

JWTCS

JWTCS 4001 : 2009

ポリエチレンリファレンス試験片

平成 21 年 4 月 1 日 改正

財団法人 日本ウエザリングテストセンター

目 次

	ページ
序文.....	1
1 適用範囲.....	1
2 引用規格.....	1
3 定義.....	1
4 種類.....	2
5 原理.....	2
6 材料及び作製方法.....	2
6.1 材料.....	2
6.2 作製方法.....	2
7 要求事項.....	2
7.1 外観.....	3
7.2 寸法及び吸光度比.....	3
8 決定方法.....	3
8.1 外観.....	3
8.2 寸法.....	3
8.3 吸光度比.....	3
9 吸光度比の測定.....	3
9.1 測定装置.....	3
9.2 測定方法.....	3
9.3 計算方法.....	4
10 表示.....	4
参考 耐候性試験によるカルボニルインデックス値の測定.....	5

ポリエチレンリファレンス試験片

Polyethylene Reference Specimen for Weathering Test

序文

この規格で規定しているポリエチレンリファレンス試験片は、ISO/TR 19032:2006 Plastics — Use of polyethylene reference specimens (PERS) for monitoring laboratory and outdoor weathering conditions として、国際規格に規定されている。日本がプロジェクトリーダーとなり、このTRが作成された。また、ポリエチレンリファレンス試験片をJWTCSから入手できることが、この規格に明記されている。

ISO/TR 19032 作成のために日本が幹事国となり、試験片の提供、暴露試験後の測定およびデータの整理をする国際ラウンドロビン試験(RRT)が、5ヶ国(日本、アメリカ、ドイツ、スイス、フランス) 13試験研究機関の参加により行なわれた。JWTCSがその中心となって活動した。

このRRTの結果から、キセノン光源とする実験室光源暴露試験において槽内温度が重要な因子であることが示された。このような結果をもとに、ISO 4892-2:2006 Plastics — Methods of exposure to laboratory light sources — Part 2: Xenon-arc lamps において、より精度のある試験を行なうためには、槽内温度を規定する項目が追加された。

これらRRTの結果が含まれてISO/TR 19032は作成されている。

1. 適用範囲

この規格は、主に光酸化反応によって物性の変化を起こすプラスチックの屋外暴露試験及び実験室光源暴露試験において、試料が受ける紫外線と温度の複合的な作用を定量的に表すポリエチレンリファレンス試験片について規定する。

2. 引用規格

次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版を適用する。

JIS B 7502 外測マイクロメータ

JIS B 7507 ノギス

JIS K 0117 赤外分光分析方法通則

JIS K 6900 プラスチック用語

3. 定義

この規格で用いる主な用語の定義は、JIS K 6900による。

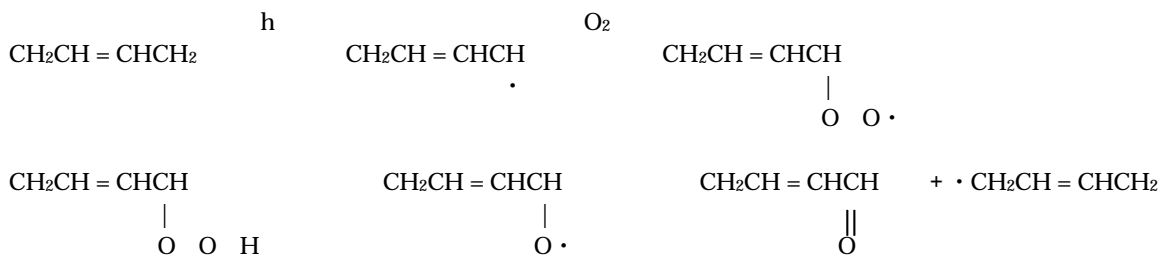


図1 想定される劣化機構

4. 種類

ポリエチレンリファレンス試験片の種類は、表1のとおりとする。

表1 ポリエチレンリファレンス試験片の種類

種類	記号	特徴
ポリエチレンフィルム	PE-RS	光の放射による酸化反応によって、生成されたカルボニル基の量から暴露環境を相対的に求めるもので、照射時間 24 ~ 168 時間又は屋外暴露 1 か月以内の範囲で使用する。

5. 原理

ポリエチレン分子鎖の結合エネルギー以上の光が照射されると開裂が起こり、空気中の酸素との酸化反応によって、カルボニル基 (>C=O) が生成される。PE-RS は、カルボニル基の生成量と暴露時間の間に相関があり、これを利用して暴露環境を相対的に比較する。PE-RS の劣化機構は図1のように考えられる。

