

## 革塗膜材質の判定方法 ～試料調製方法と顕微 FT-IR による測定例～

キーワード：革、仕上げ加工、塗膜材質、顕微 FT-IR、顕微 ATR 法、斜め切削

### はじめに

革は、靴、鞆、衣服、および手袋などの日用品だけでなく、ソファーや自動車シートなどにも広く用いられています。通常、革表面には、耐久性の向上や表面の均質化のために、各種の仕上げ加工が施されます。なかでも、塗装仕上げは、耐久性や風合いなどの要素がバランスよく満足できることから、多くの革製品に用いられ、ニトロセルロース、ポリウレタン、およびポリエステルなど、様々な種類の塗料が用いられます<sup>1)</sup>。ただし、塗装仕上げでは、数回に分けて複数種類の塗料を薄く重ね塗りすることが一般的であり、塗膜各層の厚さは数十  $\mu\text{m}$  程度です。

ここで、革製品の品質管理やクレーム対応において、塗膜材質の調査・確認が必要になった場合、有機物の分析に広く用いられているフーリエ変換赤外分光分析 (FT-IR) のうち、微小領域を測定可能な顕微 FT-IR が有効です。さらに、顕微 FT-IR の測定モードの一つである顕微 ATR 法では、顕微鏡で観察した視野内の任意の部分に ATR クリスタルを押し当て、その箇所 (20～150  $\mu\text{m}$  角) の赤外吸収スペクトルを得ることができます。

本テクニカルシートでは、顕微 ATR 法を活用した革塗膜材質の判定方法について解説します。

### 試料調製方法 (斜め切削)

塗装仕上げした革の表面に対し、垂直に切断した断面の測定を試みる場合、塗膜各層の厚さが顕微 ATR 法での測定領域下限に近くなるため、測定の難易度が高くなります。そこで、革塗膜を「斜め切削」し、各層の露出面積をできるだけ大きくすることで容易に測定ができるよう、工夫しました (図 1)。

また、革塗膜は柔らかく、切削が難しいため、液体窒素による冷却や、樹脂への包埋などによる硬化処理が多用されますが、ここでは、より簡便な手法として、塗膜を外側に向けて皮を屈曲させ、塗膜

に適度な“張り”を付与した状態で、硬化処理無しで斜め切削する手法 (図 2) を採用しました。具体的には、まず、30 mm 角程度にカットした革を、塗膜を外側に向け屈曲させた状態で小型のバイスに挟み、固定しました。次に、薄いナイフを使用して、塗膜最表面から革まで徐々に切り下げ、斜め切削試料を調製しました。なお、実体顕微鏡で観察しながら切削作業を行うことで、革に対するナイフの当て方や切削面などを微調整しました。

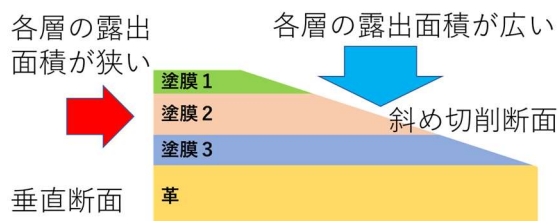
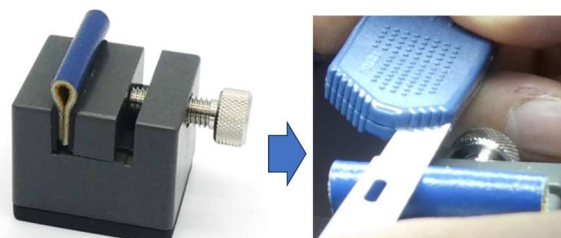


図 1 革塗膜の顕微 ATR 法での測定箇所の模式図



試料を屈曲させて固定

実体顕微鏡で観察しながらナイフで切り出す

図 2 斜め切削手法

### 判定例

前述の方法で、塗装仕上げした牛革の斜め切削試料を作製し (図 3)、塗膜の材質を調べました。

まず、試料の斜め切削面 (図 3 上段) と、表面に垂直な断面 (図 3 下段) を実体顕微鏡で観察した結果、塗膜の最表面と内部で材質が異なる可能性が示唆されました。

そこで、図 3 上段に示した測定点①～⑤について

て、顕微 ATR 法により赤外吸収スペクトルを測定しました(図 4)。なお、ここでは、スペクトルの S/N 比を向上させるために、①～⑤の測定領域を 125  $\mu\text{m}$  角としました。

