

はじめに

2002年4月に塗料のJIS K5400が廃止されJIS K5600となり、サンシャインカーボンアークが耐候性試験方法から削除され、キセノンアークランプと紫外線蛍光ランプが光源として規定されたように、ここ10年間で数多くの規格が制定、改定され、また、最新型の耐候性試験機が市場に登場して来た。そこで今回は、耐候性試験機の光源、最新のキセノンウエザオメータの特徴、世界の代表的なキセノン採用規格、強エネルギー試験及び超高速促進試験方法について紹介する。

1. 耐候性試験機の光源 1)

・密閉カーボンアーク光源

ほう珪酸ガラスグローブ内で有芯、無芯のカーボン間でアーク放電させた光源で、三つの特徴的なピークを持っている。(図1参照)

・サンシャイン(オープンフレーム)カーボンアーク光源

銅メッキされたカーボン間でアーク放電させた光源で、主にコレックスDフィルタを透過した光をサンプルに照射する。350~450nmに太陽光に比べて、アンバランスな非常に大きなピークを持っている。

(図1参照)

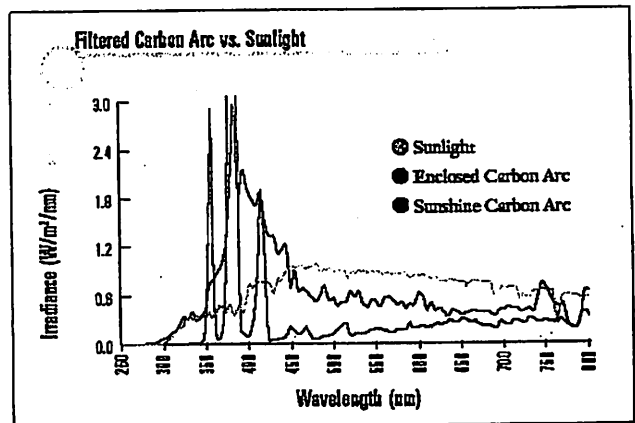


図1

・キセノンアークランプ光源

キセノンガスを石英管に封止した発光管にガラスフィルタを組み合わせた光源で、分光分布が太陽光に近似している。特徴は、ランプに与える電力量を可変することで、分光分布の割合を変えることなくサンプルに与える放射エネルギーを可変できる。また、ガラスフィルタを変更することで屋内外をシミュレーションできる。(図2、3参照)

High Borate Borosilicate Type-S Filters Compared to Sunlight

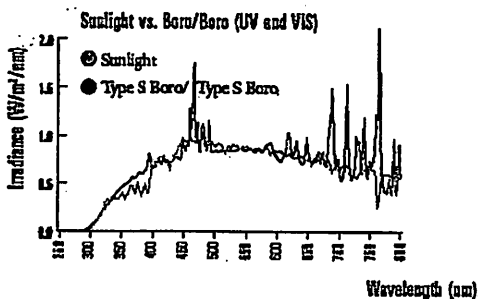


図2

Quartz/Type S Borosilicate Filters Compared to Sunlight

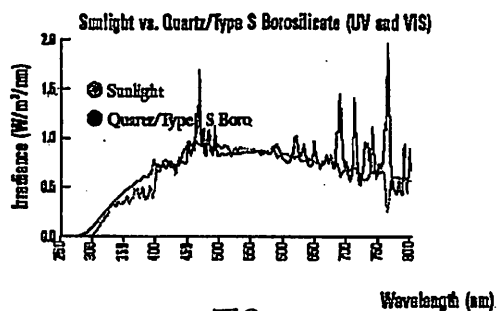


図3

・紫外線蛍光ランプ光源

主に400nm以下にエネルギーの90%を持つ、蛍光ランプで規格では、次の3タイプが規定されている。UVB-313(313nmにピークを持つ)、UVA-340(340nmにピークを持つ)、UVA-351(351nmにピークを持つ)。(図4参照)

