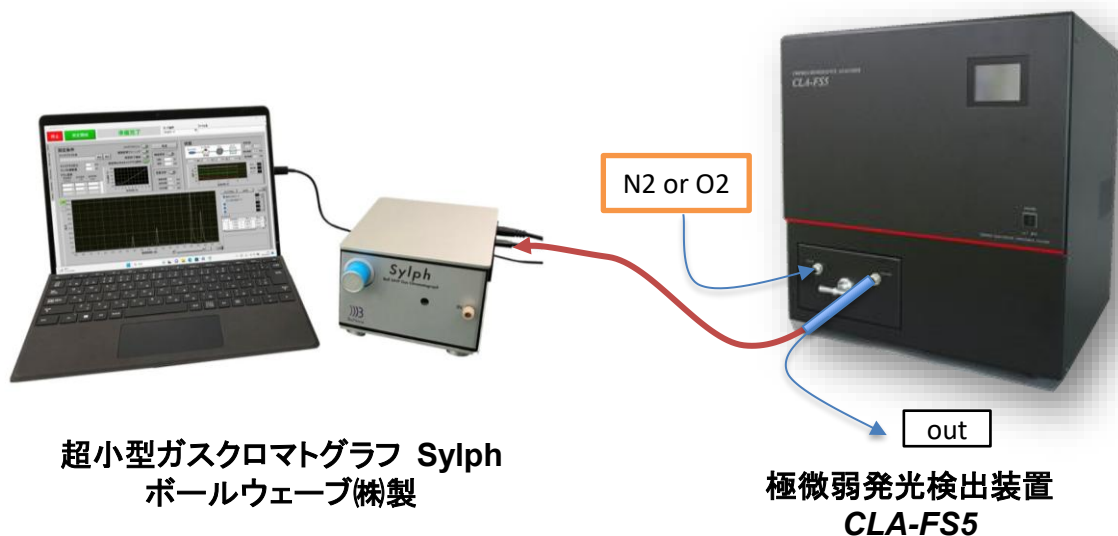


極微弱発光検出－放散ガス同時分析 による再生ポリプロピレンの劣化評価

Assessment of Recycled Polypropylene by Simultaneous Analysis of Ultra-weak Luminescence and Out Gases

東北電子産業(株)の極微弱発光検出装置（ケミルミネッセンスアナライザー、CLA-FS5）とボールウェーブ(株)様の超小型ガスクロマトグラフ(GC) Sylphを接続し、プラスチックの熱劣化を2つの手法で同時評価する検証を行った。押し出し加工回数の異なるポリプロピレン(PP)ペレット試料からのCLと放散ガスを同時測定した例をご紹介します。



■ サンプル

PPペレット(日本ポリプロ製 homoPP、MA3、1 g)

試料	試料室温度	雰囲気ガス
バージン材	200℃	N2、O2 200 mL/min
200℃、5回押出品	200℃	N2、O2 200 mL/min
200℃、10回押出品	200℃	N2、O2 200 mL/min



■ 測定

CLA-FS5試料室排気ラインからガスの一部をサイクロンフィルターを介してSylphに分取できるよう両装置を接続した。押し出し回数が異なるPPペレット(バージン、5回・10回押し出し)各1 gをCLA-FS5試料室にて200℃で加熱し、最初に窒素雰囲気下でCL測定と放散ガスの測定を行い、その後、試料室を酸素雰囲気に切り替えて劣化を促進し、自動酸化がスタートした時間（酸化誘導時間（OIT：Oxidation Induction Time））から600秒間、放散ガスの捕集を実施した。

CL測定は窒素下測定では熱による発光を除くためIRカットフィルターを用い、酸素測定では窒素測定と比較して2桁ほど高い発光が見られたことから減光フィルター（ND2,1/100）を追加した。

ケミルミネッセンスアナライザーへのお問い合わせは

東京支店：044-411-1263
本社：022-266-1611
利府事業所：022-356-6111

TECHOKU 東北電子産業株式会社

本社：仙台市太白区向山2-14-1 TEL022-266-1611
web <http://www.tei-c.com> mail sales@tei-c.com