6. 材料及び作製方法

6.1 材料 ポリエチレンリファレンス試験片の材料は、トランス形ビニレン基 (波数 965cm⁻¹) を含み、965 cm⁻¹ の吸光度と 2020cm⁻¹ の吸光度の比が 1.0 ~ 1.3 の高密度ポリエチレンとする。

6.2 作製方法 ポリエチレンリファレンス試験片は、圧縮成形法によって、次の手順で作製する。

- (1) 6.1 の材料を、表面温度が 170 ± 5 に設定した加熱用圧縮成形機で 90 秒間予熱した後、60 秒間圧縮を行う。
- (2) その後、表面温度が 30 ~ 40 の冷却用圧縮成形機で 60 秒間冷却する。
- (3) プレスシートの厚さを 3 か所測定し、0.20mm ± 0.02mm 以外のものは廃棄する。
- (4) (3) のプレスシートを表 2 の寸法 (長さ及び幅) に裁断する。
- (5) 裁断したプレスシートをポリエチレン製袋に入れ、温度、日射などの影響がない冷蔵庫などで保管する。

7. 要求事項

外観、寸法及び吸光度比は、次のとおりとする。なお、吸光度比は、赤外吸収スペクトルの 1715cm⁻¹

付近と 2020cm^{-1} 付近の吸光度の比による。

7.1 外観 外観は、8.1によって測定し、表面が滑らかで、むら、傷及び割れがあってはならない。

7.2 寸法及び吸光度比 寸法及び吸光度比は、表2のとおりとする。

表2 ポリエチレンリファレンス試験片の寸法

種類	寸法単位：mm			吸光度比 (A1715 / A2020)
	長さ	幅	厚さ	
PE-RS	45 ± 2	15 ± 2	0.20 ± 0.02	0.05 以下

8. 決定方法

要求事項の決定方法は、次のとおりとする。

8.1 外観 全数を採取し、照度 60 ルックスで目視距離 300mmにおいて、7.1を満足していれば合格品とする。

8.2 寸法

(1) 長さ及び幅 同一ロットのポリエチレンリファレンス試験片 100 個以内からロットを代表できるように無作為に 10 個採取し、JIS B 7507 に規定する一級ノギスを用いて測定し、すべてが 7.2の寸法を満足していれば、そのロットを合格ロットとする。なお、不合格ロットの場合には、全数測定して選別してもよい。

(2) 厚さ 同一ロットのポリエチレンリファレンス試験片 100 個以内からロットを代表できるように無作為に 10 個採取し、JIS B 7502 に規定する外側マイクロメータを用いて、ポリエチレンリファレンス試験片の中央部を測定し、すべての測定値が 7.2の厚さを満足していれば、そのロットを合格ロットとする。なお、不合格ロットの場合には、全数測定して選別してもよい。

8.3 吸光度比 同一ロットのポリエチレンリファレンス試験片 100 個以内からロットを代表できるように無作為に 10 個採取し、すべてが 7.2の吸光度比を満足していれば、そのロットを合格ロットとする。なお、不合格ロットの場合には、全数測定して選別してもよい。

9. 吸光度比の測定

吸光度比は、次によって測定する。

9.1 測定装置 測定装置は、JIS K 0117 に規定する赤外分光光度計を用いる。

9.2 測定方法 ポリエチレンリファレンス試験片の赤外吸収スペクトルを 2200cm^{-1} から 1600cm^{-1} の範囲で測定する。なお、走査速度は定量分析用を使用する。

9.3 計算方法 ポリエチレンリファレンス試験片の赤外吸収スペクトルの 1715cm^{-1} 付近のカルボニル基及び 2020cm^{-1} 付近のメチレン基の吸光度を求め、次式によってカルボニル基の吸光度比 (CI、カルボニルインデックス値という) を求める。図 2 にカルボニルインデックス値の測定例を示す。

$$CI = A_{1715} / A_{2020}$$

ここに、CI : カルボニルインデックス値

A_{1715} : 1715cm^{-1} 付近の吸光度 ($I - I_0$)

A_{2020} : 2020cm^{-1} 付近の吸光度 ($I - I_0$)

