

ポリマーの劣化を解析するための FTIRライブラリの作成

技術支援部
計測分析技術グループ
木下健司

特徴

不具合解析の改善のため、ポリマー劣化解析用のFTIRスペクトルライブラリを作成しました。**加水分解10種**および**紫外線劣化40種**や**加熱劣化30種**のデータを収集し、さらに加水分解の指標となる特徴的なスペクトル変化を確認しました。

調査方法①ポリマーの加水分解

加水分解試験対象ポリマー

- ・ポリアミド 3種 (PA6、PA66、PA11)
- ・ポリエステル系ポリウレタン 2種
- ・ポリエステル 4種 (TPEE、PLA、PBS、PCL)
- ・ポリカーボネート 1種

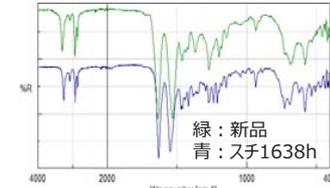
加水分解設定条件

- ①「スチーム」：密閉容器の下部に水、上部にサンプルを設置し、密閉して80℃保温
- ②「アルカリ浸漬」：pH10に調整した水溶液に浸漬、80℃保温
- ③「オートクレーブ」：サンプルをバイアルに入れ、121℃/2時間を1サイクルとして設定時間は最長約5,000時間まで段階的、ポリマーの崩れや溶解が生じた時点で終了

②スペクトル解析～特徴的なスペクトル変化の把握

数段階に劣化を施したポリマーのスペクトルを解析し、時間経過に応じて変化が大きくなっているかを確認しました。
目視による解析のほか、スペクトルを数値化して多変量解析（主成分分析）により、変化している波数の探索を行いました。探索した波数について重回帰分析により経過時間との相関性を確認しました。

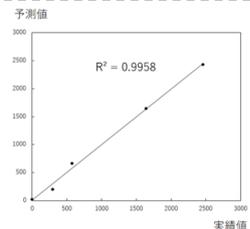
解析例 (PA66)



⇒3,300cm⁻¹付近のピークシフトなど複数個所で変化を確認することができます。

主成分分析による波数探索

- 3079 cm⁻¹
 - 3250 cm⁻¹
 - 3300 cm⁻¹
- を選択しました。

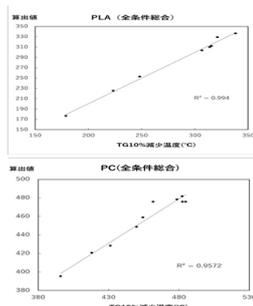


⇒経過時間と重回帰式から算出した値の相関性が確認できました。

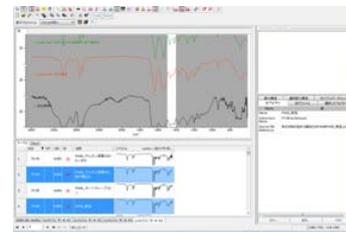
③スペクトル変化と物性の関連性の確認

数平均分子量(M_n)との関連性が示されている、**熱重量分析10%重量減少温度(T_{10%})**と探索した波数の**スペクトル変化**について重回帰分析を実施しました。

ポリ乳酸(PLA)やポリカーボネートなどにおいて**スペクトル変化とT_{10%}(≒分子量)**との**相関性**が確認されました。



④ライブラリ作成



加水分解(関連含む)

材料12種/スペクトル200点以上

紫外線劣化

材料40種/スペクトル165点

加熱劣化

材料30種/スペクトル150点

スペクトル解析ソフトウェアKnowItAll (Merck) のユーザーライブラリーにスペクトル登録しました。

適用可能な技術分野や製品など

整理収集したスペクトルデータは、広範囲のポリマーの解析に適用でき、製品の破損をはじめとする**不具合解析**や**変質を伴う異物分析**などにおいて活用することができます。

～不具合解析への適用イメージ～



期待される効果

● 微小試料の解析

調査対象が狭い範囲であっても測定できる可能性があり、他の測定方法では対応できない試料への適用が期待できます。

● 初期段階の劣化状況を確認

目視で明確に劣化が確認できない状態であっても、スペクトル変化を検出できる可能性があります。破損を生じた部材に加水分解が生じているかどうかの確認にも期待ができます。

研究者からのひとこと

加水分解などポリマーの劣化に関連した調査に関心をお持ちの方は、お気軽にお問い合わせください。



共同研究者 井上 潤 (都産技研)、渡辺世利子 (都産技研)