

X線回折法によるアルミニウム箔積層プラスチックフィルムとアルミニウム蒸着プラスチックフィルムとの識別

中村 文雄*, 武内 伸代*, 田中 聡司*, 竹元 賢治*

Discrimination between Aluminum Foil Laminated Plastic Film and Aluminum Evaporation Plastic Film by X-ray Diffraction Method

Fumio NAKAMURA*, Nobuyo TAKEUCHI*, Satoshi TANAKA*, Kenji TAKEMOTO*

*Central Customs Laboratory, Ministry of Finance

6-3-5, Kashiwanoha, Kashiwa, Chiba 277-0882 Japan

It was found aluminum foil laminated plastic film and aluminum evaporation plastic film could be discriminated by confirming the (200) peak and (220) peak by the X-ray diffraction method.

1. 緒 言

食品及び飼料等の一部は、その容器が気密容器に該当するか否かにより、税番（国内細分）が異なり、異なる税率が適用される。気密容器の定義は、関税分類例規集に規定されており、容器がアルミニウム蒸着プラスチックフィルム製であれば、酸素透過度を測定することにより、気密容器に該当するか否かが決定される。しかし、現在、酸素透過度等の測定は関税中央分析所のみで実施可能であり、また、測定に長時間を要する。一方、アルミニウム箔積層プラスチックフィルム製であれば、酸素透過度等の測定の必要は無く、アルミニウム箔の積層が認められれば、気密容器に該当する。

しかし、両者は、外観のみでは識別することが困難な場合があり、現在、簡便法としては、プラスチックフィルムを除去（はく離、燃焼又は溶解による）し、アルミニウム箔を確認しているが、精密には電子顕微鏡（X線マイクロアナライザー）を用いて、フィルム断面のアルミニウム層の厚さを測定し、両者の識別を行っている。しかし、フィルム除去後のアルミニウム箔の確認は困難な場合があり、また、電子顕微鏡観察においては、フィルム断面作成等に熟練を要する。

そこで、簡易、迅速な識別方法として、X線回折法による両者の識別方法について検討したので報告する。

2. 実 験

2. 1 試料

アルミニウム箔（厚さ 15 μ m）：市販品

アルミニウム箔（たばこの銀紙）：市販品
アルミニウム粉末：和光純薬工業製
酸化チタン（ルチル型）：和光純薬工業製
ポリエチレン：Aldrich製
ポリプロピレン：関税中央分析所所蔵標準品
ナイロンー6：Aldrich製
ポリエチレンテレフタレート：市販ペットボトル
各種アルミニウム蒸着プラスチックフィルム：市販品及び分析依頼試料
各種アルミニウム箔積層プラスチックフィルム：市販品及び分析依頼試料

2. 2 分析装置及び測定条件

X線回折装置：RINT-2200（株リガク製）

測定条件（通常測定時条件）

ターゲット：Cu
K β フィルター：Ni
管電圧：40kV
管電流：20mA
発散スリット（DS）：1°
受光スリット（RS）：0.15mm
測定範囲：4°～90°
走査速度：4°/min
自作試料板：ガラス製試料板とアルミニウム試料板から自作したもの（Fig.1）

