

## 資料

# 養液浄化装置用光拡散部樹脂の選定試験 －各種樹脂材料の紫外線耐久性比較－

田島 政弘\*

## 1. 目的

我々は、紫色LEDおよび樹脂製光拡散部を使用した植物工場用養液浄化装置を開発した<sup>1)</sup>。本装置は、樹脂製光拡散部を水中に設置することが特徴である。ここで、装置で使用するLEDの中心波長が405nmであり、また、LEDの発熱および樹脂製光拡散部が常時水に接することから、紫外線照射下で高温および加湿条件にさらされることとなる。そこで、385nm以上の光を透過する数種類の樹脂についてカーボンアーク耐候性試験機および高温・高湿度下での紫外線照射による樹脂の耐久性試験を実施し、光拡散部用樹脂の選定をおこなったので、その結果について報告する。

## 2. 方法

### 2.1 試験に使用した樹脂の種類

樹脂試料として、シリコン樹脂（ペルノックス（株）製 XJL-0012）、シリコン変性エポキシ樹脂（三洋化成工業（株）製 サンプルミナー）、ポリスチレン樹脂（アズワン（株）ディスポセル）、アクリル樹脂（アズワン（株）ディスポセル）、UVカットアクリル樹脂（アクリサンデー（株）製）、紫外線透過樹脂（アズワン（株）ディスポセル：材質不明）の6種類の樹脂を使用した。なお、UVカットアクリル樹脂はアクリル樹脂にベンゾトリアゾール系等の紫外線吸収剤を添加して紫外線領域における390nm以下の紫外線透過性を無くした樹脂である。

ポリスチレン樹脂、アクリル樹脂、紫外線透過樹脂については、ディスポタイプの分光光度計用透明セルの一面を切り取り、試験片とした（厚さ約1mm）。UVカットアクリル樹脂は、厚さ1mmの平板をカットして試験片とした。いずれの試験片も幅約10mm、長さ10～20mm程度の大きさとした。紫外線透過樹脂は、材質が明記されていなかったが、赤外分光吸収から、炭化水素系であることが推測される。

シリコン樹脂、シリコン変性エポキシ樹脂については、樹脂モノマーと重合開始剤を混合後、深さ1mm、幅20mm、長さ100mmのステンレス型にキャストして平板を作成し、幅約10mm、長さ10～20mmにカットして

\*環境技術科

試験片とした。

### 2.2 紫外線耐久試験

#### 2.2.1 カーボンアーク耐候性試験機による試験<sup>2)</sup>

カーボンアーク耐候性試験機は、スガ試験機（株）製紫外線フェードメーター U48を使用した。カーボンアークによる紫外線は380nm付近の波長で、照射エネルギーは51.8mW/cm<sup>2</sup>であり、試験片設置槽内の温度は37℃、相対湿度は30%であった。

カーボンロッドは、48時間毎に取り換え、合計約1000時間照射した。

#### 2.2.2 高温高湿条件下における紫外線照射試験

高温高湿条件の試験は、セパラブルフラスコに塩化アンモニウム飽和水溶液を入れ、80℃にセットした恒温乾燥器に入れた。このときの相対湿度は、約67%である<sup>3)</sup>。さらに、365nmのLED（日亜化学工業（株）製 NC4U134A（T）を3個実装、30W）を照射しながら、約1000時間保持した。照射エネルギーは18mW/cm<sup>2</sup>であった。

本試験法は、JIS法と異なり、独自の手法であるため、参考試験として取り扱うのが適当と考える。

### 2.3 分析評価方法

各試験片は、試験前である0時間、約500時間および約1000時間経過後に赤外分光分析（日本分光（株）製 FT-IR/6200：1回反射ATR法）および紫外-可視分光分析（日本分光（株）製 V-550）を行った。

