

(393) 塗覆装鋼板における有機皮膜中の窒素の分析

日新製鋼(株)市川研究所 ○ 清塚 稔 森 浩治 前田靖治

福本博光 増原憲一

1. 緒言

塗覆装鋼板の研究において、表面改質は重要な課題である。本報では従来分析困難とされていたEPMAによる有機皮膜中のNの定量分析を、特に分布を含めて検討し、塗覆装鋼板への適用性を調査した。

2. 実験方法

供試材は、ステンレス鋼板に有機酸変性ポリエチレンをホットプレスにより熱融着した後、電子線照射によりポリエチレンにアクリロニトリル(CH_2CHCN)をグラフト重合し、線量と重合温度により、Nを変化させた試料を用いた。Nの測定は、島津製電子線マイクロアナライザEPM-810型を用いて行った。なお、試料の重量増加は、アクリロニトリルの重合量に相当し、Nの増量に対応する。

3. 実験結果

(1) BN標準試料を用いて測定条件の検討を行った結果、N分析における最適加速電圧は、8KV、また試料電流は、比性が保たれる範囲の最大値0.2 μA を採用した(Fig. 1)。

(2) 電子線照射の線量と重合温度により、アクリロニトリルのグラフト率(Nの固定率)を変化させたポリエチレンのグラフト率とX線放射量(NK α)の関係は、良好な直線性を示した(Fig. 2)。

(3) 線分析により、ポリエチレン被覆鋼板の厚さ方向のアクリロニトリルの分布を測定した結果、反応時間が短い場合は表面付近にNの濃度が高く、長くなるとフィルム内部にNのピークが移行し、アクリロニトリルの分布の変化が測定できた(Fig. 3)。

4. 結言

従来EPMAでは困難であった有機皮膜中のNの分析をグラフト重合させたポリエチレンフィルムについて検討した結果、ニトリル基に含有される窒素原子の分布として解析できることがわかり、有機皮膜中でのN分布の測定に適用できることがわかった。

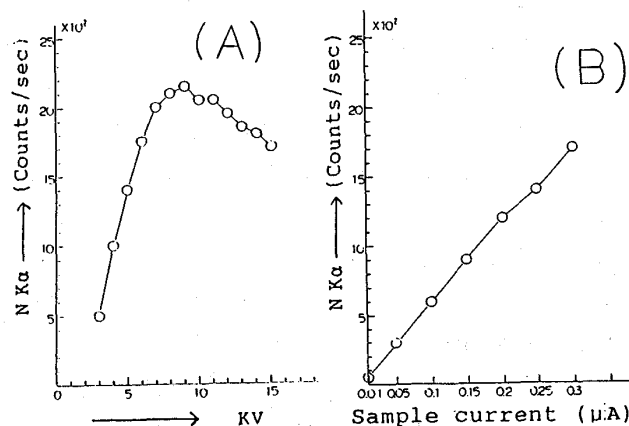


Fig. 1 Variation of X-ray intensity as a function of acceleration voltage (A) and sample current (B).

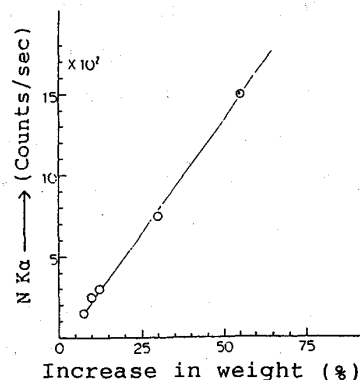


Fig. 2 X-ray intensity vs increase in weight.

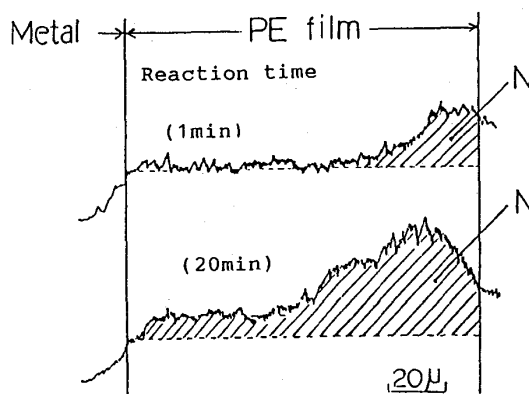


Fig. 3 Distribution of nitrogen in AN-grafted PE films by EPMA.