

バックフラッシュGCシステムによる ポリスチレン樹脂中揮発性物質の迅速分析

Fast Analysis of VOCs in PS 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類が注目されています。GCアプリケーションニュースG264では、その一例としてバックフラッシュGCシステムを用いたABS樹脂中アクリロニトリルの迅速分析についてご紹介しました。

本アプリケーションニュースでは、同じく食品包装材に残留する有機溶剤類として挙げられるポリスチレン樹脂中揮発性物質のバックフラッシュGCシステムを用いた迅速分析例についてご紹介します。

M. Asakawa

ポリスチレン樹脂中揮発性物質の分析の概要

Outline of VOCs Analysis in PS Polymer

食品容器や調理器具に使用される一般ポリスチレン（PS）樹脂には、原材料由来で未反応のモノマーや不純物が含まれています。それらのうち、含量が多いと食品の品質や健康に影響を与える恐れがあるとして「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」では、材料中の5種類の揮発性物質 [スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン、n-プロピルベンゼン] の含量が規制されています。

ポリスチレン樹脂中の揮発性物質試験では、

- ・ スチレン、トルエン、エチルベンゼン、イソプロピルベンゼン、n-プロピルベンゼンの含量合計が 5 mg/g以下でなければならない
- ・ ただし、発砲ポリスチレン（熱湯を用いるもの）については、各成分の含量合計が2 mg/g以下であり、かつ、スチレン及びエチルベンゼンの含量がそれぞれ1 mg/g以下でなければならないとしています。

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、専用素子に分離カラム出口を接続し、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と圧力勾配を逆転させ、キャリアガスを逆流させて不要な夾雑成分を注入口スプリットベントから排出します。バックフラッシュにより、分析時間短縮やカラム保護、検出器汚染防止等の効果が期待できます。

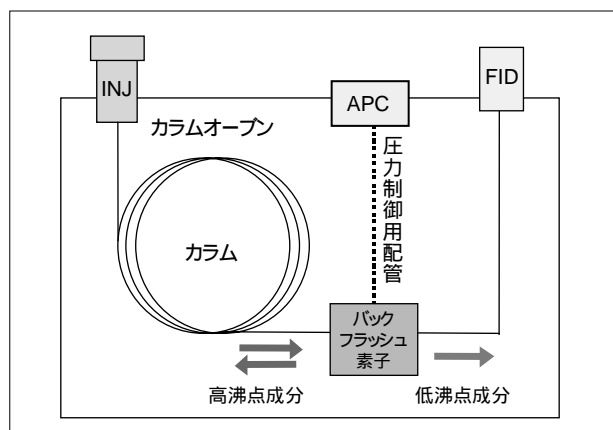


Fig. 1 バックフラッシュGCシステム
Backflush GC System

分析方法（ポリスチレン樹脂試料の前処理方法）

Analysis Method

前処理方法は「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。

試料溶液は、市販のポリスチレン樹脂製スプーン0.5 gを20 mLメスフラスコにはかり取り、テトラヒドロフラン（THF）を適当量加えて溶解させた後、内部標準溶液で

ある [ジエチルベンゼン1 μ L/mL試液（THF溶媒）] を1 mL添加し、更にTHFを加えて20 mL定容としました。

カラムにRESTEK社製のRtx-Wax（内径0.25 mm、長さ30 m、膜厚0.5 μ m）を使用し、GC/FIDにて分析しました。前処理方法のフローチャートをFig. 2に示しました。

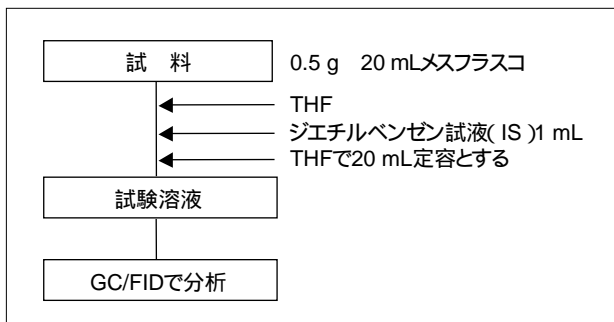


Fig. 2 ポリスチレン樹脂試料の前処置方法
Preparation of PS Polymer Sample

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Rtx-Wax (30 m × 0.25 mmI.D. df=0.5 μm)
Column Temp.	: 60 °C - 4 °C/min - 100 °C - 10 °C/min - 120 °C - 20 °C/min - 250 °C
Injection Temp.	: 220 °C
Carrier Gas	: He
Injection Method	: Split 1 : 30
Injection Pressure	: 177 kPa (12 min) - -400 kPa/min - 20 kPa (7.61 min) 50 kPa (12 min) - 400 kPa/min - 300 kPa (7.37 min)
Injection Volume	: 1.0 μL
Detector	: FID
Detector Temp.	: 280 °C

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

標準溶液は、内部標準溶液であるジエチルベンゼン試液 (1 μL/mL) を加えて調製しました。

各成分25 μg/mL標準溶液のクロマトグラムをFig. 3に示しました。

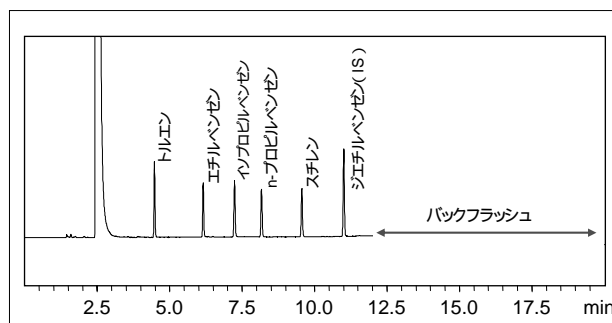


Fig. 3 標準試料のクロマトグラム
Chromatogram of Standard Solution

試料溶液の分析

Analysis of Sample Solution

市販のポリスチレン樹脂製スプーンを用いて調製した試料溶液のクロマトグラムをFig. 4に、分析条件をTable 1に示します。

バックフラッシュを使用しない場合は、カラム温度250で約60分間夾雑成分の追い出しが必要で、総分析時間は80分となっています。

対象成分溶出後の12分からバックフラッシュを開始し、高沸点の夾雑成分を除去することで、80分の分析時間は不要成分溶出時間も含めて20分と大幅な短縮が可能でした。またバックフラッシュ後のブランク分析で、何も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。

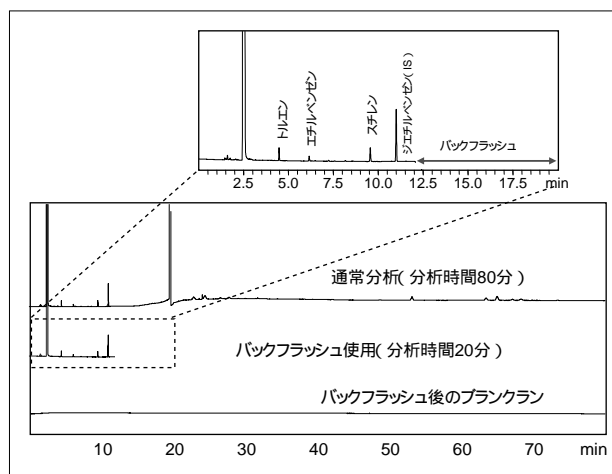


Fig. 4 試料溶液のクロマトグラム
Chromatograms of Sample Solution

[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：2010年3月
初版発行：2009年12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。