

酸化鉄を含む紫外線吸収材料

(地独) 山口県産業技術センター
技術支援部長 前 英雄

2023年11月30日

技術の概要

本技術は、2019年 A-STEP 機能検証を実施して得られた成果である。

課題：「酸化物半導体ナノ粒子を用いたゴム・樹脂の劣化を検知するマイクロカプセルの開発」

- ・ 国立大学法人山口大学
- ・ (地独) 山口県産業技術センター
- ・ 協力企業

技術の概要

本特許の紫外線吸収材料は、鉄イオンを含む水溶液を加水分解した後、透析して調製したゾルである。

UVAをほぼ100%吸収する。

600nmまでの光の吸収を制御できるので、多くの蛍光色素を励起光から保護して光退色を防止できる。

従来技術との比較

50nm以下の酸化鉄は、紫外線領域の光は吸収するが、それ以上の波長の光は透過させやすいため、比較的透明である。

本技術によって得られる酸化鉄も同様の特性を示すが、塩素イオンや硝酸イオン等の陰イオンを透析によって除去している点に特徴がある。

想定される用途

- 紫外線吸収材料
- ゴム・樹脂製品の劣化感知のための、製品中に混練して使用するマイクロカプセル

作製方法

原料: 0.2M $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 50ML

↓
攪拌

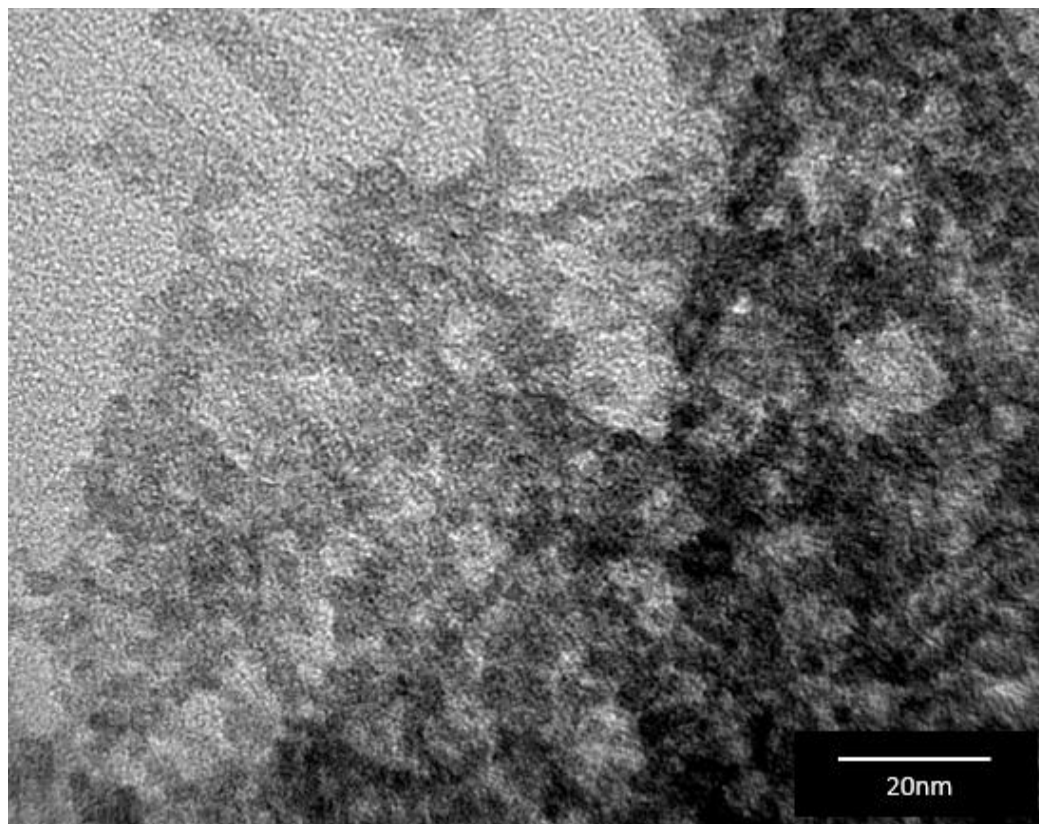
0.24M NaHCO_3 50ML
滴下速度 3mL/min
←

↓
25mLづつ半透膜の袋(分画分子量3500)に入れる

↓
透析 5時間{純水 1L/1時間}

↓
酸化鉄ゾル(pH2.7)

