

プラスチックリサイクルとは

近年の脱炭素・循環社会に対する意識の高まりを受けて、プラスチックリサイクルの取り組みが進んでいます。廃棄物の減量化と再資源化のために制定された容器包装リサイクル法や、資源循環に向けた取り組みを求めために制定されたプラスチック資源循環促進法によって、近年、リサイクルプラスチック製品が身近に増えてきています。回収された廃プラスチックは、分別、破碎、洗浄、乾燥などの工程を経てリサイクルされ、再度製品として利用されます。

プラスチックリサイクルは、廃プラスチックをプラスチックのまま原料にし、新たな製品に再利用する「マテリアルリサイクル」や、廃プラスチックを化学的に分解し、新たな製品の原材料として利用する「ケミカルリサイクル」が知られています。

ここではプラスチックリサイクルの工程で使用されるアプリケーションを紹介します。

評価項目 工程	構造解析	機械的特性	不純物分析	多角的評価
回収・分別	樹脂判別 P. 4 配合比率の確認 P. 5 P. 6 変色の確認 P. 12		RoHS/ELV スクリーニング分析 P. 17	紫外線劣化 P. 21
洗浄工程	水分率の確認 P. 7		洗浄具合の確認 (におい) P. 19 洗浄具合の確認 (有機物) P. 20	
再重合工程	分子量分布の確認 P. 8 ポリマーの構造解析 P. 9			
成形	結晶性の確認 P. 10 変色の確認 P. 11	高速引張試験 P. 13 硬さ試験 P. 14 空隙の確認 P. 15 流動性評価 P. 16	有害元素の分析 P. 18	配合比による違い P. 22 熱処理による違い P. 23

その他の
分析評価技術

製造工程



成形後



不良解析



マテリアルリサイクルの一例



ケミカルリサイクルの一例



目次

Topics	Title	Products	Page
構造解析	FTIR による炭素繊維強化プラスチック (CFRP) の樹脂判別	フーリエ変換赤外分光光度計	4
	FTIR によるリサイクルプラスチックの定量分析 一個別算出法	フーリエ変換赤外分光光度計	5
	ポリエチレン (PE) - ポリプロピレン (PP) ブレンド試料の測定	示差走査熱量計	6
	プラスチックの水分率測定	水分計	7
	ポリ乳酸を主成分とする合成樹脂製容器の GPC 分析	高速液体クロマトグラフ GPC システム	8
	卓上型 MALDI-TOF MS による 合成高分子の分析	マトリックス支援レーザー脱離イオン化 飛行時間型質量分析計	9
	熱分析によるポリエチレンのキャラクタリゼーション	示差熱・熱重量同時測定装置 示差走査熱量計	10
	UV による樹脂の透過率試験	紫外可視分光光度計	11
	FTIR と EDX による変色・着色成分の分析	フーリエ変換赤外分光光度計 蛍光 X 線分析装置	12
	機械的特性	セルロースナノファイバー (CNF) 強化樹脂の高速引張試験	高速引張試験機
ISO/TS 19278 : 2019 に準拠したプラスチックの硬さ試験		ダイナミック超微小硬度計	14
X 線 CT によるプラスチック成形品内部の空隙解析		卓上 X 線 CT システム	15
汎用樹脂の流動性評価		細管式レオメータ フローテスト	16
不純物分析	EDX による RoHS スクリーニング分析	蛍光 X 線分析装置	17
	プラスチック中 有害元素の精密分析	ICP 発光分光分析装置	18
	HS-GC/MS 法を用いた再生 PET 中のアセトアルデヒド、リモネンの分析	ガスクロマトグラフ質量分析計	19
	USP 661.2 によるプラスチック包装システムと構成材料の TOC 試験	全有機体炭素計	20
多角的評価	FTIR とダイナミック超微小硬度計による紫外線劣化したプラスチックの評価	フーリエ変換赤外分光光度計 ダイナミック超微小硬度計	21
	プラスチックの多角的評価 - PC/ABS 樹脂の配合比率による違い	紫外可視分光光度計 精密万能試験機 示差走査熱量計 フーリエ変換赤外分光光度計	22
	プラスチックの多角的評価 - 熱処理条件の違い	精密万能試験機 ダイナミック超微小硬度計 示差走査熱量計 フーリエ変換赤外分光光度計	23

FTIRによるリサイクルプラスチックの定量分析 — 個別算出法 —



Application >

フーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR) による分析では、買取価格やリサイクル方法に影響するプラスチックの混合比率を迅速に測定できます。



FTIRは前処理を必要とせず、迅速に成分組成を算出することができます。

■ 測定結果 (抜粋)

FTIRによるリサイクルプラスチック中のポリエチレン (PE)、ポリプロピレン (PP)、ポリスチレン (PS)、ポリエチレンテレフタレート (PET) の簡易な定量分析法を検討しました。シート形状の試料を図3に、検量線作成に用いた5点の試料の成分組成を表1に示します。濃度既知の試料1~5を測定箇所を変えて4回測定し、算出した平均の赤外スペクトルを図4に、PE、PP、PS、PETに対して作成した検量線を図5に示します。次に、図5の検量線を用いて、濃度未知の試料2点の測定を箇所を変えて5回行いました。表2に定量分析結果を示します。本稿で提案する「個別算出法」によりNMR値と相関のある定量値が得られる可能性が示唆されました。



図3 分析試料

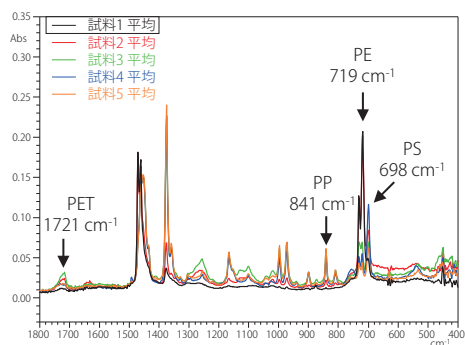


図4 試料1、2、3、4、5の赤外スペクトル (4回の平均)

表1 検量線作成に用いた試料の成分組成

	成分組成 (wt%)				
	PE	PP	PS	PET	その他
試料1	89	9	1	<1	1
試料2	74	14	3	2	7
試料3	21	65	4	4	6
試料4	20	68	10	1	1
試料5	14	79	4	1	2

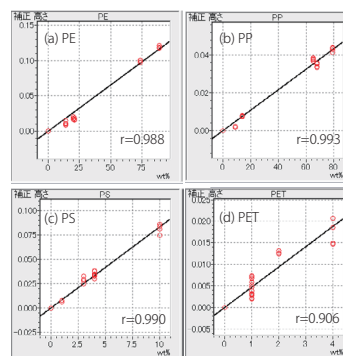


図5 検量線 (a) PE、(b) PP、(c) PS、(d) PET

表2 FTIRによる定量分析結果とNMRによる参考値 (単位: wt%)

未知1	測定1	測定2	測定3	測定4	測定5	平均値	NMR値	未知2	測定1	測定2	測定3	測定4	測定5	平均値	NMR値
PE	59.0	59.0	59.0	56.9	55.5	57.9	56	PE	89.1	89.9	87.9	90.7	91.1	89.8	89
PP	28.7	25.8	29.0	28.9	31.3	28.7	23	PP	4.0	4.1	3.8	4.3	3.7	4.0	9
PS	8.3	8.9	8.5	8.5	8.1	8.5	10	PS	0.8	1.1	1.2	1.1	1.1	1.1	1
PET	2.7	3.3	3.0	3.0	2.7	3.0	3	PET	0.2	0.3	0.5	0.5	0.5	0.4	<1

ポリエチレン(PE) – ポリプロピレン(PP) ブレンド試料の測定



Application >

示差走査熱量計 (DSC) による分析では、プラスチック混合物の成分比の測定ができます。



- DSCでは化学的な前処理を必要とせず、簡便に混合物の成分比を測定可能です。
- 結晶性高分子の一部はピーク温度から定性できます。

■ 測定結果 (抜粋)

低密度ポリエチレン (LDPE) とポリプロピレン (PP) の混合物の成分比を求めました。図 6 の青線が混合物のDSC曲線で、114.9 °CがLDPE、176.0 °CがPPの融解に相当します。それぞれの融解熱量を、別途測定したLDPE、PP単体の融解熱量で割ると含有量が計算されます。重量比でLDPE : PP = 80 : 20 で混合された試料に対して、79.1 : 20.9 という測定結果が得られました。

