

※本研究は、ドイツのゲルゼンキルヒェンにあるSabic Polyolefine社によって行われました。

HDPEペレットは、地下水のパイプや食品包装（キャップ、ライナー、クロージャー、レイヤー・・・）に使用されています。こうした用途においては、残留溶媒や残留モノマーのない製品を供給する必要があります。加工されたHDPEにそれら残留物が存在すると、接する食品や水に“プラスチックくさい”においや味として影響します。



本アプリケーションノートは、様々な品質の高密度ポリエチレン(HDPE)に対するAlpha MOS 電子嗅覚システムの識別能力を示すとともに、未知のHDPEサンプルの官能特性を評価することを目的としています。

Sabic社はポリオレフィン(PEやPP)製造のリーディングカンパニーの一つです。PE製品の範囲は直鎖状低密度ポリエチレン(LLDPE)や低密度ポリエチレン(LDPE)、そしてHDPEに及びます。一方、PP製品はランダムポリマー樹脂、コポリマー樹脂、そしてホモポリマー樹脂に及びます。

試験方法

▶ 官能評価方法

Sabic社は、標準作業手順書(SOP)に従って、官能評価パネルによるサンプルの評価を行っています。

このSOPは、サンプルに水を加えて行うもので、以下の勧告、規格に従ったものです。

- NF T54-063, 飲料水供給水路網用ポリエチレン - NF EN 1622, フランス顧客向けのにおい・風味閾値の決定
- ドイツ・カールスルーエのTechnologie Zentrum Wasser の提案に基づく社内SOP

本法は、MDPE/HDPEやPP粒子が水ににおいを付与するかどうかを確認するのに用いられています。

- ✓ ペレットを秤量、洗浄し、水に浸します (500 mlの水に16g、もしくは250mlの水に8g)。
- ✓ ペレットと水を入れたボトルを攪拌しながら、30°Cで4時間放置します。その後、室温に戻し、官能評価を行います。
- ✓ 官能評価パネルは、水のおいしさを評価のトレーニングを受け、かつその評価に慣れている、少なくとも3名以上で構成されます。サンプルは、下表で示す希釈に用いたリファレンス水とペアで置かれます。

サンプル	試験用 水 (ml)	希釈用 水 (ml)	濃度	におい レベル *
1	200	0	100%	1-2
2	100	100	50%	2
3	67	133	33%	>4

*においを検知した場合の点数

✓ パネリストは、試験サンプルとリファレンスの水と比較し、双方のサンプルのにおいが等しいのか、あるいはいずれかのサンプルが嫌なにおいを持つのか判断します。各々のサンプルのスコアは上表の5列目に示しています。スコアは2回の試験によって決定します。

✓ 70%以上のパネリストの結果が一致しない場合、再度試験を行ないます。

✓ 試験サンプルがリファレンスの水と比較してにおいがない場合、スコアは1とします。

報告書には、サンプルIDや試験番号、においレベル、パネリストの数、覚書、そして試験日を記載します。

▶ サンプル

- トレーニング用として、15個のHDPEサンプル(10個の良品、1個の中間品、4個の不良品)を分析しました。
- トレーニングデータの妥当性を評価するために、1個の未知サンプル(サンプル16)を分析しました。

電子嗅覚システム分析条件

キャリアガス	乾燥空気
流速	150ml/min
サンプル量	1g
バイアルサイズ	10ml
ヘッドスペースジェネレーション時間	10分
ヘッドスペースジェネレーション温度	50℃
攪拌速度	500rpm
注入量	2500ul
注入速度	2500ul/s
シリンジ温度	55℃
データ取得時間	120秒
測定間隔	15分(*)

(*)条件を調整することで5分まで短縮可能です。

Alpha MOS の分析機器では、特別なサンプル調製は必要なく、オートサンプラによる昼夜分析が可能です。

良品と不良品の識別

▶ 定性的なグラフ

図1に示すように、“良品”と“不良品”には明確な差がありました。レーダーチャートは、各サンプルのフィンガープリントを簡単に視覚化することができます。

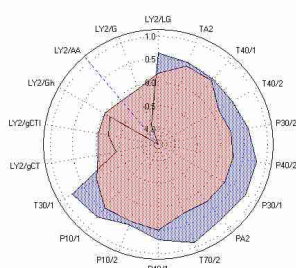


図 1: HDPEの良品(赤)と不良品(青)のレーダーチャート

データライブラリは、各センサーの応答の最大値を用いて構築しました。主成分分析(PCA)によって、18個のセンサーから得られる情報を2次元にプロットすることができ、サンプル間の類似性がわかります(図2)。

