SHIMADZU
Excellence in Science

Application News

フーリエ変換赤外分光光度計IRSpirit™-X

スペクトルアドバイザー機能を活用したFTIRによるリサイクルプラスチックの分析

顔 旭、丸山 かれん

ユーザーベネフィット

- ◆ FTIRは様々なプラスチックの定性に効果的な装置です。
- ◆ FTIRは、近赤外光を利用したプラスチック自動選別装置では測定できない黒色・濃色樹脂も測定・解析が可能です。
- ◆ スペクトルアドバイザー機能により、作業者の熟練度にかかわらず良好なデータを取得できます。

■はじめに

近年、国内外でプラスチックリサイクルへの関心が高まっています。米国は2021年11月15日に国家リサイクル戦略[1)]を発表し、2030年のリサイクル率を50%に高めることを目指しています。また、欧州は2022年11月30日に「包装および包装廃棄物に関する指令94/62EC」の改定案[2)]を発表し、2040年までの包装廃棄物削減目標やEU共通の材質表示ラベル導入、プラスチック包装中のリサイクルプラスチック最低含有率を提案しています。日本では2022年4月1日に「プラスチックに係る資源循環の促進等に関する法律（プラスチック資源循環促進法）」が施行されています。

プラスチックリサイクルの工程では、プラスチック種の選別のため、比重選別、静電分離、近赤外/赤外線選別、ラマン分光選別、X線透過密度選別など、様々な選別技術が活用されています。その中でも、赤外線選別に用いられるFTIRは、高分子の正確な定性分析が可能で、高分子の色や粉末/固体を問わず判別できるため、様々なプラスチックの選別に有用です。また、回収時の定性分析だけでなく、資源プラスチック受け入れ時のプラスチック種の比率確認や、成形後の異物確認などにも使用できます。

■スペクトルアドバイザー機能

フーリエ変換赤外分光光度計IRSpirit-Xシリーズは小型で持ち運びが可能なFTIRです。試料室一体型1回反射型全反射測定装置QATR™-Sを用いることで、様々な形状の試料をプリズムに押さえ付けるだけで測定が可能です。しかしながら、リサイクルに持ち込まれるプラスチックは様々な形状をしているため、試料の押さえ付け方が不十分な場合には良好なスペクトルが得られず、その結果、定性が困難になる場合もあります。また、大気の影響を受け、取得したスペクトル上に大気成分が重なることもあります。IRSpirit-Xシリーズに新しく搭載されたスペクトルアドバイザー機能は、測定したスペクトルと測定事例を照らし合わせることで、パラメーターや付属品、およびデータ処理におけるトラブルシューティングに関するアドバイスを提供します。これにより、質の高いスペクトルの取得が可能となります。

本稿ではプラスチック測定の実例を紹介するとともに、スペクトルアドバイザー機能をご紹介します。

図1　IRSpirit™-XにQATR™-Sを設置したシステムの外観

■測定試料および分析条件

今回測定に用いたプラスチック試料は透明ビーズと黒色片です。外観を図2に、測定条件を表1に示します。付属品はQATR-Sを用いました。

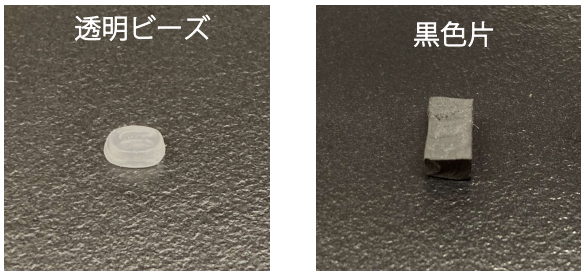

図2　測定試料の外観

表1　測定条件

装置	：IRSpirit-TX、QATR-S(ダイヤモンド、ゲルマニウム)
分解	：4 cm^{-1}
積算回数	：45
アポダイズ関数	：SqrTriangle
検出器	：DLATGS

