

JWTCS

JWTCS 4002 : 2009

ポリエチレンリファレンス試験片 を用いたプラスチックの耐候性 に関する暴露環境の求め方

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. カルボニル基の測定方法.....	2
4. ポリエチレンリファレンス試験片による評価方法.....	2
4.1 実験室光源暴露環境の定量評価.....	2
4.2 屋外暴露環境の定量評価.....	3
4.3 屋外暴露試験と実験室光源暴露試験の相関に利用する方法.....	3
4.4 実験室光源暴露試験機の管理に利用する方法.....	3
附属書 1(参考) 実験室光源暴露環境の定量評価の例.....	4
附属書 2(参考) ポリエチレンリファレンス試験片による屋外暴露環境の定量評価の例.....	5
附属書 3(参考) 屋外暴露試験と実験室光源暴露試験の相関に利用する方法の例.....	6
附属書 4(参考) 実験室光源暴露試験機の管理に利用する方法の例.....	8

ポリエチレンリファレンス試験片を用いた プラスチックの耐候性に関する暴露環境の求め方

Evaluating method of weathering conditions for plastics using Polyethylene Reference Specimens

序文

屋外暴露試験におけるプラスチック材料の劣化の度合は、主に材料が受けた紫外線量、周囲の温度、周囲の湿度などによって影響される。特に、光が照射されたことによって始まる光酸化反応では、温度が重要な役割を果たす。

光照射によって起こるプラスチック材料の耐候性について、屋外暴露試験結果と実験室光源暴露試験結果の関係を求めようとした場合、屋外暴露試験と実験室光源暴露試験の関係を、紫外線量だけでは説明できないことが多い。したがって、照射された紫外線量とそのときの温度などとの複合的な効果を表す指標を探し出すことが必要である。

本方法は、紫外線と温度などとの複合的な作用を表す一つの指標を測定して考察する方法であり、実験室光源暴露試験と屋外暴露試験の共通の指標を提供するものである。

ただし、ここで求めた指標が、すべての材料に単純に適用できるものではなく、材料の劣化機構が、ポリエチレンリファレンス試験片と同等であるか、又はよく分かっている場合に特定の関係が期待できる。

なお、この規格で規定している試験方法は、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。

1. 適用範囲

この試験方法は、屋外暴露試験や実験室光源暴露試験を実施する際に、プラスチック試料とJWTCS 4001のポリエチレンリファレンス試験片を同時に暴露して、ポリエチレンリファレンス試験片に生成したカルボニル基の量を、暴露された環境の定量的な指標とする方法について規定する。

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 K 0117 赤外分光分析方法通則

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

JIS K 7350 - 1 プラスチックー実験室光源による暴露試験方法 - 第 1 部 : 通則

JIS K 7350 - 2 プラスチックー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

JIS K 7350 - 4 プラスチックー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

JWTC S 4001 ポリエチレンリファレンス試験片

3 . カルボニル基の測定方法

暴露したポリエチレンリファレンス試験片を、JIS K 0117 の赤外分光光度計を用いて、赤外吸収スペクトルの 2200cm^{-1} から 1600cm^{-1} の範囲で測定し、 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インデックス値を求める。図 1 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-I₀)

A_{2020} : 2020cm^{-1} 付近の吸光度 (I-I₀)

