



腐食促進試験の歴史と発展 (10) 前号より続く

石川雄一
須賀茂雄

— 塩水噴霧試験 (8) —

8. ISO規格と塩水噴霧試験方法の国際規格 ISO 9227

第5回で紹介した最新の日本の塩水噴霧試験規格JIS Z 2371:2015および第9回で紹介した国際電気標準会議IECの中性塩水噴霧試験規格IEC 60068-2-11:2021はその主要要件をいずれも改正当時の最新の塩水噴霧試験の国際規格ISO 9227に整合させている。ISO規格への国際統合は、1995年に発効した世界貿易機構WTO (World Trade Organization)の貿易の技術的障害に関するTBT協定 (Agreement on Technical Barriers to Trade)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ようになったためである。TBT協定は、工業製品等の各国の規格が不必要な貿易障害とならないよう、国際規格を基礎とした国内規格作成の透明性の確保を規定している。規格が各国で異なることにより、製品の国際貿易が必要以上妨げられることを、できるだけなくすことを目的としている。

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酸性塩水噴霧試験とし、この酢酸酸性塩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。ISO 9227の制定については、第5回で簡単に経緯を記述した。ここでは国際標準化機構ISOと国際規格制定について紹介するとともに、1976年に制定された三つの異なる塩水噴霧試験の国際規格から始め、1990年の単一規格への統合を経て現在の第5版に至る改正経緯と主な改正点を紹介する。

8.1 ISO規格および規格案作成過程⁴³⁾

国際標準化機構ISO (International Organization for Standardization)は、1947年に国家間の製品やサービ

スの交換を助けて標準化活動の発展を促進し、知的・科学的・技術的・経済的活動における国家間協力を発展させることを目的に、ジュネーブに設立された。ISOは1ヶ国1機関のみが会員となることができ、各国におけるもっとも代表的な標準化機関が加入する。日本は1952年から日本産業標準調査会 (JISC)が加入している。

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。TCには専門的事項を審議するための分科委員会 (Sub-Committee: SC)および/あるいは作業グループ (Working Group: WG)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TCはTC156 (Corrosion of metals and alloys)であり、1974年に発足した。2023年6月現在、1つのSCおよび14のWGから構成されている。ISO 9227は、促進腐食試験を扱うWG7 (Accelerated corrosion tests)で原案が策定・審議される。新しく規格案を作成するには、まず該当するWG内で議論後、WGの親委員会 (TCまたはSC)で新業務項目提案 (New Work Item Proposal: NP)を行い、投票の結果承認を得た後、規格番号が付与されてWGで作業原案 (Working Draft: WD)を作成する。そしてWG内での合意を得たWDは、委員会ごとに委員会原案 (Committee Draft: CD)として回送される。委員会でコンセンサスが得られたCDはISO中央事務局に送られ、次の国際規格原案 (Draft International Standard: DIS)となる。中央事務局はすべての国代表組織にDISを回送して投票にかけ、所定の数以上の賛成票ならびに所定の数以下の反対票が得られ、技術的コメントについて審議および合意が得られると、次の最終国際規格案 (Final Draft International Standard: FDIS)の投票に進む。そして所定の賛否票結果をもって初めて国際規格と認められ、最終的な編集上の修正がなされた後に発行されることになる。ISO規格は発行後5年ごとに定期見直し (Systematic Review: SR)を行い、規格の利用状況

などを調査するとともに文書の確認、追補／改訂、廃止等のメンテナンス処置を決定する。

8.2 ISO規格における塩水噴霧試験方法の制定

塩水噴霧試験方法に関する最初のISO規格は1976年に制定された。これらはASTM規格を参考にして作成した塩水噴霧試験方法の三つの規格ISO 3768, 3769, 3770である。金属およびその他の無機皮膜に関

する専門委員会TC107 (Metallic and other inorganic coatings)で審議され、金属皮膜の腐食試験を担当するSC7 (Corrosion tests)で原案が作成された。日本は1973年にTC107に規格原案を審議する権利をもつPメンバーとして加入し、SC7に参加した。三つの規格の主要試験条件を表13にまとめ⁴³⁾、以下に概要を記す。

