

促進耐候(光)性試験の歴史と発展(15)

前号より続く

須賀 茂雄
木村 哲也

(3-3) シャープカットガラスフィルタ

キセノンランプは、太陽光に含まれない紫外部から赤外部までの光を放出する。太陽光に近似した分光放射照度を得るため種々のガラスフィルタが使用される。ガラスの定義はいろいろあるが、ASTMでは「ガラスとは溶融体を冷却して、その間に結晶を晶出することなく、固化することのできる無機質」と定義している。ガラスの分類は、組成、製法、用途、色、形状などにより異なるので、論理的に一貫した立場からは不可能であるが、組成上からは下記のように分類される。

①珪酸塩ガラス(Silicate glass)

古くから知られている珪酸塩を主成分とするガラスで、含まれる物質により下記のように分類される。

- a. 珪酸ガラス(Silicaglass): SiO_2 のみを主成分とする。
溶融石英ガラス(Fused quartz glass)
- b. 珪酸アルカリガラス(Alkali silicate glass):
水ガラス
- c. 鉛アルカリガラス(Lead-alkali glass):
フリントガラス、クリスタルガラス
- d. ソーダ石灰ガラス(Soda-lime glass):
クラウンガラス、板ガラス、瓶ガラス
- e. カリ石灰ガラス(Potash-lime glass):
ボヘミアン・クリスタルガラス
- f. バリウムガラス(Barium silicate glass):
バリウムフリントガラス、無アルカリバリウムガラス

②硼珪酸ガラス(Borosilicate glass)

酸性成分として B_2O_3 及び SiO_2 を有するガラス。酸性成分として普通はアルカリ及び多少の Al_2O_3 を含む。 B_2O_3 は低膨張性、化学的耐久性、耐熱性等に顕著な効果を発揮するので理學用・医療用・プラント用として多く用いられる。

③磷酸塩ガラス(Phosphate glass)

B_2O_3 または SiO_2 とともにかなりの量の P_2O_5 を酸性成分として含有するガラスで、適当量のアルカリ及びアルカリ土類酸化物を導入した特殊ガラス。その大部分は R_2O 、 RO 、 R_2O_3 等で修飾された硼磷酸ガラス(Borophosphate glass)で光学ガラス、フィルタ、特殊管球ガラス等に応用される。

キセノン促進耐候(光)性試験機に用いられるフィルタには種々あるが主に用いられるガラスフィルタは硼珪酸ガラスを用いたものが多い。又、太陽の分光放射照度と近似させるため短波長側を遮断するシャープカットフィルタが用いられることが多い。シャープカットフィルタは、JIS B 7113 写真撮影用シャープカットガラスフィルタに規定されていたように、ある波長以下の光はできるだけ遮断し、これより長波長の光はなるべく完全に透過させるものとして、図14に示すように波長傾斜幅($\Delta\lambda$:分光透過率が72%と5%になる波長幅)、透過限界波長(λ_T :波長傾斜幅の中心に相当する波長)、高透過域の透過率(T_H :高透過限界波長から800nmまでの高透過率における透過率の平均)、吸収域の透過率(T_A :吸収限界波長より30nm以上短い波長の吸収域における透過率)が規定されていて、キセノンランプに用いるフィルタもこの規格に準じている。特に自然昼光(太陽光)の屋外光と室内光の分光放射照度に合わせるため、波長295nm、275nm、320nm、350nmで立ち上がるフィルタが多く用いられる。その分光透過率を図15に示す。

