

化学工業分野における異物判別に関する研究

河村 真也*¹関 浩子*¹田中 康司*²

[要 旨]

京都府内のプラスチック製造工場から、製品に付着混入する異物となり得る物質を収集し、異物を判別する際に有力な手掛かりとなるそれら物質の赤外吸収スペクトルを測定した。

さらに、加熱工程で使用される物質について、温度による赤外吸収スペクトルの変化を検討し、加熱の程度によっては、スペクトルが変化することが認められた。

1 緒言

化学工業分野（プラスチック製造、フィルム製造等）において、製造工程で異物が付着・混入することがあり、当センターへの技術相談も多い。しかし、必ずしも原因が特定されとは限らない。異物付着・混入により、場合によっては製品全てのロットが廃棄されなければならないこともある。また、原因が特定されないと対策もたてられない。

したがって、異物の付着・混入の原因を迅速に究明することが望まれている。そこで、異物を迅速に究明することに資するため、異物の原因となりうる物質の調査・分析を行った。

2 実験方法

2.1 試料

京都府内のプラスチック製造会社3社から、異物となりうる物質を収集した。表1にその内容を示した。

2.2 測定方法

株式会社島津製作所製フーリエ変換赤外分光光

度計（IRPrestige-21）を用いて、試料の赤外分光スペクトルを測定した。

測定条件は次のとおりである。

全反射測定法（ATR法）により、

測定波数：650cm⁻¹～4000cm⁻¹ 積算回数：20

分解：4 cm⁻¹

3 結果及び考察

3.1 収集試料

プラスチック製造会社A社、B社、C社から、表1に示す試料を収集した。

表1 異物の原因となりうる物質

	異物の原因となりうる物質
A社	シリンダー洗浄パージ剤、グリス、防錆剤、離型剤、金型洗浄剤、潤滑剤等
B社	グリス、包装資材、梱包ダンボール箱、手袋、作業着、エアフィルター用ゴム、指サック等
C社	原料(アクリル、ABS、PET)、シルバーインキ

3.2 収集試料の赤外吸収スペクトル

収集試料のうち、例として、シリンダー洗浄用パージ剤、洗浄液、防錆潤滑剤、グリス、離型剤、包装資材、梱包ダンボール箱、作業着の赤外吸収スペクトルを図1～10に示した。

* 1 基盤技術課 主任研究員

* 2 基盤技術課 副主査

シリンダー洗浄用パージ剤1はスチレンアクリロニトリルで、 2240cm^{-1} にアクリロニトリルのCNの吸収が認められた。 CH_2 由来の吸収が 2920cm^{-1} 、 2850cm^{-1} 、 1460cm^{-1} に認められた。ベンゼン環由来の吸収が、 $3100\sim 3000\text{cm}^{-1}$ 、 1600cm^{-1} 、 1500cm^{-1} に認められた。

シリンダー洗浄用パージ剤2はポリメタクリル酸メチルで、 1720cm^{-1} にエステル結合の強い吸収が認められた。

シリンダー洗浄用パージ剤3はポリエチレンで、 CH_2 に由来する吸収が 2920cm^{-1} 、 2850cm^{-1} 、 1460cm^{-1} に認められた。

洗浄液は主成分はn-ヘプタンで CH_2 に由来する吸収が 2920cm^{-1} 、 2850cm^{-1} 、 1460cm^{-1} に、 CH_3 由来の吸収が 2950cm^{-1} に認められた。

防錆・潤滑剤（ポリテトラフルオロエチレン配合）は主成分はn-ヘプタンが主成分で CH_2 に由来する吸収が 2920cm^{-1} 、 2850cm^{-1} 、 1460cm^{-1} に、 CH_3 由来の吸収が 2950cm^{-1} に認められた。また、 1200cm^{-1} 、 1150cm^{-1} にC-F由来の吸収が認められた。

グリスは主成分はドデカンで CH_2 に由来する吸収が 2920cm^{-1} 、 2850cm^{-1} 、 1460cm^{-1} に、 CH_3 由来の吸収が 2950cm^{-1} に認められた。

離型剤は主成分はポリジメチルシロキサンで 1010cm^{-1} 付近にSi-O-Si結合由来の強い吸収が認められた。Si- CH_3 由来の吸収が 1260cm^{-1} 、 790cm^{-1} に認められた。

