

ポリカーボネートを主成分とする合成樹脂中のトリエチルアミンおよびトリブチルアミンの分析

Analysis of Triethylamine and Tributylamine in Polycarbonate 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。

ポリカーボネートは機械的強度、特に耐衝撃性にすぐれ、透明で耐熱性がある合成樹脂で、主に哺乳瓶、食器、箸、マグカップ、コーヒードリッパーなど様々な器具に使用されています。

ポリカーボネートは、個別規格としてビスフェノールA（フェノールおよび*p-tert*-ブチルフェノールを含む）、ジフェニルカーボネート、アミン類（トリエチルアミンおよびトリブチルアミン）の材質試験、ならびにビスフェノールAおよび蒸発残留物の溶出試験が設定されています。

本アプリケーションニュースでは、ポリカーボネートを主成分とする合成樹脂中のアミン類（トリエチルアミンおよびトリブチルアミン）の分析例についてご紹介します。

M. Asakawa

■トリエチルアミンおよびトリブチルアミン試験法の概要

Outline of Triethylamine and Tributylamine Analysis in Polycarbonate Plastics

この試験法は、ポリカーボネートを溶解して、その中に存在するトリエチルアミンおよびトリブチルアミンを抽出し、GC-FTDにより測定します。材質試験では、試

料中のトリエチルアミンおよびトリブチルアミンの含量の合計が1 μg/g以下であることを確認します。

■前処理方法

Preparation of Sample

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カーボネート製のニンニク粉碎器を用いました。

試料約1gを精密に量り、200 mLの三角フラスコに入れ、ジクロロメタン20 mLを加えました。試料が溶解した後、よくかき混ぜながらアセトン100 mLを滴加し、毎分3000回転で約10分遠心分離を行いました。上澄液を減圧濃縮器を用いて約1 mLに濃縮した後、ジクロロメタンを加えて2 mLとし、これを試験溶液としました。前処理方法のフローチャートをFig. 1に示します。

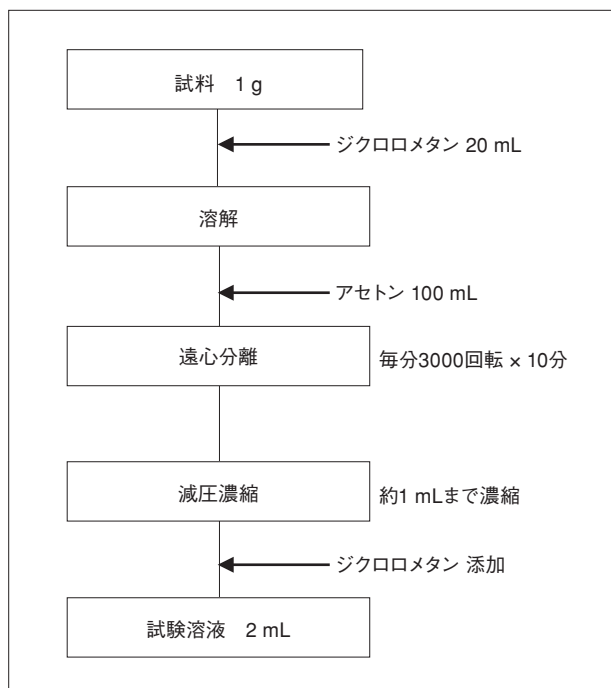


Fig. 1 ポリカーボネートを主成分とする合成樹脂の前処理方法（アミン類の分析）
Preparation of Polycarbonate Plastics Sample (Analysis of Amines)

■ 検量線の作成

Calibration Curves

100 mLのメスフラスコにトリエチルアミンおよびトリブチルアミンそれぞれ10 mgを精密に量り、ジクロロメタンを加えて100 mLとしました。この溶液4 mLを100 mLのメスフラスコに採り、ジクロロメタンを加えて100 mLとしました。この溶液1, 2, 3, 4および5 mLを採り、それぞれ20 mLのメスフラスコに入れ、ジクロロメタンを加えて20 mLとし、これを標準溶液としました (0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。この標準溶液1 μL をGCに導入し、得られたトリエチルアミンおよびトリブチルアミンのピーク面積より検量線を作成しました。

