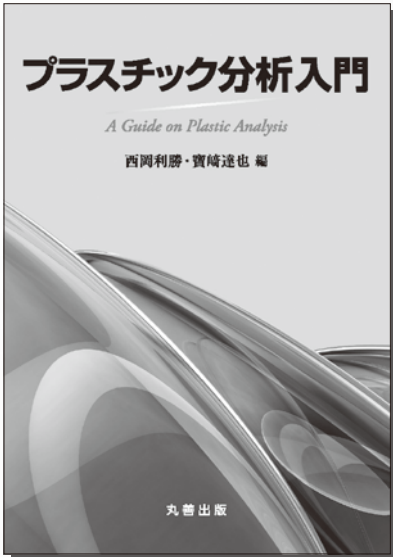


プラスチック分析について体系的に理解できる

プラスチック分析 入門

西岡利勝・寶崎達也 編

A5判・356頁 定価7,770円(税込) ISBN978-4-621-08444-1



プラスチック分析の入門実務書。
プラスチック分析に従事する研究者・技術者
にも座右において役立つ内容。

プラスチック分析の大きな目的は、分析した結果をフィードバックして性能を向上させることであり、製品開発には欠かせない。本書では、多用な成分を含むプラスチックの分析を企業等で初めてまかされても道に迷わないようにできることを意識してまとめた。本書で取り扱う分析法は、現場で活用されるもっとも基礎的で応用できるものである。汎用プラスチック、エンジニアリングプラスチックおよび機能性材料について、適切な分析法の選択、必要とされる測定方法、収集すべき情報などが体系的に理解できるように解説している。

編集委員

西岡 利勝 株式会社 日本サーマル・コンサルティング
寶崎 達也 リケンテクノス株式会社

執筆者

朝倉 哲郎 東京農工大学
天野 裕務 株式会社 UBE 科学分析センター
有賀のり子 株式会社 住化分析センター
井上 真紀 株式会社 住化分析センター
江崎 義博 出光ユニテック株式会社
大栗 直毅 日本分析工業株式会社
太田 勝寿 株式会社 プライムポリマー
大田 陽介 株式会社 UBE 科学分析センター
小國祐美子 株式会社 住化分析センター
奥村 量三 PS ジャパン株式会社
香川 信之 株式会社 東ソー分析センター
片桐 元 株式会社 東レリサーチセンター
金沢 吉隆 三菱エンジニアリングプラスチックス株式会社
久田見実季 株式会社 住化分析センター
小林 恒夫 DIC 株式会社
鈴木 俊之 株式会社 パーキンエルマー・ジャパン
鈴木 悠 東京農工大学
関根 素馨 株式会社 三井化学分析センター
高原 淳 九州大学
中川 善嗣 株式会社 東レリサーチセンター
西尾 孝夫 三井・デュポン フロロケミカル株式会社
西岡 利勝 株式会社 日本サーマル・コンサルティング
日下田 成 株式会社 東レリサーチセンター
古川 睦久 長崎大学名誉教授、ながさきポリウレタン研究所
寶崎 達也 リケンテクノス株式会社
松田 裕生 帝人株式会社
山田 清美 株式会社 住化分析センター
若林 淳 出光興産株式会社

(2011年8月現在、五十音順)

組見本

314 第6章 プラスチック添加剤の分析

6.2 プラスチック添加剤の分析事例

6.2.1 各種前処理法を使用した添加剤の分析事例

6.1.2 項で述べた前処理法、要法技術を変化した各種添加剤分析事例を紹介する。

a. 溶媒抽出

(1) ソックスレー抽出^{6.1)} ポリプロピレン(PP)樹脂を細かく裁断し、クロロホルムを抽出溶媒として、ソックスレー抽出を行った。抽出液をGC測定したところ、酸化防止剤 Irganox 1030 のピークが検出された。測定結果を図6.1に示す。また同抽出液の HPLC を測定した。測定結果を図6.2に示す。両クロマトグラムの保持時間比較により、PP樹脂は Irganox 1030 を含有すると推定された。さらに、一般的な汎用添加剤標準品の HPLC クロマトグラムおよび GC クロマトグラム^{6.2)}を図6.3、6.4に示す。続いて、この HPLC 測定で検出された不明ピーク(図6.2、UK-1)について解析した。同抽出液について、メタノール再沈殿法によりオリゴマー成分を除去した後、HPLC により不明ピーク(図6.2、UK-1)を分離した。得られた分取物について³¹⁾H-NMR および FT-MS を測定した。測定結果を図6.5、6.6に示す。スペクトルの解析の結果、当該不明ピークは分子量 639 のトリアジリ系化合物であると推定された。測定条件を図6.7に示す。

(4) 抽出試験(溶媒抽出法)^{6.1)} 樹脂の樹状、貯蔵特性、樹脂中の添加剤抽出によるその後の樹脂性能への影響、環境・系列への影響予測など行われる

図6.1 不明ピーク成分の FT-MS スペクトル

図6.2 ソックスレー抽出の分析事例

図6.3 抽出液の HPLC クロマトグラム

図6.4 抽出液の GC クロマトグラム

図6.5 不明ピーク成分の³¹H-NMR 測定条件

項目	条件
抽出液	メタノール
抽出液	メタノール
抽出液	メタノール
抽出液	メタノール
抽出液	メタノール
抽出液	メタノール

図6.7 不明ピーク成分の測定条件

に浸漬し、①40℃、1時間、②40℃、10日間の2条件で試験を行った。測定時間経過後、樹脂片を取り出して溶媒で洗い、試験液はエバポレーターで溶媒を除去した。抽出物を有機溶媒で5mLに定容し、HPLCを測定した。測定結果を図6.8に示す。試験液中の添加剤Aが一部、樹脂溶媒中に溶出したことが確認された。一般的には、抽出条件は溶媒・抽出時間より、抽出・長時間の場合に、より成分の抽出が増える傾向にある。

