

ユーザーベネフィット

- ◆ 特定のピークの有無からPVCを定性できるため、添加剤量が非常に多い場合でもPVCの存在を確認できます。
- ◆ PVCは指紋領域に多くのピークを持たないため、PVC中に含まれる添加剤の定性を容易に行うことができます。

■はじめに

ポリ塩化ビニル（PVC）樹脂は耐水性、耐酸性、耐アルカリ性、電気絶縁性、難燃性などに優れた合成樹脂で、フィルム、合成皮革、繊維、電線被覆、ロープ、玩具など様々な用途で広く利用されています。このPVC樹脂にはその用途に合わせて可塑剤や安定剤、充填剤などの添加剤が加えられていますが、可塑剤の添加量によって硬質PVCと軟質PVCに分けることができます。従来、軟質PVCにはフタル酸ジ-2-エチルヘキシル（フタル酸ジオクチル）などのフタル酸エステル系可塑剤を10%以上の含有量で添加したものが多く使用されてきました。PVCは比較的赤外吸収の弱い物質のため、フタル酸エステルを多量に含むPVCはその影響を強く受け、PVCよりもフタル酸エステルに類似した赤外スペクトルを示します。このため、軟質PVCの多くがフタル酸エステルと同様の赤外スペクトルを示していました。しかし、このフタル酸エステル系可塑剤は発がん性など人体への影響が懸念されることから用途や含有量などが規制されるようになり、これに代わるものとして様々な可塑剤が添加された軟質PVCが市販されるようになってい

ます。可塑剤を多量に含む軟質PVCはその影響を大きく受けた赤外スペクトルを示すため、軟質PVCには様々な赤外スペクトル形状が存在します。今回は、このような軟質PVCの赤外スペクトルについてご紹介します。

■PVCおよびフタル酸エステル含有PVCの赤外スペクトル

1回反射ATR法を用いて測定した2種のPVC樹脂の赤外スペクトルを図1、図2に示します。プリズムはダイヤモンドを用いました。図1は可塑剤などの添加剤をほとんど含まない硬質PVC、図2は可塑剤としてフタル酸ジ-2-エチルヘキシルを含む軟質PVCの測定結果です。また、図3は同様の方法で測定したフタル酸ジ-2-エチルヘキシルの赤外スペクトルです。図1から図3の赤外スペクトルを比較すると、軟質PVCの測定結果は硬質PVCとは大きく異なっているのに対し、フタル酸ジ-2-エチルヘキシルとは非常に類似していることがわかります。これは、PVCに比べフタル酸エステルの赤外吸収が強いからです。軟質PVCの測定結果において1,425 cm^{-1} 付近、959 cm^{-1} 付近、610 cm^{-1} 付近などがPVC由来のピークですが、炭酸カルシウムやケイ酸塩など他の添加剤を同時に含む場合はそれらのピークと重なって1,425 cm^{-1} 付近および959 cm^{-1} 付近のピークを確認することが難しくなります。このため、多くの軟質PVCの赤外スペクトルにおいてPVCの確認には610 cm^{-1} 付近のC-Cl伸縮振動が用いられます。ただし、使用する検出器や測定方法などによっては測定波数範囲の関係で上記C-Cl伸縮振動ピークを確認できない場合もあります。そのような場合でも軟質PVCであれば、「柔らかい樹脂」であり、「その測定結果はフタル酸エステルとよく類似している」という条件から、従来はある程度推定や判別が可能でした。

しかし、一部のフタル酸エステル類に対する人体への影響懸念や規制などにより、フタル酸エステル類に代わる可塑剤を含む軟質PVCが見られるようになってきています。玩具などにおいて「非フタル酸エステルPVC」と表示されたものなどもその一つです。

