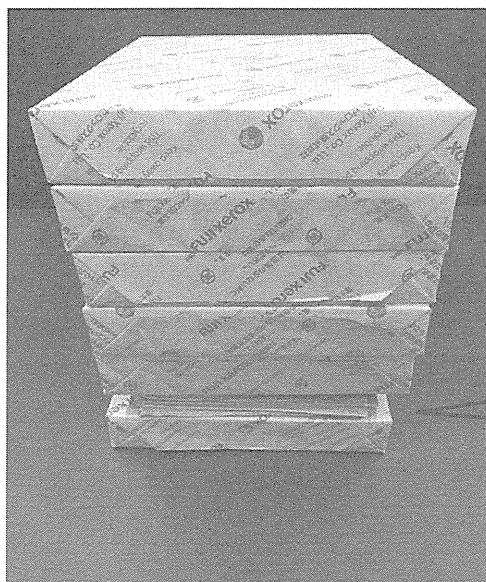


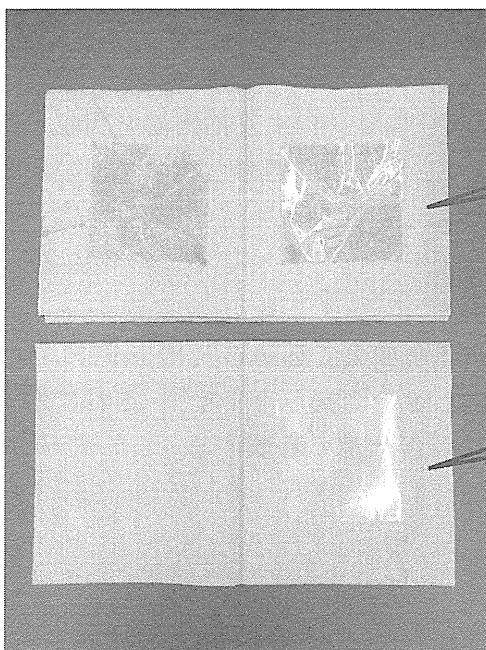
【注意】

- *1 今回の共同試験ではポリエチレン及びポリプロピレンは 80 ℃、天然ゴムは 40 ℃。
- *2 「ろ紙など」としてオリーブ油の除去に適しているのは、ろ紙、キムワイプ、キムタオルなど繊維が付着し出にくく吸油性が高いもの。力強く擦ると試料表面を傷つけたり、紙の繊維が付着するなどして試料質量に影響を与える可能性があるため、試料をこれらに挟んで抑えることにより、表面に付着したオリーブ油を染みこませて除去する。ろ紙などにオリーブ油が付着しなくなるまで繰り返す。
- *3 重しについては特に指定しない。例えば約 10 kg 程度のコピー用紙、本などを重しとして使用する（下記写真参照）。



試料をキムタオルで挟み込み重しをのせたもの

- *4 付着の有無については目視により判断する（下記写真参照）。
—油抜きの場合—



オリーブ油の除去が不十分な状態

オリーブ油の除去が終了した状態

⑦ 溶出後の試料質量の測定

オリブ油を十分に除去した試料は、質量を測定し硫酸デシケーターに静置する。⑤溶出前の試料質量の測定と同様に操作し、質量差が 0.5 mg 以下になった質量を溶出後の試料質量 (W_b mg) とする。

【注意】

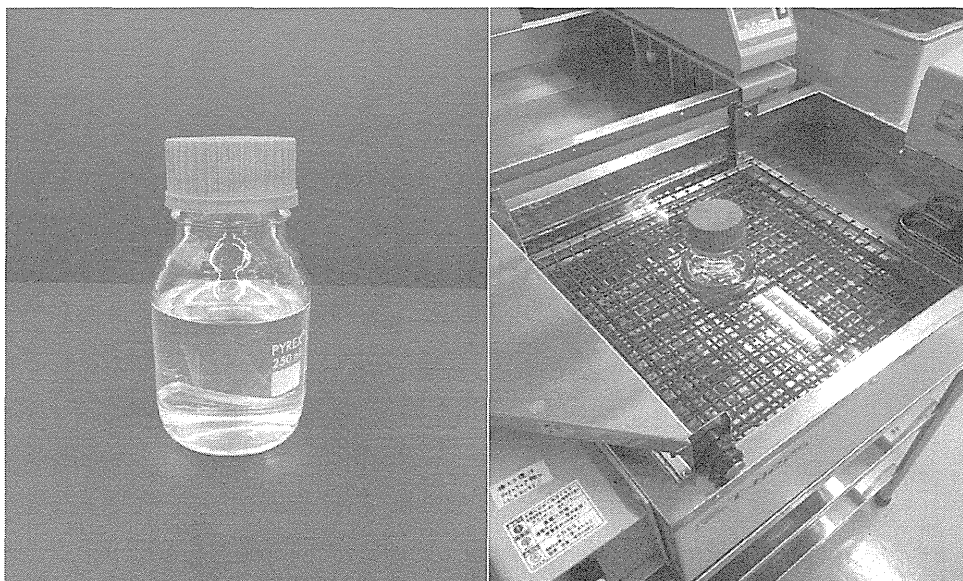
$W_a - W_b$ は一般にマイナスになる。

⑧ 試料中の残存植物油の抽出

試料を広口びんに入れ、シクロヘキサン 190 ml 及び内標準溶液 10 ml を加えて密栓する。40 °C の恒温振とう水槽で振とう^{*1}しながら 120 分間抽出し、抽出液をナスフラスコに移す^{*2}。ロータリーエバポレーターで濃縮し窒素気流下で乾固する。

【注意】

*1 広口瓶は密栓できるものを使用。振とうは目安として 50~100 往復/1 分間



*2 試料を広口びんから取り出し、デカンテーションにより抽出液を回収する。

この場合、試料や広口びんの洗い込みはしない（内標準とオリブ油の比率から算出するので全量である必要はない）。

⑨ 植物油のメチルエステル化

⑧で乾固して得られた残渣にヘプタン 10 ml を加えて溶解し^{*1}、ナトリウムメトキシド溶液 0.5 ml 及びメタノール 2 ml を加え、室温で 15 分間振とうする^{*2}。これに水 5 ml 及び酢酸 0.5 ml を加えて 5 分間振とうした後、試験管等に移し静置する。

【注意】

*1 溶解しにくい場合は超音波を使用してもよい。

*2 目安として 50~100 往復/1 分間

⑩ 植物油の定量

ヘプタン層を GC-FID (又は GC/MS) に注入し、得られたガスクロマトグラムからオリブ油の定量用ピーク (オレイン酸メチル) と内標準ピーク (ヘプタデカン酸メチル) の面積比を求め、内標準法により試料中に残存するオリブ油量 (W_c mg) を求める。検量線^{*1}はオリブ油に内標準溶液 10 ml を加えて濃縮乾固後、⑨及び⑩の操作を行い作成する。なお、検量線範囲は 0.05~1500 mg とし、 W_c が検量線の midpoint 付近となるように 3 点以上の濃度点数により作成する^{*2,3}。

【注意】

- *1 オリブ油は電子天秤を用いて直接採取するか、または 1 mg/ml オリブ油溶液 (オリブ油 50 mg をヘプタンで 50 ml に定容) を調製して必要量を採取し、内標準溶液 10 ml を加えて濃縮乾固し、メチルエステル化後 GC-FID または GC/MS で測定する。横軸にはオリブ油量 (mg)、縦軸にはオレイン酸メチルとヘプタデカン酸メチルのピーク面積比をとる。
- *2 検量線標準溶液は試料測定の前後に各 1 回注入するか、前または後に 1 回の場合は適宜一定濃度 (検量線の中位または試料中のオリブ油量に近いもの) の標準溶液を注入して機器の検出感度が変わっていないことを確認すること。
- *3 検量線の濃度範囲及び間隔は必要に応じて任意でよい。今回は 0.05mg~200mg で十分であろう。いずれの W_c も検量線の中で直線性が良好な部分にくるようにする。試料毎に濃度範囲の異なる検量線を作成してもよい。

GC-FID 測定条件

カラム : Polyethylene glycol 系 (0.25 mm i.d. × 30 m, 膜厚 0.5 μm) ^{*1}

カラム温度 : 100 °C (2 min), 100~250 °C (20 °C/min, 昇温), 250 °C (5 min)

注入口温度 : 250°C ; 検出器温度 : 250°C ; スプリット比 : 1:50

キャリアガス流量 : ヘリウム 2.0 ml/min ; 検出器 : 水素炎イオン化検出器 (FID) ^{*2}

【注意】

- *1 食品衛生法のポリスチレン規格揮発性物質で使用しているものと同等のカラム。
例 : DB-WAX (Agilent Technologies 社)
- *2 GC/MS を使用する場合には、GC-FID 測定条件を参考にそれぞれの装置にあわせて変更してもよい。