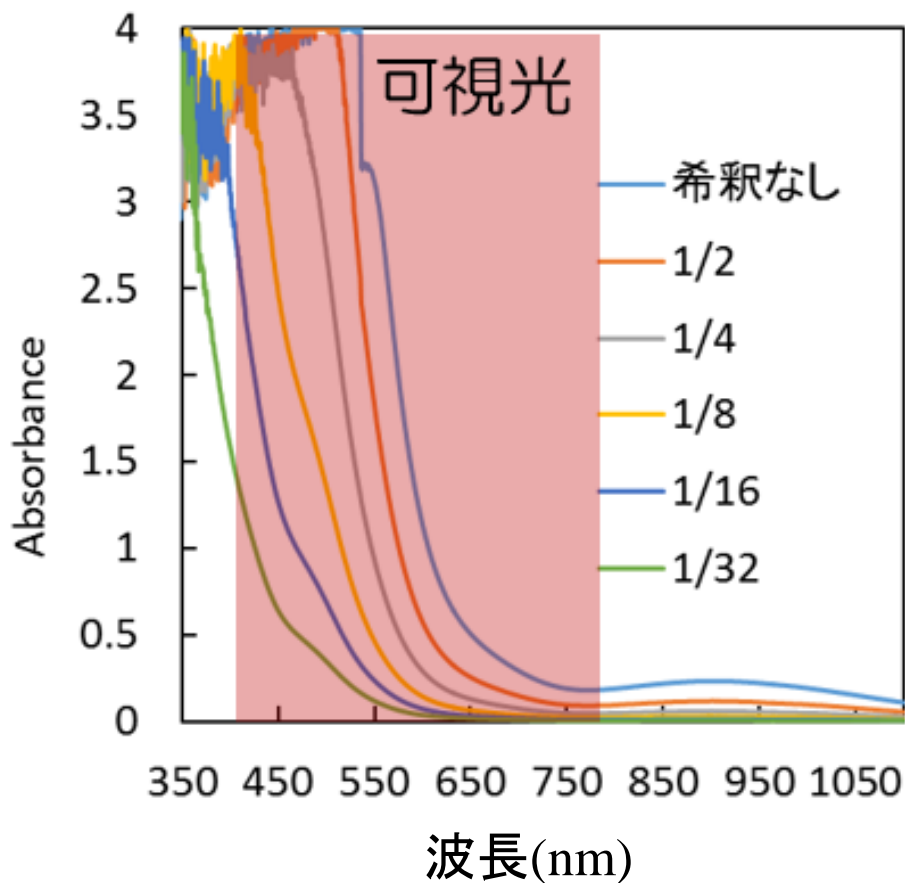
酸化鉄ゾルの特徴



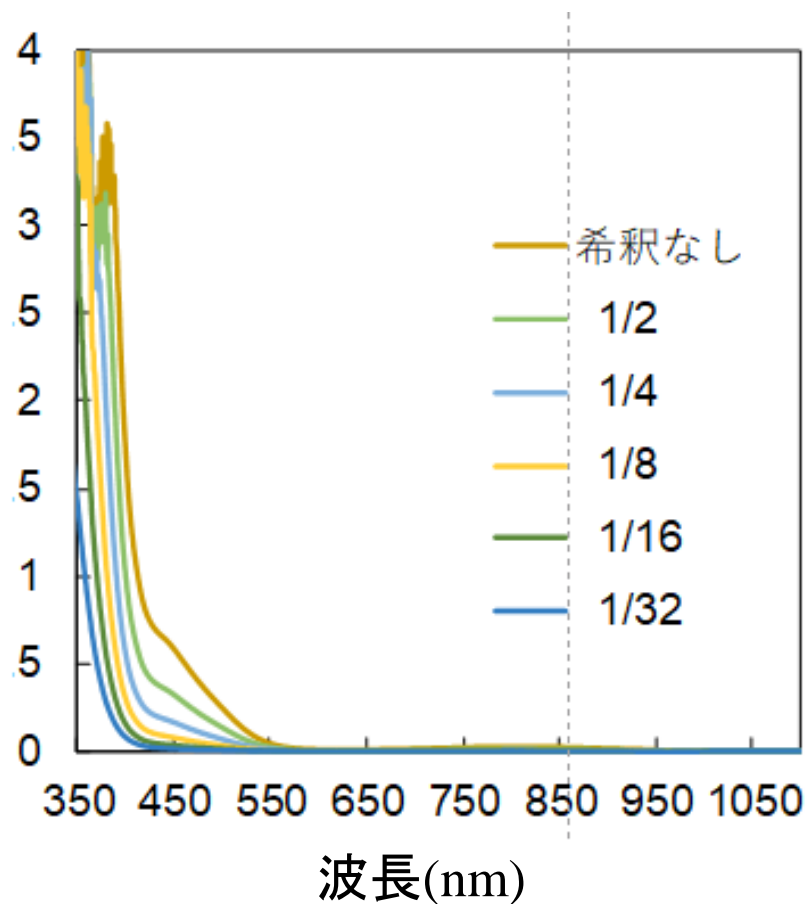
TEM画像

酸化鉄ゾル

酸化鉄ゾルの特徴



酸化鉄ゾル

