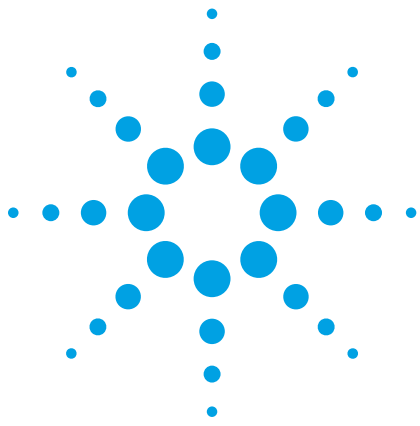




拡散反射アクセサリを備えた Agilent 4100 ExoScan FTIR を用いた 複合材料表面の汚染測定

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

複合材料表面の汚染は、複合材料工業において大きな課題です。製造で用いられている接着材については汚染が課題となり、また、複合材料修理のときに課題が残ります。多くの場合、複合材は、汚染物質である炭化水素かシリコンのいずれかによって汚染されます。カーボンエポキシ樹脂複合材料におけるこれらの材料の検出は、常に難しいものでした。低検出レベルが必要な場合でも、バックグラウンド信号が高いという課題がありました。



Agilent Technologies

赤外分光法は、複合材料表面の汚染を測定することができます。炭化水素とシリコン両方の特有の赤外特徴は、基本となっているエポキシ樹脂の基質から区別されます。従来の赤外分光光度計はラボでの使用のために、サンプルサイズが限られていました。ハンドヘルド Agilent 4100 ExoScan FTIR 分光光度計は、サンプルをラボに持ち込むことなく、複合材料を直接測定することができます。アジレントの FTIR 小型化のテクノロジーにより、分析性能に影響を及ぼすことなく装置が小型になりました。これにより、サンプルがある場所での測定が可能になります。FTIR は、現在、複合材料の評価のための真の非破壊手法として用いられています。

4100 ExoScan FTIR は、標準のラボ用 FTIR と同じ性能で分析が可能です。加えて、拡散反射インターフェースにより、カーボン複合材料のような低反射表面の測定で、高い信号対雑音比を得ることができます。このインターフェースは、サンプル表面に光を照射します。そして、散乱し、拡散した反射光を集光します。測定を容易に行える設計となっており、通常は 30 秒で行えます。

シリコン

シリコンは、注油および離型剤製品に広く使用されていますが、シリコンによる付着面の汚染を検出することは困難です。加えて、シリコンは除去することが難しく、接着材の有効性を著しく損ないます。シリコンは、特徴のある赤外スペクトルを持っており同定を容易にします。1260 と 800 cm^{-1} の 2 つの急峻なバンドとともに、1095 と 1018 cm^{-1} に特徴のあるダブルレットがあります。

1 つの複合材料の試験片上で、3 つの汚染を溶媒蒸発によって、分離した場所に作成しました。クロロフォルム中のシリコン溶液を、約 10 cm^2 の領域で乾燥しました。試験片は、各々のアプリケーションの表面濃度の測定の前後で、0.1 mg に近い重量になるようにしました。

サンプル濃度は、以下の概算値です。0 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、40 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、78 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 、および 300 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。各々のサンプルとブランクは、分解能 8 cm^{-1} で 128 回スキャンの積分によって測定しました。全測定時間は、1 サンプルあたり約 30 秒でした。

図 1 は、サンプルとブランクの各々で、4100 ExoScan FTIR を用いて収集したスペクトルです。1260、1095、1018 および 800 cm^{-1} のシリコンバンドが、明らかに存在しています。興味深いことに、バンドが吸光度スケールでネガティブになっています。これは、サンプルが強く吸収している時に、反射分光法で、しばしば起きます。図 1 に示されたスペクトルは、ベースラインを補正しています。ただし、ブランクの真の吸光度は、シリコン領域で 1.2 Abs 付近になります。ネガティブのシリコンバンドは、それでも濃度に相関しています。それらは、ネガティブの相関を持っているだけです。