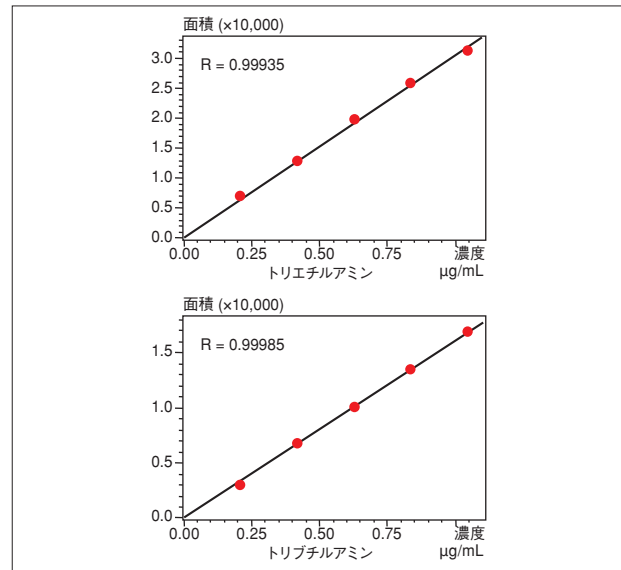


Fig. 2 トリエチルアミンおよびトリブチルアミンの検量線
Calibration Curve of Triethylamine and Tributylamine
(0.2~1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

■ 標準溶液および試験溶液の分析

Analysis of Standard Solution and Sample Solution

トリエチルアミン、トリブチルアミン標準溶液 (0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$) および市販のポリカーボネート製ニンニク粉碎器を処理して得られた試験溶液のクロマトグラムをFig. 3に示しました。

試験溶液のクロマトグラムにおいて、トリエチルアミンが検出されましたが、材料中の含量は、基準値の3分の1以下であることが確認されました。

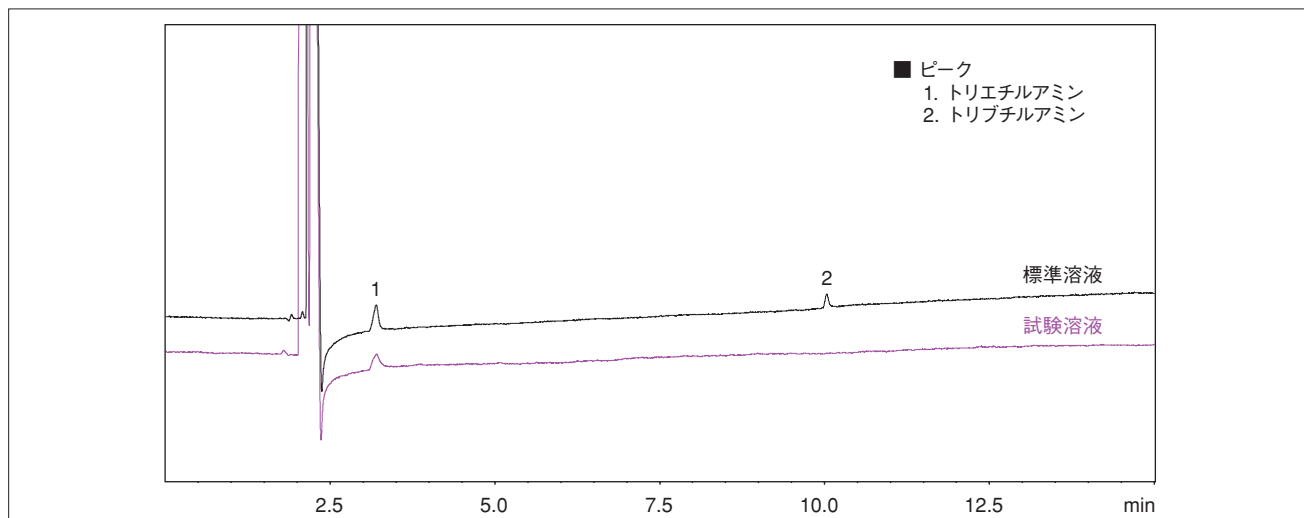


Fig. 3 トリエチルアミンおよびトリブチルアミンの標準溶液 (各0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$) と試験溶液のクロマトグラム
Chromatograms of Standard Solution (Triethylamine, Tributylamine 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ each) and Sample Solution

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Instrument	: GC-2010 Plus AF + FTD-2010 Plus	Detector	: FTD
Column	: Rtx-1 (30 m \times 0.32 mm I.D. df = 5 μm)	Detector Temp.	: 250 $^{\circ}\text{C}$
Column Temp.	: 150 $^{\circ}\text{C}$ (5 min) - 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ - 250 $^{\circ}\text{C}$ (5 min)	Injection Method	: Split 1:15
Injection Temp.	: 200 $^{\circ}\text{C}$	Injection Volume	: 1.0 μL
Carrier Gas	: He 32.5 cm / sec (Constant Linear Velocity Mode)		

注) 試料溶媒にジクロロメタンを用いたときのアルカリソースの消耗は、他の溶媒使用時よりも若干早くなります。詳細は付属の取扱説明書をご参照ください。

[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

初版発行：2010年10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 (携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号 (075) 813-1691

※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。