* 財務省関税中央分析所 〒277-0882 千葉県柏市柏の葉 6-3-5

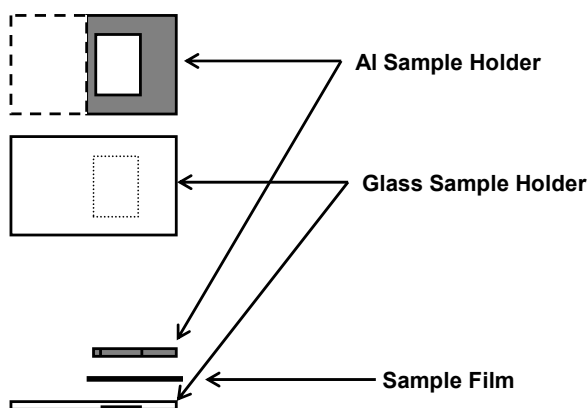


Fig. 1 Handmade sample holder

2. 3 実験

2. 3. 1 アルミニウムの回折線の測定

アルミニウム粉末は定法に従ってガラス製試料板に充てんし、アルミニウム箔については、自作試料板に挟み、X線回折図を測定した。

2. 3. 2 積層プラスチックの影響

アルミニウム箔として最も薄い（約 $6\mu\text{m}$ ）たばこの銀紙を用い、それに厚さ約 0.3mm の各種プラスチックフィルムを重ね自作試料板に挟み、X線回折図を測定した。今回、プラスチックフィルムとして一般的に包装材料に用いられている、ポリエチレン、ポリプロピレン、ナイロン-6 及びポリエチレンテレフタレートを用いた。

次に、無機顔料の影響を確認するために、酸化チタンを約 2% 練りこんだ厚さ約 0.3mm のポリエチレンフィルムをたばこの銀紙に重ね同様にX線回折図を測定した。

2. 3. 3 各種アルミニウム箔積層プラスチックフィルムのX線回折図の測定

各種アルミニウム箔積層プラスチックフィルムを自作試料板に挟み、X線回折図を測定した。

2. 3. 4 各種アルミニウム蒸着プラスチックフィルムのX線回折図の測定

各種アルミニウム蒸着プラスチックフィルムを自作試料板に挟み、X線回折図を測定した。

3. 結果及び考察

3. 1 アルミニウムの回折線

アルミニウム粉末及び箔のX線回折図を Fig.2 に示す。

アルミニウム粉末は、(111) 面 ($2\theta = 38.5^\circ$) が最大強度の回折線であるのに対し、アルミニウム箔では、その回折線の強度は小さく、(200) 面 ($2\theta = 44.7^\circ$) の回折線が大きくなっている。

これは、アルミニウムの結晶は立方晶形であり、粉末では、結晶がランダムに分布し、いわゆる斜め面である (111) 面が強く検出されるのに対し、箔では、その製造過程で圧延工程を経ているため、結晶形が配向し、斜め面である (111) 面が弱くなっている

