

まえがき

前号では、JIS の国際化に必要な背景、国内の ISO 協力体制および国際化した場合の試験方法の主な相違などについて概要を紹介した。

本号では ISO との国際統合化を図るに当たり、JIS に基づく試験方法を ISO に整合させる事による条件変更が試験結果にどれだけ影響してくるかを把握するため、代表として、その影響がありそうな 8 種の試験項目について検討を行ったので、その結果の概要を紹介する。

なお、本試験は (財) 日本規格協会が (社) 日本塗料工業会に委託した国際統合化調査研究の内、整合化手法分科会より (財) 日本塗料検査協会が再委託されて行ったものである。

1. 試験条件・試験機器に於いて相違するもの

整合化 JIS への切り替えて、現 JIS と異なる主なものは、①試験を行う場所の温度・湿度である。

現在、JIS では試験の一般条件 (試験の場所) として“標準状態”は温度 $20 \pm 1^\circ\text{C}$ 、湿度 65%RH と規定されている。しかしながら、ISO 3270-1984 Paints and varnishes and their raw materials - Temperatures and humidities for conditioning and testing では温度 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 、湿度 $50 \pm 5\% \text{RH}$ と規定されており異なった標準状態となっている。

ついで、②暴露角度がある。

JIS Z 2381-1987 屋外暴露試験方法通則 6.1.2 暴露の角度は、30 度、又は 45 度とするとされている。

さらに、JIS K 5400-1990 9.9 耐候性では水平面との角度がその場所の緯度よりも約 5 度小さくとし、主に関東地方、近畿地方などでは約 30 度とすると規定している。

これに対し、ISO 2810-1974 Paints and varnishes - Notes for guidance on the conduct of natural weathering tests では 4.1 Exposure rack shall usually support the panels at angle of 45° to the horizontal and facing towards the equator と規定している。

さらに、③整合化による試験方法の相違により、試験機器が異なってくるものとして、

③-1 現在使用されているものと異なるもの

フローカップ、グラインドゲージ、比重カップ

③-2 整合化 JIS で使用されるもの

加圧試験器、落体試験器、耐湿試験器、耐光試験器、促進耐候試験器 (紫外線蛍光ランプ式)、表面乾燥試験器 (バロチニ法)、耐屈曲試験器、きず硬度試験器、キセノンランプ式促進試験器が上げられる。

2. 試験方法に於ける相違点

現行 JIS と整合化 JIS の試験方法における相違点を、かなりの相違が予想される試験方法 8 種に絞って表 1 に概要をまとめて示した。

これら 8 種の試験方法は下記に示した種類で、検証試験の対象にしたものである。

- | | |
|--------------------|------------------------------|
| (1)ISO 1517-1973 | 表面乾燥性 : JIS K 5600-3-2 |
| (2)ISO 1518-1992 | 引っかかり硬度 : JIS K 5600-5-4 |
| (3)ISO 6272-1993 | 耐おもり落下性 : JIS K 5600-5-3 |
| (4)ISO 9117-1990 | 硬化乾燥性 : JIS K 5600-3-3 |
| (5)ISO 2812-1-1993 | 耐液体性—一般的方法 : JIS K 5600-6-1 |
| (6)ISO 2812-2-1993 | 耐液体性—水浸せき法 : JIS K 5600-6-2 |
| (7)ISO 6270-1980 | 耐湿性 (連続結露法) : JIS K 5600-7-2 |
| (8)ISO 2810-1994 | 耐候性 : JIS K 5600-7-6 |