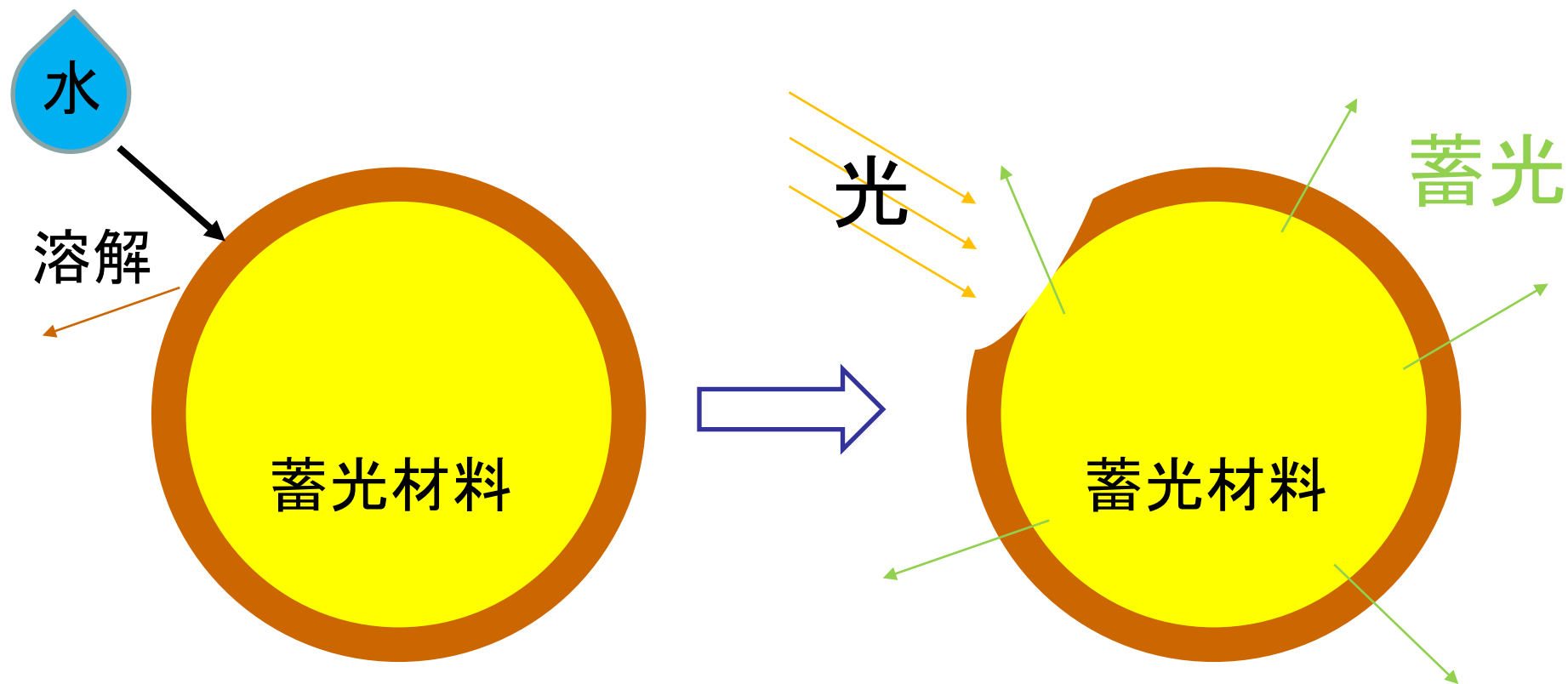


硝酸鉄水溶液

可視光領域の吸収をゾル濃度で調製可能

酸化鉄ゾルの応用例

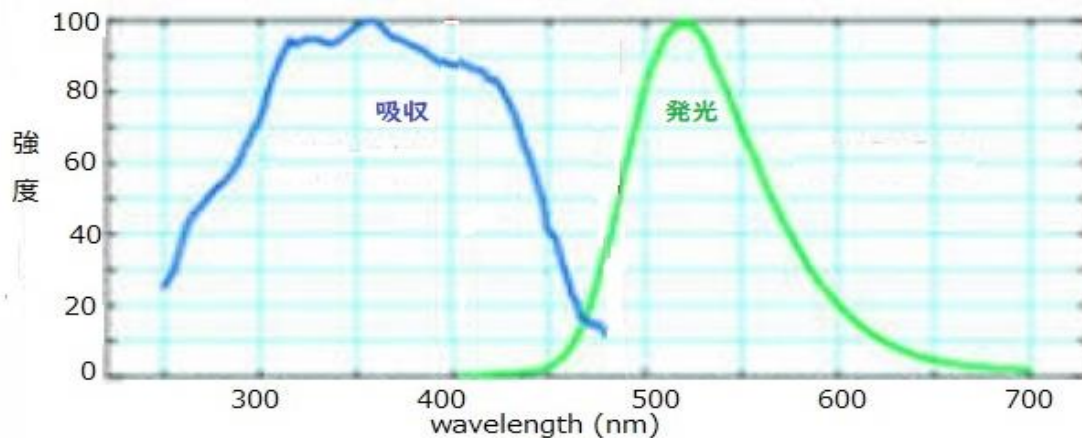
ゴム・樹脂劣化を検知するマイクロカプセル



