

HS-GC-FIDを用いた PET中のアセトアルデヒド、リモネンの分析 (キャリアガス：N₂)

橋本 紅良

ユーザーベネフィット

- ◆ ヘッドスペースサンプラ(HS)を用いることで、樹脂を溶媒に溶解することなく、樹脂からの溶出ガスを容易に測定できます。
- ◆ Brevis GC-2050を使用することで、省スペースでクラス最高レベルの分析を行うことができます。
- ◆ ヘリウムに比べ、安価で入手しやすい窒素をキャリアガスに用いることで、分析コストを抑えることができます。

■はじめに

PETボトルは内容物が漏れることなく、軽量で、とても便利な容器であるため、常に我々の手の届くところにあります。その便利さ故、世界中で利用されており、他のプラスチック同様、そのゴミが世界的なマイクロプラスチック問題の原因のひとつとなっています。

これらの問題を解決すべく、ごみ減量の一つの対策として、PETボトルをリユースすることがリサイクル業者で検討されています。飲み物の容器としてリユースするときに、PETに残存している『におい』が問題となるため、その原因物質を定量し、管理することにより、リサイクルPETのリユースに貢献することができます。

今回は、ガスクロマトグラフ-FID検出器 (GC-FID)を用いて、水飲料と柑橘系飲料に残留しやすいアセトアルデヒドとリモネンを定量しましたので、その分析例をご紹介します。

■装置構成および分析条件

今回分析に使用した装置 (Brevis GC-2050+HS-20 NX)を 図1に、分析条件を表1に示します。Brevis GC-2050は、コンパクト仕様でありながら、クラス最高レベルの分析を行うことができる装置です。

表1 分析条件

GC分析条件	
Model	: Brevis GC-2050
Detector	: 水素炎イオン検出器 FID
Column	: SH-PolarWax (0.25 mm I.D. × 30 m, d.f.= 0.5 μm) P/N 227-36248-01
Column temp.	: 40 °C (5min.) – 10 °C/min – 250 °C Total 26 min
Injection Mode	: Split 1 : 10
Carrier Gas Controller	: 線速度一定モード (N ₂)
Linear Velocity	: 40 cm/sec
Detector Temp.	: 250 °C
FID H ₂ Flow Rate	: 32 mL/min.
FID Make Up Flow Rate	: 24 mL/min.(N ₂)
FID Air Flow Rate	: 200 mL/min.
HS分析条件	
Model	: HS-20 NX
Oven Temperature	: 80 °C
Sample Line temp.	: 150 °C
Transfer Line temp.	: 150 °C
Vial Stirring	: Off
Vial Volume	: 20 mL
Vial Heat-retention Time	: 30 min
Vial Pressurization Time	: 0.5min
Vial Pressure	: 80.0 kPa (N ₂)
Loading Time	: 0.5 min
Needle Flush Time	: 5 min
Injection Volume	: 1 mL
Load Equilib. Time	: 0.5min



図1 Brevis™ GC-2050 + HS-20 NX

■検量線

検量線作成用標準試料は、全量気化を前提とし、HSバイアル瓶に2 μl ずつ封入したときの量が、アセトアルデヒドは、0.5、1、5、10、50μg、リモネンは、1、2、5、10、20μgになるようにアセトン溶媒を用いて調製しました。アセトアルデヒドの検量線を図2に、リモネンの検量線を図3に示します。

