腐食促進試験の歴史と発展(5)

前号より続く

石川雄一
須賀茂雄

―塩水噴霧試験(3)―

5.4 日本および世界での塩水噴霧試験の標準化

1） 日本での標準化

塩水噴霧試験方法は、日本では 1955 年に ASTM 規格 B117-54T を参考に日本工業規格（Japanese Industrial Standards: JIS, 2019 年に日本産業規格へ改称）JIS Z 2371 の初版が制定された。JIS 規格に制定されるまでの経緯は、JIS Z 2371 の解説 [16]および電気めっきに関する JIS の解説 [31]に詳しく記述されている。第 2 次世界大戦後の日本の復興時、海外向けの機械・電気製品などにおいて、粗悪品、部品不良・表面処理不良などのクレームが続出し、輸出振興上の大きな障害となるに至っていた。政府は品質を保証し、国内ならびに国外の消費者が安心して購入できる製品をメーカーが製作することを意図して、1949 年 6 月に工業標準化法を制定した。これにより通商産業省（現在の経済産業省の前身）工業技術院の付属機関として日本工業標準調査会が設置された。この調査会で審議・上申した規格 JIS が、通商産業大臣により制定・公布された。

塩水噴霧試験方法が 1955 年に制定された背景には、1950 年から 3 年間に及ぶ朝鮮戦争もあり駐留米軍の物資調達部において日本国内からの機器・資材の調達に対して、米軍の調達用規格(MIL)による塩水噴霧試験方法の適用、また朝鮮戦争をうけて設立された防衛庁でも米軍と同様な要求があったようである。米国以外の諸外国でもかなり以前から塩水噴霧試験が国家規格に採用されていた。また、国内でも戦前軍関係の特殊研究機関により幾分検討されており、通信機関係に使用するめっきの規格に適用されていたようである。折しも航空関係の関連事業が立ち上がり始めたこともあり、外国の規格に依存することなく我が国独自の塩水噴霧試験方法の規格を持ちたいという要望が表面化していた [16]。これを受けて規格原案を作成するために、1955 年 6 月に塩水噴霧試験方法の専門家委員会が設立され、規格原案を作成、審議をした結果、同年 11 月に JIS Z 2371 が制定された。原案作成が急を要したため、研究調査を実施する時間もないこと、そして米国で既に多くの調査・研究がなされていることから ASTM B117 -54T を参考に日本での実情に合わせる形で、NaCl 溶液濃度は 5%を採用、温度は 35℃、噴霧液の採取量 0.5～3.0 ml/80cm^2/h、採取溶液濃度 5±1%、pH=6.5～7.2 とした。また本規格の要求している条件に合う塩水噴霧試験装置として、ASTM 規格 B117-54T を例示した図（**図 25**：前号参照）を掲載している。

さて、1950 年代の腐食促進試験関連の国内の研究論文を調べると、部品・製品、そして材料・めっきなどに塩水噴霧試験を実施したケースがいくつか散見される。例えば、硬鋼と 6-4 黄銅素地にニッケルを主体とした数種の単層めっきおよび複層めっきを施した材料の耐食性を、塩水噴霧試験と屋外大気暴露試験（10 ヶ月）を実施して検討している [32]。用いた塩水噴霧試験は、温度 20～25℃、10%NaCl の塩溶液を 0.7～0.8kg/cm^2 の圧力で、1 時間連続噴霧、一昼夜放置した後に発銹状態を観察、その後発銹および付着した NaCl の結晶を刷子で軽く拭き取り、再び噴霧中に暴露し、これを 4～5 日間繰り返し発銹状態を評価した。また、さび止め塗料の効果を米国連邦規格(Federal specification)による 20% NaCl 溶液の塩水噴霧試験で評価した例がある [33]。同様に電話線用アルミニウム被覆ケーブルの接続部のアルミ半田上の防食塗料ならびに接続部自体の評価に、1 ヶ月間の 3%NaCl 溶液の塩水噴霧試験を用いた例 [34] [35]、また精密機械部品である自転車の電解研磨したフリーホイルの耐食性評価に、20℃で 15%NaCl 溶液の塩水噴霧試験を適用した例もある [36]。鉄鋼に対する防錆処理方法の比較検討では、予備実験で溶液濃度の違いよりも温度の影響が大きかったことから、50℃、20%NaCl 溶液で塩水噴霧試験を実施している [37]。