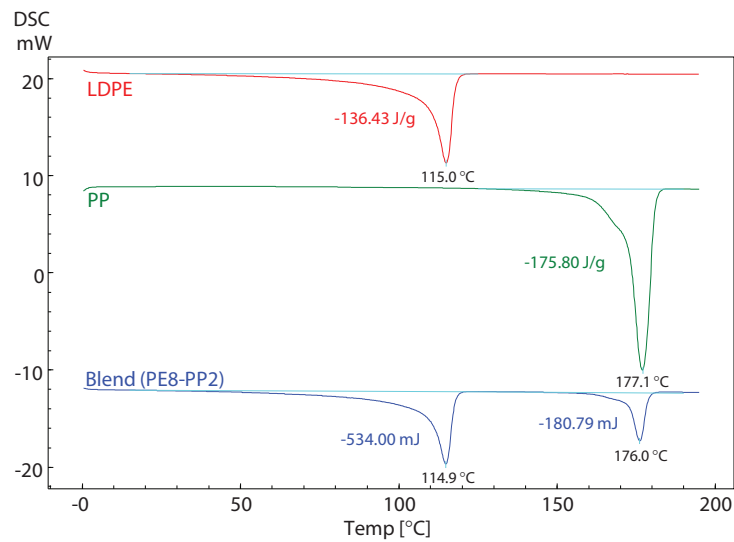


図 6 LDPEとPPブレンド試料のDSC測定データ

$$\begin{aligned} \text{LDPEの量} &= 534 \text{ mJ} \div 136.43 \text{ mJ/mg} = 3.91 \text{ mg} \\ \text{PPの量} &= 180.79 \text{ mJ} \div 175.80 \text{ mJ/mg} = 1.03 \text{ mg} \end{aligned}$$

$$\text{重量比率 } 3.91 : 1.03 = 79.1 : 20.9$$

示差走査熱量計

試料と基準物質の温度差を測定し、融解、ガラス転移、結晶化やその他の転移や反応の生じる温度と熱量変化を求めます。

- 10 mg程度の試料量で測定可能
- 1回の測定は30分程度 (加熱速度と測定温度範囲による)



Product >

プラスチックの水分率測定



Application >

水分計による分析では、製品の物性・品質を左右するプラスチック中の水分率を測定できます。



- 正確な水分率測定を簡単に手早く行えます。
- 恒温槽を用いた乾燥減量法より短時間で測定可能です。

■ 測定結果 (抜粋)

乾燥減量法を用いた樹脂ペレットの水分率測定

プラスチックの水分率の公定試験法としてJIS等があります。ここでは恒温槽を用いた乾燥減量法でよく用いられる条件で測定しました。



図7 樹脂ペレットを恒温槽に入れる前の状態

【乾燥条件】
 乾燥温度：105℃
 乾燥停止条件：5時間
 試料量：5g
【結果】
 水分率：0.27%
 乾燥時間：5時間

水分計を用いた樹脂ペレットの水分率測定

水分計では試料の状態や乾燥時間短縮などのために、乾燥条件をさまざま変更することができます。水分計 MOC63uでは乾燥温度を50～200℃まで1℃毎に設定できるほか、乾燥を停止するモードを4種類から選択することができます。ここでは乾燥を開始してから一定時間経過後、乾燥を停止する「TIMEモード」で測定し、乾燥温度は105℃と150℃としました。



図8 水分計に樹脂ペレットを載せ、乾燥終了後の状態

【乾燥条件】
 乾燥温度：105℃
 乾燥停止条件：1時間
 試料量：20g
【結果】
 水分率：0.25%
 乾燥時間：1時間

【乾燥条件】
 乾燥温度：150℃
 乾燥停止条件：15分
 試料量：20g
【結果】
 水分率：0.27%
 乾燥時間：15分

乾燥減量法は恒温槽内で乾燥させる時間が5時間と長いため、水分率の結果を得るには長時間要します。水分計を使用して乾燥温度を乾燥減量法と同じ105℃で測定した(TIMEモード)結果は、乾燥減量法より0.02%低い値となりました。「TIMEモード」の1時間でも測定時間が長いと思われる場合は、乾燥温度を上げる方法があります。150℃で乾燥させた結果では、水分率は乾燥減量法と同じ値を示しました。しかし、150℃で乾燥させるとペレットの一部が融解する場合があります。

表3 各測定方法の水分率と測定時間

測定方法	水分率	測定時間
乾燥減量法	0.27%	5時間
TIMEモード (105℃)	0.25%	1時間
TIMEモード (150℃)	0.27%	15分

水分計

正確な水分率測定を迅速に行える電子式水分計です。試料皿に試料を載せ、カバーを閉めるだけで測定を開始できます。あらゆるサンプルに対応し、ユーザーの作業効率アップに貢献します。

- さまざまな形状の樹脂の水分率を測定可能
- 皿上温度は50～200℃まで設定可能



Product >

ポリ乳酸を主成分とする合成樹脂製容器のGPC分析



Application >

GPC (ゲル浸透クロマトグラフィー) による分析では、再重合したプラスチックの分子量分布を測定できます。



- 樹脂の特性に関わる分子量分布を測定可能です。
- ミックスゲルカラムの使用で、分析時間・溶媒消費量を50%削減できます。

測定結果 (抜粋)

ポリ乳酸 (PLA) は植物由来のデンプンや糖を原料とする生分解性プラスチックです。Nexera GPCシステムと校正曲線が直線となるShodex GPC KF-805Lカラムを用いて、PLAを主成分とする容器 (PLA製のカップ) を分析しました。図9にPLA製カップ (0.2%、溶離液で調製) のクロマトグラムを示します。

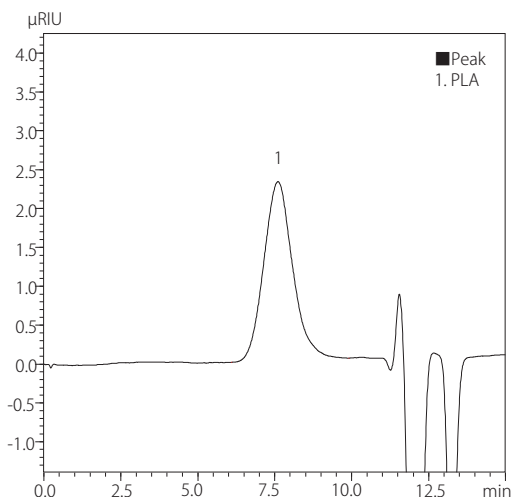


図9 ポリ乳酸製カップのGPCクロマトグラム

ポリスチレン (PS) の標準マーカを用いて、580 ~ 3,730,000 の分子量範囲で校正曲線を作成しました。図10に校正曲線を示します。この校正曲線を用いて、PLA製カップの分子量分布を計算しました。表4に数平均分子量 (Mn)、重量平均分子量 (Mw)、分子量分布 (多分散度: Mw/Mn) を示します。これらの計算結果はポリスチレン換算分子量となります。

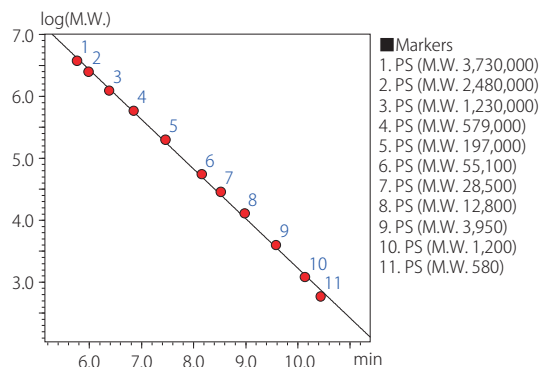


図10 標準ポリスチレンによる校正曲線

表4 GPC計算結果

Mn	Mw	Mw/Mn
81,900	179,600	2.19

低分子から高分子まで幅広い分子量範囲の試料を分析する際、一般には低分子分析用のカラムと高分子分析用のカラム、計2本を連結して使用しますが、そのために分析時間が長くなり溶媒消費量も増加します。幅広い分子量範囲をカバーするミックスゲルカラムを用いることで、分析時間と溶媒消費量を大幅に削減することができます。

高速液体クロマトグラフ GPCシステム

GPCはサイズ排除クロマトグラフィーの一種で、高分子物質の分子量分布の測定に使用できます。高分子の物性の違いを把握する目的で品質管理などに広く用いられています。

- 分子量分布を把握するための最も一般的な方法
- ミックスゲルカラムにより、分析時間と溶媒消費量を削減可能



Product >

卓上型MALDI-TOF MSによる合成高分子の分析



Application >

卓上型 MALDI-TOF MS による分析では、ポリマーの物性・品質を左右する末端基の解析が可能です。



- 平均分子量数千のポリマーの分子量分布を測定可能です。
- 末端基の解析により、ポリマーの純度や機能性評価ができます。

測定結果 (抜粋)