酸化鉄ゾルの応用例

ゴム・樹脂劣化を検知するマイクロカプセル

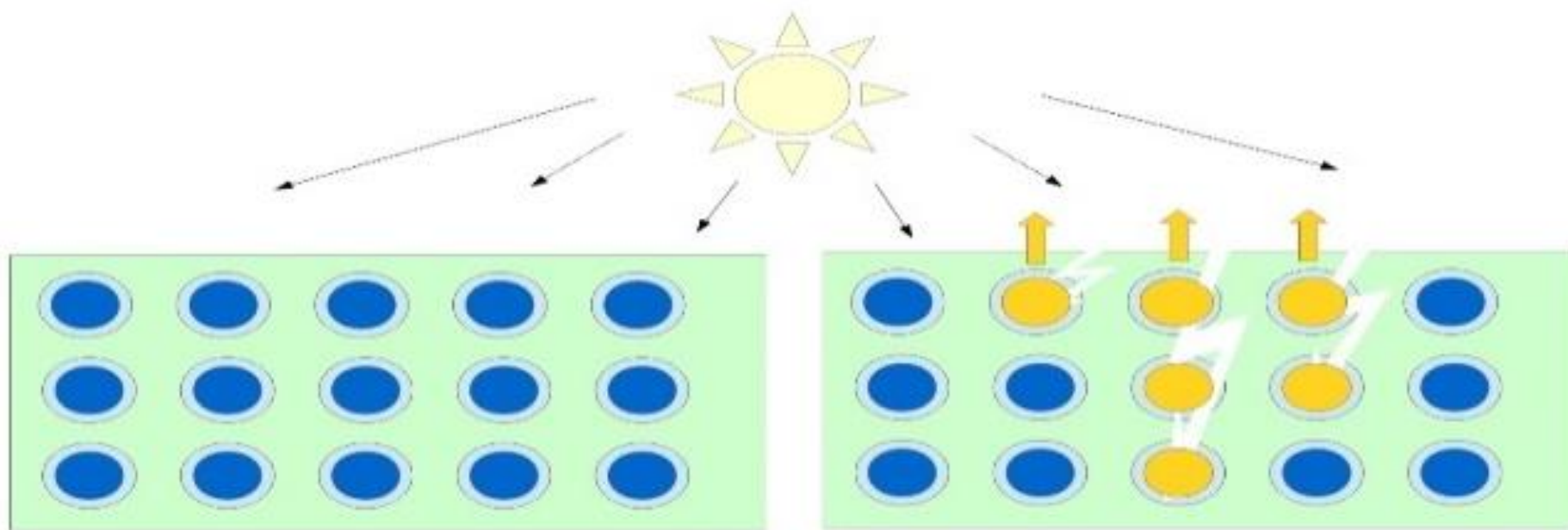
蓄光材料(アルミン酸ストロンチウム)の光吸収及び発光特性
〔約250～450nmの光を吸収して(青線)、450nm以上の発光(緑線)〕