シリコン汚染の 800 cm^{-1} バンドを用いて、バンド面積を計算しました。このバンドは、ベースライン干渉が比較的にあります。図 2 は、ネガティブのバンド面積に対しての概算濃度をプロットしたキャリブレーションカーブです。その濃度応答は、二次曲線に適合し、非線形になります。また一方、低い濃度は、容易に直線に適合します。低濃度のサンプルは、検出限界を正確に測定する必要がありますが、このデータは、10 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 近くの LOD を得られることを示しています。

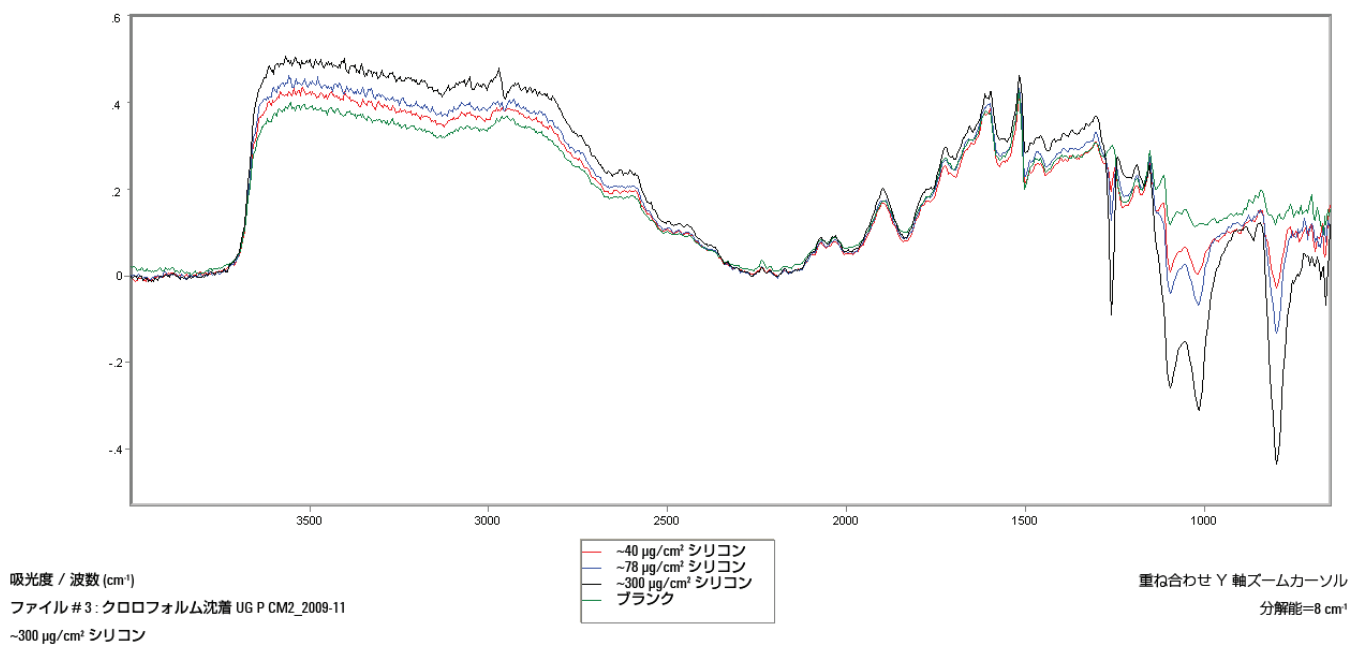


図 1. シリコンで汚染された 3 つの複合サンプル試片とブランクの FTIR スペクトル

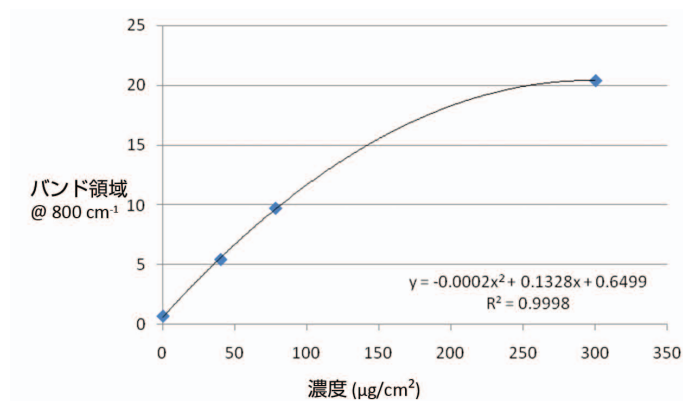


図 2. 負のバンド領域に対する概算のシリコン濃度のキャリブレーションカーブ

油圧油

油圧油による複合材の汚染は、航空機を修理する際の大きな関心事です。油圧リークは、複合材料に油が浸透することを引き起こします。油圧油を単純な溶剤で表面から取り除くことができたとしても、修繕を行う際の加熱および真空引きにより、微小クラック中の油が接着層に引き込まれます。プラズマ洗浄は、浸透したサンプルから残留油圧油を取り除くことに用いられます。しかしながら、プラズマは、油を十分に取り除く強さであっても、複合材料を損傷させる強さであってはならないことに注意しなければなりません。

3つのサンプルを炭化水素ベースの油圧油に浸しました。サンプルを標準のアセトンで洗浄しました。各々の半分をプラズマで洗浄しました。表面を洗浄するエネルギー量を違えるため、異なったプラズマクリーナーを各々のサンプルに使用しました。油圧油のリファレンススペクトルと比較された汚染サンプルおよび洗浄されたサンプルのスペクトルを図3に示します。汚染されたサンプル中の油は、 2930 cm^{-1} における急峻なCH伸縮バンドおよび 1730 cm^{-1} におけるC=Oショルダーがあることから、はっきりと見ることができます。これらのバンドは、プラズマで洗浄されたサンプルには、明らかにありません。

3つのプラズマ洗浄手法の内、サンプル3(図3に示されている)は、表面の損傷なしで最善の洗浄が行われていることを示します。図4に示されるように、サンプル1のプラズマで洗浄されたサイドは、少量の油圧油を示しています。対局的に、サンプル2で用いられたプラズマは、大変強いパワーを使用しました。図5は、油圧油で汚染されたサンプルとプラズマで洗浄したサンプルを示します。エポキシ樹脂の特徴がプラズマで洗浄したサンプルには、あきらかにありません。これは、プラズマによって損傷したことを示しています。

