

耐光（候）試験機の照射エネルギー 校正用標準試験片

Standard Reference Test Specimens for Calibrating a Laboratory Light Exposure Apparatus

1. **適用範囲** この規格は、耐光（候）試験機⁽¹⁾の照射エネルギー⁽²⁾を校正するための校正用標準試験片（以下、標準試験片という。）について規定する。

注⁽¹⁾ 標準試験片が適用される耐光（候）試験機は、次のとおりとする。

- (a) **JIS B 7751**（紫外線カーボンアーク燈式耐光試験機）に規定のもの。
- (b) **JIS B 7752**（紫外線カーボンアーク燈式耐候性試験機）に規定のもの。
- (c) **JIS B 7753**（サンシャインカーボンアーク燈式耐候性試験機）に規定のもの。
- (d) **JIS B 7754**（キセノンアーク燈式耐光性及び耐候性試験機）に規定のもの。

⁽²⁾ 標準試験片が単位面積当たりに受けた光のエネルギー

備考1. 標準試験片とは、定められた条件で製造された試験片で、公的機関又はそれに準じる機関に設置されている耐光（候）試験機によって、特性値が値付けされた試験片をいう。

2. 標準試験片の利用方法の例を**附属書**に示す。

3. この規格の中で { } を付けて示してある単位及び数値は、従来単位系によるものであって、参考として併記したものである。

引用規格：

- JIS B 7751** 紫外線カーボンアーク燈式耐光試験機
- JIS B 7752** 紫外線カーボンアーク燈式耐候性試験機
- JIS B 7753** サンシャインカーボンアーク燈式耐候性試験機
- JIS B 7754** キセノンアーク燈式耐光性及び耐候性試験機
- JIS K 0115** 吸光光度分析のための通則
- JIS K 0117** 赤外分光分析方法通則
- JIS K 6900** プラスチック用語
- JIS Z 8722** 物体色の測定方法

関連規格 **JIS K 0501** 化学標準物質通則

JIS Z 8203 国際単位系 (SI) 及びその使い方

2. **用語の意味** この規格で用いる主な用語の意味は、**JIS K 6900**（プラスチック用語）による。

3. **種類** 標準試験片の種類は、**表 1** のとおりとする。

表 1 標準試験片の種類

種類	記号	特徴
着色ポリメタクリル酸メチル標準試験片	SR-LS-PMMA	光の照射による染料の退色の度合いから照射エネルギーを相対的に求めるもので、照射時間 10～40 時間の範囲で利用できる。 スプレーを行う場合は、使用できない。
ポリエチレンフィルム標準試験片	SR-LS-PE	光の照射による酸化反応によって生成されるカルボニル基の量から照射エネルギーを相対的に求めるもので、照射時間 40～200 時間の範囲で利用できる。

4. 組成・材料及び作製方法

4.1 組成・材料

4.1.1 着色ポリメタクリル酸メチル標準試験片（以下、SR-LS-PMMA という。）の組成 SR-LS-PMMA の組成は、メタクリル酸メチルモノマーに、染料としてソルベントイエロー33（カラーインデックス 47000）を質量比で $0.002 \pm 0.000 \ 05\%$ 、紫外線吸収剤として 2-（2'-ヒドロキシ-5'-メチルフェニル）ベンゾトリアゾールを質量比で $0.010 \pm 0.000 \ 5\%$ 、開始剤としてアゾビスイソブチロニトリルを質量比で $0.010 \pm 0.000 \ 5\%$ 及びはく離剤としてステアリン酸を質量比で $0.35 \pm 0.05\%$ 含むものとする。

4.1.2 ポリエチレンフィルム標準試験片（以下、SR-LS-PE という。）の材料 SR-LS-PE の材料は、トランスビニレン基（波数 965cm^{-1} ）を含む高密度ポリエチレンで、 965cm^{-1} の吸光度と $2 \ 030\text{cm}^{-1}$ の吸光度の比が 1.0～1.3 であり、メルトフローレートは、10 分当たり 0.2～0.4g、密度は、 $950 \sim 965\text{kg/m}^3$ ($0.950 \sim 0.965\text{g/cm}^3$) とする。

