

食品容器包装の分析 - ポリスチレンの揮発性物質 -

Analysis of Volatile Compounds in Polystyrene

はじめに

Introduction

食品の容器包装には様々な材質が使われています。私達が消費する食品に使用されている容器包装の材質を、小売店等で販売されている商品の表示から確認すると、ポリエチレン (PE)、ポリプロピレン (PP)、ポリエチレンテレフタレート (PET)、ポリスチレン (PS) が多くを占めているようです。これらの材質には食品衛生法の規定に基づいた規格および基準が定められており、材質ごとに溶出試験の対象成分や試験方法などが示されています。

結果と考察

Result and Discussion

標準試料

標準試料の調製は食品衛生法に準じて行い、Styrene, Toluene, Ethylbenzene, Isopropylbenzene, および n-Propylbenzene の検量線用標準溶液 25 mg/L, 50 mg/L, 75 mg/L, 100 mg/L, 125 mg/L に、内部標準物質である 1,4-Diethylbenzene 溶液を添加して調製しました。

1,4-Diethylbenzene 溶液は 1,4-Diethylbenzene 1 mL を Tetrahydrofuran にて 100 mL に定容し、その 10 mL を採り、さらに Tetrahydrofuran にて 100 mL に定容しました。

分析条件は島津アプリケーションニュース No.G267 「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」を参照し、バックフラッシュGCシステムにより行いました。分析条件を Table 1 に示しました。試験方法には 1,4-Diethylbenzene を約 11 分に溶出させるという記載があり、本アプリケーションニュースと同一仕様のカラムを用いた場合においても、メーカーやロットの違い、そのカラムの使用状況による劣化度合いや、実際の長さによって約 11 分に溶出させるためのキャリアガスの圧力調整が必要です。

標準溶液 (25 mg/L) の分析結果を Fig. 1 に示しました。最上段に TIC クロマトグラムを示し、各成分ピークのマススペクトルを示しました。二段目以降に各成分に特徴的な m/z によるクロマトグラムを示し、ピークトップに成分名を記しました。各濃度溶液の分析から検量線を作成し、Fig. 2 に示しました。各成分とも良好な直線性を得ることができました。標準溶液 (25 mg/L) について $n = 5$ による繰り返し再現性を評価し、結果を Table 2 に示しました。各成分とも良好な再現性を得ることができました。

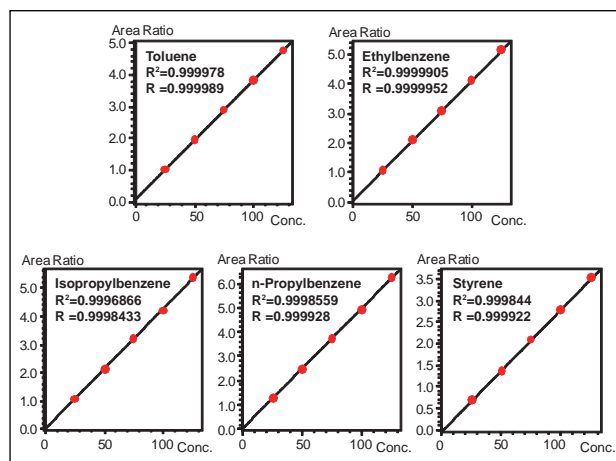


Fig. 2 揮発成分検量線
Calibration Curves of Volatile Compounds

ポリスチレンはカップめん容器や生鮮食品トレーなどで食品の包装容器として広く用いられており、材質試験では揮発性物質について基準値と試験方法が定められています。試験方法は GC/FID 法が定められていますが、本アプリケーションニュースでは GC/MS による分析を行い、揮発性物質の定量分析と実試料での不明ピークを定性分析した結果をご紹介します。

Y. Okamura

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Model	: GCMS-QP2010 Plus
-GC-	
Column	: Rtx-Wax (30 m × 0.25 mm I.D. df=0.5 μm)
Col. Temp.	: 60 °C-4 °C/min-100 °C-10 °C/min-120 °C-20 °C/min-250 °C
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Mode	: Constant Pressure Mode
Inj. Pressure	: 147.6 kPa (12 min)-(-400 kPa/min)-20 kPa (7.6 min)
APC Pressure	: 20 kPa (12 min)-400 kPa/min -200 kPa (7.5 min)
Inj. Temp.	: 220 °C
Injection Method	: Split Injection
Split Ratio	: 100 : 1
Injection Volume	: 1 μL
-MS-	
I.F. Temp.	: 230 °C
I.S. Temp.	: 230 °C
Ionization	: EI
Scan Range	: m/z 40-350
Scan Interval	: 0.3 sec.

