

Application News

No.A511A

光吸収分析
Spectrophotometric Analysis

マッピング測定を利用した紫外線劣化樹脂の確認

Investigation of Ultraviolet-Deteriorated Plastic with Mapping Program

樹脂は紫外線や熱により劣化します。しかし、この劣化度合いがどの程度内部まで進行しているのかを外見から判断することは困難です。このような場合、断面を切り出し、赤外顕微鏡を用いてマッピング測定することにより、劣化の内部への進行度を確認することができます。

今回は、我々の身の回りで、さまざまな製品に使われているポリプロピレン樹脂の紫外線劣化の進行度を、可視観察と比較しながら確認できる分析手法をご紹介します。

A. Hashimoto

■ポリプロピレン (PP) 樹脂

Polypropylene Plastic

ポリプロピレン (PP) は、プロピレンを重合させたプラスチックで、引っ張り強度、衝撃強度、圧縮強度などの機械的特性に優れ、比重が小さく、加工がしやすいことが特長です。また、耐熱性、耐薬品性にも優れており、日用品、家電部品、食品容器、自動車用部品、医療機器など、身の回りの多くの製品に使用されています。

一方、耐候性は悪く、日光にさらされると白化したり、耐熱性が低いという欠点があります。

■PP 樹脂の紫外線劣化品の分析手順

Analytical Procedures of Ultraviolet-deteriorated PP

まず始めに、片面が紫外線劣化した PP 樹脂片をマイクロトームでカットし、フラットな断面を出します (Fig. 1 参照)。次に、フラットな断面が水平になるように保持します。劣化が激しく、試料がもろく壊れてしまうため、ATR測定ができず、反射測定を行いました。BKG測定にはアルミ蒸着ミラーを使用しました。得られたスペクトルより、紫外線劣化の度合いを確認します。

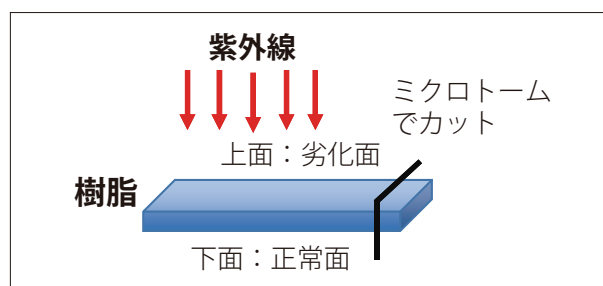


Fig. 1 劣化 PP 樹脂のフラットな断面作成
Sample Treatment of Ultraviolet-Deteriorated Plastic

Table 1 FTIR の測定条件
FTIR Measurement Conditions

Instrument	: IRTracer-100 AIM-9000
Resolution	: 8 cm ⁻¹
Accumulation	: 30
Apodization	: Happ-Genzel
Detector	: MCT
Aperture	: 40 μm × 40 μm
Mapping	: エリア
Step	: 40 μm

測定

Measurement

測定およびアパーチャ条件を Table 1 に示します。アパーチャを設定すると、Fig. 2 に示すように、測定部位が表示されます。Fig. 2 に示す 280 μm \times 280 μm の 49 ポイントの範囲を Table 1 の分析条件で測定しました。

分析結果

Analytical Results

樹脂の劣化が進むと C=O 由来の 1750 cm^{-1} 付近、および、O-H 由来の 3400 cm^{-1} 付近のピークが増加することが知られています。Fig. 3 に 1750 cm^{-1} 付近のピークの補正高さによるマッピング画像を、Fig. 4 に正常部と劣化部のスペクトルを示します。

Fig. 3 から、右側内部より左側の表面の方が劣化が進行していることがわかります。この場合、表面より約 200 μm 内部まで、劣化が進んでいることがわかりました。

まとめ

Conclusion

紫外線や熱による劣化は、樹脂の表面より内部へ進行していきます。断面を切り出し、赤外分光分析を利用することにより、どの程度内部まで劣化が進行しているのかを可視化し、確認することができます。

また、AIM-9000 および AIMsolution ソフトウェアを利用することにより、全体像の中の測定部位の把握が容易となり、さらに、可視観察をしながら同時に測定が行えることで、測定時に観察部位と分析結果を関連付けながら確認することも可能となります。