包装資材はポリエステルで 1720cm^{-1} 、 1250cm^{-1} 、 1100cm^{-1} にエステル結合由来の強い吸収が認められた。

梱包ダンボール箱はセルロースで水酸基の吸収が 3300cm^{-1} を中心に幅広く認められた。 $1200\text{cm}^{-1}\sim 900\text{cm}^{-1}$ の範囲にエーテル結合の吸収が認められた。

作業着はポリエチレンテレフタレートで

1720cm^{-1} 、 1250cm^{-1} 、 1100cm^{-1} にエステル結合由来の強い吸収が認められた。

3.3 加熱実験

原料やシリンダー洗浄パージ剤等が製造工程で異常加熱された場合、異常加熱されたものが、異物として製品に混入する可能性がある。そこで、シリンダー洗浄パージ剤2種を用いて、加熱温度の影響を検討した。

温度を加熱無し、 250°C 加熱、 300°C 加熱、加熱時間を10分として、加熱実験を行った。

パージ剤1については、図11に示すように、加熱無しには、 1720cm^{-1} に吸収があるが、 250°C 加熱及び 300°C 加熱ではその吸収が無くなっている。これは、加熱によって、 1720cm^{-1} の吸収つまりC=Oが壊れたためと思われる。

一方、パージ剤2については、図12に示すように、加熱無し、 250°C 加熱、 300°C 加熱でスペクトルに変化はない。つまり、加熱の程度によって赤外吸収スペクトルが変化するものとしめないものがある。したがって、異物分析において、加熱工程を経るものについては、加熱によるスペクトルの変化を考慮する必要があることが認められた。

4 まとめ

(1) プラスチック製造工場から異物となりうる物質を収集した。異物となりうる物質としては、シリンダー洗浄用パージ剤、洗浄液、防錆潤滑剤、グリス、離型剤、包装資材、梱包ダンボール紙、作業着等があった。

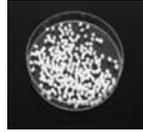
これらサンプルの赤外吸収スペクトルを測定し、データシートを得た。例としてそのうち、数種のスペクトルを示した。

(2) 工程内で用いられる物質について、加熱による赤外スペクトルの変化を検討したところ、

加熱によって赤外スペクトルが変化するものがあった。したがって、異物分析において、加熱工程を経るものについては、加熱によるスペクトルの変化を考慮する必要があることが認められた。

(謝辞)

本研究において、試料の提供等に御協力いただきました府内プラスチック製造会社3社の方々に感謝いたします。



スチレンアクリロニトリル

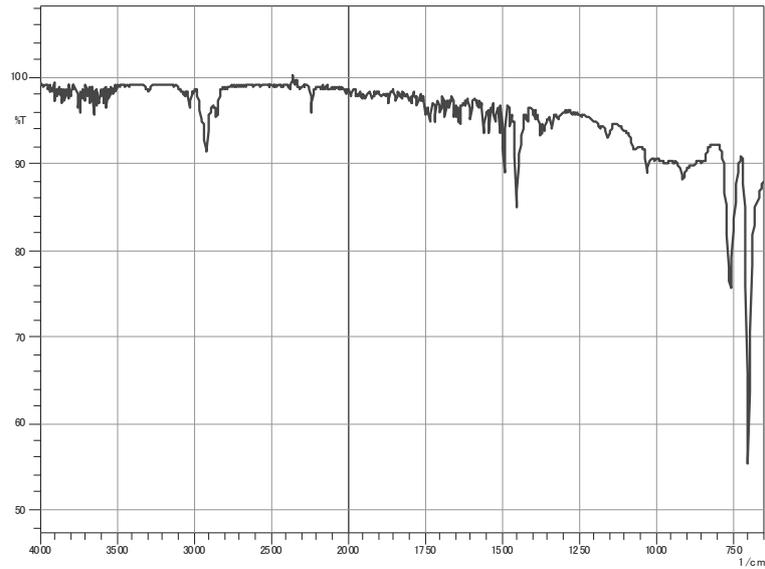
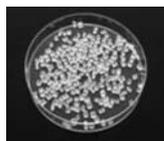