4.2 作製方法

4.2.1 SR-LS-PMMA SR-LS-PMMA は、注型法によって、次の手順で作製する。

- (1) 4.1.1 の組成の混合物を、表 2 に規定の厚さが得られるような 2 枚の平行な磨き強化板ガラスの間に注入する。
- (2) 80℃で 8 時間重合する。次いで 120℃で 1 時間硬化した後、ガラス板を外す。
- (3) 表面を保護するために、マスキングを行う。
- (4) 規定の寸法に切削する。
- (5) 温度 $23 \pm 2^\circ\text{C}$ 、相対湿度 $50 \pm 5\%$ の暗所で 30 日以上状態調節する。

4.2.2 SR-LS-PE SR-LS-PE は、圧縮成形法によって、次の手順で作製する。

- (1) 4.1.2 の材料を表面温度 150～170℃に設定した 2 本ロールで、5 分間混練り後、0.4～0.5 g の小片に裁断する。
- (2) 表面温度が 160～180℃の加熱用圧縮成形機で 90 秒間予熱した後、40 秒間圧縮を行い、次いで表面温度が 30～40℃の冷却用圧縮成形機で 120 秒間冷却し、 $50 \times 40 \times 0.2\text{mm}$ のプレスシートを成形する。更にもう一度この操作を行い、表 2 に規定の厚さのプレスシートを作製する。
- (3) 規定の寸法に裁断する。

5. 標準試験片の寸法 標準試験片の寸法は、表 2 のとおりとする。

表 2 標準試験片の寸法

記号	長さ	幅	単位 mm
			厚さ
SR-LS-PMMA	50±1	30±1	3.0 ±0.1
SR-LS-PE	38±2	35±1	0.20±0.02

6. 標準試験片の照射前の品質 標準試験片の照射前の品質は、次のとおりとする。

- (1) SR-LS-PMMA ロット内のばらつきは、420nm 近辺のピークの透過率で、範囲（最大値－最小値）が 0.03 以下であること。
- (2) SR-LS-PE $1\,715\text{cm}^{-1}$ と $2\,030\text{cm}^{-1}$ の吸光度比 (A_{1715}/A_{2030}) が 0.05 以下であること。

7. 標準試験片の特性値を確定する方法

7.1 特性値を確定する機関 特性値を確定する機関は、国公立研究機関、公的検査機関又はこれに準じる機関 5 か所以上とする。

7.2 サンプルング ロットを代表できるように無作為に必要個数の標準試験片を抜き取る。

7.3 標準試験片の数 標準試験片の数は、1 台の試験機について 3 個以上とする。

7.4 耐光（候）試験機の運転条件 耐光（候）試験機の運転条件は、表 3 のとおりとする。

表 3 耐光（候）試験機の運転条件

項目	紫外線カーボン アーク灯式耐光 試験機	紫外線カーボン アーク灯式耐候 性試験機	サンシャインカー ボンアーク灯式耐 候性試験機	キセノンアーク 灯式耐光（候） 性試験機
放電電流 (A)	15～17	15～17	58～62	—
放電電圧 (V)	125～145	125～145	48～52	—
ブラックパネル 温度 (°C)	63±3	63±3	63±3	63±3
機内湿度 (%RH)	50±5	50±5	50±5	50±5
グローブ又はフ ィルターの使用 時間	新品を使用する。		2 枚が 0 時間 2 枚が 500 時間 2 枚が 1 000 時間 2 枚が 1 500 時間	新品を使用する。
試料回転枠の状態	空白がないように白厚紙などで試料枠を満たしておく。			
スプレー	スプレーは行わない。			

