

[整理番号] 9-3 4	[分類] 樹脂製造業者
[区分] ホリカーボ	[使用数量] 106 kg
[名称] トリス (2,4-ジ- <i>t</i> -ブチルフェニル) フォスファイト	
[CAS NO.] 31570-4-4	酸化防止剤
[物性]	[外観等] 白色粉末
	[融点、沸点等] 融点 185℃、引火点 240℃以上 ¹⁾
	[蒸気圧]
	[水溶解性] 不溶 ¹⁾
	[有機溶解性] アルコールに不溶、 <i>n</i> -ヘキサン 12、アセトン 1.8、トルエン 40.5 ¹⁾
	[その他]
[毒性]	[急性] 6,000mg/kg 以上(経口、ラット) ¹⁾
	[亜急性]
	[慢性]
	[発癌性]
	[特殊毒性]
	[その他]
	[ADI]
	[NOEL]
[文献] 1) 13398 の化学商品、p1046、化学工業日報社(1998)	

[整理番号] 9-3 5	[分類] 樹脂製造業者
[区分] ホリカーボ	[使用数量] 2 kg
[名称] n-オクタデシル-β-(4'-ヒドロキシ-3',5'-ジ-t-ブチルフェニル)プロピオネート (商)イルガノックス 1076	
[CAS NO.] 2082-79-3	
[物性]	[外観等]
	[融点、沸点等]
	[蒸気圧]
	[水溶解性]
	[有機溶解性]
	[その他]
[毒性]	[急性]
	[亜急性]
	[慢性]
	[発癌性]
	[特殊毒性]
	[その他]
	[ADI]
	[NOEL]
[文献]	

[整理番号] 11-3 1	[分類] 樹脂製造業者
[区分] その他	[使用数量] 1,300,000 kg
[名称] 流動パラフィン	
[CAS NO.] 8042-47-5	食品添加物
[物性]	[外観等] 透明で粘ちょうな液体
	[融点、沸点等] 沸点 300℃以上 ¹⁾
	[蒸気圧]
	[水溶解性] 不溶 ¹⁾
	[有機溶解性] エタノールに難溶、エーテル、クロロホルム、石油ベンゼン、二硫化炭素などに可溶 ¹⁾
	[その他]
[毒性]	[急性]
	[亜急性]
	[慢性]
	[発癌性]
	[特殊毒性]
	[その他] 大量経口摂取時には下痢軟便を起こすことあり。長期連用では消化器障害やビタミンなどの吸収阻害などを起こすおそれあり。 ²⁾
	[ADI]
	[NOEL]
[文献] 1) 13398 の化学商品、p314、化学工業日報社(1998) 2) 谷村顕雄他著、食品添加物公定書解説書第6版、pD1200~1207、広川書店(1992)	

[整理番号] 11-3 2		[分類] 樹脂製造業者
[区分] その他		[使用数量] 141,011 kg
[名称] n-オクタデシル-β-(4'-ヒドロキシ-3',5'-ジ-t-ブチルフェニル)プロピオネート (商)イルガノックス 1076		
[CAS NO.] 2082-79-3		
[物性]	[外観等]	
	[融点、沸点等]	
	[蒸気圧]	
	[水溶解性]	
	[有機溶解性]	
	[その他]	
[毒性]	[急性]	
	[亜急性]	
	[慢性]	
	[発癌性]	
	[特殊毒性]	
	[その他]	
	[ADI]	
	[NOEL]	
[文献]		

[整理番号] 11-3 3	[分類] 樹脂製造業者
[区分] その他	[使用数量] 102,950 kg
[名称] エポキシ化大豆油(ESO)	
[CAS NO.] 8013-7-8	可塑剤
[物性]	[外観等] 液体
	[融点、沸点等]
	[蒸気圧]
	[水溶解性]
	[有機溶解性]
	[その他]
[毒性]	[急性] 22.5ml/kg(経口、ラット) ¹⁾
	[亜急性]
	[慢性] ラットに2年間、イヌに1年間混餌投与、5%で体重増加抑制、1%では変化を認めない。 ¹⁾
	[発癌性]
	[特殊毒性]
	[その他] エポキシ化が進むほど、毒性は強くなる。 ¹⁾
	[ADI]
	[NOEL]
[文献] 1) 沖慶雄 編、プラスチック添加物の衛生性・1、p2~10、幸書房(1970)	