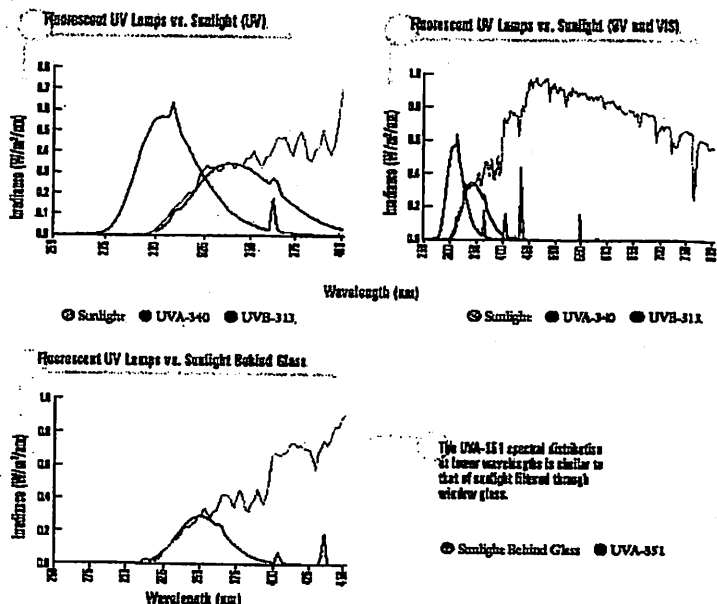


図4

・メタルハライドランプ光源

ハロゲン化合物を石英管に封止した発光管で、ハロゲン化合物の種類により分光分布が異なる光源で、ランプに定格電流、電圧を与えないと分光分布が変化してしまうため、ランプに与える電力でのエネルギー制御範囲は、±5%前後である。日本では主に強エネルギー、高促進試験に用いられている。

(図5参照)

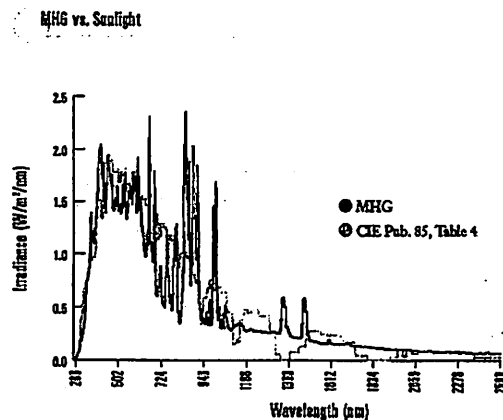


図5

参考として暴露試験で重要な光源による「試験サンプルの色による表面温度差」を紹介する。(図6参照)

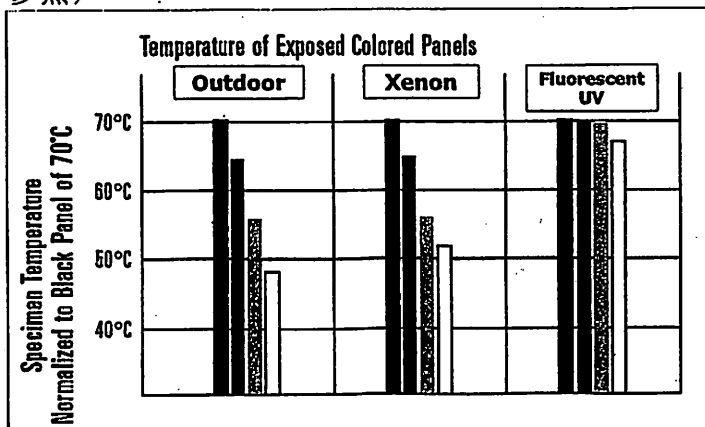


図6

2. 最新の耐候性試験機（アトラス・キセノンウエザオメータC iシリーズ）の特徴2）

・放射照度のコントロール

I S O規格等に規定されている290～800nmをモニターし、コントロールするシステムを搭載した機器は今のところ市場に投入されていない。狭帯域（340nm、420nm）コントロール、広帯域（300～400nm）コントロールのどちらか一方を装備しているのが一般的で、コントロール波長域は規格によって規定されている。アトラスのC iシリーズは代表的な規格に対応できるよう狭・広帯域両方を本体に装備し、使用する試験規格を選択することにより自動的にコントロールを切り替えることができる。（スマートライトモニターシステム）また、コントロールシステムを定期的に校正すること、校正するための標準がどこにトレースしているかは、非常に重要である。代表的な標準は、米国N I S T、独国P T B、日本 電子技術総合研究所で三カ国の標準には差があることに注意が必要である。C iシリーズには、米国N I S Tにトレースされた校正用標準ランプが装備されており、簡単に校正を行うことができる。

・放射露光量（分光放射露光量）

キセノンアーク光源は、サンプル表面に与える放射照度をある範囲で設定できるため試験期間を時間（h）でなく放射露光量（サンプル表面に照射される放射照度の積算値）（kJ/m²又はMJ/m²）で決定することが多い。ここに放射露光量の算出方法を記載する。

$$\begin{aligned} \text{分光放射露光量 (J/m}^2 \cdot \text{nm)} &= \text{分光放射照度 (W/m}^2 \cdot \text{nm)} \times \text{時間 (sec)} \\ 1 \text{ (J/m}^2 \cdot \text{nm)} &= 1 \text{ (W/m}^2 \cdot \text{nm)} \times 1 \text{ (sec)} \end{aligned}$$

