

食品用金属缶から溶出する塩化ビニルの分析

Analysis of Vinyl Chloride Dissolved from Metal Food Cans by GC

食の安全・安心に関する関心の高さから、食品包装材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。

食品用金属缶については、食品と直接接する部分を合成樹脂で塗装されているものが多く、塗料の原材料には、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリ塩化ビニル等が用いられています。

内部塗装された金属缶については、個別規格として、フェノール、ホルムアルデヒド、蒸発残留物、エピクロロヒドリン、塩化ビニルの試験法が設定されており、規格は全て溶出試験によって行います。

本アプリケーションニュースでは、合成樹脂により内部塗装された金属缶から溶出する塩化ビニルの分析例についてご紹介します。

M. Asakawa

■塩化ビニル試験法の概要

Overview of Vinyl Chloride Analysis Method

この試験法は、5℃以下に冷却したエタノールを浸出溶液として金属缶から溶出する塩化ビニルをヘッドスペースGC-FID法により測定します。

内容物が液体状、ゲル状または容器包装の内面にほとんど接触する固形食品で、食品と直接接する部分に合成樹脂を用いた金属缶が測定の対象となりますが、除菌、殺菌または滅菌され、長期間保存することを目的として製造され

る缶は、内容食品の種類に関わらず対象となります。(乾燥食品または内面への接触が少ない固形食品で、油脂及び脂肪性食品以外の食品を内容とする缶は対象とはなりません。)

溶出試験では、エタノールを用いて溶出した試験溶液中の塩化ビニルのピーク面積値が塩化ビニル標準溶液(0.05 µg/mL)のピーク面積値よりも大きくないことを確認します。

■分析方法

Analytical Method

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。

①試験溶液の調製

試料は、市販の食品用金属缶を用いました。試料を5℃以下に冷却したエタノールで満たし、5℃以下に保ちながら24時間溶出させ、得られた溶出液を試験溶液としました。試験溶液10 mLをヘッドスペースバイアルに入れ、直ちに密封しました。

②標準溶液の調製

メタノール・ドライアイスで冷却した塩化ビニル標準溶液(10 µg/mL) 50 µLをあらかじめエタノール10 mLを入れたヘッドスペースバイアルに加え、直ちに密封しました。

③測定

試験溶液および標準溶液を密封したバイアルを50℃で30分加熱し、それぞれのヘッドスペースをガスクロマトグラフに導入し、測定しました。カラムには、CP-PoraBOND Qを用いました。また、キャリアガスは塩化ビニルが約5分で溶出する流速に調整しました。カラム内径が0.25mmのため、スプリット注入法にて測定しました。スプリット比は、ピーク形状や感度に影響するため、最適化が必要です。

前処理方法のフローチャートをFig. 1に、分析条件をTable 1に示しました。

④判定

試験溶液のピークと塩化ビニル標準溶液のピークの溶出時間を比較し、一致する場合には両者のピーク面積値を比較します。試験溶液の塩化ビニルのピーク面積値が塩化ビニル標準溶液のピーク面積値より大きくないことを確認します。(塩化ビニル0.05 µg/mL以下)