赤外分光分析では、水酸基およびカルボン酸基の増加を確認し、紫外-可視分光分析では透過率の減少を測定して、樹脂劣化を評価した。

## 3. 結果

### 3.1 カーボンアーク耐候性試験機による試験結果

各種樹脂試料の処理前の状態は、無色透明な樹脂であったが、カーボンアーク耐候性試験機による紫外線照射により、図1に示すように、一部の樹脂は黄色く変色を起こした。本装置では、温度は室温より少し高い程度であり、相対湿度も低いために、380nm付近の紫外線の影響だけによるものである。

変色した樹脂はポリスチレン樹脂であり、紫外-可視吸収を確認すると、図2に示すように、紫外光域から可視光域まで広い範囲で光の透過率が低下していた。ほかの樹脂



図1 カーボンアーク耐候性試験機による耐久性試験結果 1008H後の外観  
温度 37℃, 相対湿度 30%

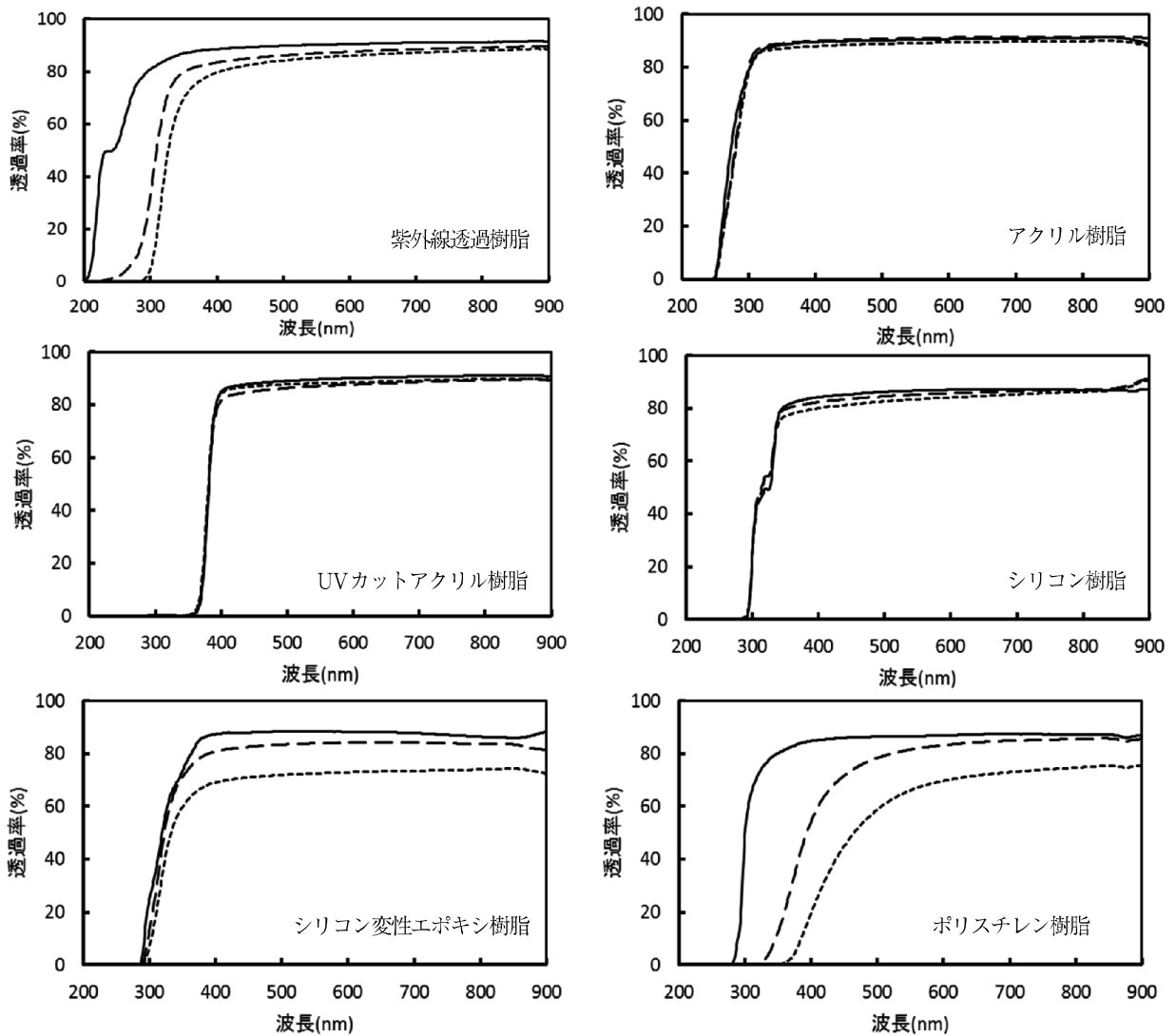


図2 カーボンアーク耐候性試験機による耐久性試験結果 紫外-可視分光分析  
温度 37℃, 相対湿度 30%

— 0H    - - - 480H    - · - · 1008H

試料は変色しなかったが、紫外線透過樹脂では紫外光域で透過率が低下し、シリコン変性エポキシ樹脂では、可視光域で透過率が低下した。

また、樹脂の劣化を赤外分光分析により確認した結果、図3に示すように、変色したポリスチレン樹脂では、1008H経過後に $3400\text{cm}^{-1}$ および $1700\text{cm}^{-1}$ 付近に水酸基およびカルボン酸基の生成が確認され、さらに、 $3000\text{cm}^{-1}$ 付近および $1400\text{cm}^{-1}$ 付近のC-H結合、C-C結合に由来する吸収が消失した。これは、樹脂の酸化が進行することにより、C-H結合およびC-C結合が消失したためと考えられる。

