

促進耐候(光)性試験の歴史と発展(34)

須賀茂雄
前号より続く 木村哲也

6.5 過酸化水素水スプレ

自然暴露試験結果と促進耐候性試験との相関を保ちつつ試験時間の短縮をはかるため、スプレの水質を変え、サイクル条件を選択することがいろいろ考案されてきている。その一例が、過酸化水素水スプレと紫外線照射のサイクル試験である。屋外環境での塗膜の主な劣化反応は、酸化と加水分解と言われている。酸化は大気中の酸素と光の作用、加水分解は水に触れている時間や温度・湿度に影響されると言われている。特に、塗膜中に含まれる酸化チタンの光触媒作用により促進される。この目的で、スプレ水に用いている純水を過酸化水素の希釈溶液(一例:1%)を適宜スプレすることにより試験時間の短縮を図り、促進性・近似性を高めようとする方式で、主に塗料業界で使用されている。

過酸化水素水スプレ供給装置を従来の試験機に追加することも可能である。この仕様を表 65 に示す。

表 65 過酸化水素水スプレ供給装置 SX-H₂O₂型の仕様

性能	過酸化水素水	濃度 1%(温度 25°C)
	温度制御精度	± 3°C
構成	タンク	過酸化水素水用原液タンク (濃度 35%、約 25 ℓ)
		純水タンク(約 5 ℓ)
		過酸化水素水用タンク (濃度 1%、約 18 ℓ)
		排水処理タンク(約 30 ℓ)
外形寸法	約幅 81 × 奥行 115 × 高さ 138 cm	
運転質量	約 260 kg	
設置場所	JIS Z 8703(試験場所の標準状態)の 温度 23 ± 5°C、湿度 65 ± 10%rh	

過酸化水素(水)は毒物及び劇物取締法の劇物、労働安全衛生法の危険物及び有害物で法令化されている。その性質は、強力な酸化剤・還元剤、殺菌剤、漂白剤として紙パルプ・衣料の漂白、半導体の洗浄、食品の添加物等々に使用されている。又、家庭で消毒薬として良く使用されているオキシドール(オキシフル)は過酸化水素の 3%水溶液である。

- ①飲み込まない、②皮膚に接触させない、③吸い込まない、④眼につかないようにするなどの人体に対する注意は勿論の

こと、熱源に近づけない、換気を十分に行う、特に、濃度の高い過酸化水素水の原液の取り扱いには注意が必要である。また、その廃液は多量の水で希釈して処理をする必要がある。人体及び試験片・試験機に影響を与えることがあるので十分その使用には注意しなくてはならない。過酸化水素水をスプレとして用いるときは、過酸化水素水の濃度は時間経過とともに低下するので原液の濃度はもとよりスプレ水の濃度管理も重要になる。又、過酸化水素水は、試験片の促進に大きな影響を与えるので、試験中に試験片のローテーションを行うなどの処置が必要な場合もある。

過酸化水素水に触れる試験機の部品等は、試験が終了したら十分に水洗し、過酸化水素水の影響がないように管理しなくてはならない。

7. 促進プラズマ試験機

前述 6.5 項で、過酸化水素水スプレを用いて促進耐候性試験の試験時間の短縮を図る方法とは別に、有機物の劣化がその分子のラジカル分解(崩壊:分子結合の分解と再結合)に関係することはよく知られている。プラズマとは、原子がプラスイオンと電子に電離し、電離によって生じた荷電粒子を含む気体で、自然界では、地球を取り巻く電離層、極地のオーロラ、雷現象など、人工的には各種放電ランプやドライエッチング(半導体加工の微細加工)等でいろいろな分野で応用されている。促進プラズマ試験は有機物の劣化分解がラジカル反応にかかわるという点からプラズマにより発生させた酸素ラジカルを試料に直接照射する方法により、劣化の促進性を高める方法である。促進プラズマ試験には、ダイレクトプラズマ方式とリモート(ダウンフロー)プラズマ方式があるが、ダイレクトプラズマ方式は試料をプラズマ中に直接挿入するため、分子や原子、プラスイオン、電子などが混在し、高いエネルギー状態のコントロールが難しい、試験条件の設定が難しい等の短所があるので、試験機としてはリモートプラズマ方式を採用している。リモートプラズマ方式の試験機