■透明ビーズの定性分析

透明ビーズをプリズム上にセットし（図3参照）、ATR法によってスペクトルを取得しました。得られた測定結果を図4に示します。プラスチック由来のピークは非常に微弱であり、定性が困難な状態です。そこで、スペクトルアドバイザー機能を用い、この原因を調査しました。

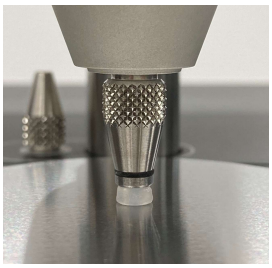

図3　透明ビーズをATRプリズムに押さえ付けた様子

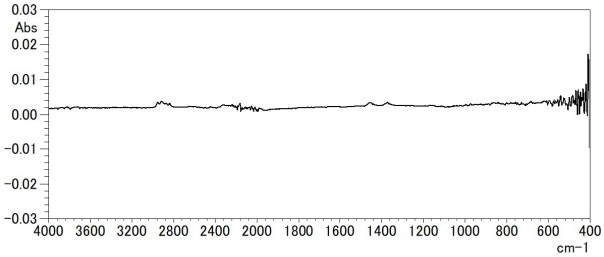

図4　透明ビーズのスペクトル

今回は、以下の画面で「サンプル由来のピークが検出されていない」を選択しました。スペクトルチェックの結果、「サンプルとATRプリズムの密着性が悪い可能性がある」と示唆されました（図5参照）。透明ビーズには中心に凹みがあり、この面をプリズムと密着させたため、良好なスペクトルが得られなかったと考えられます。

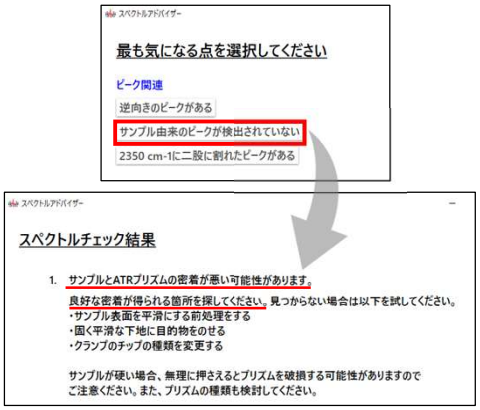

図5　スペクトルアドバイザー機能による原因調査（透明ビーズ）

そこで、透明ビーズの平らな側面がプリズムに密着するように固定し、再度測定しました（図6参照）。測定結果を図7に示します。

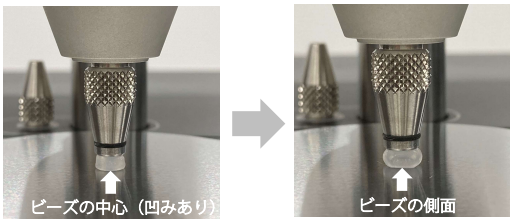

図6　透明ビーズのATRプリズムへのセット方法変更

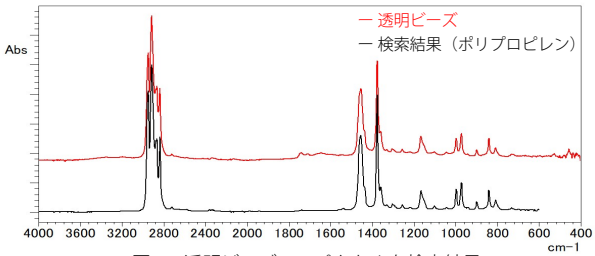

図7　透明ビーズのスペクトルと検索結果

試料のセット方向を変えるだけで、良好なスペクトルを取得することができ、検索結果より透明ビーズはポリプロピレンであることがわかりました。

■黒色片の定性分析

黒色片の測定結果を図8に示します。試料由来のピークは得られましたが、800 cm^{-1}付近のピークに歪みが見られ、ベースラインが右肩上がりになっていることがわかります。