図14 シャープカットフィルタの透過限界

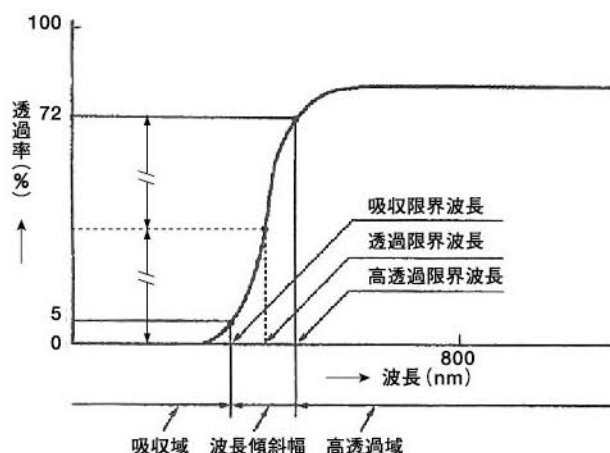
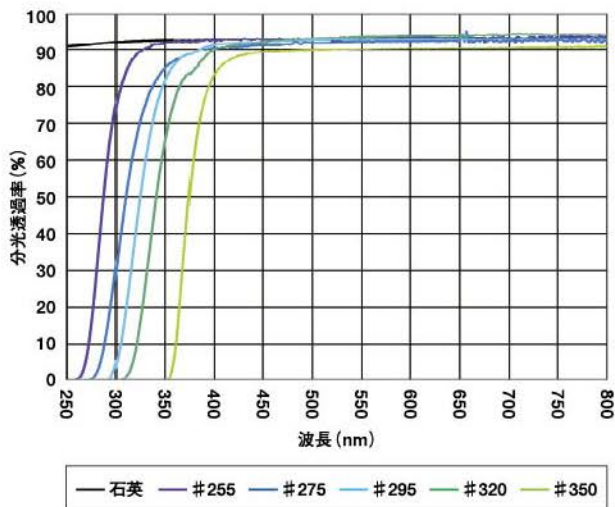
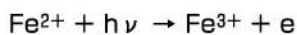


図15 促進耐候(光)性試験機に用いられるフィルタの分光透過率



ガラスは、紫外線を受けるとソラリゼーションと呼ばれる短波長側の透過率が減少する性質がある。特にガラス中に含まれるFeOが紫外線により次のように変化することによる影響が大きい。



$h\nu$: 光量子

h : プランク定数

ν : 光の振動数

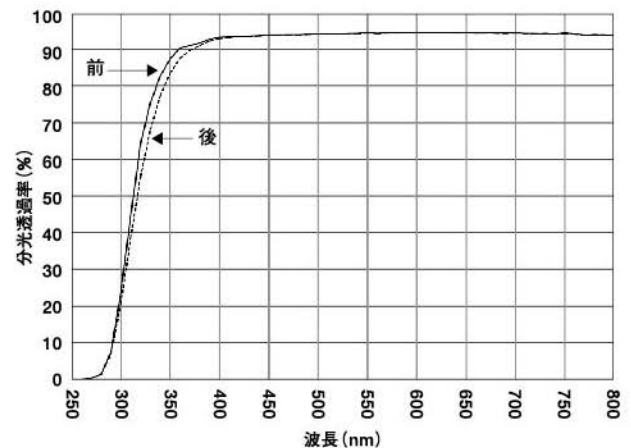
e : 電子

ガラス中に含まれるFeOがFe₂O₃に変化することにより、300nm近辺の波長域で吸収が起り、立ち上がり波長が長波長側にシフトし、紫外部の透過率が減少する。図16にソラリゼーション前後のガラスの分光透過率のグラフを示す。鉄以外にもTi、As、Sb、Mn、Ce等ガラス中に含まれる元素の場合に生じる化学反応で、この変色は可逆的であるという。

ガラスの紫外線透過率(立ち上がり波長)については、古くからCrookes、Starkie、Turner、Fritz-Schmidt、Gehlhoff、Thomas、杉江、不破、Coblentz、Stairなど多くの人が研究している。ガラスに含まれている元素の内、紫外線透過に有害な成分は次のようにいわれている。

- ①Na₂O、K₂O又は炭素の影響は少ない。
- ②MgO、CaO、ZnO、BaOも影響は少ない。
- ③Al₂O₃、As₂O₃はいくぶん害作用をする。
- ④PbO、Sb₂Oはかなり影響する。
- ⑤TiO₂、FeO₃、V₂O₅、CeOは強く害作用をする。

