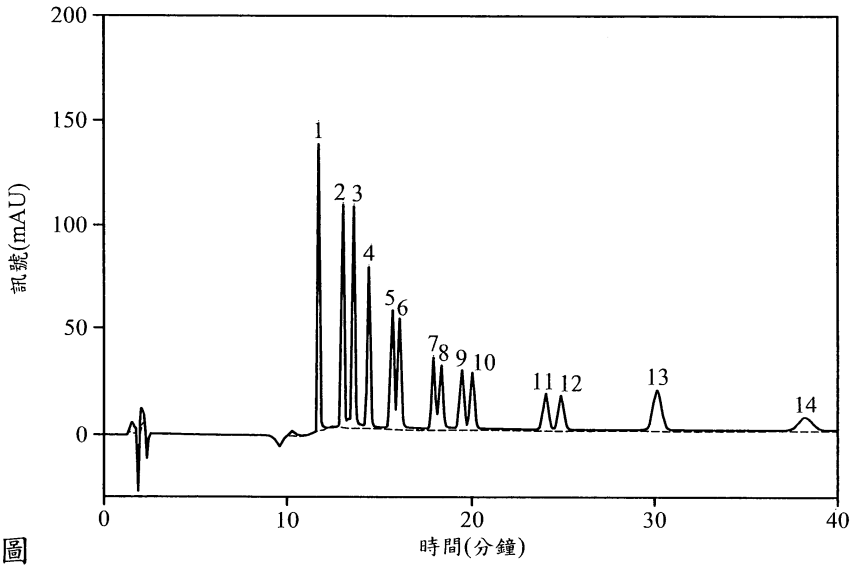
16. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為冷凝分散液液微萃取(DLLME-SFO)時，使用一萃取溶劑，其中該萃取溶劑包括十一烷醇(undecanol)、1-十二烷醇(1-dodecanol)、2-十二烷醇(2-dodecanol)、正十六烷(n-hexadecane)、1-溴十六烷 (1-bromohexadecane)、1,10-二氯癸烷(1,10-dichlorodecane)或 1-氯十八烷(1-chlorooctadecane)。
17. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為冷凝分散液液微萃取(DLLME-SFO)時，使用一分散溶劑，其中該分散溶劑包括乙腈(acetonitrile)、丙酮(acetone)、甲醇(methanol)或乙醇(ethanol)。
18. 如申請專利範圍第 1 項所述之鄰苯二甲酸酯類之分析方法，其中該前處理方法為霧點萃取(cloud point extraction,CPE)時，使用一界面活性劑，其中該界面活性劑包括 Triton X-100、Triton X-114、Genapol X-080。

圖式簡單說明

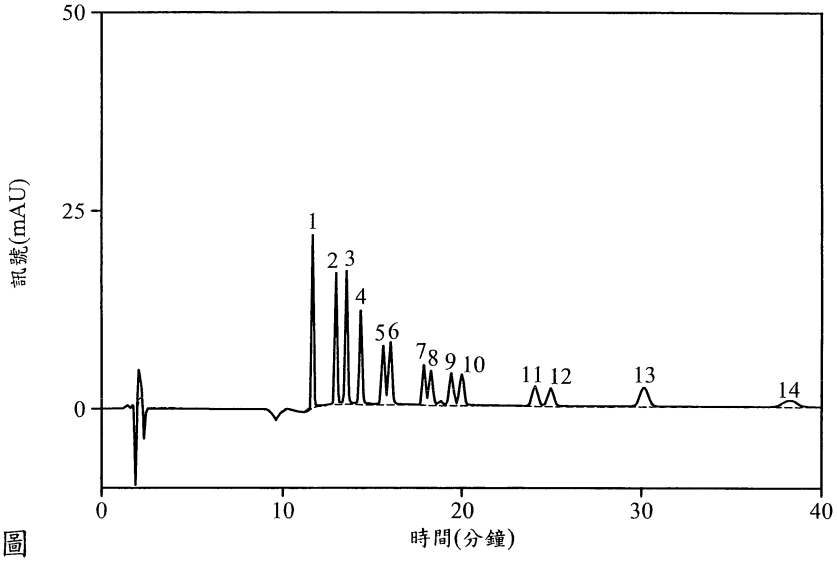
第 1-3 圖為一系列層析圖，用以說明用本發明毛細管液相層析儀搭配紫外光/可見光光譜儀分析 13 種鄰苯二甲酸酯類之訊號。



第 1 圖



第 2 圖



第 3 圖