プラスチック等の添加剤の分析方法に関する研究

佐藤　亨*　木嶋　祐太*

Research on method of analyzing additives in plastics

SATO Tohru* and KIJIMA Yuta*

抄　　録

プラスチックなどの高分子にはその性能を向上させるために多種類の添加剤が含有されている。本研究では，このような添加剤を比較的簡易に分析するための方法について検討を行った。パイロライザーにより試料を加熱し，揮発した添加剤を液体窒素によりトラップし，ガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS）で分析するという方法である。今回，ポリプロピレンを試料として実験した結果，温度条件によっては添加剤の分析ができることがわかった。

1．緒　　言

プラスチックをはじめとする高分子物質は各々の高分子に機能性を付与するために様々な添加剤が用いられており，同じ系統の高分子物質であっても添加剤により異なる性質を持つ。主な添加剤の一例[1),2)]を表 1 に示す。

このような添加剤の分析を行う際は，通常，溶解，抽出などの前処理を行う必要がある。このような前処理には非常に時間がかかったり，何段階もの工程を踏まなければならないという

表 1　添加剤の種類

種類	効能	化合物等の種類
酸化防止剤	熱･酸素による劣化防止	フェノール系 リン系 イオウ系
光安定剤	紫外線による劣化防止	ベンゾフェノン 安息香酸エステル
金属不活性化剤	金属による劣化防止	オキシアニリド系
安定剤	PVCの脱塩酸防止	金属石けん エポキシ系
滑剤	滑性向上 離型剤	炭化水素 高級アルコール 高級脂肪酸 シリコン
可塑剤	柔軟性付与	フタル酸エステル エポキシ系
帯電防止剤	帯電の防止	界面活性剤
防曇剤	水滴付着防止	多価アルコール部分エステル
難燃剤	自消性付与	無機酸化物 有機ハロゲン系
強化剤	力学的特性向上	ガラス繊維 炭素繊維
充てん剤	加工性向上 増量剤	シリカ アルミナ 炭酸カルシウム

ような困難が伴う。そこで，本研究ではより簡易に分析する方法を検討した。具体的にはパイロライザーを使用し試料を過熱し，添加剤を気化させ液体窒素でトラップし，その後ガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS）で分析するという方法である。試料としてポリプロピレンのペレット（カクタス社製 MH540）を温度条件を変化させて分析を行った。

2．実験

2.1　パイロライザーについて

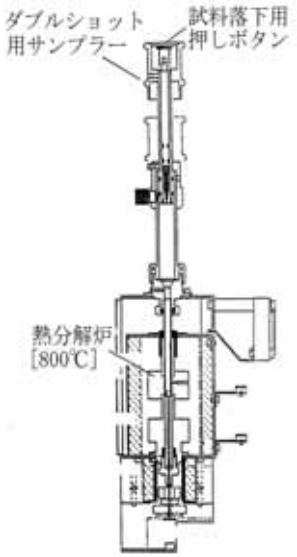

図 1　パイロライザー

* 上越技術支援センター

今回の実験では試料の測定の際にパイロライザーを用いた。図 1 にその概略図を示す。パイロライザーはホルダに入れた試料を熱分解炉の位置に移動させ，その炉温度での揮発成分をガスクロマトグラフへと導入する装置である。試料を熱分解炉へと導入しそのまま 3 分間保持する。その間に発生した気体は液体窒素でトラップする。その後，試料を元の位置に戻し，液体窒素をはずし測定を開始する。

2.2　実験条件

○使用機器：

・ガスクロマトグラフ質量分析計(GC-MS)

Automass II 50（日本電子㈱製）

・パイロライザー

PY-2010D（フロンティア・ラボ社製）

○GC 条件

昇温速度（℃／分）	温度（℃）	保持時間（分）
	50	1
30	200	20

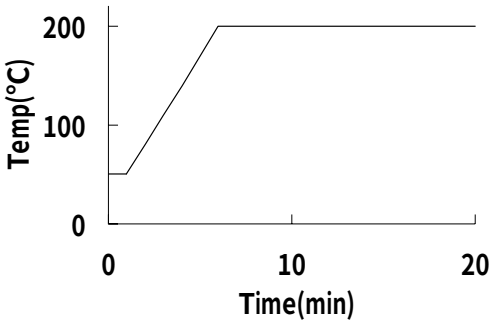

図 2　GC 条件

○MS 条件

マススペクトル範囲：30～300(m/Z)

スキャン時間：0.3 秒

データ取込時間：40 秒～15 分

○パイロライザー温度条件：

260,280,300,320,340,360℃

○試料：ポリプロピレンペレット(PP)

2.3　結果

実験条件に示した各温度でのガスクロマトグラフチャートは以下の図 3～5 に示すとおりである。特徴のある 260℃，300℃，320℃の 3 つについてのみ示した。