酸化鉄ゾルの応用例

原理

樹脂製品が劣化することで亀裂が発生し、その亀裂に沿って侵入した水によってマイクロカプセルが壊れる

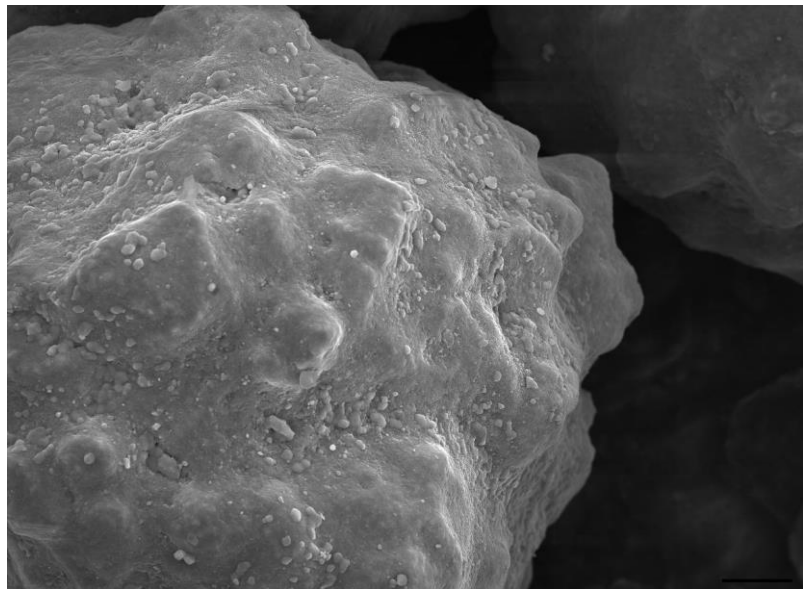


劣化していない状態、発光無し

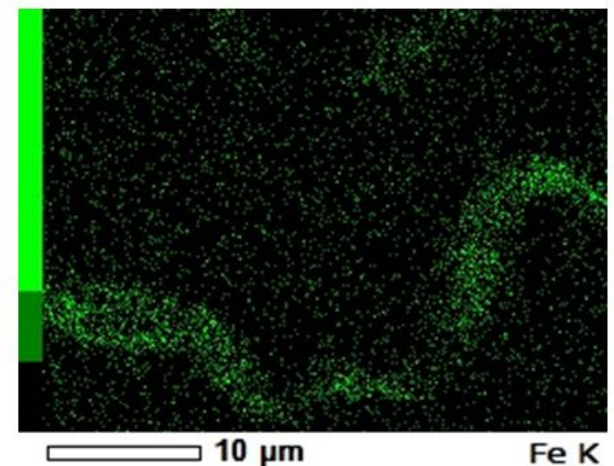
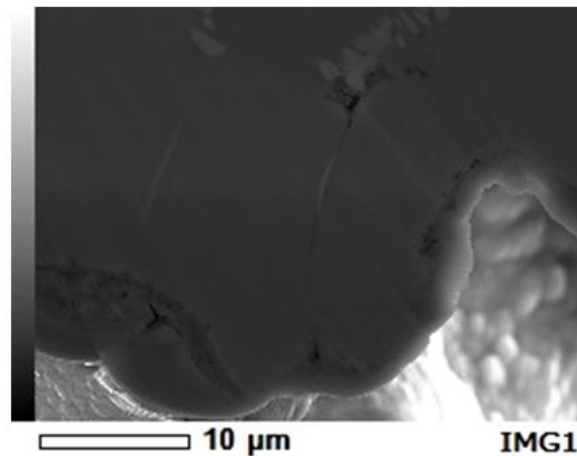
劣化破損した状態、発光

