

フーリエ変換赤外分光光度計 IRSpirit™
ダイナミック超微小硬度計 DUH™ -210

FTIRとダイナミック超微小硬度計による紫外線劣化したプラスチックの評価

藤里 砂、大矢 知佳

ユーザーベネフィット

- ◆ 複数機種による分析から紫外線照射によるプラスチックの状態変化を捉え、耐候性等を評価することができます。
- ◆ プラスチック分析システム Plastic Analyzerを用いることで、プラスチックの劣化による化学構造変化を確認できます。
- ◆ プラスチック硬さアナライザーDUH-210でプラスチックの劣化による硬さの変化を評価できます。

■はじめに

自動車部品、建材、工業用品、農業用品等の屋外で使用されるプラスチック製品は、太陽光（主に紫外線）や雨、気温変化により経年劣化します。そのため、使用期間や使用環境、耐候性などを考慮し、安全に使用できる適切な素材を選定する必要があります。外的要因（光や熱）により劣化したプラスチックの状態や寿命を把握することは、プラスチック製品に使用する添加剤（酸化防止剤や充填剤等）の選定や高機能性素材の開発に役立ちます。

本稿では、自動車の部品によく使われるプラスチックの紫外線による劣化評価を行いました。フーリエ変換赤外分光光度計（FTIR）を用いて紫外線を照射したときのプラスチック表面の化学構造変化を、またダイナミック超微小硬度計（DUH）を用いて硬さの変化を評価した結果を示します。

■プラスチック分析システム Plastic Analyzerによる自動車シート材の評価

Plastic Analyzerは、フーリエ変換赤外分光光度計 IRSpirit、1回反射ATR付属品QATR™-SおよびPlastic Analyzerメソッドパッケージ（紫外線劣化プラスチックライブラリ、加熱劣化プラスチックライブラリ、IR Pilot™用分析プログラム／メソッドファイル）を含む、プラスチックの劣化評価に特化した製品です。分析者の経験値によらず、プラスチック製品の劣化の有無や程度を正しく解析することに役立ちます。製品の詳細や活用事例については、Application News No. A647もご参照ください。

IRSpiritを用いて自動車内に使用されているシート材を測定し、紫外線劣化プラスチックライブラリを用いて劣化の有無の確認を行いました。このライブラリには、14種類のプラスチックに対し、岩崎電気株式会社製 超促進耐候性試験機を使用して紫外線を0時間（未照射）～最長550時間（約10年分の紫外線暴露量に相当する）照射した際の赤外スペクトルが含まれています。測定条件を表1に、シート材の解析結果を図1に示します。

表1 測定条件

装置	: IRSpirit QATR-S (ダイヤモンドプリズム)
分解	: 4 cm ⁻¹
積算回数	: 45
波数範囲	: 4,000~600 cm ⁻¹
アポダイズ関数	: SqrTriangle
検出器	: DLATGS

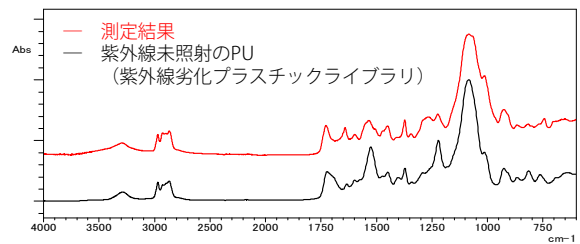


図1 シート材の解析結果

紫外線劣化プラスチックライブラリから紫外線未照射のポリウレタン(PU)がヒットし、劣化したPUの赤外スペクトルにみられる3,400 cm⁻¹付近のO-H伸縮振動および1,700 cm⁻¹付近のC=O伸縮振動に由来するピークは確認されませんでした。したがって、測定対象としたシート材は劣化していないことが明らかになりました。

■紫外線照射によるプラスチック表面の化学構造変化

紫外線照射によるポリプロピレン(PP), ポリカーボネート(PC)の構造変化を確認しました。PPは自動車のバンパー、PCはルーフ・ヘッドランプレンズ等に使用されます。超促進耐候性試験機を使用して紫外線を0時間、1時間、100時間照射したPPとPCの赤外スペクトルを図2, 3に示します。

紫外線を100時間照射したとき、図中黄色枠で示す1,750 cm⁻¹付近のC=O伸縮振動について、PPではピーク強度の増加が、PCではピーク形状の変化が確認できました。紫外線照射により徐々にプラスチック表面が酸化劣化し、100時間後にはピーク変化が明瞭に検出できるほど、劣化による構造変化が進行したことが明らかになりました。

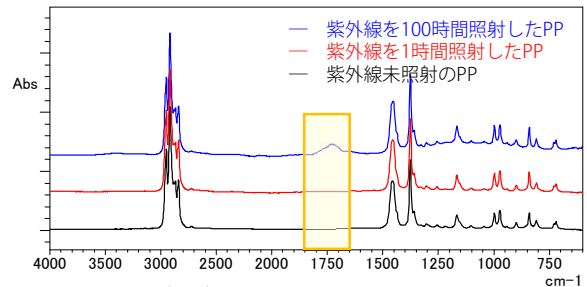


図2 ポリプロピレン (PP) の赤外スペクトル

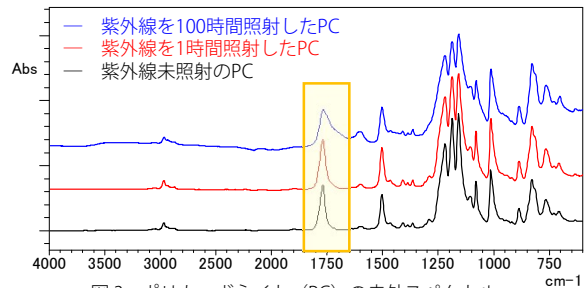


図3 ポリカーボネート (PC) の赤外スペクトル

■プラスチック硬さ測定アナライザーによる紫外線劣化に対する硬さ評価

プラスチック硬さ測定アナライザー DUH-210はISO/TS19278:2019^(※1)に準拠した試験が実施できるプラスチックの硬さ評価に特化した製品です。硬さ試験はプラスチック材料の機械的性質・物理的特性を簡便に測定できるため劣化評価に有効です。規格の試験条件はあらかじめ装置に登録されているため、分析者の経験によらず硬さ試験を実施できます。