7.5 標準試験片の取付方法及び位置

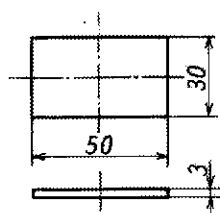
7.5.1 SR-LS-PMMA の場合 SR-LS-PMMA の場合は、[図 1(a)] の標準試験片を [図 1(b)] の補助ホルダに取り付け、この補助ホルダを図 2 の試料ホルダに取り付ける。

7.5.2 SR-LS-PE の場合 SR-LS-PE の場合は、[図 1(c)] の標準試験片を挟んだマウントを [図 1(d)] の補助ホルダに取り付け、この補助ホルダを図 2 の試料ホルダに取り付ける。

図1 標準試験片の補助ホルダへの取付方法の一例

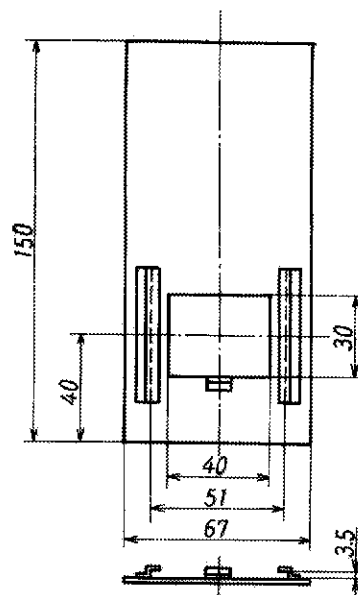
単位 mm

(a) SR-LS-PMMA の寸法



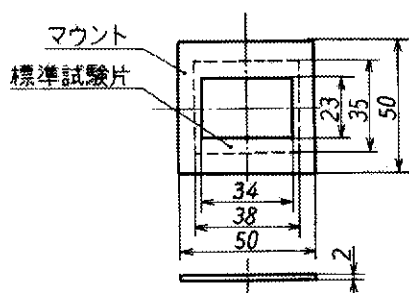
(b) SR-LS-PMMA 用補助ホルダ

(材質：厚さ 1 mm のアルミニウム)



(c) SR-LS-PE 及び マウントの寸法

(マウントの材質：プラスチック)



(d) マウント付き SR-LS-PE 用補助ホルダ

(材質：厚さ 1 mm のアルミニウム)