例 300～400nmコントロール、分光放射照度60W/m²・nmで100時間試験した場合の分光放射露光量は？

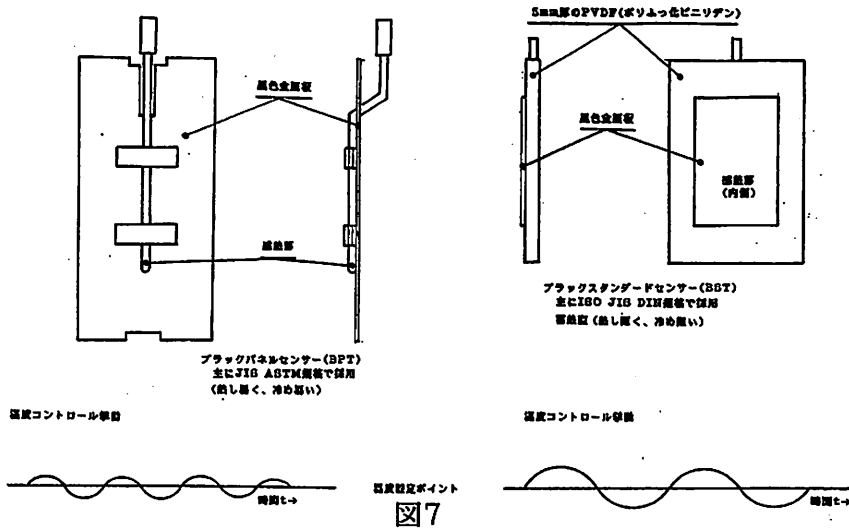
$$\begin{aligned} &\text{分光放射照度 } 60 \text{ (W/m}^2 \cdot \text{nm)} \times \text{時間 (3600} \times 100 \text{) (sec)} \\ &= 21600000 \text{ (J/m}^2 \cdot \text{nm)} = 21600 \text{ (kJ/m}^2 \cdot \text{nm)} \\ &= 21.6 \text{ (MJ/m}^2 \cdot \text{nm)} \end{aligned}$$

$$\ast 3600 = 60 \text{分} \times 60 \text{秒}$$

・ブラックパネル（BPT）温度計とブラックスタンダード（BST）温度計

ブラックパネル温度計は金属板に温度センサーを取り付け黒く塗ったもので熱され易く冷め易いもので主にJ I S、A S T Mで規定されている。ブラックスタンダード温度計は黒色金属板の裏にセンサーを取り付け、更に5mm厚のポリフッ化ビニリデンを貼り付けた蓄熱タイプで熱され難く冷め難い主にI S O、D I Nで規定されている。図7に概要と温度挙動を示す。アトラスC iシリーズは両センサーに対応しており、両センサーを同時に装備し、使用する試験規格を選択することにより自動的にコントロールを切り替えることができる。

ブラックパネルセンサー(BPT)とブラックスタンダードセンサー(BST)の比較

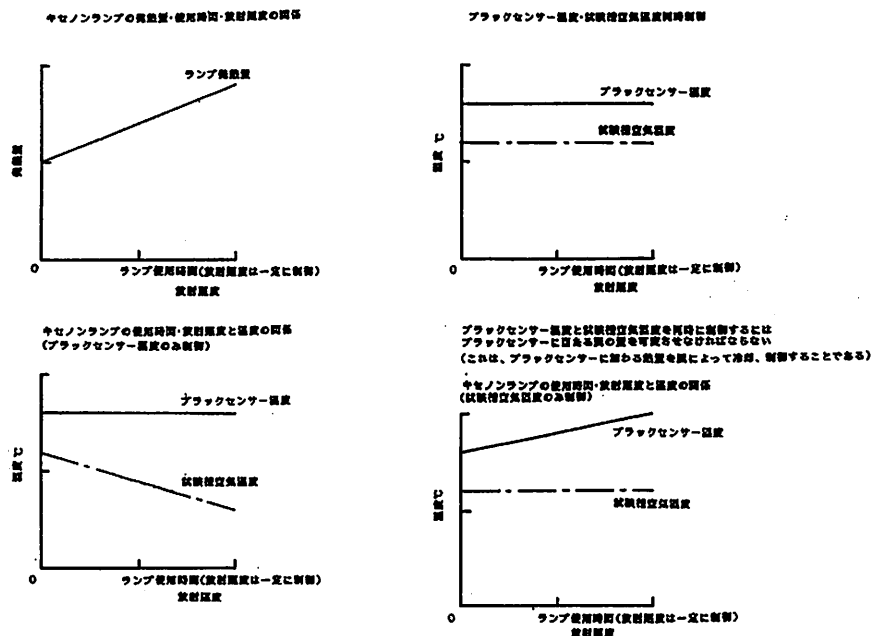


・温度、湿度コントロール

JISでは、BPT又はBST(ブラックセンサー)温度のみを規定している規格が多いが米国SAE、AATCC規格ではブラックセンサー温度の他に試験槽の空気温度を規定しているものが多い。(ISOでも検討中)

試験槽の空気温度をある範囲内で一定に保つには、密閉カーボンアークやサンシャインカーボンアークのように光源の発熱量が一定の装置には特別な装備は必要ない。しかし、キセノンアークランプは使用時間と共に放射照度が減少するので、サンプル表面の放射照度を一定に保つ為にランプに与える電力量を増加させる。するとランプの発熱量が増加する。このため、特別な機構を装備しないと試験槽空気温度を一定に保つことができない。アトラスCiシリーズは、これに対応した可変パワーシステム(特許)を装備している。(図8参照)

