

TECHNICAL NEWS

分析技術報

ポリスチレン製食品容器の分析

試料及び分析目的

アイスクリーム等の食品容器の用途を目的に製造された国産のプラスチックである。樹脂の定性定量分析と、その樹脂に含まれる高分子添加剤の定性定量を目的とした。

試料の前処理

10gの試料を300mgのクロロホルムに溶解して24時間放置した。溶液を1500mlのメタノールの中に攪拌しながら滴下し樹脂分を沈殿させたのち濾過した。樹脂成分は熱分解GC用の試料とした。溶液は蒸発させ乾固寸前で10mlのクロロホルムに再溶解、濾過後これを分析用の試料とした。

樹脂の定性定量分析

(1)樹脂の定性分析

添加剤を除去した試料を下記の条件で熱分解GC法によつて分析を行った。

試料量	: 0.5mg
ガスクロマトグラフ	: 日立 163 型
検出器	: FID
カラム	: 10%SE - 30 型 2m Chromosorb WAW 60 ~ 80mesn
カラム温度	: 140
熱分解装置	: JHP - 3S 型
熱分解温度	: 590
熱分解時間	: 3sec
OVEN 温度	: 170
キャリアーガス	: N ₂ 60ml/min
アッテネータ	: 4.9 分て感度を 1/10 に切り換え

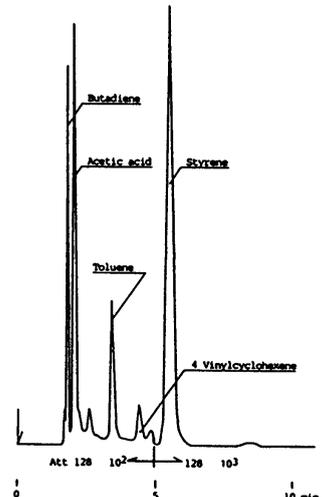


Fig-1 耐衝撃性ポリスチレン樹脂のバイログラム

得られたバイログラムが Fig - 1 である。ブタジエン、酢酸、トルエン、4-ビニルシクロヘキセン (VCH)、スチレンのピークからこの樹脂はスチレンを主成分とする樹脂で酢酸ビニル、ブタジエンゴムを含むフレンドポリマ又はコーポリマであることがわかる。

(2)樹脂の定量分析

スチレン系樹脂は理想的な解重合をする樹脂であることからポリスチレンホモポリマをベースとして、酢酸ビニル樹脂及び Cis - 1.4 ブタジエンゴムをフレンドし標準試料を作成した。標準試料を Fig - 1 と同一条件で分析しブタジエンゴムの検量線 (Fig-2) を VCH のピーク面積より求めた。酢酸ビニルの検量線 (Fig - 3) も同様に酢酸のピーク面積より作成した。この二つの検量線からこの樹脂に含まれる Cis - 1.4 ブタジエンゴム及び酢酸ビニル樹脂の含有量はそれぞれ 1.3%、6.7%となる。その値を三元系ポリマーの組成とすると Cis - 1.4 ブタジエン 1.2%、酢酸ビニル 6.6%、及びスチレン 92%よりなる樹脂であることが分かった。

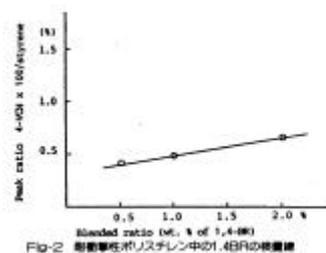


Fig-2 耐衝撃性ポリスチレン中の1,4BDの検量線

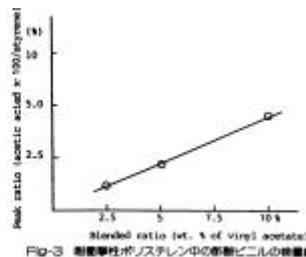


Fig-3 耐衝撃性ポリスチレン中の酢酸ビニルの検量線

樹脂に含まれる高分子添加剤の分析

10ml のクロロホルムに再溶解した試料の内 3 ml をリサイクル分取 HPLC LC-908 型に注入してクロマトグラム Fig4 を得た。

分析条件

カラム : JAIGEL - 2 H X 2 本
(内径 2.0 × 600 mm、2 本)