ためと考えられる。

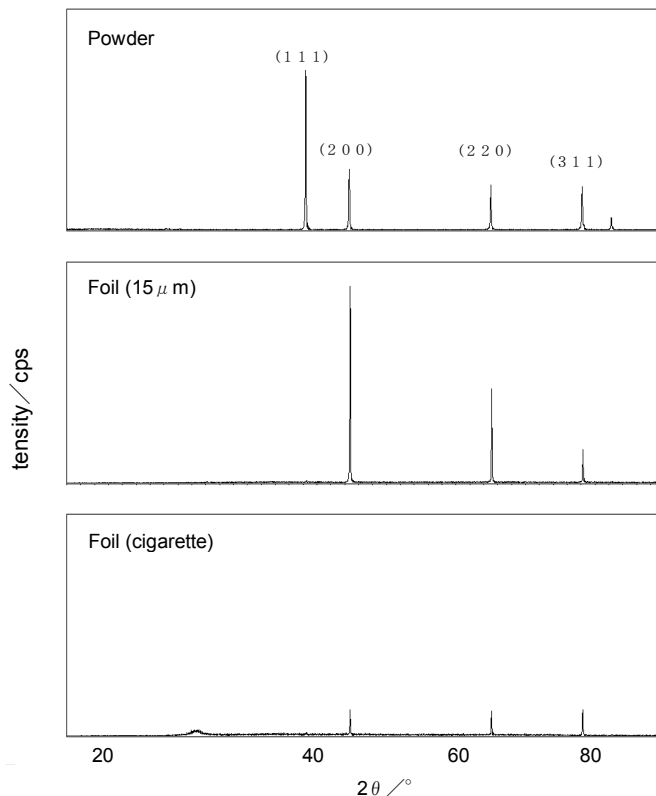


Fig. 2 X-ray diffraction patterns of aluminum foil and powder

3. 2 積層プラスチックの影響

たばこの銀紙に各種プラスチックフィルムを重ねたもののX線回折図を Fig.3 に示す。

厚さ約 0.3mm の各種プラスチックフィルムによって、アルミニウムの回折線強度は弱くなっているものの、(200) 面 ($2\theta = 44.7^\circ$) 及び (220) 面 ($2\theta = 65.1^\circ$) の回折線が検出できた。(111) 面 ($2\theta = 38.5^\circ$) の回折線は、検出できないか、検出されても非常に弱い。

無機顔料として酸化チタンを練りこんだポリエチレンについても、同様にその影響無く、(200) 面 ($2\theta = 44.7^\circ$) 及び (220) 面 ($2\theta = 65.1^\circ$) の回折線が検出できた。

一般に袋包装用として用いられるフィルムの厚さは、 0.1mm 程度であるので、上記回折線の検出には積層プラスチックの影響は無いものと考えられる。また、無機顔料としての酸化チタンの影響も無いものと考えられる。

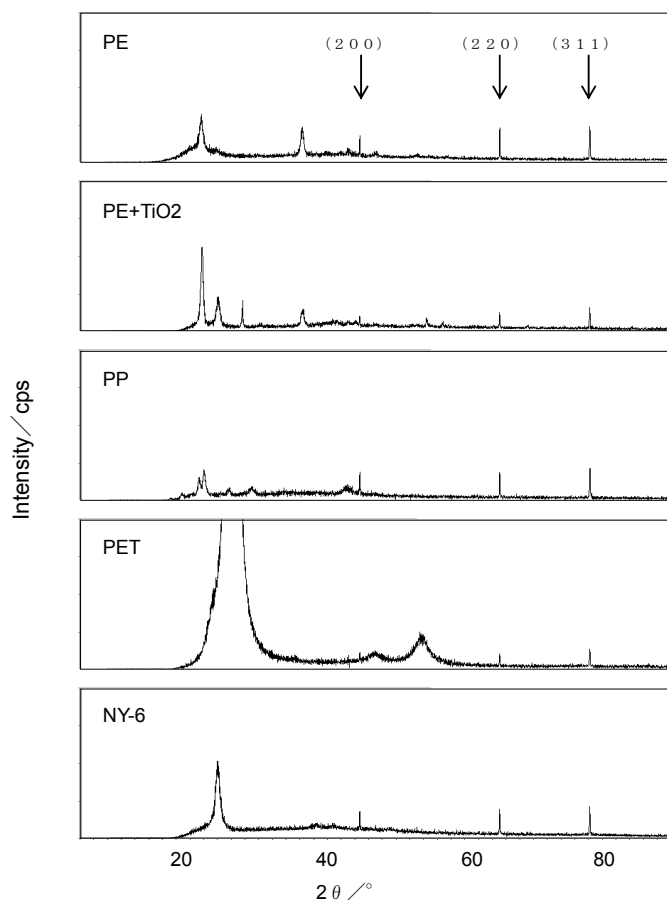


Fig. 3 X-ray diffraction patterns of imitated aluminum foil laminated plastic film

3. 3 各種アルミニウム箔積層プラスチックフィルムのX線回折図の測定

アルミニウム箔積層プラスチックフィルムのX線回折図の一例を Fig.4 に示す。(200) 面 ($2\theta = 44.7^\circ$) 及び (220) 面 ($2\theta = 65.1^\circ$) の回折線は検出できた。(111) 面 ($2\theta = 38.5^\circ$) の回折線は、検出できないか、検出されても非常に弱い。