表 1 に JIS 5400 と ISO との相違点の概要を示す。

表 1 JIS 5400 と ISO との相違点の概要

ISO NO	試験項目名	JIS 5400 項目	相違点の概要	整合化 JIS K NO
1517 -1973	表面乾燥性	K 5400 6.5 乾燥時間	1. 判定方法：JIS は官能検査であり、ISO は比較的客観的方法である。 2. ISO による判定は半硬化に近い判定になる。 3. 温度・湿度の相違 (23℃, 50%RH)。	JIS K 5600 -3-2
1518 -1992	引っかき硬度	K 5400 8.4 鉛筆引っかき 試験	1. ISO は塗膜を貫通する最小荷重を記録。 スクラッチ用先端材質は鋼球を使用。	JIS K 5600 -5-4
6272 -1993	耐おもり落下性	K 5400 8.3.1 落体試験	1. 荷重が異なる。(ISO : 1,000g 2,000g、 JIS : 300g) 2. 試験板厚。JIS : 規定のない場合は 4mm 厚、ISO : 最低厚み 0.25mm。	JIS K 5600 -5-3
9117 -1990	硬化乾燥性	K 5400 6.5 乾燥時間	1. 判定方法：JIS は指で触れて指触・半硬化・硬化乾燥に区分している。ISO は試験器を使用しポリアミド製のガーゼを敷き、負荷をかけ、90 度回転させ塗面の傷の跡で判定。 2. 温度・湿度 (23℃, 50%RH)。	JIS K 5600 -3-3
2812 -1-1993	耐液体性—一般的方法	K 5400 8.19 耐水性 8.21 耐アルカリ性 8.22 耐酸性 8.23 耐塩水性 8.24 耐揮発油性	1. 浸漬温度が異なる。23℃ 2. JIS は液毎に濃度と時間を規定しているが、ISO は一般的方法のみである。 3. JIS では試験板の種類は各試験毎に決まっているが、ISO は素材・形状の種類が多様である。 4. JIS は単一液相のみを規定しているが、ISO は 2 液相の場合も規定している。 5. JIS は浸漬法のみ規定しているが、ISO には吸収媒体法、点滴法がある。	JIS K 5600 -6-1
2812 -2-1993	耐液体性—水浸せき法	K 5400 8.19 耐水性	1. ISO は水温 40℃であるが、JIS は 20℃が多い。 2. 水の循環を攪拌とエアバブルで行っている。 3. 試験板は JIS がガラス板であるのに対し、ISO では鋼板が使用される。	JIS K 5600 -6-2
6270 -1980	耐湿性 (連続結露法)	K 5400 9.2	1. 装置及び試験条件が異なる。ISO : 恒温槽 (40℃) を 23℃、50%RH の恒温室内で運転し温度差を与えて塗面に結露させる。 JIS : 湿潤箱 (50℃, 95%RH 以上) 内に吊して回転させる。	JIS K 5600 -7-2
2810 -1994	耐候性	K 5400 9.9	1. 暴露角度が異なる。ISO : 45 度、JIS : 30 度 (緯度より約 5 度小さく) 2. 塗料の乾燥条件 23℃, 50%RH	JIS K 5600 -7-6

3. 検証試験

3.1 検証用塗料の種類

検証試験用に供した塗料は JIS 製品であり、市場に比較的多量に供給されている樹脂系統の異なる代表的な塗料から選定した。

1) 表面乾燥性試験に供した塗料

合成樹脂調合ペイント 2 種上塗用、フタル酸樹脂エナメル 1 種、つや有合成樹脂エマルジョンペイント、鋼構造用ポリウレタン樹脂塗料上塗他 3 品種の合計 7 品種。

2) 引っかき硬度試験に供した塗料

合成樹脂調合ペイント 2 種上塗用、フタル酸樹脂エナメル 1 種、カシュー樹脂エナメルの 3 品種。

3) 耐液体性試験 (ISO 2812-1) に供した塗料

ラッカー系塗料、塩化ビニール樹脂ワニス、フタル酸樹脂エナメル 1 種他 7 品種の合計 10 品種。

4) 耐液体性試験 (ISO 2812-2) に供した塗料

ラッカー系塗料、塩化ビニール樹脂ワニス、フタル酸樹脂エナメル 1 種他 1 品種の合計 4 品種。

5) 耐湿性試験に供した塗料

アミノアルキド樹脂塗料、つや有合成樹脂エマルジョンペイント他 4 品種の合計 6 品種。

6) 耐おもり落下性試験に供した塗料

ラッカー系塗料、塩化ビニール樹脂系塗料、鋼構造用ポリウレタン樹脂塗料他 7 品種の合計 10 品種。

7) 硬化乾燥性試験に供した塗料

ラッカー系塗料、塩化ビニール樹脂系塗料、鋼構造用ポリウレタン樹脂塗料他 7 品種の合計 10 品種。

8) 耐候性試験に供した塗料

下記の 8 品種をベースにアルキド樹脂系の淡彩色 25 品種。ウレタン樹脂系の淡彩色 24 品種、同濃彩色 25 品種の計 82 品種を対象とした。

JIS K 5516 合成樹脂調合ペイント 2 種上塗用 N-7、JIS K 5531 ニトロセルローズラッカーエナメル N-7、JIS K 5656 建築用ポリウレタン樹脂塗料上塗 N-7、JIS K 5551 エポキシ樹脂塗料 2 種上塗 N-7、JIS K 5660 つや有合成樹脂エマルジョンペイント N-7、JIS K 5639 塩化ゴム系塗料上塗 N-7、アクリルシリコン樹脂塗料上塗 N-7、JIS K 5659 鋼構造用ふっ素樹脂塗料上塗 N-7 の 8 品種。