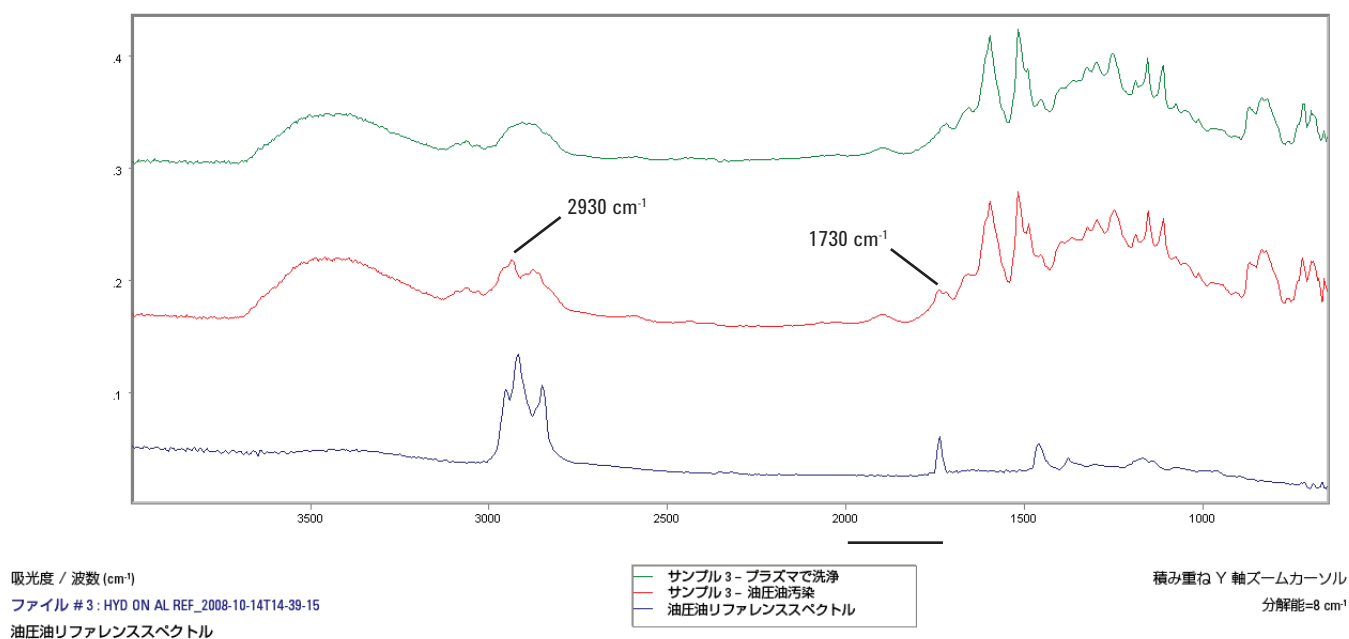


図3. 油圧油で汚染されている複合材料と洗浄された複合材料「サンプル3」の油圧油 FTIR スペクトルおよび比較のための油圧油リファレンススペクトル

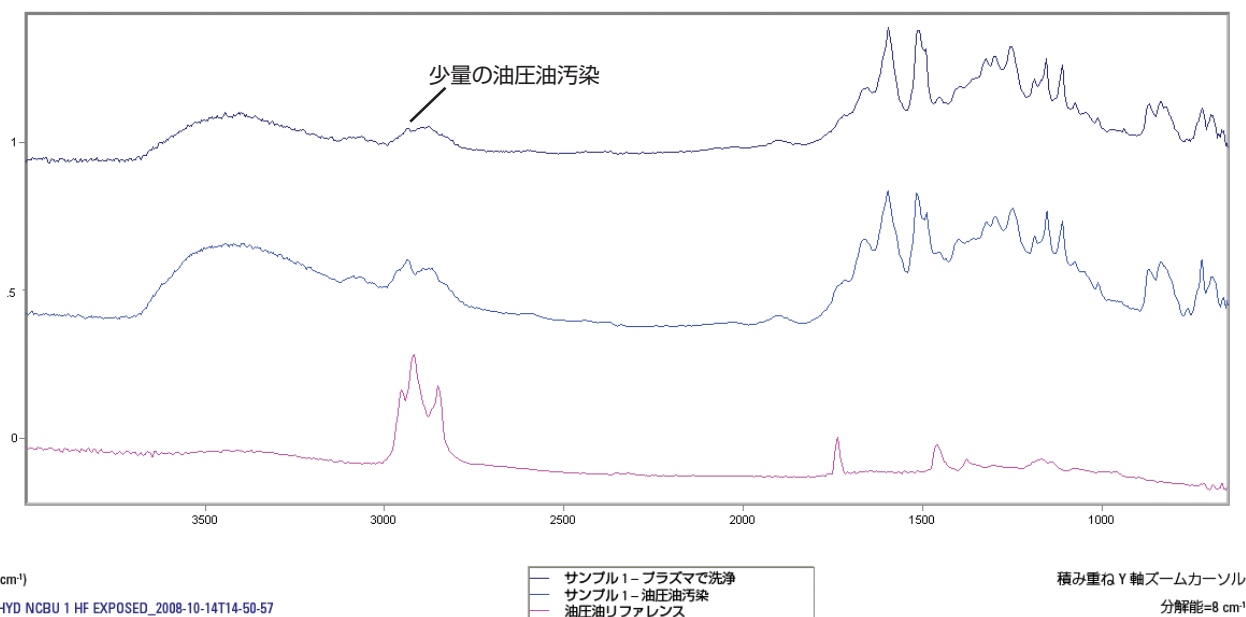


図 4. 油圧油で汚染されている複合材料と洗浄された複合材料「サンプル 1」の油圧油 FTIR スペクトルおよび比較のための油圧油リファレンスペクトル。洗浄されたサンプルには、少量の油圧油が含まれていることがわかります。