キセノンランプの発熱量・使用時間・放射照度とブラックセンサー温度・試験槽空気温度の関係



また、従来の装置ではブラックセンサー温度、湿度は個別にコントロールしていたがこの方式だと湿度コントロール精度が上がらないため、C i シリーズではブラックセンサー温度、試験槽空気温度、湿度をコンピュータにより関連付けてコントロールすることにより、コントロール精度を上げより良い再現性を確保している。(スマートダンパーシステム特許)

・試験条件の設定

日本語対応タッチパネル上に代表的なキセノン採用規格が12入力されている、また4つの特別な試験条件を簡単に入力できる。

3. 世界の代表的なキセノン採用規格3)

世界の代表的な規格を表1に示す。

対象	ISO	米国	欧州	日本
自動車	ISO 105 B06(内装材・高温) ISO TC22 SC11 ISO 12097-2	SAE J1885(内装材) SAE J1960(外装材) GM 9125P	DIN 76 202(内装材) VDA 621-4	JASO M346(内装材) JASO M351(外装材)
プラスチック	ISO 4892-1(概要) ISO 4892-2	ASTM D2566 ASTM D4459 ASTM D5071 ASTM G26	DIN 53 396 DIN 53 387 NF C20-440	JIS K7360-1(通称) JIS K7360-2
塗料	ISO 786-15 ISO 11341 ISO DIS2809	ASTM D4303	DIN 53 321 NFT 30-049	JIS K6400(2002年4月に廃止) JIS K6600
繊維	ISO 105 B(01~06)	AATCC 16E AATCC 16F ASTM D4355	DIN 54 004 BS 1008	JIS L0843
その他	ISO 4866(加硫ゴム)	ASTM C732(ラテックス・シーラント) ASTM D4434 ASTM D4637 ASTM D4798(アスファルト) ASTM E768 ASTM E781	NF C33-206	JIS A1416(プラスチック塗料) JIS A1439(シーリング材) JIS K6266(加硫ゴム) JIS K6267(ゴム汚染)

表1

プラスチックの試験条件を表2に示す。

この試験条件がISOの他の試験条件の基本になっている。

試験条件 <プラスチック>

試験条件\規格番号	JIS K7350-2 ISO 4892-2
試験サイクル	連続照射 屋外:102分 光照射 18分 光照射+スプレー 屋内:光照射のみ(窓ガラス越し)
放射照度(制御波長)	550W/m ² at290-800nm
フィルター組み合わせ (立ち上がり波長)	屋外:内側-タイプSポロシリケート 外側-タイプSポロシリケート 屋内:内側-タイプSポロシリケート 外側-ソーダライム
温度(BST).....ISO (BST又はBPT)....JIS	65±3℃, 100±3℃
湿度	50±5%RH, 65±5%RH

表2

自動車関連の試験条件を表3、4に示す。

条件\規格	JASO M346 内装材	JASO M351 外装材
試験サイクル	連続照射:光照射のみ	1.連続照射 102分-光照射/18分-光+スプレー 2.明暗サイクル(SAE J1960) 40分-光/20分-光+スプレー 60分-光/60分-暗黒+スプレー
放射照度	48~162W/m ² (at300-400nm)	60~180W/m ² (at300-400nm)
フィルター	内側:タイプSポロシリケート 外側:ソーダライム	内側:タイプSポロシリケート 外側:タイプSポロシリケート
温度	BPT:89±3℃	照射時-BPT:63±3℃ 又は83±3℃ 暗黒時-BPT:38±2℃
湿度	50±5%	照射時:50±5% 暗黒時:95±5%

表3

条件\規格	SAE J1885 内装材	SAE J1960 外装材
試験サイクル	明暗サイクル 3.8時間-光照射 /1時間-暗黒	明暗サイクル 40分-光/20分-光+スプレー /60分-光/60分-暗黒+スプレー
放射照度	0.55W/m ² (at 340nm)	0.55W/m ² (at 340nm)
フィルター	内側:石英 外側:タイプSポロシリケート	内側:石英 外側:タイプSポロシリケート
温度	照射時-BPT:89±3℃ 空気温度:62±2℃ 暗黒時-BPT:38±2℃ 空気温度:38±2℃	照射時-BPT:70±2℃ 空気温度:47±2℃ 暗黒時-BPT:38±2℃ 空気温度:38±2℃
湿度	照射時-50±5% 暗黒時-95±5%	照射時:50±5% 暗黒時:95±5%

