

材料のESR – 塗料の劣化評価 ② –

関連製品：電子スピン共鳴装置(ESR)

■熱による塗料の ESR 信号の変化-1

試料は、市販の HALS 配合の塗料(塗装用)を用いて、220°Cにて加熱しながら ESR 測定を行いました。図1に加熱時間ごとの ESR 信号を示します。加熱開始から約 2 分で $g = 2.006$ 付近にニトロキシドラジカルに由来する ESR 信号が観測されました。アプリケーションノート ER180007 の室温での結果と比べて、220°Cにて対称的な ESR 信号として観測されているのは、昇温により試料の運動性が向上したためと考えられます。このニトロキシドラジカルの ESR 信号は時間とともに徐々に大きくなり、やがて減衰する傾向が観測されました。ニトロキシドラジカルの信号が減衰するにつれて、 $g = 2.003$ 付近にカーボンラジカルの ESR 信号が観測されました。加熱により試料は黒く変色することが確認されました。

図 2 は、ニトロキシドラジカルの ESR 信号強度(赤線を縦軸に、加熱時間を横軸に示しました。ニトロキシドラジカルの ESR 信号強度は、カーボンラジカルの信号と重ならない低磁場側のピークを用いました。図 2より、ニトロキシドラジカルの ESR 信号は、加熱から約 16 分付近で最大になり、それ以降は徐々に減少し、約 240 分以降では、ほぼ消失していることがわかります。図 3 は、カーボンラジカルの ESR 信号強度(青線を縦軸に、加熱時間を横軸に示しました。カーボンラジカルの ESR 信号強度は、ニトロキシドラジカルの中央の信号と一部重なるため、ベースラインから下側の成分のみを評価しました。図 3より、カーボンラジカルの ESR 信号は加熱から約 40 分付近から観測されはじめ、それ以降は徐々に大きくなっていることがわかります。つまり、加熱開始から約16分を過ぎるとHALSによる劣化防止機能が徐々に低下し、約40分以降は塗料自体の劣化が進行している可能性があります。この様な実験を行うことで、試料の耐熱性や長時間の熱負荷による劣化評価を行うことが可能と考えられます。

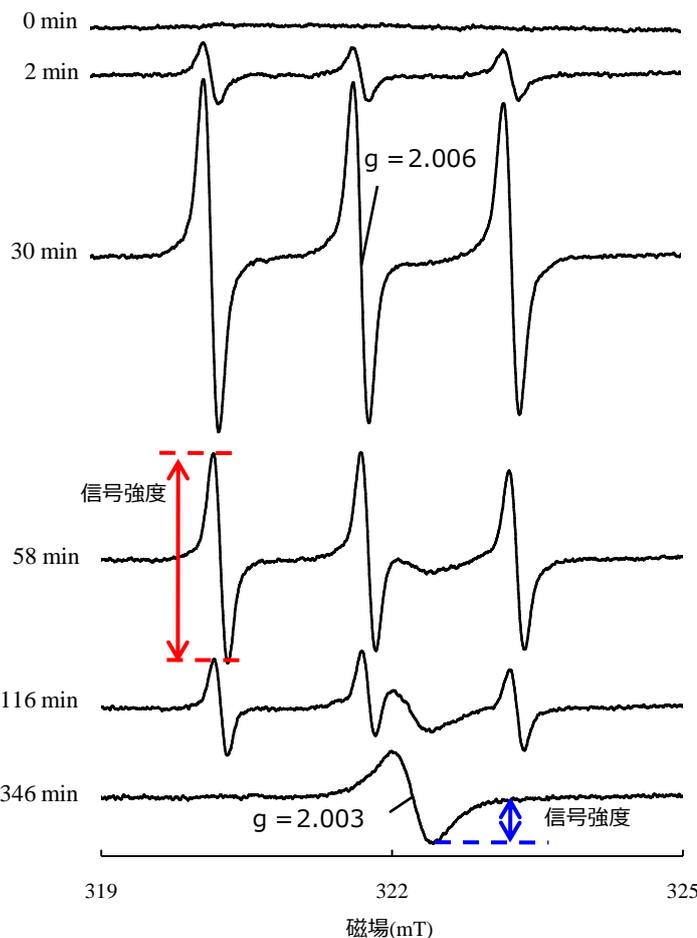


図1. 加熱による ESR 信号の変化

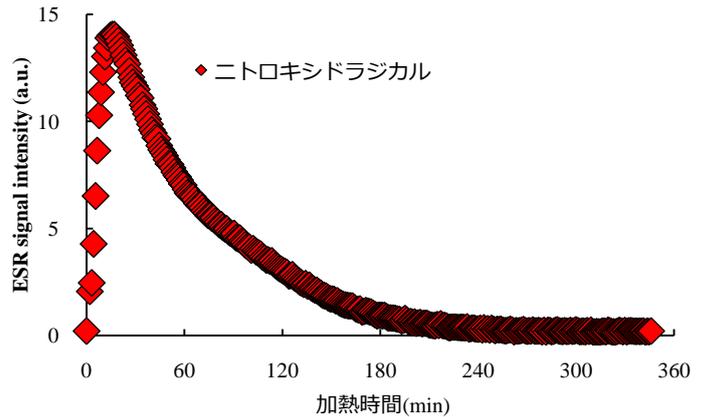


図2.ニトロキシドラジカルのESR信号の加熱時間による変化

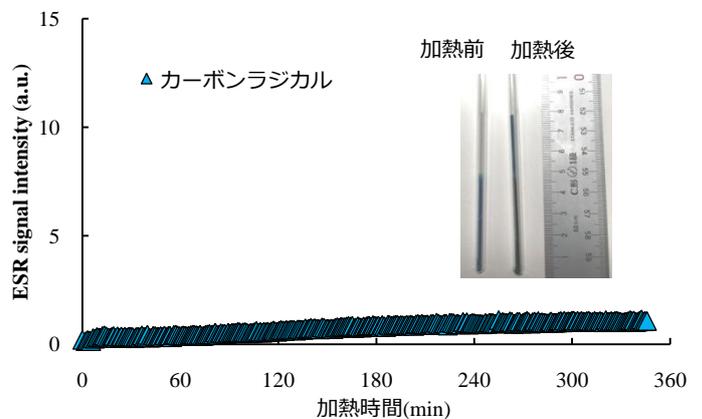


図3. カーボンラジカルのESR信号の加熱時間による変化

Copyright © 2018 JEOL Ltd.
このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出入管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。