表13 ISO規格における三つの塩水噴霧試験方法の主要試験条件の比較

項目	試験方法 (規格番号)		
	中性塩水噴霧 (ISO 3768)	酢酸酸性塩水噴霧 (ISO 3769)	キャス (ISO 3770)
溶液組成(又は塩濃度)	NaCl 50±5g を水に溶解し 1L とする。	NaCl 50±5g を水に溶解し 1L とする。pH3.0~3.1 になるように氷酢酸添加。	NaCl 50±5g を水に溶解し 1L とし、塩化第二銅 0.26±0.02g 添加。pH3.0~3.1 になるように氷酢酸添加。
温度	35°C ± 2°C	35°C ± 2°C	50°C ± 2°C
噴霧液の平均採取量	1.5mL/h ± 0.5mL/h (80cm ² 当たり、24h 運転後の平均)		
NaCl濃度 (採取した噴霧液)	50g/L ± 10g/L		
pH (採取した噴霧液)	6.5~7.2	3.1~3.3	3.1~3.3

1) ISO 3768, Metallic coatings — Neutral salt spray test (NSS test) 中性塩水噴霧試験

この試験方法は歴史的に最も古く、米国で1914年に提案され、1939年にASTM B117⁶⁹⁾として初めて規格化された。その後各国で規格化され。日本では1955年にJIS Z 2371に規定されて以来、各産業分野で実用されている。ISO 3768は、ASTM B117-73を基本に原案が作成された。ASTM B117がNaCl濃度を1954年に20%から5%に変更した後であり、ISO規格の塩水噴霧試験ではいずれもNaCl濃度を質量/容量濃度50±5g/Lで表示した。

2) ISO 3769, Metallic coatings — Acetic acid salt spray test (ASS test) 酢酸酸性塩水噴霧試験

この試験方法は、耐食性のめっき皮膜の評価に中性塩水噴霧試験では試験時間が長時間となることから、塩溶液を酸性化して腐食性を向上させ試験時間の短縮を目的として、1945年に提案された。溶液のpH制御を容易にするため、自己緩衝作用を有する氷酢酸が使用されている。採取した噴霧液のpHが3.2±0.1である以外の試験条件がすべて中性塩水噴霧試験と同一の酢酸酸性塩水噴霧試験はASTM B287⁷⁰⁾として発行され、1962年に本規格となった。ISO 3769は、

ASTM B287-62を基本に原案が作成された。ISO 3768と比較して再現性がよく、かつ促進性もある。本試験は、日本ではあまり関心をもたれなかったが、国際規格、そして諸外国の規格に採用されており、JISに国際性を持たせる意図のもとに、1982年にめっきの耐食性試験方法JIS H 8502に制定された⁷¹⁾。

3) ISO 3770, Metallic coatings — Copper-accelerated acetic acid salt spray test (CASS test) キャス試験

これは、銅—ニッケル—クロムなどのめっきの品質向上に対応して、ASTM B287の腐食性をさらに1桁高めるように酢酸酸性の塩溶液に塩化第二銅2水塩を0.26 g/Lを添加した試験方法である。1961年にASTM B368⁷³⁾ 暫定規格に、そして1964年に本規格となった。ISO 3770はこのASTM B368-68を基本とした。日本では、1964年に自動車部品の電気めっき通則JIS D 0201にめっきの耐食性試験として規定された⁷³⁾。以上の三つの塩水噴霧試験規格に加えて、塗料とワニスの専門委員会TC35 (Paints and varnishes)では、塗料とワニスを対象とする中性塩水噴霧試験規格として1984年にISO 7253⁷⁴⁾ が制定された。これらの試験方法の条件、操作に関する基本的な部分は共通していた。そこでISOでは、腐食試験方法に関する一連の



規格の改正審議・作業の重複を避けることを目的に、TC156が一元的に取り扱うことを決定し、塩水噴霧試験についての審議はTC107からTC156に移管し、三つの塩水噴霧試験方法の統合が図られた⁴⁴⁾。