移動相 : クロロホルム

流速 : 3.8ml/min

カラム入 圧 : 3.0 kg/cm²

検出器 : 示差屈折針

各ピークを分取してその重量を測定して定量分析を行った。重量測定後、赤外分光光度計により各ピークの定量分析を行った。

(Fig-5~Fig-8)

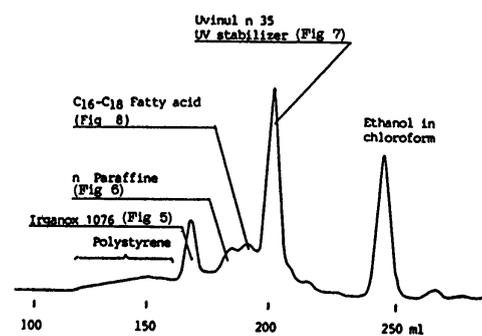


Fig-4 樹脂中の高分子添加剤のクロマトグラム

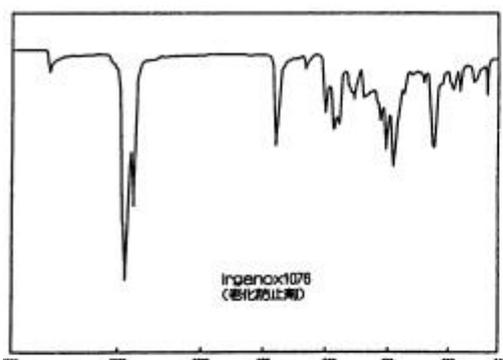


Fig-5 185mlのピークの赤外スペクトル

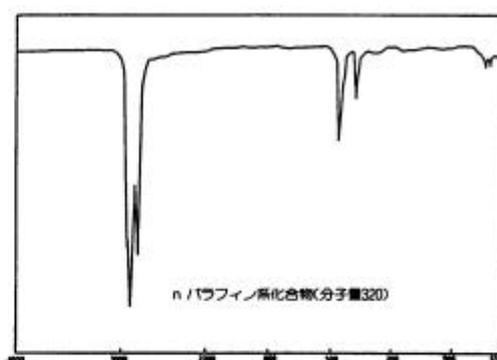


Fig-6 185mlのピークの赤外スペクトル

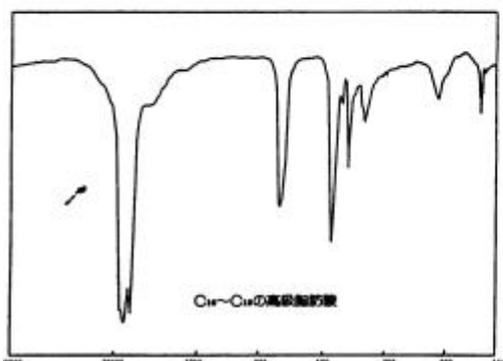


Fig-8 190mlのピークの赤外スペクトル

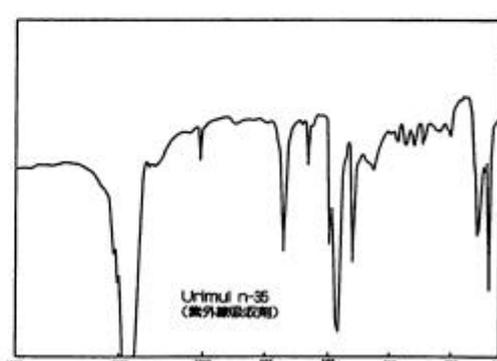


Fig-7 200mlのピークの赤外スペクトル

結論

この樹脂はスチレンを主成分 (92%) とする樹脂で Cis-1,4 ブタジエンゴム 1.2% 及びポリ酢酸ビニル 6.6% を含有するフレンドポリマー又は共重合体であることがわかった。

高分子添加剤については、樹脂に対して次の組成で添加されていることがわかった。

Irganox 1076 : 0.7%、分子量 320 の n-パラフィンを主成分とする添加剤 : 0.5%、

C₁₆ から C₁₈ の高級脂肪酸 : 0.6%、紫外線吸収剤 Uvinul-n-35 : 0.4%

参考

高分子添加剤は分析値は低くなる傾向がある。添加剤の種類、樹脂の種類によつて異なるが一般的には分析値に 1.1 ~ 1.5 億を掛けると真の値が出ると言われている。