表4

最新の自動車内装材試験条件を表5、6に示す。

条件\規格	DIN 75 202 内装材	GM W3414TM 内装材
試験サイクル	連続照射(光照射のみ)	連続照射(光照射のみ)
放射照度	1.2W/m ² (at420nm)	2.2W/m ² (at420nm)
フィルター	内側:タイプSポロシリケート 外側:ソーダライム	内側:CIRA 外側:ソーダライム (ランターン使用)
温度	BST:100±3℃ 空気温度:60~72℃	BST:105℃ 空気温度:65℃
湿度	20±10%	50±5%

表5

条件\規格	Ford 新規格 内装材 (2002)
試験サイクル	明暗サイクル 3.8時間-光照射 /1時間-暗黒
放射照度	1.06W/m ² (at420nm)
フィルター	内側:石英 外側:タイプSポロシリケート (ランターン使用) 335nm立ち上がり
温度	照射時-BPT:89±3℃ 空気温度:62±2℃ 暗黒時-BPT:38±2℃ 空気温度:38±2℃
湿度	照射時-50±5% 暗黒時-95±5%

表6

塗料、建材、ゴム関連の試験条件を表7、8、9に示す。

試験条件<塗料>

規格番号	JIS K5600 -7-7	JIS K5600-7-7
試験条件	方法1 屋外条件	方法2 屋内条件
試験サイクル	連続照射 102分-光照射 18分-光+スプレー 17分-光照射/3分-スプレー (コンクリート塗料の場合)	連続照射 光照射のみ
放射照度	550W/m ² (at 290-800nm)	550W/m ² (at 290-800nm)
フィルター	内側:タイプSポロシリケート 外側:タイプSポロシリケート	内側:タイプSポロシリケート 外側:ソーダライム
温度BST	65±2℃	65±2℃
ブラックスタンダード	55±2℃	55±2℃
湿度	60~80%	40~60%

表7

試験条件	JIS K6266(ゴム)
サイクル	1.屋外:102分-光/18分スプレー 48分-光/12分-光+スプレー 17分-光/3分-光+スプレー 2.屋内:光照射のみ
放射照度	1.屋外:60~180W/m ² 2.屋内:48~162W/m ² (at300-400nm)
フィルター	1.屋外:内側-タイプSポロシリケート 外側-タイプSポロシリケート 2.屋内:内側-タイプSポロシリケート 外側-ソーダライム
温度	BPT:55±3℃, 63±3℃ 70±3℃, 83±3℃, 89±3℃
湿度	50±5%または65±5%

表8

条件\規格	JIS A1439 建築用シーリング材	JIS A1415 高分子建材
試験サイクル	連続照射 102分-光照射 18分-光照射+スプレー または水浸せき	連続照射 1.屋外:102分-光照射 18分-光照射+スプレー 2.屋内:光照射のみ
放射照度	550W/m ² (at 290-800nm)	550W/m ² (at 290-800nm)
フィルター	内側:タイプSポロシリケート 外側:タイプSポロシリケート	1.屋外-内側:タイプSポロシリケート 外側:タイプSポロシリケート 2.屋内-内側:タイプSポロシリケート 外側:ソーダライム
温度	BST:65±3℃ 水温:25±3℃ (スプレーまたは浸せき用)	BPT:63±3℃ BST:受渡当事者間の協定による
湿度	50±5%	50±5%

表9

4. 強エネルギー試験3)

試験時間を短くする為にサンプル表面に与えるエネルギーを規格値の3倍以上にした試験を強エネルギー試験と言う。

・装置の構造

強エネルギー装置とは、サンプル取り付けラックの直径を短くし、サンプルを光源に近づけたものである。(光のエネルギーは距離の二乗に反比例する)このため、サンプル表面の放射照度は高くなるが、同時に温度も異常に高くなるので冷凍機を装備している。(図9、10)

光源電力と サンプル表面エネルギー

■ 6kw電力によるエネルギー

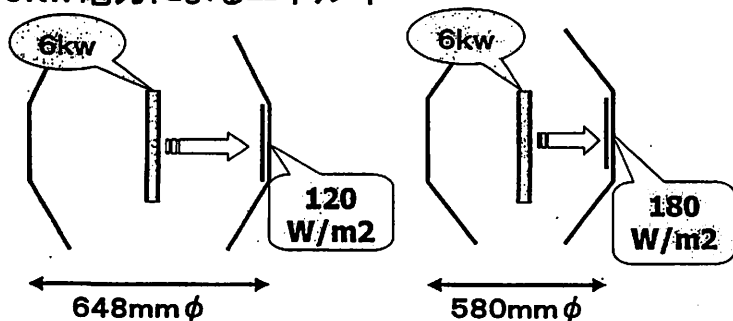


図9

劣化を遅らせる要因 サンプル雰囲気温度

このときサンプル表面を通る風の温度は...