酸化鉄ゾルの応用例

蓄光材料粒子の表面に、酸化鉄ゾルを含む被覆層を形成する



SEM



EDS分析

酸化鉄ゾルの応用例

コーティング剤の投入回数によって皮膜の厚みを制御している。

消灯後の変化

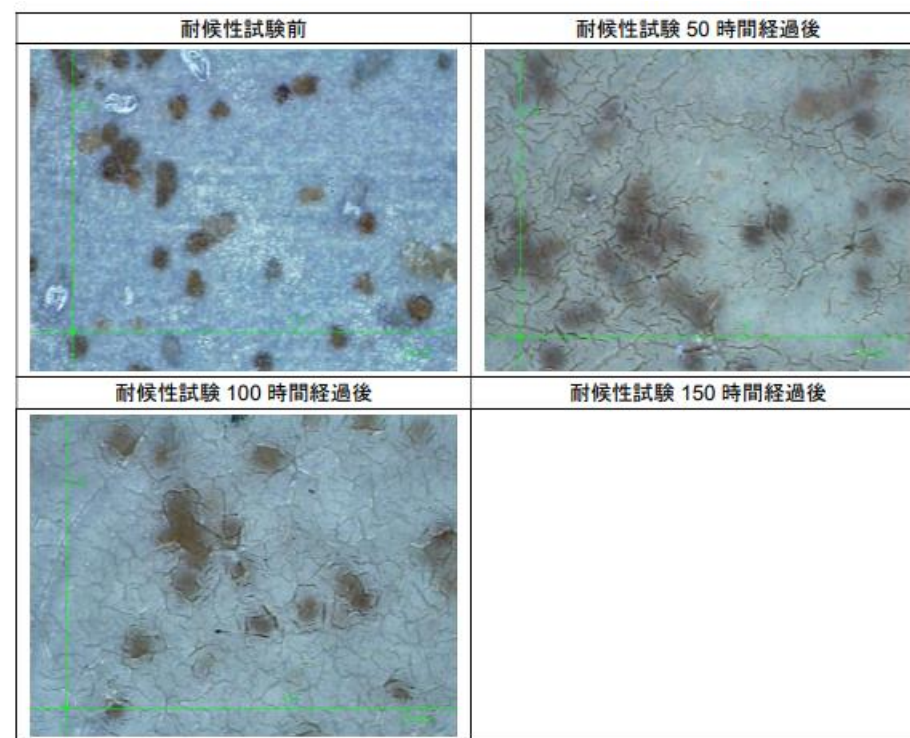
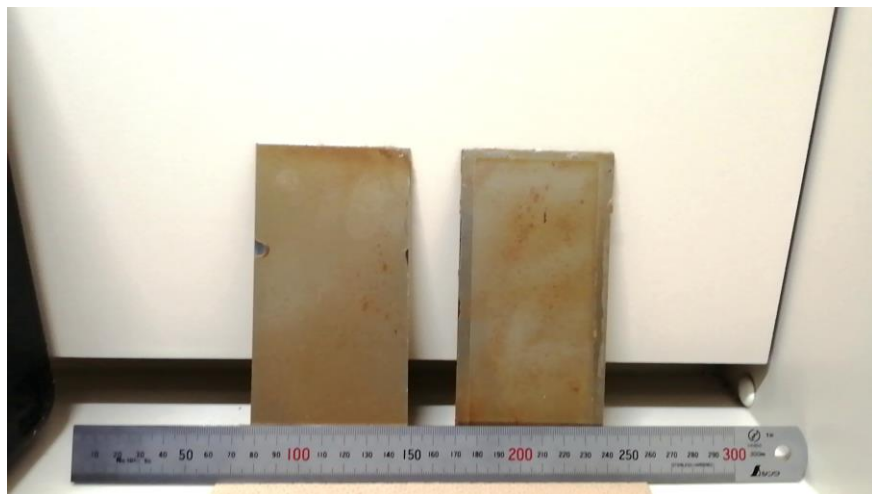
コーティング剤の投入回数