紫外線照射によるポリプロピレン(PP), ポリカーボネート(PC)の硬さの変化を評価しました。表2に測定条件、表3、図4、図5、図6に紫外線照射0時間、1時間、100時間のPPとPCの硬さ測定結果を示します。PP, PCともに各試料表面は紫外線照射により硬くなっていることがわかります。FTIRによる測定では100時間後の試料で構造変化が顕著になった一方で、硬さでは1時間後の試料にも明らかな差が確認されました。これらの結果は紫外線により試料表面が酸化劣化したことで樹脂が本来持っている柔軟性が低下し、ひび割れなどが起こりやすくなっていることを示唆しています。

(※1) ISO/TS19278:2019

2019年にプラスチックの押し込み硬さを測定する手法として発行されました。測定内容の詳細や活用事例については、Application News No. i274もご参照ください。

表2 測定条件

装置	: プラスチック硬さ測定アナライザー DUH-210
室温	: 23±2℃
湿度	: 50±10%
上部加圧圧子	: パーコピッチ圧子(ダイヤモンド製)
試験モード	: 負荷・除荷試験
試験力	: 500 mN
負荷時間	: 30 sec
保持時間	: 40 sec
除荷時間	: 30 sec
試験回数	: 5回

表3 押し込み硬さ Hit [N/mm²]の差

試料名	紫外線照射 0時間	紫外線照射 1時間	紫外線照射 100時間
PP	61.3	84.2	85.3
PC	116.6	149.6	161.4

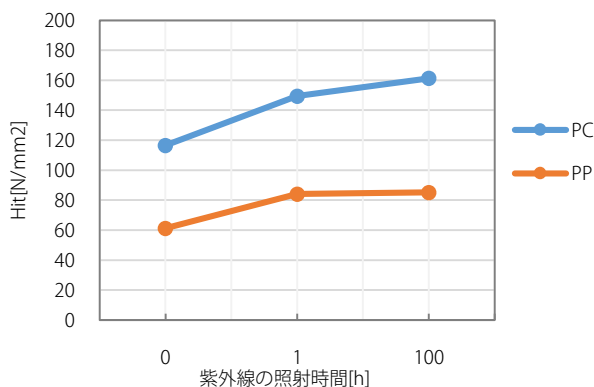


図4 照射時間による硬さの変化

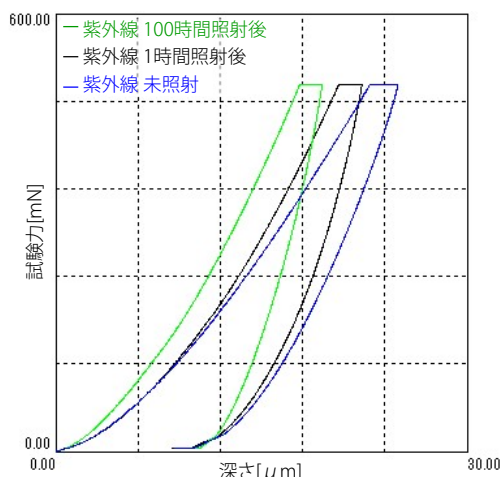


図5 ポリプロピレン (PP) の硬さ試験の測定結果

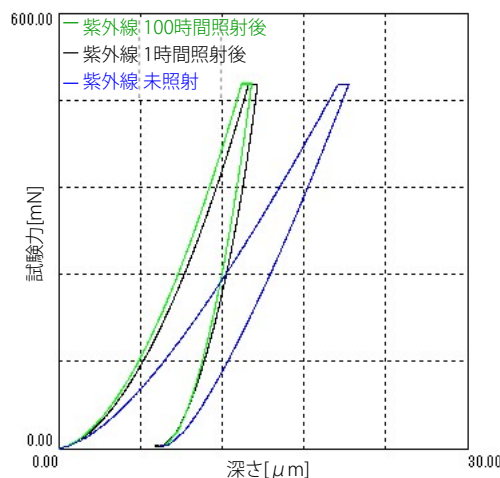


図6 ポリカーボネイト (PC) の硬さ試験の測定結果

■まとめ

自動車の部品によく使われるプラスチックの紫外線照射による構造の変化をFTIRにより、硬さの変化をダイナミック超微小硬度計により解析し、プラスチックの耐候性を評価しました。その結果、紫外線照射によりプラスチック表面が酸化による構造変化を起こし、硬くなる傾向が確認できました。これらの評価データは、プラスチックに添加する添加剤の選定や機能性の改良に役立ちます。



図7(a) フーリエ変換赤外分光光度計 IR Spirit™
図7(b) プラスチック硬さ測定アナライザー DUH™-210

IR Spirit, QATR、IR PilotおよびDUHは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

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

01-00001-JP 初版発行：2021年1月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>
閲覧には、会員制情報サービス Shim-Solutions Club に登録してください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

© Shimadzu Corporation, 2021