建築用防錆塗料の耐候性に関するウェザーメーター試験と塩水噴霧試験を組み合わせた促進老化試験では、塩水噴霧試験を 16℃と 18℃、5% NaCl 溶液で試験を行っている [38]。この試験に用いた塩水噴霧試験装置は ASTM B117-49T を参照して設計したものである。

このようにほとんどの研究者がそれぞれ独自の試験方法で塩水噴霧試験を実施していたことがわかる。塩水噴霧試験の規格が制定された後でも、米国の ASTM 規格で 5% NaCl 溶液に変更後も、Fed 規格や MIL 規格では 20% NaCl 濃度も維持していたこともあり、国内でも試験対象によっては、20%NaCl 溶液を採用した規格（めっきや陽極酸化皮膜）もあった。しかし JIS Z 2371 が制定された 1955 年以降には、本規格に準拠した塩水噴霧試験が実施されることになった。例えば、特に温度制御に重点をおいて厚い断熱壁を有する塩水噴霧試験装置を製作し、その試験装置を用いて温度分布、噴霧分布・噴霧状態、そして鋼板の腐食度を検討した結果を紹介した技術解説も現れた [39) 40)]。さらに市販の塩水噴霧試験装置も利用できるようになり、塩水噴霧試験の普及に寄与した。**図 26** に東洋理化工業株式会社（現在のスガ試験機株式会社）が製作した、ASTM・Federal Spec・JIS に対応した塩水噴霧試験機の概略図を示す。

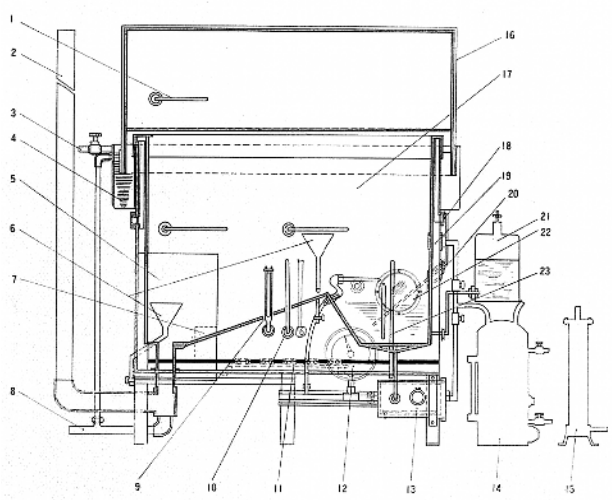

図 26　東洋理化工業製の ASTM・Federal Spec・JIS 規格対応の塩水噴霧試験機の概略図 [41)]

JIS Z 2371 の最初の実質的改正は 1988 年である。ここで ASTM 規格のコピーから脱するべく、国際規格である ISO 規格 (International Standard)に加えて他の諸外国の規格も参照し、30 年余りの間に蓄積したノウハウや経験などを基に改正が進められた [42)]。改正規格では、塩水噴霧試験方法のみでなく、試験結果の判定方法、そして腐食生成物の除去方法も付け加えてある。また試験方法としては、結果の再現性に重点をおいて、噴霧装置にノズル方式に加えて、噴霧塔方式を採用するとともに、試験片角度範囲および噴霧の採取量範囲を狭くした。なお、規格の日本語タイトルは“塩水噴霧試験方法” と変えていないが、英語のタイトルは ISO 規格に合わせて“Neutral salt spray test”と変更した。

さらに 2000 年の第 2 回の改正で JIS 規格の国際規格である ISO 規格への国際整合化が行われ、内容的に大きく変更された。JIS 規格の国際整合化は、1995 年に発効した世界貿易機構 WTO の貿易の技術的障害に関する TBT 協定に基づいて、加盟国はそれぞれの国家規格を ISO 規格などの国際規格に原則として合わせることになったためである。JIS Z 2371 が整合した国際規格は、後述する 1990 年版 ISO 9227 であった。ISO 9227 は塩水噴霧試験方法として三つの異なる塩水噴霧試験方法を含んでいる。まず従来の塩水噴霧試験に相当する中性塩水噴霧試験は、噴霧溶液の pH が 6.5〜7.2 と中性であることから中性塩水噴霧試験と命名された。次に中性の塩溶液に氷酢酸を加え、溶液の pH を 3.1〜3.3 と酸性にした試験方法を酢酸塩水噴霧試験とし、この酢酸塩水溶液に塩化第二銅を加えた試験方法をキャス試験と呼んだ。最新の JIS 規格は、2015 年に ISO 9227：2012 に整合した改正を施した JIS Z 2371: 2015 である。

