

顕微赤外分光イメージングを用いた樹脂製品の評価

化学材料科 菅野尚子 渥美博安*

Evaluation of molded Products by means of infrared microscopic imaging analysis

Naoko KANNO and Hiroyasu ATSUMI

Keywords : infrared microspectroscopic imaging, resin additive, coating structure

キーワード：顕微赤外分光イメージング、添加剤、塗膜構造

1 はじめに

当研究所ではイメージングデータを解析する場合、主成分分析（PCA）により複数の未知成分を仕分けする「成分解析^{*1}」と、指定の官能基の分布を見る「ケミイメージ^{*1}」の2つの手法を主に用いている。前報¹⁾では、顕微赤外分光イメージングを用いて、樹脂の接着不良に関する解決事例を報告した。今回は、上述した2つの解析法を用いて技術相談の解決に役立てた2事例を紹介する。

2 方法

2.1 試料

県内企業から成分調査を目的として持ち込まれた材質が不明の黒色チューブと、同じく製品不良の原因究明を目的として持ち込まれた樹脂塗装品（アクリル系塗料が塗装されたABS樹脂製品）の2試料について試験に供した。

2.2 ATRイメージング測定及び解析

試料から断面試料を調整し（図1）、ATRイメージング測定（装置PerkinElmer社製Frontier-Spotlight400、スペクトルの分解能 4 cm^{-1} 、積算回数4回、ピクセルサイズ $1.56\text{ }\mu\text{m}$ 、測定領域 $300\text{ }\mu\text{m}\times 100\text{ }\mu\text{m}$ ）を行った。なお、黒色チューブについては成分解析を行い、樹脂塗装品についてはケミイメージによる解析を行った。

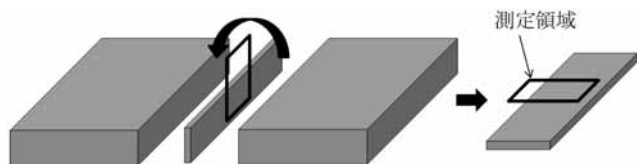


図1 試料の調整

3 結果及び考察

3.1 黒色チューブについて（成分調査）

黒色チューブ断面の可視画像（図2）から、チューブは2層構造であることが推察されたので、四角で囲んだ領域についてイメージング測定を行い、成分解析を行ったところ、これらの層が2色に色分けされた（図3）。各層の赤外吸収スペクトル（図4）はともにポリエチレンの吸収を有するが、主な違いは 1698 cm^{-1} ($\text{C}=\text{O}$) ピークの有無であった。内側層はこのピークがなく、純度の高いポリエチレンであると考えられた。一方、外側層はこのピークを有しており、添加剤の配合や有機酸との共重合体の可能性が示唆された。

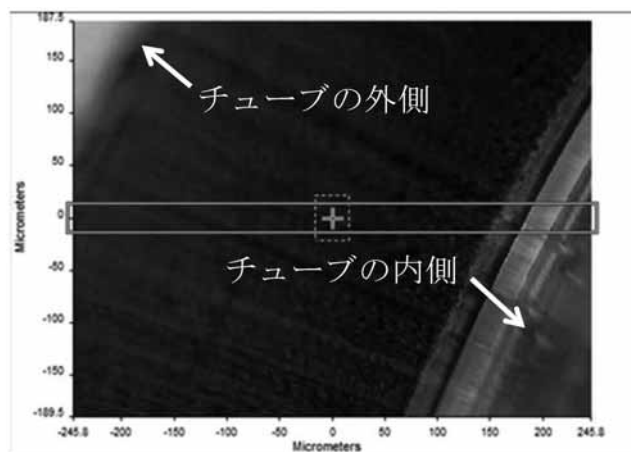


図2 黒チューブの可視画像

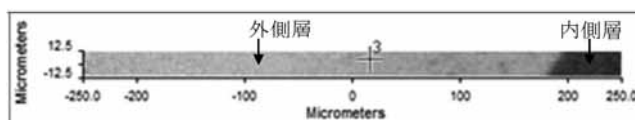


図3 図2において□で囲んだ領域のイメージング画像

*) 現 浜松工業技術支援センター 機械電子科

*1 PerkinElmer社装置における解析用語

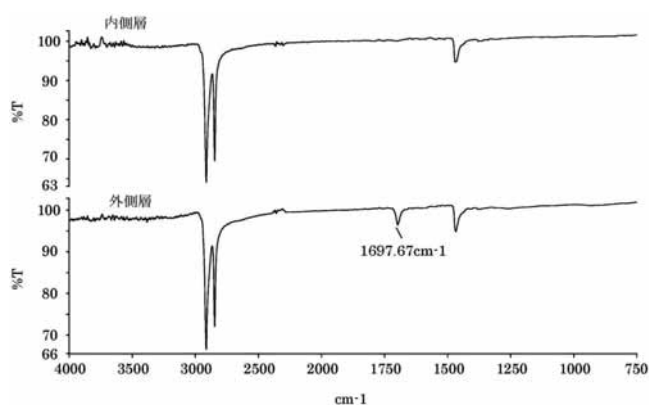


図4 内側層及び外側層の赤外吸収スペクトル

3.2 樹脂塗装品について (不良原因調査)