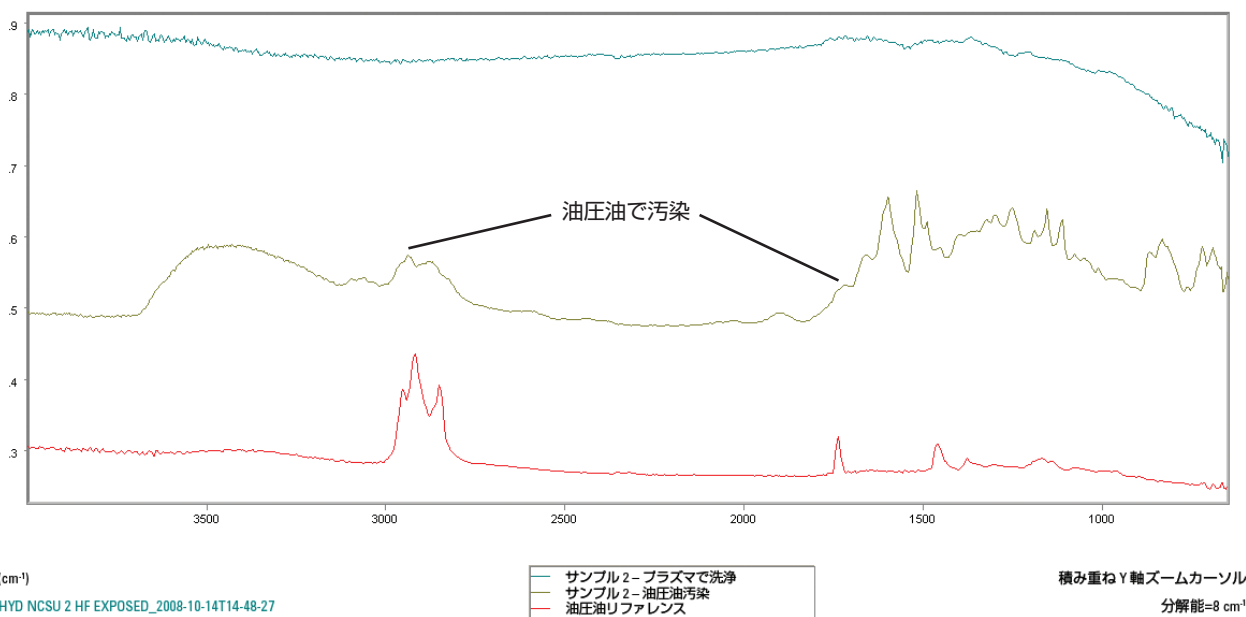


図 5. 油圧油で汚染されている複合材料と洗浄された複合材料「サンプル 2」の油圧油の FTIR スペクトルおよび比較のための油圧油リファレンスペクトル。洗浄されたサンプルは、プラズマによって損傷していることを示しています。

結論

拡散反射サンプリグインターフェースを備えた Agilent 4100 ExoScan FTIR は、複合材料表面の汚染を測定することができます。エポキシ樹脂カーボンの複合材料上でシリコンと油圧油の両方を測定しました。洗浄した後でさえも、油圧油が複合材の表面で検出されました。また、複合材料のプラズマ洗浄効果を、4100 ExoScan によって測定し、サンプルの洗浄、過洗浄、洗浄不足の各々の状況を表しました。

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ることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2012
Published March 6, 2012
Publication number: 5991-0007JAJP



Agilent Technologies