試薬として販売されているポリカーボネート (PC) をコンパクトディスク用のPCと比較しました。それぞれを有機溶媒に溶解後、ポリマー用のマトリックスDithranolと混合して測定しました。図 11 中の拡大図に見られるように、各シグナルはモノアイトピークとして検出されており、PCのモノマーユニットである 254 の繰り返しユニットが明確に示されています。また、図 11 のマススペクトルからPCのモノマーユニットである 254 の繰り返し成分が複数あることがわかります。PCは末端封止剤を用いることが分かっているので、図 12 に示す 3 つの化学構造を仮定して解析したところ、オリゴマー成分がそれぞれ両末端封止、片末端封止、環状タイプに帰属することがわかりました。さらに市販試薬の方が片末端封止、環状タイプのオリゴマーがやや多いことがわかります。

このように、MALDI-TOF MSを用いることで同じポリマーでもグレードが異なる試料の比較評価が可能です。

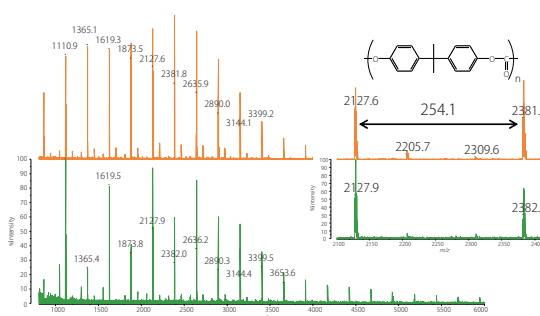


図 11 ポリカーボネートのマススペクトル
上：市販試薬、下：コンパクトディスク由来

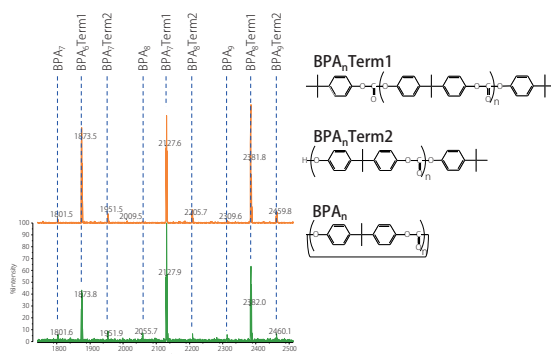


図 12 ポリカーボネートオリゴマーの解析結果と末端基のバリエーション
上：市販試薬、下：コンパクトディスク由来

マトリックス支援レーザー脱離イオン化 飛行時間型質量分析計

コンパクトな設置面積と優れたパフォーマンスを両立させた卓上型リニアモード MALDI-TOF 質量分析計です。

- リニアモードとしてクラス最高のMS分解能
- 200 Hz固体レーザーによる迅速な測定
- 新設計ロードロックチャンバーによるスムーズな試料の入れ替えが可能
- 多検体測定に対応したUVレーザーによるイオン源クリーニング機能



Product >

熱分析によるポリエチレンの キャラクタリゼーション



Application >

熱分析による分析では、プラスチックの結晶性や熱分解特性を測定できます。



- 示差走査熱量計 (DSC) を用いると、結晶化度が測定可能です。
- 示差熱・熱重量同時測定装置 (TG-DTA) により、熱分解過程 (耐熱性) の測定が可能です。

■ 測定結果 (抜粋)

DSC測定

高分子材料の硬さ、耐衝撃性、透明度などの物理的特性は、結晶化度によって変化します。結晶化度はDSCの融解ピーク面積 (融解熱量) から次式により計算することができます。

「結晶化度 (%) = (測定融解熱量 / 完全結晶体熱量) × 100」

図 13 は低密度ポリエチレン (LDPE)、高密度ポリエチレン (HDPE)、超高分子量ポリエチレン (UHMW-PE) の3種のポリエチレンを測定し、結晶化度を求めた例です。完全結晶体の熱量は290 J/gを用いました。データより密度が大きいほど結晶化度が高くなり、融解ピーク温度が高温になることが分かります。

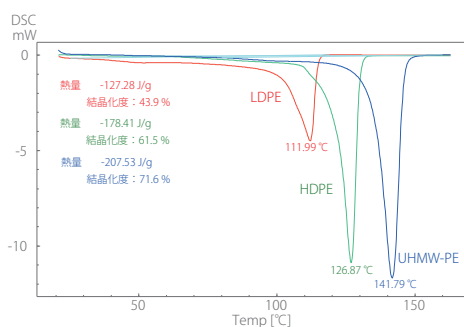


図 13 DSC測定データ

TG-DTA測定

熱分解の過程を測定することにより、材料の耐熱性を評価することが可能です。

図14はLDPEとHDPEの熱分解特性をTG-DTAにより窒素雰囲気中で測定した結果です。

LDPEの方がHDPEより低温で分解が始まり、耐熱性が低いことが分かります。

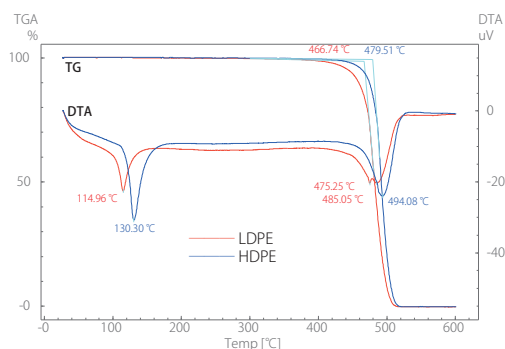


図 14 TG-DTA測定データ

示差走査熱量計



Product >

試料と基準物質の温度差を測定し、融解、ガラス転移、結晶化やその他の転移や反応の生じる温度と熱量変化を求めることができます。

- 10 mg 程度の試料量で測定可能
- 1 回の測定は 30 分程度 (加熱速度と測定温度範囲による)

示差熱・熱重量同時測定装置



Product >

重量変化と示差熱分析を同時に測定することにより、分解等の変化を詳細に測定できます。

- 10 mg 程度の試料量で測定可能
- 窒素・空気等、雰囲気を変えて測定が可能

UVによる樹脂の透過率試験



Application >

紫外可視分光光度計 (UV) による分析では、リサイクル品の透過率や色味を把握することができます。



樹脂の透過率の測定および合否判定を効率的に実行できます。

■ 測定結果 (抜粋)

試料 (図 15) では、赤色フィルムを合格品とし、黄色フィルムとの判別をスペクトル評価機能の「カットオーバーオーバー」を使用して行いました。「カットオーバーオーバー」は、設定した波長域において測光値がしきい値を超えた時の波長を用いて判定を行います。ここでは透過率が50%になる波長が550 nm以上であることを合格の条件に設定しました。各試料の透過スペクトルを図 16 に、スペクトル評価結果を図 17 に示します。赤色フィルムは評価値が579 nmであるので、「PASS (合格)」と表示されています。一方で、黄色フィルムはカットオフの波長が550 nm以下であるため、「FAIL (不合格)」と表示され、テーブルが赤色で表示されています。評価結果のテーブルでは、評価基準から外れた場合にはカラムの色が変更され、一目で合否を確認することができます。



図 15 測定試料の外観
測定に用いたカラーフィルム、赤、黄 2 種
(カタログ上に並べて撮影)

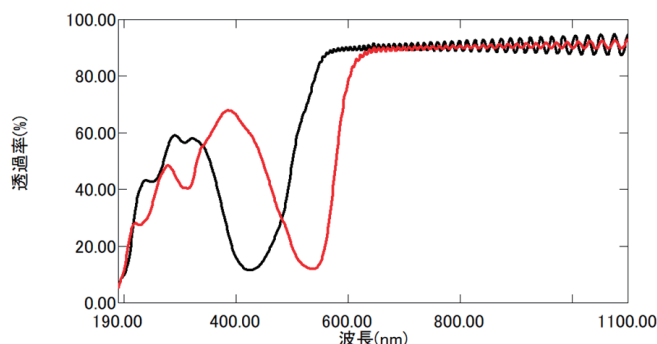


図 16 測定結果

	凡例	ファイル名	カットオフ50%	
			評価値	判定
1	<input checked="" type="checkbox"/>	赤フィルム.vspd	579.00	PASS
2	<input checked="" type="checkbox"/>	黄フィルム.vspd	502.00	FAIL

図 17 スペクトル評価結果

紫外可視分光光度計

紫外～可視領域の透過率や反射率を測定する装置です。液体だけでなく、固体試料やフィルムの測定も可能です。透過率や反射率を測定することで、色味の判別も行えます。

- 樹脂の透過率を測定可能
- スペクトル評価機能を用いることで透過率の合否判定が可能



Product >

FTIRとEDXによる変色・着色成分の分析



Application >

フーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR) と蛍光 X 線分析装置 (EDX) による分析では、変色や着色の成分を把握することができます。



- 樹脂の変色の原因解析において、無機物の元素分析に優れたEDXと、有機物の定性に優れるFTIRで取得したデータを統合的に解析できます。
- 測定時間の迅速化による品質管理の効率化をサポートします。

■ 測定結果 (抜粋)