⑪ 植物油総溶出物量の算出

植物油総溶出物量 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) は下式^{*1}により算出する。

$$\text{植物油総溶出物量} = \frac{W_a - (W_b - W_c)}{S} \times 1000 = \frac{(W_a - W_b) + W_c}{S} \times 1000$$

W_a : 溶出前の試料質量 (mg)

W_b : 溶出後の試料質量 (mg)

W_c : 溶出後の試料中に残存するオリブ油量 (mg)

S : 試料の表面積 (cm^2) ^{*2}

【注意】

*1 $W_a - W_b$ はマイナスの値となることが多い。

*2 ポリエチレン及びポリプロピレンは 200 cm^2 、天然ゴムは 18 cm^2 となる。

J 結果の報告

記入例を参考にして報告シート（1～3）を記入する。報告シート3は検体（材質）ごとに記入し、1検体につき3試行の結果を報告する*1。報告は W_a 、 W_b 、 W_c 、 $W_a - W_b + W_c$ 、植物油総溶出物量及びそれらの測定日とする。 W_a 及び W_b は天秤の表示通り（0.1 または 0.01 mg の単位）、 W_c は 0.01 mg の単位まで記載する。

試験中に機器のトラブル等の問題が発生した場合は必ず記載すること。

【報告シートの内容】

報告シート1…試薬等の情報、感想など

報告シート2…測定条件

報告シート3…定量結果

試験終了後は速やかに結果等を報告シートに記入し、電子ファイル（E-mail）で研究責任者へ提出する。さらに後日、結果報告書として書面にて研究代表者に提出する。

【注意】

*1 適切な状態で試験が行われていないと判断される場合は再試験を行う。

<その2>揮発性物質試験におけるスチレンのメモリー現象に関する検討

研究代表者 六鹿 元雄 国立医薬品食品衛生研究所
研究分担者 阿部 裕 国立医薬品食品衛生研究所
研究協力者 阿部 智之 (公社) 日本食品衛生協会
研究協力者 大野 浩之 名古屋市衛生研究所

A. 研究目的

ポリスチレン (PS) を主成分とする合成樹脂製の器具・容器包装では、モノマー試験として揮発性物質 (スチレン (ST)、トルエン、エチルベンゼン (EB)、イソプロピルベンゼンおよびプロピルベンゼン) の残存量が規制されている。その試験法は、試料をテトラヒドロフラン (THF) で溶解後、内標準としてジエチルベンゼン (DEB) を加えて試験溶液とし、これをガスクロマトグラフ・水素炎イオン化検出器 (GC-FID) で測定し、内標準法により得られた各成分の定量値から製品中に残存する各成分の濃度を算出して適否判定を行う。一般の製品では各成分の濃度の合計が 5 mg/g 以下、発泡 PS (熱湯を用いるものに限る) では各成分の濃度の合計が 2 mg/g 以下、かつ ST および EB の濃度がそれぞれ 1 mg/g 以下とされている。

食品衛生法では、PS を主成分とする合成樹脂とは、基ポリマー中の ST または α -メチルスチレンの含有率が 50%以上のものと規定されている¹⁾。主に PS を指すが、その他にもアクリロニトリル・スチレン共重合 (AS) 樹脂、アクリロニトリル・ブタジエン・スチレン共重合 (ABS) 樹脂、ポリメタクリルスチレンなどでは ST の含有率が 50%以上の製品も多く、本規格の対象となる²⁾。

平成 26 年度の厚生労働科学研究において、器具・容器包装等の規格試験法の性能評価の一つとして、PS、AS および ABS 樹脂製ペレットを用いた揮発性物質試験の試験室間共同試験を行った³⁾。その結果、公定法の各性能パラメーターの値は極めて良好であり、規格

試験法として十分な性能を有していることが判明した。さらに、検出器として質量分析計 (MS) を用いた GC/MS 法、気相のみを装置に導入するヘッドスペース (HS) 法についても公定法と同等以上の性能を有していることが明らかとなった。

しかしこのうち GC-FID を用いた公定法および GC/MS 法を実施した一部の機関から、繰り返し試験溶液を測定するうちに ST のメモリー現象がみられる、ST のピーク面積が減少する、シリンジが詰まるといった問題が報告された。これらの試験法は THF に溶解した試料を直接 GC に注入するため、ポリマーや不溶物がシリンジや注入口部分に蓄積し、メモリー現象の発生やシリンジの詰まりの原因になったと考えられた。これらの問題に対しては、注入口ライナーに不活性化したガラスウールを詰めるとともに、頻繁にライナー交換を行うなどの対応策が示されているが^{4,5)}、問題の発生状況、原因究明、対応策については具体的な検討が行われていない。ポリマーや不溶物を GC に直接注入せず装置の汚染が少ない方法としては HS 法が有効であり、精度も良好であるが^{3,6)}、公定法の方が試験操作の工程が少なく簡便である。

そこで本研究では、GC-FID を用いた揮発性物質の公定法における問題のうち、特に ST のメモリー現象に注目し、その発生状況や原因を追究し、メモリー現象の低減化を図るための対策案について検討した。さらに、メモリー現象が ST の適否判定にどの程度影響を与えるかについても検討した。

B. 研究方法

1. 試料

AS 試料：AS 樹脂製ピックおよび箸箱

ABS 試料：ABS 樹脂製フォークおよび弁当箱

これらは 2011 年に東京都内で購入し、以前の研究⁷⁾において揮発性物質を定量しており、ST 残存量が既知のものである。

2. 試薬等

DEB：>98%、東京化成工業製

揮発性物質混合標準溶液（5 種）：食品分析用（1,000 mg/L、THF 溶液）、関東化学株式会社製

THF：HPLC 用（安定剤不含）、和光純薬工業製

DEB 試液：DEB 1 mL に THF を加えて 100 mL とし、その 10 mL を採り、さらに THF を加えて 100 mL とした（1 μL/mL）。

石英ウール：石英ウール Fine（1~6 μm）、不活性化処理（シラン処理）、ジーエルサイエンス社製

3. 装置

GC-FID：7890A Agilent Technologies 社製もしくは GC-2010 島津製作所製

4. 測定条件

カラム：DB-WAX（30 m×0.25 mm, 0.50 μm, Agilent Technologies 社製）、オープン温度：60°C-4°C/min-100°C-10°C/min-150°C、キャリアガス：He、1.4 mL（定流量）、ライナー：7890A 用 スプリット用、シングルテーパー、ウール入り（PN：5183-4647、Agilent Technologies 社製）、GC-2010 用 スプリット／スプリットレス用、ウール入り（PN：221-75195、島津製作所製）、注入量：1 μL、シリンジ容量：10 μL、シリンジ洗浄溶媒およ

び回数：THF、前後各 3 回、シリンジ共洗い回数：3 回、スプリット比：30：1、注入口温度：220°C、検出器温度：220°C、H₂ ガス流量：30 mL/min、空気流量：400 mL/min、メイクアップガス流量：He、23.5 mL/min

5. 試験溶液の調製

公定法に準拠した。ただし、試料や溶媒などの量は、すべて 1/2 のスケールで行った。すなわち、細切した試料 0.25 g を量り、10 mL のメスフラスコに採り、THF を適当量加えた。試料が溶けた後、DEB 試液 0.5 mL を加え、次に THF を加え 10 mL としたものを試験溶液とした。

C. 研究結果及び考察

1. 試料の選択

平成 26 年に実施した揮発性物質の試験室共同試験で用いた検体である PS、AS および ABS 樹脂製ペレットの ST 残存量は、それぞれ約 270、730 および 850 μg/g であった。これらの残存量は規格値と比べると比較的少なく、国立医薬品食品衛生研究所では ST のメモリー現象は発生しなかった。そのため、メモリー現象を再現し種々の検討を行うため、ST 残存量がより多い試料を用いる必要があった。

我々が近年に行った市販製品の調査では、PS、AS および ABS 樹脂製器具・容器包装の ST 最大残存量は、PS 樹脂製品（主に即席めん用）は 350 μg/g⁸⁾、AS 樹脂製品（ピック、カップ等）は 2,800 μg/g、ABS 樹脂製品（ピーラー、スプーン等）は 2,000 μg/g であった⁷⁾。この中で最も ST 残存量が多かった AS 樹脂製ピックから調製した試験溶液を繰り返し測定したところ ST のメモリー現象が確認された。したがってこれを試料として以降の検討を行った。

