

Brevis GC-2050を用いた軟包装材料からの 残留溶剤試験

齋藤 良弘、浅川 樹子

ユーザーベネフィット

- ◆ コンパクトに設計された装置により、設置面積を節減できます。
- ◆ HS-20 NXを用いたヘッドスペース-GCシステムは、自動で試料採取をおこなうため、測定操作を低減できます。
- ◆ 安定的に入手可能な窒素キャリアガスで分析できます。

■はじめに

軟包装材料とは、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリオレフィン製の包装材の総称で、食品の包装材や容器に広く用いられています。その製造工程においては、印刷や接着などで様々な有機溶剤が使用されており、特に食品に用いられる場合には衛生管理試験が行われます。

軟包装材料に残留する有機溶剤は揮発性が高いため、この分析においてはヘッドスペース-GC法が有用です。本アプリケーションニュースでは、軟包装材料の製造に関する管理機器マニュアル 第6版を参考に、HS-20 NXによる包装材中の残留溶媒分析を窒素キャリアガスにて行いましたので、ご紹介いたします。

■使用装置

ガスクロマトグラフBrevis GC-2050は、コンパクトに設計されており、設置面積を節減することができます。ヘッドスペースサンプラ HS-20 NXと組み合わせることで、軟包装材料に残留する有機溶剤の分析を簡便かつ精度よく行うことが可能です。



図1 HS-20 NX + Brevis™ GC-2050

■ヘッドスペース法による定量分析

ヘッドスペース法で扱う試料は液体試料と固体試料があります。液体試料の場合は、密閉容器中に液体試料を封入し、一定温度一定時間保温すると、溶液に含まれる成分が気相・液相間で平衡状態になります。気液平衡状態のヘッドスペースガスをGCで分析することで液体中の目的成分濃度を定量します。

一方、固体試料の場合は、一定条件下での発生ガスを定量します。密閉容器中に固体試料を封入し、一定温度一定時間保温すると、固体に含まれる揮発成分が気化します。このヘッドスペースガスをGCで分析することにより、固体試料中の発生ガス濃度を定量します。本分析では、軟包装材料である固体試料からの発生ガスを定量しました。

■標準試料の測定

残留溶剤として代表的な化合物21種を対象成分としました。各成分につき約0.5gずつ秤量し、混合標準溶液を作製しました。この混合標準溶液0.4、1、2、4 μLをマイクロシリンジを用いてバイアルに封入し、標準サンプルを作製しました。検量線作成の際は、封入量と比重からバイアル封入絶対量を算出し、ピーク面積値とバイアル封入絶対量mg/サンプル表面積m²の検量線から定量値を算出しました。

表1 分析条件

Model	: Brevis GC-2050
Autosampler	: HS-20 NX (Loop)
[HS-20 NX]	
Oven temp.	: 80°C (30min)
Sample Line temp.	: 150°C
Transfer Line temp.	: 150°C
Vial Stirring	: OFF
Vial Pressurization Time	: 1.0 min
Pressure Equilib. Time	: 0.1 min
Loading Time	: 0.5 min
Load Equilib. Time	: 0.1 min
Injection Time	: 1.0 min
Needle Flush Time	: 5.0 min
Vial Pressure	: 100 kPa (N2)
Injection Volume	: 1.0 mL
Needle Flush Time	: 5.0 min
[GC-2050]	
Carrier Gas	: N2
Carrier Gas Control	: Constant Linear Velocity (25 cm/sec)
Column	: SH-WAX (P/N 227-75893-60) (60 m × 0.25 mm I.D., 0.25 μm)
Column temp	: 50°C (3 min) – 10°C/min – 200°C(5 min)
Detector temp	: 250°C
FID H2 Flow Rate	: 32 mL/min
FID Make up Flow Rate	: 24 mL/min
FID Air Flow Rate	: 200 mL/min

■ 標準試料の測定結果

混合標準溶液を封入して作製した標準サンプルを80℃で30分保温し、ヘッドスペースを採取してGC分析した結果(図2)、21成分有機溶剤の良好な分離が確認できました。また、表2のバイアル封入量に従い、同条件にて分析して得られた検量線より、良好な直線性も確認できました。