I : それぞれの波数の吸光度

I_0 : それぞれの波数のベースライン法によるベースラインの吸光度

備考 : 2020cm^{-1} 付近の吸収を内部基準として使用するの、赤外分光光度計間の誤差を補正する効果がある。

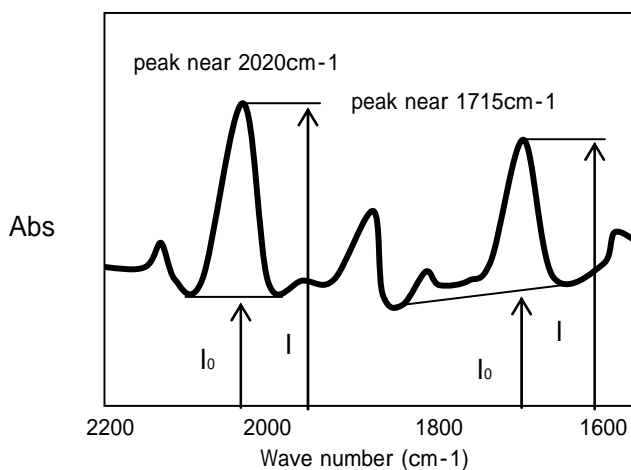


図 2 カルボニルインデックス値の測定例

10. 表示

ポリエチレンリファレンス試験片の表示事項は、次のとおりとする。なお、表示は、成績書によって行ってもよい。

- (1) ポリエチレンリファレンス試験片の種類又は記号
- (2) 要求事項の確認機関名
- (3) 作成ロット番号
- (4) 供給者名
- (5) 保管方法及び有効使用期間
- (6) その他必要とする事項

参考 耐候性試験によるカルボニルインデックス値の測定

1 . ポリエチレンリファレンス試験片の数

ポリエチレンリファレンス試験片の数は、1 回の暴露試験について3 個以上とする。

2 . 屋外暴露試験

ポリエチレンリファレンス試験片の屋外暴露試験でのカルボニルインデックス値を得る場合は、JIS K 7219(プラスチック-直接屋外暴露、アンダーグラス屋外暴露及び太陽集光促進屋外暴露試験方法) のA法によって行う。暴露期間は1 か月とする。

3 . 実験室光源暴露試験

ポリエチレンリファレンス試験片の実験室光源暴露試験でのカルボニルインデックス値を得る場合は、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)、JIS K 7350-2 (プラスチック-実験室光源による暴露試験方法 - 第2 部 : キセノンアーク光源) 及び 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) により行う。耐候性試験機の運転条件を表3 に、ポリエチレンリファレンス試験片の取付け方法を図2 から図5 に示す。

表3 耐候性試験機の運転条件

項目	キセノンアーク灯式耐候性試験機	オープンフレームカーボンアーク灯式耐候性試験機
放電電流(A)又は放射照度	0.5 W/m ² ・nm (340nm) 又は 60 W/m ² (300 ~ 400nm)	58 ~ 62
放電電圧(V)	-	48 ~ 52
ブラックスタンダード又はブラック補温度()	65 ± 3 (ブラックスタンダード温度) 又は 63 ± 3 (ブラック補温度)	63 ± 3 (ブラック補温度)
槽内温度()	38 ± 3 又は制御なし	40 ± 3 又は制御なし
槽内湿度(%RH)	50 ± 10	50 ± 5
スプレー	102 分照射と 18 分噴霧及び照射	

備考 槽内温度を制御しない場合は槽内温度を記録しておくこと。

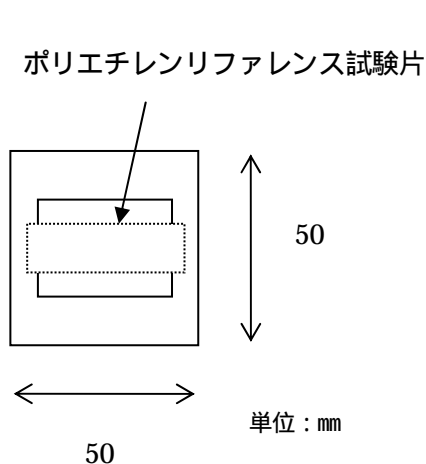


図2 ポリエチレンリファレンス試験片のマウントの例(材質:プラスチック)

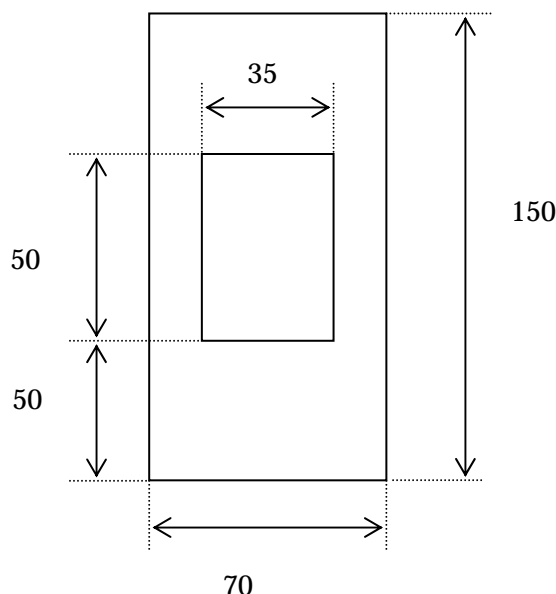


図3 マウント取付け用補助ホルダの例 (単位: mm)

