

## 防水材料の耐候性試験 その4-1

## FT-IR を利用した「高強度形ウレタン防水材」の表面分析 その1

防水材料 耐候性 屋外暴露  
ウレタン 高強度 表面分析  
FT-IR

正会員 武田 剛\*1 正会員 清水市郎\*3  
正会員 若林秀幸\*1 正会員 松村 宇\*4  
正会員 鈴木 博\*1 正会員 高根由充\*5  
正会員 竹本喜昭\*2 正会員 田中享二\*6

## 1.はじめに

防水材料促進耐候性試験方法小委員会では、2002年から防水材料の屋外暴露試験と促進暴露試験を、同じ材料により同時並行で開始した。屋外暴露試験は3年目、7年目に試験体の回収・評価を行い、次回は15年目(2017年)に行う計画である。

ウレタン防水材の屋外暴露3年目の結果については、前報「防水材料の耐候性試験その15」(2006年)、「防水材料の耐候性試験その21」(2007年)、屋外暴露7年目の結果については、「防水材料の耐候性試験その31」、「防水材料の耐候性試験その32」(2010年)、促進暴露試験との対比については、「防水材料の耐候性試験その38」(2011年)で報告した。

これまでの評価方法は、引張試験による機械的物性測定法を標準としているが、この方法では物性値に顕著な差が見受けられない上、測定に大きな試験体を必要とする。

そこで、少量の試験体で簡便に防水層の経時変化の評価が可能な試験方法を検討した結果、本報では、FT-IR(フーリエ変換赤外分光分析装置)を利用した表面分析法について報告する。

使用する試験体については、前報と比較するため、同じ高強度形ウレタンタイプの「B-1」、「B-2」とした。

## 2.FT-IR 法採用の背景

ウレタンの経時的変化を追跡するため、引張試験による機械的物性の変化を調べることも一つの方法ではあるが、直接的にウレタンの変化を捉える手段があれば、さらに有効と考えられる。そこで注目したのが赤外分光法(Infrared Spectroscopy)である。今回は、物質の表面状態を調べるためにFT-IRを用いて、ATR法(全反射法)による分析を行った。FT-IR法を用いた測定を採用した背景としては、以下のウレタン特有の変化が上げられる。

1)防水層の経時変化:ウレタン塗膜防水における経時変化としては、保護仕上材(トップコート)やウレタン防水材中の成分バランスの変化や構成成分の分解等が考えられる。

2)成分バランスの変化:トップコート、ウレタン防水材は数種類の材料の混合物であり、ポリマー成分(ウレタン系、アクリルウレタン系、フッ素系等)、充填剤、可塑剤、顔料等が含まれている。これらの成分の一部が、経時で消失することにより、成分バランスが変化する。例えば、ポリマー分と可塑剤分の比率の変化を知ること、経時変化を追跡する

ことができる。

3)構成成分の分解:ポリマー成分は、縮合重合することで高分子化しているが、光・熱・水・酸・アルカリ等の影響により、経時で結合部分の局所的な分解を起こす可能性がある。

## 3.分析に使用した屋外暴露試験体

## 3.1 試験体の種類

試験体として用いたのは、高強度形ウレタンのスプレートタイプであり、平均膜厚を3mmとした。またトップコートによる耐久性の差を確認する目的で、試験体はトップコート有り無しの2種類とした。塗布量は $0.2\text{kg}/\text{m}^2$ とした。屋外暴露試験体一覧を表1に、初期物性を表2に示す。

表1 屋外暴露試験体一覧

ウレタン防水材		トップコート	1	2
			なし	アクリルウレタン
B	高強度形	ブランク	B-1-0	B-2-0
	スプレタイプ	3年暴露	B-1-3	B-2-3
		7年暴露	B-1-7	B-2-7

表2 初期物性

試験体	B-1-0	B-2-0
引張強さ(N/mm <sup>2</sup> )	10.5	8.6
破断時の伸び率(%)	365	277
引裂強さ(N/mm)	56	59

