

Application News

No. T153

熱分析

ポリエチレン(PE)-ポリプロピレン(PP)ブレンド試料の測定

高分子材料は、機械的性質の向上を図るために2種類以上の高分子物質をブレンドし、1種類では備えていなかった性質をもたせることがよく行われており、その成分比率の把握が必要です。共重合体でなく機械的にブレンドされた高分子材料は、それぞれの成分の融解、結晶化などの特性が現れるため、DSC（示差走査熱量計）で測定すると各成分由来の複数の変化が観察されます。このことを利用し、今回はブレンドされた高分子物質の成分比率を、DSCで融解熱量を測定することにより求めた例をご紹介します。

H. Kato

■ 測定例1 各融解熱量を用いる方法

① 成分毎の融解熱量を用いる方法

低密度ポリエチレン（以下 LDPE）とポリプロピレン（以下 PP）の単体の融解熱量およびブレンド試料の各成分の融解熱量から含有量を求めました。

図1に示すブレンド試料のデータを見ると、LDPEおよびPP各々の融解ピークは充分な温度差があり、分離して検出されています。このような場合には、単純に単体の融解熱量（J/g）で未知試料の融解熱量（mJ）を割ることで含有量を求めることが可能です。

ブレンド比が LDPE : PP = 80 : 20 である既知の試料を準備し、本方法で比率の確認を行いました。結果 80:20 の LDPE/PP の比率は 79.1%/20.9%と良好な結果が得られています。

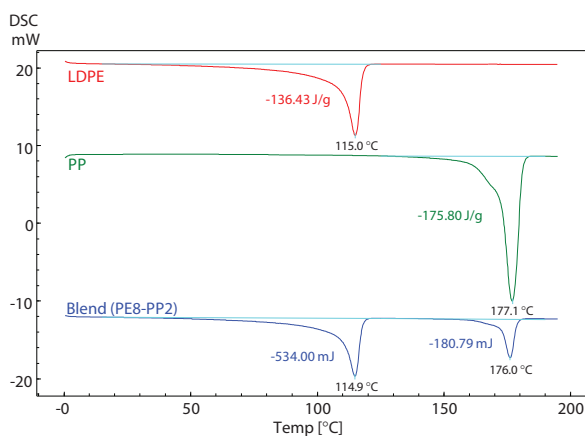


図1 LDPEとPPブレンド試料のDSC曲線

② 部分熱量を用いて求める方法

高密度ポリエチレン（以下 HDPE）と PP およびそれらのブレンド試料において測定した融解ピークから試料の成分比率を求めました。（今回の測定で用いた PP は前出の PP とは異なるものです。）

HDPE と PP の融解ピークは非常に近接した温度に検出されるため、完全に分離することができずにピークが重なります。そのような場合は図2に示すように、ピークを左右に分割し、それぞれの熱量（部分熱量）を各成分の融解熱量として計算します。（オプションの部分面積解析プログラムが必要です）

この方法によるデータを図3に示します。100% HDPE 及び PP の融解熱量と部分熱量から求めたブレンド試料の成分毎の融解熱量を用いて前項①と同様に計算したところ、ブレンド比 HDPE : PP = 79.7% : 20.3% に対して測定結果が HDPE : PP = 85.1% : 14.9% とおおむね近い値が得られました。2つのピークの重なりが大きいと精度が低下します。