I : それぞれの波数の吸光度

I₀ : 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

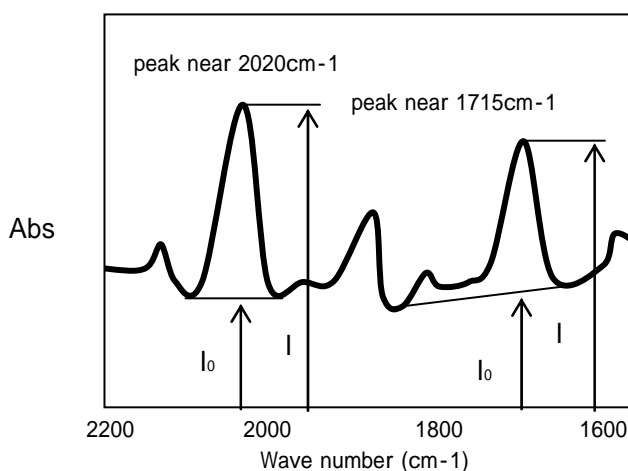


図 1 カルボニルインデックス値の測定例

4 . ポリエチレンリファレンス試験片による評価方法

4 . 1 実験室光源暴露環境の定量評価

- (1) 実験室光源暴露試験機の運転条件は、JIS K 7350 による。
- (2) ポリエチレンリファレンス試験片の枚数は 3 枚とする。(n=3 とする。)
- (3) 照射時間は例えば 48、72、96、120 時間程度とする。
- (4) 照射後のポリエチレンリファレンス試験片のカルボニルインデックス値の変化を測定する。
- (5) 3 枚の試験片のカルボニルインデックス値を平均する。
- (6) 照射時間とカルボニルインデックス値との直線関係を求め、単位時間に対するカルボニルインデ

ックス値を求める。

- (7) 試料の暴露された時間と同じ時間のカルボニルインデックス値を上記の関係から求め、その値を試料の暴露環境の指標とする。使用例を附属書 1 (参考) に示す。

4.2 屋外暴露環境の定量評価

- (1) ポリエチレンリファレンス試験片 3 枚 ($n=3$) を試料と同時に 1 か月暴露する。
- (2) 1 か月後に新しい 3 枚のポリエチレンリファレンス試験片と交換して、引き続き試料と同時に暴露する。
- (3) この暴露を試料の暴露終了まで繰り返す。
- (4) 1 か月ごとに暴露したポリエチレンリファレンス試験片のカルボニルインデックス値を測定し、3 枚の平均値を求める。
- (5) 試料の暴露終了までの各ポリエチレンリファレンス試験片のカルボニルインデックス値の合計値が、その試料の暴露された環境の指標となる。使用例を附属書 2 (参考) に示す。

4.3 屋外暴露試験と実験室光源暴露試験の相関に利用する方法。

上記 4.1 と 4.2 により得られたそれぞれの環境でのカルボニルインデックス値の合計値を暴露環境の指標とする。合計値が同じであれば同じ暴露環境とする。

附属書 3 (参考) にこの関係の適用例を示す。

4.4 実験室光源暴露試験機の管理に利用する方法

4.4.1 装置の管理範囲の求め方

- (1) 実験室光源暴露試験機の運転条件は、JIS K 7350 による。
- (2) リファレンス試験片 3 枚を 100 時間程度照射する。
- (3) 照射後のカルボニルインデックス値を測定する。
- (4) 新しい試験片と交換してこの作業を 3 回繰り返し、それぞれの標準偏差 s_i を求める。
- (5) 繰り返し標準偏差 s_r を求める。

$$s_r = \sqrt{\left(\sum_{i=1}^3 \frac{s_i^2}{3} \right)}$$

- (6) 全平均値 $\pm 2 \times s_r$ をその装置の管理範囲とする。

4.4.2 装置の管理方法

- (1) 一定期間毎 (例えば 3 ヶ月毎) にポリエチレンリファレンス試験片を照射し、得られたカルボニルインデックス値を装置の管理範囲と比較する。管理範囲外にある場合は、ブラックパネル温度、槽内温度、フィルターの使用時間、ランプの使用時間を点検する。
- (2) 点検調整後、再度ポリエチレンリファレンス試験片を照射し、カルボニルインデックス値が管理範囲内にあることを確認する。

オープンフレームカーボンアーク灯式耐候性試験機の実施例を附属書 4 (参考) に示す。

附属書 1 (参考) 実験室光源暴露環境の定量評価の例

実験室光源暴露環境の定量評価の例として、キセノンアーク灯式耐候性試験でのカルボニルインデックス値と槽内温度との関係及び長時間暴露後のカルボニルインデックス値を外挿法により求めた例を図 1.1 及び図 1.2 に示す。どの試験片も暴露時間に対して直線関係が得られ、暴露条件と比例関係にある。この直線関係の傾きが試験条件の劣化に及ぼす影響の大きさと考えられ、傾きが大きい場合は促進性が大きいことになる。

