

## ポリ塩化ビニリデンを主成分とする 合成樹脂中の塩化ビニリデンの分析

Analysis of Vinylidene Chloride in Polyvinylidene Chloride Plastics by GC

食の安全・安心に関する関心の高さから、食品包装材料に残留する有機溶剤類が注目されています。

「食品衛生法-食品、添加物等の規格基準 第3器具および容器包装」には、食品包装材料の材質ごとに規格や基準が定められ、試験方法が示されています。

ポリ塩化ビニリデンは透明で、耐水性、耐薬品性、ガスバリア性に優れ、耐熱温度も140～170℃と高いのが特長で、家庭用のラップフィルムのほか、食品充填後に高温加熱処理する包装用フィルムとしても使用されています。

### 分析方法

Analysis Method

塩化ビニリデン試験法は、ポリ塩化ビニリデン中に存在する塩化ビニリデンをヘッドスペース法を用いてGC/FIDにて測定する試験法です。

前処理法は「食品衛生法-食品、添加物等の規格基準 第3器具および容器包装」に準じました。試料には市販のポリ塩化ビニリデンを主成分とする合成樹脂製の家庭用ラップフィルムを用いました。

カラムには、ポラスポリマー系PLOT (porous layer open tubular) カラムであるCP-PoraBOND Qを用いました。キャリアガスは、塩化ビニリデンが約9分で溶出する流速に設定しました。分析条件をTable 1に示しました。

分析手順の概要を以下に示しました。

#### 試験溶液の作製

細切した試料を0.5 g量りとり、ヘッドスペースバイアルに入れます。次いで、N, N-ジメチルアセトアミド2.5 mLを加えて密栓し、試料溶液とします。

塩化ビニリデンは、ポリ塩化ビニリデンの原料モノマーで、長期間の経口暴露で肝臓や腎臓に影響を及ぼすと言われています。塩化ビニリデンの未反応体が製品中に残存することがあるため、食品衛生法では個別規格として、ポリ塩化ビニリデンの材質試験を設定しています。

本アプリケーションニュースでは、ポリ塩化ビニリデンを主成分とする合成樹脂中の塩化ビニリデンの分析例についてご紹介します。

M. Asakawa

#### 標準溶液の作製

塩化ビニリデン標準溶液 (60 µg/mL) 50 µLをN, N-ジメチルアセトアミド2.5 mLを入れたバイアルに加えて密封します。これを標準溶液とします。

#### 測定

試験溶液及び標準溶液を密封したバイアルを90℃で1時間加熱し、それぞれの気相0.5 mLをガスクロマトグラフに導入し測定します。ガスクロマトグラフのカラムには、スチレン・ジニルベンゼン系多孔性樹脂を3 µmの厚さでコーティングしたものを、GC/FIDで分析します。

#### 判定

試験溶液のピークと塩化ビニリデン標準溶液のピークの検出時間を比較し、一致する場合には両者のピーク面積を比較します。試験溶液の塩化ビニリデンのピーク面積が、塩化ビニリデン標準溶液のピーク面積より大きくないこと (材質中に6 µg/g以下) を確認します。

## 標準溶液および試験溶液の分析

Analysis of Standard Solution and Sample Solution

塩化ビニリデン標準溶液および市販のポリ塩化ビニリデンを主成分とする合成樹脂製の家庭用ラップフィルムを用いて得られた試験溶液のクロマトグラムをFig. 1に示しました。