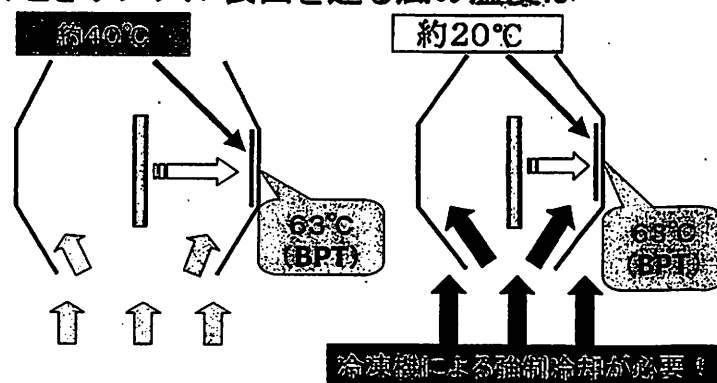


図10

・試験期間

放射露光量で試験を行うため強エネルギー試験 180 W/m^2 ($300\sim400\text{ nm}$) では規格試験 60 W/m^2 の $1/3$ の時間で試験が完了する。しかし、次の点に違いがある。

・温度履歴の違い

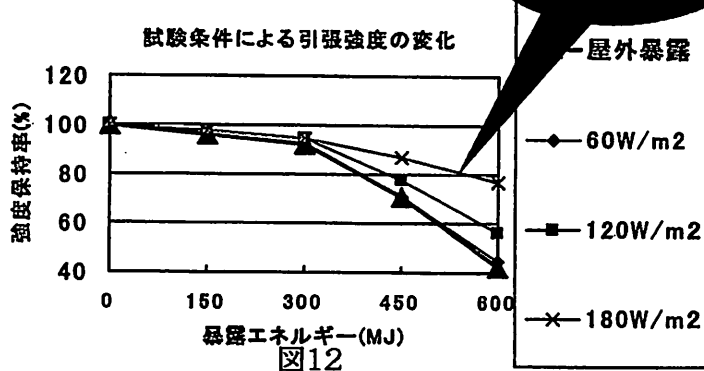
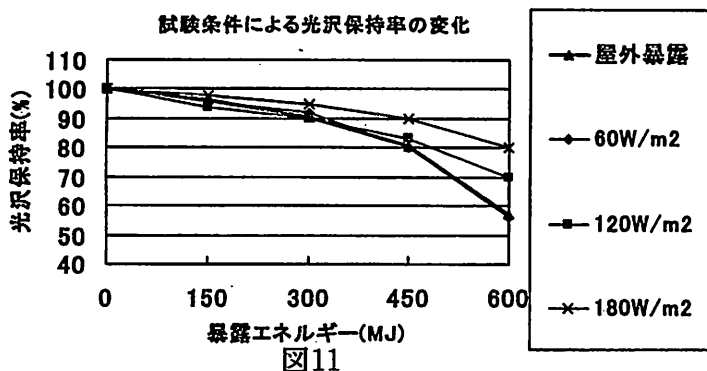
試験サンプルは規格試験の場合、ブラックパネル温度 63°C 、試験槽の空気温度 40°C の中に曝されるが強エネルギー試験では、ブラックパネル温度 63°C 、試験槽の空気温度 20°C の中に規格試験の $1/3$ 時間しか曝されない。このため、特に温度依存性の高いサンプルの場合は影響も大きくなる。

・サンプルに対するスプレー（水噴霧）の違い

よく用いられる2時間中18分試料スプレーの試験条件で100時間試験した場合、規格試験では50回スプレーされるが、強エネルギー試験では規格試験の $1/3$ の僅か16回しかスプレーされない。特に加水分解を起こすようなサンプルの場合影響も大きくなる。屋外暴露、規格試験、強エネルギー試験のデータを図11、12に示す。

(塗料)

(プラスチック)



熱履歴の差で物性劣化が遅れてしまう

強エネルギー試験を考える場合には、以上のような問題点に注意し、試験サンプル毎に試験条件等を考える必要がある。

5. 超高速！促進耐候性試験方法（ハイブリッドエクスポージャー（HE）試験）4）

試験時間が短くなることは試験を行うものにとって非常に大きな魅力である。ここでは、屋外暴露との相関が良く強エネルギー試験の何倍も促進速度の高い試験方法を紹介する。

これは、(株)豊田中央研究所が自動車の外装塗料用に開発した試験方法で、特許取得されている。

・試験方法

サンプルに水の代わりに過酸化水素水をスプレーするサイクルと、過酸化水素水のスプレーを止め、高温多湿状態のサイクルを交互に行う。

・促進速度

有彩色塗料の場合、沖縄の屋外暴露に比べ約100倍、沖縄の2年間を約200時間で再現。

各種酸化チタン顔料の比較試験の場合、沖縄の屋外暴露に比べ約1000倍、沖縄の2年間を約20時間で再現。(図13参照)