図16 シャープカットフィルタのソラリゼーション



Crookesは酸化鉄の内、Fe₂O₃は紫外線透過に有害であり、FeOは影響が少ないことを研究した。StarkieとTurnerはFe₂O₃→FeOになる還元作用の研究を行い紫外線透過の実験を行った。その結果を表2及び図17に示す。3価の鉄イオンが少ないほど紫外部の立ち上がり波長が早く、赤外部の透過率も良いことが分かる。

(3-4) 赤外遮断ガラスフィルタ

キセノンアークランプは図3(スガテクニカルニュース No.224、P14参照)に示すように、赤外部に多大なエネルギーを発生する。このため赤外部のエネルギーを受け、試験片の温度が上がるので、試験片が受ける光源からの熱の影響を減じるために用いるのが赤外遮断フィルタである。ガラス素材に添加物を加えて作る場合には、通常燐酸塩ガラスにFeOを添加し、可視部を吸収することなく、赤外部のみを吸収させる目的で製品化されている。図18にその分光透過率を示す。近年は、蒸着技術の発展によりガラス表面に蒸着膜を形成し、赤外部の分光透過率を選択吸収する方法もある。その一例を図19に示す。

表2 還元熔融によるFeOの量 (Starkie及びTurner)

名称	全鉄分 (Fe ₂ O ₃ として)	FeO	(Fe/全Fe ₂ O ₃)×100
P/129	0.005	diff	diff
P/130	0.008	diff	diff
P/131	0.010	diff	diff
P/132	0.015	diff	diff
P/133	0.035	diff	diff
P/134	0.060	0.040	67
P/135	0.095	0.082	86
P/136	0.190	0.160	84
P/137	0.500	0.450	90
P/138	0.800	0.720	90
P/139	1.000	0.890	89

diff : 分析困難

図17 ガラスの鉄分による紫外線透過限界

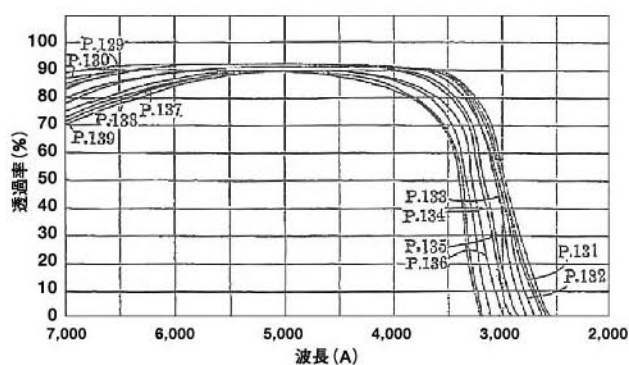


図18 ガラス素材の赤外遮断フィルタの分光透過率

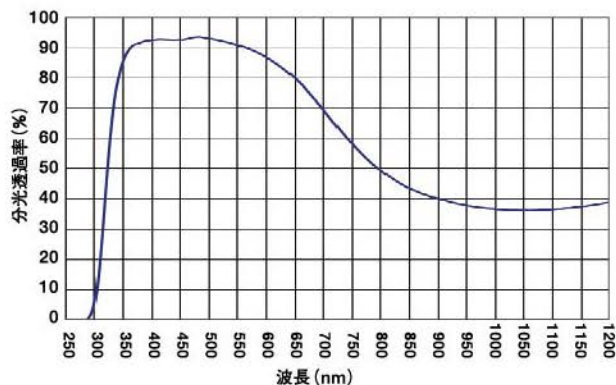
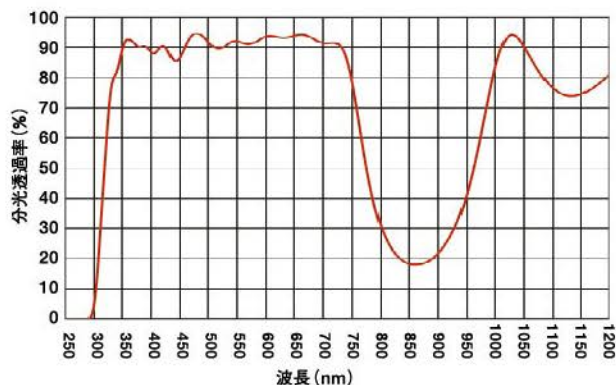


