

顕微IRイメージングを用いた樹脂接着不良の原因究明

化学材料科 菅野尚子 田中翔悟* 渥美博安

Cause unfolding of defective adhesion between resins
by means of infrared microscopic imaging analysis

Naoko KANNO, Shogo TANAKA and Hiroyasu ATSUMI

Keywords : Infrared Microspectroscopic Imaging, Lubricants

キーワード：顕微IRイメージング、滑剤

1 はじめに

2次元の化学的情報を可視化する顕微IRイメージングの中でもATR (Attenuated Total Reflection) イメージングは、反射法や透過法よりも4倍高い約 $3\ \mu\text{m}$ の空間分解能を有するため、これらの方法では判別が困難な官能基等を分別することができる¹⁾。たとえば積層フィルムや樹脂シート等においては、断面におけるATRイメージング測定を行うことにより、試料内部の化学的情報の違いを視覚的にスクリーニングすることが可能である。本報告では企業から相談を受けた、樹脂の接着不良に関する問題の解決にあたり、ATRイメージングを利用した例について紹介する。

2 方法

2.1 試料

相談のあった企業において、成形品同士を溶剤型接着剤で接着させて使用した場合に、あるロット（製造を行った3台の成形機のうちの1台で成形）に集中して剥離が発生した。そこで、これと同じロットの成形品を不良品とし、比較のため、剥離が発生しなかった成形機で製造した成形品を良品として試験に供した。

2.2 ATRイメージング測定及び解析

不良品及び良品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 $4\ \text{cm}^{-1}$ 、積算回数4回、ピクセルサイズ $1.56\ \mu\text{m}$ 、測定領域 $400\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ ）を行った。結果の解析は特定の官能基の吸収帯を指定するケミイメージ処理により行い、これらの分布を比較した。なお、測定に先立ち解析に用いる吸収帯を選定するため、不良品及び良品の樹脂表面におけるマクロIR (ATR) 測定を行った。

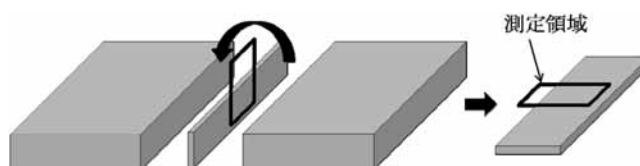


図1 試料の調整

3 結果及び考察

不良品及び良品について、成形品同士を溶剤型接着剤で接着させた場合の接着強度を測定したところ（図2）、不良品は良品の1/4程度の強度しかなく（表1）、試験後の不良品と良品の剥離面は、外観が明らかに異なっていた（図3）。このような状況から、原因の1つとして不良品及び良品の樹脂表面近傍における化学的な構造に何らかの違いがあるのではないかと考えられた。

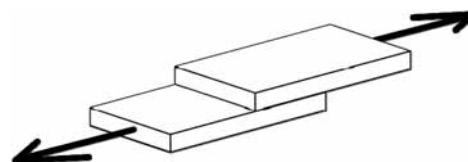


図2 接着強度試験の模式図

表1 不良品及び良品の接着強度

	接着強度 (MPa)	平均接着強度 (MPa)
不良品	0.75	1.23
	1.44	
	1.83	
	1.68	
	0.45	
良品	5.10	4.97
	5.02	
	5.07	
	4.81	
	4.84	

*) 現 新産業集積課

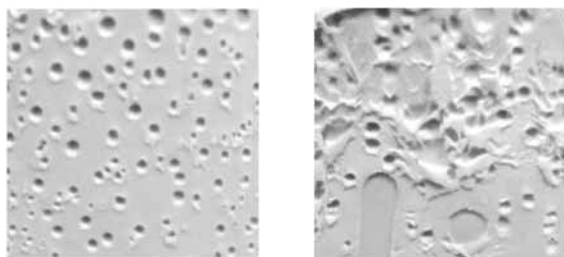


図3 各試料の剥離面 (左：不良品、右：良品)

図4に不良品及び良品の樹脂表面におけるATR-IRスペクトルを示した。この中で、成形品由来でなくピーク強度が不良品と良品で異なる2つの吸収帯 1638cm^{-1} (アミド I 及びアミド II 吸収帯) 及び 3302cm^{-1} (N-H逆対称伸縮) に着目し、イメージング解析に用いることにした。なお、測定試料の添加剤を調査した結果、これらの吸収帯は滑剤に由来することがわかった。

図5に、上記2つの吸収帯を指定して解析を行ったATRイメージング画像を示した。図では、黒色が強いほどその吸収帯が多く分布していることを示している。

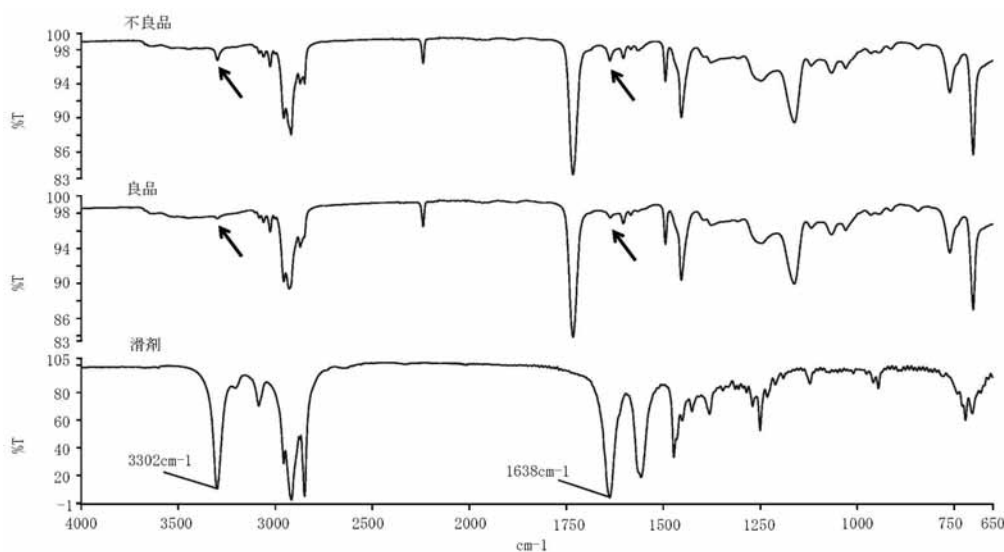


図4 各試料のATR-IRスペクトルの比較

	不良品	良品
断面の可視画像		
1638cm^{-1} のイメージング画像		
3302cm^{-1} のイメージング画像		

図5 不良品及び良品のATRイメージング画像

(右端が樹脂表面、領域 $25\mu\text{m}\times 300\mu\text{m}$)

良品と比較し不良品では、 1638cm^{-1} 及び 3302cm^{-1} の吸収帯を示す分布が樹脂表面に近い領域に偏在しており、滑剤が成形品の表層部に多く存在していることがわかった。

これらの結果を踏まえ、相談企業において滑剤を意図的に樹脂表面に塗布した試料を用いた再現試験を行ったところ、接着剤の剥離が100%再現できたことであつた。

4 まとめ

以上の結果から、不良品において滑剤が樹脂表面に多く分布しており、このことが原因で接着部の剥離トラブルが発生している可能性が考えられた。現在、相談企業では問題の成形機において滑剤の偏在が生じる成形条件を洗い出し、歩留まりの向上に努めている。

参考文献

- 1) 大西晃宏：赤外顕微鏡とIRイメージング．ぶんせき，2，86-87 (2013)．