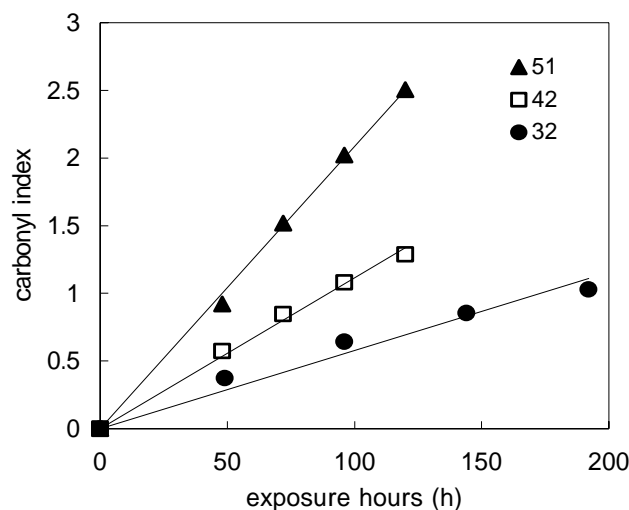


図 1.1 カルボニルインデックス値と槽内温度の関係(照度 $60\text{W}/\text{m}^2$ 一定、スプレーなし、槽内温度 51、42 及び 32)

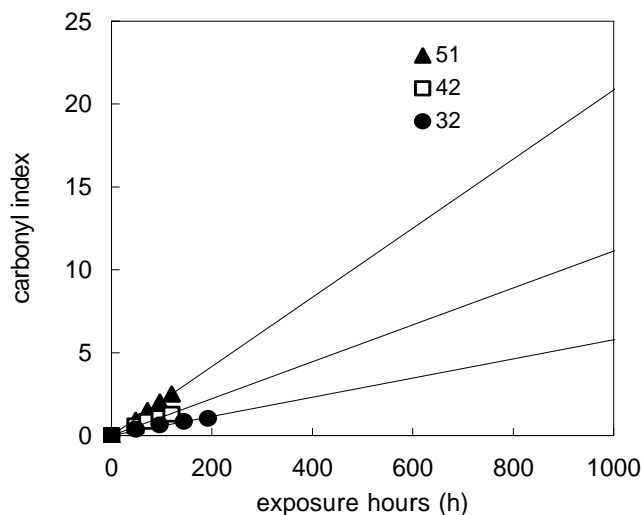


図 1.2 外挿法により求めた長時間暴露後のカルボニルインデックス値と暴露時間との関係

附属書 2 (参考) ポリエチレンリファレンス試験片による屋外暴露環境の定量評価の例

日本国内 3 か所 (札幌、銚子、宮古島)、インドネシア 2 か所 (セルポン、バンドン) 及び米国 (フェニックス) で行った暴露試験の結果を図 2.1 及び図 2.2 に示す。日本国内 3 か所と米国では、カルボニルインデックス値は夏期に高く冬期に低い傾向にあるが、インドネシア 2 か所では年間を通してほぼ一定である。

各地での 1 か月毎の暴露の結果を積算した値が、その場所でのポリエチレンリファレンス試験片の変化に及ぼす紫外線量と気温の複合された影響の指標と考えることができる。