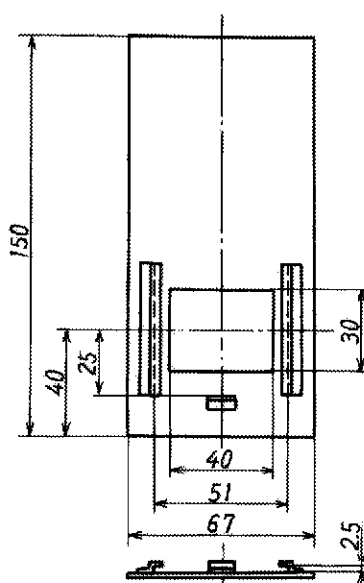
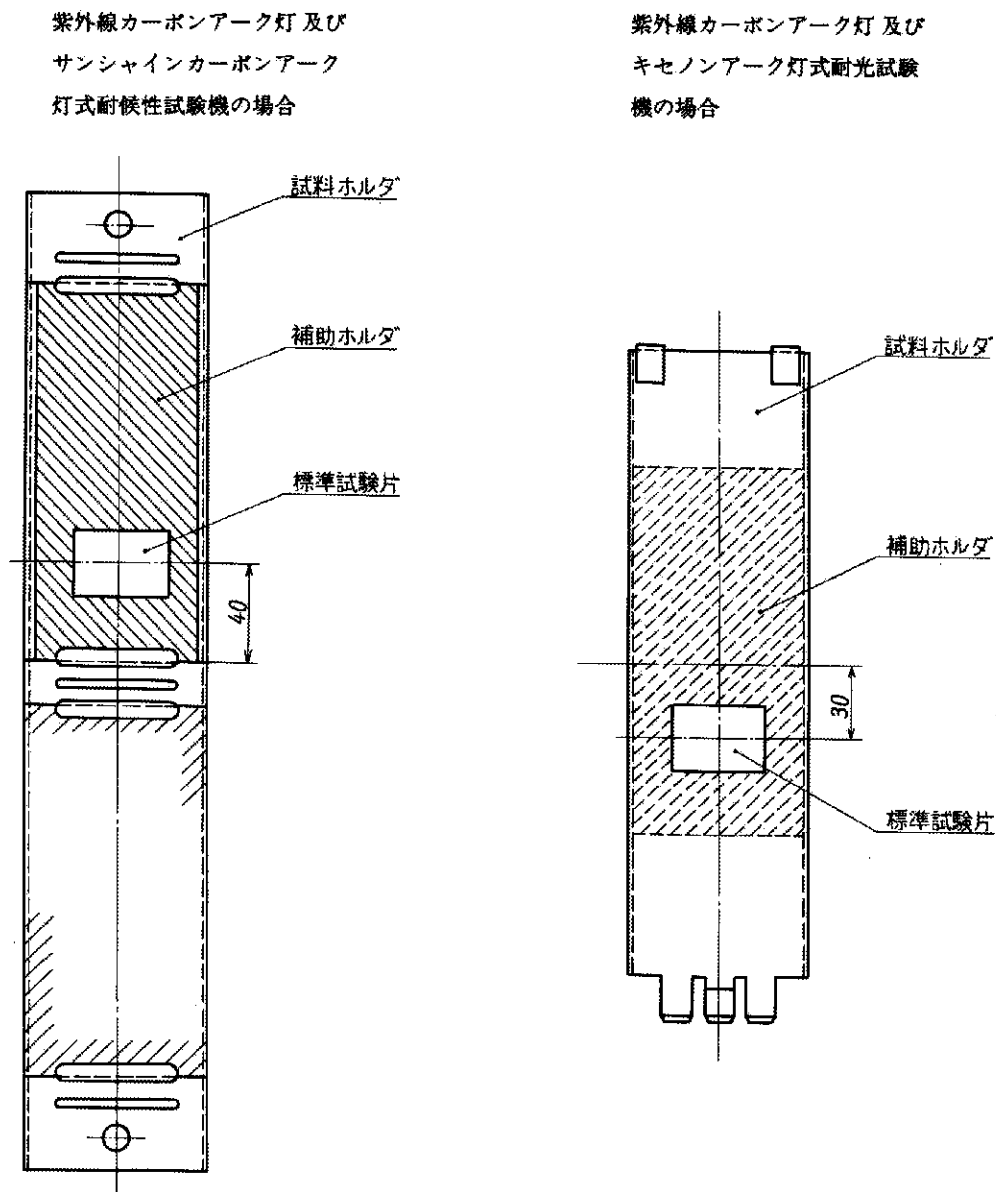


図2 試料ホルダへの補助ホルダの取付位置

単位 mm



7.6 照射時間 照射時間は、次のとおりとする。

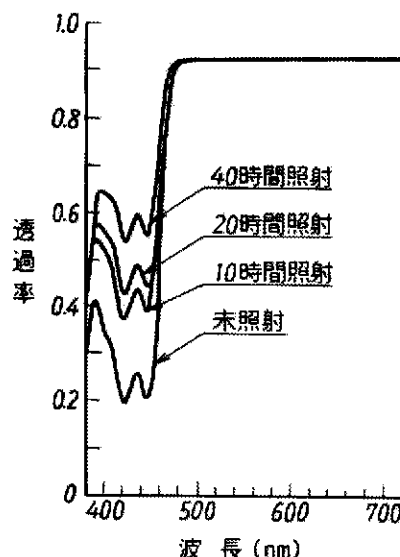
- (1) SR-LS-PMMA は、20 時間とする。
- (2) SR-LS-PE は、60 時間とする。