サンプル間の識別の程度を示す識別指数(最大値100%)が97%と高い値を示し、3種の品質(良品、中間品、不良品)の異なるHDPEが明確に識別されました。

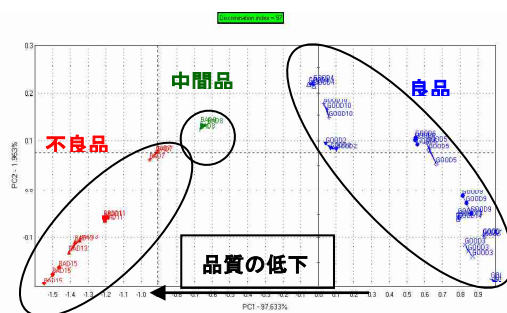


図 2: 品質の異なるHDPEの識別

GEMINI (品質管理システム) は6個のセンサーを内蔵し、5分間隔の迅速な分析を行うことができる工場の品質管理に適したシステムです。

図3は、6個のセンサーによる主成分分析の結果を示し、品質の違いに基づいて識別されていました。また、未知サンプル(ピンク)は中間品に近いことがわかります。

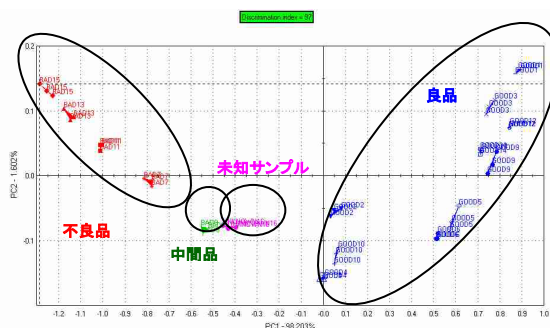


図 3: 未知サンプルのHDPEを加えた主成分分析

▶ 品質管理図

解析手法の一つであるSQC(統計的品質管理)チャート(図4)は、サンプルの品質の違いを単純かつ視覚的に表現し、迅速な品質管理を可能とします。

目標とする品質を代表するサンプルを選択した後、ソフトウェアは、製造工程内のばらつきを考慮しながら受容する品質ゾーンを決定します。

図4では、官能評価による全ての不良品サンプル、および未知サンプルが“合格品”のゾーンの外れ値、つまり“不合格品”であると判定されました。

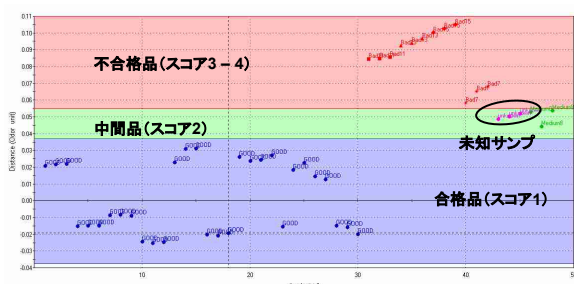


図 4: HDPEペレットの品質管理チャート

官能評価との相関性

16サンプルの官能評価スコアは、以下の通りでした。

- サンプル 1～6, 9, 10, 12, 14: 1点 (良品),
- サンプル8, 16 (未知サンプル): 2点 (中間),
- サンプル7, 11, 13, 15: 4点以上 (不良).

これらの結果は、図2～図4の結果と一致していました。品質管理図 (図4)において、未知サンプル (サンプル16)は、中間であるサンプル8に最も近い結果でした。

追加サンプルの分析による結果のバリデーション

官能評価が未実施の追加サンプル(新規バッチ)5個が、Sabic社より供給されました。図5は、新規バッチである未知のHDPEペレット(ピンク)が中間、もしくは不良品と同等の品質と同定されたことを示します。

最初の分析から3週間後であったものの、構築されたモデルは正確で安定しており、未知のHDPEの同定に成功しました。

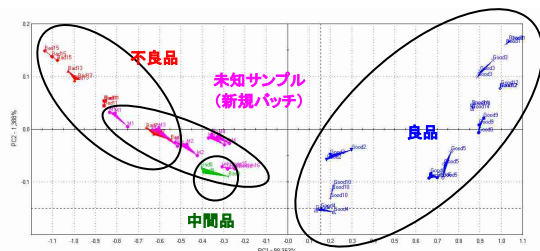


図 5: 品質の異なるHDPEの主成分分析
新規サンプルは中間、または不良と判定

標準物質を用いて毎週キャリブレーションを行うことで、数カ月あるいは数年に渡ってモデルを利用することができます。

結論

HDPEの品質管理において、FOX あるいは GEMINI を用いることで、以下のメリットが得られます。

- サンプル調製の簡素化と時間の短縮 (数時間から5分に短縮)
- 品質の異なるHDPEペレットの優れた識別
- 客観的なデータ
- 分析の良好な再現性
- 標準的な手法として推奨される官能評価パネルの結果との優れた相関性

本システムは、オートサンプラを組み合わせることで、工場におけるオペレータのサンプル調製を簡素化し、官能評価試験の負担を軽減することができます。



本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

2011 年 5 月