2. ST メモリー現象の発生とブランク溶液による洗浄効果の確認

ST のメモリー現象の発生を確認するため、AS 樹脂製ピックから調製した試験溶液とブランク溶液 (DEB の濃度が試験溶液と同じになるように DEB 試液を THF で希釈した溶液) を交互にそれぞれ 10 回ずつ連続測定し、ブランク溶液のクロマトグラム上に ST ピークが検出されるか否かを調べた。ただし、ライナー、シリンジなどは測定前にすべて新品に交換し、さらに、注入シリンジを介したブランク溶液へのコンタミを防止するため、試験溶液およびブランク溶液は同一のバイアルからは採取せず、20 個のバイアルを用意しそれぞれから採取して注入した。

表1 試験溶液の連続測定による STメモリー現象の発生

測定試料	ピーク面積値		ピーク面積比 (ST/DEB)
	ST	DEB	
試験溶液-1	3687940	2246711	1.641
ブランク溶液-1	0	2439195	0.000
試験溶液-2	3840251	2328504	1.649
ブランク溶液-2	0	2091902	0.000
試験溶液-3	3787203	2295044	1.650
ブランク溶液-3	0	2049727	0.000
試験溶液-4	3803879	2295476	1.657
ブランク溶液-4	0	2311749	0.000
試験溶液-5	3668367	2189827	1.675
ブランク溶液-5	34633	2178200	0.016
試験溶液-6	3726003	2240044	1.663
ブランク溶液-6	41756	2093087	0.020
試験溶液-7	3688582	2215442	1.665
ブランク溶液-7	46935	2312196	0.020
試験溶液-8	3346378	1967931	1.700
ブランク溶液-8	60238	2195414	0.027
試験溶液-9	3928547	2319610	1.694
ブランク溶液-9	85542	2062354	0.041
試験溶液-10	3802783	2211595	1.719
ブランク溶液-10	98997	2288419	0.043

表1 および図1に示すように、5 回目のブランク溶液を測定したときに ST のメモリー現象が確認された。またそのピーク面積値は注入回数が増すごとに大きくなり、ブランク溶液による洗浄効果は確認できなかった。

次いで、ブランク溶液を繰り返し注入することによって ST ピークの低減効果が得られるかを検討した。そこで、10 回連続で試験溶液を測定後、さらにブランク溶液を 5 回連続で測定し、メモリー現象の変化を調べた。表2に示すように、ST のピーク面積値および面積比はともにほとんど変化はなく、ブランク溶液を 5 回連続注入してもメモリー現象は低減しないことが判明した。

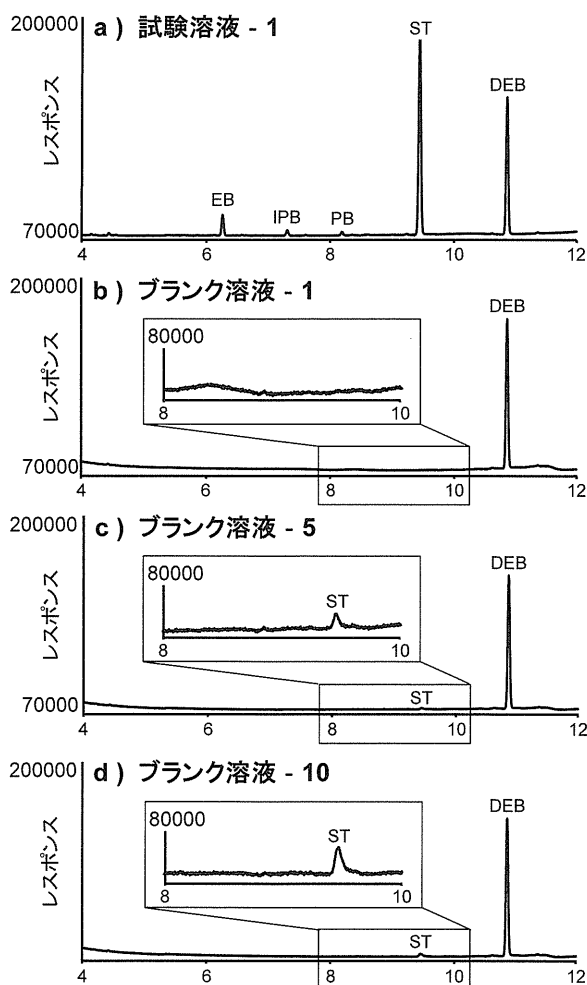


図1 試験溶液(a)およびブランク溶液-1, 5 および10(b~d)のクロマトグラム

EB:エチルベンゼン、IPB:イソプロピルベンゼン、PB:プロピルベンゼン、ST:スチレン、DEB:ジエチルベンゼン
ブランク溶液番号は表1の測定試料番号と同じ。
揮発性物質の保持時間は揮発性物質混合標準溶液と比較して決定した。

表2 ブランク溶液測定によるSTピークの低減効果

測定試料	ピーク面積値		ピーク面積比 (ST/DEB)
	ST	DEB	
ブランク溶液-1	127408	1949131	0.065
ブランク溶液-2	116832	2003500	0.058
ブランク溶液-3	126636	1990500	0.064
ブランク溶液-4	121991	1982112	0.062
ブランク溶液-5	121437	2005048	0.061

試験溶液を10回連続測定後、ブランク溶液を5回連続測定した値

3. カラム温度の昇温プログラムの追加によるメモリー現象の抑制効果

平成26年度の厚生労働科学研究の試験室共同試験では、試験溶液中に含有される添加剤やオリゴマーなどの共存物質をカラム内に残留させない目的で、18機関中11機関が規定のカラム温度に洗浄用の昇温プログラムを追加していた。そこで、昇温プログラム追加によるメモリー現象の抑制効果について検討した。

公定法のカラム温度条件に洗浄用の昇温プログラムを追加した60°C-4°C/min-100°C-10°C/min-150°C-20°C/min-240(10min)の温度条件を用い、試験溶液およびブランク溶液を交互に10回連続測定した。その結果を表3に示した。4回目のブランク溶液を測定したときにSTのメモリー現象が確認され、その後も表1の結果と同様にSTのピーク面積値と面積比はいずれも増加した。したがって、洗浄用の昇温プログラムによるSTメモリー現象の抑制効果はないことが明らかとなった。

4. シリンジおよびライナーの洗浄または交換によるSTメモリー現象の低減効果とその原因

シリンジの洗浄および交換、ライナーの交換およびライナーの石英ウールの交換によりSTピークが低減されるか検討した。

表2の測定後、シリンジを10回以上 THF

表3 洗浄用の昇温プログラムを使用したときのSTメモリー現象の抑制効果の確認

測定試料	ピーク面積値		ピーク面積比 (ST/DEB)
	ST	DEB	
試験溶液-1	3818350	2335261	1.635
ブランク溶液-1	0	2259559	0.000
試験溶液-2	3956416	2407641	1.643
ブランク溶液-2	0	2208357	0.000
試験溶液-3	3917514	2391325	1.638
ブランク溶液-3	0	2176105	0.000
試験溶液-4	3902401	2367499	1.648
ブランク溶液-4	26487	2125724	0.012
試験溶液-5	3886595	2359170	1.647
ブランク溶液-5	33488	2078443	0.016
試験溶液-6	3859994	2345094	1.646
ブランク溶液-6	33705	2020293	0.017
試験溶液-7	3897245	2365394	1.648
ブランク溶液-7	61290	2010380	0.030
試験溶液-8	3915017	2342990	1.671
ブランク溶液-8	68744	2048085	0.034
試験溶液-9	4032910	2397862	1.682
ブランク溶液-9	105333	2019227	0.052
試験溶液-10	4037654	2390194	1.689
ブランク溶液-10	124779	2057313	0.061

で洗浄し、再度ブランク溶液を5回連続測定した。その後シリンジを新品に交換してからブランク溶液を同様に5回連続測定した。表4に示すように、シリンジを洗浄してもSTピークの面積値はほとんど減少しなかった。また、シリンジを交換すると1回目の測定でピーク面積値は20%程度減少したが、その後は減少しなかった。

次にライナー交換後にブランク溶液を5回連続測定した。表4に示すように、STピークはライナー交換後に完全に認められなくなった。また、ライナーのウールのみを新品に詰め直すだけでもSTピークは完全に取り除け

表4 シリンジおよびライナー交換等による
ST ピークの低減効果

測定試料	ピーク面積値		ピーク面積比 (ST/DEB)
	ST	DEB	
シリンジ洗浄後			
ブランク溶液-1	133908	1992109	0.067
ブランク溶液-2	130375	2000857	0.065
ブランク溶液-3	125300	2021949	0.062
ブランク溶液-4	137388	2019345	0.068
ブランク溶液-5	132174	2014066	0.066
シリンジ交換後			
ブランク溶液-1	91249	2100970	0.043
ブランク溶液-2	104003	2041055	0.051
ブランク溶液-3	112246	2046102	0.055
ブランク溶液-4	108839	2041813	0.053
ブランク溶液-5	105184	2055012	0.051
ライナー交換後*			
ブランク溶液-1	0	2345853	—