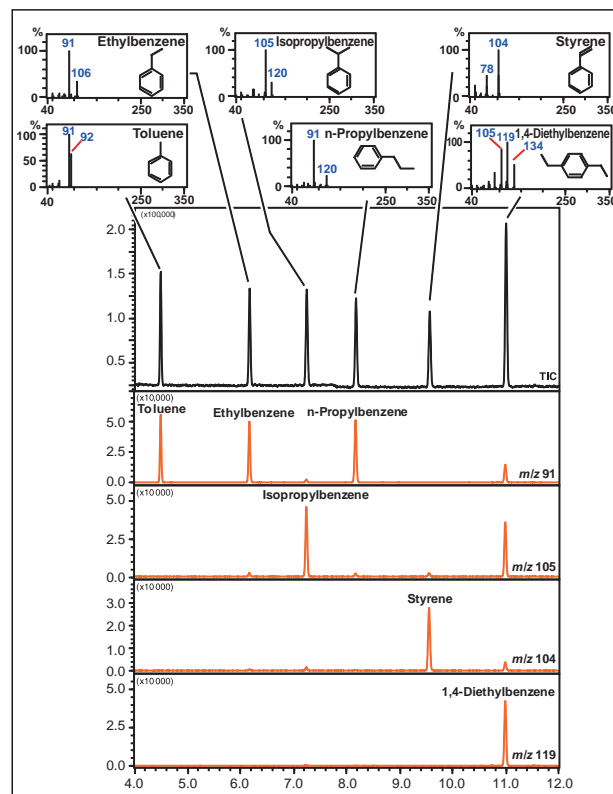


Fig. 1 標準溶液 (25 mg/L) のクロマトグラムと揮発成分のマススペクトル
Chromatograms of 25 mg/L Standard Solution and Mass Spectra of Volatile Compounds

Table 2 標準溶液 (25 mg/L) の面積比再現性結果
Result of Area Ratio Reproducibility on 25 mg/L Standard Solution

	1	2	3	4	5	平均	RSD(%)
Toluene	1.019	1.043	1.021	1.031	1.014	1.026	1.1
Ethylbenzene	1.052	1.086	1.070	1.086	1.073	1.073	1.3
Isopropylbenzene	1.054	1.099	1.074	1.104	1.095	1.085	1.9
n-Propylbenzene	1.242	1.265	1.255	1.284	1.248	1.259	1.3
Styrene	0.682	0.697	0.680	0.698	0.696	0.691	1.3

食品容器

販売されていた食品に使用されていた、ポリスチレン製容器の揮発性成分の分析を行いました。試料1として生鮮食品に用いられていた発泡ポリスチレン製の容器を分析しました。試料2として加工食品に用いられていたポリスチレン製の皿を分析しました。試料0.5 gを精密に量り20 mLのメスフラスコに入れTetrahydrofuranを適量加えて試料を溶解させた後、1,4 - Diethylbenzene溶液1 mLを加え、Tetrahydrofuranにて20 mLに定容して分析試料を調製しました。試料1分析結果のクロマトグラムをFig. 3に示しました。分析対象の揮発成分はEthylbenzeneとStyreneを検出しましたが、定量値は基準値以下でした。保持時間約8.5分に分析対象外の不明ピークが検出され、得られたマススペクトルのシミラリティ検索結果からButyl methacrylateと推定することができました。Fig. 3中のマススペクトルは上段が測定スペクトル、下段がライブラリでヒットしたButyl methacrylateのマススペクトルです。微小なクロマトグラムピークから得られたマススペクトルですが、シミラリティ検索結果が良く一致していることが確認できます。