図19 蒸着膜加工の赤外遮断フィルタの分光透過率



(4) 分光放射照度

スガテクニカルニュースNo.215で紹介したように、世界の各地で受ける屋外の太陽エネルギー量は異なり、それによって物質の劣化具合は異なる。年毎の違い、季節の違い、1日の時間変化、温湿度・降雨量・雲の発生や大気の状態により同じ地域でも受ける太陽エネルギーは、その分光放射照度・放射露光量は異なる。又、屋外で 사용되는ものと屋内で使用されるものでは、受ける光のエネルギーは、その分光放射照度・放射露光量は大きく異なる。自然条件下の物質の劣化・経時変化を促進耐候(光)性試験機で短時間に再現するため、光源の分光放射照度分布や試験中の放射露光量の管理は極めて重要である。そのため、試験目的に応じて、キセノンランプ・フィルタを選択することにより、試験目的にあった分光放射照度・放射露光量を選択している。

(5) 放射照度の測定方法

放射照度の測定方法には、①分光器による方法(分光放射照度を測定)と②放射照度計による方法(フィルタ式:ある波長域の放射照度を測定)がある。

①分光器による方法は、光源のエネルギーを回折格子やプリズムなどの分散素子を用いて、分光して各波長毎の分光放射照度を測定するものである。分光方式には、2つの方式があり、一つは図20に示すように従来から行われている「モノクロメータ」方式と呼ばれる方式である。これは入射スリット・回折格子やプリズムなどの分散素子・分散素子を機械的に駆動する波長走査機構及び出射スリット・検出器等で構成される測定光を単色光にして、波長に同期させて分光放射照度を測定する方式である。検出器は高感度のフォトマル(Photomultiplier光電子増倍管)やフォトダイオード等が用いられ、通過帯域の高分解度精密走査が要求される分光放射測定システムに用いられる。また、分散素子を2ケまたは3ケ使用して分光波長幅をさらに狭くして波長精度を上げたダブルモノクロ方式、トリプルモノクロ方式もある。これに対してもう一つの方式は、図21に示すように、「ポリクロメータ」方式である。入射スリットだけで出射スリットがなく、回折格子などで分散したスペクトルの焦点面で分散された光を一瞬に測定する。検出器としては、アレイ状のMCD(Multi Channel Detector)、フォトダイオードアレー

図20 モノクロ式分光器の構造

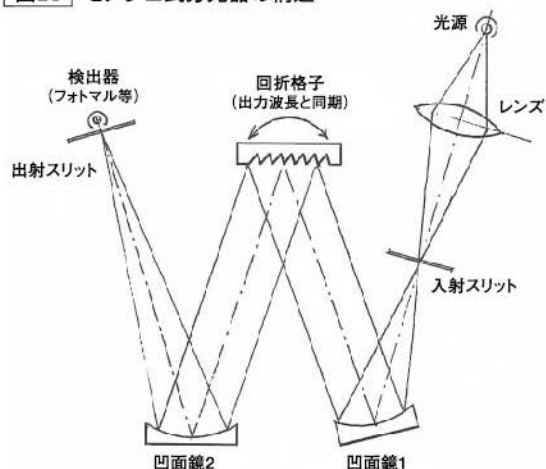
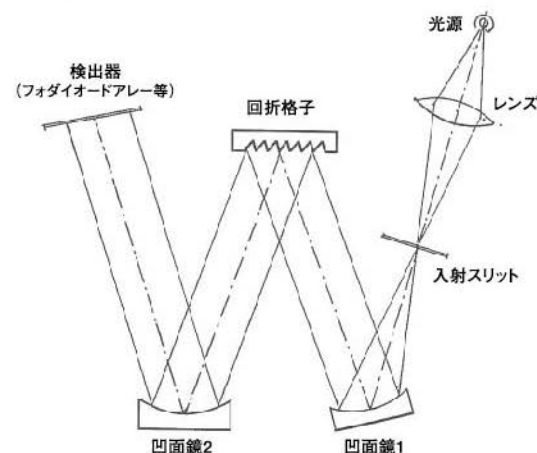