*ブランク溶液-2以降のSTのピーク面積値はすべて0だったため省略した

ることも確認された。したがって、ST メモリー現象の低減に最も効果的なのはライナーまたはウール交換であることが明らかとなった。

これらの結果は、他の試料（AS 樹脂製箸箱、ABS 樹脂製フォークおよび弁当箱）から調製した試験溶液の場合、他のメーカーのGC-FID（島津製作所製）を用いた場合でも同様であることが確認された。

以上の結果から、ST のメモリー現象は、試験溶液を繰り返し測定することによって注入口に蓄積したオリゴマーやポリマーが、それ以降の測定の際に再溶解と熱分解を受けてST に変化することで発生したのではないかと推測された。しかも、オリゴマーやポリマーは測定回数が増えると注入口に大量に蓄積すると考えられ、ブランク溶液を5回連続測定する程度では減少せず、ライナーまたはウール交換しない限りメモリー現象は低減しな

いことが判明した。

5. ST メモリー現象による適否判定への影響

メモリー現象により検出された ST が適否判定へどのような影響があるか検討した。

表1に示したように、本研究で用いた試料では5回目の測定でSTのメモリー現象が発生した。そのときのSTのDEBに対するピーク面積比は0.016であり、試験溶液のSTのDEBに対するピーク面積比の約1%であった。これは、ST残存量として約30 µg/gに相当する。その後、測定を繰り返すことにより見かけのST残存量は0.6 ~ 23 µg/g程度ずつ増加し、10回目では約70 µg/g相当に達した。以前に実施したASもしくはABS樹脂製器具・容器包装中の揮発性物質の残存量調査において5種類合計の最大値は3,200 µg/gであった⁷⁾。また、揮発性物質の規格値は5種合計で5 mg/gであることから、メモリー現象由来のST残存量が100 µg/g以下であれば大部分の市販製品の適否判定にはほとんど影響しないと考えられた。しかし、発泡PSについてはSTのみの残存量として1 mg/g以下と規定されており、メモリー現象由来のST残存量が大きい場合には適否判定に影響を与える可能性があるため注意が必要である。このような場合は、ライナー交換を行い、STピークが検出されないことを確認し再度試験を行う必要がある。ただし、使用する装置やその状態、さらには測定する試料によってメモリー現象由来のST残存量は大きく異なる可能性がある。よりの確な適否判定や精密な定量を行うためには、必要に応じてブランク溶液を測定し、STメモリー現象の発生の有無を確認するとよい。メモリー現象が確認された場合はメモリー現象由来の残存量を把握し、定量値から差し引く必要がある。

D. 結論

揮発性物質試験において指摘されているSTのメモリー現象について、その発生状況を確認し、低減方法および適否判定への影響を検討した。

メモリー現象の原因は試料を繰り返し測定することによって注入口に蓄積したオリゴマーやポリマーに由来することが推測され、その対処法として、洗浄プログラムの追加や洗浄液の注入、シリンジの洗浄および交換だけでは不十分であり、ライナーやその中のウールを交換する必要がある。

試料によっては数回測定しただけでメモリー現象が確認されたが、その見かけの残存量は規格値から見るとそれほど大きくなく、適否判定への影響はほとんどないと考えられた。しかし、より正確な定量や適否判定を行うためには、必要に応じてブランク液を測定し、メモリー現象の発生の有無やその量を把握する必要がある。

E. 参考文献

- 1) 厚生省環境衛生局長通知環食第160号、食品、添加物等の規格基準の一部改正について（昭和54年6月29日）
- 2) 河村葉子、馬場二夫、食品安全セミナー7、器具・容器包装（ISBN4-8058-2127-2）、中央法規、p 61-66（2002）
- 3) 六鹿元雄ら、食品用器具・容器包装等に含有される化学物質の分析に関する研究、平成26年度厚生労働科学研究費補助金 総括・分担研究報告書、17-36（2015）
- 4) 河村葉子、器具・容器包装の規格基準とその試験法（ISBN4-8058-2663-0）、中央法規、p 61-65（2006）
- 5) 日本薬学会編、衛生試験法・注解 2015、（ISBN978-4-307-47043-8）金原出版株式会社、p 627-629（2015）
- 6) 尾崎麻子ら、ヘッドスペース-GCによるポリスチレン製器具・容器包装中の揮発性物質試験の妥当性評価と実態調査（1998~2014年）、食品衛生学雑誌、56、166-172（2014）
- 7) Abe, Y. et al, Survey of volatile substances in kitchen utensils made from acrylonitrile-butadiene-styrene and acrylonitrile-styrene resin in Japan, Food Science & Nutrition, 2, 236-243（2014）
- 8) 平原嘉親ら、ヘッドスペース GC/MS によるポリスチレン製容器入り即席食品に関わる揮発性物質の分析、日本食品化学学会第16回総会・学術大会 講演要旨集、p 30（2010）

<その3> カプロラクタム試験におけるピーク形状改善のための GC条件の検討

研究代表者	六鹿 元雄	国立医薬品食品衛生研究所
研究分担者	阿部 裕	国立医薬品食品衛生研究所
研究協力者	阿部 智之	(公社) 日本食品衛生協会
研究協力者	大野 浩之	名古屋市衛生研究所

A. 研究目的

食品衛生法では、ナイロンを主成分とする合成樹脂製の器具・容器包装についてカプロラクタム (CPL) の溶出試験が規定され、その溶出量は 15 $\mu\text{g}/\text{mL}$ に規制されている。本試験は、20%エタノールを浸出用液とした 60 $^{\circ}\text{C}$ 30 分間の溶出条件により試験溶液を調製し、定性試験および定量試験を行う。定性試験では、試験溶液および CPL 標準溶液 (15 $\mu\text{g}/\text{mL}$) をガスクロマトグラフ・水素炎イオン化検出器 (GC-FID) により測定し、CPL のピーク検出時間を比較し、一致した場合に定量試験を行うこととなっている。定量試験では試験溶液と CPL 標準溶液の CPL ピーク面積を比較して適否判定を行うこととされている。

平成 26 年度の厚生労働科学研究において、器具・容器包装等の規格試験法の性能評価の一つとして、CPL 試験の定量精度について試験室間共同試験を行った結果、各性能パラメーターの値は極めて良好で、規格試験法として十分な性能を有していることが判明した¹⁾。同様に、内標準物質としてヘプタラクタム (HPL) を用いた内標準法についても公定法である絶対検量線法と同等以上の性能を有していることが明らかとなった。しかし、一部の機関から、CPL のピーク割れが発生すると報告があった。

CPL 試験では試験溶液と標準溶液のピーク面積を比較して適否判定を行うため、ピーク割れが発生した場合は、正確なピーク面積が算出できず、誤った判定を行う可能性がある。そこで、CPL のピーク割れ改善のため GC 条

件を種々検討し、ピーク割れ発生時の対応策についても検討した。

B. 研究方法

1. 試薬等

CPL : ϵ -カプロラクタム (>99.0%)、HPL : ω -ヘプタラクタム (>99.0%) 以上東京化成工業製

エタノール: 残留農薬・PCB 試験用 (99.5)、メタノール: 残留農薬・PCB 試験用 (メタノール 5000) 以上和光純薬工業製

CPL、HPL 混合標準原液: CPL および HPL 各 20 mg に 20%エタノールを加えて 20 mL に定容した (1,000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

CPL、HPL 混合標準溶液: CPL、HPL 混合標準溶液 3 mL に 20%エタノールを加えて 20 mL に定容した (150 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

試験溶液: CPL、HPL 混合標準溶液 10 mL に 20%エタノールを加え 100 mL に定容した (15 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。試験溶液は冷蔵庫 (4 $^{\circ}\text{C}$) で保存し、室温に戻してから使用した。

2. 装置

GC-FID : 6890N、オートインジェクター : 7863B Series、以上 Agilent Technologies 社製

3. 測定条件

特に記載している場合を除き GC-FID の測定条件は公定法にしたがった。詳細を以下に示す。

カラム : DB-1 (30 m \times 0.32 mm, 5 μm , Agilent Technologies 社製)、オープン温度 : 240 $^{\circ}\text{C}$ (15

分)、キャリアーガス：He、キャリアーガス流量：CPL の保持時間が約 5 分となるように適宜調節した、ライナー：スプリット用（シングルテーパー、ウール入り、PN 5183-4647、Agilent Technologies 社製）、注入量：1 μ L、シリンジ容量：10 μ L、シリンジ洗浄溶媒（注入前および注入後）および回数：20%エタノールおよびメタノール、各 3 回、シリンジ共洗い回数：3 回、スプリット比：10：1、注入口温度：240°C、検出器温度：240°C、H₂ガス流量：30 mL/min、空気流量：400 mL/min、メイクアップガスおよび流量：N₂、24.6 mL/min