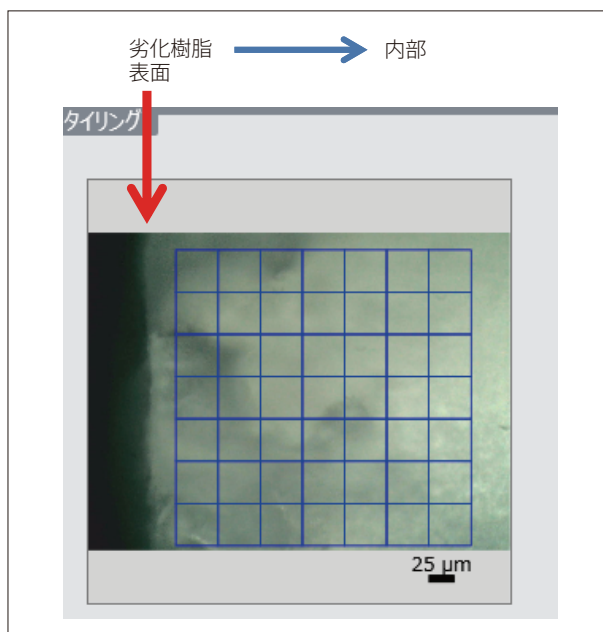


Fig. 2 アパーチャをセットした可視画像
Visible Image Displayed with Aperture Positions

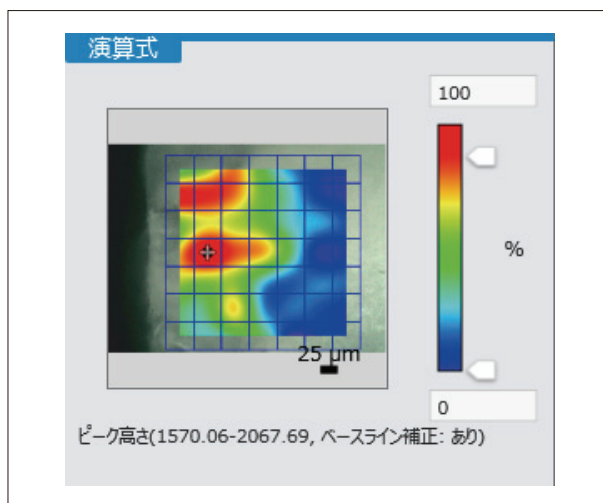


Fig. 3 1750 cm^{-1} の付近の補正高さによるマッピング画像
Map Obtained with Corrected Height of Peak near 1750 cm^{-1}

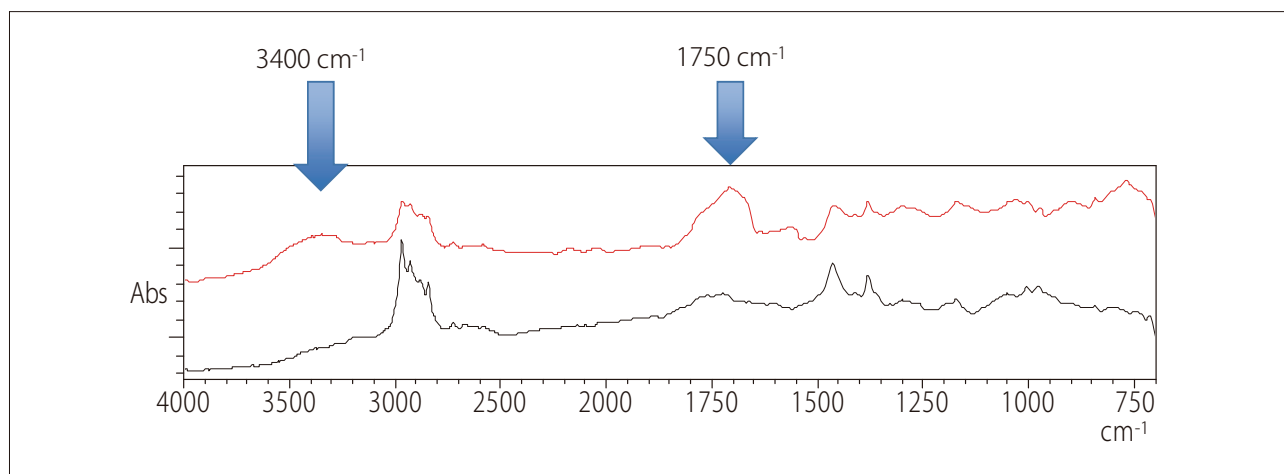


Fig. 4 正常部 (黒色) と劣化部 (赤色) のスペクトル
Infrared Spectra of Normal (Black) and Deteriorated (Red) Positions

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

A改訂版発行：2016年8月
初版発行：2016年6月
島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075)813-1691