HEシステムの促進スピード例

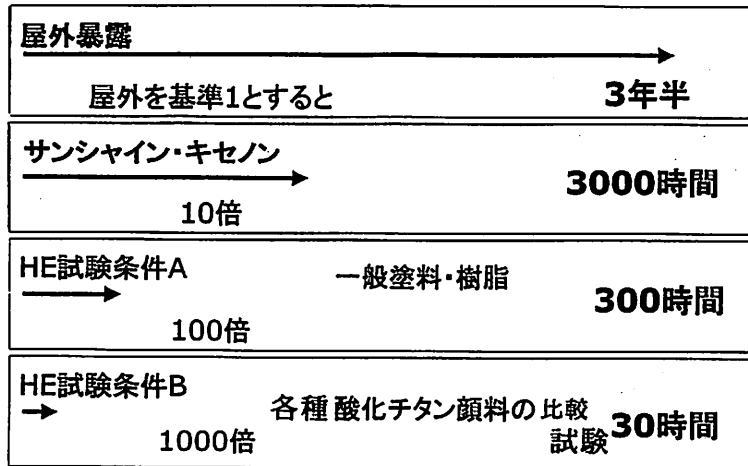
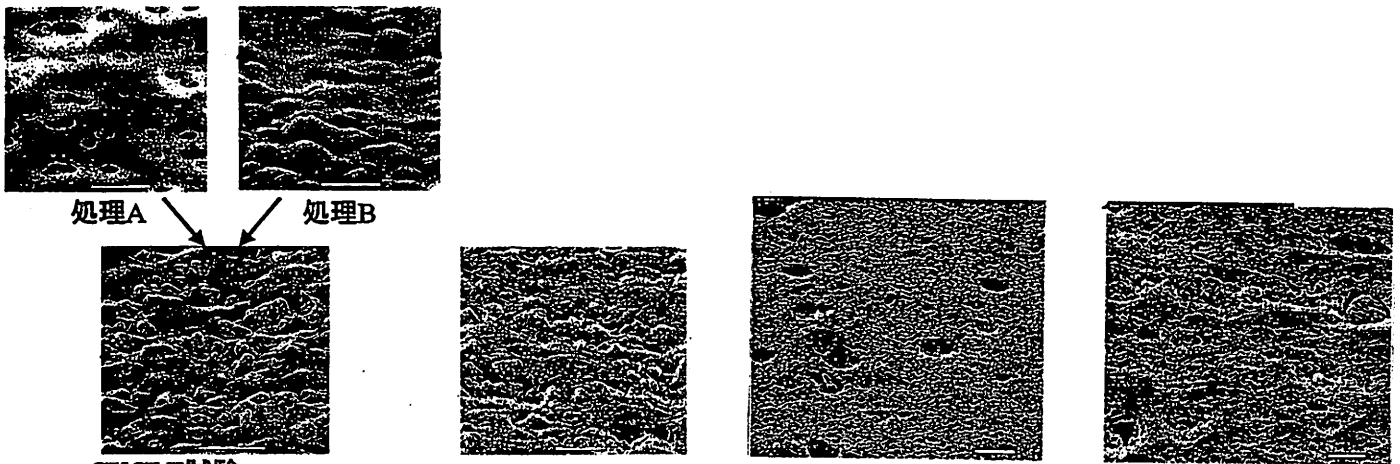


図13

・表面形態

この試験方法の優れた点は、屋外暴露で起きるサンプルの表面劣化形態を再現している点である。このため、従来の試験方法では相関の悪かった塗膜のグロス値も高い相関を得ることができる。(図14、15参照)

実際の劣化形態



CYCLE試験(処理A+処理B)