7.7 標準試験片の分光測定方法

7.7.1 SR-LS-PMMA の測定方法

- (1) **SR-LS-PMMA の測定原理** SR-LS-PMMA は、光の照射によって図3に示すように吸収スペクトルが変化する。420nm 近くの吸収は、光の照射によって吸収のピーク位置は変化せず、吸光度だけが変化する。この吸光度と照射時間（照射エネルギー）の間に相関があり、これを利用して照射エネルギーを相対的に比較することができる。

図3 SR-LS-PMMA の吸収スペクトル (一例)



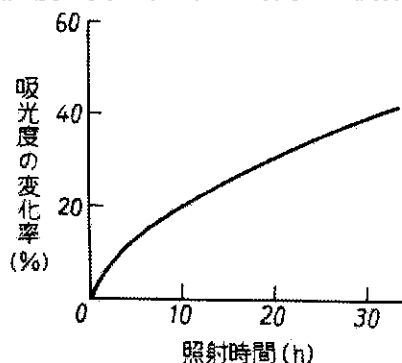
- (2) **測定装置** 測定装置は、JIS K 0115 (吸光光度分析のための通則) に規定する分光光度計を用いる。
また、JIS Z 8722 (物体色の測定方法) に規定する分光光度計も用いることができる。
- (3) **測定方法** 照射前及び規定時間照射後の 420nm 近辺のピークの透過率又は吸光度を波長幅 5nm 以下で測定する。
- (4) **計算方法** 吸光度の変化率は、次の式(1)によって算出する。

$$A_c = \frac{\log(1/T_0) - \log(1/T_t)}{\log(1/T_0)} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

ここに、
 A_c : 吸光度の変化率 (%)
 T_0 : 照射前の透過率
 T_t : t 時間照射後の透過率
 $\log(1/T_0)$: 照射前の吸光度
 $\log(1/T_t)$: t 時間照射後の吸光度

- (5) **吸光度の変化率と照射時間** 吸光度の変化率と照射時間との関係は、図4のとおりである。

図4 吸光度の変化率と照射時間との関係 (一例)

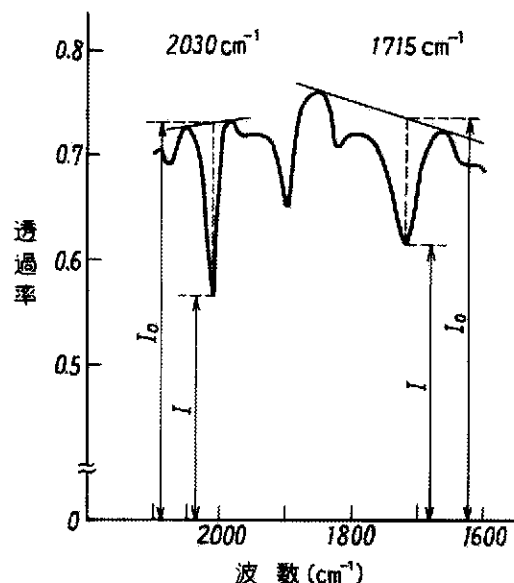


7.7.2 SR-LS-PE の測定方法

- (1) **SR-LS-PE の測定原理** ポリエチレン分子に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が生成される。SR-LS-PE の赤外吸収スペクトルを示すと図5のようになり、照射時間 (照射エネルギー) の増加とともに、カルボニル基の量は

多くなる。このカルボニル基生成量と照射時間（照射エネルギー）の間に相関があり、これを利用して照射エネルギーを相対的に比較することができる。

図 5 SR-LS-PE の赤外吸収スペクトル（一例）



- (2) **測定装置** 測定装置は、JIS K 0117（赤外分光分析方法通則）に規定する赤外分光光度計を用いる。
- (3) **測定方法** 照射後の赤外吸収スペクトルを $2\,200\text{cm}^{-1}$ から $1\,600\text{cm}^{-1}$ の範囲で測定する。この場合、走査速度は、定量分析用を使用する。
- (4) **計算方法** 照射後の赤外吸収スペクトルの $1\,715\text{cm}^{-1}$ 近辺のカルボニル基及び $2\,030\text{cm}^{-1}$ のメチレン基の吸光度を求め、次の式(2)によってカルボニル基の吸光度比を求める。