FTIRとEDXを用いて白色樹脂と緑色樹脂 (図 18) を測定し、その着色成分を探りました。図 19 に赤外スペクトルとその検索結果を示します。白色、緑色ともに樹脂成分はポリエチレン (PE) であることが判明しました。着色成分は微量であるため検出されなかったと考えられます。

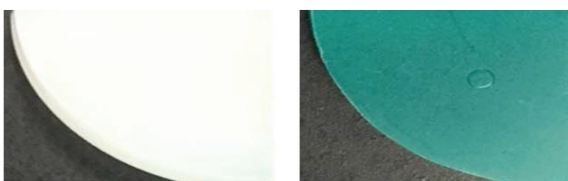


図 18 白色樹脂 (左) と緑色樹脂 (右)

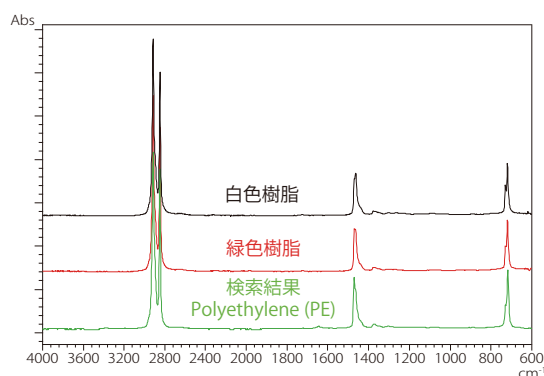


図 19 赤外スペクトルと検索結果

表 5 にEDXによる定量結果、図 20 に定性プロファイルを示します。白色樹脂、緑色樹脂両者から ^{13}Al 、 ^{14}Si 、 ^{15}P 、 ^{16}S が検出され、 ^{17}Cl 、 ^{29}Cu は緑色樹脂からのみ検出されました。ポリエチレンは一般的に透明であることから、検出された元素が色に関与していると考えられます。

表 5 定量結果

単位：% - 未検出

	Cl	Si	P	Al	S	Cu	C ₂ H ₄
白色	-	0.010	0.007	0.007	0.003	-	99.97
緑色	0.030	0.012	0.007	0.006	0.003	0.002	99.94

※ポリエチレン (C₂H₄) をバランスとして設定

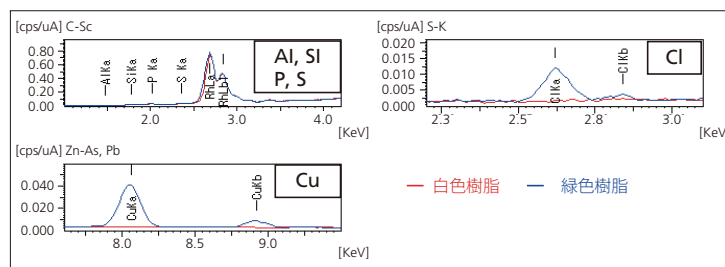


図 20 定性プロファイル

蛍光X線分析装置

試料に X 線を照射して、発生する蛍光 X 線のエネルギー (波長) や強度を解析することにより、試料を構成する元素の種類や含有量を調べることができます。

- ^6C ~ ^{92}U までの元素を測定可能
- 前処理することなく、着色や変色の成分分析が可能



Product >

セルロースナノファイバー（CNF）強化樹脂の高速引張試験



Application >

高速引張試験による測定では、衝撃特性が求められる部品に必要なデータが得られます。



- 樹脂の衝撃・衝突・落下の特性評価ができます。
- 得られたデータは衝突・落下シミュレーションで使用できます。

測定結果（抜粋）

高密度ポリエチレン（HDPE）とCNF10%強化HDPE（CNF10%/HDPE）の2種類の試験片を用意しました。図22にHDPE（a）とCNF10%/HDPE（b）の各ひずみ速度における応力-変位線図の一例を示します。いずれの材料とも試験速度が低いほど引張強さは低く、高いほど引張強さが高くなっています。また、応力-変位線図の勾配も高速ほど高くなるのが分かります。

図23に引張強さとひずみ速度の関係を示します。すべての速度条件で、CNF10%/HDPEの方の引張強さが大きい結果になりました。速度上昇により引張強さが大きくなることも確認できます。

このように、プラスチック部材に加わる負荷の速度によって部材の変形挙動が変わります。設計時には衝突や落下を想定した材料特性の確認が必要になります。

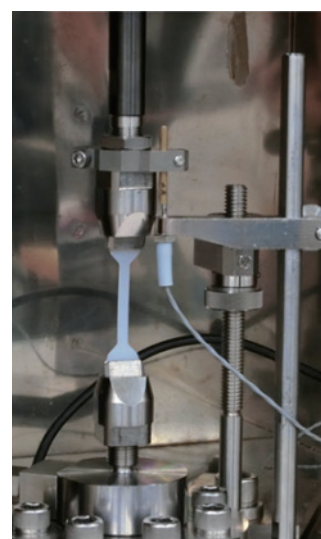


図 21 試験の様子

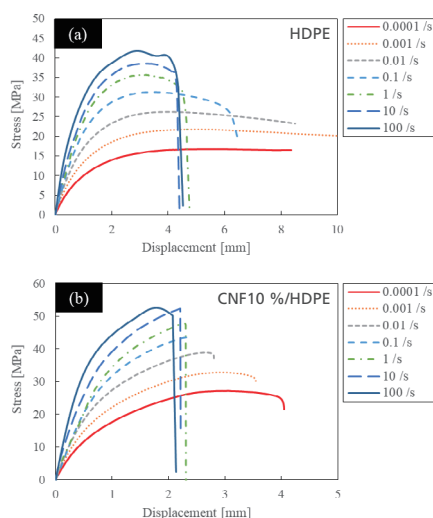


図 22 各材料の応力ひずみ線図

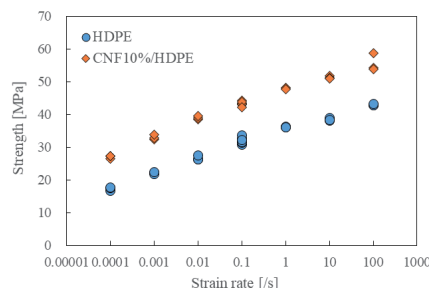
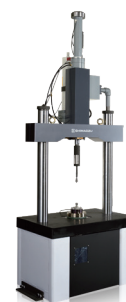


図 23 各ひずみ速度における引張強さの比較

高速衝撃試験機

最大20 m/sの引張試験が可能で、材料の高速変形挙動の基礎データを取得することができます。

- 高速負荷試験の信頼性を高める ISO22183 に準拠した試験が可能
- 温度環境と試験速度を同時に変えることで、温度依存性とひずみ速度依存性の同時評価が可能
- 高速度ビデオカメラ HPV-X2と組み合わせることで、高速ひずみ測定が可能



Product >

ISO/TS 19278:2019に準拠した プラスチックの硬さ試験



Application >

ダイナミック超微小硬度計による測定では、品質の安定性に関わる硬さ試験が可能です。



- 従来のロックウェル硬さ試験で比較できなかった微小試験片や薄い試験片が測定可能です。
- 材料によらず同じ試験条件で硬さを比較評価できます。

■ 測定結果 (抜粋)

表 6 に硬さ試験結果 (平均値)、図24に硬さ試験結果 (平均値) と誤差範囲、図25に試験力-深さグラフを示します。
これらの試料では、約500 mNの負荷に対して11.2 μmから23.5 μmでの押し込み量で、硬さ値は 45.7 から 227.8 という結果が得られました。硬さは以下の順となり、HDPEが最も軟らかく、PSが最も硬い結果となりました。

PS > ABS/PMMA > PP > HDPE

※ポリスチレン (PS)、アクリロニトリルブタジエンスチレン (ABS) ポリメチルメタアクリレート (PMMA)、ポリプロピレン (PP)、高密度ポリエチレン (HDPE)

表 6 硬さ試験結果 (平均値)

試料名	試験力 [mN]	深さ [μm]	押し込み硬さ H_{IT} [N/mm ²]	標準偏差
PP	502.3	16.4	103.1	1.59
HDPE	502.2	23.5	45.7	0.87
ABS/PMMA	502.1	12.1	193.8	8.74
PS	502.2	11.2	227.8	6.15