なお、アセトアルデヒド、および、リモネンはそれぞれ単品を分析し、保持時間の確認を行いました。

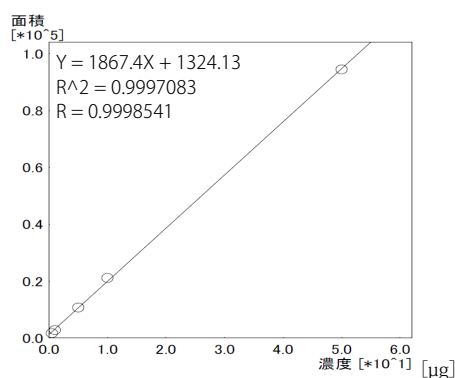


図2 アセトアルデヒドの検量線

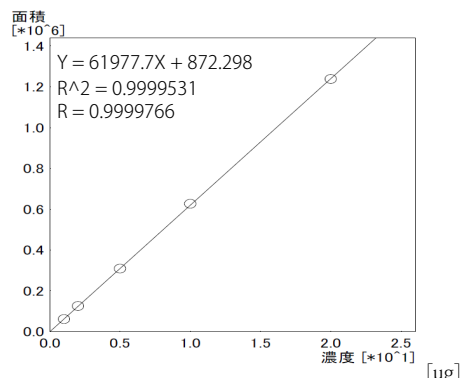


図3 リモネンの検量線

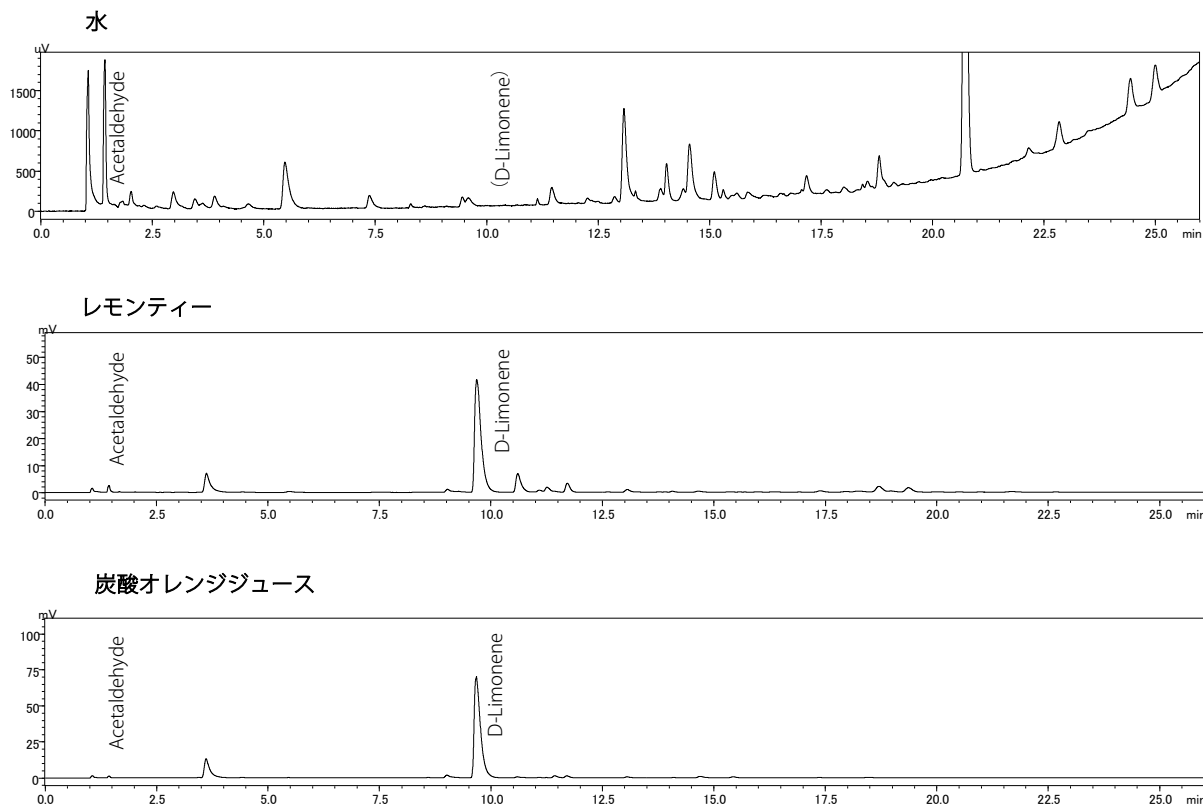


図4 各試料のクロマトグラム

■ 試料調製

試料は市販のPETボトル3種（水、レモンティー、炭酸入りオレンジジュース）です。中身を取り出し、水で軽くゆすいだのち、ハサミでカットし、それぞれ1gずつになるようにHSバイアルに封入し、表1に示す分析条件で分析しました。

表2 各試料の定量結果

試料名	アセトアルデヒド 換算量(μg/g)	リモネン 換算量(μg/g)
水-1	4.90	N.D.
水-2	2.59	N.D.
水-3	2.67	N.D.
レモンティー-1	4.78	6.75
レモンティー-2	4.76	6.74
レモンティー-3	4.91	6.76
炭酸オレンジ-1	2.52	10.69
炭酸オレンジ-2	2.52	10.19
炭酸オレンジ-3	2.39	10.10

■ 分析結果

各試料のクロマトグラムを図4に、各試料グラムあたりのアセトアルデヒド、および、リモネンの発生量として定量した結果を表2に示します。それぞれのカットしたサンプル片の状態、および、封入状態が異なるため、HSバイアル毎に異なる値となっていますが、ある程度の含有量の傾向はあると考えられます。

水が入っていたペットボトルからは、アセトアルデヒドのみが検出されました。また、レモンティー、および、炭酸オレンジジュースが入っていたペットボトルからは、アセトアルデヒドとリモネンが検出されました。更に、炭酸オレンジジュースよりレモンティーが入っていたPETボトルの方が、リモネン量が多いこともわかりました。

■ まとめ

HS-GC-FIDを用いることにより、PETからのアセトアルデヒド、および、リモネンを他の夾雑ピークより分離し、定量することができました。

今回ご紹介しましたBrevis GC-2050は、よりコンパクトで省スペースでの設置面積で、クラス最高の感度を維持します。また、キャリアガスに窒素 (N₂) を使用することにより、入手困難なヘリウムガス (He) を使用することなく、安価なコストで分析できます。これらの数多くのメリットを利用し、PET中のアセトアルデヒド、および、リモネンを分離定量することができました。

<関連アプリケーションニュース>

1. HS-GC/MS法を用いた再生PET中のアセトアルデヒド、リモネン分析
[Application News No. 01-00311.jp](#)
2. HS-GC/MS法を用いた再生PET中のアセトアルデヒド、リモネン分析
(キャリアガス：H₂)
[Application News No. 01-00760.jp](#)

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。

▶ 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



▶ HS-20 NXシリーズ
ヘッドスペースサンプラ

関連分野

▶ 食品・飲料

▶ におい、香り分析

▶ 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