8.3 ISO塩水噴霧試験規格の統合：ISO 9227：初版（1990年）

TC156はTC107の協力を得て、1990年に塩水噴霧試験に関する三つの規格ISO 3768～3770を統合した一つの規格ISO 9227, Corrosion tests in artificial atmospheres — Salt spray testsの初版を制定した。表題を塩水噴霧試験として、それぞれの試験について、中性塩水噴霧試験 (Neutral salt spray test: NSS test)、酢酸酸性塩水噴霧試験 (Acetic acid salt spray test: AASS test)、キャス試験 (Copper accelerated acetic acid salt spray test: CASS test)とした。

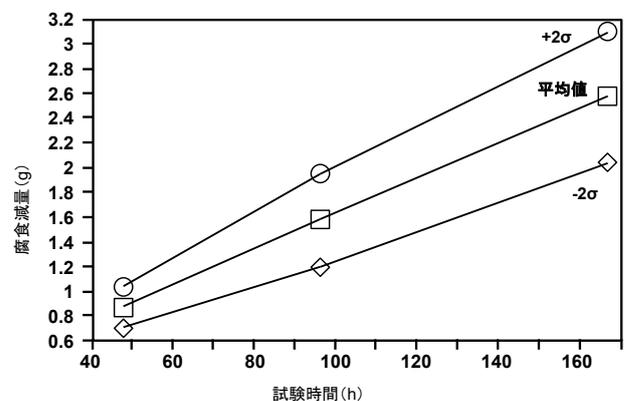
本規格は、金属材料の耐食性を評価するための中性塩水噴霧試験、酢酸酸性塩水噴霧試験、キャス試験を実施するための装置、試薬、手順を規定した。また、試験槽の環境の腐食性を評価する方法についても規定した。

本規格の構成は、(1)適用範囲、引用規格、(2)試験溶液と試験装置、(3)試験槽の腐食性評価方法、(4)塩水噴霧試験、(5)試験後の諸事項、の五部分から成り立ち、12の箇条と附属書A, Bから構成されている。試験用溶液では、使用するNaClと水を規定するとともにNaCl溶液の調製方法、さらに三つの試験法のpH調節方法を規定した。試験装置は、噴霧装置と圧縮空気供給器、ヒーターならびに温度調節装置、噴霧液採取容器などからなる。なお他の塩水噴霧試験に用いられた試験装置の再使用は、十分清浄化されていれば可としていた。

そして本規格で初めて中性塩水噴霧試験の試験槽の腐食性評価方法を規定した (箇条5)。この標準校正の規定は本規格で特に注目すべき点である。ISO 3770はキャス試験の腐食性が非常に高いため、試験槽間のばらつきを抑制する意味合いから規定の条件下で照合試験片に純ニッケル板を用いた腐食性の校正を行っていた。これは、試験装置内の噴霧液採取量を初めとする各因子のばらつきを小さくして、試

験結果の再現性の向上を目指していたためであった。装置内条件の均一性を要求することについては、中性塩水噴霧試験も同様であった。キャス試験装置の腐食性の評価方法は米国のASTM B368が起源であることから、TC156対応のASTMが中性塩水噴霧試験装置の腐食性を比較する照合試験片を定めるためのラウンドロビン試験を1985年から1987年にかけて実施した⁷⁵⁾。試験には冷間圧延の炭素鋼試験片 (76 × 127 × 0.8 mm)を用いて、暴露時間48, 96, 168hで行い、腐食減量を測定した。腐食減量の平均値と標準偏差2σの範囲を図47に示す。直線性もよく、傾斜から求めた腐食速度は1.66 ± 0.42 g/m²/hであった。この値がASTM B117-85とISO 9227初版における標準校正の値のベースになったものと推定される。ISO 9227ではISO 3574⁷⁶⁾準拠の冷間圧延鋼板CR4グレード照合試験片の塩水噴霧試験96h後の腐食減量を140 g/m² ± 40 g/m²と規定した。照合試験片の数はASTMでは最低2枚であるが、ISOでは4枚または6枚を要求した。

図47 ASTM B117ラウンドロビン試験における冷間圧延鋼板試験片の腐食減量の時間推移⁷⁵⁾



その他の箇条では、試験片とその配置、試験条件、試験時間を規定した。試験片の寸法と形状、試験片の調製方法、そして試験中の試験片の角度、置き方の規定から成り、試験条件では噴霧室内の温度と噴霧液の採取量・塩濃度・pHを規定した。試験時間は、試験する材料、製品規格などで規定されるものとしているが、推奨試験時間を例記している。試験後の諸事項では、試験後の試験片の取扱い、試験結果の判定方法、試験報告から成る。