■ 測定結果

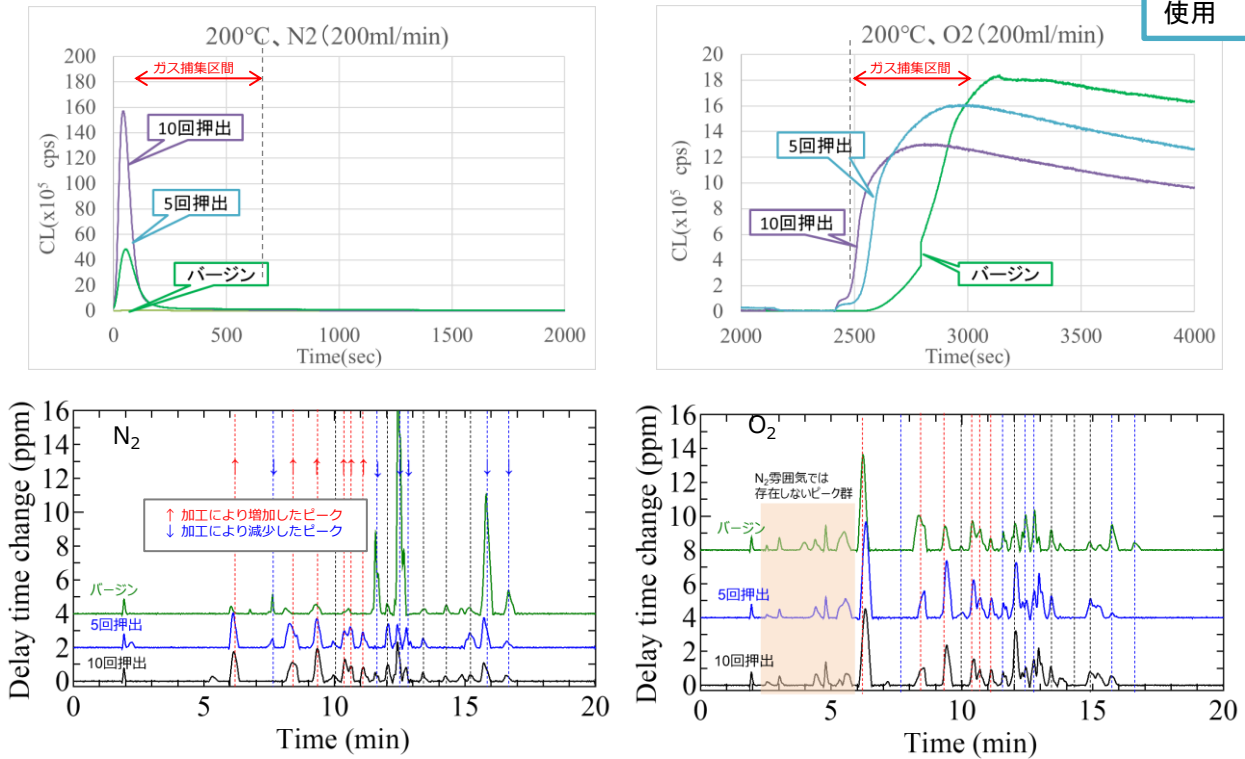


Fig. CLA-FS5とSylphによる連携測定の実例 左側：窒素雰囲気、右側：酸素雰囲気 上段：CL経時変化、
下段：放散ガスのガスクロマトグラム (PP, 200°C, N₂→O₂ 各200 mL/min ; 押し出し加工0/5/10回品の比較)

図に示すように、CL測定とガスクロマトグラフィー (GC) 測定を同時に実施できることを確認した。窒素雰囲気でのCLピークはすでに存在する過酸化物の分解に起因すると考えられ、押し出し回数の多い試料ほど発光量が多い。酸素雰囲気では酸化劣化が促進され、押し出し回数の多いものほど酸化防止剤が少ないので発光の立ち上がり時間 (OIT) が早くなる。

同時にSylphで測定したガスクロマトグラムにおいて、窒素雰囲気では加工回数の増加に伴い増加するピークと減少するピークが認められ、それぞれピーク増加は熱による過酸化物の分解生成物、ピーク減少は押し出し回数が多いほど添加剤が減少することから、添加剤に起因する副生成物が減少するためではないかと推測された。酸素雰囲気では窒素雰囲気では見られない短保持時間のピークが複数観測され、酸化反応による低分子成分の放散であることが示唆された。OIT以降のガスクロマトグラムでは押し出し回数による差はほとんど見られず、添加剤が消費されて自動酸化がスタートした時点では同一成分が放散されていると推測された。

CL測定とGC測定の組み合わせにより劣化度の確認と放散成分の測定を同時に行うことが可能となった。小型で高感度なGC、SylphはCL装置との接続も簡単である。

CLとGCの同時測定により、再生プラスチックの品質評価・選別への新たな応用が期待される。

ケミルミネッセンスアナライザーへのお問い合わせは

東京支店：044-411-1263
本社：022-266-1611
利府事業所：022-356-6111