図1 シリンダー洗浄用パー剤1



ポリメタクリル酸メチル

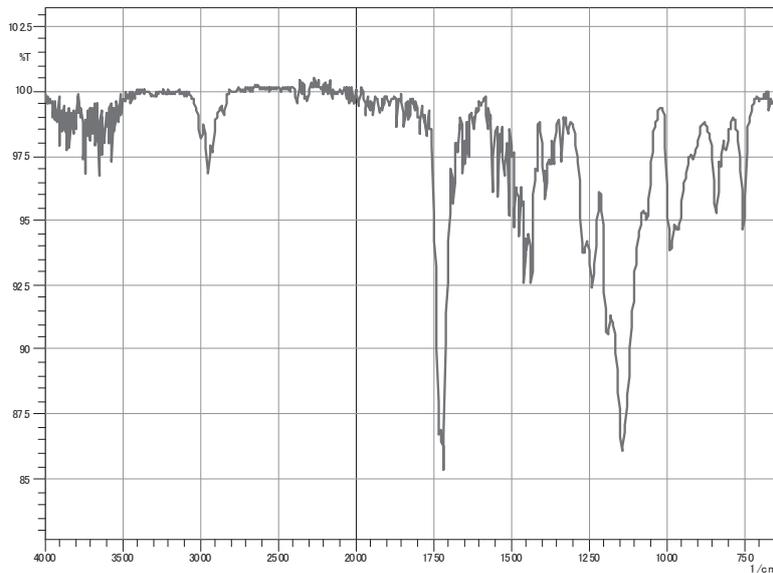
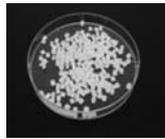


図2 シリンダー洗浄用パー剤2



ポリエチレン

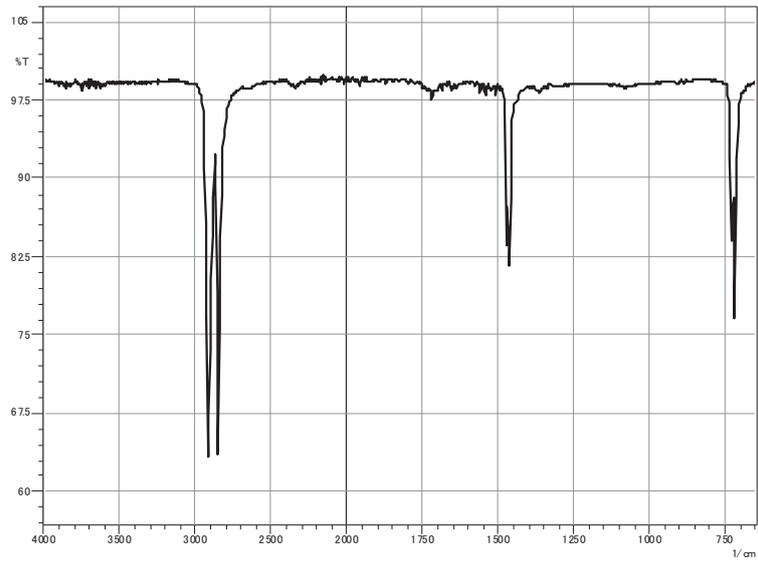
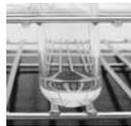


図3 シリンダー洗浄用パージ剤3



n-ヘプタン

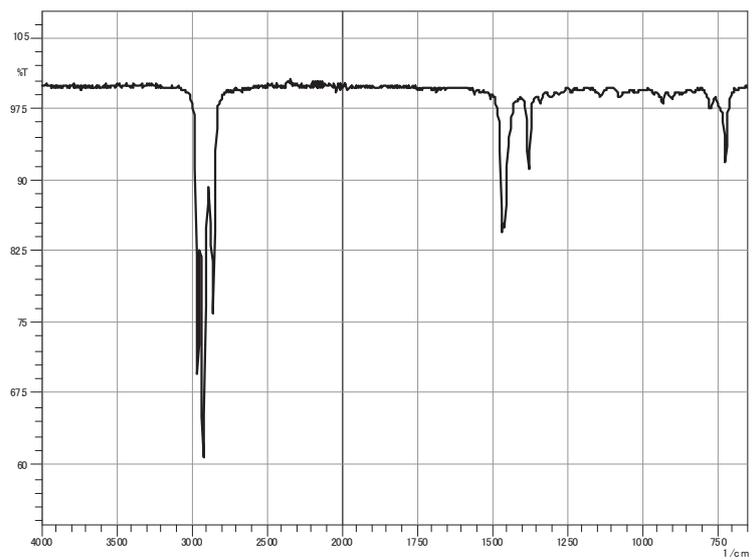
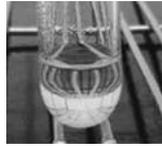


図4 洗浄液



n-ヘプタン(ポリテトラフルオロエチレン配合)