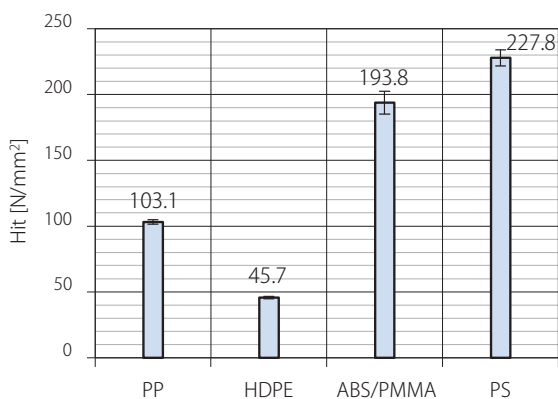


図 24 硬さ試験結果 (平均値) と誤差範囲

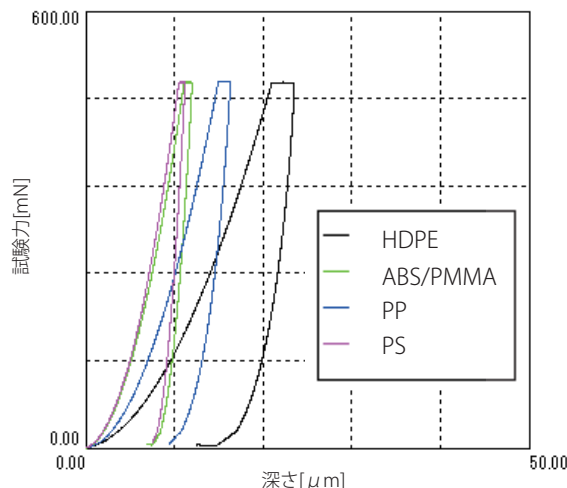


図 25 試験力-深さグラフ

ダイナミック超微小硬度計

負荷を加えて圧子を試験片に押し込み、負荷と押し込み深さの関係から表面物性を評価します。

- 固定バイスにより接着剤なしで試験片の固定が可能
- ソフトウェアの試験モードを選択するだけで簡単に試験が可能
- 押し込み深さが100 μmまで測定できるため、幅広い硬さの測定が可能



Product >

X線CTによるプラスチック成形品内部の空隙解析



Application >

X線CTでは、プラスチック成形品を破壊することなく内部の空隙を観察でき、専用ソフトウェアにより空隙を解析・評価できます。



- 非破壊で内部の空隙を観察することができます。
- 専用解析ソフトウェアにより、空隙の体積やヒストグラムを得ることができます。

■ 測定結果 (抜粋)

プラスチック成形品として、ケーブルクランプをX線CTを用いて測定しました。MRP画像(図26・左)に示す通り、非破壊でプラスチック成形品内部の空隙を観察することができます。一度のX線CT測定により、縦/横/斜めの自由自在に断面像を観察することができます。

オプションの欠陥・介在物解析ソフトウェアを用いることで、プラスチック成形品内部の空隙を体積別に色分け表示(図27・左)するだけでなく、ヒストグラム(図27・右)を得ることができます。

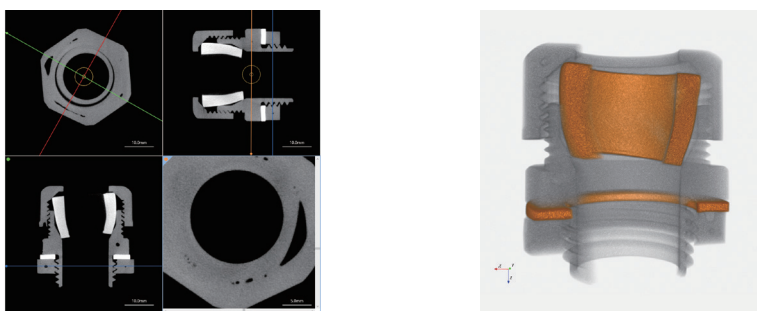


図26 プラスチック成形品(ケーブルクランプ)のMRP画像(左)、3D画像(右)

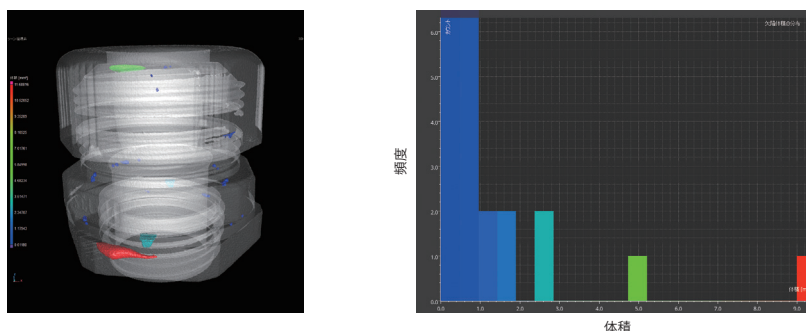


図27 内部空隙解析結果(左)、ヒストグラム(右)

卓上X線CTシステム

X線発生装置とX線検出器との間に検査対象物(ワーク)を設置し、360°回転させて、あらゆる角度からのX線透過データを収集し、断面画像を計算します。プラスチック成形品内部を非破壊で三次元観察できます。

- 卓上装置でありながら、高出力X線発生装置を搭載し、X線透過しにくい肉厚なプラスチック成形品も観察可能
- 観察開始までの工程はわずか3ステップ、最短12秒で撮影が可能



Product >

汎用樹脂の流動性評価



Application >

レオメータによる測定では、良質な成形品を製造するために重要な流動特性を評価することができます。



成形品の質に影響を与える流動性の評価を簡単に、再現性良く行うことができます。

■ 測定結果 (抜粋)

熱可塑性樹脂の高・軟化時における流動特性は、材料により異なります。樹脂の各温度に対する流動特性を簡易的に測定できる方法として、昇温試験法が有効です。昇温法試験は、試験時間の経過と共に一定の割合いで昇温しながら試験する方法です。この試験では試料が固体域から遷移域、ゴム状弾性域を経て流動域に至るまでの過程を連続的に測定することができ、固体域から遷移域に移るときの軟化温度 T_s 、試料が流れ出す流出開始温度 T_{fb} を測定することができます。昇温法における流動曲線の挙動を図 28 に、昇温法で得られる代表的な特性値を表 7 に示します。

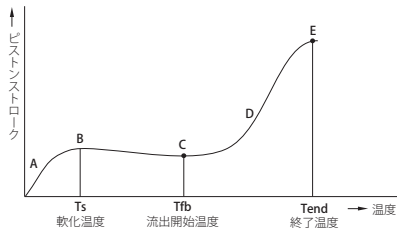


図 28 ストローク温度グラフの見方

ポリエチレン (PE)、ポリプロピレン (PP)、ポリ塩化ビニル (PVC)、ポリカーボネート (PC) の 4 種の材料を測定しました。各樹脂のストローク温度グラフを図 29 に示します。一例として PE (青色) と PP (赤色) を比較すると、グラフの最後の点 (試料の流れ終わり) の温度はいずれも約 230 °C となっておりますが、流出開始する温度は PE の方が 30 °C ほど低い結果です。PE は流出開始後の曲線の傾きが小さくなっており、これは温度上昇に伴いゆっくりと粘度が低下することを示しています。このように、グラフの形状の違いにより各試料の特性の違いが分かります。各材料の試験結果を表 8 に示します。いずれの温度、粘度も試料によって大きく異なることが分かります。

表 8 各材料の試験結果

試料名	軟化温度 (°C)	流出開始温度 (°C)	1/2 法温度 (°C)	1/2 法粘度 (Pa.s)
PE	142.4	153.6	203.6	16,370
PP	175.6	187.2	215.6	5,716
PVC	175.3	208.2	234.4	6,138
PC	183.1	205.1	253.9	10,590

表 7 昇温法で得られる特性値一覧

記号	呼称	定義
AB	軟化領域 (軟化曲線)	試料が圧縮試験力を受けて変形し、内部空隙が次第に減少していく段階。
TS	軟化温度	内部空隙が消失し、不均一な応力の分布を持ったまま外観は均一な 1 個の透明体あるいは相になる温度。
BC	停止領域 (停止曲線)	有限な時間内ではピストンの位置に明瞭な変化がなく、かつ試料のダイからの明らかな流出は認めがたい領域。
Tfb	流出開始温度	試料の熱膨張によるピストンのわずかな上昇が行われた後、再びピストンが明らかに降下し始める温度。
CDE	流出領域 (流出曲線)	試料が明らかにダイより流出する領域。

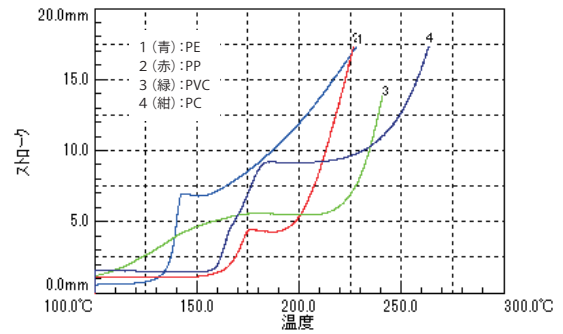


図 29 各材料のストローク温度グラフ

細管式レオメータ フローテスタ

樹脂などの流動性材料について、温度・圧力・流れ速度の関係から粘度特性を評価する装置です。

- 一定の温度で試験する定温法と、サンプル温度を一定の割合で昇温しながら試験する昇温法の実施が可能
- 加熱により急激に硬化する熱硬化性樹脂の流動性評価でも、再現性の良いデータを取得可能