試験の結果、規制を超える添加剤が抽出された場合、人の健康を損なう恐れがあり、そのプラスチック製品は食品用の容器、包装として用いることはできない。

b. ポリマー再沈殿^{6.2)}

ビニル系樹脂について、少量のクロロホルム(良溶媒)に完全に溶解させ、次いで溶剤を多量のメタノール(抽出液)中にゆっくり滴下して樹脂分を沈殿させた。沈殿し

1章 プラスチック概論

プラスチックとは / プラスチックの分類 / プラスチック分析を行うにあたって

2章 未知試料の定性法

- 赤外分光法による解析：赤外分光法の原理、試料調製法、測定法と得られる情報、測定に際しての留意点・ノウハウ / 核磁気共鳴法による解析：溶液 NMR、固体 NMR / 熱分解ガスクロマトグラフィー質量分析法による解析：熱分解ガスクロマトグラフ質量分析計 (PyGC / MS)、熱分解、質量分析計 (PyMS) オンライン誘導体化を用いた PyGC / MS
- 熱分析法による解析：熱分析の背景、熱分析の種類と原理、目的と装置の選択、測定準備と校正、装置の校正、試料調製、基準試料、ベースラインの確認、ベースラインと試料測定、一般的な測定条件の設定と測定、熱分析結果の検討方法、熱分析結果の解析方法、プラスチックの JIS とゴムの JIS、プラスチック熱分析の検討例
- 液体クロマトグラフィーによる解析：分子量、分子量測定方法、分子量分布測定、SEC の測定原理、高温 SEC、SEC / MALS (multi angle light scattering)、SEC / MALS 装置の概要、SEC / MALS における分子量計算方法とその問題点、SEC / 粘度、長鎖分岐、SEC / FTIR による組成の見掛け分子量依存性評価、昇温溶離分別法 (TREF)、TREF / FTIR、クロス分別クロマトグラフィー

3章 汎用プラスチックの特性と分析法

- ポリエチレン：はじめに、分類、用途、製造法、定性、分子構造解析、結晶化度、フィルム成形品におけるブリード成分の解析
- ポリプロピレン：特性、分析法
- ポリスチレン：特性、分析、ポリスチレンの構造と物性の関係
- ポリ塩化ビニル系：分類、定性法、PVC 成分の定量法、PVC の重合度測定、分子構造、立体規則性、高次構造、添加剤分析、劣化、架橋の解析

4章 汎用プラスチックの特性と分析法

- ポリカーボネート：キャラクターゼーション、物性解析、
- ポリアミド、ポリイミド：ポリアミド、ポリイミドとは、定性および組成分析法、ポリアミドのキャラクターゼーション、ポリイミドのキャラクターゼーション、製品の組成分析
- 熱可塑性ポリエステル：種類と特性、分析法
- オルガノシロキサン：材料としてのオルガノシロキサン、分析法、分析応用例
- ポリウレタン：極性基の分析、ミクロ凝集構造の解析
- エポキシ樹脂：概要、赤外分光分析 (IR) 法、サイズ排除クロマトグラフィー (SEC)、核磁気共鳴 (NMR) 法、高速液体クロマトグラフィー (HPLC)、マトリックス支援レーザー脱離イオン化 (MALDI) 法、エポキシ樹脂硬化物の分析、化学分析
- ポリフェニレンスルフィド：概要、分析法
- フッ素樹脂：特性、分析、樹脂の取り扱いに際しての留意点

5章 機能性材料の特性と分析法

- 自動車分野における高分子複合材のモルフォロジー観察：モルフォロジー観察の目的、モルフォロジー観察の手法の概要、電子顕微鏡観察、観察サンプルの作製、前処理、電子顕微鏡以外でのモルフォロジー観察
- エレクトロニクス・情報分野：プラスチック材料の利用、機能性材料の分析例、まとめ
- エネルギー分野：固体高分子型燃料電池の分析、リチウムイオン電池の分析
- 包装材料分野：包装材料としてのプラスチックの位置づけ、包装材料分析法概要、断面層観察、FTIR 分析、熱分析、核磁気共鳴 (NMR) 法、UV 分析、樹脂分析結果の解析、新しい方法による分析例、まとめ
- 先端機能材料の表面・界面解析法：放射光を用いた高分子固体の表面構造解析技術、形態学的観察—走査フォース顕微鏡

6章 プラスチック添加剤の分析

- 総論：プラスチック添加剤の種類、分析法
- プラスチック添加剤の分析事例：各種前処理法を駆使した添加剤の分析事例、TOF-SIMS によるプラスチック添加剤の分析、顕微 FTIR による高分子の添加剤評価、顕微赤外イメージングによる高分子の添加剤評価
- プラスチックの劣化と添加剤：劣化対策、着色・変色の解析、着色原因の分析事例