

樹脂中異物分析へのアプローチ — 顕微FT-IR, DI-MS, SEM-EDX, 顕微ラマン —

東レリサーチセンターでは異物分析について実績が豊富であり、サンプリングから測定までご要望に応じた各種対応が可能である。マイクロサンプリングおよび複数の測定手法を駆使することにより、樹脂中の様々な異物を同定することができる。

異物分析に用いる主な手法

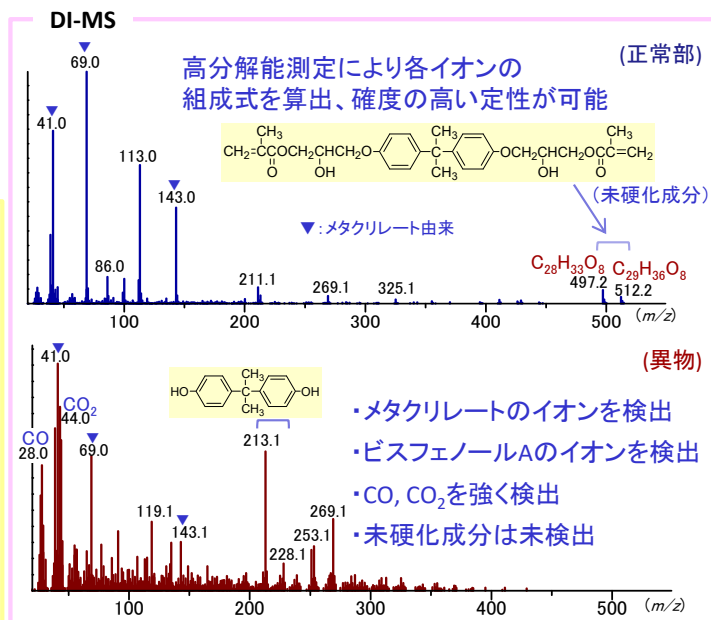
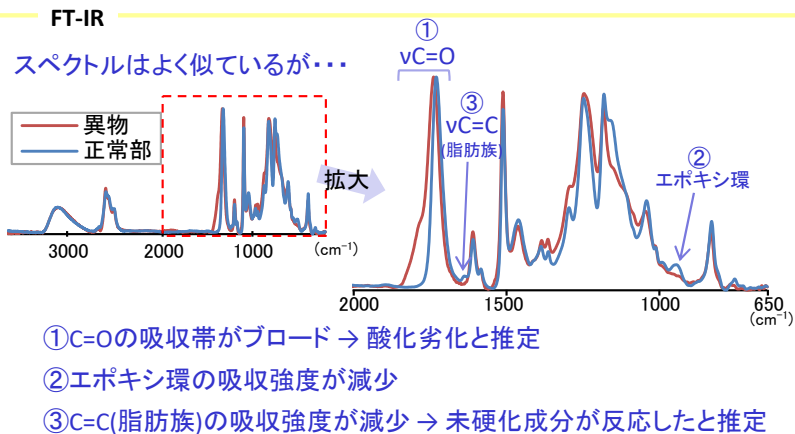
手法名	得られる情報	試料サイズと適用手法との関係
直接照射-質量分析法(DI-MS)	・質量や部分構造情報、有機元素組成	1 pg ~ 1 μg (DI-MS)
顕微赤外分光法(FT-IR)	・官能基、結合など原子団に関する情報	100 pg ~ 10 ng (顕微FT-IR)
顕微ラマン分光法	・分子骨格、結合など原子団に関する情報	100 pg ~ 10 ng (顕微ラマン)
走査型電子顕微鏡-エネルギー分散型X線分光法(SEM-EDX)	・B~U までの元素の定性	1 μm ~ 100 μm (SEM-EDX)

分析事例1: 劣化物

UV硬化アクリル樹脂フィルムにおいて、褐色異物による外観不良が確認された。異物のマイクロサンプリングを行い、顕微FT-IRおよびDI-MS測定により異物の定性を行った。



⇒ 異物をサンプリングして測定

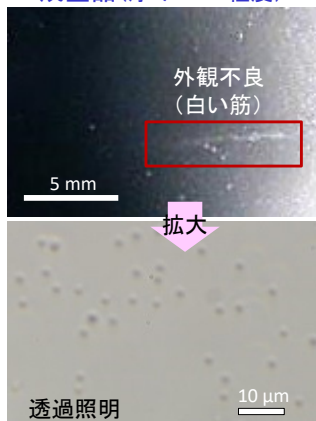


⇒ 異物はフィルムと同様のアクリル樹脂であり、フィルム自体の構造変化が外観不良の原因と推定。未硬化成分の減少などから、硬化反応が過度に進行したと推定。

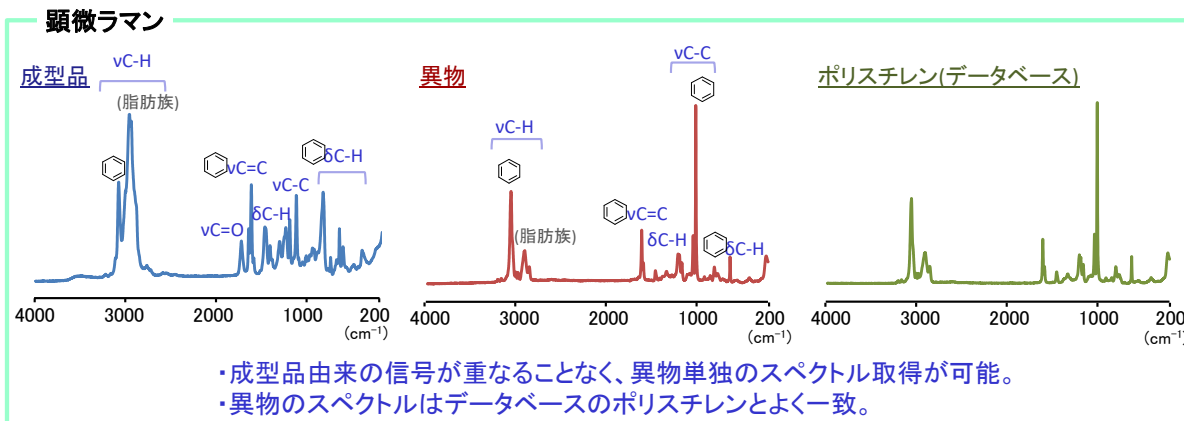
分析事例2: 微小異物

数 μmφ以下の試料については、DI-MSや顕微FT-IRでのスペクトルの取得が困難である。より微小な試料の測定が可能な顕微ラマンで、2 μmφ程度の異物の測定および定性を行った。

成型品(厚み4 mm程度)



粒状の異物を確認



⇒ 成型品内部の微小な異物であっても、空間分解能の高い顕微ラマン測定により定性が可能。