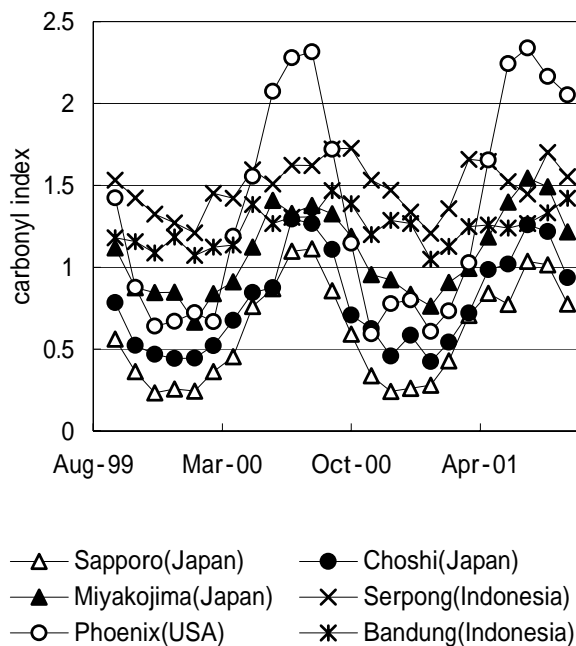


図 2.1 各地のカルボニルインデックス値と季節の関係

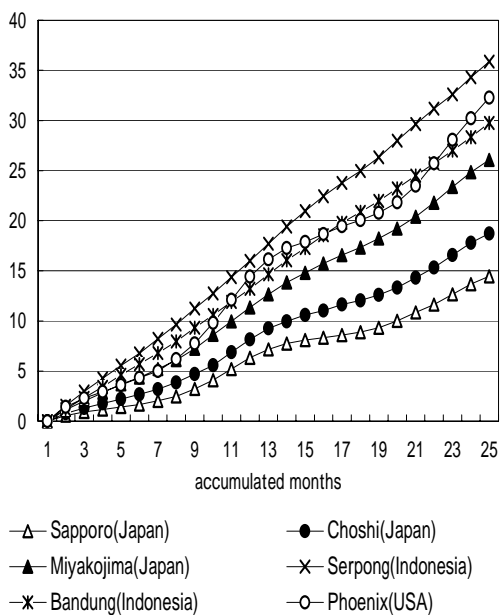


図 2.2 各地のカルボニルインデックス値の積算

附属書 3 (参考) 屋外暴露試験と実験室光源暴露試験の相関に利用する方法の例

屋外暴露及び実験室光源暴露でポリエチレンリファレンス試験片を暴露し、ポリエチレンリファレンス試験片のカルボニルインデックス値が同じになる時間を屋外暴露と実験室光源暴露の相関関係の例として利用する。

表 3.1 にそれぞれの地域でのカルボニルインデックス値と環境データ及びキセノンアーク灯式試験で得られたカルボニルインデックス値が、屋外暴露試験で得られたそれと等価になる時間を示す。ここに示された値は、紫外線量のほかに温度の効果も含んでいる。これにより、実験室光源暴露試験装置の槽内温度は屋外よりも高いため、気温が低い地域と等価になる時間は少なく、気温の高い地域と等価になる時間は長くなる。

この関係は、すべての材料に適用できるわけではなく、材料の劣化機構が、ポリエチレンリファレンス試験片と同等であるか、又はよく分かっている場合にのみ適用できる。この関係の適用例を図 3.1 ~ 図 3.6 に示す。

表 3.1 ポリエチレンリファレンス試験片によるキセノンアーク灯式耐候性試験と屋外暴露試験の関係

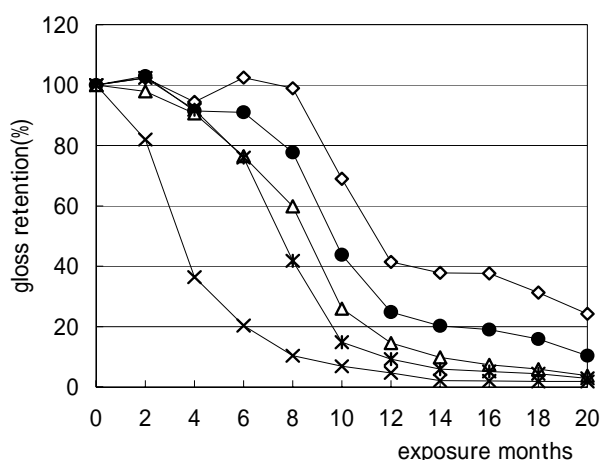
暴露場所	カルボニルインデックス値の積算 ¹⁾	暴露角度での紫外線量 ¹⁾ MJ/m ² (300~400 nm)	平均気温 ¹⁾	屋外暴露 1 年と等価になるキセノンアーク灯式耐候性試験 ²⁾ の時間(h)
札幌	7.2	300	9.3	700 ~ 800 ⁴⁾
銚子	9.3	336	14.9	900 ~ 1100
宮古島	12.7	377	23.4	1300 ~ 1500
フェニックス(米国)	16.1	434 ³⁾	22.7	1600 ~ 1900