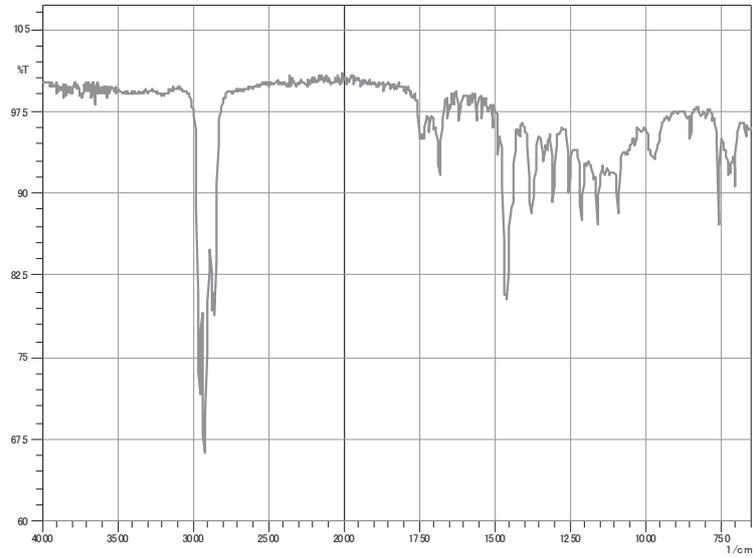
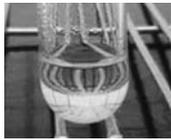