図21 ポリクロ式分光器の構造



(Photodiode Array)やCCD (Charge Coupled Device Image Sensor:電荷結合素子)が用いられ、機械的波長走査の必要ない分光放射システムである。一般にポリクロメータ方式放射測定システムは分光放射照度及びその経時変化については極めて有益な情報を取り扱い容易でリアルタイムに得られる特徴を持っており、その分光精度も高くなってきているので、多くの分野で使用されてきている。ただ、紫外部の測定精度はモノクロメータ方式より低く、特に光学系の汚れによる迷光や積分球の白色塗膜の汚れが測定値に影響するので、その管理には注意しなくてはならない。

測定光の分光測光器への導入方法についてはJIS Z 8724 色の測定方法—光源色に下記の3方式が記載されている。

a. 光源の光を積分球に入射させ、積分球からの拡散光を分光測光器へ導入する方法 (図22)

b. 光源の光を硫酸バリウム又はPTFE (Poly Tetra Fluoro Ethylene ポリテトラフロロエチレン) 粉末を圧着した拡散反射面に垂直に当て、その拡散反射面の法線から45°の拡散反射光を分光測光器へ導入する方法 (図23)

c. 光源の光を乳白ガラス、乳白アクリル拡散板、又は粒度#100～#220の研磨材で、片面又は両面を砂ずりしたガラス板などの拡散透過面に垂直に入射させ、その拡散透過光を分光測光器へ導入する方法 (図24)。

それ以外に石英製のファイバーで直接入射させることも行われている。

図22 測定光の分光測光器への導入条件 a

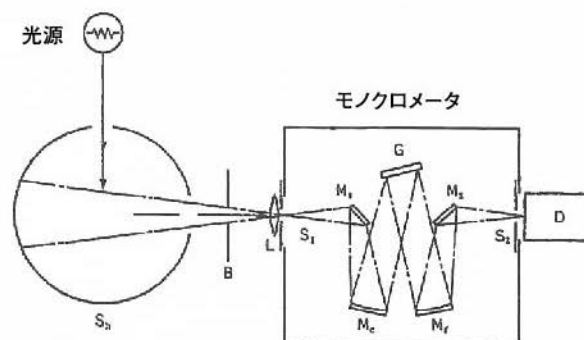


図23 測定光の分光測光器への導入条件 b

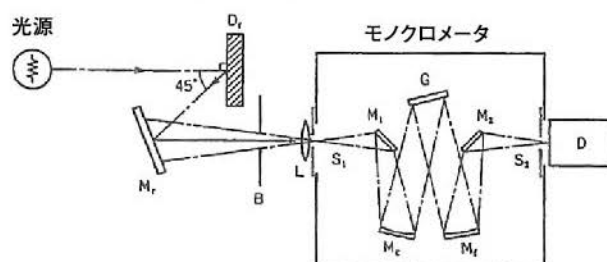
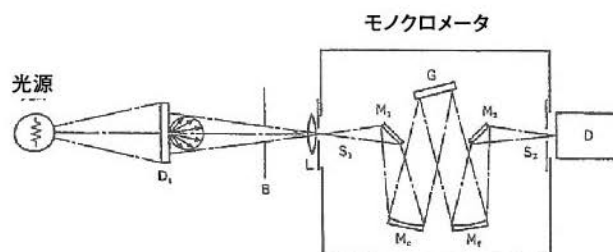