さらに、変色しなかった紫外光域あるいは可視光域での透過率が低下した紫外線透過樹脂およびシリコン変性エポキシ樹脂についても、 $3300\text{cm}^{-1}$ 付近および $1700\text{cm}^{-1}$ 付近に水酸基およびカルボン酸基の生成が確認された。ただし、水酸基およびカルボン酸基は480Hまではそれほど顕著でなく、透過率の減少との相関が認められなかった。

以上の結果より、ポリスチレンが紫外線に対して耐久性

がないことが確認できた。また、紫外線透過樹脂およびシリコン変性エポキシ樹脂についても、酸化および透過率の低下が認められることから紫外線に対する耐久性がないことが判明した。

紫外線の影響を受けなかった樹脂は、アクリル樹脂、UVカットアクリル樹脂およびシリコン樹脂であった。これらの樹脂は、通常の使用法では、長期間の使用に耐えることが期待できる。

### 3.2 高温高湿条件下における紫外線照射試験結果

高温・高湿度下で紫外線照射試験をすることにより、樹脂の劣化速度を速めることができる<sup>4)</sup>。ただし、高温・高湿度における促進試験の結果は、実際の場合より過度に出る傾向にあり<sup>4)</sup>、注意する必要がある。しかし、この試験で影響が少ない樹脂であれば、過酷な使用条件においても耐久性があると判断できる。本報告では、温度 $80^{\circ}\text{C}$ 、相対湿度約67%の条件下で $365\text{nm}$ の紫外線を照射し、各種樹脂の劣化状態を確認した。