## 3.2 試験体形状

縦300mm、横300mmの試験体を、ステンレスベルトでコンクリート舗道板に機械的に固定したものを屋外暴露した。

## 3.3 屋外暴露地域

暴露地域一覧を表3に示す。

表3 屋外暴露地域

地域	寒冷地域(N)	温暖地域(C)	亜熱帯地域(S)
暴露地	旭川 (北海道)	銚子 (千葉県)	宮古島 (沖縄県)

## 4.FT-IR による測定

## 4.1 測定方法

各種サンプル表面を、FT-IR分析装置を使用し、ATR法(全反射法)にて $400\text{cm}^{-1} \sim 4,000\text{cm}^{-1}$ の赤外線吸収スペクトルを測定した。また、比較のために、断面状態を光学顕微鏡(100倍)にて確認した。

## 4.2 ブランクの測定結果

### 1) トップコートなしブランク(B-1-0)の測定

図 1 に測定したトップコートなしブランク(B-1-0)の赤外線吸収スペクトルを示す。

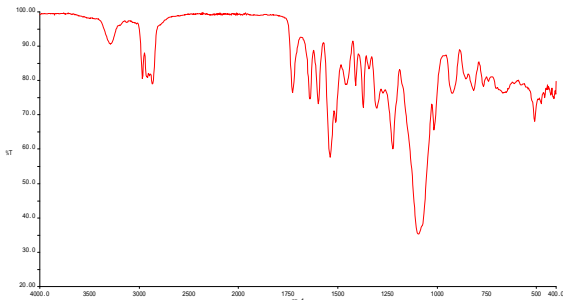


図 1 トップコートなしブランクの測定結果

B-1-0 はウレタンゴムであるため、特徴的な 2,950, 2,850cm<sup>-1</sup> 付近の脂肪族 C-H 伸縮振動, 1,080cm<sup>-1</sup> 付近のエーテルの C-O-C 伸縮振動の吸収スペクトルが見られる。

### 2) トップコートありブランク(B-2-0)の測定結果

図 2 に測定したトップコートありブランク(B-2-0)の赤外線吸収スペクトルを示す。

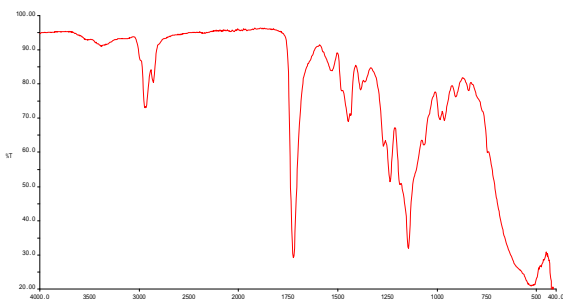


図 2 トップコートありブランクの測定結果

B-2-0 の表面はアクリルウレタン系トップコートが塗布されているため、特徴的な 1,730cm<sup>-1</sup> 付近のエステル基の C=O 収縮振動, 1,260~1,170cm<sup>-1</sup> 付近の O=C-O と C-OH の伸縮振動, 800~500cm<sup>-1</sup> 付近での酸化チタン (ルチル型) の吸収スペクトルが見られる。

### 3) トップコートなし屋外暴露サンプルの測定結果

図 3 に測定したトップコートなしの屋外暴露品 (宮古島: 3 年, 7 年) の赤外線吸収スペクトルを示す。

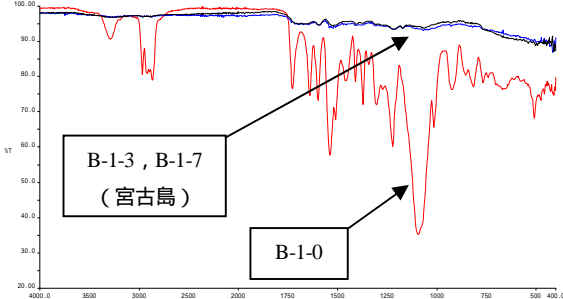


図 3 トップコートなし屋外暴露サンプルの測定結果

図 3 の吸収スペクトルを比較すると、暴露したサンプルでは殆ど吸収が見られず、正常な測定ができていない。その理由としては、写真 1, 2 にトップコートなし屋外暴露品 (宮古島: 3 年, 7 年) の断面写真を示すが、いずれの試験体も表面が劣化し、極めて顕著な凹凸となっていることが分かる。このような状態だと FT-IR では、正確な測定が困難であると考えられる。