備考 1) 1999 年 10 月 ~ 2000 年 9 月

2) 試験条件：照度 60W/m² (300~400 nm)、ブラックパネル温度 63 ± 3 (槽内温度 40)
102 分照射と 18 分噴霧及び照射

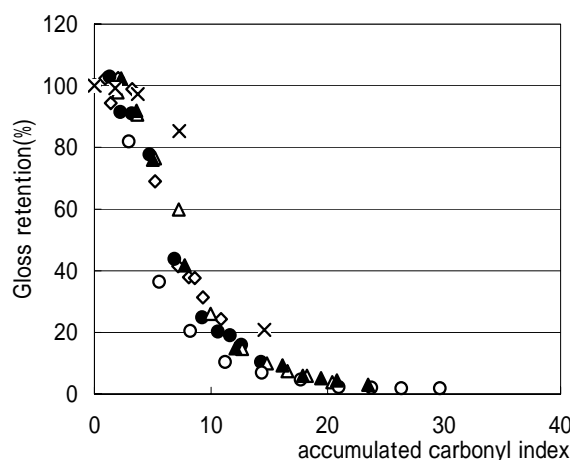
3) フェニックスの値は実測値 × 1.3 で換算

4) 札幌は日射量から換算



◇ Sapporo(Japan) ● Choshi(Japan)
△ Miyakojima(Japan) × Serpong(Indonesia)
* Phoenix(USA)

図 3.1 屋外暴露試験によるポリプロピレンの光沢度の変化



◇ Sapporo(Japan) ● Choshi(Japan) △ Miyakojima(Japan)
○ Serpong(Indonesia) ▲ Phoenix(USA) × Xenon