8.4 ISO 9227：第2版（2006年）

8.1項で述べたように、ISO規格は5年ごとに定期見直しされることが決められている。日本では、1997～1998年にめっきの耐食性試験調査委員会が三つの塩水噴霧試験の相関実験とともに各試験方法における照合試験片作成のための実験を進めた⁴⁴⁾。その実験結果を受けて1998年にTC156/WG7にISO 9227の改正提案を行った。日本は、試験槽の腐食性評価の方法は中性塩水噴霧試験とキャス試験では規定されているが、酢酸酸性塩水噴霧試験では規定されていない点を指摘し、新たに酢酸酸性塩水噴霧試験における腐食性評価の方法を追加することを提案した。また、キャス試験での腐食性評価に用いる照合試験片の純ニッケル板は、再現性、安全性、経済性に問題点があった。経済性のよい、より好ましい照合試験片を採用すること、そして中性塩水噴霧試験における腐食性評価の時間が96hと長いので短縮すること、さらに評価の基準値が関連規格であるISO 7253と整合していないので整合させることなどを提案した。

日本の提案は受け入れられ、1999年に規格改正の新規作業項目として取り上げられるとともに腐食性評価の照合試験片、試験時間、評価基準値を決定するための国際ラウンドロビン試験がTC156, TC107, TC35メンバーを含む10か国19の研究機関の参加のもとに実施された⁷⁷⁾。照合試験片には、日本提案の鋼板JIS SPCE級（ISO 3574規定のCR4相当）とスウェーデンが希望した亜鉛板（不純物0.1%未満）を選定した。試験時間は、中性塩水噴霧試験では時間短縮の目的から48hとし、酢酸酸性塩水噴霧試験とキャス試験では24hとした。これは日本の予備試験結果において、中性塩水噴霧試験における腐食減量が試験時間に沿ってよい直線性を示したことによる⁴⁴⁾。

さて図48に鋼板試験片の三つの塩水噴霧試験における腐食減量とその標準偏差を示す⁴⁴⁾。試験の結果は鋼板試験片が3種類の塩水噴霧試験方法に共通に使用できる照合試験片であることが確認できる。次に亜鉛の照合試験片の結果は、中性塩水噴霧試験では、ばらつきがやや大きかったが、酢酸酸性塩水噴霧試験とキャス試験ではばらつきが中性塩水噴霧試

験よりも小さかった。この結果を受けて、照合試験片として、原則として鋼板試験片を用い、亜鉛試験片は補足的に用いることになった。

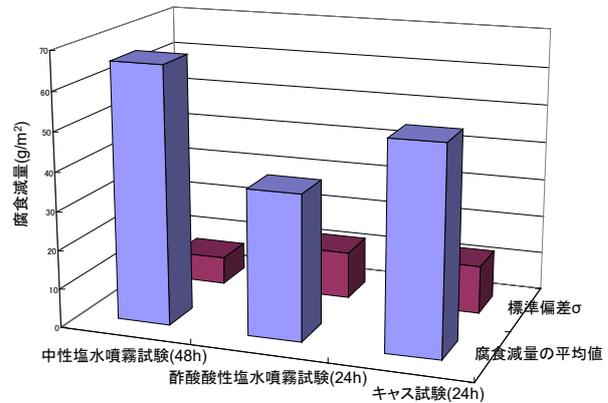


図48 中性塩水噴霧試験(48h)・酢酸酸性塩水噴霧試験(24h)・キャス試験(24h)における鋼板試験片の腐食減量の平均値と標準偏差⁷⁷⁾

これらの実験で得られた照合試験片の腐食減量は、2002年のTC156会議で技術的な検討が加えられ、表14に示す各塩水噴霧試験の腐食減量とその許容範囲が決定された。また鋼板試験片と亜鉛試験片を照合試験片とすることも承認された。鋼板は本文で規定され、亜鉛は附属書（参考）に記述されることが決定された。この基準値と許容範囲は現在のISO 9227の第5版においても使用されている。さらに附属書Cに有機皮膜試験片の作製の規定、そして附属書Dに有機皮膜試験片の試験に関し必要な補足情報の規定を加えた。そしてTC35/SC9（General test methods for paints and varnishes、塗料の一般試験方法）の中性塩水噴霧試験ISO 7253第2版（1996）は以上の改正に伴い、ISO 9227に統合されるとともに廃止された。この結果、ISO 9227の第2版は12の箇条、附属書A～Dから構成された。