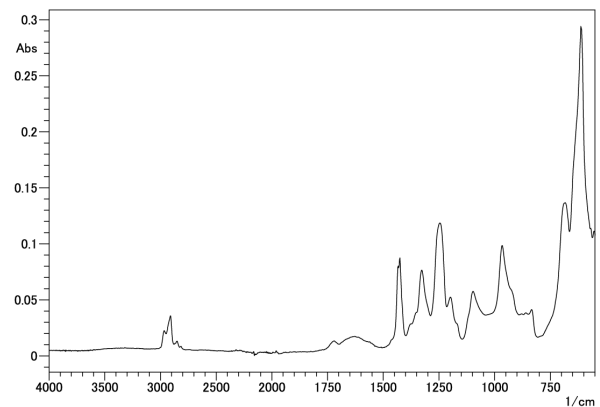


図1 PVCの赤外スペクトル

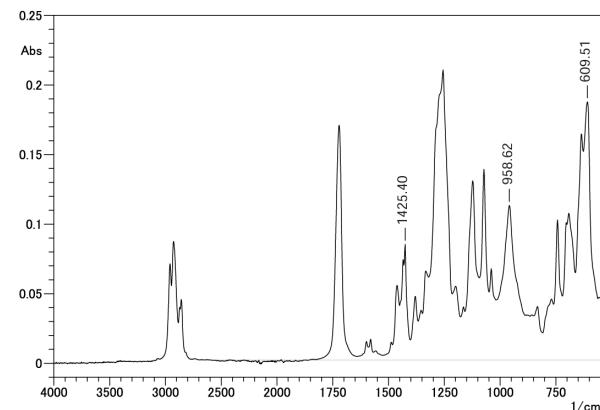


図2 フタル酸ジ-2-エチルヘキシル含有PVCの赤外スペクトル

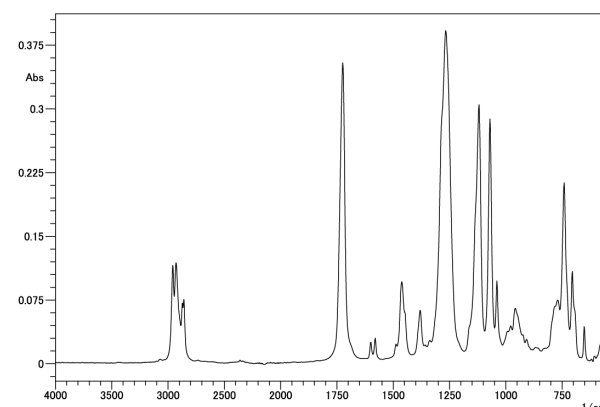


図3 フタル酸ジ-2-エチルヘキシルの赤外スペクトル

■フタル酸エステル以外の可塑剤を含むPVCの赤外スペクトル

図4に、玩具などフタル酸エステル以外の可塑剤を含有したPVC製品の赤外スペクトルを示します。測定はダイヤモンドプリズムを用いた1回反射ATR法にて行いました。図4上段より、スルホン酸フェニルエステル、テレフタル酸エステル、クエン酸エステル、アジピン酸エステルを含有した軟質PVCです。図4の測定結果はそれぞれ異なったスペクトル形状を示しており、更に図1に示した硬質PVCとも類似していないことがわかります。これはフタル酸エステルと同様、PVCに比べ各可塑剤の赤外吸収が強いからです。しかし、どの測定結果にも610 cm⁻¹付近のC-Cl伸縮振動が見られており、PVCの確認は可能です。このように、軟質PVCには従来のフタル酸エステル以外にも様々な可塑剤が使われており、その種類や添加量によって多種多様な赤外スペクトルを示すPVC製品が存在します。このため、PVCの確認には610 cm⁻¹付近のC-Cl伸縮振動が重要となります。なお、図4で示した各種PVCの赤外スペクトルは、FTIR制御ソフトウェアLabSolutions™ IRに付属の標準ライブラリに含まれています。また、測定波数範囲の関係でこのピークが確認できない場合はアプリケーションニュースA406「FTIRとEDXによるゴム製ダイヤフラムの分析」で紹介した蛍光X線分析装置（EDX）による分析なども有効です。

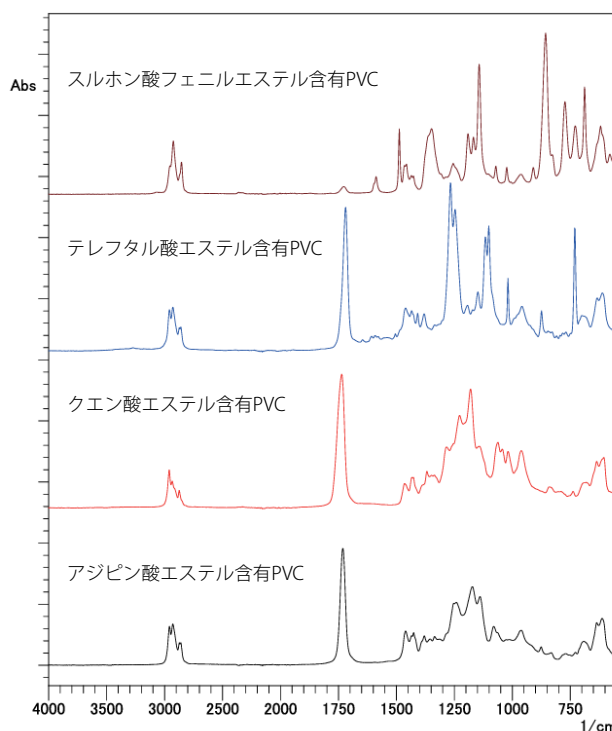


図4 可塑剤を含有した各種PVCの赤外スペクトル

■まとめ

本アプリケーションでは様々な可塑剤を含むPVCをATR法で分析し、PVCの確認には610 cm⁻¹付近のC-Cl伸縮振動が重要であることをご紹介しました。FTIRを用いた赤外スペクトルの確認により、軟質PVCに使用される可塑剤の定性分析を簡便に行うことが可能です。

関連製品

IRSpirit™-Xシリーズ

IRSpirit-Xシリーズは非常にコンパクトな赤外分光光度計で、島津製作所や他のメーカーの付属品と一緒に使用できます。IR Pilot™ソフトウェアが付属し、パラメータ設定を必要とせずすぐに使用できる23個のアプリケーションを提供します。エントリーモデルのIRSpirit-LX、高感度モデルのIRSpirit-TX、耐湿モデルのIRSpirit-ZXから選択できます。

> 製品を見る



試料室一体型1回反射型全反射測定装置 QATR™-S

1回反射の水平型ATRです。直径1.8 mmのプリズムが水平に配置され、プリズムに試料を押し付けて測定します。プリズムはダイヤモンドのみでできていますので、400 cm⁻¹までのスペクトルを測定できます（広帯域仕様）。試料とプリズムを密着させるためのクランプ部にはトルクリミッタが内蔵されており、圧力をかけすぎでプリズムを破損してしまう心配がありません。

> 製品を見る



IRSpirit、LabSolutions、IR Pilot、QATRは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
https://www.an.shimadzu.co.jp/

初版発行：2010年1月
A421A A改訂版発行：2024年11月
島津コールセンター ☎ 0120-131691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していません。