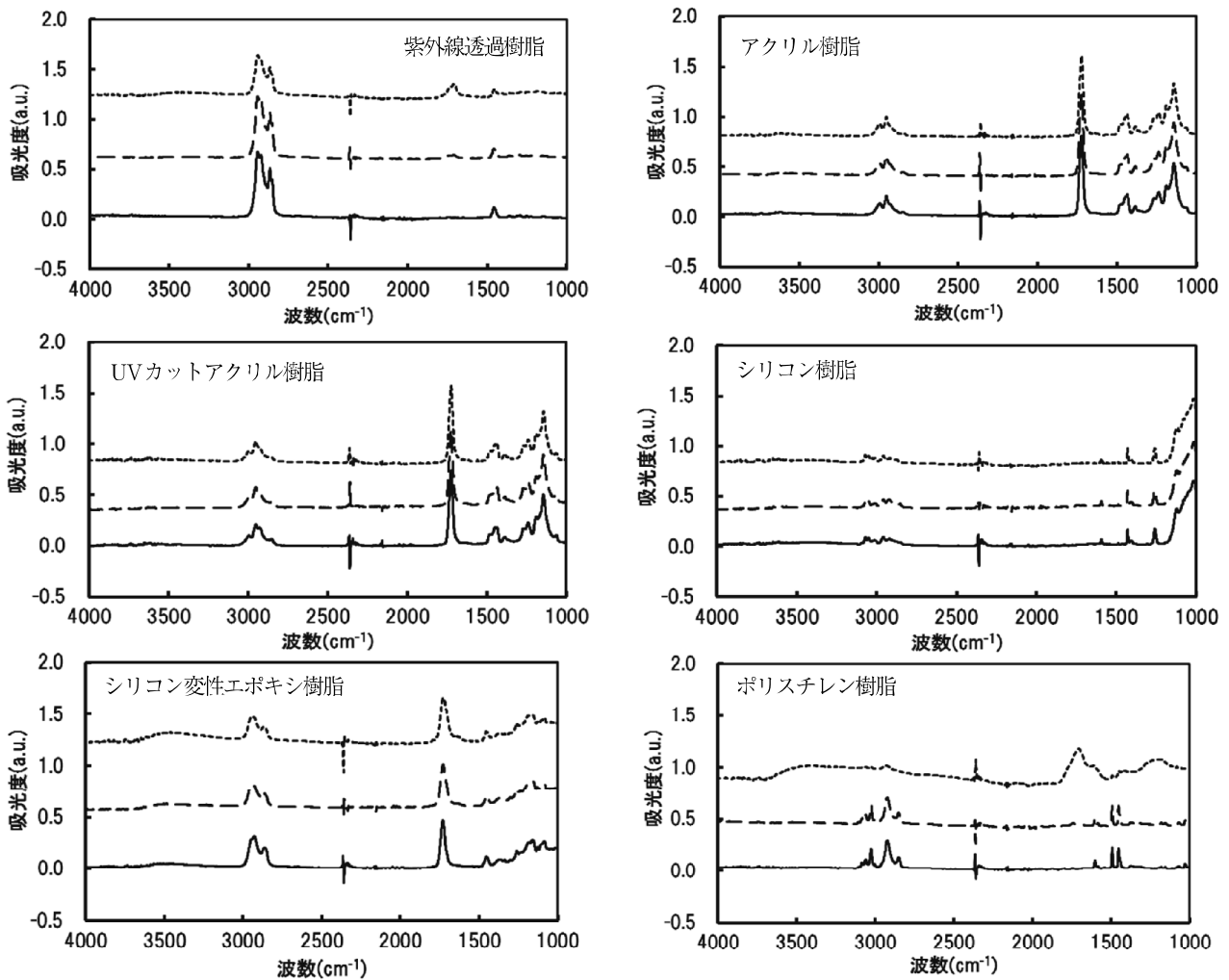


図3 カーボンアーク耐候性試験機による耐久性試験結果 赤外分光分析  
温度  $37^{\circ}\text{C}$ ，相対湿度 30%

— 0H      - - - 480H      - · - · 1008H



図4 紫外線照射による耐久性試験結果 1056H後の外観  
温度 80℃, 相対湿度 67%

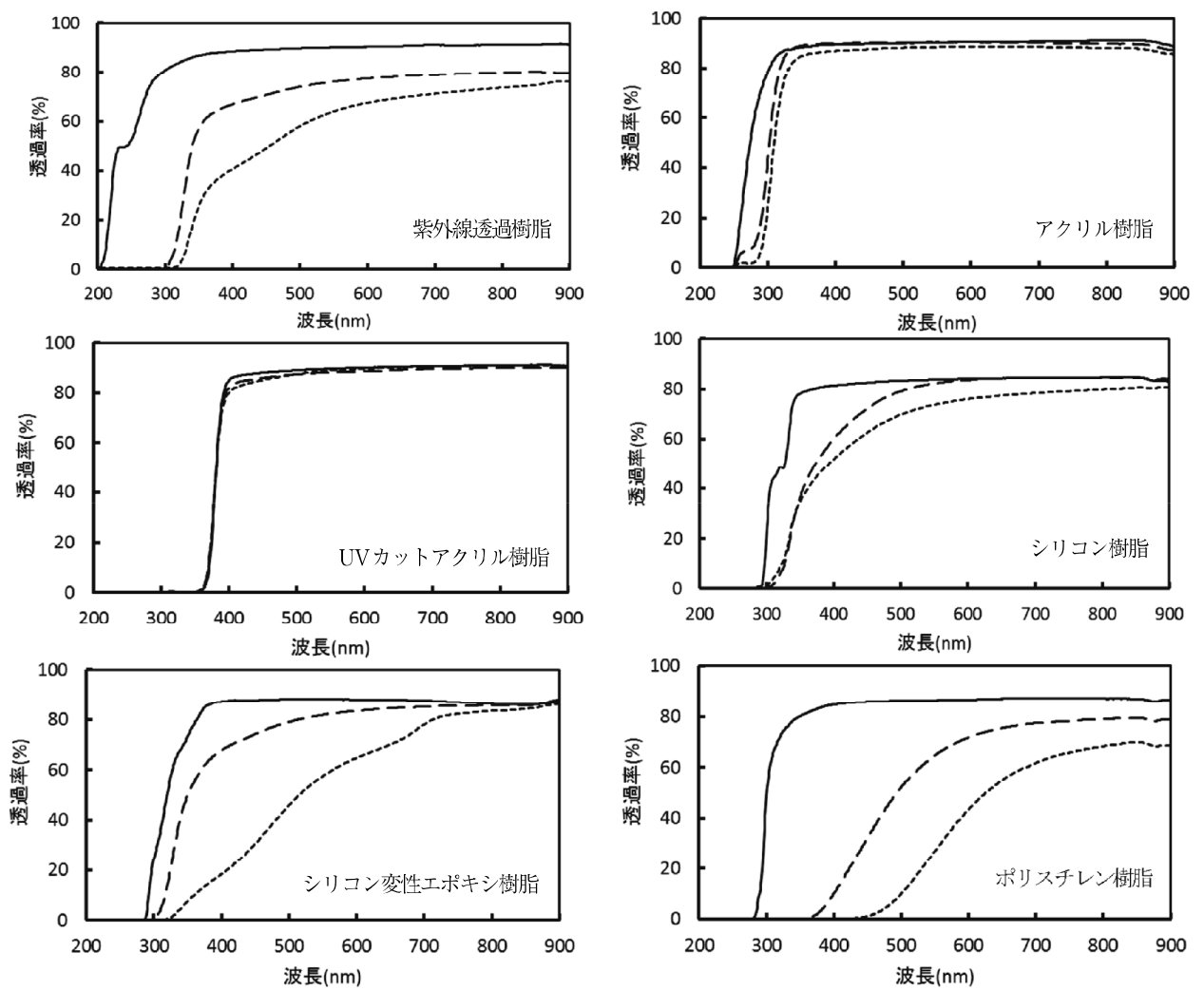


図5 紫外線照射による耐久性試験結果 紫外-可視分光分析  
温度 80℃, 相対湿度 67%

— 0H      - - - 576H      . . . 1056H

まず、変色であるが、図4に示すように、ポリスチレン樹脂が茶色に変色し、シリコン変性エポキシ樹脂もまだら状に茶色に変色した。シリコン樹脂および紫外線透過樹脂は薄く黄色に着色した。アクリル樹脂およびUVカットアクリル樹脂のみ変色しなかった。さらに、紫外線透過樹脂およびポリスチレン樹脂は変形した。