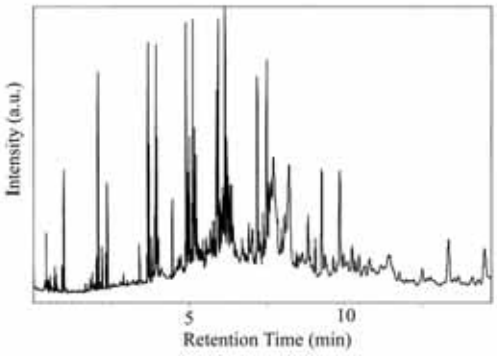

図 3　260℃の結果

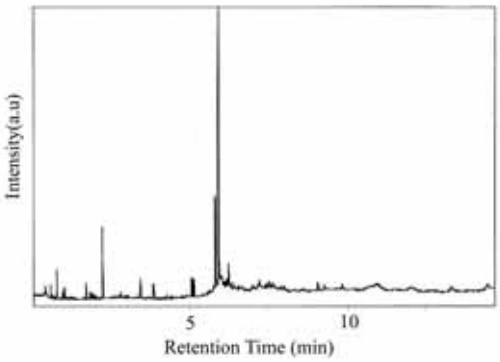

図 4　300℃の結果

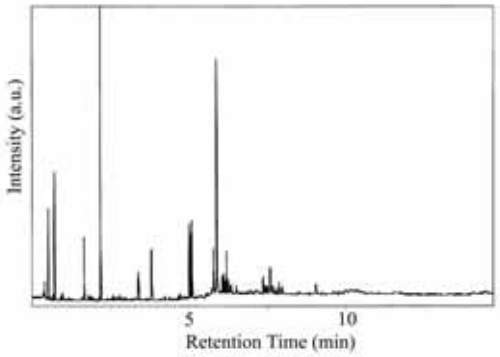

図 5　320℃の結果

2.4　考察

図 3 の 260℃のチャートにおいては多数のピークが確認できる。この中で最も強度の大きい 6.2min 付近のピークのマススペクトルの解析

結果を図 6 に示す。上段が測定スペクトル，下段が解析結果である。

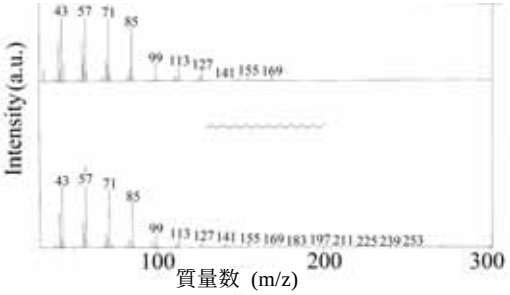

図 6　260℃のマススペクトルの結果

この結果からこのピークは Docosane 等の炭化水素であることが推測できる。これはおそらく滑剤等に用いられた炭化水素が検出されたのではないかと考えられる。

次に 300℃のチャート（図 4）についてであるが，5.9min 付近に強度の大きなピークが見られる。この点におけるマススペクトルの解析結果を図 7 に示す。

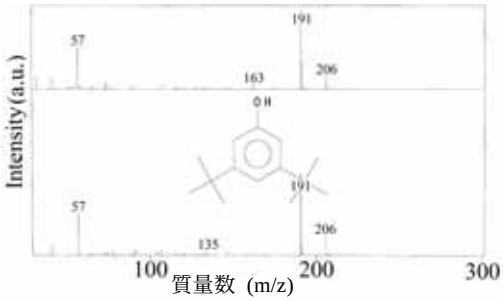

図 7　300℃のマススペクトルの結果

この結果からこのピークは 3,5-bis(1,1-dimethylethyl)-phenol であることが推測できる。これは PP の添加剤の 1 つであるアルキルフェノール系のラジカル連鎖禁止剤であり、酸化防止剤であると考えられる。300℃のチャートにはこのピークが明確に現れているが，今回の温度範囲全体にわたってこのピークは確認できた。予備的な実験の結果からは 150℃付近から発生していると考えられる。しかしながら，この添加剤の分析および解析という観点から言えば 280～300℃の温度範囲が適当であると考えられる。

320℃のチャート（図 5）に注目してみると，2.5min 付近に最も強度が大きいピークが現れている。この解析結果を図 8 に示す。

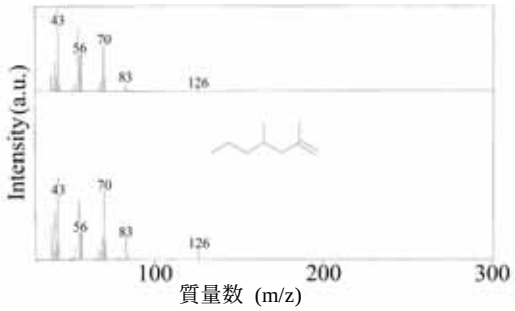

図 8　320℃のマススペクトルの結果

解析の結果からは，2,4-dimethyl-1-heptene などの炭化水素であることが推測できる。これは，温度などの条件から PP の分解生成物ではないかと考えられる。これ以上の温度になるとさらに多くのピークが現れる。このように適切な温度範囲を定めなければ必要とされる物質以外のピークが現れ，解析を困難にしてしまう恐れがある。

3．結　　言

パイロライザーを用いることにより，比較的簡易な方法で滑剤，酸化防止剤などのプラスチックの添加剤を分析することが可能であった。しかしながら，その温度条件によることが大きく，効率のよい分析を行うためには多種類の試料についての測定データの蓄積が必要であると考えられる。

参考文献

1) 大阪市立工業研究所，プラスチック技術協会，“ プラスチック読本 ”，1954，p207-223.
2) 伊藤公正，“ プラスチックデータハンドブック ”，1980，p673-826.