

Py-GC/MS を用いた PET 中ポリオレフィン 混入物のスクリーニング分析

— PE および PP の判別例 —

Author

穂坂 明彦

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

ポリエチレンテレフタレート（PET）中に不純物として混入するポリオレフィンのスクリーニング法として、Py-GC/MS の適用を検討しました。その結果、ポリエチレン（PE）およびポリプロピレン（PP）については、熱分解により生成する特徴的な脂肪族炭化水素のパターンを検出することで、それぞれの含有を判別できました。

背景

ポリエチレンテレフタレート（PET）は飲料ボトルや包装材をはじめ、幅広い用途で使用されており、近年は環境負荷低減の観点からリサイクル PET の利用が拡大しています。リサイクル PET の品質管理においては、異種材料の混入が最終製品の品質に影響を及ぼす可能性があることから、混入物の管理が重要な課題となっています[1]。

PET 中の混入成分のうち、ポリエチレン（PE）やポリプロピレン（PP）などのポリオレフィン、市場での使用量が多いため混入リスクが高く、混入により PET の機械的強度低下を招く要因となります。したがって、ポリオレフィンについても品質管理プロセスにおけるスクリーニングが必要であるといえます。

本報では、本手法を PET 中に混入したポリオレフィンのスクリーニングに適用した検討結果について報告します。

実験方法

試料

PETは、厚さ約 75 μm のフィルム状に加工された工業材料を Φ1.25 mm のパンチャーで切断した試料片を 2 枚（約 250 μg）パイロライザー用試料カップに採取して測定に供しました。また、PE や PP などをはじめとする各種汎用ポリマーの混合標準試料（MPs-SiO2-L、フロンティア・ラボ社製）を PET と共に採取して測定することで、PE、PP が混入した PET 試料としました。

装置

測定には、加熱炉型熱分解装置（EGA/PY-3030D、フロンティア・ラボ社製）を GC/MS（5977C Inert Plus MSD、アジレント社製）のスプリット/スプリットレス注入口に直結した Py-GC/MS システムを用いました。測定条件の詳細は表 1 に示します。

表 1. Py-GC/MS の分析条件

熱分解条件	
パイロライザーモデル	マルチショット・パイロライザー (EGA/PY-3030D、フロンティア・ラボ)
熱分解温度	550 °C
インターフェース温度	300 °C
試料カップ	エコカップ FL
PET 試料量	約 250 μg
PE, PP 添加量	PET 試料に対し 200 ～ 1,000 ppm 相当
GC 条件	
イオン源	Agilent Jet Stream (AJS)
イオン源	Agilent Jet Stream (AJS)
測定モード	TOF および Q-TOF (正イオン/負イオン)
乾燥ガス	350 °C 10 L/min
シースガス	400 °C 12 L/min
ネブライザ圧	50 psi
キャピラリ電圧	4000 V
ノズル電圧	0 V
MS 条件	
MS モデル	Agilent 5977C Inert Plus MSD
イオン源	エクストラクタイオン源
イオン化法	電子イオン化法 (70 eV)
イオン源温度	230 °C
四重極温度	150 °C
測定モード	SIM / Scan
スキャン範囲	<i>m/z</i> 29-400
SIM イオン	<i>m/z</i> 56, 70, 126 (デュエルタイム 各 30 msec)

結果と考察

各ポリマーの化学構造と熱分解生成物の確認

PE と PP および PET の化学構造を図 1 に示します。PE は直鎖のアルキル鎖であり、PP は側鎖にメチル基を持つ分岐構造を持つアルキル鎖です。PE のパイログラムでは図 2 に示すように、主に鎖長違いの直鎖アルケンが観測され、PP のパイログラムでは分岐構造を持つアルケンが観測されます[2]。一方、図 3 に示す PET のパイログラムには炭素数 2 以上のアルケンは殆ど観測されず、SIM 測定において炭素数 9 の分岐構造を持つアルケン (iso-C9) が僅かに観測されたのみでした。PET の化学構造には炭素数 2 以上のアルキル鎖構造は含まれないため、iso-C9 は測定した PET 試料中に含まれる PP に由来するものと考えられます。