実サンプル例の中から最も多く検出された i-プロパノールの検量線を代表例として図3に示しました。

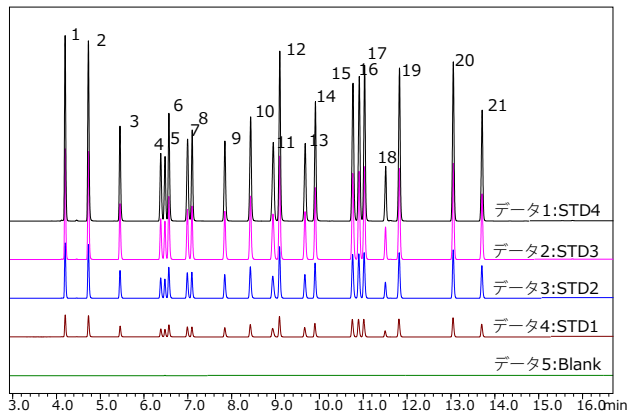
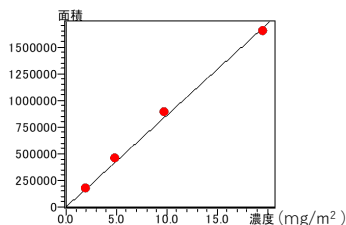


図2 混合標準溶液のクロマトグラム

表2 対象成分の単位面積当たりの封入量 (mg/m²)

No.	成分名	STD1	STD2	STD3	STD4
1	n-ヘキサン	1.96	4.90	9.80	19.60
2	シクロヘキサン	1.96	4.90	9.79	19.58
3	アセトン	1.97	4.91	9.83	19.65
4	酢酸エチル	1.98	4.95	9.89	19.78
5	メタノール	1.98	4.94	9.88	19.76
6	MEK	1.95	4.88	9.76	19.53
7	i-プロパノール	1.96	4.90	9.80	19.60
8	エタノール	1.95	4.88	9.77	19.53
9	酢酸プロピル	1.97	4.94	9.87	19.74
10	MiBK	1.98	4.94	9.89	19.78
11	n-プロパノール	1.95	4.87	9.74	19.48
12	トルエン	1.98	4.94	9.88	19.75
13	酢酸ブチル	1.95	4.87	9.75	19.49
14	i-ブタノール	1.96	4.89	9.79	19.57
15	エチルベンゼン	1.98	4.94	9.88	19.77
16	p-キシレン	1.95	4.89	9.77	19.54
17	m-キシレン	1.96	4.90	9.81	19.62
18	2-メトキシエタノール	1.99	4.97	9.94	19.88
19	o-キシレン	1.97	4.93	9.87	19.74
20	スチレン	1.95	4.88	9.76	19.53
21	シクロヘキサノン	1.96	4.91	9.81	19.63



$$Y = aX + b$$

$$a = 85884.7$$

$$b = 0$$

$$R^2 = 0.9980243$$

$$R = 0.9990116$$

$$RSS = 5.072276e+009$$

外部標準法
検量線:直線
原点通過:通す
重み付け:なし

図3 i-プロパノールの検量線
(1.96, 4.90, 9.80, 19.6 mg/m²)

<参考文献>

軟包装材の製造に関する管理機器マニュアル
2017年10月 第6版発行 軟包装衛生協議会

Brevisは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

また検量線の最低濃度である1.5mg/m²でピーク面積値の再現性を確認したところ、%RSD(n=3)は全ての化合物で3%以下となりました。

表3 ピーク面積値 繰り返し再現性 (%RSD)