4. 気化容量の計算

気化容量の計算には圧力・流量計算ツールおよび気化容量計算ツール（GC Calculator, <http://www.chem.agilent.com/en-US/Technical-Support/Instruments-Systems/Gas-Chromatography/utilities/Pages/GCCalculators.aspx> より入手）を用いた。

圧力・流量計算ツールにカラムサイズ、注入口温度、流速等を入力し、注入口圧力を求めた。その後、気化容量計算ツールに溶媒の種類、注入口ライナーの種類、注入量、流入量温度および算出した注入口圧力を入力し、推定気化容量を求めた。なお 20%エタノールは溶媒の選択肢になかったため、水 0.8 μ L とエタノール 0.2 μ L の推定気化容量をそれぞれ算出し、得られた数値を合算した値を 20%エタノールの推定気化容量とした。（気化容量計算ツールには初期設定でエタノールは選択できなかったため溶媒のプロパティにエタノールを追加した。追加方法は<参考>に示した。）

C. 研究結果および考察

1. ピーク割れの発生頻度の確認

CPL と HPL（内標準）を 15 μ g/mL（規格値）含有する 20%エタノール溶液を試験溶液とし、この試験溶液を公定法の GC 条件で 1 日 20

回ずつ日を変えて複数回測定し、CPL および HPL のピーク形状およびピーク割れが発生する頻度を確認した。ただしシリンジを介したコンタミを防止するため、試験溶液は同一のバイアルからは採取せず、20 個のバイアルを用意しそれぞれから採取して注入した。

その結果、ピーク形状がシャープで良好なピークも検出されたが、図 1 に示すようにシヨルダーやサブピークを有するピーク割れが確認された（表 1）。サブピークの大きさは一定ではなく、①ピーク強度比がおおよそ 1：2 の大きなピーク割れ、②ピーク強度比がおおよそ 1：5 の小さなピーク割れ、③ピーク強度比が 1：10 以下の非常に小さなピーク割れが確認された。さらに、ピークは分離していなかったが④フロンティングが発生しているピークも確認された。また、ピーク割れの頻度は測定日毎に異なり、ほとんど発生しない日、①や②のようなピーク割れが 4, 5 回程度発生する日、すべて③のようなピーク割れが発生する日など様々であった。また、連続性や再現性等の規則性もなく、ピーク割れが発生するタイミングも日によって異なっていた。

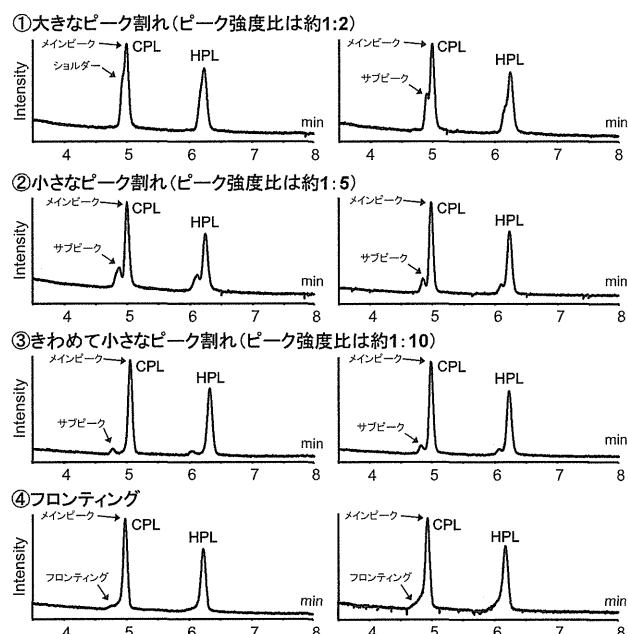


図1 CPL のピーク割れの例
CPL: カプロラクタム, HPL: ヘブタラクタム

表1 公定法におけるCPLおよびHPLのピーク形状、面積値および面積比の比較

No.	ピーク形状*	面積値				面積比 (Cap/Hep)	
		CPL		HPL		メインピーク	合算
		メインピーク	合算	メインピーク	合算		
1	良好	15.295	-**	13.068	-**	1.17	-**
2	③	13.779	16.490	11.020	13.234	1.25	1.25
3	②	10.238	13.490	7.881	10.766	1.30	1.25
4	②	10.703	15.218	8.966	12.961	1.19	1.17
5	②	13.314	15.843	10.749	13.167	1.24	1.20
6	③	13.061	15.374	10.442	13.326	1.25	1.15
7	③	15.547	-**	12.860	-**	1.21	-**
8	③	12.456	15.784	10.552	13.405	1.18	1.18
9	①	10.566	17.029	8.454	14.210	1.25	1.20
10	④	14.419	-**	11.993	-**	1.20	-**
11	③	11.402	14.110	9.392	11.988	1.21	1.18
12	③	11.803	15.114	9.631	12.522	1.23	1.21
13	良好	15.113	-**	13.183	-**	1.15	-**
14	③	11.174	15.201	9.181	12.403	1.22	1.23
15	良好	15.135	-**	13.052	-**	1.16	-**
16	①	14.572	-**	12.148	-**	1.20	-**
17	④	14.598	-**	12.716	-**	1.15	-**
18	③	12.727	15.292	10.322	12.356	1.23	1.24
19	良好	14.590	-**	11.921	-**	1.22	-**
20	③	13.019	15.503	11.099	13.181	1.17	1.18
20% EtOH							
Ave		13.176	15.186	10.931	12.723	1.21	1.19
SD		1.73	0.79	1.65	0.74	0.04	0.03
RSD		13.1	5.2	15.1	5.8	3.2	2.7

*①大きなピーク割れ, ②小さなピーク割れ, ③きわめて小さなピーク割れ, ④フロンティング

**ピーク割れがなかった場合はメインピークを計算に用いた

2. ピーク割れが発生する原因の推定

ピーク割れが発生する原因を推定するため、はじめに、サブピークがキャリーオーバーにともなうメモリー現象によるものなのかを確認した。試験溶液を20回測定した後にブランクとして20%エタノールを測定したがCPLおよびHPLのピークは検出されなかった(表1)。したがってサブピークはメモリー現象に由来するものではないと考えられた。

次に、CPLおよびHPLについて、メインピークだけの場合と、メインピークとサブピークを合算した場合の面積値を比較した。表1

にそれぞれの場合の面積値の平均値、標準偏差(SD)および相対標準偏差(RSD)を示した。メインピークだけの場合のCPLとHPLの面積値のRSDは13.1および15.1%であったのに対し、合算した場合は5.2および5.8%と半分以下になった。このように面積値を合算した場合ではRSDが明らかに小さかったことから、サブピークはメインピーク同様CPL由来であると考えられた。また、CPLのピーク割れが生じた場合は必ずHPLのピークも同様の形状をしていたことから、CPLとHPLの面積比についてもメインピークだけ

の場合と、メインピークとサブピークを合算した場合で比較した。その結果、いずれの場合も RSD は 3%程度となり面積比の差はほとんどなかった。つまり CPL と HPL は全く同じ挙動を示し、メインピークとサブピークの割合も同等であった。このことから、ピーク割れは GC の物理的な要因に起因するものであり、とりわけ試験溶液の注入時に何らかの問題が生じている可能性があると考えられた。

公定法では 20%エタノールの試験溶液を GC に 1 μL 注入するが、この試験溶液の約 80%は水である。水の気化膨張率は大きいいため、注入時のカラムへの導入量が不安定な状態となっているのではないかと考えられた。そこで、20%エタノールを 1 μL 注入したときの推定気化容量を求めた。

圧力・流量計算ツールにより公定法のカラム条件における注入口圧力を求めたところ、94.71 kPa であった (図 2-1)。次に、気化容量計算ツールにより推定気化容量を求めた結果、水 0.8 μL では 963 μL 、エタノール 0.2 μL では 74 μL となり、20%エタノールの気化容量は両者を合算して 1,037 μL と推定された (図 2-2)。一方、ライナー容量は 850 μL であることから、約 20%オーバーロードしていることが明らかとなった。したがって、試料のオーバーロードがピーク割れの原因であると疑われた。