を写真9に、試験機の構造を図153に示す。図のようにガラス製のチャンバ内を真空にして酸素ガスを注入し高周波装置に接続された電極間でプラズマを発生させる。プラズマ内のプラズマ発生ゾーン(電極部)と照射部を分離し、発生した電子、イオン性物質などは減衰させ、中性酸素ラジカルを主体とした活性種を選択的に試料に照射する構造である。原理図を図154、発光状態を写真10に示す。写真のように、封入するガスにより発光色は異なり、酸素では微かな紫色、空気中ではピンク色にチャンバ内が発光する。

リモートプラズマの制御は、①高周波出力 ②真空度 ③ガス流量 ④電極のプラズマ発生部と試料間の距離により異なるので試料により選択する必要がある。さらにガラス製チャンバの外部より、紫外部を含む光を照射し促進性を高めることも可能である。表66に促進プラズマ試験機の仕様を示す。

エマルション系エナメル塗膜の色差と光沢変化が沖縄暴露とよい相関性と促進性を示し、酸化チタン含有量による色差の順位の相関も屋外暴露の試験結果と合致するという報告もある。

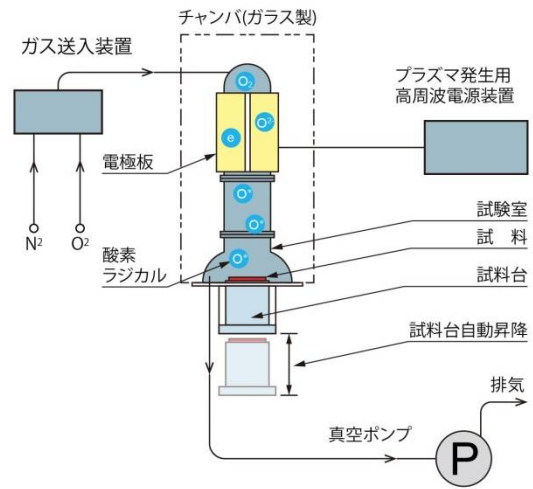


図153 試験機の構造

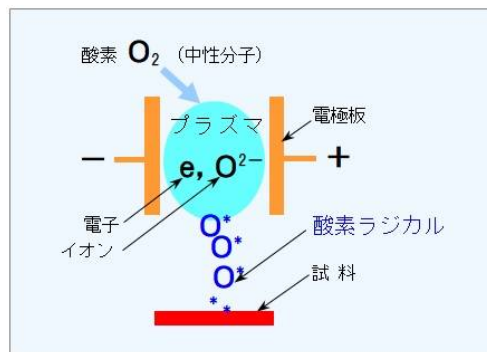
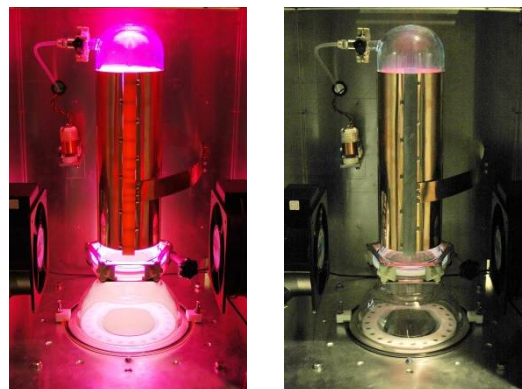