3.2 試験結果

試験結果のデータを個々に記載するには、紙面の数に制約があるので、結果の概要について、表 2、表 3 にまとめて示す。

表 2 検証試験結果の概要

試験項目	主な結果
①表面乾燥性 (バロチニ法 ISO 1517)	<p>㉑ フタル酸樹脂エナメルは半硬化乾燥時点で表面に粘着性が残り、JIS 法とバロチニ法との間に相関性は認められないが、他の塗料では JIS の半硬化とバロチニ法は相関が観察される。</p> <p>㉒ JIS 条件 (20℃, 65%RH) と ISO 条件 (23℃, 50%RH) の影響はポリウレタン樹脂塗料のみ低湿度の ISO 条件の方が乾燥が遅かったが他の塗料では温度の高い ISO 条件の方が早かった。</p>
②引っかき硬度 (ISO 1518)	今回試験の対象にした常温乾燥型塗料では鉛筆引っかき試験と引っかき試験との間に関連性がありそうである。
③耐液体性 (ISO 2812-1)	塗料の試験条件に規定された浸漬時間では、JIS 条件 (20℃) と ISO 条件 (23℃) では差は認められなかったが、長期間の浸漬では ISO 条件の方が厳しい結果であった。
④耐液体性 (ISO 2812-2)	浸漬温度は JIS が 20℃に対し ISO は 40℃でその差が大きく、ニトロセルローズ系塗料の場合、規格に規定された時間では両者に差は認められないが、長時間の浸漬では ISO 条件が著しく厳しい結果であった。また、他の塗料についても ISO 条件が厳しい結果であった。
⑤耐湿性 (ISO 6270)	試験片表面の温度が JIS 条件では 50℃に対し、ISO 条件は 37℃であり、試験結果は JIS 条件が厳しい結果であった。

⑥耐おもり落下性 (ISO 6272)	ISO 法は JIS のデュポン式に比べ試験板の変形が大きく、衝撃によるワレ及び変形にもなう剥離が発現し、JIS 法との相関は認められなかった。
⑦硬化乾燥性 (ISO 9117)	<p>㉑ 溶剤揮発乾燥型塗料は ISO 法と JIS 法の硬化乾燥時間との間に相関が認められるが、弾性的性質のある塗膜ではすり傷は残らないが、試験直後にガーゼ跡が残り、約 30 分後に消失した。</p> <p>㉒ つや消し塗料ではガーゼと塗膜とのズレ摩擦により塗膜表面に光沢が出て判定が困難であった。</p>

耐候性試験 (31 カ月) における暴露角度の影響を表 3 に示す。

表 3 暴露角度の影響

試験項目	主な結果
a) 暴露耐久性 ①塗膜の外観 ②白亜化度 ③光沢 ④色差	5 度、30 度、45 度の暴露角度による差 差異あり (はがれ面積 小 $5^{\circ} < 30^{\circ} < 45^{\circ}$) 差異なし 差異なし 差異なし
b) 暴露防錆性	差異あり (発錆度 大 $5^{\circ} > 30^{\circ} > 45^{\circ}$)
c) 表面構造	差異あり (樹脂の劣化度 大 $5^{\circ} > 30^{\circ} > 45^{\circ}$)
d) 押し込み硬度	判定困難
e) 鉛筆硬度	差異あり (一般さび止めペイント 3 種: 硬い $45^{\circ} > 30^{\circ} > 5^{\circ}$ 軟い)
f) FTIR	差異あり
g) 接触角	差異なし
h) 付着性	差異あり (ゴバン目テープ)

4. 考察

4.1 表面乾燥性 (ISO 1517)

① 乾燥時間の測定方法として、ISO 法と JIS 法とを比べると、フタル酸樹脂エナメルを除いて相関が認められる。

測定の再現性は ISO 法の方が優れている。

② 恒温恒湿室の条件差の影響は、ポリウレタン樹脂塗料の場合、湿度の影響を受けやすく、JIS 条件の方が表面乾燥が速い。

フタル酸樹脂エナメルは、温湿度の影響を受けやすく ISO 条件は、JIS 条件に比べパロチニ法による乾燥は著しく速かったが、JIS の半硬化乾燥では差が認められなかった。

③ ISO (パロチニ法) 法採用時の問題点

塗面の平滑性が重要な因子になる。したがって、フィルムアプリーケーターまたは吹き付け塗りが好ましい。

半硬化状態の手前の状態を測定していることに

なり、実用上の意味を明確にしておくことが必要である。

4.2 引っかき硬度 (ISO 1518)