2）　国際標準化

ISO (International Organization for Standardization)は 1947 年に設立された国際標準化機構である [43)]。ISO は総会、理事会、専門委員会などから構成されている。ISO 規格原案の作成・審議は各分野の専門委員会 (Technical

Committee: TC)で行われる。そしてその分野の設立順に TC 番号が決定される。TC にはさらに専門的に事項を審議するために、分科会 (Sub-Committee: SC)および作業委員会 (Working Group)が設けられている。金属および合金材料の腐食を取り扱う専門委員会は TC156 (Corrosion of metals and alloys)である。なお、電気工学並びに電子工学に関連した技術の標準化を担当する国際標準化団体は国際電気標準会議 (International Electrotechnical Commission: IEC)で、IEC 規格を制定する。

ここで最初に制定された塩水噴霧試験の国際規格は、ISO の金属およびその他の無機被覆に関する専門委員会 TC107 (Metallic and other inorganic coatings)で 1976 年に ASTM 規格を参考にした塩水噴霧試験方法の三つの規格 ISO 3768～3770 である [43]。ここで、ISO 3768 は ASTM B117 を参考にした中性塩水噴霧試験 Metallic coatings - Neutral salt spray test (NSS test)で、ISO 3769 は ASTM B287 を参考にした酢酸塩水噴霧試験 Metallic coatings − Acetic acid salt spray test (ASS test)、ISO 3770 は ASTM B368 を参考にしたキャス試験 Metallic coatings − Copper accelerated acetic acid salt spray test (CASS test)である。その後、金属および合金の腐食に関する専門委員会 TC156 でこれら塩水噴霧試験を一元的に取り扱うことが決定され、1990 年にこれら三つの規格を統合した ISO 9227 の初版が制定された。そして、塗膜とワニスに関する専門委員会 TC35/SC9 (General test methods for paints and varnishes)が 1984 年に制定した塩水噴霧試験規格 ISO 7253 を統合した ISO 9227 第 2 版が 2006 年に制定され [44]、現在の ISO 9227 第 4 版（2017 年）に至っている。これら改正経緯を**図 27** にまとめる。

終わりに、2021 年 7 月現在での JIS 規格、ISO 規格、そして ASTM 規格における中性塩水噴霧試験規格の主要試験条件の比較を**表 6** に示す。

【参考文献】

31） 岸松平, 電気メッキにおける JIS の歩み, 金属表面技術, 11, (10), (1960), pp.454-456

32) 岸松平，ニッケルメッキの耐蝕性に就いて，金属表面技術，1, (1), (1950), pp.14-18

33) 酒井廉太郎、顔料の種類に依るさび止め塗料の効果、色材協会誌、28, (1953) , pp.105

34) 塚本勉，アルミニウム被覆ケーブル，軽金属，(1952), pp.103-111

35) 高橋真次，アルミ被電力ケーブル，電気学会誌，(1955), pp.1113-1119

36) 谷口清水，脇谷善美，電解研磨工業化に関する研究（第 2 報）自転車用フリーホイル最終仕上として, 精密機械, 19, (8), (1953), pp.290-296