[整理番号] 11-34	[分類] 樹脂製造業者
[区分] その他	[使用数量] 35,305 kg
[名称] トリス (ノニルフェニル) フォスファイト	
[CAS NO.] 26523-78-4	酸化防止剤
[物性]	[外観等] 淡黄色液体
	[融点、沸点等] 発火点 222°C ¹⁾
	[蒸気圧]
	[水溶解性] 不溶 ¹⁾
	[有機溶解性] アセトン、ベンゼンに可溶 ¹⁾ クロロホルム、トルエン、n-ヘキサン、メタノールに不溶 ¹⁾
	[その他]
[毒性]	[急性] 10ml/kg 以上(経口、ラット) ¹⁾ 19,500mg/kg(経口、ラット)
	[亜急性]
	[慢性]
	[発癌性]
	[特殊毒性]
	[その他]
	[ADI]
	[NOEL]
[文献] 1) 13398 の化学商品、p1045、化学工業日報社(1998)	

[整理番号] 11-3 5	[分類] 樹脂製造業者
[区分] その他	[使用数量] 30,000 kg
[名称] ステアリン酸	
[CAS NO.] 57-11-4	
[物性]	[外観等] 白色光沢ある固体
	[融点、沸点等] 融点 69~70℃、沸点 291℃ ¹⁾
	[蒸気圧]
	[水溶解性] 不溶 ¹⁾
	[有機溶解性] アルコール、クロロホルム、ベンゼン、二硫化炭素に溶解 ¹⁾
	[その他]
	[毒性]
	[亜急性]
	[慢性]
	[発癌性]
	[特殊毒性]
	[その他] 目を刺激する。 ²⁾
	[ADI] 許容濃度 10mg/m ³ (ステアリン酸塩総粉塵として) ²⁾
	[NOEL]
[文献] 1) 後藤稠 編、産業中毒便覧、p1010~1011、医歯薬出版(1984)	
2) 13398の化学商品、p1187、化学工業日報社(1998)	

[整理番号] 11-3 6	[分類] 樹脂製造業者
[区分] その他	[使用数量] 25,000 kg
[名称] 2- {1-(2-ヒドロキシ-3,5-ジ-t-ペンチルフェニル)エチル} -4,6-ジ-t-ペンチルフェニルアクリレート	
[CAS NO.] 123968-25-2	
[物性]	[外観等]
	[融点、沸点等]
	[蒸気圧]
	[水溶解性]
	[有機溶解性]
	[その他]
[毒性]	[急性]
	[亜急性]
	[慢性]
	[発癌性]
	[特殊毒性]
	[その他]
	[ADI]
	[NOEL]
[文献]	

[整理番号] 11-3 7	[分類] 樹脂製造業者
[区分] その他	[使用数量] 22,030 kg
[名称] ジラウリル 3,3'-チオジプロピオネート	
[CAS NO.] 123-28-4	硫黄系酸化防止剤
[物性]	[外観等] 白色粉末またはフレーク
	[融点、沸点等] 融点 38℃以上 ¹⁾
	[蒸気圧]
	[水溶解性]
	[有機溶解性]
	[その他]
[毒性]	[急性] 2,500mg/kg 以上(経口、ラット) ¹⁾
	[亜急性]
	[慢性]
	[発癌性]
	[特殊毒性]
	[その他]
	[ADI]
	[NOEL]
[文献] 1) 13398 の化学商品、p1043、化学工業日報社(1998)	

[整理番号] 11-3 8	[分類] 樹脂製造業者
[区分] その他	[使用数量] 20,000 kg
[名称] 2,2,4-トリメチル-1,3-ペンタンジオールモノイソブチレート	
[CAS NO.] 25264-77-4	
[物性]	[外観等] 無色透明液体
	[融点、沸点等] 凝固点 -57℃以下、沸点 254℃、引火点 123℃ ¹⁾
	[蒸気圧]
	[水溶解性] 不溶 ¹⁾
	[有機溶解性] 易溶 ¹⁾
	[その他]
[毒性]	[急性] 3,200mg/kg(経口、ラット) ¹⁾
	[亜急性]
	[慢性]
	[発癌性]
	[特殊毒性]
	[その他] 刺激性あり ¹⁾
	[ADI]
	[NOEL]
[文献] 1) 13398の化学商品、p501、化学工業日報社(1998)	