図24 測定光の分光測光器への導入条件 c

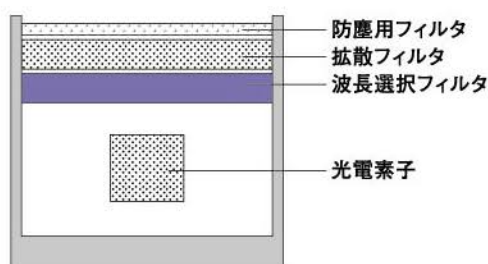


Sh:積分球 B:遮光絞り G:回折格子 S₁,S₂:入、出射スリット
M₁,M₂:平面ミラー Mc:コリメタミラー Mf:フォーカシングミラー
D:放射検出器 L:フィードレンズ Dr:拡散反射面 Mr:平面ミラー
Dt:拡散透過面

分光測定する放射の入射パワーの強度が十分な場合は、一般に、入射光の配光状態の等価性、偏光解消能力などからみて、条件aで入射を与えた時が最も正確な結果が期待でき、条件b、cの順に誤差が増す。逆に入射パワーの強度が十分でない場合、拡散反射面を使用した条件bの方が有利である。石英ファイバーで直接入射させる場合は光ファイバー束の入射端への光の入射角によって、入射スリットへの照明条件が変わる可能性があるので注意する必要がある。分光放射照度を測定する測定器は、分光室は密閉構造でほこり等が入りにくい構造になっているが、放射照度計に比べて構造が複雑なので、光学系の管理、積分球或いは拡散板の汚れ等には十分注意をする必要がある。

②放射照度計による方法には、波長選択性のない放射計と選択性のある放射計があり、波長選択性のない放射計は白黒のサーモパイルを受感部に用いて、305～2800 nmの波長範囲の放射照度を一括して測定する構造で、通常屋外の放射照度測定に用いられる。波長選択性のある照度計は、図25のような構造で、測定波長域の範囲で、狭帯域タイプ(測定波長半値幅 <20nm)・広帯域タイプ(半値幅20～70nm)・超広帯域タイプ(半値幅>70nm)に分類される。一般に促進耐候(光)性試験機の試験中の放射照度を測定するのに用いられるのはJIS K 7363 プラスチック—耐候性試験における放射露光量の機器測定—通則及び基本的測定方法や、JIS C 1613 メタルハライドランプ方式試験機用高エネルギー紫外放射照度計等に記載されているように、波長選択性のあるフィルタ式放射計が使用されることが多く、促進耐候(光)性試験に影響の大きい紫外部(300～400nm)の放射照度を測定し、屋外との相関に役立てている。

図25 波長選択性のある放射照度計の構造



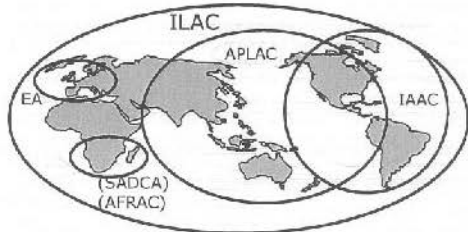
(6) 放射照度計の校正方法

JIS K 7363 プラスチック—耐候性試験における放射露光量の機器測定—通則及び基本的測定方法には「放射照度計の校正は測定しようとする波長範囲をもつ分光放射計並びに測定光源と同じ光源を用い、置換法によって行う。またこの校正手順に用いる分光放射計は、国家標準にトレーサブルな標準放射源を基準にして校正する。」と記載されている。日本における分光放射照度の標準は、産業技術総合研究所が保有する分光放射輝度照度測定装置である。JCSS (Japan Calibration Service System) の対象となる校正の源である国家計量標準(一次標準:特定標準器等又は特定標準物質)は計量法に従い、産業界のニーズや計量標準供給体制の整備状況等に基づき経済産業大臣が指定している。国家計量標準機関としては、独立行政法人産業技術総合研究所(計量標準総合センター: NMIJ: National Metrology Institute of Japan)が大半の量を担い、情報通信研究機構(NICT: National Institute of Information and Communication Technology)、日本電気計器検定所(JEMIC: Japan Electric Meters Inspection Corporation)、化学物質評価研究機構(CERJ: Chemicals Evaluation Research Institute)、日本品質保証機構(JQA: Japan Quality Assurance Organization)の4機関が経済産業大臣から、指定された特定標準器等又は特定標準物質を用い、登録事業者に対し計量標準の供給(校正等)を行っている。1993年11月計量法の改正が行われ、JCSS認定制度が発足、校正機関の認定が開始され、認定基準として国際規格が導入され、校正事業書認定制度がスタートした。計量法の目的は、第1条にも規定されているように、「計量の基準を定め、適正な計量の実施を確保し、もって経済の発展及び文化の向上に寄与する」ことを目的にしている。国家計量標準にたいしてトレーサビリティが確保されており、ISO/IEC 17025 (General requirements for the competence of testing and calibration laboratories) の要求事項に適合した校正機関を認定(登録)する制度がJCSSである。さらに、認定された校正・試験結果の受入れ促進による貿易の技術的障壁の低減と除去のための協定が世界的に調印され、輸出加盟国における国際試験所認定協力機構(ILAC: International Laboratory