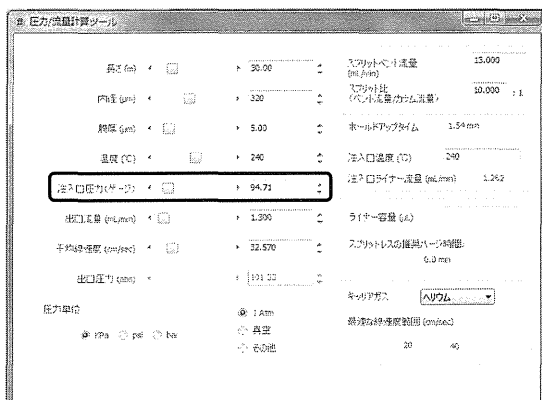


図2-1 公定法のカラム条件における注入口圧力の計算

3. カラムサイズの変更

一般に、試料のオーバーロードは気化容量を小さくすることで抑制される。気化容量を小さくするためには、現行のカラムよりも長く、カラム内径が小さいものを選択する必要がある。そこで、カラム長さを 30 から 60 m、カラム内径を 0.32 から 0.25 mm に変更したときのピーク形状を確認した。ただし、膜厚は市販品で最も厚い 1 μm とし、キャリアガスの流量は公定法における平均線速度と同じになるように 1.7 mL/min とした。なおこのときの CPL は約 4.8 分に流出した。また、推定気化容量は 466 μL となりライナー容量は超えなかった。

試験溶液を繰り返し 20 回測定したときの CPL のピーク形状を表 2 にまとめ、代表的なクロマトグラムを図 3 に示した。その結果、図 1 ①のような大きなピーク割れは確認されなかったが、②もしくは③のような小さなピーク割れが大部分で確認され、一部は 3 本に分かれた。このようにカラムサイズを変更することで若干のピーク形状の改善は認められた。しかしピーク割れを完全に改善することはできずその原因は不明であった。

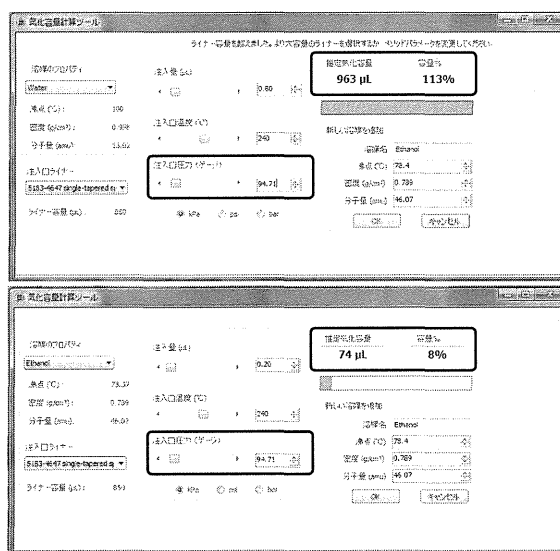


図2-2 公定法のカラム条件における推定気化容量上:水0.8 μL 、下:エタノール0.2 μL

表2 各測定条件変更によるCPLのピーク形状のまとめ

ピーク形状	公定法	カラム サイズの 変更	水の注入量の低減									
			0.5 μ L 注入	0.5 μ L注入					有機溶媒による希釈(1 μ L注入)			
				スプリット比 変更	注入口温度 変更	昇温条件の 変更	ライナーの 変更	ウール量 変更	エタノール	アセトン	注入口温度 280°C	
エタノール	アセトン	エタノール	アセトン									
良好	4	0	8	5	12	20	7	20	11	15	20	20
①	2	0	0	0	0	0	4	0	0	0	0	0
②	3	2	1	15	0	0	4	0	0	0	0	0
③	9	18	11	0	0	0	1	0	0	0	0	0
④	2	0	0	0	8	0	4	0	9	5	0	0
ベースラインの乱れ	0	0	0	5	1	0	0	8	1	2	6	6
CPL面積値のRSD ^{*1}	5.2	6.1	4.2	3.6	2.7	3.9	2.4	1.6	1.5	1.7	1.8	2.3
HPL面積値のRSD ^{*1}	5.8	6.4	5.2	4.9	2.4	3.2	1.8	2.1	1.9	2.2	1.5	3.1
CPL/HPL面積比のRSD ^{*1}	2.7	3.4	4.1	2.4	2.5	4.9	2.7	2.6	1.5	1.8	2.0	2.1

数値は試験溶液を20回測定したときの各ピーク形状のピークおよびベースラインの乱れが発生したときの回数を示した。

ピーク形状は図1に示した①大きなピーク割れ, ②小さなピーク割れ, ③きわめて小さなピーク割れ, ④フロンティングに分類した。

^{*1}ピークが分離した場合の面積値および面積比は合算した数値を用いた

各測定条件における変更内容は以下のとおり

カラムサイズ変更:長さ30 m, 内径0.32 mm, 膜厚5 μ m(公定法) → 長さ60 m, 内径0.25 mm, 膜厚1 μ m

0.5 μ L注入:5 μ L容シリンジを使用

スプリット比変更:10:1(公定法) → 20:1

注入口温度変更:240°C(公定法) → 280°C

昇温条件の変更:240°C(15分)(公定法) → 150°C-10°C/分-280°C

ライナーの変更:スプリット分析用テーパー付きライナー → スプリット用ストレートライナー

ウール量変更:図6に示すように, およそ倍量になるようにライナーのウールを追加した

有機溶媒による希釈:エタノールもしくはアセトンで試験溶液を倍に希釈した

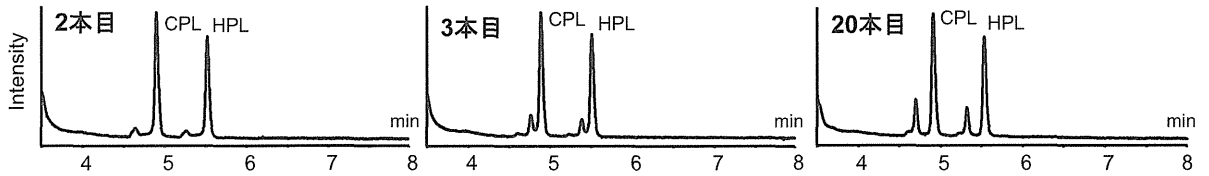


図3 カラムサイズを変更したときの試験溶液のクロマトグラム
CPL: カプロラクタム, HPL:ヘブタラクタム

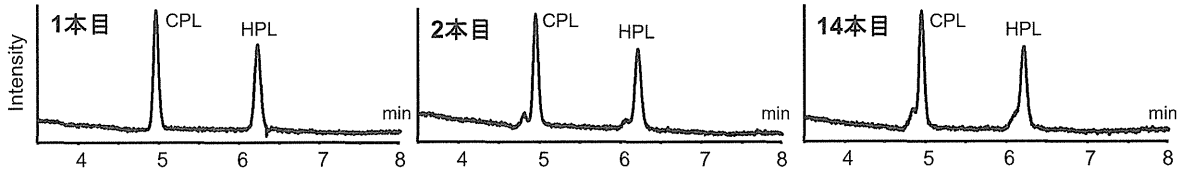


図4 注入量を 0.5 μ L としたときの試験溶液のクロマトグラム
CPL: カプロラクタム, HPL:ヘブタラクタム

4. 水の注入量の低減

試料のオーバーロードは試験溶液中の水が主な原因であり、水の注入量を減らすことで解消されると期待された。そこで水の注入量を低減させたときのピーク形状を確認した。

1) 注入量の変更

水の注入量を減らすことはすなわち試験溶液そのものの注入量を減らすことでもある。そこで試験溶液の注入量を低減したときのピーク形状を確認した。

本研究で使用したオートインジェクターでは、使用するシリンジ容量の 2、10、20、30、40 および 50%に相当する量の注入が可能である。通常使用されるシリンジ容量は 5 または 10 μ L であることから、1 μ L 未満で可能な注入量は 10 μ L 容のシリンジを用いた 0.2 μ L と 5 μ L 容のシリンジを用いた 0.5 および 0.1 μ L である。このうち、0.1 μ L では注入量が少なすぎて十分な感度が得られないことが予想されたため、0.2 および 0.5 μ L について検討した。各注入量における 20%エタノールの推定気化容量は 0.2 μ L では 206 μ L、0.5 μ L では 518 μ L であるため、いずれもライナー容量より小さくなり、ピーク割れの解消が期待される。試験溶液を注入量 0.2 および 0.5 μ L で 20 回繰り返し測定し、CPL と HPL の各ピーク面積値およびその面積比を算出し、10 μ L 容の

