

[依頼元での経緯と依頼事項]

フローリング材表面用塗料の樹脂組成分析。

1. シリコン樹脂の塗膜であるか？
2. ウレタンかアクリル系の樹脂ではないか？
3. 紫外線硬化形の樹脂なのか？

[試料および形態]

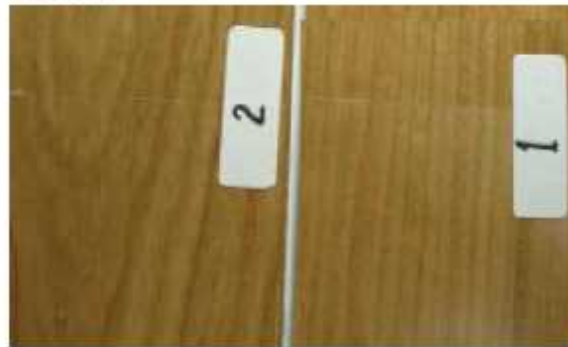
試料名：なし 2 検体 (# 1, # 2 と記載)

形態：木製フローリング材表面への塗工品

[IR スペクトル分析方法]

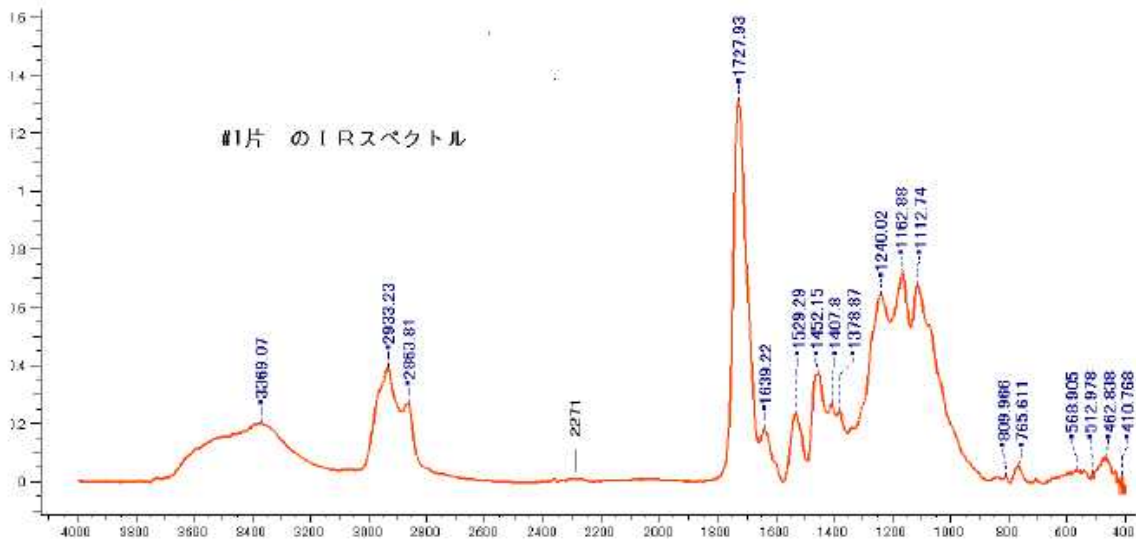
試料表面から薄膜を採取し、FT-IR 装置にて透過モードでスペクトルを測定する。