図14

屋外暴露

有彩HE試験

図15

有彩屋外

試験データを図16～20に示す。

屋外暴露とHE(酸化チタン条件)比較データ

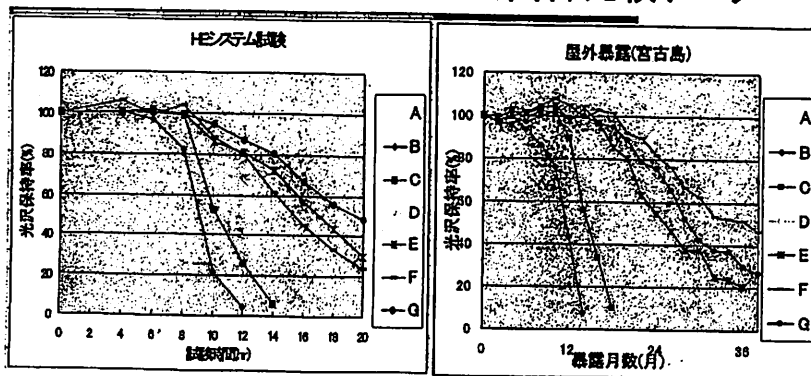


図16

各種酸化チタン顔料含有塗膜の光沢保持率
樹脂:アルキドメラミン 酸化チタン顔料種A~G 色:白色

フッ素樹脂塗料

酸化チタン顔料種: 14種類 白色

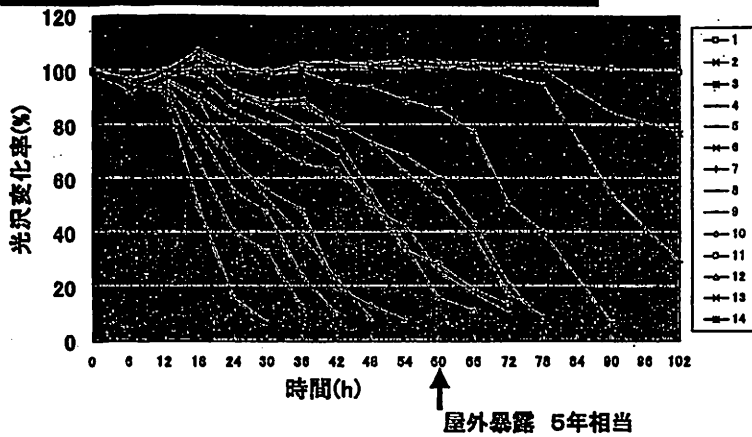


図17

各種塗膜(シルバー・白・紫)と屋外暴露の相関性

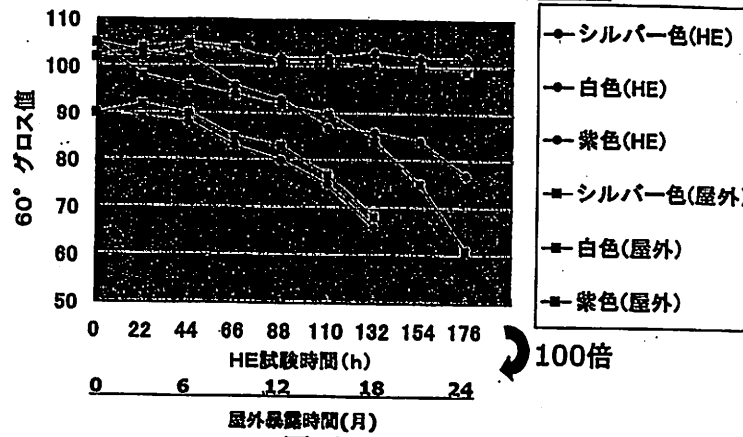


図18

JIS規格試験との比較データ 1

<光沢> 建築用一般塗料 ダークブルー

キセノンJIS K5600規格試験

HE試験(有彩色条件3)

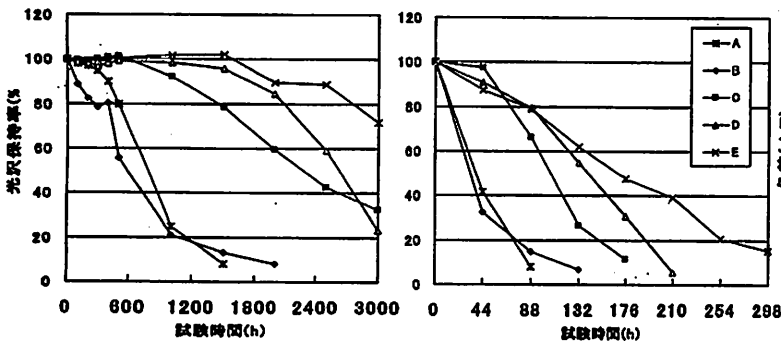


図19

JIS規格試験との比較データ 2

<色差> 屋外電気機器用一般塗料 グレー

JIS K5600規格試験

HE試験(有彩色条件2)

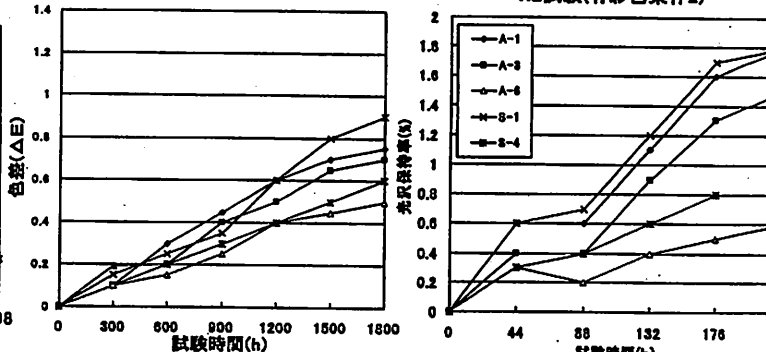


図20

まとめ

数多くの試験規格が制定、改定され、新型の耐候性試験機が導入され、新しい試験方法が開発され、ユーザーは機器、試験方法を選ぶ場合に多くの情報が必要となる。その情報の一つとなれば幸いです。

参考文献

- 1) 米国アトラス社: アトラス ウェザリング テスティング ガイドブック
- 2) 相川次男: JIS K5600と最新のキセノン耐候性試験機、工業塗装No. 171
- 3) (株)東洋精機製作所: 第33回CSテクノセミナー資料
- 4) 館和幸: ウェザリング技術研究発表会 平成14年