

# 微弱発光によるプラスチックの劣化評価に関する研究

機械材料科 繊維高分子材料スタッフ 本間信行\*

## Research to which Degradation of Plastic is Evaluated by Using Weak Chemiluminescence

Nobuyuki Honma

### 1. はじめに

現在のプラスチックの発展はより有用な添加剤の開発とともに実現されてきた。そのため材料設計は添加剤の配合とその評価の集積であり、評価は製品設計を決定づける重要なプロセスとなっている。しかし、既存の評価技術から得られる情報は限定的で、物理試験、GPC、IR等、物性変化が広範に生じないと検出できない。一方でプラスチックの劣化は表面・界面においても生じやすいことや劣化の初期段階での検出技術が無いことから、高感度な化学発光を利用した評価方法が大澤<sup>1)</sup>など多くの研究者によって進められてきた。これらの研究成果により化学発光による評価はほぼ原理的には確立されてきたが、その方法が高価な専用の装置を必要とすることや、熱溶解による破壊測定であることなどの点から普及に至っていない。

本研究ではこれら従来法の欠点を考慮し、今までとは異なる、化学反応による安価で簡便な発光評価法を検討した。

### 2. 方法

#### 2. 1 化学発光の反応系

化学反応によるプラスチックの発光評価は中島<sup>2)</sup>により報告されており、ポリエチレンを対象にルミノールを使用して発光に成功している。今回は複数の材料評価とプラスチック材料への最適化を目標に反応系を検討した。プラスチックの劣化は大澤の文献<sup>3)</sup>により詳細に報告されており、多くの場合励起カルボニルを生じるプロセスとなっている。そこで外乱因子からの影響が少なく、励起カルボニルに感度のあるXYZ系微弱発光<sup>4)</sup>による方法を探った。反応試薬は既報<sup>5)</sup>に従い調整した。即ち、過酸化酵素/アセトアルデヒド/pH7リン酸緩衝液/メタ

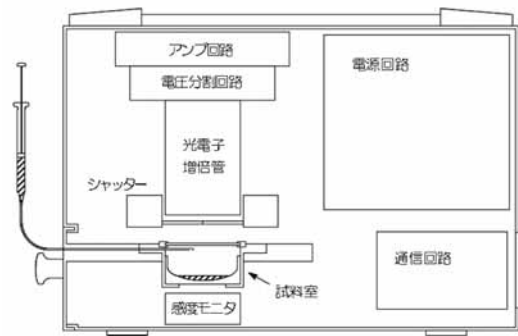


図1 微弱発光測定装置の概要図

ノールの混合溶液とした。

#### 2. 2 対象材料

対象としたプラスチックは、ナイロン6で、4mm丸棒(株)サンプラテック製)を厚さ約0.25mmに切り出した円盤状試料を使用した。この試料に10cmの距離から殺菌ランプ(東芝ライテック社製GL-15)を照射し、照射時間に応じて劣化標準試料を作成した。

#### 2. 3 化学発光の測定

既報<sup>5)</sup>と同様の装置(図1)に試料をセットし、発光試薬を注入して発光強度を測定した。

### 3. 結果

#### 3. 1 ナイロン6の化学発光

ナイロン6の試料に殺菌ランプを7日間照射し、劣化させた試料を作成して発光させ、ロングパスフィルター(ソーラボジャパン(株)製:FGK01)を使用して波長透過性を測定した。発光計測データを図2、波長解析結果を図3に示した。ナイロン6の発光は反応直後は急上昇しその後安定的に発光を継続して極大を示し、その後緩やかに低下した。発光分析の