Accreditation Cooperation) と称する会議体が組織され、地域機構として容認できる相互認証(MRA : Mutual Recognition Agreement) と評価手続きを備えているとしてアジア太平洋試験所認定機構 (APLAC : Asia Pacific Laboratory Accreditation Cooperation) が認められている (図26参照)。

図26 試験所認定の国際組織と地域

ILAC: 国際試験所認定協力機構
(55経済地域、66機関)
APLAC: アジア太平洋試験所認定協力機構



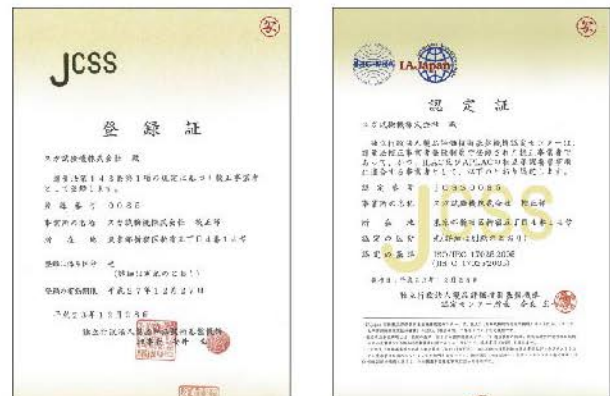
JCSSは、国際標準化機構及び国際電気標準会議が定めた校正機関に関する基準 (ISO/IEC 17025) の要求事項に適合しているかどうか審査を行い、校正事業者を登録する制度で、計量計測のトレーサビリティとは、「個々の校正が測定不確かさに寄与する、文書化された切れ目のない校正の連鎖を通して、測定結果を計量参照に関連付けることができる測定結果の性質」と定義されている。スガ試験機(株)は、分光放射照度標準光源 (タングステンランプ)、分光放射照度標準光源 (300Wショートアークキセノンランプ)、分光放射照度標準光源 (水冷7.5kWキセノンランプ) の3種のランプで、JCSSの校正事業者登録制度に登録されており、計量標準供給制度にのっとり、計量標準の供給(校正証明)が可能な指定登録機関である。分光放射照度については図27に示すように国内の標準と結びつき、又海外校正機関との相互認証に対応している。

JCSS の登録証、ILAC-MRA (国際試験所認定協力機構・相互認証) の認定証を図28に示す。

図27 分光放射照度標準電球のトレーサビリティ体系



図28 JCSS登録証・ILAC-MRA 認定証



【参考文献】

- 1) 成瀬省著昭和33年発行ガラス光学共立出版
- 2) 新訂硝子上田清・宮崎雄一郎共著昭和32年発行 産業図書
- 3) ガラスハンドブック朝倉書店
- 4) JIS B 7113 写真撮影用シャープカットガラスフィルタ
- 5) JIS K 7363 プラスチック—耐候性試験における放射露光量の機器測定—通則及び基本的測定方法
- 6) JIS C 1613 メタルハライドランプ方式試験機用高エネルギー紫外放射照度計
- 7) JIS Z 8724 色の測定方法_光源色
- 8) 独立行政法人製品評価技術基盤機構 (nite) 資料