[整理番号] 11-3 9		[分類] 樹脂製造業者
[区分] その他		[使用数量] 8,000 kg
[名称] エチレンビスステアリン酸アミド		
[CAS NO.] 110-30-5		
[物性]	[外観等]	
	[融点、沸点等]	
	[蒸気圧]	
	[水溶解性]	
	[有機溶解性]	
	[その他]	
[毒性]	[急性]	
	[亜急性]	
	[慢性]	
	[発癌性]	
	[特殊毒性]	
	[その他]	
	[ADI]	
	[NOEL]	
[文献]		

[整理番号] 11-3 10	[分類] 樹脂製造業者
[区分] その他	[使用数量] 8,000 kg
[名称] D,L-リンゴ酸	
[CAS NO.] 6915-15-7	食品添加物
[物性]	[外観等] 白色結晶または結晶性粉末
	[融点、沸点等] 融点 135～140℃ ¹⁾
	[蒸気圧]
	[水溶解性] 易溶 ²⁾
	[有機溶解性]
	[その他]
[毒性]	[急性] 1%水溶液による 1,600～3,200mg/kg(経口、ラット・マウス)、衰弱、腹部狭縮、チアノーゼ、呼吸減弱。 ²⁾
	[亜急性]
	[慢性]
	[発癌性]
	[特殊毒性]
	[その他] 高濃度では、皮膚粘膜に刺激性がある。 ²⁾ 本物質は、クレブス回路の中間体で、その代謝は良く知られている。 ²⁾ L体は多くの植物ジュースに含まれる。 ¹⁾
	[ADI]
	[NOEL]
[文献] 1) 大木道則他編、化学大辞典、p2513、東京化学同人(1989) 2) 谷村顕雄他著、食品添加物公定書解説書第6版、pD1208～1211、広川書店(1992)	

食品包装等関連化学物質の 安全性確保に関する調査研究（1）

平成 11 年度 厚生科学研究

総括研究報告書

食品用プラスチック製品における
添加剤の分析法に関する調査研究（1）

分担研究者

小瀬 達男

（財）化学技術戦略推進機構

平成 12 年 3 月

厚生科学研究費補助金（生活安全総合研究事業）
分担研究報告書

食品用プラスチック製品における添加剤の分析に関する調査研究（1）

分担研究者 小瀬 達男 財団法人 化学技術戦略推進機構
高分子試験・評価センター

研究要旨

平成10年度厚生科学研究「食品包装等関連化学物質の安全性確保に関する調査研究」の報告書で明らかになった食品用プラスチック製品に使用されている可塑剤等の添加剤の使用実態が明らかになった。そこで、この報告書をもとに今年度はポリ塩化ビニリデン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレート等の各樹脂別に再度集計を行い、使用量順のリストを作成した。またリストに記載されたものについて、関連業界の自主規格または基準におけるポジティブリストとの照合を行った。次いで、その中で使用量が多く、かつ標準品の入手が可能な添加剤について分析法の検討を行ったので、その結果を樹脂別（ポリ塩化ビニリデン14品目、ポリプロピレン13品目、ポリエチレンテレフタレート2品目、その他の樹脂14品目）にその概要を記した。

1. 研究の目的

本調査は、平成10年度厚生科学研究「食品包装等関連化学物質の安全性確保に関する調査研究」の報告書（以下、平成10年度報告書という）で報告された食品用プラスチック製品に使用されている化学物質の内、ポリ塩化ビニリデン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレートおよびその他の樹脂（ポリ塩化ビニル、ポリエチレン、ポリスチレン、ポリメタクリル酸メチル、ポリカーボネートおよびポリアミドを除く）の各樹脂に使用される添加剤を抽出し、その中で食品への関与を検討する必要があると思われるものについて、その分析法の調査を実施した。

2. 調査の方法

1) 平成10年度報告書で報告されたデータの集計「樹脂製造業者集計」および

[加工業者集計]を用いて、製造や加工の段階で使用される添加剤についてポリ塩化ビニリデン、ポリプロピレン、ポリエチレンテレフタレートおよびその他の樹脂の各樹脂別に再度集計処理を行った後、それらの物質について関係業界である「塩化ビニリデン衛生協議会」および「ポリオレフィン等衛生協議会」の自主規格または自主基準に記載されているポジティブリストとの照合を行った。また、樹脂別に使用添加剤の総使用量をの集計を行った。