紫外-可視吸収を確認すると、図5に示すように、着色した紫外線透過樹脂、ポリスチレン樹脂、シリコン変性エポキシ樹脂は、紫外光域から可視光域まで幅広く透過率が低下していた。わずかに着色したシリコン樹脂は、経過時間576Hでは紫外光域から600nm付近まで透過率が低下し、1008Hで紫外光域から可視光域のほぼ全領域で透過率が低下した。着色しなかったアクリル樹脂は、紫外光域の300nm以下の範囲で透過率の低下が確認されたが、それ以外では透過率の低下はなかった。UVカットアクリル樹脂では、透過率の低下は認められなかった。ただし、UVカットアクリル樹脂においては、含有されている紫外線吸収剤

が390nm以下の紫外線を吸収することから、アクリル樹脂の劣化を示す300nm以下の領域が確認できないため、実際の劣化度合いについては不明である。

図6に示す赤外吸収を確認すると、ポリスチレン樹脂は1056H経過試料において $3150\text{cm}^{-1}$ 付近および $1650\text{cm}^{-1}$ 付近に大きな吸収が現れており、樹脂の酸化が進んでいることが確認された。ここで、カーボンアーク耐候性試験に較べて、ピークの位置が低波数側にシフトしているが、おそらく、酸化および重合が進行したためだと考えられる。

さらに、カーボンアーク耐候性試験機による試験と同様、 $3000\text{cm}^{-1}$ 付近および $1400\text{cm}^{-1}$ 付近のC-H結合、C-C結合に由来する吸収が消失した。しかし、薄黄色あるいは茶色に着色した紫外線透過樹脂およびシリコン変性エポキシ樹脂では、 $3400\sim 3200\text{cm}^{-1}$ 付近および $1700\text{cm}^{-1}$ 付近にわずかに吸収が現れただけであり、着色と樹脂の酸化は相関性がないことがわかる。また、着色したシリコン樹脂は、 $3400\text{cm}^{-1}$ 付近および $1700\text{cm}^{-1}$ 付近の吸収が認められず、樹脂が酸化

