

TECHNICAL NEWS

分析技術報

サイズ剤及び紙上の異物分析

紙は、セルロースと各種の添加剤からできております。添加剤は紙本来の基本的性質を改良し、出来上がった紙に商品価値を付与するために使われております。添加剤には、サイズ剤、紙力増強剤及び填料等があり、本報では、インキのにじみ防止のために使用されるアルキルケテンダイマー（AKD、サイズ剤）及び紙製造工程中に混入した異物の分析について報告します。

試料

サイズ剤分析に用いた紙：PH8.0のプルプスラリーに市販のAKDI%を添加して、100%，30秒間乾燥させたもの。

異物分析に用いた紙：コピー機用紙。

異物の形状 試料1：2mm x 4mm，クリーム色，異物周辺の紙が結晶化している。

試料2：直径2mm，黒色，異物周辺の紙が結晶化している。

分析条件

熱分解装置：キューリーポイントパイロライザ JHP-3S

サイズ剤分析の場合

熱分解温度：590℃，10秒間

GC：HP-5890，FID

カラム：DB-1，250～310℃，10℃/min
0.25mm x 30m

流速：1ml/min，スプリット比：1/100

異物分析の場合

熱分解温度：590℃，5秒間

GC/MS：島津QP-2000

カラム：NB-1，40～300℃（3min）～300℃
10℃/min，0.25mm x 30m

流速：1ml/min，スプリット比：1/100

分析結果

サイズ剤 AKD の分析

AKD を 1% 含む紙のピログラムを図 1 に示しました。

R と R' の炭素数の和が 32，34 及び 36 の AKD を検出することができました。

AKD は、分子量が大きいのでカラムの入口圧力と初期温度を高くしておきそれから昇温を行ったほうが、それらのピーク面積の再現性がよくなることが判明しました。この分析に使用したカラム長さは、30m のものを使用しておりますが、カラム長 10m 程度の方がより好結果が得られるものと推定されます。

サイズ剤で無水アルケニルこはく酸（ASA）についても同様な分析条件で分析できますが、高級脂肪酸塩型のサイズ剤分析は、同時熱分解メチル化法（SPM 法）で分析されることをおすすめいたします。

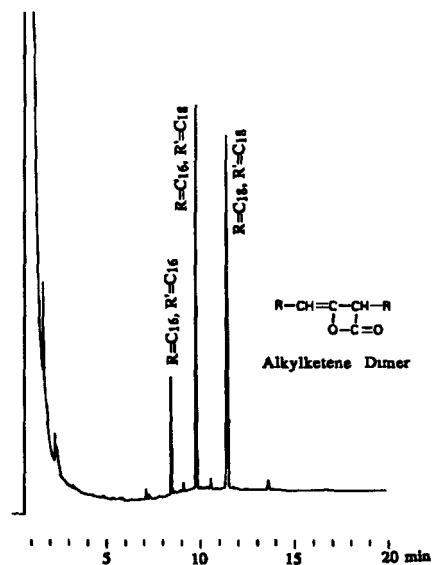


図1 AKD を 1% 含む紙のピログラム

紙上の異物分析

製品紙上にクリーム色の異物があり、その異物周辺の紙が結晶化していることから、異物部をピンセットで取り除きそれを 590℃、5 秒間熱分解して得られたパイログラムを図 2 に示しました。

パイログラム上には、 ϵ -カプロラクタム及び多数のニトリルやアミド系化合物が検出されたことから、この異物の成分は、ナイロン 6 であることが分かりました。

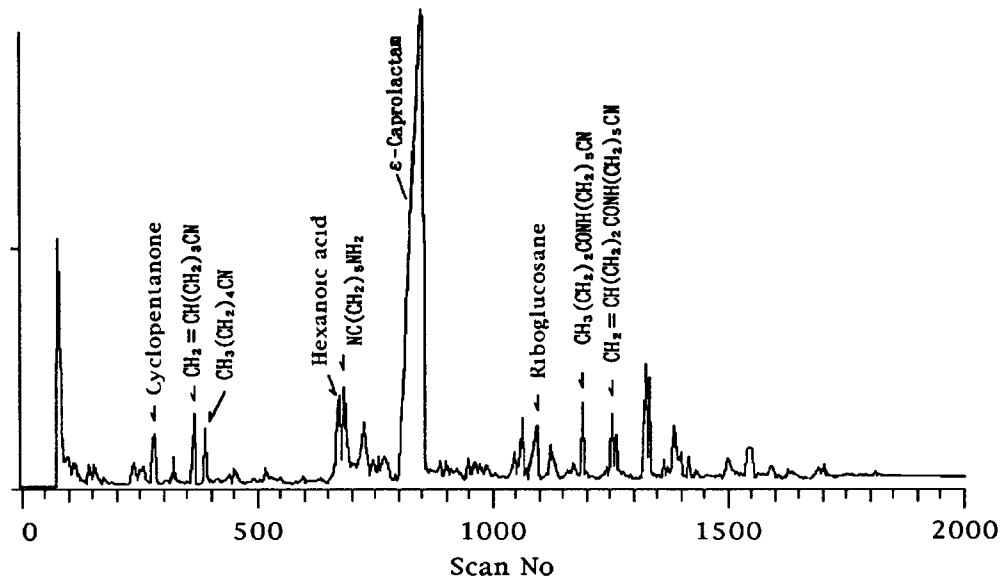


図 2 紙上に存在する異物（クリーム色）のハイロクロラム

製品紙上の黒色異物を同じ分析条件で熱分解して、そのパイログラムを図 3 に示しました。

最も大きいピークとして 2,4-ジメチルトヘプテンが検出され、そのほか多数のパラフィン系化合物が検出されたことから、この異物の成分はポリプロピレンであることが分かりました。

参考までに、図 2 及び図 3 上のリボグルコサンはセルロースの分解生成物です。

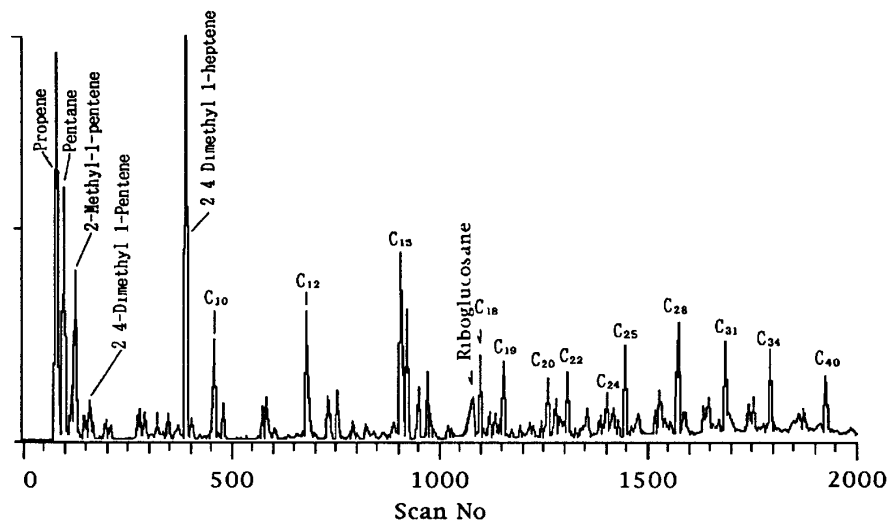


図 3 紙上に存在する異物（黒色）のハイロクロラム

結論

熱分解-GC 法によって、紙中に含まれるアルキルケテンダイマー（サイズ剤）の検出及び紙製造工程中に混入した異物の組成分析が可能であることが判明しました。