2) 使用されていた添加剤について、「衛生試験法・注解 2000」（日本薬学会編）、「食品衛生検査指針」（厚生省監修・日本食品衛生協会）、「塩化ビニル樹脂製食品容器包装等に関する自主規格」（塩化食品衛生協議会）、「高分子分析ハンドブック」（日本分析化学会編）、および「ブ

ラスチックおよびゴム用添加剤実用便覧」(化学工業社)等の資料に基づく分析法の調査を行った。

3. 調査の結果および考察

1) 化学物質(添加剤)のリストアップ (1)「樹脂製造業者」および「加工業者」における樹脂別の添加剤の使用量の順位表の作成(表1)

前年度報告書で報告された「樹脂製造業者」および「加工業者」集計表に基づき樹脂別の添加剤の使用量順位表を作成した。

(2) 関係業界団体の自主規格または基準記載の添加剤ポジティブリストとの照合表の作成(表2)

上記(1)の順位表にある化学物質が、関係業界団体の自主規格である①ポリ塩化ビニリデン製食品容器包装等に関する自主基準(塩化ビニリデン衛生協議会発行:第6版)および②ポリオレフィン等合成樹脂製食品容器包装等に関する自主基準(ポリオレフィン等衛生協議会発行:第3版)の使用できる添加剤の各ポジティブリストに記載された化学物質であるかどうかを照合し、記載物質の場合はその用途および番号(No.)を載せた。

(3)「樹脂製造業者」および「加工業者」集計表に基づく樹脂別の添加剤の合計使用量による順位表(表3)

「樹脂製造業者」および「加工業者」集計表に基づく樹脂別に添加剤の合計使用量を求めた。なお、表中物質名の前に*印のあるものは今回の調査で試験法を述べてあるものである。

2) 樹脂別の主な使用添加剤の概要

(1) ポリ塩化ビニリデン

使用されていた添加剤は48品目で、その多くはポジティブリスト記載のものであった。使用量が最も多いものは可塑剤のアセチルクエン酸トリブチル約19

30トンで、次いで安定剤のエポキシ化亜麻仁油(約860トン)、可塑剤のセバシン酸ジブチル(640トン)、界面活性剤のグリセリンアセテートモノラウレート(540トン)、以下流動パラフィン、エポキシ化大豆油、エチレンジアミン四酢酸ナトリウム、クエン酸(安定剤)等が使用されていた。

(2) ポリプロピレン

使用されていた添加剤は71品目で、その多くはポジティブリスト記載のものであった。最も使用量の多いものはポリマー添加剤のポリエチレンで約5000トン、次いで界面活性剤のステアリン酸2-[(2-ヒドロキシエチル)オクタデシル]エチルエステル(730トン)、安定剤のテトラキス[メチレン-3-(3',5'-tert-ブチル-4'-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]メタン(320トン)、界面活性剤のグリセリンステアリン酸エステル(240トン)で、以下トリス(2,4-ジ-tert-ブチルフェニル)フォスファイト、ジブチルヒドロキソトルエン(以上安定剤)、ステアリン酸カルシウム等の高級脂肪酸塩(滑剤)等が使用されていた。

(3) ポリエチレンテレフタレート

使用されていた添加剤は、リン酸(触媒)等8品目で、金属塩の他界面活性剤のジエチレングリコール(21トン)および滑剤のエチレンビスステアリン酸アミド(2トン)等であった。

(4) その他の樹脂(ポリ塩化ビニル、ポリエチレン、ポリスチレン、ポリメタクリル酸メチル、ポリカーボネート、ポリアミドを除く)

使用されていた添加剤は125品目で、上位20品目の内訳はポリマー添加剤6品目、安定剤5品目、滑剤4品目、可塑剤2品目、充てん剤1品目、界面活性剤

1品目等であった。最も使用量の多いものは充てん剤のタルクで約4600トン、次いで滑剤の流動パラフィン(1300トン)、可塑剤のアジピン酸ジイソノニル(1300トン)で、以下アジピン酸ジ*n*-アルキル(可塑剤)、エポキシ化大豆油、トリエチレングリコール、*n*-オクタデシル- β -(4'ヒドロキシ-3',5'-*t*-ブチルフェニル)プロピオネートメタン、トリス(ノニルフェニル)フォスファイトの安定剤が使用されていた。