[外観写真] SAMPLE-#1&#2

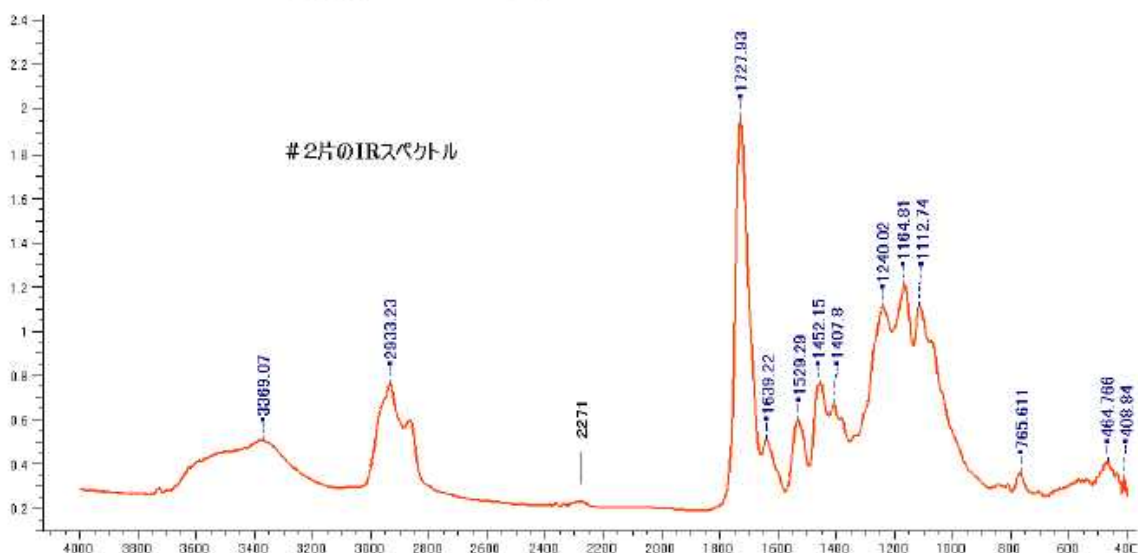


[分析結果]

IR-1 SAMPLE-#1 の塗膜片の IR スペクトル



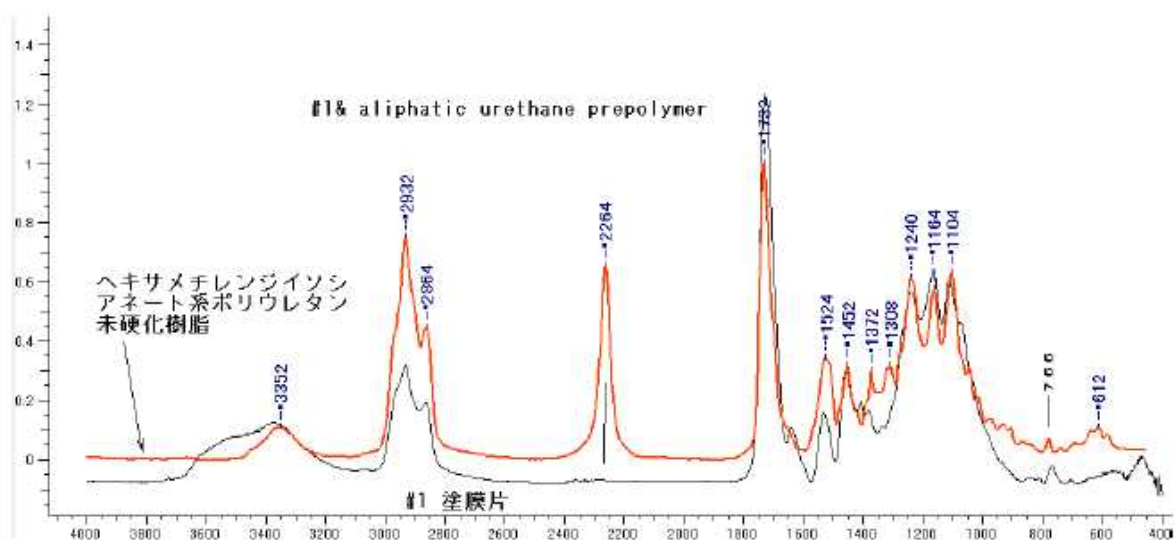
## IR-2 SAMPLE-#2 の塗膜片の IR スペクトル



(2つのスペクトルパターンに見られる特徴)

IR スペクトルパターンは  $1529\text{ cm}^{-1}$  の O-NH-(C=O)-O 基の存在と、ベンゼン環情報の少なさから、脂肪族ポリエステルウレタン系コート剤であることが推察される。 $2271\text{ cm}^{-1}$  の NCO 基、 $1639\text{ cm}^{-1}$  の C=CH、 $800\text{ cm}^{-1}$  付近の小ピークなどで、#1、#2のそれぞれの位置で若干差異が認められ、これらの官能基は硬化状態を反映していると思われる。

