

ハンドヘルド型 FT-IR Agilent 4100 ExoScan を用いた O リング、シール材 およびガスケットの迅速な同定

アプリケーションノート

材料試験

著者

John Seelenbinder

Agilent Technologies
Danbury, CT, USA



概要

世界中のあらゆる工業および化学プラントのほとんどで、生産性と安全性の評価の両方の観点から、バルブ、パイプおよび容器をシールするために正しい材料を用いることが重要になっています。正しいシール材の使用は、漏れを防ぐなど、製品品質を保つために重要です。

機器に対して最適なシール材はそれぞれ異なります。各々の材料は、多数の異なる組成、特性そして使用方法を有しています。その材料は、機器の種類、特定のアプリケーションあるいは処理される化学物質等によって決まります。その結果として、化学、石油化学および石油工業で使用可能なさまざまな O リング、シール材およびガスケットがあります。



Agilent Technologies

製造現場の各過程においては、機器の元素組成を確認するために、ハンドヘルド XRF が用いられています。同様に、適切なシール材が使用されているかどうかの有機的な分析を、ハンドヘルドアナライザーを用いて行う必要があります。

近赤外および Raman は、このアプリケーションでしばしば用いられていますが、O リング、ガスケットおよびシール材の多くは、カーボンブラックが充填されているため、これが測定に影響を及ぼす場合があります。ゲルマニウム ATR サンプルインターフェイスを備えている Agilent 4100 ExoScan システム (図 1) は、カーボンブラックが充填されている例も含め、これらの材料に対して優れた性能を発揮します。



図 1. Agilent 4100 ExoScan FTIR システム

実験

一連のカーボンブラックが充填されているシール材および O リングを、球面型のゲルマニウム ATR を備えた 4100 ExoScan FTIR で分析しました。

- 球面型の ATR 結晶は、サンプルの表面に加えられた圧力を最小にすると同時に、高品質で再現性のあるスペクトルの取得が可能です。これは、材料の非破壊試験 (NDT) を可能にします。つまりサンプルを切断したり、あるいは表面を変形したりしないで、ガスケットや O リングを測定することができます。

- ATR 結晶に屈折率の高いゲルマニウムを用いることで、赤外光のにしみ込み深さが短くなり、サンプルを通過する全光路長が短くなります。カーบอนは、赤外放射の非特異性の吸収材です。赤外放射のしみ込み深さが大変大きい場合には、カーボン粒子は、赤外光を散乱させます。この結果、スペクトルでベースラインシフトが発生し、サンプルの赤外吸収バンドの特性 (赤外外吸収帯の指紋領域) が不明瞭になり、材料の同定の信頼性が低下します (図 2)。

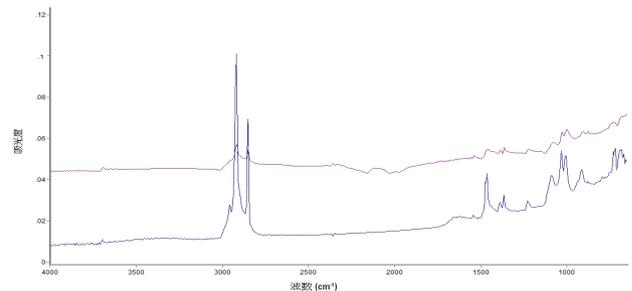


図 2. ダイヤモンド ATR (紫色) とゲルマニウム ATR (青色) を用いて測定されたカーボンブラックが充填されたエラストマー材料のスペクトルの比較。Ge ATR は、しみ込み深さが浅く、カーボンブラック粒子による散乱の影響を受けにくいいため、ベースラインのシフトが少ないスペクトルが得られています。ダイヤモンド ATR を用いて測定したスペクトルと比較すると、基準振動による吸収を明瞭に観察することができます。

実際の測定として、カーボンが充填されたフロロシリコン、シリコン、Viton、EPR/EPD、ネオプレン、ブチル、Klrez、NBR、ポリウレタン、天然ゴムのシール材 14 サンプルの測定を行いました。接触を確実にするため、ATR 結晶に対してサンプルを軽く押し当てて測定しました。Agilent MicroLab FTIR ソフトウェアは、スペクトルのリアルタイム表示機能を有しているので、ATR 結晶とサンプルが適切に接触しているかどうかを瞬時に確認することができます (図 3)。

測定は、波数分解能 8 cm^{-1} 、20 秒積算で行いました。まず、一連のサンプルを 4100 ExoScan にて測定を行い、得られたスペクトルを MicroLab ソフトウェアのリファレンスライブラリとして登録をしました。数日後に、これらの材料の他のサンプルから、再び一連のサンプルのスペクトルを測定し、オンボードライブラリで検索しました。ソフトウェアによる検索結果には、上位 2 つの検索結果とそれぞれの類似度が表示されます (関連機能)。