No.	成分名	1回目	2回目	3回目	平均	RSD(%)
1	n-ヘキサン	337,380	325,333	341,522	334,745	2.05%
2	シクロヘキサン	351,074	338,344	355,696	348,371	2.11%
3	アセトン	180,257	172,488	181,439	178,061	2.23%
4	酢酸エチル	142,804	137,376	144,460	141,547	2.14%
5	メタノール	126,078	119,184	125,753	123,672	2.57%
6	メチルエチルケトン	213,567	204,944	215,555	211,355	2.18%
7	i-プロパノール	179,964	172,619	181,710	178,098	2.21%
8	エタノール	171,891	164,234	173,057	169,727	2.31%
9	酢酸n-プロピル	177,410	171,083	179,736	176,076	2.08%
10	メチルイソブチルケトン	244,347	235,704	247,613	242,555	2.07%
11	n-プロパノール	211,049	202,243	212,888	208,727	2.23%
12	トルエン	372,088	358,152	376,439	368,893	2.11%
13	酢酸n-ブチル	190,326	183,935	192,815	189,025	1.98%
14	i-ブタノール	247,805	238,353	250,401	245,520	2.11%
15	エチルベンゼン	355,974	343,573	360,395	353,314	2.02%
16	p-キシレン	353,231	340,618	357,182	350,344	2.02%
17	m-キシレン	354,848	342,406	359,004	352,086	2.00%
18	2-メトキシエタノール	110,689	106,468	111,819	109,659	2.10%
19	o-キシレン	358,581	346,076	362,893	355,580	2.00%
20	スチレン	362,423	349,375	366,356	359,385	2.02%
21	シクロヘキサノン	246,664	238,128	250,022	244,938	2.04%

■ 実サンプルの測定結果

実サンプルを5cm×16cmに切り取り、包装材A,Bは1枚、包装材C,D,Eは発生ガス量が少なかったため3枚を20 mL容積のヘッドスペースバイアルに折りたたんで封入しました。図4に実サンプルの比較クロマトを示します。

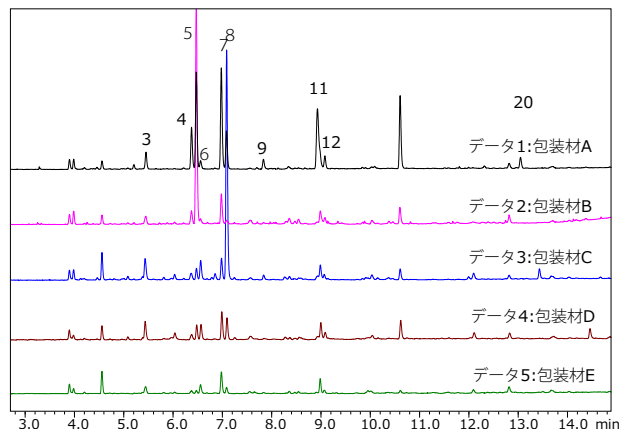


図4 実サンプルのクロマトグラム

表4 定量結果(mg/m²)

No.	成分名	包装材 A	包装材 B	包装材 C	包装材 D	包装材 E
3	アセトン	0.017	0.01	0.008	0.008	0.003
4	酢酸エチル	0.056	0.02	0.004	0.003	----
5	メタノール	0.14	0.319	0.005	0.007	----
6	MEK	0.007	----	0.006	0.005	0.003
7	i-プロパノール	0.107	0.031	0.008	0.01	0.008
8	エタノール	0.042	----	0.082	0.008	0.002
9	酢酸プロピル	0.012	----	----	----	----
11	n-プロパノール	0.087	0.015	0.005	----	0.004
12	トルエン	0.007	0.004	0.001	0.001	----
20	スチレン	0.006	----	----	----	----

■ まとめ

本稿では、窒素キャリアガスを用いてHS-20 NX+Brevis GC-2050による、包装材の残留溶媒試験を行いました。

分離、検量線、再現性ともに良好な結果を得ることができました。

＞ アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



＞ Brevis™ GC-2050
ガスクロマトグラフ

関連分野

＞ 食品・飲料

＞ Fermented food and
beverage

＞ 化学

＞ フィルム-化学

＞ 価格お問い合わせ

＞ 製品お問い合わせ

＞ 技術お問い合わせ

＞ その他お問い合わせ