Product >

EDXによるRoHSスクリーニング分析



Application >

蛍光 X 線分析装置 (EDX) による測定では、樹脂中のRoHSスクリーニング分析を簡単に行うことができます。



- 基本性能向上により、分析時間が短縮できます。
- ソフトウェアに内蔵された検量線の中で最適なものを自動で選択します。

■ 測定結果 (抜粋)

EDXは高感度化、分析アルゴリズムの改良で、測定時間の大幅な短縮を実現しています。

EDXに搭載されたソフトウェア PCEDX-Naviiは、分析に不慣れな方でもRoHSスクリーニング分析を簡単に行うことができます。時間自動短縮機能は、管理対象元素がしきい値を明らかに超える、下回る、あるいはグレーゾーン内に入ることを判別した時点で、自動で次の測定条件に移行する機能です。分析のスループット向上に有効です。図30に、しきい値、時間自動短縮機能設定画面を示します。

表9に樹脂材料(図31)の分析結果を示します。時間自動短縮機能により、測定時間を400秒→51秒に短縮できました。

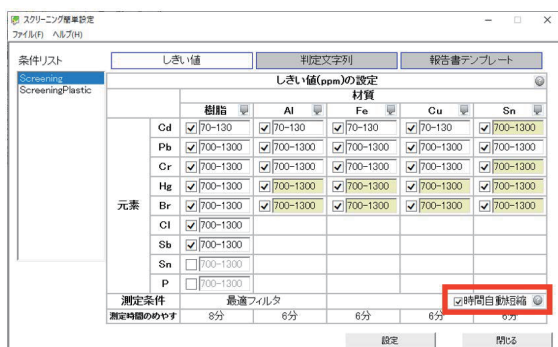


図30 しきい値、時間自動短縮機能設定画面



図31 樹脂サンプル外観

表9 樹脂材料の分析結果

時間自動短縮	ON				OFF				
	元素	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間 [sec]	定量値 [ppm]	3σ [ppm]	判定	分析時間 [sec]
	⁴⁸ Cd	283.9	14.4	NG	14	283.3	6.6	NG	100
	⁵¹ Sb	34.5	14.7	OK		26.6	5.4	OK	
	⁸² Pb	9.1	2.8	OK	11	10.2	1.0	OK	100
	⁸⁰ Hg	N.D.*	1.2	OK		N.D.*	0.4	OK	
	⁸⁵ Br	1.8	1.0	OK	1.3	0.3	OK		
	²⁴ Cr	13.5	5.6	OK	11	10.5	1.9	OK	100
	¹⁷ Cl	94.2	56.8	OK	15	98.2	22.1	OK	100
	合計				51	合計			400

*N.D.:検出下限未満

蛍光X線分析装置

無機元素の組成分析を前処理なしに実施可能です。

- ¹¹Na ~ ⁹²U までの元素を測定可能
- エネルギー分解能が優れており、異なる元素によるピーク重なりの影響が低減され、分析結果の信頼性が向上



Product >

プラスチック中 有害元素の精密分析



Application >

ICP発光分光分析装置 (ICP-AES) による分析では、さまざまな環境規制で定められている有害元素を測定できます。



ICP-AESを用いると、プラスチック中の有害元素 (Cd、Pb、Cr、Hg、Asなど) を正確に測定可能です。

■ 測定結果 (抜粋)

ポリエチレン標準物質を、乾式灰化法、湿式分解法、マイクロ波試料分解法の3種類の前処理方法を用いて溶液化し、ICP発光分光分析装置で分析しました。表10に分析結果を、図32にスペクトル線プロファイルを示します。検出限界は、RoHSの最大許容値よりも十分低く、高感度に分析できることが分かります。

前処理方法の比較：乾式灰化法ではCd、Pbについて、湿式分解法（ケルダール法）ではCd、Cr、Hg、Asについて、また、マイクロ波試料分解法では、すべての元素について、認証値と一致した良好な結果が得られました。乾式灰化法におけるHg、Asは高温加熱による蒸発のため、湿式分解法におけるPbは分解に使用している硫酸との反応により硫酸鉛の沈殿が生じるため、低い値になったと考えられます。

表10 ポリエチレン樹脂の分析結果 (単位: mg/kg)

元素名	RoHS 最大許容値	試料名 検出限界 (3σ)	BCR680				BCR681			
			前処理			認証値	前処理			認証値
			乾式法	湿式法	MW法		乾式法	湿式法	MW法	
Cd	100	0.02	140	140	141	140.8	21.1	21.3	21.6	21.7
Pb	1000	0.2	106	<	107	107.6	13.2	<	13.7	13.8
Cr	1000*	0.03	106	112	115	114.6	16.1	17.3	17.9	17.7
Hg	1000	0.2	<	24.2	25.3	25.3	<	4.3	4.4	4.5
As	-	0.5	27	30	31	30.9	3	4	4	3.93

検出限界：試料 0.2 g/20 mL 希釈で前処理を行った際の検出限界

<：検出限界未滿

*：Cr⁶⁺の最大許容値

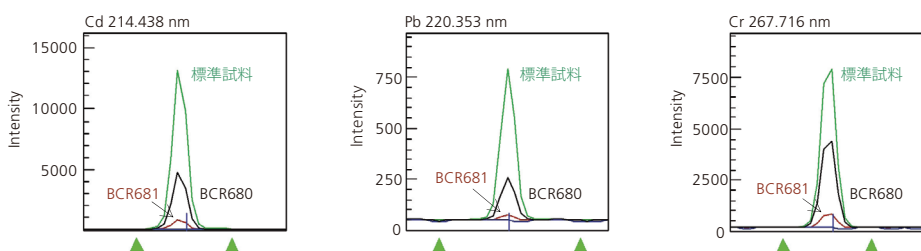


図32 ポリエチレン樹脂のスペクトル線プロファイル

マルチタイプ ICP発光分光分析装置

溶液化された試料の元素分析を行うことができる装置です。濃度を問わず多元素の一斉・迅速分析が可能です。

- 全元素同時に測定可能
- ppb からパーセントに渡る広いダイナミックレンジを実現



Product >

HS-GC/MS法を用いた再生PET中のアセトアルデヒド、リモネンの分析



Application >

ガスクロマトグラフ質量分析計 (GC-MS) による分析では、洗浄液中の残留成分を把握することができます。



ポリエチレンテレフタレート (PET) 容器に残留しやすい成分 (アセトアルデヒド、リモネン) を、ヘッドスペースサンブラ (HS) を用いてPET容器を溶媒に溶かすことなく測定可能です。

測定結果 (抜粋)

試料はそれぞれ前処理状態の異なるものを6種準備しました。リサイクル業者より入手したペレット状のものと、それを凍結粉砕したパウダー状の試料、市販の水が入っていたペットボトル2種、レモンティー、オレンジジュースが入っていたペットボトル各1種です。それぞれをヘッドスペースバイアル瓶に封入し、測定しました。各試料の状態および試料量は表11の通りです。代表例として、パウダー試料のTICクロマトグラムを図33に示します。

表 11 各試料の状態および試料量

試料名	状態	封入量
ペレット*1	ペレット	5 g
パウダー*1	パウダー	0.5 g
水1*2	ハサミによるカット片	1 g
水2*2	ハサミによるカット片	1 g
レモンティー*2	ハサミによるカット片	1 g
オレンジジュース*2	ハサミによるカット片	1 g

*1 リサイクル会社様ご提供リサイクルPET品 (同試料のペレット状、およびパウダー状)

*2 市販PETボトル飲料の容器 (軽く水洗剤し、ハサミでカット)

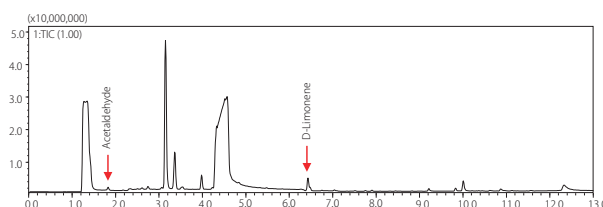


図 33 パウダー試料のTICクロマトグラム

アセトン溶液で段階的に希釈したアセトアルデヒド 2、20、100、200 μg と、リモネン 20、100、200 ng をヘッドスペースバイアル瓶に封入し、検量線を作成しました。アセトアルデヒドおよびリモネンの検量線を図34および図35に示します。各試料の封入量から、グラムあたりの発生量として定量した結果を表12に示します。