	蓄光粉末	50	100	150	200
0分後					
1分後					
2分後					
3分後					
4分後					
5分後					
6分後					
7分後					
8分後					
9分後					
10分後					

酸化鉄ゾルの応用例

耐候試験による実証

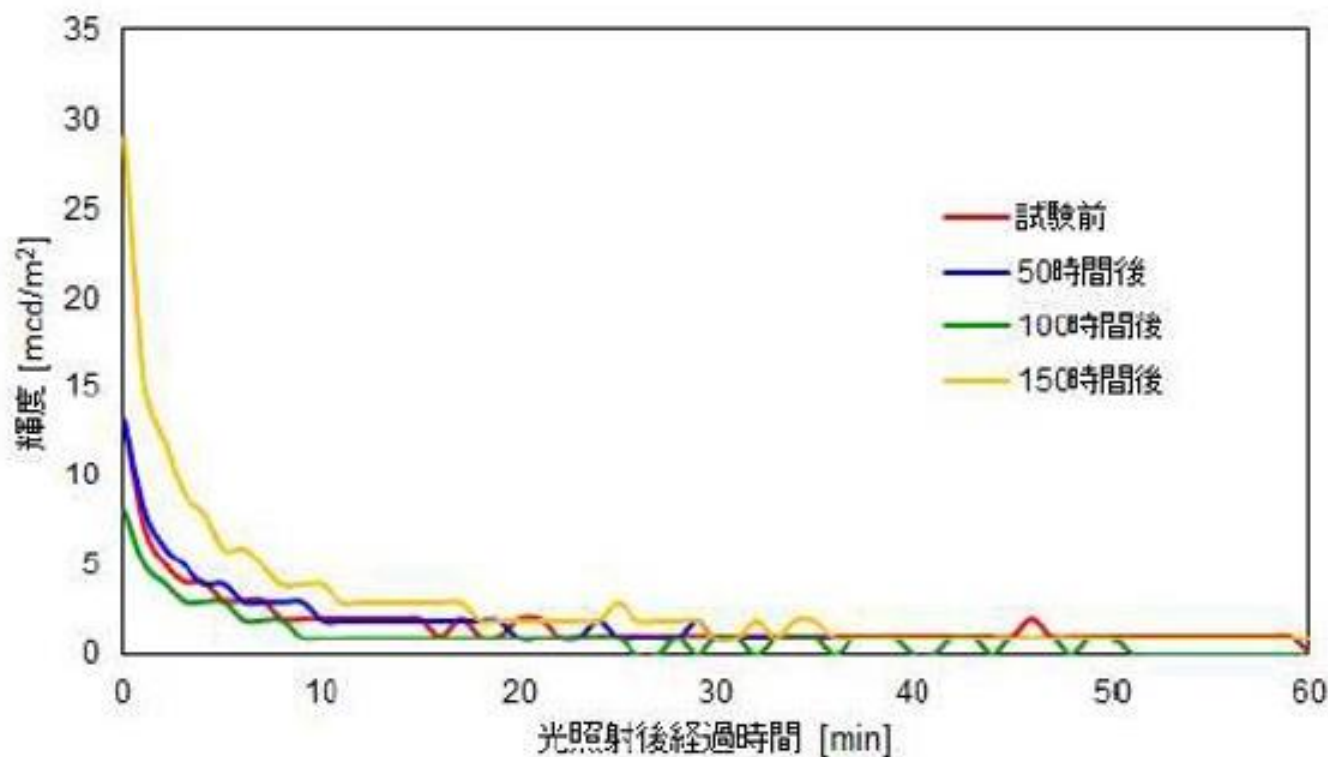
塗料にマイクロカプセルを分散



耐候性試験は、スーパーキセノンウェザーメーターSX75 (スガ試験機(株)製)を用いて実施した。放射照度は 180 W/m^2 、ブラックパネル温度は $63 \pm 3^\circ \text{ C}$ とした。102 分の光照射後 18 分の光照射 + 水噴射のサイクルで試験を行い、50 時間毎に確認を行った。