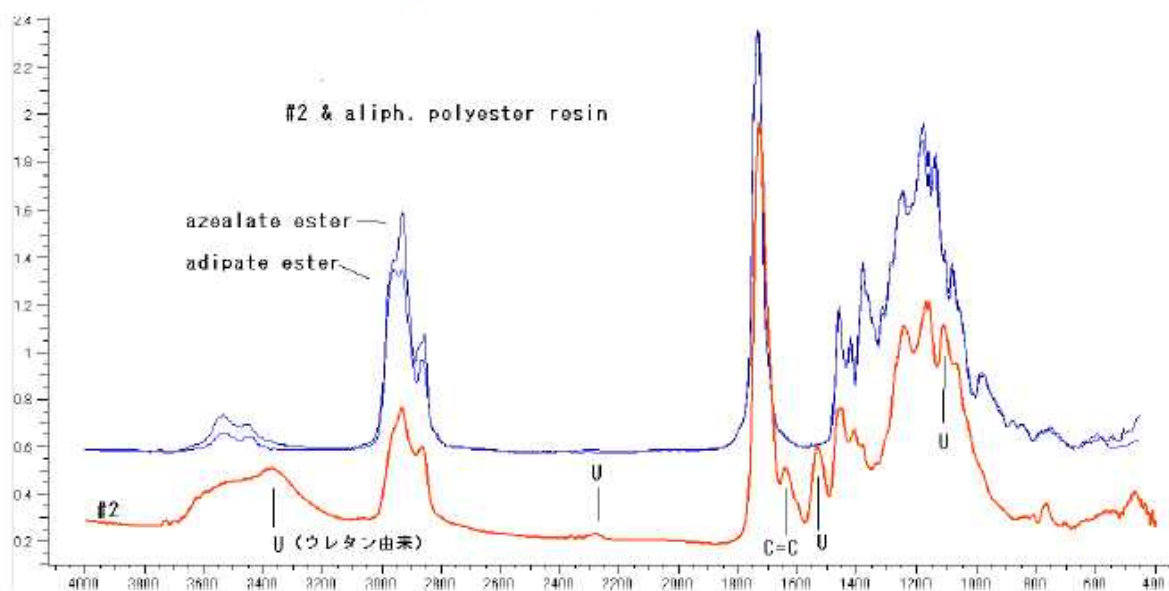
## IR-3 #1 塗膜片とヘキサメチレンジイソシアネート (HMDI) 系脂肪族ウレタンとの比較



(解釈)  $1650\text{ cm}^{-1}$  付近はウレタンとは無関係な成分由来。 $2264\text{ cm}^{-1}$  は硬化で消失する。

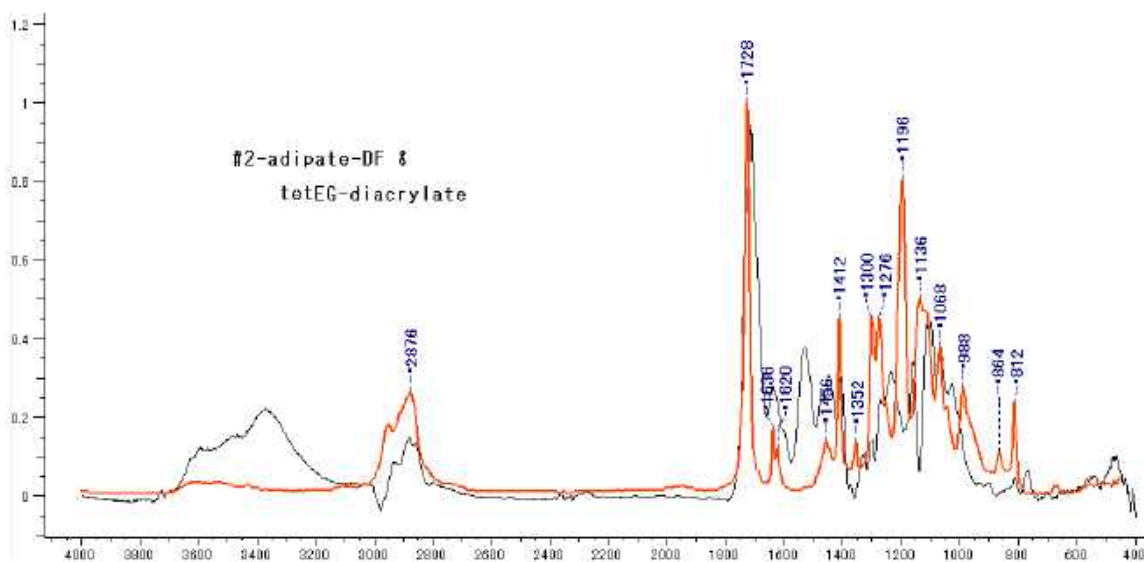
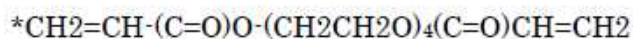
IR-4 SAMPLE-#2 と脂肪族ポリエステル樹脂との対比

(アジピン酸グリコールエステル、アゼライン酸グリコールエステル)



