

ナノスケール熱分析法とフォトサーマル赤外分光法による高分子材料についての検証



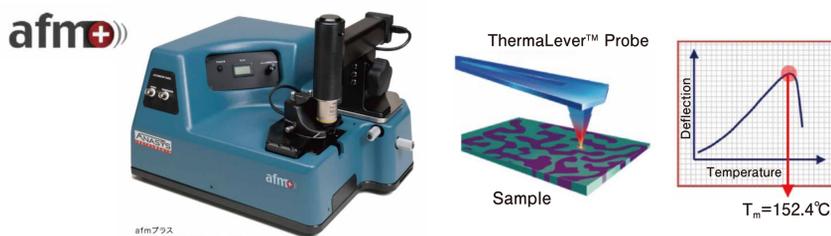
株式会社日本サーマル・コンサルティング

○小林華栄 江尻ひとみ

ナノサーマルアナリシスは原子間力顕微鏡(AFM)をベースにした局所熱分析法であり、空間分解能はおよそ100nmである。フォトサーマル赤外分光法は、赤外吸収による試料の瞬間膨張変化をスポット直径0.5μmのレーザーで検知する測定法であり、空間分解能はおよそ500nmである。本結果はPETフィルムの断面350μmの範囲について、熱転移温度およびフォトサーマルスペクトルを測定したものである。

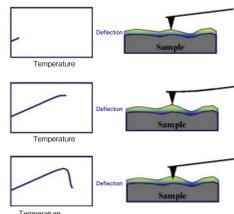
nanoTA Bruker社 AFM+システム

サーマルプローブ技術分析法(nanoTA)



原理

- 昇温開始
試料の膨張が始まる
- 転移温度に到達
ディフレクションが変化し始める
- 転移温度後
ディフレクション変化が大きくなり
プローブの針入が進んでいる



miRage PhotoThermalSpectroscopy社 PhotoThermal顕微鏡

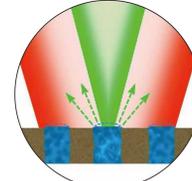
フォトサーマルインデュースドレゾナンス技術分析法(PTIR)



原理

- IRと可視光プローブレーザーを同軸で入射
IR光照射により、熱膨張(あるいは表面温度変化)が生じる
- IR光の波数をsweepする
波数ごとにプローブレーザーの反射光強度が変化
- 反射光強度を検出
変化量が赤外吸収に相関

空間分解能は、可視光プローブの集光スポットサイズ(サブミクロン)

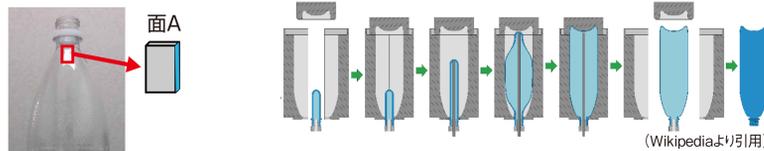


結果

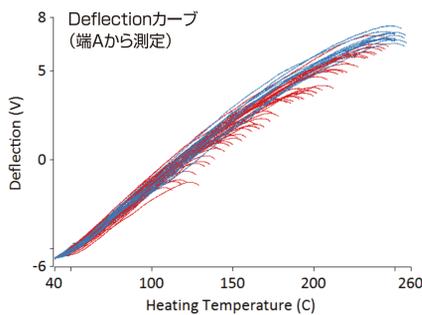
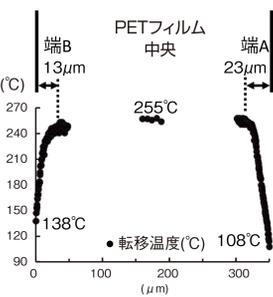
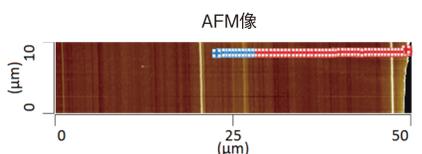
ペットボトルの厚さ方向転移温度分析

- 成形加工条件によって、製品内に転移温度分布がある場合がある。
- 結晶サイズやアモルファスの存在は製品の品質に影響するため、それを評価することは有用である。

ペットボトルの製造方法：ブロー成形



- 飲み口の少し下付近をサンプリング
- 面Aを測定



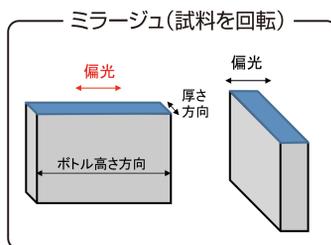
表面に最も近い位置では108°C、23μm内側では250°Cで転移した。連続的に転移温度が上昇していくことから、厚さ方向に向かって結晶サイズが徐々に大きくなっていると推測される。

ペットボトルの厚さ方向配向分析

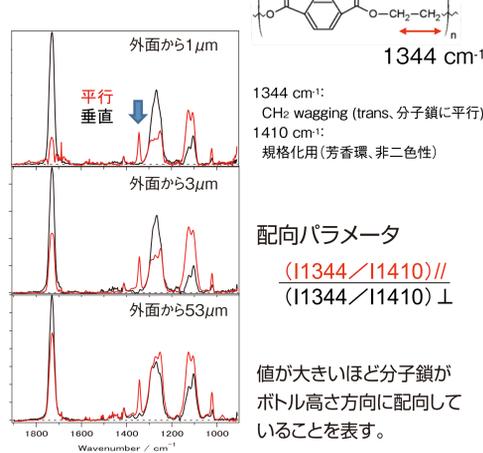
- 成形加工条件によって、製品内に配向分布が生じる場合がある。
- 分子配向は製品の硬さや接着性に影響するため分布評価は有用。

測定配置

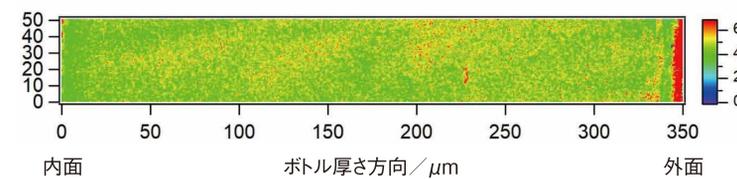
平行偏光条件：ボトル高さ方向と偏光方向が平行
垂直偏光条件：ボトル高さ方向と偏光方向が垂直



ミラーージュスペクトル



配向パラメータの分布とプロフィール(ミラーージュ)



まとめ

PETボトル表面から厚さ方向に23μmの範囲で、転移温度が徐々に上昇した。また、表面から厚さ方向に10μmの範囲では高配向度領域が確認された。外面は金型に接触しているため急冷され、結晶サイズが小さい状態で成長が止まると共に、成形時の高配向状態が残存したと考えられる。