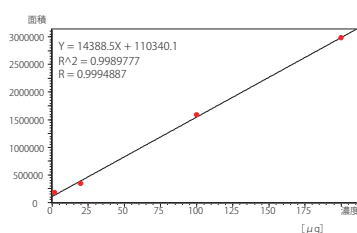


図 34 アセトアルデヒドの検量線

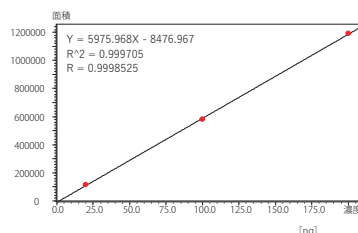


図 35 リモネンの検量線

表 12 各試料の定量結果

試料名	アセトアルデヒド 換算量 (μg/g)	リモネン 換算量 (ng/g)
ペレット	2.3	96
パウダー	25	140
水1	63	N.D.**1
水2	8.7	N.D.**1
レモンティー	23	N.D.**1
オレンジジュース	15	N.D.**1

*1 リモネンは検出されませんでした。近接保持時間でリモネン類似物質であるテルピネンの検出がありました。

ガスクロマトグラフ質量分析計

試料中に含まれる有機化合物をGCにより成分分離し、質量分析計により質量分析を行います。マススペクトルや信号強度から、定性・定量分析を行うことができます。

- ヘッドスペースサンブラ (HS) を用いることで、試料中のリモネンやアセトアルデヒドを溶媒に溶解することなく分析が可能
- 夾雑成分が多く、判別が難しい目的成分の定性・定量が可能



Product >

USP 661.2によるプラスチック包装システムと構成材料のTOC試験



Application >

全有機体炭素計による分析では、精製水中のTOCとプラスチック包装材から溶出するTOCを測定できます。



USP661(プラスチック包装システム)では、医薬品用プラスチック容器のTOC試験が義務化されており、当社TOC計は対応が可能です。

■ 測定結果 (抜粋)

TOC測定については USP <643>に記載されており、純水、精製水および注射用水のTOC測定が規定されています。ここではTOC計の酸化方法については特に規定されていません。しかし、無機体炭素と有機体炭素を分別できることが必要で、無機体炭素除去法(NPOC法)、あるいはTC-IC法(引き算法)のどちらかの方法でTOCを測定することができます。また、0.05 mg/LのTOCを測定できる感度を有することが必要です。測定方法の妥当性は、システム適合性試験により確認することが必要です。しかし、プラスチック材料の抽出液のTOC値は、抽出される有機物質が含まれるため、精製水のTOC値よりも高くなります。そこで USP <661.1>では、0.2 mg/Lを測定できる性能を持ち、0.2 ~ 20 mg/Lのレンジで直線性があることが求められています。

TOC-LCPHで高感度触媒を使用して、1.0 ~ 20 mg/Lのレンジで検量線を作成しました(図36)。TOC-LCPH高感度触媒仕様で、0.2 ~ 20 mg/Lのレンジで直線性があることがわかります。これにより、TOC-LCPH 1台で精製水とプラスチック材料の抽出液の両方を測定できます。

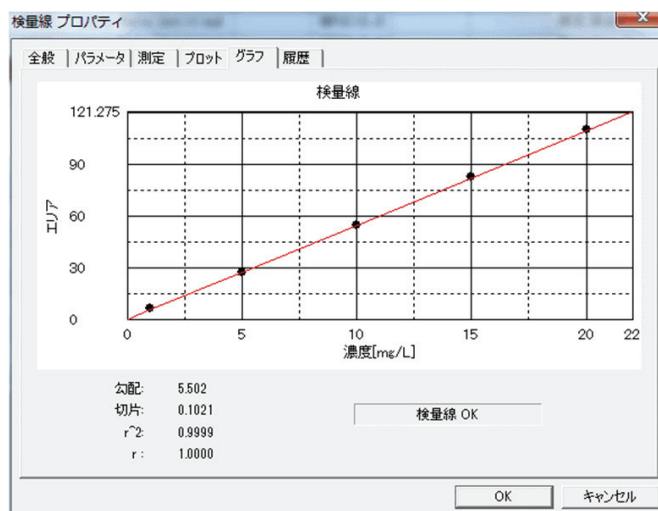


図 36 20 mg/L 検量線

全有機体炭素計

水中の有機物を高温で二酸化炭素に酸化させ、赤外線ガス分析部で検出することで有機体炭素の総量(炭素量)を測定する燃焼触媒酸化方式のTOC計です。水道水などの水質管理をはじめとしたさまざまな分野で活用されています。

- 検出限界 4 µg/L という燃焼触媒酸化方式では最高レベルの検出感度
- 低分子の易分解性有機物だけでなく、不溶性や高分子状を含めた難分解性有機物も高効率で酸化することが可能
- 4 µg/L ~ 30,000 mg/L の超ワイドレンジ



Product >

FTIRとダイナミック超微小硬度計による紫外線劣化したプラスチックの評価



Application >

フーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR) とダイナミック超微小硬度計による分析では、プラスチックの劣化解析が行えます。



- 複数機種による分析から、紫外線照射によるプラスチックの劣化を評価することができます。
- FTIRを用いることで、プラスチックの紫外線劣化による化学構造変化を確認できます。
- ダイナミック超微小硬度計でプラスチックの劣化による硬さの変化を評価できます。

■ 測定結果 (抜粋)

自動車の部品によく使われるプラスチックの紫外線照射による構造の変化をFTIR (図 37 左) により、硬さの変化をダイナミック超微小硬度計 (図 37 右) により解析し、プラスチックの劣化を評価しました。その結果、紫外線照射によりプラスチック表面が酸化による構造変化を起こし、硬くなる傾向が確認できました。これらの評価データは、プラスチックに添加する添加剤の選定や機能性の改良に役立ちます。



図 37 フーリエ変換赤外分光光度計 (左)
ダイナミック超微小硬度計 (右)

超促進耐候性試験機を使用して、紫外線を 0 時間、1 時間、100 時間照射したポリプロピレン (PP) とポリカーボネート (PC) の赤外スペクトルを図 38、図 39 に示します。紫外線を 100 時間照射したとき、図中黄色枠で示す $1,750\text{ cm}^{-1}$ 付近の C=O 伸縮振動について、PP でピーク強度の増加が、PC ではピーク形状の変化が確認できました。紫外線照射により徐々にプラスチック表面が酸化劣化し、100 時間後にはピーク変化が明瞭に検出できるほど、劣化による構造変化が進行したことが明らかになりました。

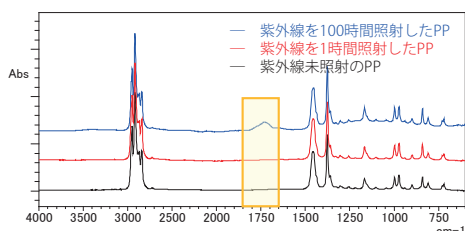


図 38 紫外線の照射時間によるポリプロピレンの赤外スペクトル

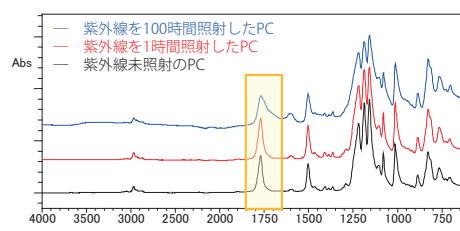


図 39 紫外線の照射時間によるポリカーボネートの赤外スペクトル

紫外線を 0 時間、1 時間、100 時間照射による PP と PC の硬さの変化を評価しました。測定結果を図 40、図 41 に示します。PP、PC ともに各試料表面は紫外線照射により硬くなっていることが分かります。FTIR による測定では 100 時間後の試料で構造変化が顕著になった一方で、硬さでは 1 時間後の試料にも明らかな差が確認されました。これらの結果は紫外線により試料表面が酸化劣化したことで、樹脂が本来持っている柔軟性が低下し、ひび割れなどが起こりやすくなっていることを示唆しています。

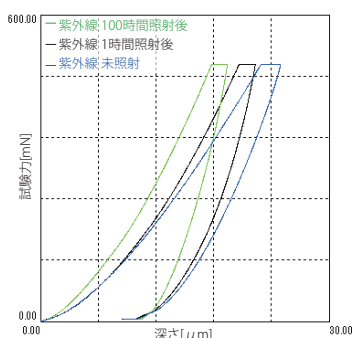


図 40 ポリプロピレンの硬さ試験の測定結果

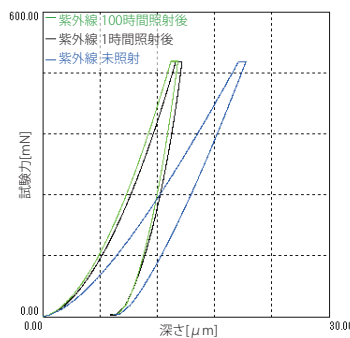


図 41 ポリカーボネートの硬さ試験の測定結果

プラスチックの多角的評価 —PC/ABS樹脂の配合比率による違い



Application >

紫外可視分光光度計 (UV)、精密万能試験機、示差走査熱量計 (DSC)、フーリエ変換赤外分光光度計 (FTIR) による分析では、成形後の組成比確認と強度面での性能を把握ができます。