37) 小川喜代一，高見沢太助，鉄鋼に対する各種防錆処理法の比較について，金属表面技術，7, (5), (1956), pp.183-185

38) 小池迪夫，建築用防錆塗料に関する研究(その 2)－防錆塗料の促進老化試験－，日本建築学会論文報告集，57, (1957), pp.169-172

39) 久松敬弘，設楽正太郎，塩水噴霧試験装置，金属表面技術，8, (7), (1957), pp.240-245

40) 須賀長市，塩水噴霧試験に就て，東洋理化工業株式会社，(1957), 6p

41) カタログ「塩水噴霧試験器」，東洋理化工業株式会社, (1955), 5p

42) 中山孝廉，JIS「塩水噴霧試験の改正点」，防錆管理，32, (8), (1988), pp.1-6

43) 須賀蓊, 腐食試験の ISO 規格について, 防食技術, 26, (2), (1977), pp.97-103

44) 神戸徳蔵，須賀蓊，ISO9227（塩水噴霧試験方法）の改正およびサイクル腐食試験の確立，表面技術，58, (9), (2007), pp.526-537

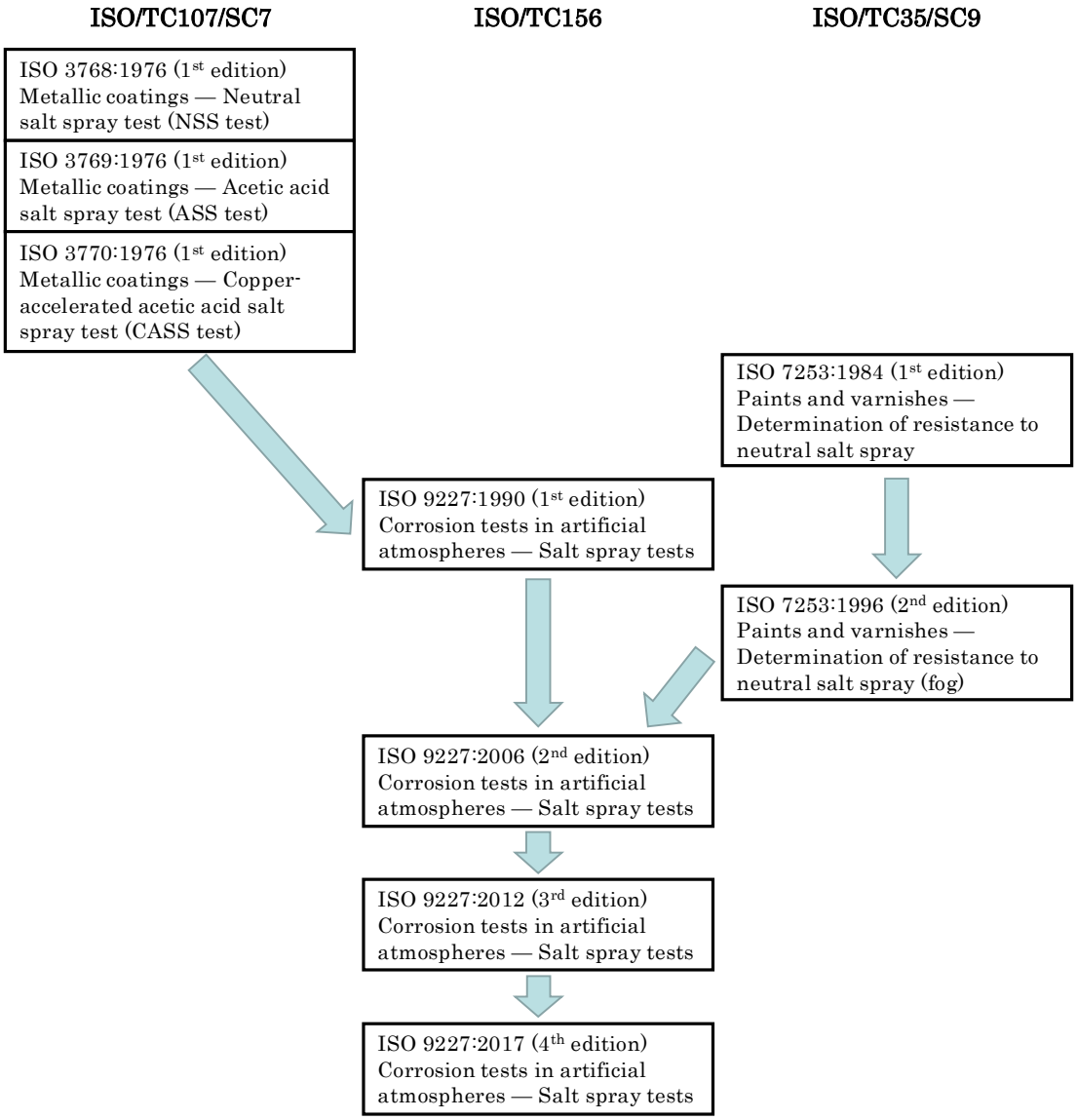

図 27　ISO 塩水噴霧試験規格の改正経緯図

表 6　現時点の塩水噴霧試験規格の主要試験条件の比較

試験条件	JIS Z 2371	ISO 9227	ASTM B117
採取した噴霧液濃度と pH	50g/l±5g/l pH6.5～7.2	50g/l±5g/l pH6.5～7.2	5±1mass% pH6.5～7.2
噴霧の採取量	1.5±0.5ml/h （80cm^{2}当たり）	1.5±0.5ml/h （80cm^{2}当たり）	1.0～2.0ml/h （80cm^{2}当たり）
試験槽温度	35±2°C	35±2°C	35±2°C
試験片寸法	150×70×1mm	150×100×1mm	規定なし
照合試験片寸法	150×70×1mm	150×70×1mm	76×127×0.8mm
試験片角度	20° （15～25°）	20° （15～25°）	15～30°