図154 試験機の原理図



写真9 リモートプラズマ方式の試験機



ガス種類	空気	酸素ガス
流量	0.3 l/min	0.3 l/min
真空度	130 Pascal	130 Pascal
高周波電力	50W	50W

写真10 プラズマの発光状態

表 66 促進プラズマ試験機の仕様

真空度	90~550 Pa
高周波出力	290~1000 W
高周波発振周波数	13.56 MHz ± 0.07 MHz
流入ガス	酸素(最大 0.7 ℓ/min 最小 0.1 ℓ/min)
試料台	φ 100 mm (電動シリンダーによる昇降装置付き)
試験制御	試験順序自動制御機構付き ①試料を試料台にセット ②試験時間設定器により、試験槽到達真空度制御 プラズマ生成用ガス挿入・促進プラズマ試験を自動的に実行
真空ポンプ付き	3相 200 V 2.2 kW 1300/1500 ℓ/min(50/60 Hz)
エアバージ	窒素
電源	3相 200 V 約 10 A 50/60 Hz

8. LED 光源について

照明光源は、1879 年の白熱灯(タングステンランプ)、1938 年の蛍光灯と約 60 年で変遷している。そして現在、1993 年の青色 LED の発明以来、屋内外の照明に LED が急速に使用されることが多くなってきており、室内照明を含め蛍光灯から LED 照明に変わりつつある。

LED は、発光ダイオード(Light Emitting Diode)の略であり、電流を流すことにより光を発生する半導体素子である。その発光原理は、p 型半導体と n 型半導体を接合して、p 型半導体(正孔(プラスの性質を持つ))と n 型半導体(電子(マイナスの性質を持つ))の間に順方向の電圧をかけると、p-n 接合面に向かって電子と正孔が移動して電流が生じる。p-n 接合面で再結合したとき各々が持っていたエネルギーより小さいので、余分のエネルギーが光エネルギーとなり発光する。半導体材料や設計により紫外部から赤外部まで発光波長は変えることができる。各発光色の材料とそのピーク波長を表 67 に示す。

表 67 各種単色 LED の発光波長

発光色	代表的材料	ピーク波長(nm)
赤外	GaAs	918
赤	Ga _{0.65} Al _{0.35} As	660
橙	GaAs _{0.25} P _{0.75}	610
黄	GaAs _{0.15} P _{0.85}	590
緑	GaP	555
青	InGaN	460

世界的な地球環境問題に対する意識の高まりとともに、LED 照明は省エネルギー光源として、建物の照明はもとより電車・トンネルの照明、また交通表示板・サインボード等表示用途に幅広く使用されてきている。又青色 LED の量産化以来、赤・緑を含め光の 3 原色がととのい、白色を含めあらゆる色の照明が可能になった。

構造としては、①砲弾型(リードフレーム型)と②表面実装型に大別され、砲弾型は、プリント板の部品挿入穴にリード線を通して半田付けして実装する初期からのタイプでパッケージ自体がレンズ構造になっている。表面実装型は導電パターンに直接半田付けして、LED 照明などでは広く使用されている。さらに、チップオンボード型と呼ばれる多数の LED チップをセラミック基板に取り付け一つのパッケージから大光量を得る方法も開発され多くの分野で良く使用されている。多数の LED で一体型の蛍光体を照射するので光路長が均一になり、ムラのない照明光を得ることができるとともに、蛍光体が全体発光するのでまぶしさが抑えられる長所がある。図 155 チップオンボード型の構造を示す。

LED は単色光しか発光しないので広く用いられている白色光を作るのに時間がかかった。青色 LED の実現により、一般照明に用いられる白色光源は可能となり、蛍光体との組み合わせで次のような方法で、白色光源を作られることが多い。一般照明に用いられる白色光源を作るには、次のような方法がある。

- ①青色 LED+黄色発光蛍光体
- ②近紫外又は紫外 LED+赤・緑・青色発光蛍光体
- ③赤色 LED+緑色 LED+青色 LED

①は青色励起白色 LED と呼ばれ、青色発光の LED と青色光で励起されてその補色にあたる黄色を発光する蛍光体を組み合わせ白色光を発光させる方式で、他の方式に比べて効率が良く、最も普及している。但し演色性に劣り、Ra70 程度なのでこの方式に赤や青緑の成分を補う方式が開発されている。