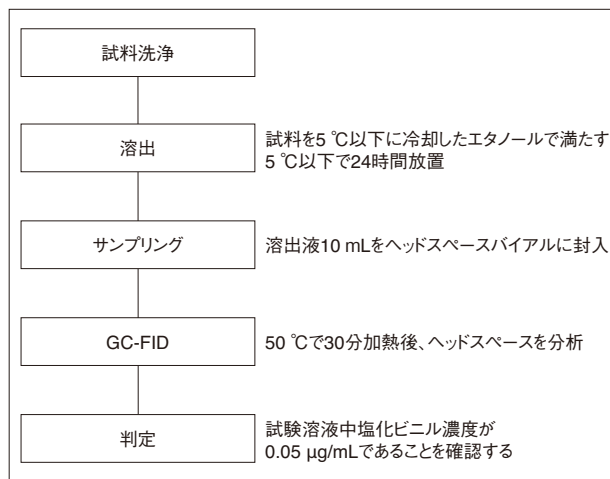


Fig. 1 食品用金属缶の前処理方法
Preparation of Metal Food Can

■標準溶液および試験溶液の分析

Analysis of Standard Solution and Test Solution

塩化ビニル標準溶液及び市販の食品用金属缶を用いて得られた試験溶液のクロマトグラムをFig. 2に示しました。試験溶液からは、塩化ビニルは検出されませんでした。

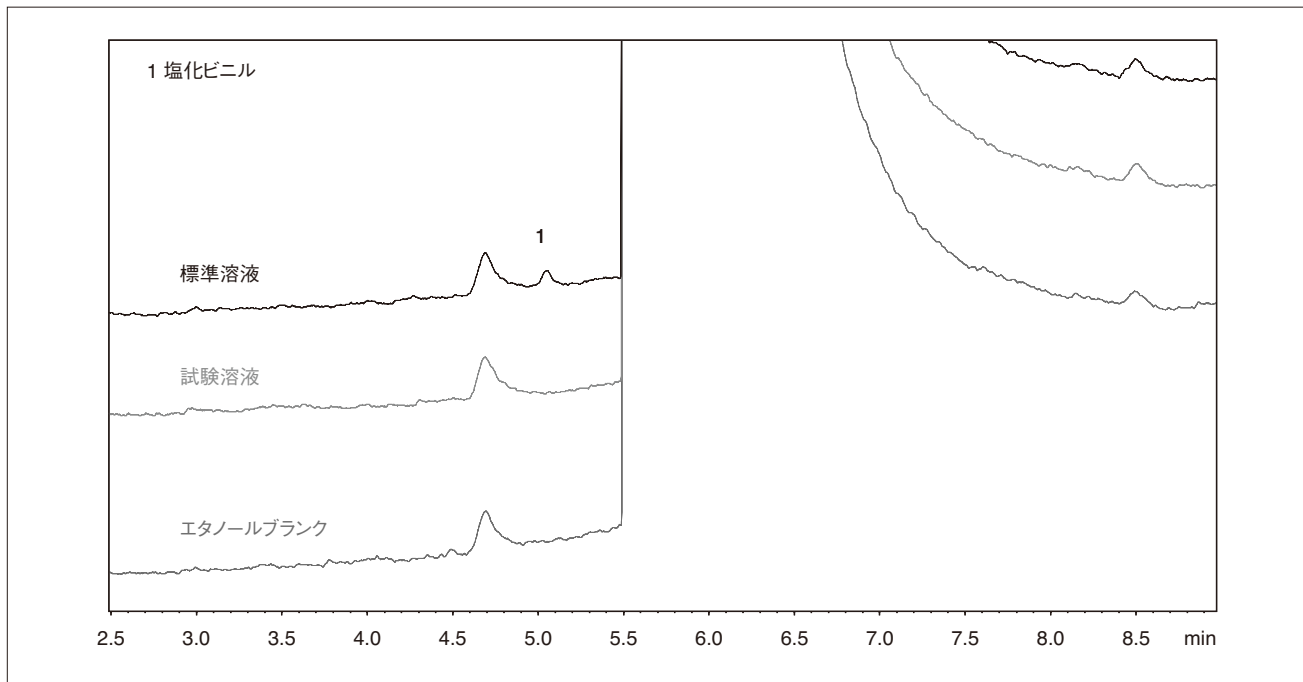


Fig. 2 塩化ビニル標準試料と試験溶液のクロマトグラム
Chromatograms of Standard Solution and Test Solution

Table 1 分析条件例
Analytical Conditions

Model	: TurboMatrix HS-40 + GC-2010 Plus AF ¹⁾
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 (10 min)
Injection Temp.	: 200 °C
Carrier Gas	: He 83.5 kPa (0.95 mL/min at 80 °C)
Detector	: FID ²⁾
Detector Temp.	: 250 °C
Injection Volume	: 0.5 mL (Injection Time: 0.2 min, Split 1:2.6)
Sample Thermostatting	: 50 °C, 30 min

- 1) HS-40 のトランスファーラインには、内径 0.18 mm のオープンチューブを使用しました。
- 2) 本試験は、微量分析のため、高純度 Air を使用して測定しました。
感度は装置のコンディションやユーティリティに影響を受けることがあります。

[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：2011年4月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津コールセンター

☎0120-131691
TEL: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。

3100-04101-570-1K
2011.4