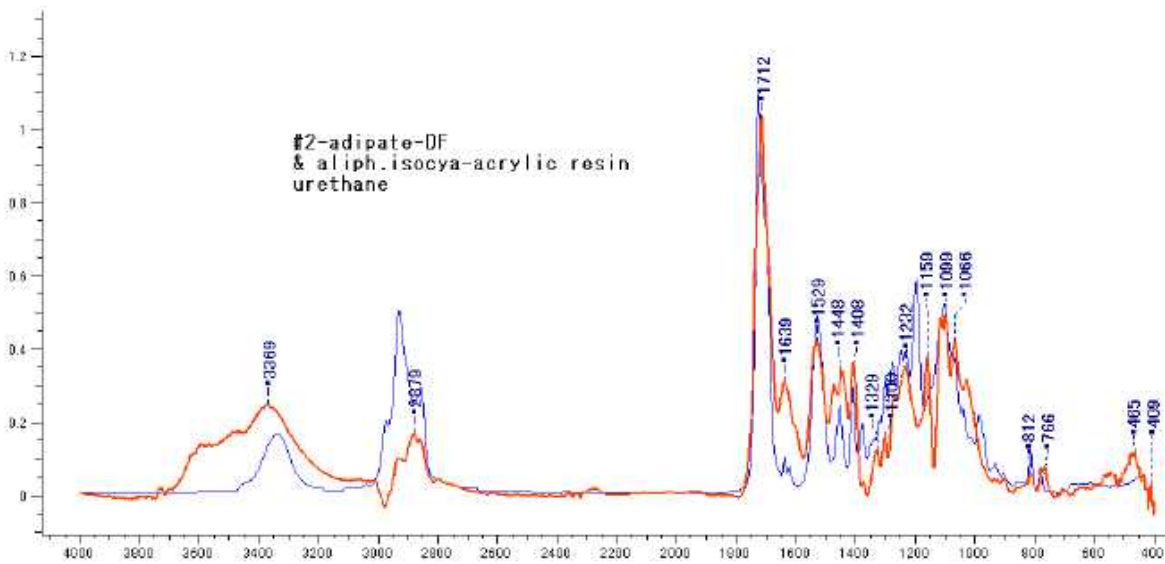
(解釈) 炭素鎖長の短いアジピン酸 ( $\text{HOC}=\text{O}-(\text{CH}_2)_4-\text{C}=\text{OOH}$ ) が近い。