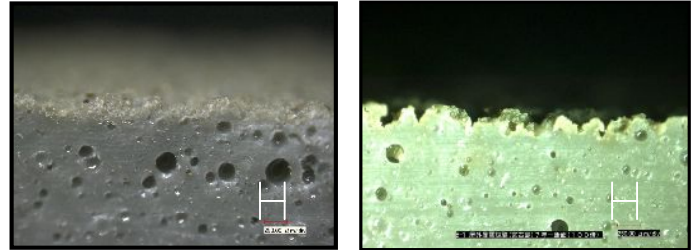


写真 1 B-1-3(宮古島 3 年)

写真 2 B-1-7(宮古島 7 年)

### 4) トップコートありの屋外暴露サンプルの測定結果

図 4 に測定した B-2 とその暴露品 (宮古島: 3 年, 7 年) の赤外線吸収スペクトルを示す。

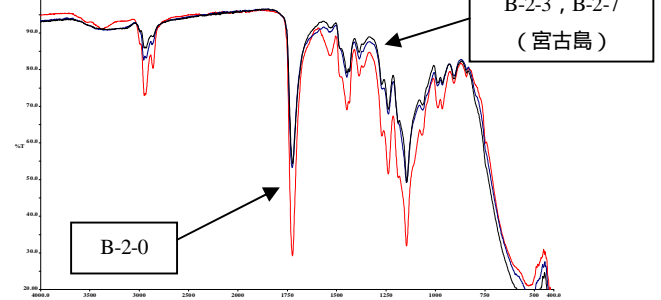


図 4 トップコートあり屋外暴露サンプルの測定結果

図 4 の吸収スペクトルを比較すると、1,730cm<sup>-1</sup> 付近と、1,260~1,170cm<sup>-1</sup> 付近のピークの減少が見られ、800cm<sup>-1</sup> 以下の酸化チタンのピークが増大している。実物でも表面の白亜化の兆候が見られ、アクリルウレタンの特徴は確認できる。

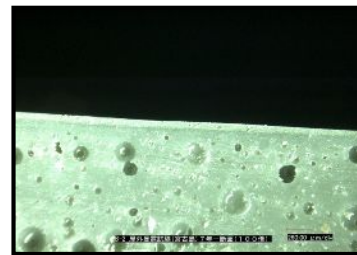


写真 3 B-2-7 (宮古島 7 年)

写真 3 に B-2 屋外暴露品 (宮古島 7 年) の断面写真を示す。写真 3 より、屋外暴露 7 年後でもトップコートは残存しており、FT-IR の結果と整合している。

## 5.まとめ

トップコートありでは、経時による変化が測定できた。また、ATR 法による FT-IR を活用するためには、試験体の表面状態の管理が必要である。さらに検討を行ないたい。

(参考文献) 塗料用合成樹脂の赤外線吸収スペクトル (財) 日本塗料検査協会著: 2004 年 5 月改訂 3 版)

\*1 日本ウレタン建材工業会

\*2 清水建設 技術研究所

\*3 建材試験センター 中央試験所

\*4 北海道立総合研究機構 北方建築総合研究所

\*5 日本ウェザリングテストセンター銚子試験場

\*6 東京工業大学名誉教授

\*1 Japan Urethane Waterproofing Industry Association.

\*2 Shimizu Corporation, Institute of Technology.

\*3 Japan Testing Center for Construction Materials, Central Test Laboratory.

\*4 Hokkaido Research Organization, Northern Regional Building Research Institute.

\*5 Japan Weathering Test Center, Choshi test field.

\*6 Emeritus professor of Tokyo Institute of Technology.