3) 製品中の添加剤の分析法の概要

(1) 分析法の概要

今回の分析法の調査を行うにあたり、次のような物質は調査対象から除くこととした。

ポリマー添加剤：一般に高分子量のものが多く、化学的に不溶性、不活性であり、衛生的にリスクが無視できるもの

有機金属化合物および無機化合物：有毒・有害性の金属が含まれていないもの(スズ化合物を除く)

工業薬品(化成品)類：標準品としての入手が困難と思われるもの

次いで、表3中、使用量の多いもので、試薬等の比較的標準品として入手可能な添加剤を対象として分析法の調査を行った。以下、取り上げた添加剤を樹脂別にリストアップし、その分析法の概要を記す。

I. ポリ塩化ビニリデン

アセチルクエン酸トリブチル、エポキシ化大豆油および亜麻仁油、セバシン酸ジブチル、流動パラフィン、ジラウリル-3,3'-チオプロピオネート、ソルビタンモノベヘニレート、ステアリン酸アミド、ジステアリル-3,3'-チオプロピオネート、2-(2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル)ベンゾトリアゾール、グリ

セリン脂肪酸エステル、エルカ酸アミド、ジブチルヒドロキシトルエン、アジピン酸ジ-*i*-ブチル、テトラキス[メチレン-3-(3',5'-*t*-ブチル-4'-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]メタン

II. ポリプロピレン

テトラキス[メチレン-3-(3',5'-*t*-ブチル-4'-ヒドロキシフェニル)プロピオネート]メタン、グリセリンモノステアリン酸エステル、トリス(2,4-ジ-*t*-ブチルフェニル)フォスファイト、ジブチルヒドロキシトルエン、オレイン酸アミド、エルカ酸アミド、*n*-オクタデシル- β -(4'ヒドロキシ-3',5'-*t*-ブチルフェニル)プロピオネート、ステアリン酸アミド、ポリエチレングリコール、ベヘン酸アミド、ジミリスチル-3,3'-チオジプロピオネート、エチレンビスステアリン酸アミド、ソルビタン脂肪酸エステル

III. ポリエチレンテレフタレート

ジエチレングリコール、エチレンビスステアリン酸アミド

IV. その他の樹脂

流動パラフィン、アジピン酸ジ-*iso*-ノニル、アジピン酸ジ-*n*-アルキル、エポキシ化大豆油および亜麻仁油、トリエチレングリコール、*n*-オクタデシル- β -(4'ヒドロキシ-3',5'-*t*-ブチルフェニル)プロピオネート、グリセリン脂肪酸エステル、トリス(ノニルフェニル)フォスファイト、プロピレングリコール、ジラウリル-3,3'-チオプロピオネート、ステアリルアルコール、フタル酸ジ-2-エチレンヘキシル、ジブチルヒドロキシトルエン、エチレンビスステアリン酸アミド

分析法概要

I. ポリ塩化ビニリデン

[アセチルクエン酸トリブチル]

1. 標準溶液

アセチルクエン酸トリブチル 100mg を精秤し、*n*-ヘキサンを加えて溶解して 100.0mL とし、以下適宜希釈して標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラファー質量分析器付き

3. 試験溶液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧下濃縮する。残留物にアセトン 1mL を加えて溶解し、これに *n*-ヘキサンを加えて全量 10.0mL の溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：5%ジフェニルジメチルシリコンキャピラリカラム

内径 0.32 mm I.D. × 25 m、膜厚 0.25 μm

カラム温度：初期温度 100 °C (3min)、最終温度 280 °C (5min)、昇温速度 10 °C/min

注入口および GC インターフェース温度：280 °C

イオン源温度：200 °C

イオン化法：EI 法 (70 eV)

キャリアーガスおよび流量：He、1.6 mL / min

注入法：スプリット方式

注入量：1 μL

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[エポキシ化大豆油およびエポキシ化アマニ油]

エポキシ化大豆油およびエポキシ化アマニ油は分子量が約 1000 であることから、分析には高速液体クロマトグラフィーの一種であるゲルパーミエーションクロマトグラフィー (GPC) が適している。

1. 装置

高速液体クロマトグラファー示差屈折計および紫外部検出器 (LC - RI / UV)