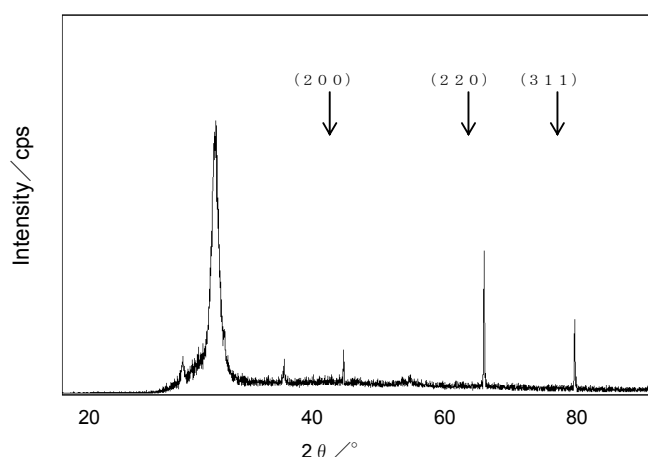


Fig. 4 X-ray diffraction pattern of one aluminum foil laminated plastic film

3. 4 各種アルミニウム蒸着プラスチックフィルムのX線回折図の測定

アルミニウム蒸着プラスチックフィルムのX線回折図の一例を Fig.5 に示す。(200) 面 ($2\theta = 44.7^\circ$) 及び (220) 面 ($2\theta = 65.1^\circ$) の回折線は検出できず、(111) 面 ($2\theta = 38.5^\circ$) の回折線も検出できないか、検出されても非常に弱い。

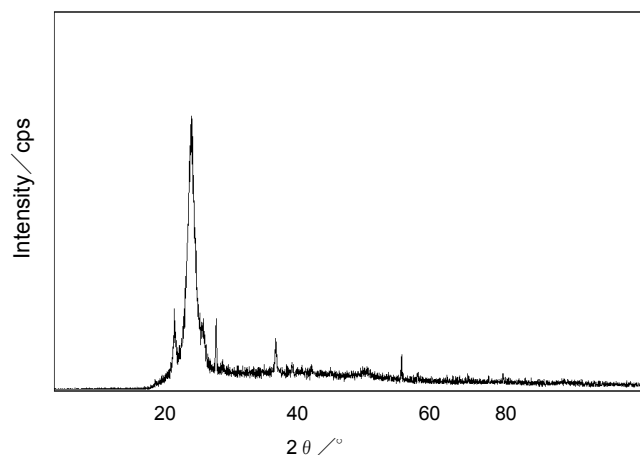


Fig. 5 X-ray diffraction pattern of one aluminum evaporation plastic film

3. 5 考察

アルミニウム箔の厚さは、6~200 μm であり、アルミニウム蒸着層の厚さは、通常使用されているものは、0.01~0.2 μm 程度である。

アルミニウム箔積層プラスチックフィルムに検出された (200) 面及び (220) 面等の回折線がアルミニウム蒸着プラスチックフィルムに検出されなかったことは、アルミニウム箔に比べてアルミニウム蒸着層の厚さが非常に薄いことに起因するものと考えられる。

一方、アルミニウム蒸着層は、延伸工程を経たらず、結晶がランダムに分布しているため、アルミニウム粉末と同様に最大強度の回折線は (111) 面 ($2\theta = 38.5^\circ$) であると考えられ、そのため (111) 面の回折線が検出される場合があるものと考えられる。

今回、標準となるアルミニウム蒸着フィルムは入手していないため、実験に用いた蒸着フィルムは市販品のみであり、アルミニウム蒸着層の正確な厚さ測定は行っていない（少なくとも $1\mu\text{m}$ 以下であることは電子顕微鏡により確認した）。より厚い蒸着フィルムでは、(200) 面及び (220) 面の回折線を検出するかもしれない。しかし、その場合でも (111) 面の回折線が最大強度となり、蒸着フィルムの判別は可能であろう。

4. 要 約

X線回折法により、アルミニウムの (200) 面及び (220) 面の回折線を確認することにより、アルミニウム箔積層プラスチックフィルムとアルミニウム蒸着プラスチックフィルムとの識別が可能であった。

文 献

- 1) 日本包装学会編：“包装の事典”、(2001)