試料2の分析結果のクロマトグラムをFig. 4に示しました。分析対象の揮発成分はTolueneとStyreneを検出しましたが、こちらも定量値は基準値以下でした。試料2についても保持時間約5分に分析対象外の不明ピークが検出されましたが、得られたマススペクトルのシミラリティ検索結果からButyl acetateと推定することができました。

GC/MSによるポリスチレン容器の分析では、対象となる揮発性成分の定量分析を良好に行なう事ができました。このことから食品衛生法に定められたGC/FIDによる定量分析結果の確認にGC/MSを利用できると考えられます。さらにGC/MSでの分析により試料に含有されている不明成分の定性を行なうことも可能です。今回の分析は島津アプリケーションニュース No.G267を参考にバックフラッシュシステムを用いた分析を行いました。GC/MSでの分析においてもバックフラッシュシステムを用いたことによりGC/FIDと同様の短縮した分析条件の分析を行なうことができました。

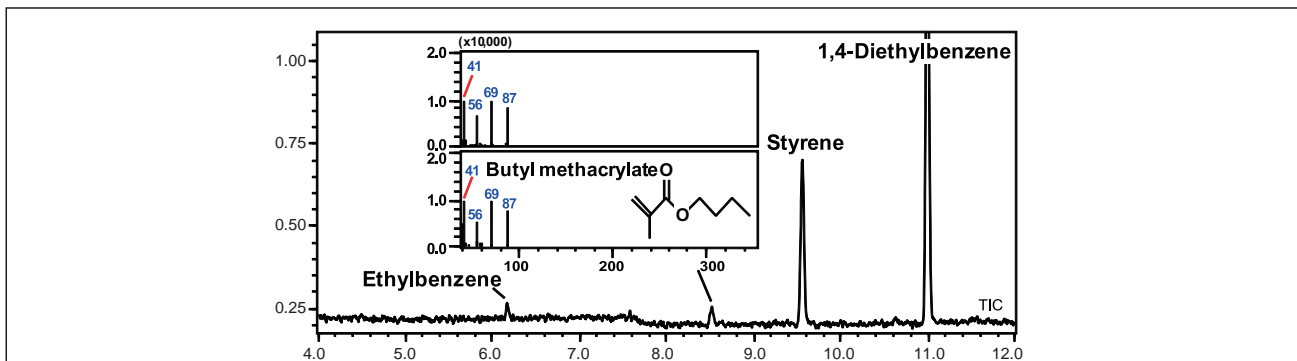


Fig. 3 試料1の分析結果
Analysis of Sample 1

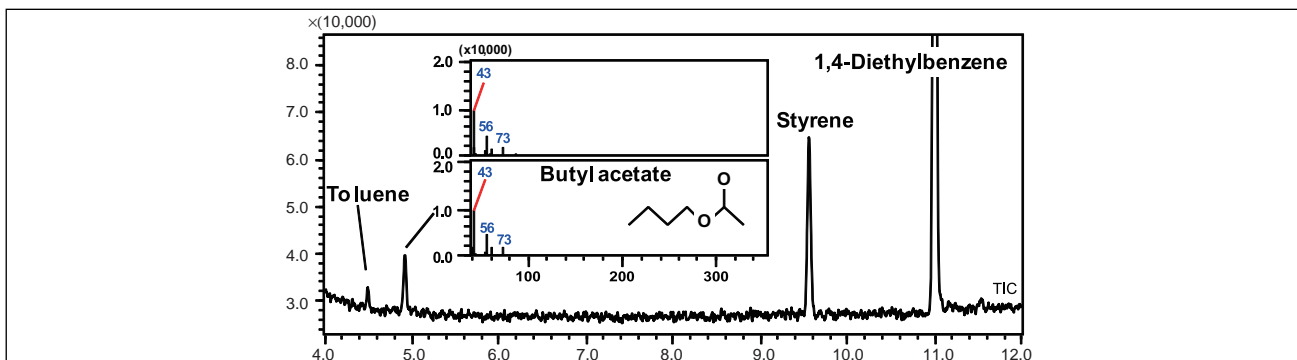


Fig. 4 試料2の分析結果
Analysis of Sample 2

初版発行：2010年4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。