

# Application News

## No. A467

光吸収分析  
Spectrophotometric Analysis

### プラスチック製品中の微量添加物の評価

Investigation for Additives in Plastics by FTIR-ATR Spectroscopy

市販のプラスチック製品は、ポリエチレン (PE) やポリプロピレン (PP) などの高分子を主たる成分として、さらに品質や性能維持のために種々の微量成分が添加されています。今回は、島津 FTIR 「IRTracer-100」の高い S/N 比を活用して、プラスチックバッグ中の添加物を評価した事例をご紹介します。

H. Taniguchi

#### ■ FTIR 「IRTracer-100」と1回反射 ATR 測定装置

Shimadzu IRTracer-100 FTIR Spectrophotometer and ATR Attachment MIRacle A

赤外分光法によってプラスチック製品中の添加物を非破壊で簡便に評価する手法として、1回反射 ATR法が用いられます。1回反射 ATR法は、試料に対する前処理を必要とすることなく測定できますので、異物同定を含め様々な用途に幅広く用いられています。ATR法における赤外光の試料表面へのもぐり込み深さは数ミクロン程度までですので、試料表面に局在する添加物に対しては特に有効に活用することができます。

目的成分の含有割合が小さくなれば、測定された赤外スペクトルにおける当該ピークの強度も相応に小さくなりますので、良好な評価結果を得るためには高い S/N 比を備えた装置が求められます。島津 FTIR 「IRTracer-100」は 60000:1 という高い S/N 比を備えていますので、微量な添加物に由来する微弱なピーク情報を、明瞭かつ安定して取得することができます。島津 FTIR 「IRTracer-100」の外観写真を Fig. 1 に示します。また、1回反射 ATR 測定装置 MIRacle A の外観写真を Fig. 2 に示します。



Fig. 1 島津赤外分光光度計 IRTracer-100  
Shimadzu IRTracer-100 FTIR Spectrophotometer



Fig. 2 1回反射 ATR 測定装置 MIRacle A  
MIRacle A Single Reflection ATR Accessory

#### ■ 測定

Measurement

市販のプラスチックバッグの表面を1回反射 ATR法により測定しました。プラスチックバッグの外観写真を Fig. 3 に示します。測定条件を Table 1 に、また、測定結果とスペクトル検索結果を Fig. 4 に示します。

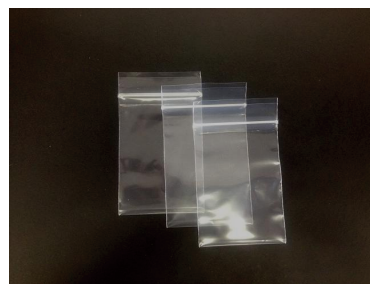


Fig. 3 プラスチックバッグ  
Plastic Bags

Table 1 FTIR の測定条件  
FTIR Measurement Conditions

Instruments	:IRTracer-100, MIRacle A (Diamond prism – ZnSe support element)
Resolution	:4 cm <sup>-1</sup>
Accumulation	:20
Apodization	:Happ-Genzel
Detector	:DLATGS

プラスチックバッグの測定結果はポリエチレンのライブラリスペクトルに一致しており、主たる成分はポリエチレンであることがわかります。また、Fig. 4 のベースライン付近の拡大図を Fig. 5 に示します。図中に矢印で示したピークはプラスチックバッグに含有する添加物に由来したものと考えられ、オレアミドなどの脂肪族アミドのスペクトルと一致しています。脂肪族アミドは滑剤の役割として樹脂に添加される物質のひとつです。

また、Fig. 4 に示す測定を終え、ATR プリズムからプラスチックバッグを取り除いた後に ATR プリズムを洗浄せずに測定した結果を Fig. 6 に示します。測定結果は Fig. 5 に示す脂肪族アミドのスペクトルに類似しており、プラスチックバッグの添加物が ATR プリズム上へ転写したものと考えられます。

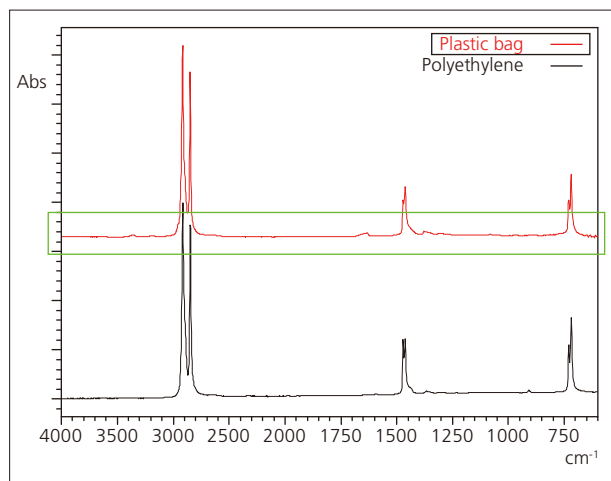


Fig. 4 プラスチックバッグの赤外スペクトルと検索結果  
Infrared Spectrum and Search Result for Plastic Bag