本事例の試料も塗膜が積層構造を有し、成分解析が可能であったが、今回はケミメージによる解析を試みた。樹脂塗装品断面の可視画像 (図5) では、ベース樹脂上に塗膜2層が積層している様子が観察され、ベース樹脂のA B Sは、 2234cm^{-1} ($\text{C}\equiv\text{N}$) の分布により確認することができた (図6)。また、塗膜2層の赤外吸収スペクトル (図7) における違いは、 1690cm^{-1} ($\text{C}=\text{O}$) ピークの大きさと 1150cm^{-1} ($\text{C}-\text{O}$ 伸縮) のピーク形状であった。そこで、ピーク面積の比較が可能な 1690cm^{-1} を指標として解析を行ったところ、2種のアクリル系塗膜の違いをイメージング画像として捉えることができた (図8)。さらに、この塗装品にはベース塗料層の一部に剥離が生じていることがイメージング結果から明らかとなった。

4 まとめ

上記2事例から、顕微赤外分光イメージングの測定データにおいて、目的に応じ成分解析またはケミメージによる解析を行うことにより、樹脂製品内部の構造や成分の分布を画像化できることがわかった。本年度はこの手法を利用して解決した県内企業からの技術相談が5件あったが、今後も活用の機会が増えると思われる。

参考文献

- 1) 菅野尚子 他：顕微IRイメージングを用いた樹脂接着不良の原因究明. 静岡県工業技術研究所報告, 第10号, 7-8 (2017)

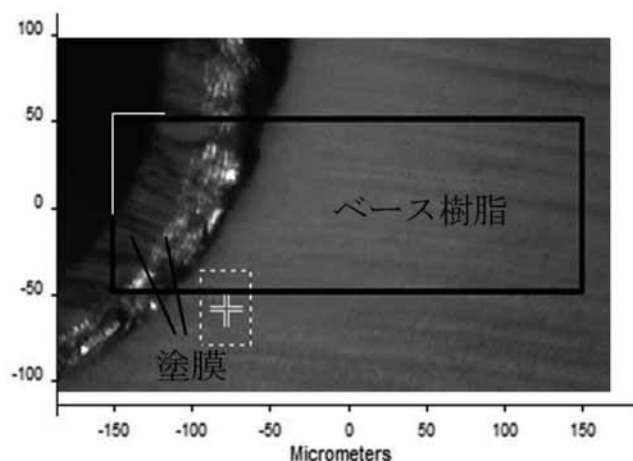


図5 樹脂塗装品断面の可視画像

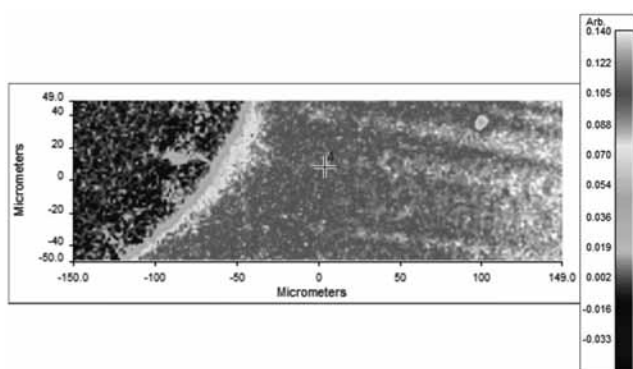


図6 2234cm^{-1} のイメージング画像 (ベース樹脂)

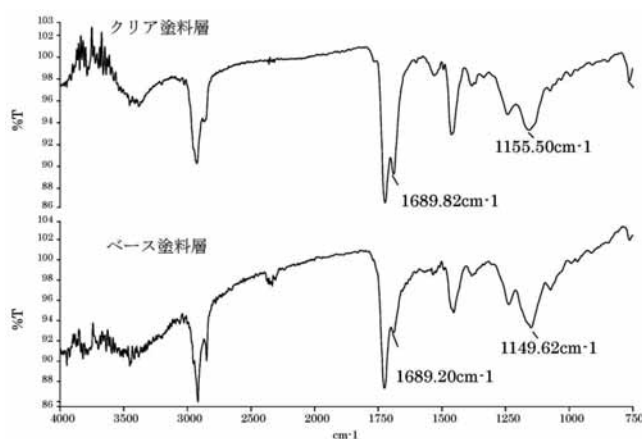


図7 塗膜2層の赤外吸収スペクトル

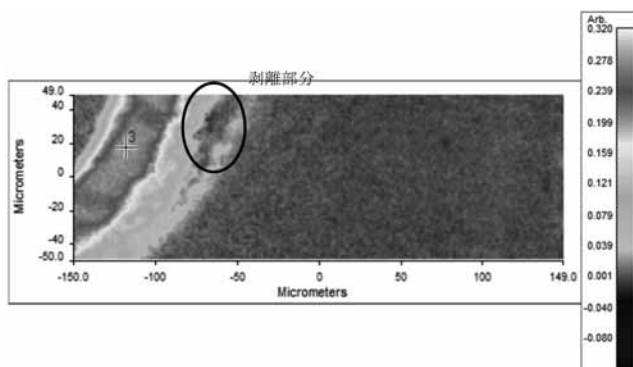


図8 1690cm^{-1} のイメージング画像 (塗膜)