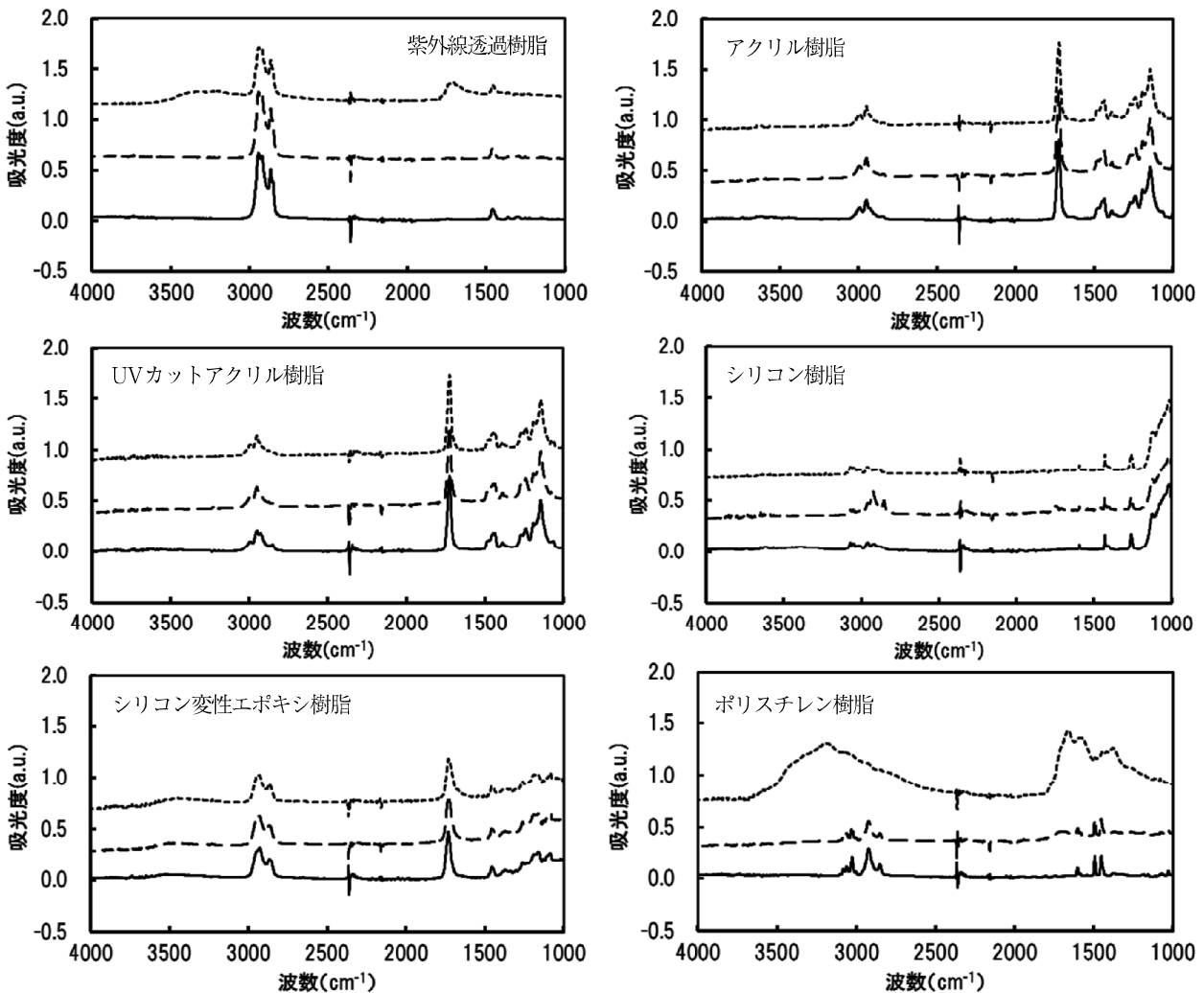


図6 紫外線照射による耐久性試験結果 赤外分光分析  
温度 80℃, 相対湿度 67%

— 0H      - - - 576H      - · - · 1056H

されていないことがわかる。

ここで、樹脂の着色の原因として、樹脂の酸化による着色と酸化防止剤等添加物による着色があり<sup>5)</sup>、赤外吸収に酸化による吸収が現れる場合は樹脂の酸化による着色と考えられ、赤外吸収に変化がない場合は添加物による着色と考えられる。したがって、上記シリコン樹脂の着色は、添加物が原因の着色であると考えられる。着色しなかったアクリル樹脂およびUVカットアクリル樹脂では、赤外吸収に変化はなく樹脂の酸化は認められなかった。

以上の結果より、高温・高湿度下での紫外線照射で透過率の低下がほとんど認められなかったアクリル樹脂およびUVカットアクリル樹脂が紫外線に対する耐久性が高いことが確認でき、これらの樹脂は、紫外線だけでなく熱、湿度に対しても耐久性が高いことが判明した。

したがって、本試験の目的である養液浄化装置に使用する光拡散部用樹脂は、アクリル樹脂およびUVカットアクリル樹脂が適していることが確認できた。

## 文 献

- 1) 島根県. 液体浄化装置. 特許第5419029. 2013-11-29.
- 2) JIS K 7350-4「プラスチック-実験室光源による暴露試験方法-第4部: オープンフレームカーボンアークランプ」
- 3) 鳥羽和宏. 石油精製プラントにおけるアンモニウム塩による炭素鋼の腐食機構解明及び新防食設計方案の提案. 早稲山大学大学院博士論文. 2012.
- 4) JIS K 7350-1「プラスチック-実験室光源による暴露試験方法第1部: 通則」
- 5) 大武. 技術報告1 ゴム・プラスチックの変色. CERI NEWS. 2005, no. 49, p. 4-7.