

## ケミルミネッセンス法によるプラスチックペレットの短時間酸化劣化評価

March, 2014

### はじめに

汎用プラスチックの代表であるポリプロピレン（以下 PP）は、押出し機により作成された樹脂ペレットを経て射出成型機により製品となる。一般的にプラスチック等の高分子材料における酸化劣化評価は成形後の「製品」を用いて行われるが、劣化には長期間を有し、通常は熱や光による劣化加速が行われている。この従来手法では、酸化劣化の結果が製品製造後のさらに期間をおいた上で判明することから、問題が生じた場合の手戻り費用が大きくなる。また、製品出荷後に判明した場合はクレームやリコール等の大きな問題を生む。そのため、成形前の段階で酸化劣化を評価することが望ましいが、現状、ペレット状態での酸化を捉える方法は無かった。そこで本実験では、ケミルミネッセンスアナライザ(CLD-FS3)を用いることにより、ペレット状態での酸化劣化度の測定を試みた。

### 実験方法

#### ・測定サンプル

ペレット造粒時の押出し温度 230℃、260℃、300℃のもの、及び再度同じ条件でペレタイズしたリサイクル品（1回、3回、5回）

#### ・測定方法

- 方法：ケミルミネッセンス(化学発光、ケミルミ)法による発光比較
- 測定温度：60℃から150℃の昇温測定
- 測定雰囲気：窒素雰囲気
- 使用機器：CLD-FS3（現 CLA-FS4）、CLS-ST3

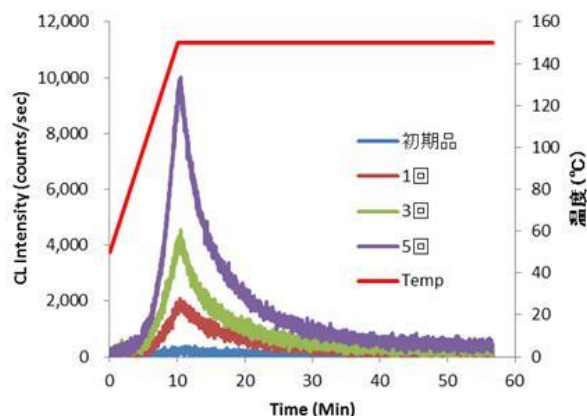


図 1 押出し温度 300℃ペレットの測定結果

### 結果と考察

図 1 は 300℃で造粒したペレットの、リサイクル数に応じたケミルミ(化学発光)挙動である。初期品に対し、リサイクル回数が増すごとに発光量も増大しているのがわかる。これは、リサイクル時の押出し中の熱により生成された過酸化物の量と推察される。

図 2 は造粒時の押出し温度と押出し回数（リサイクル回数）との化学発光量比較である。化学発光量は測定時間中の総発光量積算値である。押出し温度が低温でもリサイクル回数が増えたと発光量が増加することが分かった。また、押出温度が高温になるほど化学発光量の増加が著しく、高温押出では材料の酸化が進みやすくなることが示唆された

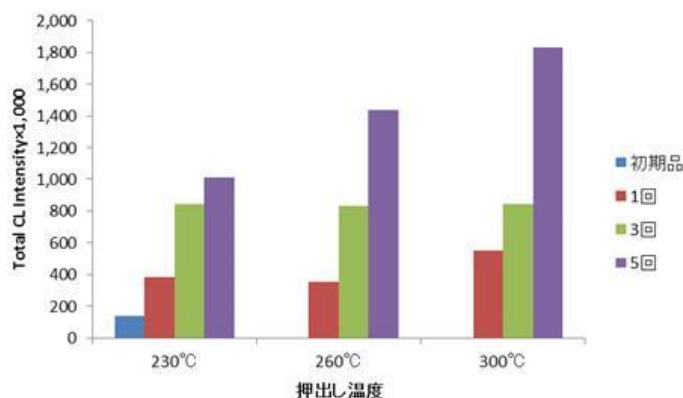


図 2 押出し温度と押出し回数の比較

以上から、ケミルミネッセンス法を用いることにより、ペレット状態でも酸化劣化度合いが測定できること、及び本手法により、リサイクル回数限度の定量的判断や、ペレット段階での酸化劣化品質評価、押出し温度等の成形条件の最適化等に利用できることが示唆された。また、数十分で測定可能であることから、生産ラインの受け入れ検査への導入がしやすく、劣化品を成形工程前に除去するという使い方も現実的となる。

ケミルミネッセンスアナライザへのお問い合わせは

東京支店：044-411-1263  
 京都支店：075-353-4366  
 利府事業所：022-356-6111

TECHOKU 東北電子産業株式会社

本社：仙台市太白区向山 2-14-1 TEL022-266-1611  
 web <http://www.tei-c.com> mail [sales@tei-c.com](mailto:sales@tei-c.com)