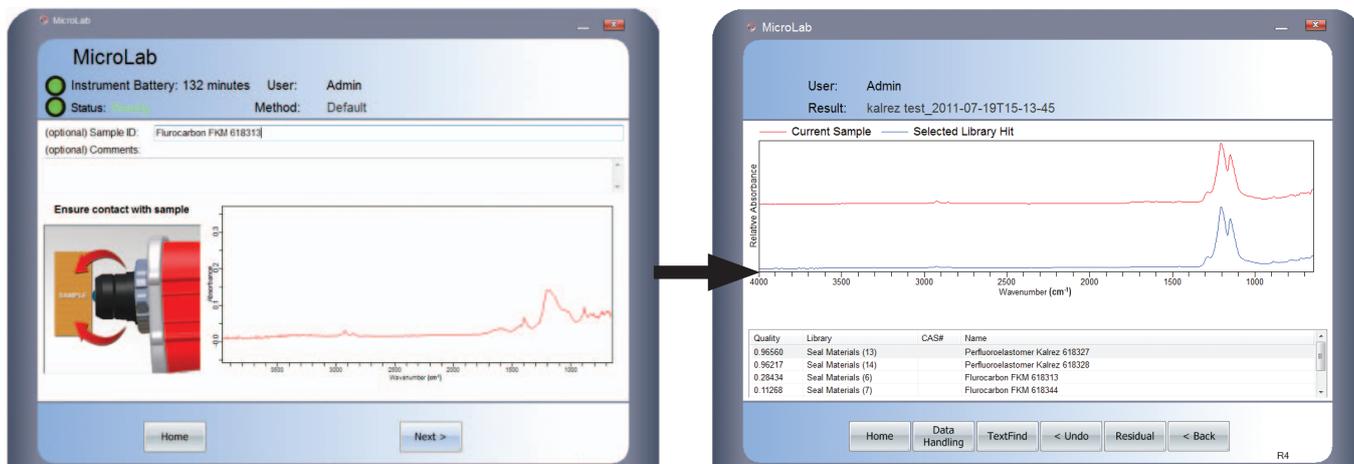


図 3. 球型 Ge ATR 結晶に対して、サンプルが軽く押し当てられた状態 (左図)。瞬時のリアルタイム表示は、適切な接触状態であるかを確認できます。積算が開始され、得られた高品質スペクトルは、オンボードスペクトルライブラリで検索されます (右図)。

結果

シール材の高品質スペクトル (図 4 および図 5) を、前述した手順を用いて得ました。そのスペクトルは、材料の種類に基づき、明瞭なスペクトルパターンの違いを示しており、カーボン粒子によるベースラインの歪みも僅かな高品質なスペクトルが得られています。これらのスペクトルは、オンボードライブラリに登録され、評価サンプルが数日後に測定された時は、全てのサンプルは、最上位の結果が一致し、5 つのサンプルについては、同じタイプの材料の中から 2 番目に近い結果を示しました (表 1)。

各々の O リングを測定したスペクトルは、エラストマー材料および使用されている充填剤の両方からの化学情報を含んでいます。この理由により、最上位の結果は、同じ成分の O リングを選びます。同じエラストマーで作られた他の O リングは、もし同じような充填剤が用いられていたならば、二番目の結果に近くなる可能性があります。試験サンプルセットのこの 2 つの例は、シリコンとフルオロシリコン O リングです。これらのサンプルは、ほんの少し充填剤が含まれています。これらの赤外スペクトルには、エラストマーからの情報を主に含んでいます。それゆえにこれらの 2 つの種類 O リングは、類似した類似度を示しています。比較すると、NBR サンプルには非常に多くの充填剤が含まれていました。NBR の 2 つのサンプルは、二番目の結果に近くなりませんでした。なぜなら、充填剤の量が、2 つのサンプルの間で異なっているからです。