2. 試験溶液の調製

試料をテトラヒドロフランに溶解して数%濃度に調製する。不溶性の安定剤等を 0.45 μm のメンブランフィルターでろ過し、試験溶液とする。

3. 試験操作

高速液体クロマトグラフィーの条件

カラム：スチレンジビニルベンゼン系ポラスポリマー (分析用 300 × 8.0mm I.D. (排除限界 1000 および 5000) 各 1 本

分取用 600 × 20mm I.D. (排除限界 1000 および 5000) 各 1 本

移動相：テトラヒドロフランまたはクロロホルム

流量：1 または 3 mL/min

定性

定性を行う前にカラムの標準ポリスチレンによる分子量の検量線（校正曲線）を作成する。次いで試験溶液を注入し、分子量 1000 付近に現れるピークを分取した後、溶離液を除去し、得られた残査物の赤外吸収スペクトルを測定する。標準スペクトルと比較し同定を行う。

定量

定性試験で検出した場合、試験溶液のピーク面積を用いて定量を行う。

[セバシン酸ジブチル]

1. 標準溶液

セバシン酸ジブチル 100mg を精秤し、n-ヘキサンを加えて溶解して 100.0 mL とし、以下適宜希釈して標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフー質量分析器付き

3. 試験溶液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残査物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧下濃縮する。残留物にアセトン 1mL を加えて溶解し、これに n-ヘキサンを加えて全量 10.0mL の溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：5%ジフェニルジメチルシリコンキャピラリカラム
内径 0.32 mm I.D. × 25 m、
膜厚 0.25 μm

カラム温度：初期温度 100 °C (3min)、
最終温度 280 °C (5min)、昇温速度 10

°C/min

注入口および GC インターフェース

温度：280 °C

イオン源温度：200 °C

イオン化法：EI 法 (70 eV)

キャリアーガスおよび流量：He、

1.6 mL / min

注入法：スプリット方式

注入量：1 μL

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[流動パラフィン]

1. 試薬

1) アルミナカラム：クロマト管（内径 25mm、長さ 400mm）の底部に脱脂綿を詰め、（残留物の重× 20g）の活性アルミナを少量ずつ、十分にタッピングしながら加える。アルミナの上面には適当な大ききのろ紙をおき、使用したアルミナと同量の石油エーテルで洗う。コックはテフロン製を用いる。

2) 活性アルミナ：80 - 200 メッシュのクロマトグラフィー用。塩基性で水分は 1 % 以内のもの。

3) 石油エーテル：使用前に蒸留したものをを用いる。

4) 脱脂綿：あらかじめ n-ヘキサンで洗い、乾燥させたものをを用いる。

5) n-ヘキサン：使用前に蒸留したものをを用いる。

6) ベンゼン：使用前に蒸留したものを

用いる。

2. 試験溶液の調製

試料を細切し、その約 10g を正確に精秤し、円筒ろ紙に入れ、脱脂綿で表面を覆い、ソックスレー抽出装置にセットする。n-ヘキサン 150 mL を用い、6 時間加熱還流を行い、抽出を行う。抽出後、n-ヘキサンを約 10mL まで減圧下濃縮乾固する。得られた残渣物の重量を測定する。残渣物に n-ヘキサン 10mL を加えて溶かし、少量の n-ヘキサンを用いて 3 ~ 4ml / 分（以下同じ）の流速で定量的にアルミナカラムに注入し、次いで石油エーテル・ベンゼン混液（9：1）を流す（残留物重量 g × 60mL）。得られた溶離液を減圧濃縮した後、105 ~ 110 °C の乾燥器中で 30 分間乾燥し、冷却後重量を測定する。

3. 試験操作

定性

赤外吸収スペクトル法により同定する。

得られた流動パラフィン塩化ナトリウム板につけ、赤外吸収スペクトルを測定し、3.4、6.82、7.26、13.89 μ m の吸収を確認する。

[ジラウリル 3、3'-チオジプロピオネート]

1. 標準溶液

ジラウリル 3、3'-チオジプロピオネート 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ-質量分析器付き (GC-MS)

3. 試験溶液の調製

試料は細切し、0.50g を採取する。シクロヘキサン・2-プロパノール混液（1：1）10mL を加え、37 °C の恒温器中に静置

して 16 時間浸漬後ろ過する。ろ液 5.0mL を 40 °C 以下で N₂ 気流下乾固直前まで濃縮する。50 °C に加温したアセトニトリルを約 4.5mL 加えて十分にかくはんしたのち、室温でアセトニトリルを加え全量を 5.0mL とする。その一部をメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：キャピラリーカラム、液相 dimethylpolysiloxane (0.25mm i.d. × 5m · 膜厚 0.5 μ m)