表3 注入量の違いによる面積値および面積比のRSD (%)の比較

注入量	面積値		面積比
	CPL	HPL	CPL/HPL
1	5.2	5.8	2.7
0.5	4.2	5.2	4.1
0.2	7.6	8.8	4.4

ピークが分離した場合の面積値および面積比は合算した数値を用いた

シリンジを用いた 1 μ L 注入の結果 (表 1 のデータを使用) と比較した。

表 3 にそれぞれの注入量で試験溶液を 20 回測定したときの面積値および面積比の RSD (%) を示した。ただし、ピーク割れが生じた場合は合算した値を用いた。面積比の RSD は注入量に関わらず、いずれも 5%未満と良好であったが、面積値の RSD は 1 および 0.5 μ L 注入では 4.2~5.8%であったのに対し、0.2 μ L 注入では 7.6 および 8.8%とわずかに大きかった。以上の結果から、注入量を減らしつつ公定法の 1 μ L 注入と同程度の精度を得るためには 5 μ L のシリンジを用いて 0.5 μ L 注入とするのが適切と考えられた。

この時の CPL のピーク形状を表 2 にまとめ、代表的なクロマトグラムを図 4 に示した。図 1 ①のような大きなピーク割れは発生しなかったが、②および③のような小さなピーク

割れがおよそ半数から確認された。

このように、注入量を公定法の半分の 0.5 μL にすることでピーク形状の改善が認められたがピーク割れを完全になくすことはできなかった。

2) その他条件の変更

注入量を 0.5 μL に変更しても完全にピーク割れは改善されなかったが、カラムサイズを変更したときよりも大幅な改善が認められた。したがって注入量を 0.5 μL としたうえで、さらに種々の条件を変更することでピーク形状のさらなる改善が期待された。そこで、スプ

リット比、注入口温度、カラム昇温条件、ライナーのグラスウール量およびライナーの種類といった条件を変更することでピーク形状が改善されるか否かを確認した。それぞれの条件におけるピーク形状を表 2、代表的なクロマトグラムを図 5 に示した。

① スプリット比

スプリット比を 10:1 から 20:1 に変更し、試験溶液を 20 回測定した。その結果、半数以上で極めて小さなピーク割れが確認された。また 50:1 に変更しても改善は認められなかった。そのため、スプリット比の変更ではピーク割れの改善は見られなかった(図 5 ①)。

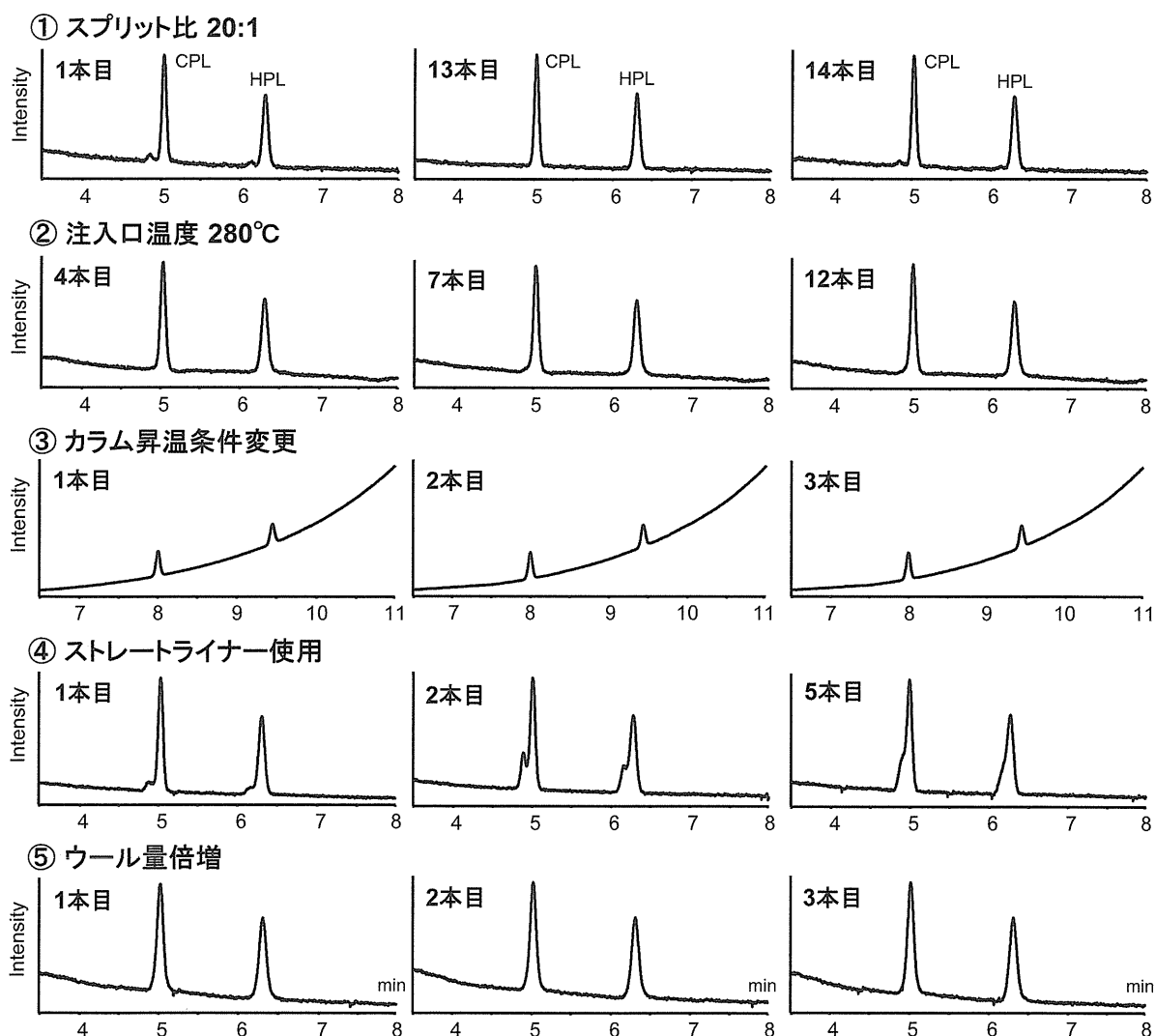


図5 注入量およびスプリット比などのその他条件を変更したときの試験溶液のクロマトグラム
CPL: カプロラクタム, HPL: ヘプタラクタム

② 注入口温度

注入口の温度をカラム温度より高くすることで、試料がカラムに注入された際のコールドトラップ効果により、ピーク形状が改善する可能性があった。そこで注入口温度を240℃からカラムの最高温度である280℃に変更し、ピーク形状を確認した。その結果、ピーク割れは確認されなかったが、ピークのわずかなフロンティングが約半数で確認された(図5②)。

③ カラム昇温条件

カラム初期温度を低くすることでもコールドトラップ効果が得られピーク形状が改善されると期待された。そこでカラムの初期温度を下げ、昇温条件を150℃-10℃/min-280℃としたときのピーク形状を確認した。その結果、ピーク割れはほとんど発生しなかったが、ベースラインが著しく上昇し、試験法としては望ましくなかった(図5③)。初期温度、昇温条件、最終温度などを変更したが、いずれもベースラインの上昇は改善できず、適切な温度条件を設定できなかった。

④ ライナーの種類

ライナーの形状はメーカーにより様々であるが、基本的にストレートライナーとテーパ付きライナーの2種に大別される。ストレートライナーはテーパ付きライナーよりも容量が大きく、スプリット比が大きい分析に適している。そこで、スプリット用の不活性処理済みストレートライナー(ウール入り、PN 5190-2294)に変更し、ピーク形状を確認した。しかし、ほとんどの場合で図1②および③のようなピーク割れや④のようなピークのフロンティングが確認され、ピーク割れは改善しなかった(図5④)。

⑤ ライナー中のウール量

ライナー中のウール量の違いによるピーク形状への影響を確認した。図6に示すように、不活性化したグラスウールを通常のほぼ半分量および倍量詰めたライナーを用いて試験溶

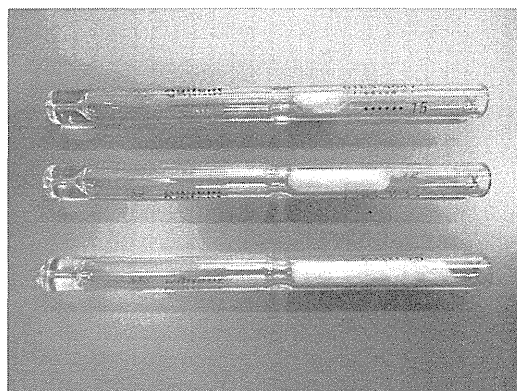


図6 ウール量を変更したライナー
上段:約半分, 中段:通常, 下段:約2倍

液を測定した。

グラスウール量を半分にした場合、ベースラインが大きく波打つように乱れたため、ピーク面積の正確な算出は困難であった。この原因は、シリンジの先端がウールに届いていないため、試料の気化が不十分となってしまったためと考えられた。