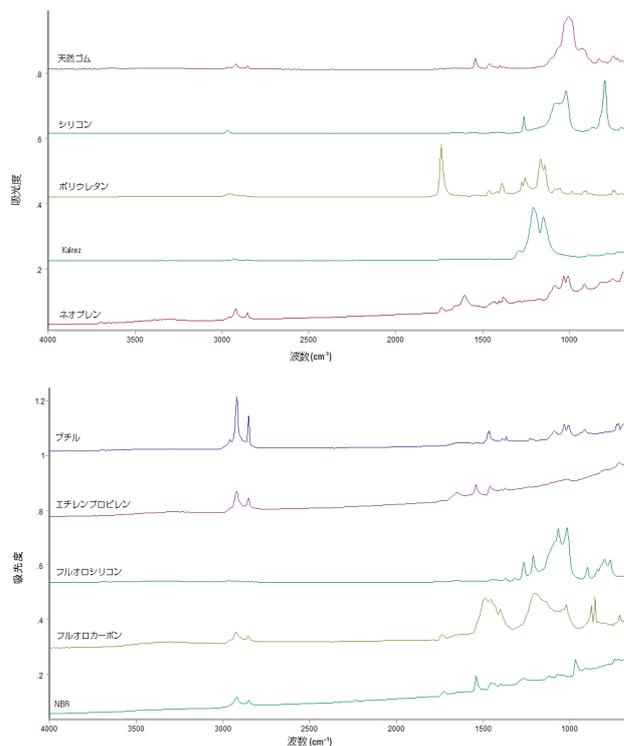


図 4 および 図 5. シール材のスペクトルは、 8 cm^{-1} の分解能で、20 秒間積算で測定を行いました。それぞれのスペクトルを比較しやすくするために、スタック表示で示しています。

表 1.0 リングスペクトルライブラリに対してマッチした 14 の O リングの試験セットについてのライブラリ検索の結果。サンプルと検索結果が、材料 (項目番号) 別にリストされています。類似度の値は、MicroLab ソフトウェアで自動的に計算され、それらは、一次微分正規化内積相関に基づいています。

| サンプル | 1 番目 | 類似度 | 2 番目 | 類似度 |
|--------------------------|--------------------------|-------|-----------------------|-------|
| NBR (618316) | NBR (618316) | 0.84 | エチレンプロピレン (618337) | 0.21 |
| NBR (618333) | NBR (618333) | 0.819 | 天然ゴム (618332) | 0.71 |
| シリコン (618341) | シリコン (618341) | 0.977 | シリコン (618318) | 0.963 |
| Kalrez (618327) | Kalrez (618327) | 0.953 | Kalrez (618328) | 0.951 |
| Viton (618313) | Viton (618313) | 0.604 | Kalrez (618328) | 0.15 |
| Viton (618344) | Viton (618344) | 0.71 | Viton (618313) | 0.1 |
| ネオブレン (618325) | ネオブレン (618325) | 0.55 | EPR (618337) | 0.14 |
| フルオロ シリコン (618311) | フルオロ シリコン (618331) | 0.95 | フルオロシリコン (618319) | 0.89 |
| フルオロ シリコン (618319) | フルオロ シリコン (618319) | 0.97 | フルオロシリコン (618331) | 0.963 |
| ポリウレタン (618340) | ポリウレタン (618340) | 0.955 | Kalrez (618328) | 0.017 |
| シリコン (618318) | シリコン (618318) | 0.976 | シリコン (618341) | 0.975 |
| EPR (618337) | EPR (618337) | 0.5 | EPR (618314) | 0.37 |
| EPR (618314) | EPR (618314) | 0.46 | EPR (618337) | 0.288 |
| ブチル (618339) | ブチル (618339) | 0.47 | ネオブレン (618315) | 0.33 |

結論

球面型 Ge ATR を備えている Agilent 4100 ExoScan FTIR は、化学工業で用いられているカーボンブラック充填ポリマーおよびエラストマーベースのシール材、ガスケットおよび O リングを測定し、材料成分を同定するのに効果的な分析装置であることが実証されました。これらの種類の材料は、近赤外およびラマンのような分光器のメソッドによって分析することが従来は困難でした。それゆえに、4100 ExoScan FTIR システムは、カーボン充填およびカーボン非充填の両方の材料成分の同定が可能となり、より一般的な解決法を提供します。航空宇宙、食品および医薬品のような他の製造業は、同様な課題を抱えています。

その性能はもちろん、サイズなどの可搬性の高さから、4100 ExoScan FTIR は、分析ラボの室内およびサンプルがある現場の両方で用いることができます。これにより、測定サンプルを分析ラボへ送付したり、分析結果を待たせずに、現場で迅速な分析を可能にします。専用 MicroLab FTIR ソフトウェアにより、非常に簡単に結果が得られます。そのため、現場担当者は、材料を正確に同定することができます。さらに、真の非破壊手法であるため、サンプルを切断したり、測定のために加工したりする必要がありません。それによって、シールの完全性が維持されます。

www.agilent.com/chem/jp

アジレントは、この資料に含まれる誤り、あるいは、この資料の供給、成果あるいは使用に関連している付随的または間接的な損害についての責任を負いません。

この出版物に記載されている情報、説明および仕様は、予告なしで変更されます。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2013
Published May 29, 2013
Publication number: 5990-9878JAJP



Agilent Technologies