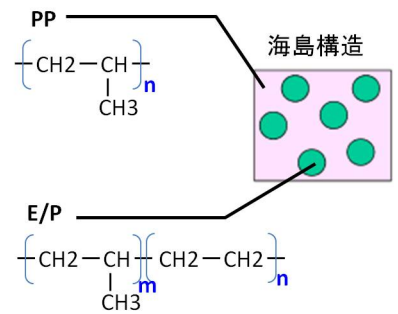


【はじめに】 いわゆる『ブロックPP』と呼ばれるもので、PP(ポリプロピレン)と共重合体の混合材料であり、ホモPPの「海」の中に共重合体の「島」が浮かぶような構造(海島構造)をしている。共重合体としてはエチレン-プロピレン(E/P)が一般的である。この共重合部の量・分子量・分子量分布・組成比率・ドメインの大きさ等によりPP複合材料の様々な特徴が引き出され複合材料であり、自動車の樹脂材料として広く利用されている。



本報告ではブロックPPの樹脂組成分析にフラグメントレスイオン化(ソフトイオン化)化質量分析法を適用した結果を紹介します。

【測定試料】 測定試料は市販のホモPPとE/Pを任意の比率で混合した模擬試料を使用した。

【測定条件】

ThermoMass Photo [リガク]

イオン化法: 光イオン化 (PI)法, 電子イオン化 (EI)法

測定モード: SCAN

m/z範囲: 10~400

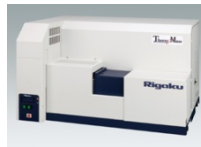
測定環境: 大気圧下での昇温加熱

昇温条件: 20°C/min → 800°C

キャリアガス: 6N ヘリウム

試料: 凍結破碎試料(約5mg)

試料セル: アルミナ

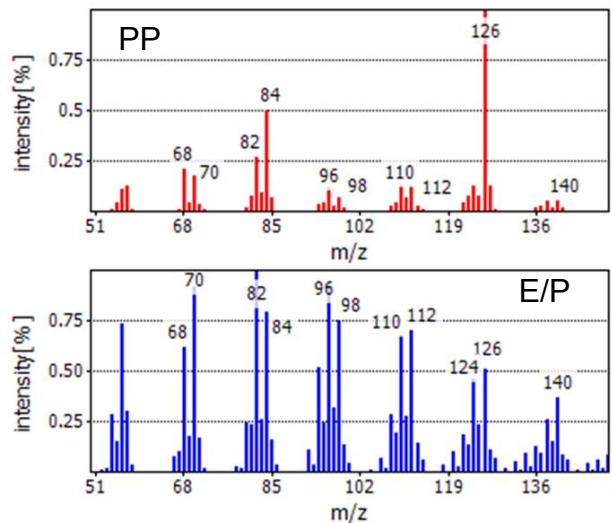


【測定結果】

(a) ホモPPとE/Pの熱分解発生ガス

ホモPPとE/Pの熱分解発生ガスのマススペクトルは検出されるマスピークが同じで、ピーク強度は E/Pが約1/10程度となります。また、右図のようにマスピークのパターンが異なります。

このため、両者が混ざったブロックPP製品では、PPとE/Pの組成比判定を行うことが困難になると予想されます。



スペクトルパターンは異なるが出現位置は同じ。強度がE/Pが約1/10

(b) PP-E/P模擬試料の熱分解発生ガス

一般的なブロックPPの組成比に合わせてE/P含有量を5.6wt%、9.6wt%、29.8wt%に変化させた際の発生ガス成分のマススペクトルを右図に示す。予想されたように、通常の評価でE/Pの含有や、その組成比を判定することはほぼ不可能であることが分かる。

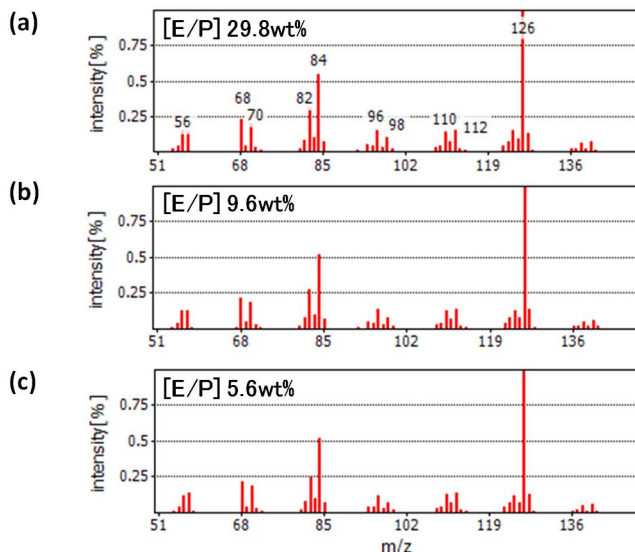
この解析には後述のDCRスペクトルマッチング技術が有用である。

PP-E/P模擬試料のE/P組成比:

[E/P] 29.8wt%

[E/P] 9.6wt%

[E/P] 5.6wt%



(c) DCRスペクトルマッチング解析による組成比分析

DCRスペクトルマッチングは ThermoMass Photo用のデータ解析支援ソフトウェア『Discrim Mass for RIGAKU』を用いて解析した結果を下表に示す。マススペクトルパターンの微細な違いをとらえて、数 wt%の誤差でPP中のE/P含有量を評価することが出来た。

<模擬混合試料の判定結果>

	PP[wt%]	E/P[wt%]	重相関R
[E/P] 29.8wt%	71.5(+1.5)	28.5(-1.5)	0.9996
[E/P] 9.6wt%	87.0(-3.0)	13.0(+3.0)	0.9997
[E/P] 5.6wt%	94.5(-0.5)	5.5(+0.5)	0.9993

()内は理論値との誤差[wt%]