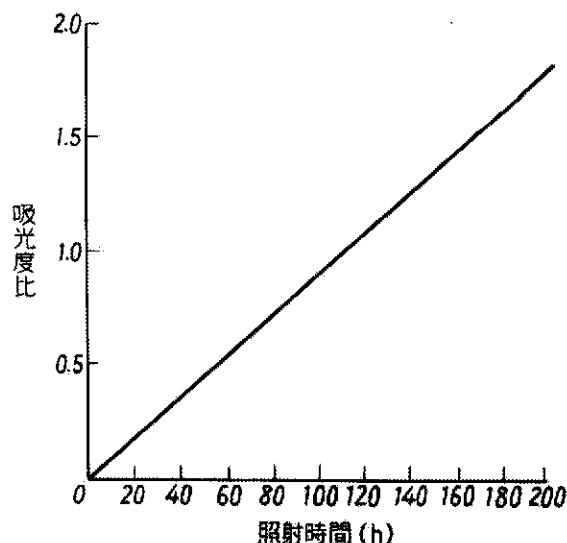
$$A_r = \frac{A_{1715}}{A_{2030}} \dots\dots\dots (2)$$

ここに、 A_r : 吸光度比
 A_{1715} : $1\,715\text{cm}^{-1}$ における吸光度 $[\log(I_0/I)]$
 A_{2030} : $2\,030\text{cm}^{-1}$ における吸光度 $[\log(I_0/I)]$
 I_0 : それぞれの波数のベースライン法による透過率（図 5 参照）
 I : それぞれの波数のピークの透過率（図 5 参照）

備考 $2\,030\text{cm}^{-1}$ の吸収を内部基準として使用するのには、赤外分光光度計間の誤差を補正する効果がある。

- (5) **吸光度比と照射時間** 吸光度比と照射時間との関係は、図 6 のとおりである。

図6 吸光度比と照射時間との関係（一例）



7.8 標準試験片の特性値 標準試験片に表示する特性値のまとめ方は、7.1 に規定する機関の結果から少なくとも5機関の総平均値、標準偏差及び95%信頼限界を求める。

8. 表示 標準試験片に関する表示事項は、次のとおりとし、表示は成績書によって行ってもよい。

- (1) 標準試験片の種類
- (2) 特性値確定機関名
- (3) 測定機関名及び使用分光光度計名
- (4) 特性値（試験機の種類、総平均値、標準偏差及び95%信頼限界）
- (5) 製作ロット番号
- (6) 供給者名
- (7) 検定機関及び検定年月
- (8) 保管方法及び有効期間
- (9) その他必要とする事項

附属書 標準試験片の利用方法

1. 耐光（候）試験機の照射エネルギーの校正に利用する方法 耐光（候）試験機の照射エネルギーの校正は、一例として、次のような利用方法がある。

- (1) 本体 7.標準試験片の特性値を確定する方法に規定された条件で標準試験片を照射し、測定した吸光度の変化率（SR-LS-PMMA の場合）又は吸光度比（SR-LS-PE の場合）が標準試験片に表示されている特性値の範囲内にある場合は、正常に運転されているとみなせる。
- (2) 標準試験片に表示されている特性値の範囲内でない場合は、当該試験機⁽¹⁾の次の項目について点検し、調整する。
 - (a) 放電電流及び放電電圧
 - (b) カーボンの残長
 - (c) ブラックパネル温度計、機内温度及び湿度の調整状況
 - (d) グローブの損傷の有無
 - (e) グローブ又はフィルターの使用時間

