

バックフラッシュ GC システムによる ABS 樹脂中アクリロニトリルの迅速分析

Fast Analysis of Acrylonitrile in ABS Polymer by Backflush GC System

食の安全，安心にかかわる問題として，食品包装材に残留する有機溶剤が注目されています。食品の容器，包装材については，材質試験，溶出試験など食品衛生法に規格基準が示されていますが，近年では安全，安心に対する関心度の高さから，規格基準に定められた化合物以外の成分についても分析されています。その一例として，米国食品医薬品局（FDA）や欧州共同体（EU）で発ガン性物質として規制されているアクリロニトリルの測定が挙げられます。

アクリロニトリルの測定には，水素炎イオン化検出器（FID）と熱イオン化検出器（FTD）が用いられますが，材料である樹脂からの抽出液には高沸点成分を多く含むため，これら高沸点成分をカラムから追い出す時間が必

要となり，分析時間が長くなります。

またFTDの場合，使用溶媒によっては検出器の安定性低下や劣化も懸念されます。

バックフラッシュGCシステムは，対象成分がカラムから溶出した後，キャリアガスの流れを逆流させ，高沸点成分をスプリットベントから排出させるシステムです。バックフラッシュされた高沸点成分はカラムから除去されるため，カラムの保護や検出器の汚染を防ぐとともに，大幅な分析時間の短縮が期待できます。

本アプリケーションニュースでは，バックフラッシュGCシステムによるアクリロニトリルの迅速分析についてご紹介します。

M. Asakawa

バックフラッシュGCシステム

Backflush GC System

バックフラッシュGCシステムは，分離カラム出口に専用の素子を接続し，アドバンスドプレッシャーコントローラー（APC）を用いてカラム出口の圧力を制御することが可能です。

バックフラッシュを行う際は，分析対象成分が検出された後にバックフラッシュ素子の圧力を上げ，同時に試料注入口の圧力を下げることで通常分析時の圧力勾配を逆転させます。その結果，キャリアガスが逆流して不要な夾雑成分は注入口スプリットベントから排出されるため，分析時間短縮やカラム保護，検出器汚染防止が期待できます。

分析方法（ABS樹脂試料の前処理方法）

Analysis Method

前処理方法は「食品衛生検査指針理化学編2005」に準拠しました。

市販のABS樹脂製スプーンを約5 mm角に細切し，N,N-ジメチルホルムアミドで溶解させて試験溶液を作製しました。このブランク試験溶液にアクリロニトリル標準試料を添加し，標準添加試料としました。

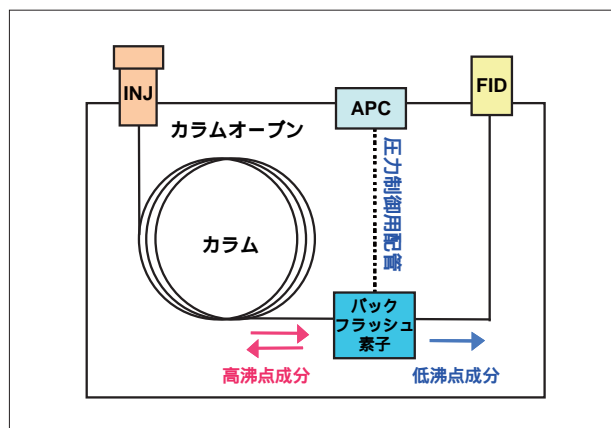


Fig.1 バックフラッシュGCシステム
Backflush GC System

カラムにRtx-WAX (30 m 0.25 mm I.D. 0.25 μ m)を使用し，GC/FID，GC/FTDにて標準添加試料を分析しました。

前処理方法の流れ図をFig.2，分析条件をTable 1に示しました。

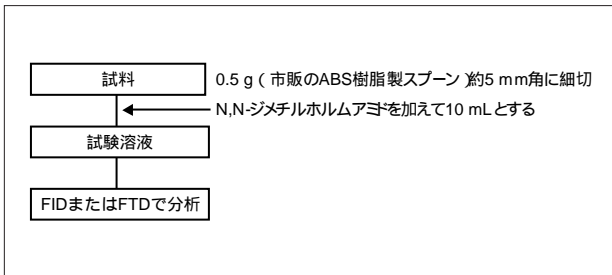


Fig.2 ABS樹脂試料の前処置方法
Preparation of ABS Polymer Sample
(食品衛生検査指針理化学編2005に準拠)

Table 1 分析条件例
Analytical Conditions

Column	: Rtx-WAX (30 m × 0.25 mm I.D. df=0.25 μm)
Column Temp.	: 50 °C (1.0 min)-10 °C/min-78 °C-20 °C/min-250 °C
Injection Temp.	: 250 °C
Carrier Gas	: He
Injection Method	: Split 1:20
Injection Pressure	: 146.2 kPa (3.8 min) -(- 400) kPa/min-20 kPa (8.28 min)
APC Pressure	: 50 kPa (3.8 min) - 400 kPa/min-300 kPa (7.97 min)
Injection Volume	: 1.0 μL
Detector	: FID or FTD
Detector Temp.	: 250 °C

