

Application News

No.A501A

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

加熱劣化プラスチックライブラリを利用した 熱劣化プラスチックの分析 – 異物解析への応用 –

Analysis of Thermally-damaged Plastics Resins Using Dedicated Library for Them
- Application to Contaminant Analysis -

はじめに

Introduction

身の回りには、天然物、工業製品などさまざまなものがありますが、食品、医薬品、機械などの分野では品質の保証に力を入れ異物の混入などがないように努めています。しかし、予期しない原因やトラブルにより異物の混入は起こってしまいます。

異物にはいろいろなものがありますが、生産ラインや使用している環境、その周辺で使われているプラスチック部品が、経年劣化や熱劣化によりもろくなってしまい、その一部が混入することが考えられます。

このようなプラスチック異物の分析には FTIR が最適ですが、劣化したプラスチックの赤外スペクトルは劣化前のスペクトルとはスペクトルパターンが異なるため、市販のプラスチックライブラリを使用した検索では、検索結果が上位であっても、異なる物質のスペクトルパターンになってしまうことがあり、同定・定性は容易ではありません。

ここでは、加熱により劣化させたプラスチックの赤外スペクトルの変化の例と、あらかじめ加熱温度、時間を変化させて作成したデータを収載したライブラリの利用による検索例をご紹介します。

Y. Suzuki K. Wada

ポリエチレンフィルムの熱劣化によるスペクトル変化

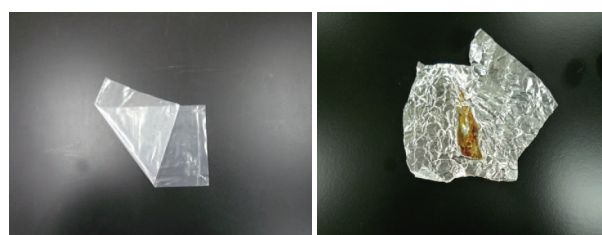
Changes of Infrared Spectra of Polyethylene Film Before and After Heating

ポリエチレンフィルムをアルミ箔で包み、ホットプレート上で加熱しました。空気中での加熱のため、ポリエチレンフィルムは酸化劣化します。

Fig. 1 は、ポリエチレンフィルムの加熱前と 200 °C で 2 時間加熱後の写真です。加熱前は透明でしたが、加熱後は茶色に変色していることがわかります。

Fig. 2 (上) は、それぞれの赤外スペクトルです。測定は一回反射型 ATR 法により行いました。ポリエチレンは、 $-(CH_2)_n-$ の繰り返し構造ですから、加熱前はこの構造由来のピークのみが 3000, 1400, 700 cm^{-1} 付近に見えます。

加熱されることにより、元々のピークに加え、1700 ~ 1750 cm^{-1} 付近には $-C=O$ によるピークが、1100 ~ 1200 cm^{-1} 付近には $-C-O-$ によるピークが現れていることがわかります。これらは酸化劣化に伴うものと考えられます。Fig. 2 (下) は、同様に処理した加熱前後のポリスチレンフィルムのスペクトルです。こちらにも同様の変化が見られます。



加熱前
Untreated

加熱後
After Heated

Fig. 1 ポリエチレンフィルムの未加熱, 200 °C 2 時間加熱後
Polyethylene Film Untreated and after Heating for 2 Hours at 200 °C

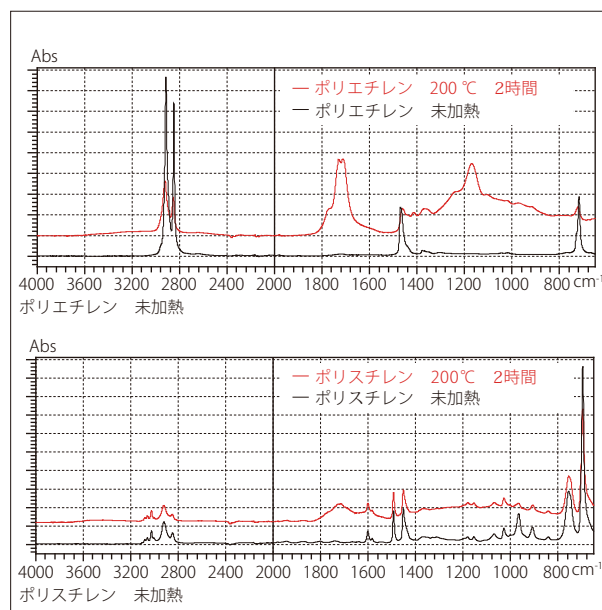


Fig. 2 ポリエチレンフィルムの加熱前(黒), 200 °C 2 時間加熱後(赤)の赤外スペクトル (upper), 同ポリスチレンフィルム加熱前(黒), 200 °C 2 時間加熱後(赤)
Infrared Spectra of Polyethylene Film before (Black) and after Heating for 2 Hours at 200 °C (Red) (upper)
Polystyrene Film before (Black) and after Heating for 2 Hours at 200 °C (Red) (lower)