注⁽¹⁾ 本体1.の注⁽¹⁾を参照。

- (3) 点検調整後、再度標準試験片を照射し、特性値の範囲内にあることを確認する。
- (4) 正常な運転条件で繰り返し行った試験の結果が特性値の範囲内でない場合、当該試験機の照射条件の係数を求めるために、一例として SR-LS-PE の場合、次のような方法がある。当該試験機によって 30 時間、60 時間、90 時間、120 時間の照射を行い、照射時間と吸光度比 (A_r) との間に直線関係が得られたときは、当該試験機の照射条件の係数として、次の値を校正に利用することができる。

$$\text{当該試験機の係数} = \frac{\text{当該試験機による標準試験片の } A_r \text{ の値}}{\text{値付けされた標準試験片の } A_r \text{ の値}}$$

2. 試料と同時に照射又は暴露する方法 当事者間の協定によって、材料、製品などの耐光（候）試験機による試験及び屋外暴露試験を行うとき、試料と同時に標準試験片を照射又は暴露し、その結果によって照射エネルギーを相対的に比較するか、参考値として記録する次のような利用方法がある。

(1) SR-LS-PE を使用する場合

- (a) **耐光（候）試験機による試験** 標準試験片を試料と同時にブラックパネル温度 $63 \pm 3^\circ\text{C}$ で 40～200 時間照射する。次に新しい標準試験片に取り替えて試料と同時に照射する。この照射を試料の照射終了まで繰り返す。それぞれの標準試験片の吸光度比を測定する。試料の照射終了までの各標準試験片の吸光度比の合計値が、その試料の照射された条件の指標となる。ただし、光源の種類が異なる耐光（候）試験機間での相互の比較はできない。これは、光源の種類によって吸光度比の変化挙動が異なるためである。
 - (b) **屋外暴露試験で試料と同時に暴露するとき** 標準試験片を試料と同時に 1 か月暴露し、次に新しい標準試験片に取り替えて、引き続き試料と同時に暴露する。この暴露を試料の暴露終了まで繰り返す。それぞれの標準試験片の吸光度比を測定する。試料の暴露終了までの各標準試験片の吸光度比の合計値が、その試料の暴露された条件の指標となる。
- (2) SR-LS-PMMA を耐光（候）試験機に使用する場合** あらかじめ、照射時間と吸光度の変化率 (A_c) との関係を保っておくことによって、(1)(a)と同様に 10～40 時間単位で耐光試験機による試験に利用で

きる。ただし、スプレーを使用する試験には利用できない。

耐光（候）試験機の照射エネルギー校正用標準試験片工業標準新規原案作成委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	代 田 忠	代田技術事務所
	渡 辺 寧	工業技術院繊維高分子材料研究所
	吉 川 喜 治	工業技術院繊維高分子材料研究所
	中 軸 美智雄	通商産業省基礎産業局化学製品課
	庄 司 隆 一	工業技術院標準部繊維化学規格課
	山 田 次 雄	工業技術院標準部繊維化学規格課
	峰 松 陽 一	芝浦工業大学工学部化学工学科
	大 出 譲	財団法人日本プラスチック検査協会
	須 賀 菊	スガ試験機株式会社
	矢木橋 清	株式会社東洋精機製作所
	青 山 武 生	日本石油化学株式会社
	長 井 晴 夫	協和ガス化学工業株式会社
	萩 原 義太郎	大日精化工業株式会社
	風 間 元 臣	三菱樹脂株式会社
	吉 田 実	アキレス株式会社
	飯 塚 基 樹	チッソ石油化学株式会社
	平 井 智	シーアイ化成株式会社
	堀 内 幸 一	住友ベークライト株式会社
	宮 本 金 三	日本プラスチック工業連盟
	村 越 康	財団法人日本ウェザリングテストセンター
	鹿 毛 紀久雄	プラスチック標準試験方法研究会
	新 鍋 秀 文	プラスチック標準試験方法研究会