

ポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂中の塩化ビニルの分析

Analysis of Vinyl Chloride in Polyvinyl 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。

ポリ塩化ビニルは、透明で非晶性のプラスチックで、可塑剤と混ざりやすく配合比によって柔軟性の異なる材質を得ることができることから、食品容器やラップフィルム、手袋など様々な用途で使用されています。塩化ビ

ニルはポリ塩化ビニルの原材料モノマーであり、ポリ塩化ビニルの熱分解によっても生成します。また、発ガン性を有すると報告されており、材質試験により材質中の塩化ビニル濃度が規制されています。

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

M. Asakawa

分析方法

Analysis Method

塩化ビニル試験法は、ポリ塩化ビニルに存在する原料モノマーである塩化ビニル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ル製の手袋を用い、試料中の塩化ビニルを分析しました。

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、塩化ビニルが約5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。

(溶解が困難な試料にあっては、密封後常温で時々振り混ぜて一晩放置します。)

標準溶液の作製

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を採り、あらかじめ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直ちに密封します。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を用い、GC/FIDで分析します。

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ルのピーク面積が、塩化ビニル標準溶液のピーク面積より大きくないこと (材質中に1 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

塩化ビニル標準溶液および市販のポリ塩化ビニルを主成分とする合成樹脂製の手袋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。

塩化ビニルは、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。

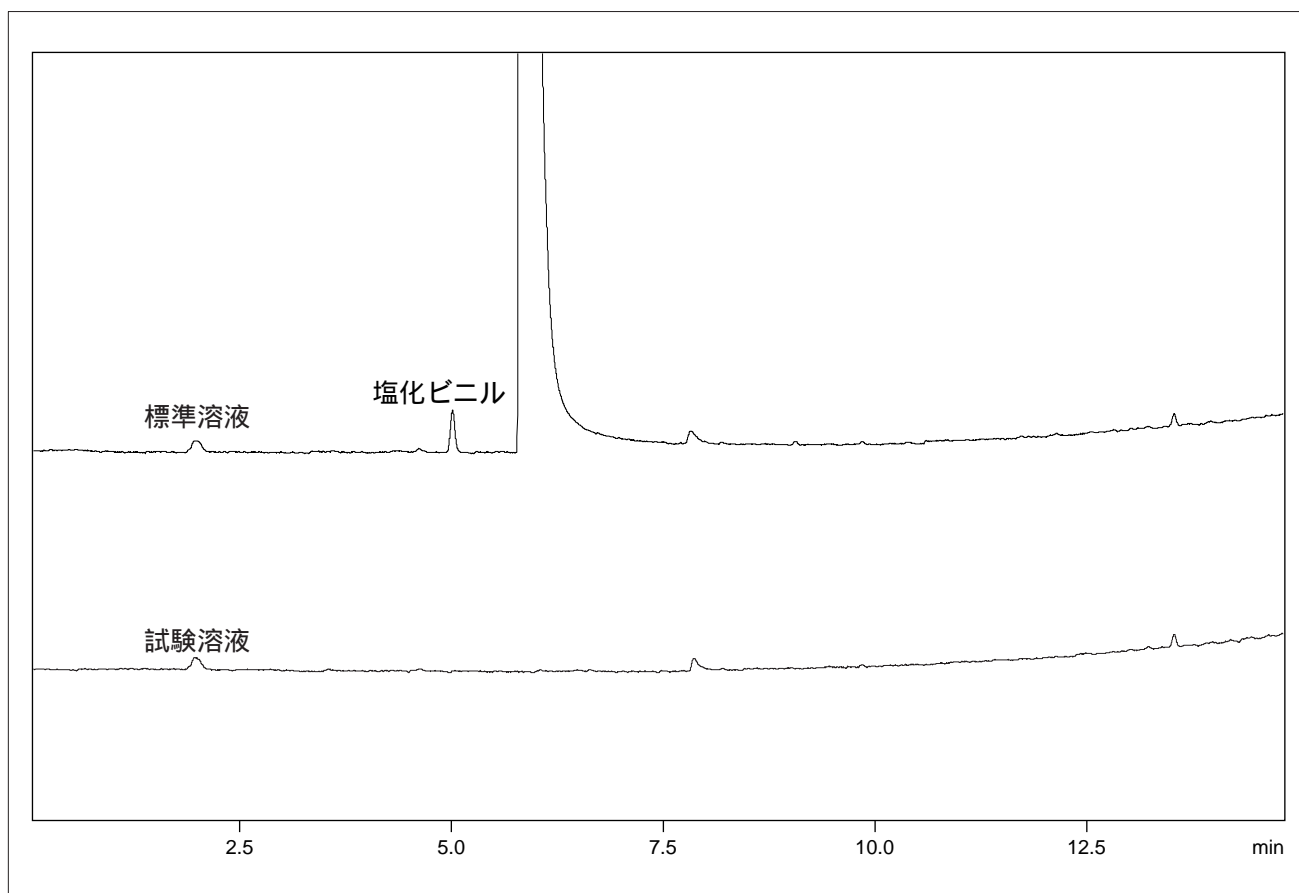


Fig. 1 塩化ビニル標準試料と試験溶液のクロマトグラム
Chromatograms of Standard Solution and Sample Solution

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 28.7 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

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(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。