■メッキ部品上異物の分析

Contaminant Analysis of Heated Material on Plating Part

メッキ加工品に半透明淡褐色の異物が見つかりました。この部分を測定すると、Fig. 3 のスペクトルが測定されます。このまま標準のライブラリで検索しても同じようなスペクトルはヒットしません。

Fig. 2 のような、加熱したプラスチックに似ている部分があることから加熱により変化を受けたプラスチックであることが推測されます。

■ライブラリによる検索

Spectral Search Using Thermal-Damaged Plastics Library

Fig. 2, 3 のように、加熱されることで、赤外スペクトルは酸化によりスペクトルパターンが変化します。一般的な検索用ライブラリは未加熱の状態で測定したプラスチックの赤外スペクトルを収録しています。このため、このまま検索を行っても加熱後のプラスチックとは異なる結果を与える恐れが出てきます。

今回ご紹介する、加熱劣化プラスチックライブラリは静岡県工業技術研究所 浜松工業技術支援センターで測定、取得したスペクトルを島津製作所でライブラリ化した独自のライブラリです。13 種類のプラスチックで、未加熱と 200 °C ~ 400 °C で加熱劣化させたものを収録しています。

こちらを用いた検索の結果を Fig. 4 に示しました。加熱されたプラスチックが上位に来ていることがわかります。

また、このライブラリには加熱温度、加熱時間を変化させた赤外スペクトルが収録されており、プラスチックへの熱履歴の推定に役立つものとなっています。

なお、今回のライブラリは、加熱温度と加熱時間を検索しようとするものではなく、試料への熱的履歴を調べるためのものと考えています。

■まとめ

Conclusion

加熱劣化プラスチックライブラリでの検索により、熱的に変化を受けているプラスチックの定性が容易に行えることがわかりました。

異物の解析にも役立つライブラリです。

Table 1 FTIR 分析条件
Analytical Conditions of FTIR

Instrument	: IR Tracer-100 MIRacle10
Resolution	: 4.0 cm ⁻¹
Accumulation	: 100
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: DLATGS

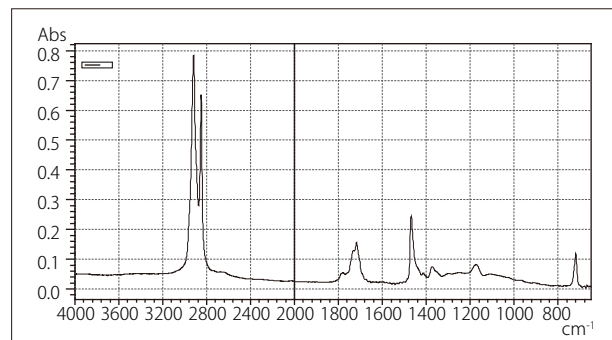


Fig. 3 メッキ部品上異物の写真(上)と測定された赤外スペクトル(下)
Photo of Contaminant on the Plating Part (upper) and Infrared Spectrum of the Contaminant (lower)

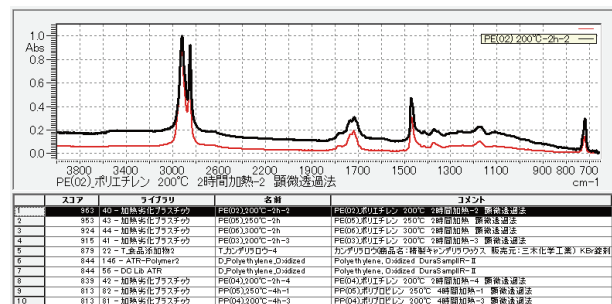


Fig. 4 加熱劣化プラスチックライブラリによる検索結果
Result of Spectral Search Using Thermal-Damaged Plastics Library