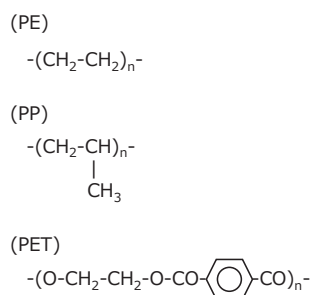


図 1. PE、PP および PET の構造

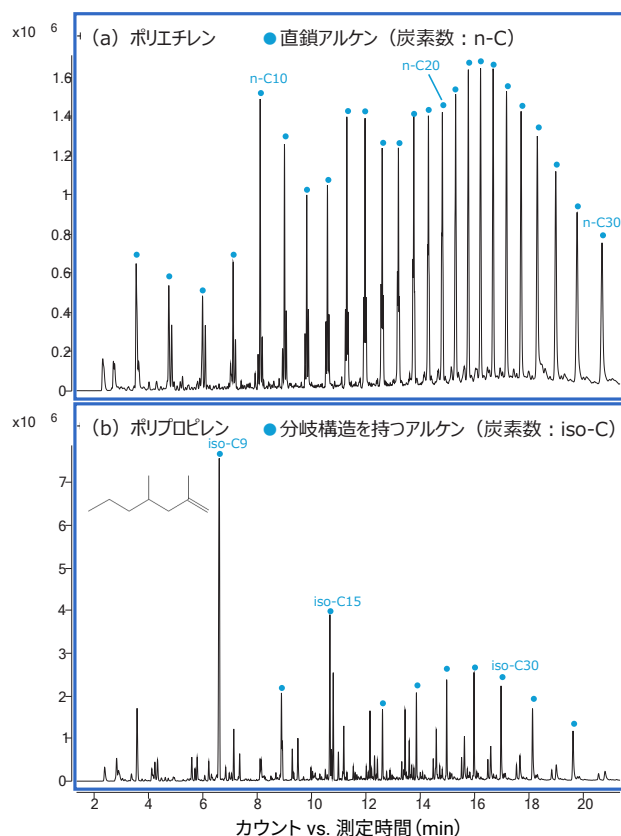


図 2. ポリエチレンとポリプロピレンのパイログラム例

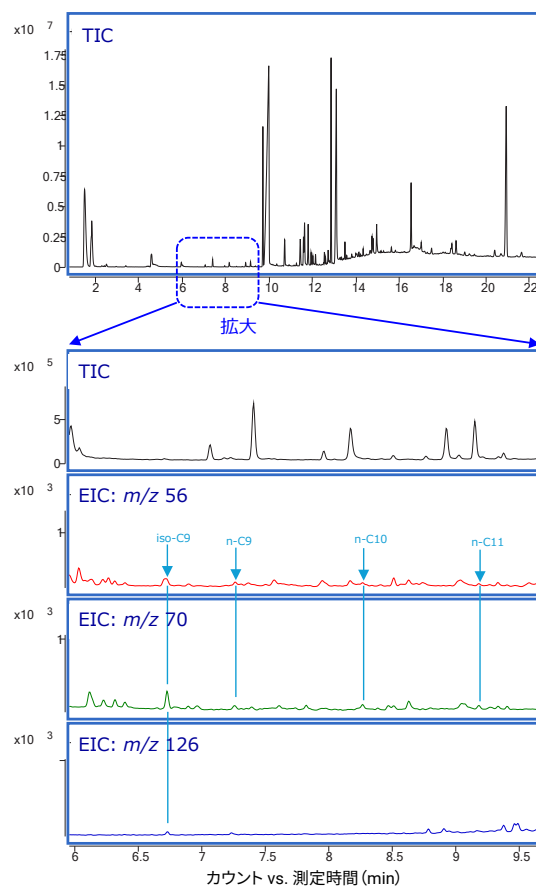


図 3. 市販の PET シートのパイログラム

PE と PP を含む PET のパイログラム

PET に対し PE を約 800 ppm と PP を約 200 ppm 添加した試料のパイログラムを図 4 に示します。Scan 測定によるトータルイオンクロマトグラム (TIC) は図 3 に示す PET 試料のみのパイログラムと同等ですが、SIM による測定結果では、PE に由来する直鎖アルケン n-C9, 10, 11 および PP に由来する分岐構造を持つアルケン iso-C9 が明瞭に観測されました。また、図 3 のパイログラムで観測された iso-C9 は図 4 で観測された iso-C9 に対してピーク強度は 1/20 以下であり、10 ppm 以下の微量であることが示唆されました。

まとめ

Py-GC/MS は PET 中に含まれる数百 ppm レベルの PE と PP の含有の有無を判別することが可能であり、リサイクル過程における品質管理法として有用であると考えられます。

参考文献

1) H. Jones, F. Saffar, V. Koutsos and D. Ray, Polyolefins and Polyethylene Terephthalate Package Wastes: Recycling and Use in Composites, *Energies*, 14, 7306 (2021). [Polyolefins and Polyethylene Terephthalate Package Wastes: Recycling and Use in Composites](#)

2) S. Tsuge, et al. Pyrolysis-GC/MS Data Book of Synthetic Polymers -Pyrograms, Thermograms and MS of Pyrolyzates, Elsevier (2011).

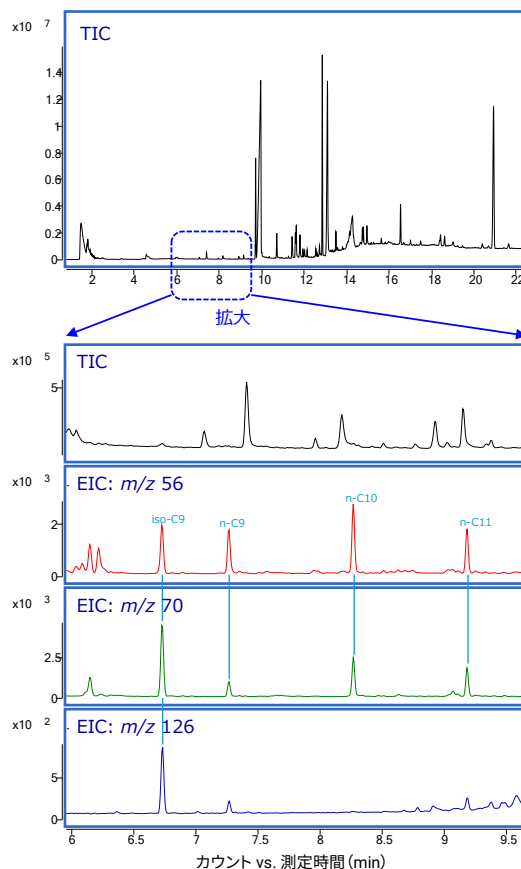


図 4. PE、PP を添加した PET シートのパイログラム

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

DE-015938

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2026

Printed in Japan, July 17, 2026

5994-9360JAJP