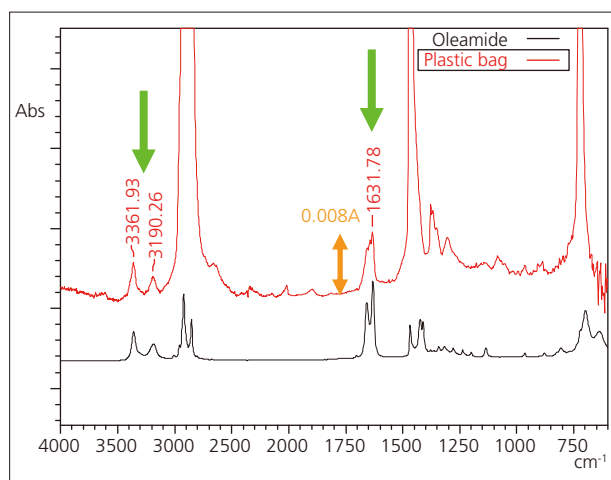


Fig. 5 Fig. 4 におけるベースライン付近の拡大図とオレアミドのスペクトル  
Expanded Infrared Spectrum of Figure 4 and Spectrum of Oleamide

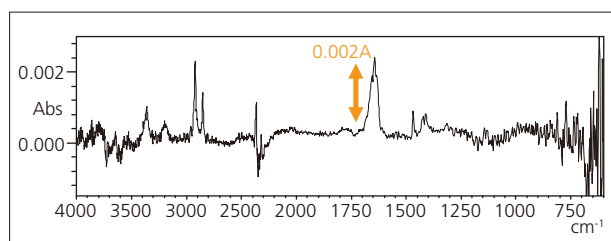


Fig. 6 ATR プリズム上への転写物の赤外スペクトル  
Infrared Spectrum of Transcription on the Internal Reflection Element

Fig. 5, 6 の測定結果に現れた脂肪族アミドのピークはいずれも吸光度 0.010A 未満の微弱な強度です。また、1631 cm<sup>-1</sup> 付近のピークは大気中の水蒸気の影響を受けやすい領域にあります。これらの微小なピークが、乾燥空気や窒素ガスによる測定系のパージを必要とすることなく、明瞭に検出されました。

## ■微小ピークの測定再現性検討

### Consideration of Repeatability of Small Peak

一般に、目的成分に由来したピークの高さや面積値を用いてその含有量を把握することが可能ですが、微量添加物に由来した微小なピークを用いる場合には、測定の再現性を把握しておくことが大切です。プラスチックバッグを ATR プリズムに密着させたまま連続して 10 回繰り返し測定し、1631cm<sup>-1</sup> 付近のピーク面積値と CV 値を算出して Table 2 に示します。測定は積算回数 20 回及び 1 回で実施し、同様に、弊社 IRPrestige-21 を用いた場合の測定値も対比して示します。「IRTracer-100」は高い S/N 比を備えていますので、より安定した測定値を得ることが可能です。

Table 2 ピーク面積値と CV 値  
Peak Area and CV Value

	IRPrestige-21		IRTracer-100	
	積算回数 20回	積算回数 1回	積算回数 20回	積算回数 1回
面積値	1.034	0.956	1.039	1.034
	1.049	1.006	1.025	1.021
	1.034	1.138	1.015	0.957
	1.008	1.052	1.006	0.952
	1.029	0.888	0.991	1.055
	0.967	0.974	0.996	1.055
	0.983	0.965	1.001	0.940
	0.967	0.970	0.972	0.995
	0.972	1.038	0.972	0.995
	0.957	1.011	0.982	0.995
CV値%	3.46	6.72	2.19	4.16

\*面積値は 10 回測定の平均値で規格化して表示しています。

## ■まとめ

### Conclusion

今回はプラスチック樹脂中の微量添加物の評価をご紹介します。島津 FTIR 「IRTracer-100」は高い S/N 比を備えていますので、微量な添加物に由来する微弱なピーク情報を、明瞭かつ安定して取得することができます。