②は近紫外励起白色 LED と呼ばれ、青より波長の短い LED を用いて、赤・緑・青色発光の蛍光体を励起させる方式である。

この方式は発光波長が温度・電流・蛍光体の塗り方によるバランスが変化しにくいので、色のばらつきが少ないという特徴がある。

③は3色のLEDから放射される光を合成して、白色光を作る方式で、見た目では白色でも、分光放射照度ではエネルギーのない波長域があるので、見えかたが不自然になることがある。

この3方式の代表的な分光放射照度を、図156～158に示す。またガラス越しの太陽光の分光放射照度を図159に示す。図を比較して分かるように、LEDの照明光の分光放射照度は、ガラス越しの太陽の分光放射照度と異なる。

図155 チップオンボード型LEDの構造図

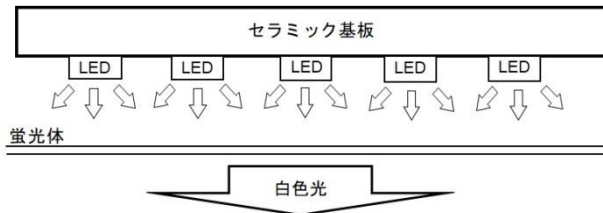


図156 ①青色LED+黄色蛍光体

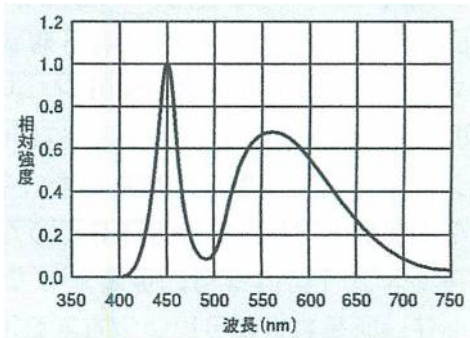


図157 ②紫色LED+RGB蛍光体

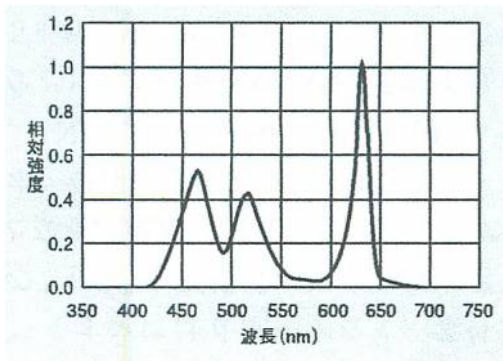


図158 赤色LED+緑色LED+青色LED

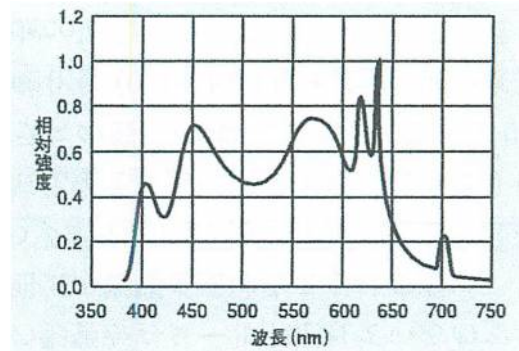
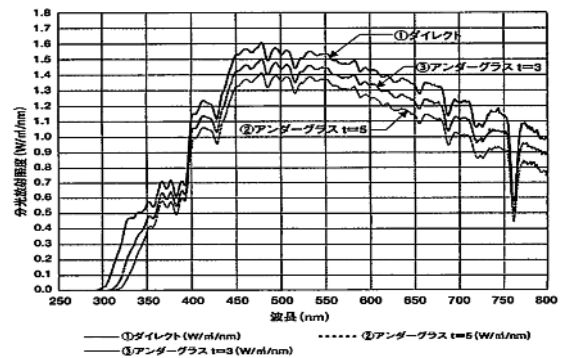


図159 ガラス越しの太陽光の分光放射照度分布



【参考文献】

- (1)塗膜の高速耐光性試験法の開発(マテリアル学会誌)
- (2)安全データシート(関東化学株式会社)
- (3)照明ハンドブック(照明学会)