カラム温度：50 ~ 300 °C (20 °C / min 昇温)

注入口温度：250 °C

キャリアーガスおよび流量：He、2.95 mL/min

インレット温度：280 °C

イオン化電圧：70 eV

定性

試験溶液および標準溶液について、得られた保持時間およびマススペクトルを比較して定性を行う。

定量

定量は選択イオンクロマトグラム (SIM) のピーク面積を用いて作成した検量線により行う。

[ソルビタン脂肪酸エステル]

試験法の概要

ソルビタン脂肪酸エステルは、ソルビトール、ソルビタン及びソルバイドの各種脂肪酸エステルの混合物である。ソルビタン脂肪酸エステルは、けん化分解後得られたソルビトール、ソルビタン及びソルバイドをトリメチルシリル体とし、

ガスクロマトグラフィーによりソルビタンモノ脂肪酸エステルとして定量する。

1. 標準溶液

α -(D)ソルビトール、1,4-ソルビタン及び1,4,3,6-ソルバイド 100mg ずつをそれぞれ正確に量り、合わせ、クロロホルムを加えて正確に 100mL とする。この液 2mL を正確に量り、クロロホルムを加えて正確に 100mL とし、標準液とする（この液 1mL は、 α -(D)ソルビトール、1,4-ソルビタン及び1,4,3,6-ソルバイドそれぞれ 20 μ g ずつを含む）。

標準液 0.1、0.5 及び 1mL をそれぞれ正確にとり、濃縮器に入れ、減圧濃縮してクロロホルムを留去する。次にピリジン 3mL および TMS 試液 3mL ずつをそれぞれ正確にとってそれぞれに加え、30 分間振り混ぜ、検量線用標準液とする。

2. 装置

ガスクロマトグラフ-水素炎イオン化型検出器付 (GC-FID)

3. 試験液の調製

試料を 5 × 5mm 程度に細切し、その約 1g を精秤して 250mL メスフラスにとる。これにテトラヒドロフラン 25m を加えて溶解した後、エタノールを加えて 250mL とし、よく混和しポリマーを析出させる。これを 1 時間以上放置し、その上清をガラスろ過器を用いて吸引し、ろ過してろ液を分取する。残渣物をエタノールで洗い、ろ液と洗液を合わせ 40 °C 以下で減圧下濃縮する。残留物にクロロホルムを加えて溶解し、全量 10.0mL の溶液とする。

試料液を濃縮器に入れ、減圧濃縮してクロロホルムを留去し、エタノール製 0.5N 水酸化カリウム試液 100mL を加えて 1 時間加熱還流し、減圧濃縮した後、0.5N 塩酸 120mL を加えて 1 時間加熱還流する。冷後、分液漏斗に移し、n-ヘキサ

ン 25mL ずつで 2 回水層を洗い、それぞれ洗液は捨て、水層を濃縮器に入れ、エタノール製 0.5N 水酸化ナトリウムで中和し、減圧濃縮した後、無水硫酸ナトリウム 3g 及び n-ブタノール 25mL を加えてよく振り混ぜ、ろ過する。残留物をブタノール 25mL で洗い、ろ液および洗液を合わせ、ろ過する。減圧濃縮して n-ブタノールを留去する。これにピリジン 3mL 及び TMS 試液 3mL をそれぞれ正確に加え、30 分間振り混ぜ、試験溶液とする。

4. 試験操作

ガスクロマトグラフィーの条件

カラム：3% JXR シリコン/クロモソルブ (60 - 80 メッシュ)、
内径 3 mm × 長さ 1 m

カラム温度：120 °C → 220 °C (昇温速度 10 °C/min)

注入口および検出器温度：300 °C

キャリアーガス：ヘリウム 50mL/min

検量線の作成

標準液 5 μ L を量り、それぞれガスクロマトグラフに注入し、得られたピーク高さ比又はピーク面積比から α -(D)ソルビトール、ソルビタン及び1,4,3,6-ソルバイドのそれぞれの検量線を作成する。

定量

試験液 5 μ L をとり、標準液と同様の操作を行い、検量線から試験液中のそれぞれの濃度を求める。

[ステアリン酸アミド]

1. 標準溶液

ステアリン酸アミド 100 mg を精秤し、アセトンを加えて溶解し 100.0mL とし、標準溶液とする。

2. 装置