- 材料投入比率に対して直線性が得られた評価手段を用いると、未知の材料に対する配合比率の予測が可能です。
- 多角的な評価はひとつの管理基準に比べて、誤判断のリスク低減に有効です。

■ 測定結果 (抜粋)

配合比率を変えて成形したポリカーボネート (PC) / エチレンブタジエンスチレン (ABS) 試験片 5 種 (PC : ABS = 0 : 100、25 : 75、50 : 50、75 : 25、100 : 0) (図 42) について、配合比率と各種特性の関係性を評価するとともに、配合比率と成形後の組成比率の一致性についても評価しました。



図 42 試験片 5 種

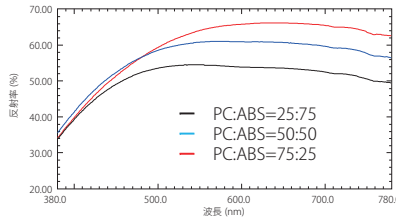
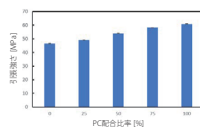
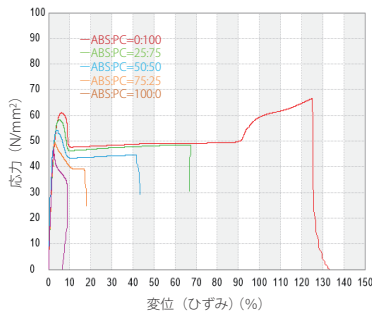


図 43 UVデータ

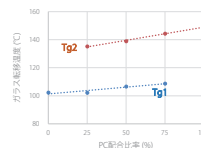
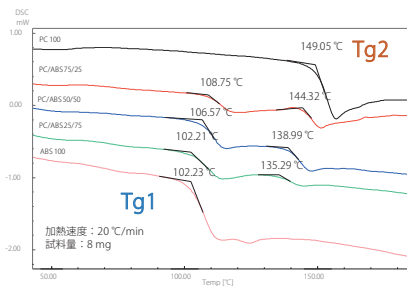
PC:ABS	黄色度
25:75	20.52
50:50	12.99
75:25	8.48

ABSの配合比率が大きいほど黄色度が高くなりました。



弾性率と配合比率に直線関係が得られました。

図 44 精密万能試験機データ



ABS由来ガラス転移温度 Tg1、PC由来ガラス転移温度 Tg2 について、配合比率と直線関係が得られました。

図 45 DSCデータ

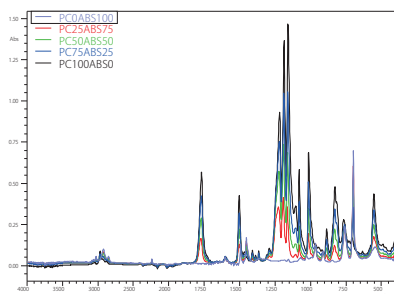
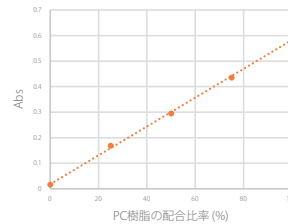


図 46 FTIRデータ



配合比率と PC 由来の C = O 結合ピーク強度に比例関係が得られ、配合比と成形後の成分比との一致性が確認されました。

プラスチックの多角的評価 — 熱処理条件の違い



Application >

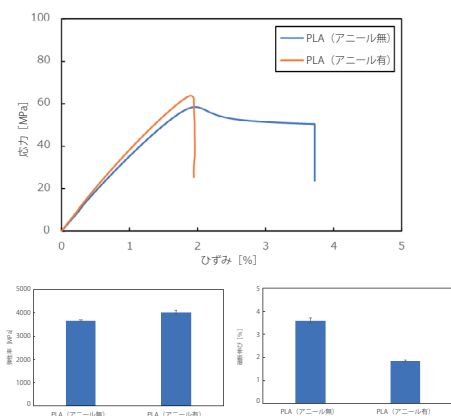
精密万能試験機、ダイナミック超微小硬度計、示差走査熱量計（DSC）、フーリエ変換赤外分光光度計（FTIR）による分析では、熔融混練・成形時の加熱状況によるリサイクル材の特性変化を評価できます。



- 熱処理による物性値の変化を精密万能試験機や硬度計により評価可能です。
- DSCやFTIRなどによる多角的な評価が物性変化の原因解析に有効です。

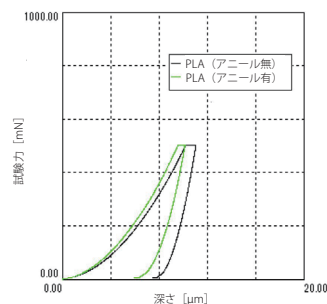
■ 測定結果（抜粋）

ポリ乳酸（PLA）のアニール処理による特性の違いを精密万能試験機による引張試験、ダイナミック超微小硬度計による硬さ試験により評価しました。また、それぞれの結晶化の状態について、DSCとFTIRで評価しました。アニール処理は、100℃で30分としました。



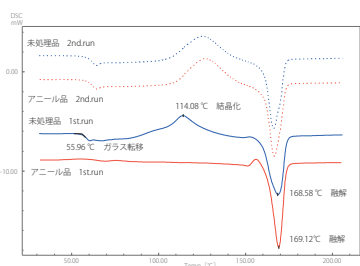
アニール処理有の試料では、弾性率は大きくなり、破断伸びは小さくなりました。

図 47 精密万能試験機による引張試験データ



アニール処理有の試料では H₁₁（押し込み硬さ）が高くなりました。

図 48 ダイナミック超微小硬度計による硬さ試験データ



試験片	T _g [°C]	結晶化 [°C]	融解 [°C]
PLA (アニール無)	55.96	114.08	168.58
PLA (アニール有)	-	-	169.12

1st. runの結果を比較すると、アニール処理無の試料では、55.96℃のガラス転移点や114.08℃の結晶化のピークが検出されています。一方、アニール処理有の試料では、これらは現れず、アニール処理により結晶化が進んでいることが分かりました。

図 49 DSCデータ

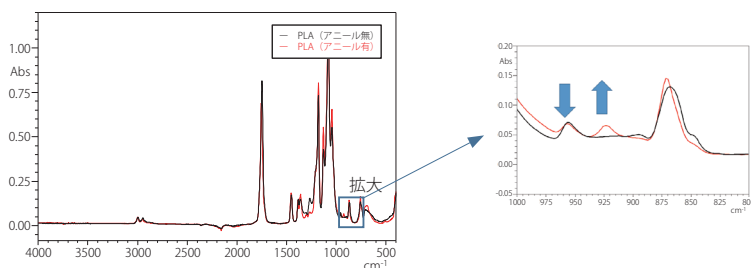


図 50 FTIRデータ

アニール処理により結晶化が進み、955 cm⁻¹ 付近のアモルファス由来のピークが減少しました。これに対し、921 cm⁻¹ 付近におけるα晶内のC-C骨格伸縮振動由来のピークが増加しました。アニール処理により非晶質が減少し結晶化が進んでいること、また、結晶形がα晶に変化していることが分かりました。

本文書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。
なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。
本製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証等を受けておりません。
治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。
トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。
外観および仕様は、改良のため予告なく変更することがありますのでご了承ください。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部

604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1

製品情報



価格お問合せ



東京支社 (官公庁担当) (03) 3219-5631
(大学担当) (03) 3219-5616
(会社担当) (03) 3219-5622
関西支社 (06) 4797-7230
札幌支店 (011) 700-6605
東北支店 (022) 221-6231
郡山営業所 (024) 939-3790

つくば支店 (官公庁・大学担当) (029) 851-8511
(会社担当) (029) 851-8515
北関東支店 (官公庁・大学担当) (048) 646-0095
(会社担当) (048) 646-0081
横浜支店 (官公庁・大学担当) (045) 311-4106
(会社担当) (045) 311-4615
静岡支店 (054) 285-0124

名古屋支店 (官公庁・大学担当) (052) 565-7521
(会社担当) (052) 565-7531
京都支店 (官公庁・大学担当) (075) 823-1604
(会社担当) (075) 823-1603
神戸支店 (078) 331-9665
岡山営業所 (086) 221-2511
四国支店 (087) 823-6623

広島支店 (082) 236-9652
九州支店 (官公庁・大学担当) (092) 283-3332
(会社担当) (092) 283-3334

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(操作・分析に関する相談窓口) IP電話等:(075) 813-1691