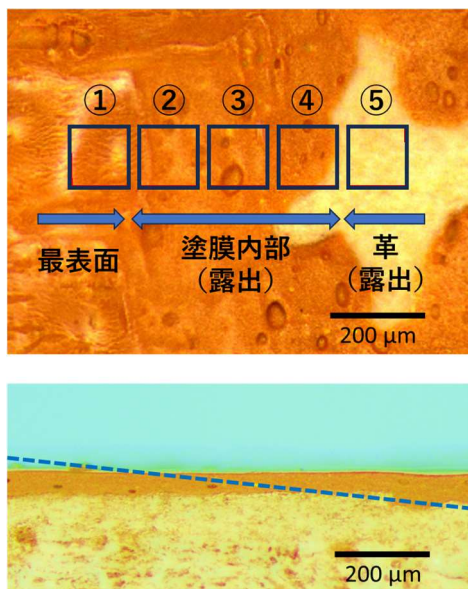


図 3 塗装仕上げ牛革の斜め切削試料の写真  
 上段: 表面  
 (顕微 ATR 法での測定点を付記)  
 下段: 切削部近傍の表面に垂直な断面  
 (点線は切削位置イメージ)

図 4 より、測定点①において、1650、1280、および 840  $\text{cm}^{-1}$  に鋭い吸収が認められたことから、塗膜の最表面の材質がニトロセルロース系<sup>2)</sup>であることがわかりました。また、測定点②～④のスペクトルはほぼ同一であり、かつ、1170 および 1260  $\text{cm}^{-1}$  に吸収ピークが認められたことから、塗膜内部の材質はアクリル系<sup>2)</sup>であると推測されました。なお、測定点⑤では、革を構成するタンパク質に由来するアミド結合の吸収(1550、1650、および 3300  $\text{cm}^{-1}$ )<sup>2)</sup>が認められました。

### おわりに

革製品やクレーム対応において、塗膜材質の調査・確認が必要になることは頻繁にあります。塗膜は薄く、かつ複数の層で構成されているため、本テクニカルシートで示した斜め切削試料の顕微 ATR 法による測定は、材質判定に有効な方法となると考えられます。

### 参考文献

- 1) 岡村浩編: 新版皮革化学, 日本皮革技術協会, pp. 220-238, 2006
- 2) 財団法人日本塗料検査協会編: 塗料用合成樹脂の赤外線吸収スペクトル集, 2004

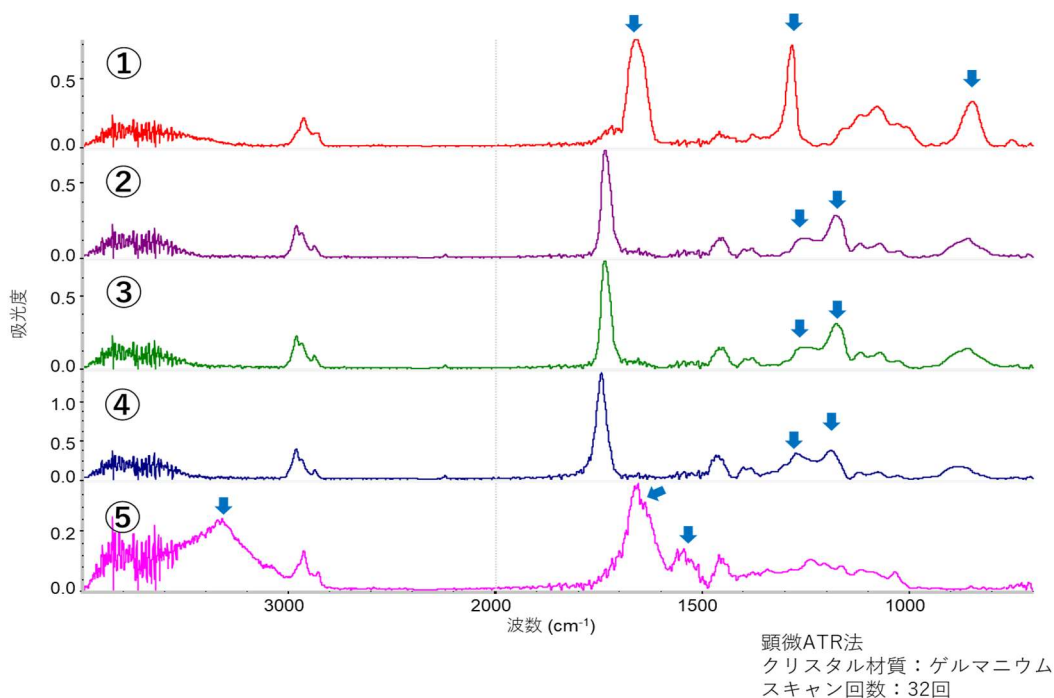


図 4 斜め切削試料の各測定点における赤外吸収スペクトル