\*) 現 技術支援担当

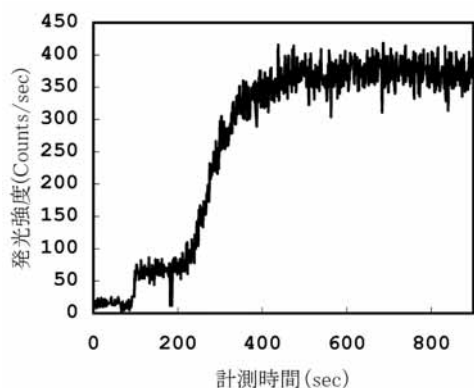


図2 ナイロン6劣化試料の発光計測データ

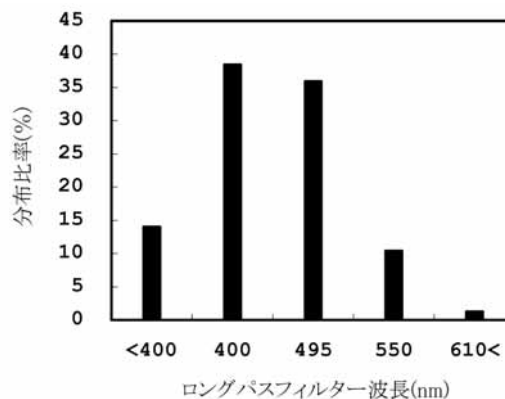


図3 ナイロン6発光波長分布

結果から400～500nm付近が主な発光波長であることが分かり、この領域は励起カルボニルによる発光波長<sup>1)</sup>と一致する。従って反応がプラスチックの劣化検出として概ね機能していると考えられる。

### 3. 2 ナイロン6の劣化と化学発光

ナイロン6の発光と劣化の程度との関係を探るため、劣化の条件を変えた試料を作成し、その試料の発光を測定して極大発光と殺菌ランプの照射時間との関係を調べた。結果を図4に示した。この条件では150時間前後まで劣化処理時間と発光が比例的に増加し、それ以降は頭打ちの傾向が見られた。これは表面付近の劣化が150時間程度で完全に進んでしまうためと考えられる。一方、高分子の劣化の指標として赤外線スペクトルによるカルボニルインデックス法がある。しかし、これらナイロン6の劣化試料についてATR法によるカルボニルインデックスの算出を試みたが、変化が非常に小さいため算出は可能であるが簡便な方法としては利用が難しかった。

### 4. まとめ

ナイロン6の劣化の指標として化学発光法の検討を進めた結果、従来法よりも早期段階において劣化の検出が可能になるデータが得られた。現段階では得られるデータの精度がやや劣っているが、改善に向けて対策を進めている。また他の樹脂材料についても徐々にデータが揃ってきており、さらに劣化指標以外の用途に向けても可能性を探ってゆきたい。

### 謝辞

本研究に望み、貴重な助言をいただいた石川県立大

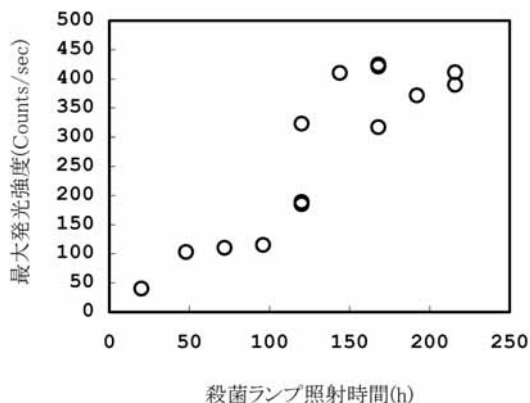


図4 ナイロン6劣化試料の発光分布

学食品科学科 吉城由美子准教授、大阪府立産業技術総合研究所 中島陽一氏に深く感謝いたします。

### 参考文献

- 1) 大澤 善次郎：「化学発光法による高分子の劣化評価」, 防錆管理, 33(3), 78-84 (1989)
- 2) 中島 陽一：「化学発光法による高分子の劣化評価」, 大阪府立産業技術総合研究所 Technical Sheet No.98010 (1998)
- 3) 大澤 善次郎：「高分子の劣化と安定化」, 56, (株)シーエムシー (1990)
- 4) 吉城 由美子, 「新規微弱発光系と活性酸素消去系への応用栄養」, 56-64, 栄養・食糧科学セレクション1, 日本食品出版 (1999)
- 5) 本間信行他：「茶抽出物固着繊維の化学発光評価法」, 浜松工業技術センター報告, 11, 65-70 (2001)