図5 防錆・潤滑剤



ドデカン

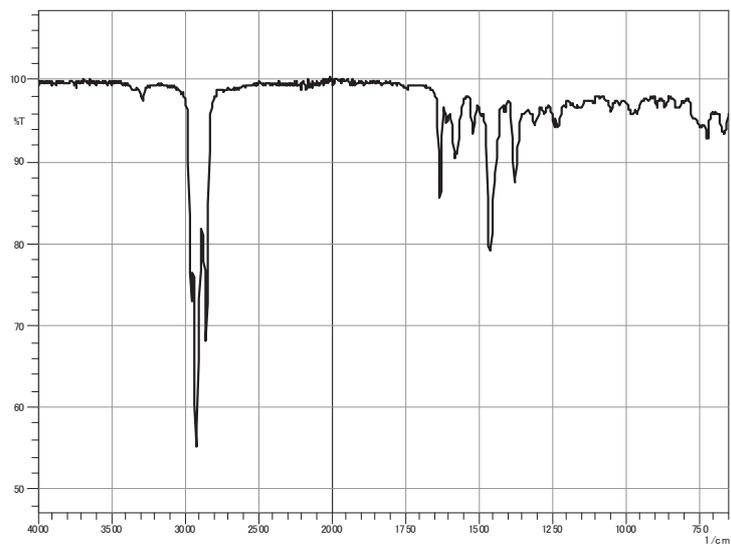


図6 グリス



ポリジメチルシロキサン

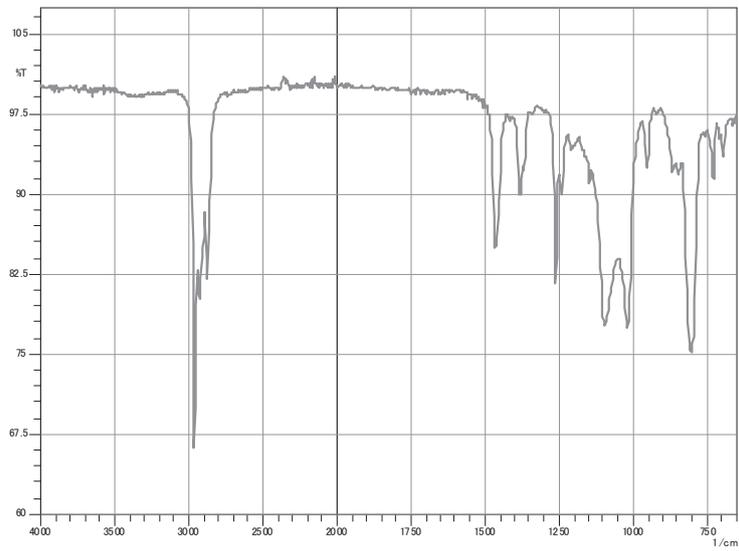


図7 離型剤



ポリエステル

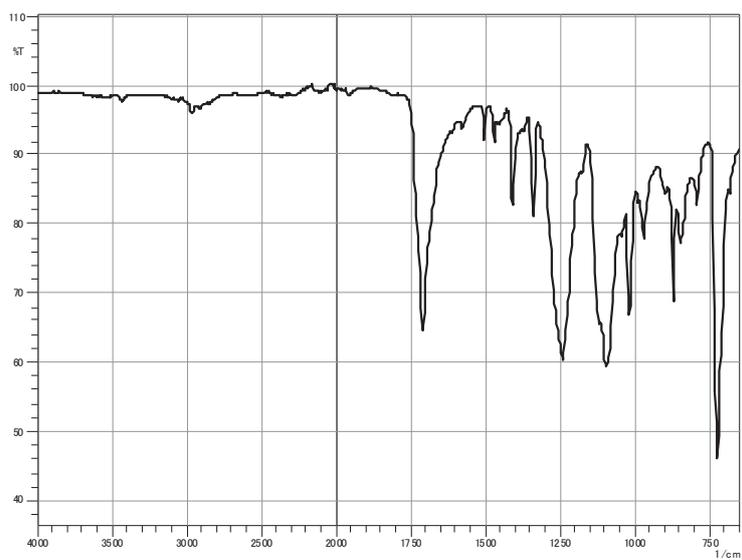
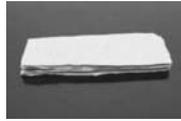


図8 包装資材(カバーテープ)