酸化鉄ゾルの応用例

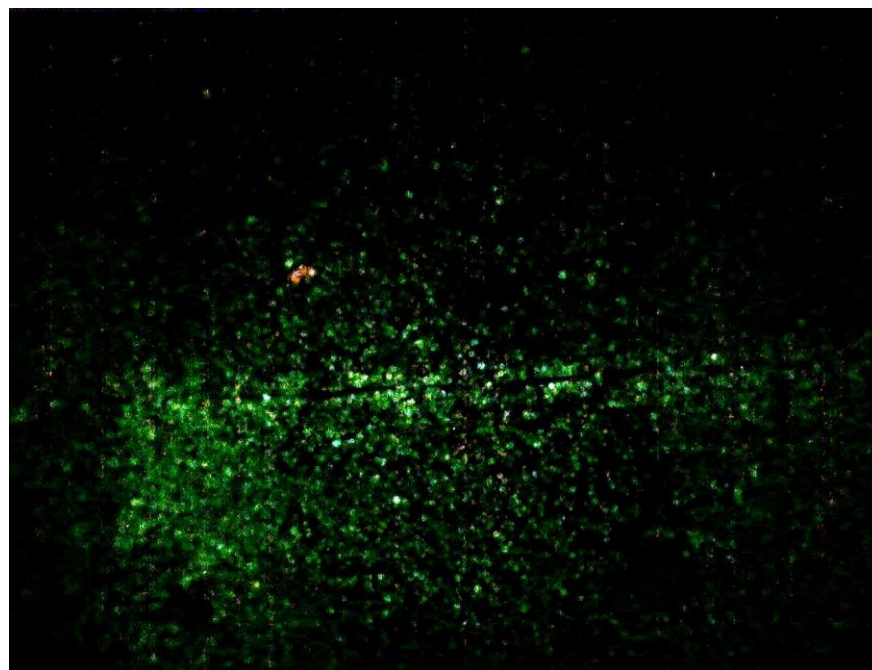
輝度測定



輝度測定は、JIS Z 9107:2008 に準拠して実施した。暗所に 48 時間以上静置したサンプルに D65 光源を用いて 200 lx の光を 20 分照射した。光照射を止めた後、1 分間隔で 60 分間サンプルの輝度を測定した。D65 光源には FL20S.D-EDL-D65(東芝ライテック(株)製)、輝度計には LS150(コニカミノルタ(株)製)、照度計には T-10A(コニカミノルタ(株)製)を使用した。

酸化鉄ゾルの応用例

塗膜に切れ込みを入れ、水に浸漬させた場合



暗幕中で観察

想定される使用例

- 樹脂・ゴム製品の劣化診断
- 塗料、樹脂の接合部の防水状態のモニタリング

実用化に向けた課題

- 実用化のためには、マイクロカプセルからの光をどの程度検出できるのか検証が必要
- 紫外線吸収材料として使用する場合、用途に応じた実証が必要である。

企業への期待

- 樹脂製品の劣化状態のモニタリングを行いたい企業と共同研究を希望。
- 紫外線吸収材料としての用途開発において共同研究を希望。

本技術に関する知的財産権

- 発明の名称：鉄イオン含有ゾル及び紫外線吸収剤
- 公開：特開2021-151941
- 出願人：国立大学法人山口大学
(地独) 山口県産業技術センター
- 発明者：山崎鈴子、前 英雄、猪野陽佳

産学連携の経歴

- 2019年 A-STEP 機能検証

課題：「酸化物半導体ナノ粒子を用いたゴム・樹脂の劣化を検知するマイクロカプセルの開発」

国立大学法人山口大学

(地独) 山口県産業技術センター

協力企業

お問い合わせ先

(地独) 山口県産業技術センター
技術支援部 技術管理室

T E L 0836 - 53 - 5051

F A X 0836 - 53 - 5070

e-mail info@iti-yamaguchi.or.jp