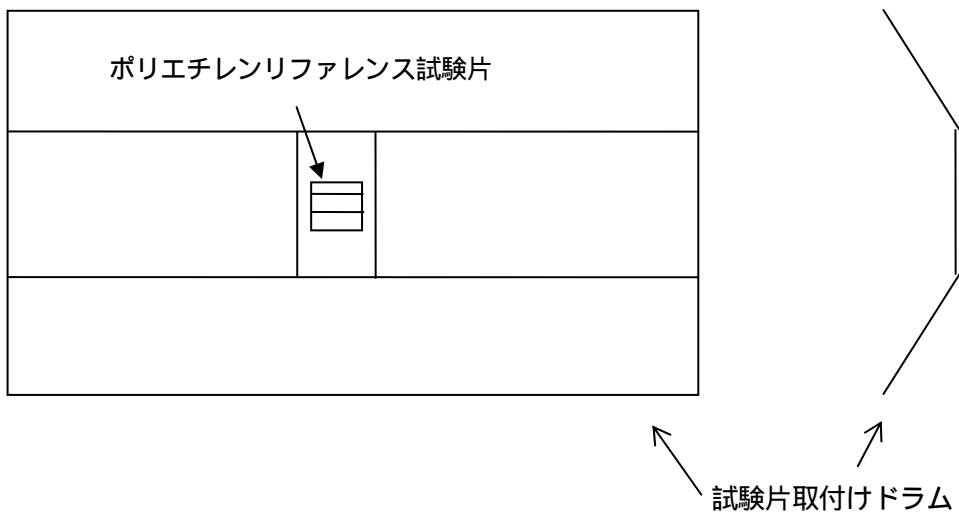


図4 キセノンアーク灯式耐候性試験機へのポリエチレンリファレンス試験片の取付け方法

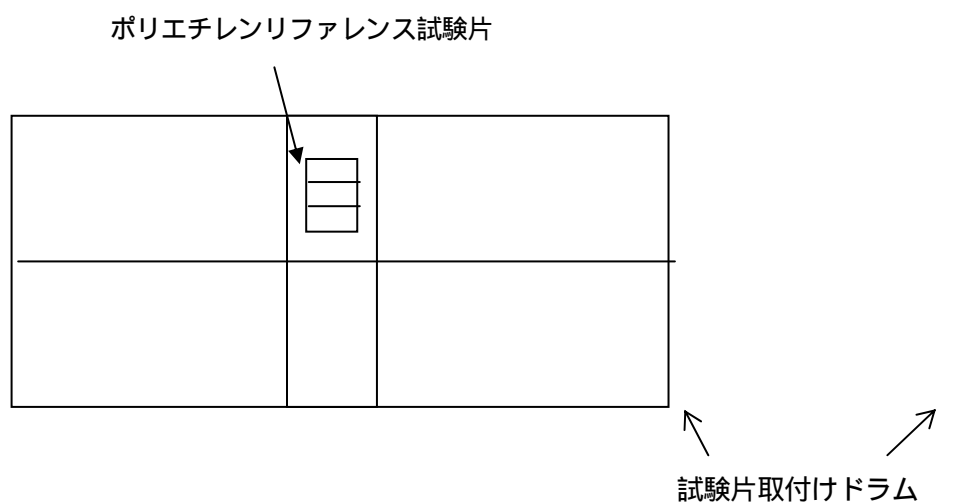


図5 オープンフレームカーボンアーク灯式耐候性試験機へのポリエチレンリファレンス試験片の取付け方法

JWTCS 4001
ポリエチレンリファレンス試験片

制定・改正等の経緯

区分	西暦	概要	和暦
制定	2002/2	新発電システムの標準化による「耐候性評価用リファレンス試験片 ポリエチレン系」を JWTCS として制定	H14/2
改正	2003/5	平成 14 年に制定した本規格の附属書部分を基に ISO に提案することになったため、提案内容と整合させるため本規格を試験片についての規定部分と使用方法を中心とする 2 つに分割し、試験片部分に関する規定部分を本規格とした。	H15/5
改正	2009/4/1	平成 20 年 10 月 27 日の技術委員会で見直しについて検討した結果、以下の修正を行った。 (1) 本規格は ISO/TR19032 として発行されたことから序文にその旨を追記した。 (2) 実験室光源暴露試験に使用するにあたって JIS K 7350-2 及び JIS K 7350-4 が改正されているので、その内容を反映した試験方法に修正した。 (3) 規定内容には問題ないが、表現が適切でない点ある等の指摘があり、指摘に基づき表現上の修正を行った。	H21/4/1