アクリロニトリル標準添加試料の分析

Analysis of Preparation Sample Spiked with Acrylonitrile Standard

アクリロニトリル80 ppm相当を添加した標準添加試料のクロマトグラムをFig.3に示します。バックフラッシュを使用しない場合は、夾雑成分の追い出しのためカラム温度250 °Cで約55分の時間を要し、総分析時間は60分となっています。

アクリロニトリル溶出後の3.8分から4.6分間バックフラッシュを行い、溶媒および高沸点成分を除去することで、60分であった分析時間は不要成分の溶出時間も含めて12.4分と大幅な短縮が可能でした。バックフラッシュ時のGC分析条件をTable 1に示します。

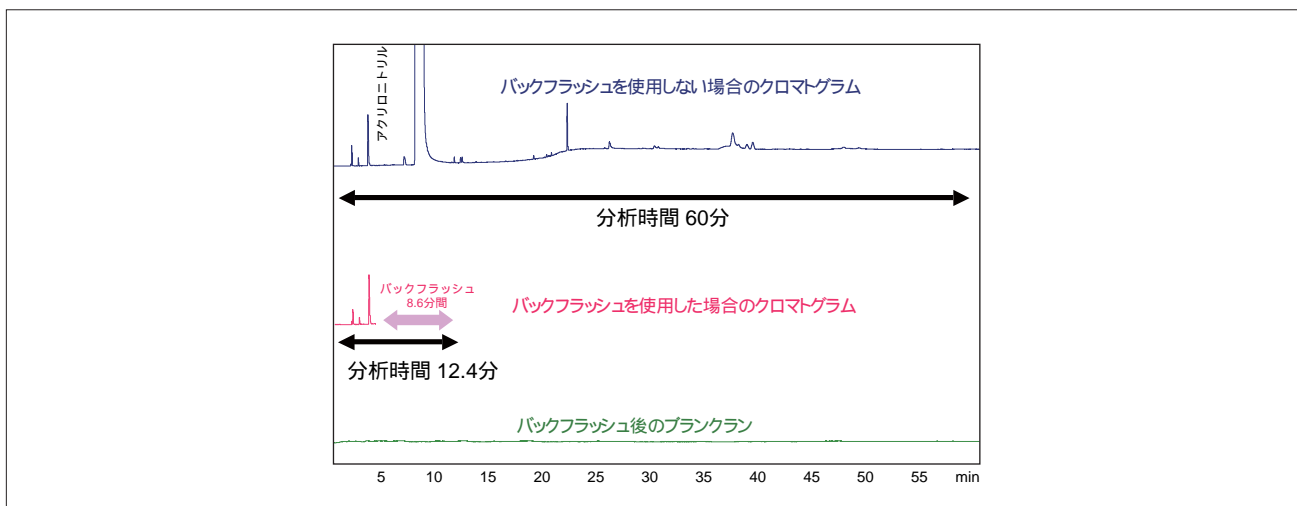


Fig.3 GC/FIDによる分析クロマトグラム(アクリロニトリル80 ppm標準添加試料)
GC/FID Chromatograms of Sample Spiked with 80ppm Acrylonitrile

検出器にFTDを用い、バックフラッシュを使用して分析したアクリロニトリル8 ppm添加試料溶液のクロマトグラムをFig.4に示します。FTDは含窒素化合物に対して高選択性、高感度を示す検出器ですが、含窒素系溶媒を導入した場合は検出器の安定性が低下する恐れがあります。溶媒として使用したN,N-ジメチルホルムアミドをバックフラッシュすることにより、分析時間短縮と同時に、検出器の安定性低下を未然に防ぐことが可能です。

またバックフラッシュ後のブランク分析では、ピークが検出されていないことから、バックフラッシュにより不要成分を除去できたことが判ります。

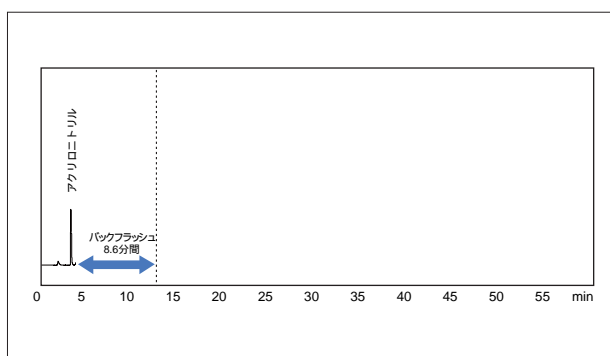


Fig.4 GC/FTDによる分析クロマトグラム(アクリロニトリル8 ppm標準添加試料)
GC/FTD Chromatogram of Sample Spiked with 8ppm Acrylonitrile

[参考文献]

厚生労働省監修, 食品衛生検査指針理化学編2005, 日本食品衛生協会

初版発行: 2009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(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。