一方、グラスウールを倍量にした場合、ベースラインにノイズピークが見られたが、ピーク割れおよびフロンティングは確認されなかった(図5⑤)。

3) 試験溶液の希釈

有機溶媒の気化容量は水よりも小さく、公定法の測定条件における推定気化容量は、メタノールが約540 μL、アセトニトリルが約410 μL、エタノールが約370 μL、アセトンが約300 μL、イソプロパノールが約280 μL、テトラヒドロフランが約270 μL、ヘキサンが約160 μLと水の半分以下となる。したがって、試験溶液を有機溶媒で希釈することにより水の注入量を減らすことができると考えられた。そこで、試験溶液に有機溶媒を加えて2倍希釈したものをを用いて、公定法の条件で測定しピーク形状を確認した。希釈に用いる有機溶媒は水やCPLとの相溶性および気化容量を考慮し、エタノールおよびアセトンとした。希釈にエタノールを用いたときの推定気化容量は約700 μL、アセトンを用いたときは約

670 μL となり、いずれの場合もスプリット用テーパー付ライナーの容量 (850 μL) を超えなかった。

希釈した試験溶液を 20 回測定したときの CPL のピーク形状を表 2、代表的なクロマトグラムを図 7 に示した。いずれの溶媒で希釈した場合もピーク割れは発生せず、CPL および HPL の面積値およびこれらの面積比の RSD も約 2% と良好であった。しかし全体的にわずかではあるがフロンティングが確認された (図 7 ①、②)。そこでコールドトラップ効果を得るために注入口温度を 280 $^{\circ}\text{C}$ に変更して測定したところ、いずれの溶媒で希釈した場合も一部にベースラインの乱れが発生したが、ピーク形状はシャープでフロンティングは発生しなかった (図 7 ③、④)。

4) ピーク形状改善のまとめ

オーバーロードによるピーク割れは、水の注入量を少なくし、注入口温度を高くするもしくはライナーのガラスウールを増量することで改善された。このうち注入量の低減については、本研究のように 5 μL のシリンジを用いても良いが、使用するオートインジェクターによっては 10 μL のシリンジでも 0.5 μL 注入が可能である。また、試験溶液を有機溶媒で希釈することも有効であった。これらの変更は簡単であり、いずれの機関においても容易に適用可能である。一方、ガラスウールを追加する作業は若干煩雑であり、新たなコンタミの要因にもなりうるので注意が必要であった。

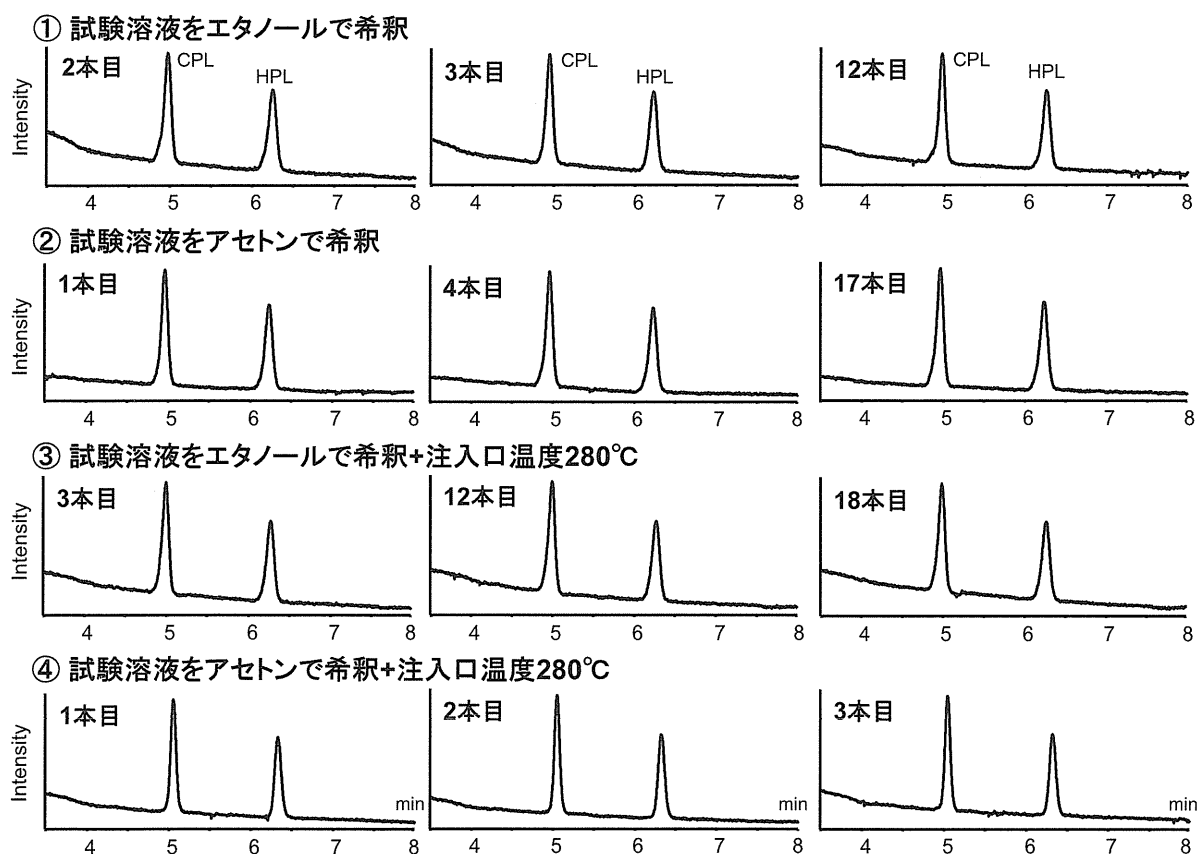


図7 試験溶液を有機溶媒で希釈したときのクロマトグラム
CPL: カプロラクタム, HPL: ヘプタラクタム

5. ピーク割れ発生時の対応

CPLのピーク割れは試験溶液の約80%を占める水の気化膨張率が大きいため発生すると考えられたが、発生する頻度やタイミングに規則性や再現性はなく、ピーク形状も様々であった。実際の試料において、例えば図1①～③のような2つのピークが存在した場合、サブピークがCPLのピークの一部なのかCPL以外の溶出物または混入物なのか判断することはできない。そのため、CPLのピーク割れが疑われる場合は、試験溶液にHPLを添加し、CPLとHPLのピーク形状を比較することで、サブピークがCPLのピークの一部なのかCPL以外の物質によるものなのかの判断の目安になると考えられた。

ピーク割れが頻発する場合は、コールドトラップ効果を得るために注入口温度を高く設定したり、試験溶液および標準溶液をエタノールやアセトンなどの有機溶媒で希釈して測定するのが有効であった。

D. 結論

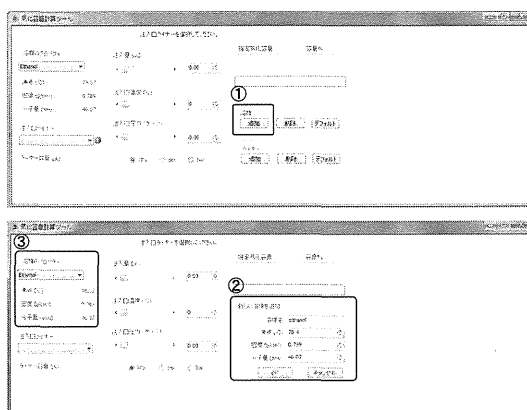
CPL試験において一部の試験機関でCPLのピーク割れがみられたことから、この原因と対応策を検討した。その結果、ピーク割れの原因は、試験溶液の約80%を占める水の気化膨張率が大きいに起因するライナー内でのオーバーロードと推測された。ただし、発生する頻度やタイミングに規則性や再現性がなく、ピーク形状も様々であった。注入条件の変更、気化容量の低減化、カラム昇温条件の変更によるピーク割れ発生時の対応策を検討した。その結果、試験溶液の注入量を減らすことによりピーク形状の改善が見られた。また、注入口温度を280℃に設定し、試験溶液および標準溶液をエタノールやアセトンで希釈したのちに測定する方法では良好なピーク形状が得られ、ピーク割れの対応策として最も有効と考えられた。

E. 参考文献

- 1) 六鹿元雄ら、食品用器具・容器包装等に含有される化学物質の分析に関する研究、平成26年度厚生労働科学研究費補助金 総括・分担研究報告書、49-61 (2015)

<参考> 気化容量計算ツールの溶媒プロパティへのエタノールの追加

- ① 欄内右下の溶媒の追加をクリック
- ② 溶媒名: Ethanol、沸点(°C): 78.4、密度(g/cm³): 0.789、分子量(amu): 46.07 を導入してOKをクリック
- ③ 溶媒のプロパティとして Ethanol が選択可能



参考図 溶媒プロパティへのエタノールの追加