塩化ビニリデンは、試験溶液のクロマトグラムにおいて、標準試料のピーク面積より小さく、基準値を下回っている事が確認されました。

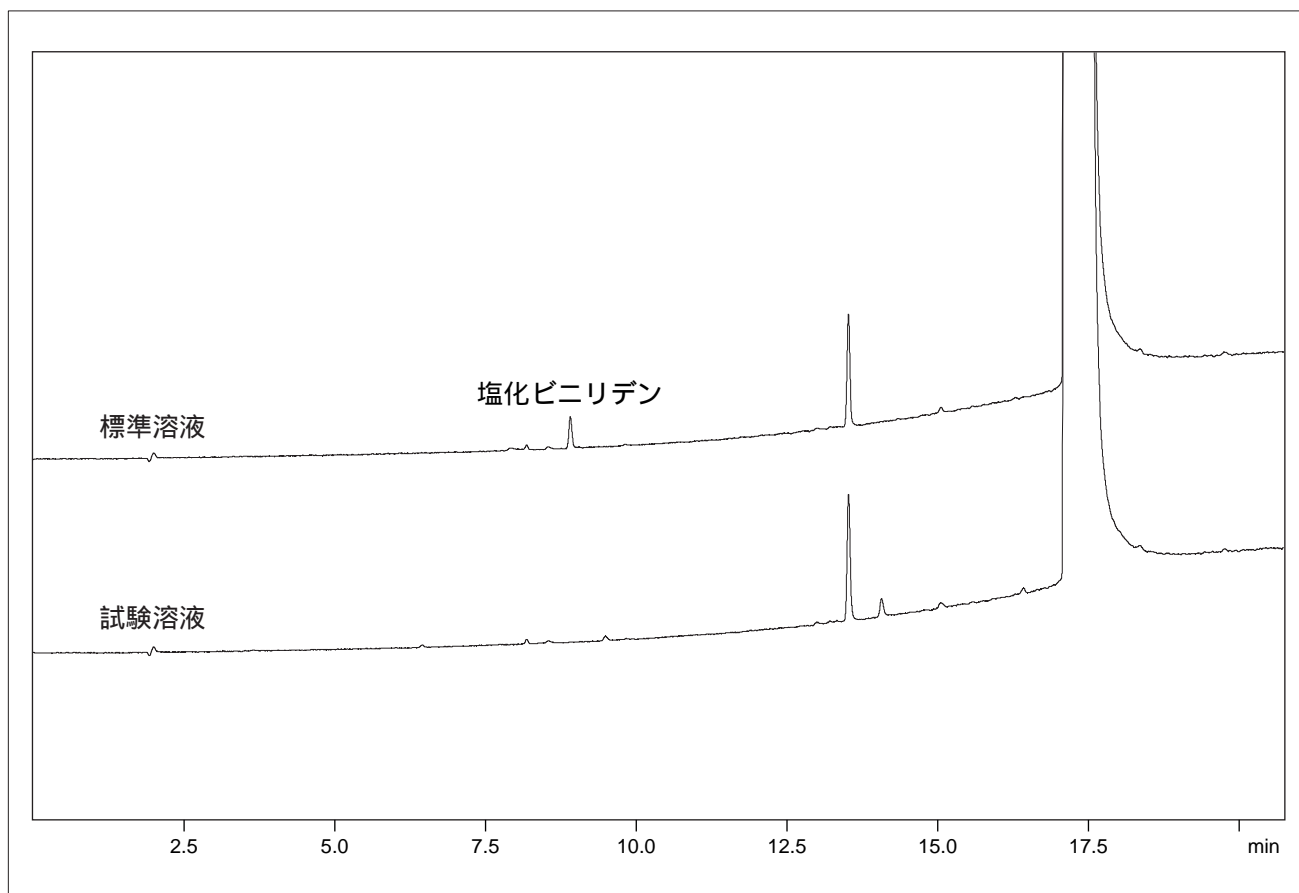


Fig. 1 塩化ビニリデン標準試料と未知試料のクロマトグラム  
Chromatograms of Standard Solution and Sample Solution

Table 1 分析条件例  
Analytical Conditions

Model	: TurboMatrix HS-40 + GC-2010PlusAF
Column	: CP-PoraBOND Q FUSED SILICA (25 m × 0.25 mm I.D. df = 3 μm)
Column Temp.	: 80 °C (1 min)-10 °C/min-250 °C (10min)
Injection Temp.	: 200 °C
Carrier Gas	: He 30 cm/sec
Detector	: FID
Detector Temp.	: 250 °C
Injection Volume	: 0.5 mL
Sample Thermostatting	: 90 °C, 60 min

### [参考文献]

平成18年3月31日厚生労働省告示第201号  
食品衛生法 - 食品、添加物等の規格基準 第3器具および容器包装

A 改訂版発行: 2013年7月

初版発行: 2010年7月

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター ☎ 0120-131691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。