セルロース

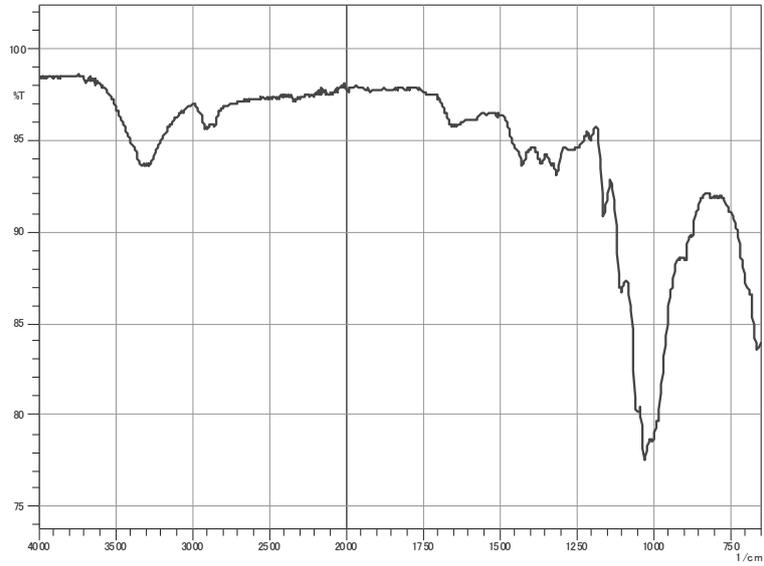


図9 梱包ダンボール箱



ポリエチレンテレフタレート

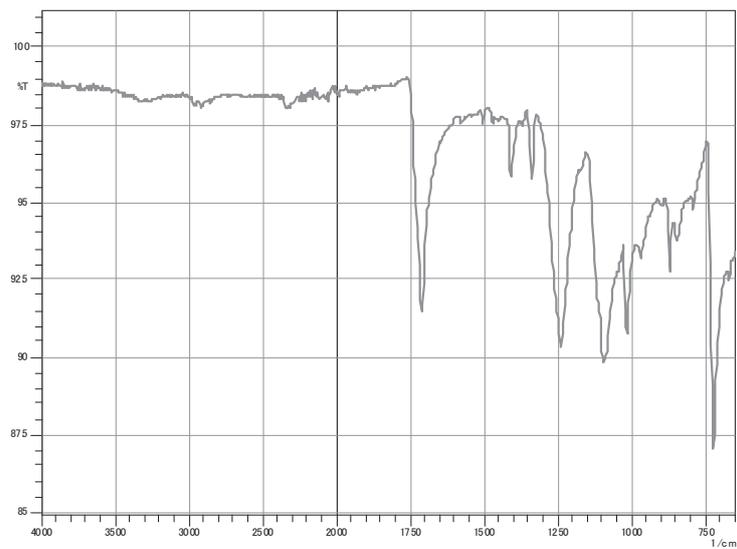


図10 作業着

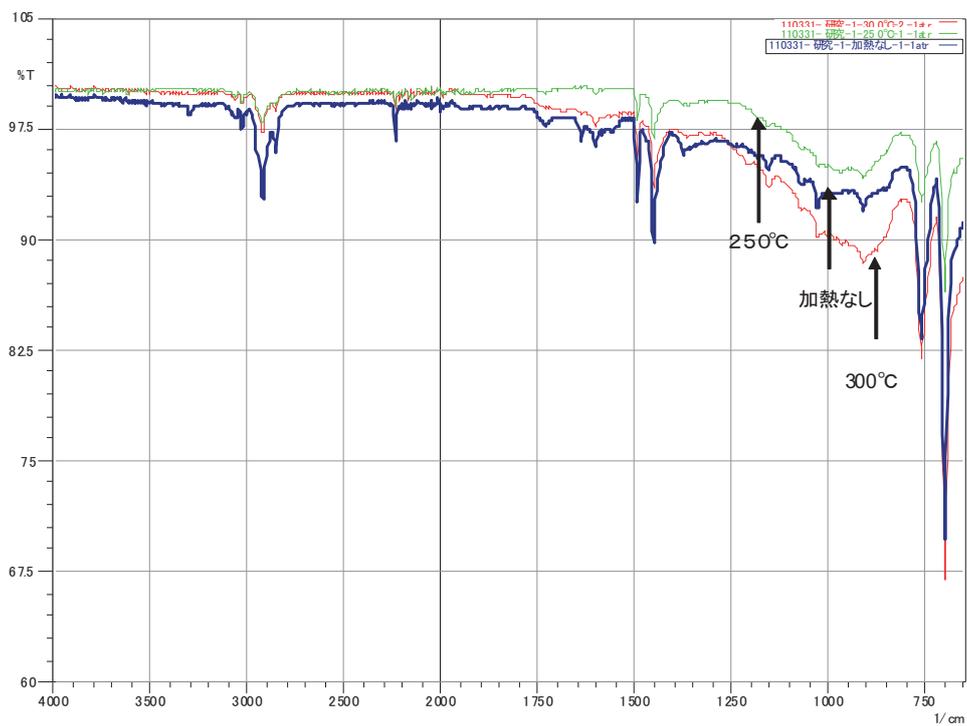


図11 加熱実験

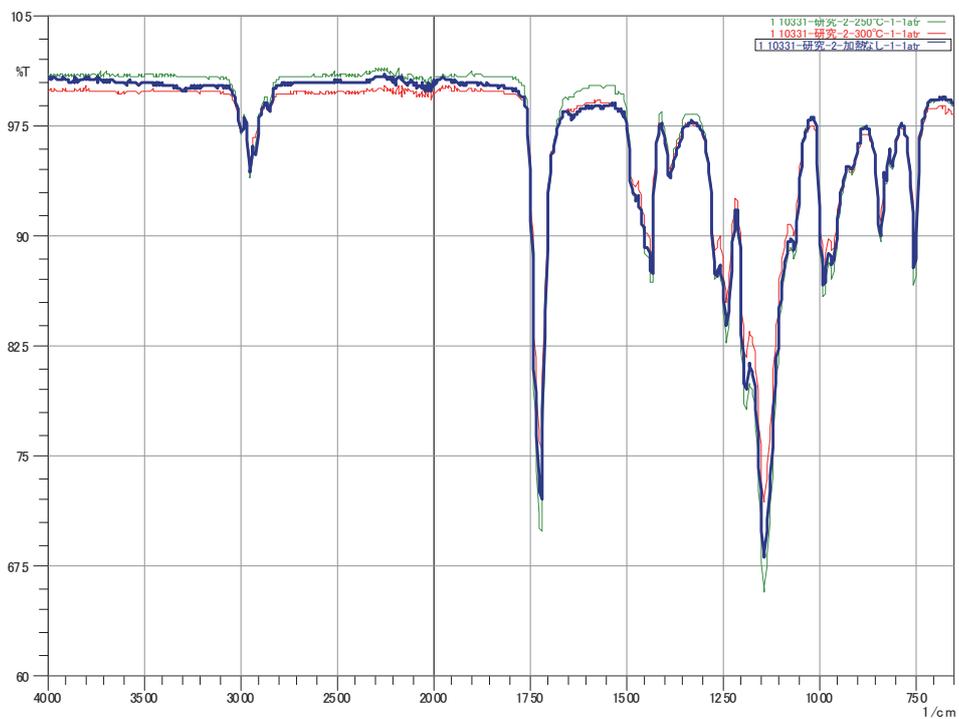


図12 加熱実験