IR-5 #2 からアジピン酸ポリエステルを差し引いた差スペクトルとジアクリル酸テトラメチレングリコールエステル\*との対比

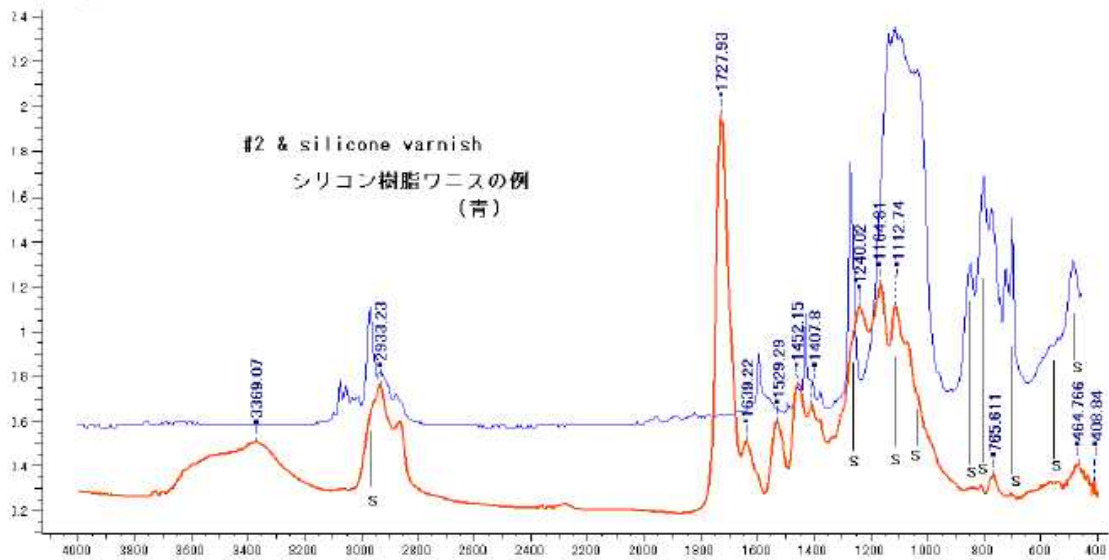


(解釈) 1630、864、812 $\text{cm}^{-1}$ は $\text{C}=\text{CH}$ に由来、UV硬化形分子末端。

IR-6 #2 からアジピン酸ポリエステルを差し引いた差スペクトルとアクリル酸エステル樹脂混合脂肪族系ウレタン樹脂との対比

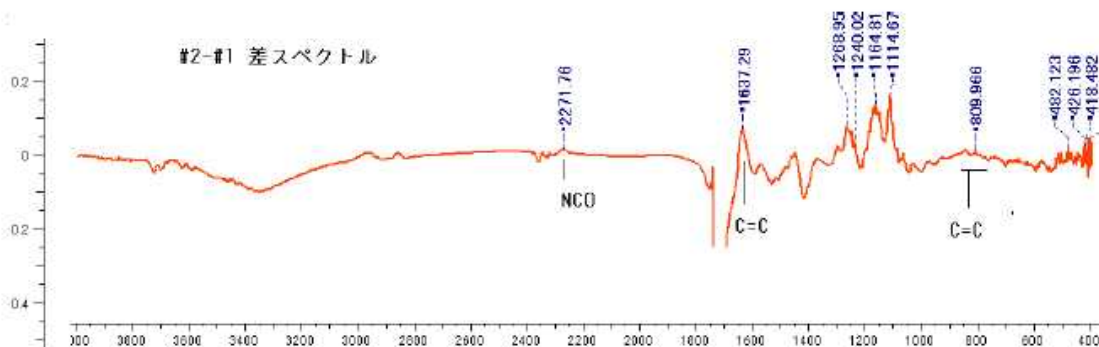


IR-7 #2 からアジピン酸ポリエステルを差し引いた差スペクトルとシリコンワニス系塗料との対比



(解釈) s印はシリコン樹脂と重複する微弱吸収帯。試料片は無色透明なので  $600\sim 400\text{ cm}^{-1}$  金属酸化物吸収帯は珪酸系無機物（シリカ、マイカなど）由来と推察される。

IR-7 #2 から#1 スペクトルを引いた差スペクトル（上向き部分が#1側に多い）



[結論]

2枚の試料は同一塗料で、硬化度合いが少し異なるだけであることが観察された。硬化度においては#1の方が#2より若干高いことがNCO基、C=C結合の残留量の差から知られる。

1. シリコン樹脂の塗膜であるか？

IR-7からシリコンワニス少量含まれると推察される。さらにシリカ系鉱物も含まれるようである。

2. ウレタンかアクリル系の樹脂ではないか？

複数のIRスペクトルに見るように、脂肪族ポリエステルウレタン樹脂とアクリル反応性樹脂との混合物と推察される。

ウレタン樹脂はHMDI系（ヘキサメチレンジイソシアネート）であり、ポリエステル樹脂はポリエチレングリコールアジペートをベースしたものである。これらの混合組成物であり、さらに末端に反応性ビニル二重結合があるメタクリル酸メチル形モノマーないしオリゴマーが配合され、UV硬化、パーオキサイド硬化が可能な樹脂塗料になっていると判断される。

3. 紫外線硬化形の樹脂なのか？

脂肪族ポリエステルウレタン樹脂とアクリル反応性樹脂との混合物と推察され、末端に反応性ビニル二重結合を有するメタクリル酸メチルエステル形モノマーないしオリゴマーが配合され、UV硬化、パーオキサイド硬化が可能な樹脂塗料になっていると判断される。

なお、UV硬化用の触媒（ベンゾフェノン類、キノロン類）、常温硬化触媒（パーオキサイド類）の塗膜IR直接分析による観察は量的に不可能である。

表1 IRスペクトルに見られる官能基

波数 cm <sup>-1</sup>	官能基帰属	構造単位
3500 付近	会合 OH 伸縮/特殊な NH 伸縮	—OH/—NH-X
3350	会合 OH 伸縮/特殊な NH 伸縮	—OH/—NH-X
2960	CH <sub>3</sub> —	—CH <sub>3</sub>
2927/2854	メチレン基	—CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> —
1727	エステルのカルボニル基	—(C=O)—O
1640	二重結合	—C=CH—
1525	ウレタン結合	—NH (C=O)—O—
14520	メチレン基、	-CH <sub>2</sub> -
1407		-CH <sub>2</sub> -O-(C=O)
1370	メチル基	—CH <sub>3</sub>
1240	エステル結合	— (C=O)—O—
1184	脂肪族エステル C—O 伸縮	— (C=O)—O—R
1112	脂肪族エーテル基	C-O-C
835	末端二重結合、	—C=CH <sub>2</sub>
805	ジメチルシリコン樹脂特性、シス二重結合	-O-Si-CH <sub>3</sub> 、-CH=C-
766	C—C 振動	(PMMA 特性)
1020	1級アルコール、リン酸の P-O	-CH <sub>2</sub> -OH —PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> M <sup>+</sup>
560	金属酸化物 (Fe,Ti-O)、シリカ系 Si-Ox	Si-Ox
460	金属酸化物 (Fe,Ti-O)、シリカ系 Si-Ox	Si-Ox