図 3.2 屋外暴露試験によるカルボニルインデックス値とポリプロピレンの光沢度の関係

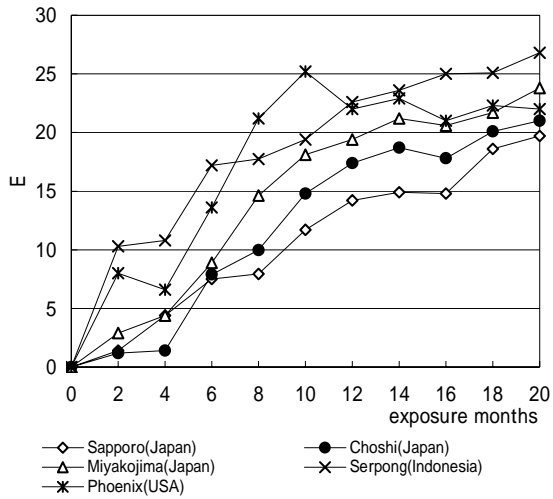


図 3.3 屋外暴露試験による ABS の色差の変化

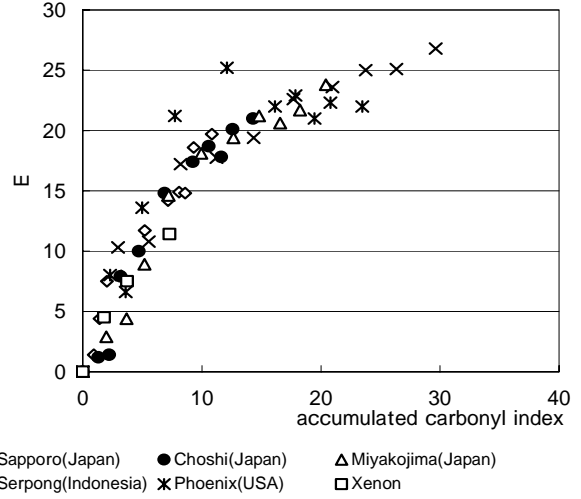


図 3.4 屋外暴露試験によるカルボニルインデックス値と ABS の色差の関係

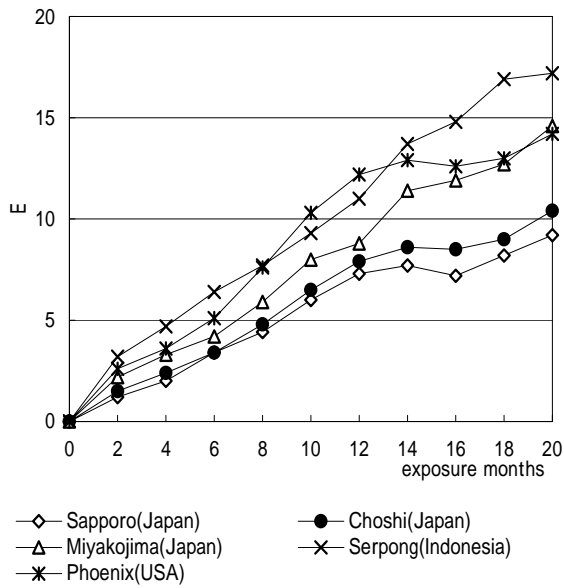


図 3.5 屋外暴露試験によるポリカーボネートの色差の変化

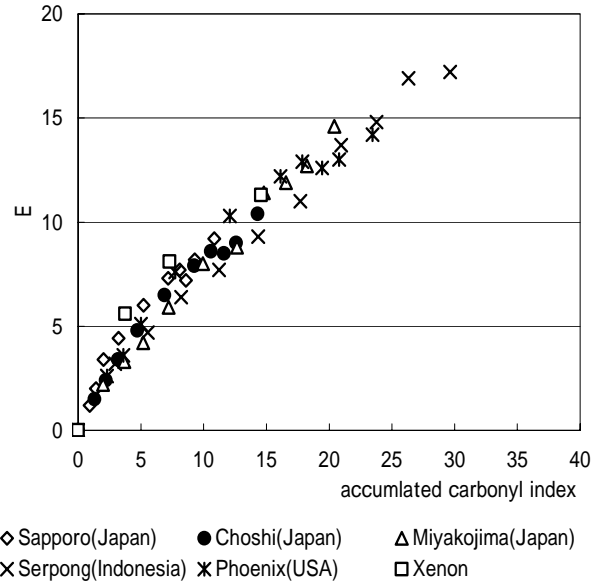


図 3.6 屋外暴露試験によるカルボニルインデックス値とポリカーボネートの色差の関係

附属書 4 (参考) 実験室光源暴露試験機の管理に利用する方法の例

現在の実験室光源暴露試験機の多くは運転が自動制御になりつつあるが、リファレンス試験片を併用することにより機械的な制御を補うことができ、再現性を向上させる手段として使用できる。当財団におけるオープンフレームカーボン試験機での実施例を表 4.1 に示す。放射照度、ブラックパネル温度は規定範囲内であるが、装置により、また、実施時期により値が異なる。試験機が正常に運転されているか判断するための管理値を決定するためには、本来は多くの機関が参加したラウンドロビン試験による値付けが必要であるが、現時点では各試験機のバラツキの大きさを許容するような値になってしまうおそれがある。そこで、当財団において個々の装置ごとにリファレンス試験片による再現性限界を計算した。リファレンス試験片及び実験室光源暴露試験機の利用者は、当財団の試験機による値を参考として比較できる。

表 4.1 オープンフレームカーボンアーク灯式耐候性試験機のカルボニルインデックス値による管理基準の例

繰り返し	n 数	装置 A	装置 B	装置 C
時期 1	1	0.817	0.879	0.728
	2	0.716	0.826	0.768
	3	0.770	0.881	0.700
	標準偏差 S	0.051	0.031	0.034
時期 2	1	0.720	0.829	0.753
	2	0.746	0.719	0.774
	3	0.744	0.792	0.791
	標準偏差 S	0.014	0.056	0.019
時期 3	1	0.810	0.837	0.799
	2	0.879	0.733	0.854
	3	0.821	0.824	0.873
	標準偏差 S	0.037	0.057	0.038
平均		0.780	0.813	0.782
繰返標準偏差 Sr		0.037	0.049	0.032
繰返し限界		0.074	0.098	0.064
管理範囲		0.780 ± 0.074	0.813 ± 0.098	0.782 ± 0.064

試験条件：ブラックパネル温度 63 ± 3 、102 分照射と 18 分噴霧及び照射

この結果から装置の管理範囲を定め、運転状況の監視を行う。60 時間暴露した時のカルボニルインデックス値の 95%信頼区間を管理範囲とすると、それぞれの装置の管理範囲は、次のとおりである。

装置 A の管理範囲： 0.780 ± 0.074 (0.854 ~ 0.706)

装置 B の管理範囲： 0.813 ± 0.098 (0.911 ~ 0.715)

装置 C の管理範囲： 0.782 ± 0.064 (0.846 ~ 0.718)

JWTCS 4002

ポリエチレンリファレンス試験片を用いた プラスチックの耐候性に関する暴露環境の求め方 制定・改正等の経緯

区分	西 暦	概 要	和 暦
制定	2003/5	平成 14 年に制定した JWTCS4001 の附属書部分を基に ISO に提案したため、提案内容と整合させるため JWTCS4001 を 2 つに分割し、附属書部分を基に本規格として制定した。	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) 附属書 1、2、3 のグラフを拡大し見やすくした。 (3) 附属書 4 は実験室光源暴露試験の再現性確保に使用するにあたって JWTC の装置を参考にできる旨明記した。 (4) 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