① JIS 法 (鉛筆硬度) は膜の破れで評価した。

② ISO 法では、荷重 50g を越えてバラツクことはない。また、この検証試験に限れば、JIS の鉛筆硬度の 1 グレードは ISO の 50g に相当している。

③ スクラッチ試験と鉛筆硬度との間には相関がありそうである。

4.3 耐液体性の測定 (ISO 2812-1)

① JIS 法 (20°C 65%RH) と ISO 法 (23°C 50%RH) の条件下で浸漬した場合、JIS の規定時間では両者に差は認められない。

② 長期の浸漬を行った場合、温度の影響のため、ふくれの密度は ISO 条件が厳しい結果を与える。

4.4 耐液体性の測定 (ISO 2812-2)

① ISO 法 (40°C) と JIS 法 (20°C) では温度の影響のため、ISO 条件の方が厳しい結果である。

② この試験方法は長期の結露条件下で使用される塗膜の試験を対象にしたもので一般塗料の試験はISO 2812-1の条件で試験することを推奨する。

4.5 耐湿性の測定（連続結露法）（ISO 6270）

ISO の試験器は結露面（ボックス内）が 37℃、裏面（恒温恒湿側）が 23℃で結露させるが、JIS 法は試験片を湿潤箱（50℃、95%RH 以上）の中に吊し、緩やかに回転させ試験する。ふくれおよび錆の発生密度から、JIS の方が条件として厳しい結果である。

4.6 耐おもり落下性（ISO 6272）

ISO 法は JIS 法に比べ衝撃時に試験片の変形を伴い、衝撃と試験片の変形によるダメージを評価していることになり、塗料の種類により結果が異なるものがある。

4.7 硬化乾燥性（ISO 9117）

- ① JIS の判定方法に比べ、より定量的であり、判定に個人差が入り難い。
- ② 揮発乾燥型の塗料の場合、ISO 法と JIS 法の硬化乾燥時間は良く一致している。
- ③ つや消しタイプの塗膜では、ガーゼと塗膜のズレにより光沢が生じ、傷か否かを判定し難い。
- ④ ISO 法は塗膜の粘弾性的性質が反映され、JIS 法では問題のないフタル酸樹脂エナメル 1 種、鋼構造物用ポリウレタン樹脂塗料上塗り塗膜では試験直後にガーゼ跡が観察されるが、約 30 分後には消失する。
このような性質をもつ塗膜については判定の明文化が必要である。
- ⑤ 試験の性質上、はけ目が存在すると判定し難いため、平滑な仕上がりが必要である。

4.8 暴露角度の影響

暴露場所は、年平均日照時間が 2000 時間以上で、試験面に対して法線からの年平均日射量が 4000MJ/m²以上の地域で、年ごとの気象の変化が統計上大きくない地方として静岡県御前崎に設置した。なお、御前崎の年平均日照時間は 2173 時間、年平均日照量は 5143MJ/m²である。

① 外観

9～31 カ月経過で、ラッカーエナメルにハガレが

観察され、暴露角度が小さい程、ハガレ面積は少ない傾向である。

白亜化、色差、光沢については、暴露 31 カ月に及ぶ経時変化を観察する限り暴露角度による差があるとは言えない。

② 暴露防錆性

カット部からの錆の最大侵入幅、一般部の発錆程度とも暴露角度の影響が観察される。5 度が最も劣り、暴露角度が大きくなるにつれ程度は良くなる傾向にある。

③ 表面構造は暴露角度の影響が観察され（劣化大 5 度 ≥ 30 度 > 45 度劣化小）、樹脂層の崩壊が観られる。

④ 鉛筆硬度は一般さび止めペイント 3 種類で暴露角度の影響が観察され、暴露角度が小さくなるにつれ軟化している。

⑤ 付着性（6 カ月、12 カ月）は暴露角度の影響を受け、角度が小さい程厳しい結果となっている。

5. 結び

平成 7 年度から行なった暴露角度の影響及び平成 9 年度に行った検証試験の結果の概要を紹介した。

暴露角度の影響は概して厳しい方から 5 度 > 30 度 > 45 度の順であり、水分の滞留時間などの影響が推定される。また、検証試験の結果では試験がゆるくなるもの、結果に JIS と相関のないもの等があるが、3 年後には JIS K 5600 に集約される方向であり前向きに製品規格の見直しが必要であろう。

参考文献

（社）日本塗料工業会、「塗料分野の国際統合化調査研究」調査研究成果報告書 平成 10 年 3 月