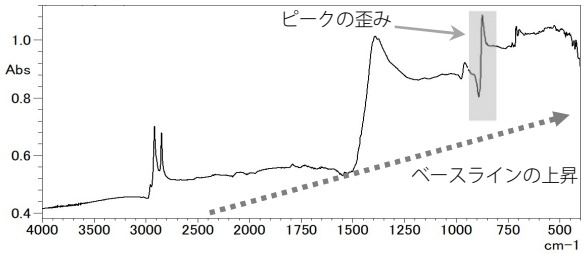

図8　黒色片のスペクトル

今回はスペクトルアドバイザー機能で「ベースライン位置が低波数側ほど大きい値である（吸光度表示）」を選択しました（図9参照）。

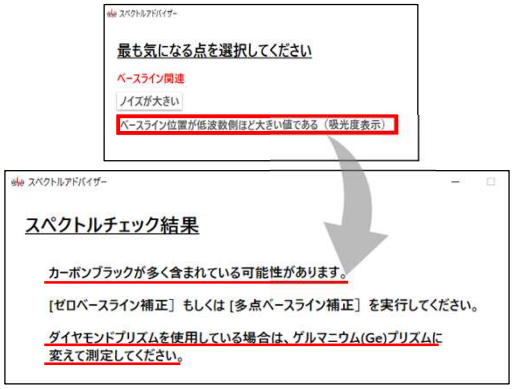

図9　スペクトルアドバイザー機能による原因調査（黒色片）

スペクトルチェックの結果、試料に「カーボンブラックが多く含まれる可能性がある」ことが示唆されました。黒色片でカーボンが含まれる場合、試料の屈折率が上昇するため、スペクトルに歪みが生じベースラインが右肩上がりになる現象が見られます。この場合は、ATRのプリズムをゲルマニウム（Ge）プリズムに変えて測定することで解決します。そこで、プリズムをGeに変更して測定しました。得られたスペクトルを図10に示します。

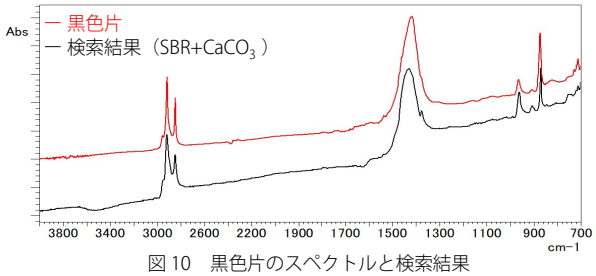

図10　黒色片のスペクトルと検索結果

プリズムをGeに変えることにより、明瞭なスペクトルが得られ、検索結果より、炭酸カルシウム（$CaCO_3$）が添加されたスチレンブタジエンゴム（SBR）であることがわかりました。

■まとめ

今回はリサイクルプラスチックをATR法で分析しました。標準装備のスペクトルアドバイザー機能を活用することにより、測定経験の少ない方でも試料の種類・形状によらず正確な定性分析が可能となります。また、FTIRでは近赤外光を利用したプラスチック自動選別装置では測定できない黒色・濃色プラスチックを含む様々なプラスチックの定性が可能であり、リサイクルプラスチックの選別に効果的であることがわかりました。

<参考文献>

1) National Recycling Strategy
https://www.epa.gov/system/files/documents/2021-11/final-national-recycling-strategy.pdf　(参照 2023-10-16)

2) REGULATION OF THE EUROPEAN PARLIAMENT AND OF THE COUNCIL　https://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/HTML/?uri=CELEX:52022PC0677
(参照 2023-10-16)

IRSpiritおよび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/

01-00653-JP　初版発行：2023年 12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」、「®」を明記していない場合があります。

© Shimadzu Corporation, 2023

アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。

IRSpirit-X シリーズ

関連分野

化学

プラスチック-化学

価格お問い合わせ

製品お問い合わせ

技術お問い合わせ

その他お問い合わせ