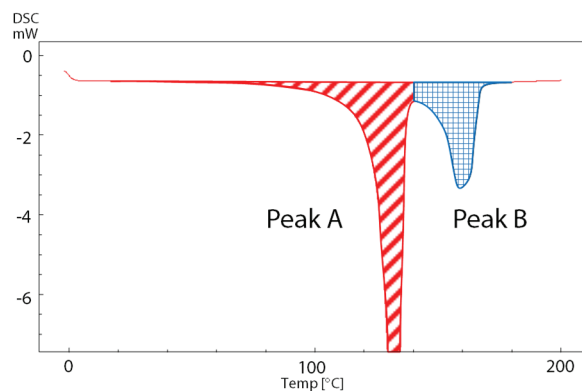


図2 部分熱量の取り方

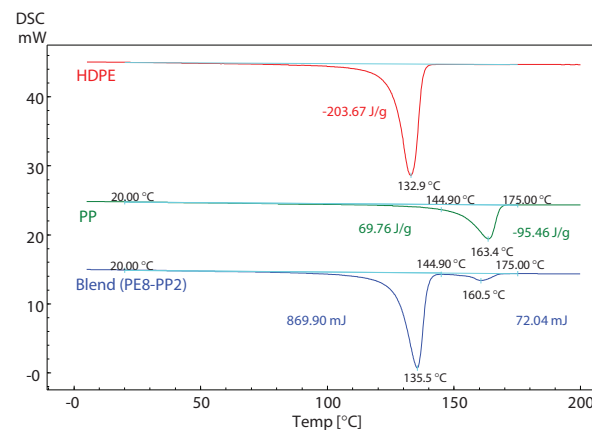


図3 HDPEとPP単体とブレンド試料のDSC曲線

■測定例2 全融解熱量を用いる方法

ピークが重なっているような場合、前項の部分熱量を用いる方法以外に全融解熱量（図4で示す通り、2つのピーク面積を1回で積分した値）から含有比率を求めることも可能です。

まず図5のように、単体（100%）の試料それぞれの融解熱量をプロットし直線で結び検量線を作成します。この検量線はブレンド比と全融解熱量の関係を表します。この検量線を用いて、全融解熱量測定結果からブレンド比を求めることが可能です。

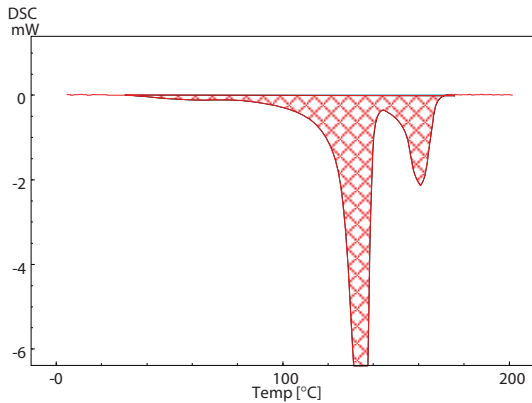


図4 ブレンド試料の全融解熱量

例えば全融解熱量が200.68 (J/g) の場合 PE:PP = 77.4:22.6 と求められます。A~E（ブレンド比既知）の各試料に対して本方法により全融解熱量からブレンド比を求めた結果を纏めたものを表1に示します。

このように、検量線と、DSCにより測定した全融解熱量からおおよそのブレンド比が求まることがわかります。

（構成する物質単体（100%）のそれぞれの融解熱量に差が無いと検量線を作成する事が出来ませんのでご注意ください。）

表1 種々比率ブレンド試料と測定結果

Sample	ブレンド比率		全融解熱量 (J/g)	検量線より求めた結果	
	HDPE	PP		HDPE	PP
PP	0.00	100.00	97.07	0.00	100.00
A	19.72	80.28	122.11	18.70	81.30
B	40.64	59.36	151.95	40.99	59.01
C	49.90	50.10	159.98	46.99	53.01
D	60.16	39.84	174.53	57.86	42.14
E	79.88	20.12	200.68	77.40	22.60
HDPE	100.00	0.00	230.94	100.00	0.00

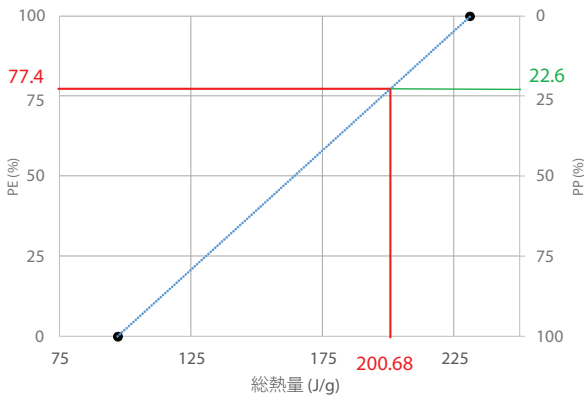


図5 HDPEとPP単体から求めた検量線