

熱分析によるPP/PEブレンド樹脂の成分比の定量法

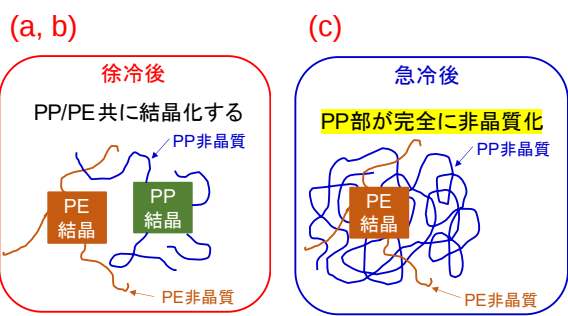
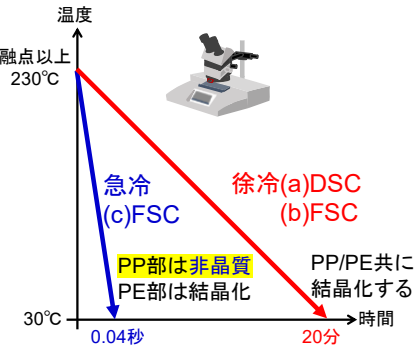
高分子材料のマテリアルリサイクルでは、市場や工程から回収したポリエチレン(PE)やポリプロピレン(PP)をペレット化したリサイクル原料が使用される。リサイクル原料には様々なグレードの樹脂が含まれ、試料中のPE/PPの成分比を正確に把握する必要がある。東レリサーチセンターではPP/PEブレンドを急冷するとPPのみ選択的に非晶質化することを見出し、その特性を利用して成分比の定量法を確立した。

示差走査熱量測定(DSC)と高速カロリーメトリー(FSC)を併用した測定・解析手順【特許出願済み】

測定前の装置内熱処理

熱処理後の構造のイメージ

測定・解析手順



装置内での冷却条件により構造を作り分ける

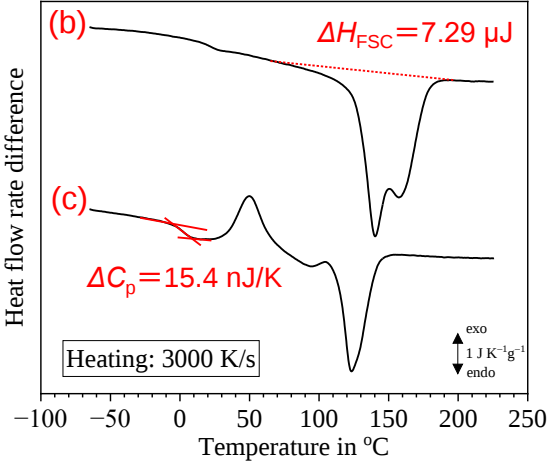
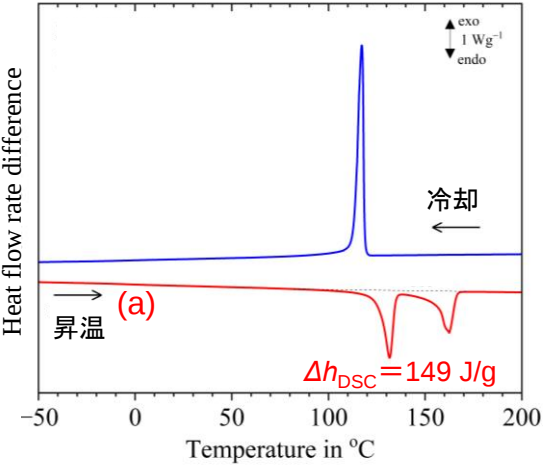
- (a) DSC測定: 融解熱量 Δh_{DSC} (J/g)
 - (b) FSC測定: 融解熱量 ΔH_{FSC} (J) $\Rightarrow$ 全重量 ($M_{total} = \Delta H_{FSC} / \Delta h_{DSC}$)
 - (c) FSC測定: ガラス転移の熱容量差 ΔC_p (J/K) $\Rightarrow$ PP部重量 ($M_{PP} = \Delta C_p / \Delta c_{p, ref}$) $\Rightarrow$ PE部重量 ($M_{PE} = M_{total} - M_{PP}$)
- PPのガラス転移における比熱差 $\Delta c_{p, ref} = 0.4563$ J/K/g (文献値)

DSC結果 (a)

FSC結果 (b)(c)

試料: PP/PE=70:30 (wt%) 熔融混練サンプル

試料: PP/PE=70:30 (wt%) 熔融混練サンプル



$M_{Total} = 49$ ng

$M_{PP} = 34$ ng

$M_{PE} = 15$ ng

PP, PEの重量より
算出した混合比
PP/PE=69/31

PP/PEの仕込み混合比と熱分析法による解析結果は一致(熱分析法は標準偏差1 wt%程度の精度)

実際のリサイクル原料による 検証(^{13}C NMR vs. 熱分析法)

^{13}C NMRは精度高くPP/PEブレンド樹脂の混合比を決定できるが、高温の溶媒への溶解操作などの難度が高く、簡便さは熱分析法よりも劣る。

試料	PP / PE 混合比 (wt%)	
	^{13}C NMR	熱分析法
PP/PEリサイクル原料1	87 / 13	88 / 12
PP/PEリサイクル原料2	82 / 18	83 / 17
PP/PEリサイクル原料3	74 / 26	74 / 26

^{13}C NMRと熱分析法の結果はよく一致する

新規の熱分析法により ^{13}C NMRと同等精度で簡便に樹脂中のPP/PEの混合比を定量することが出来た。リサイクル原料の熱特性把握のためのDSC測定にオプションとしてFSC測定を追加することで組成情報も取得できる。