表14 塩水噴霧試験における照合試験片の腐食減量とその許容範囲

試験方法	中性塩水噴霧	酢酸酸性塩水噴霧	キャス
試験時間(h)	48	24	24
鋼板の腐食減量 (g/m²)	70 ± 20	40 ± 10	55 ± 15
亜鉛の腐食減量 (g/m²)	50 ± 25	30 ± 15	50 ± 20



8.5 ISO 9227：第3版（2012年）および第4版（2017年）

第3版では、試験運転中に溶液タンクに埃や汚染物質が混入し塩濃度、pHが変動しないように蓋を設ける事が追加された。また第4版においては、本文の編集と技術的変更が加えられた。ここでは規格の構成の冒頭の(1)適用範囲、引用規格の箇条に、新たに用語と定義、そして原理の箇条が加えられた。用語と定義では、標準物質、照合試験片、試験片、代用試験片の新しい定義が導入された。また原理に、以前適用範囲で記述していた塩水噴霧試験の動作原理を移動させた。これで箇条は14に増加し、附属書はA～Dであった。試験槽の腐食性の評価方法の箇条では、従来個々の塩水噴霧試験方法に関して、照合試験片、試験片の配置、腐食減量の測定、その許容範囲をそれぞれ記述していたが、記述の重複を省き、各試験方法における腐食減量の許容範囲をまとめて表に記載した(表14と同一)。また技術的な変更点としては、

塩化ナトリウムについて、固結防止剤を含まないこと、また日本、欧州、米国の規定のものが有用と補足情報が追加された。

8.6 ISO 9227：第5版（2022年）

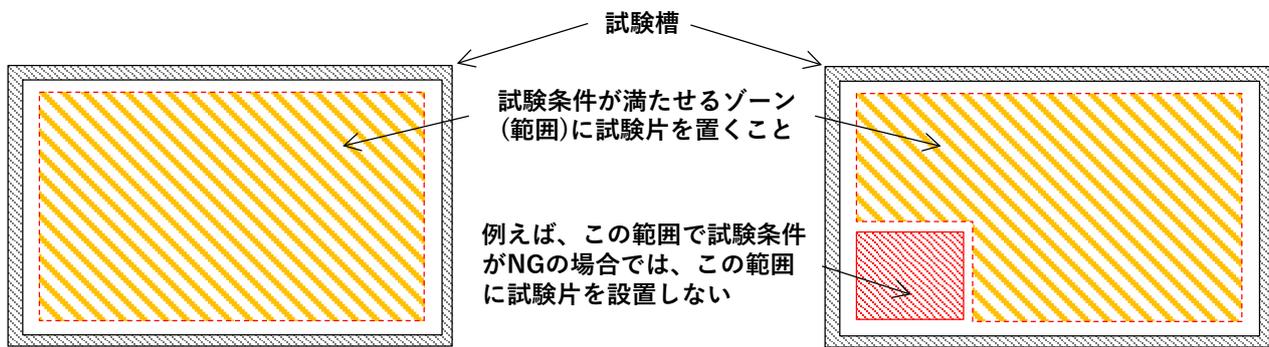
第5版では、試験片と噴霧液採取容器の設置範囲、照合試験片用の鋼材の追加、そしてその他のいくつかの技術的改正点があった⁷⁸⁾。

1) 試験片と噴霧液採取容器の設置範囲

まず試験槽内に試験片を設置する範囲を規定した。第4版までの規格では試験片の設置範囲に関して明確な規定がなかったが、第5版では「試験条件が満たされている範囲に設置」と規定された(試験条件を表15に示す)。例えば、図49aに示す破線で囲んだ範囲が試験条件を満たす範囲と明示し、その中に試験片を設置することを規定した。もし図49bのように左隅の範囲が試験条件を満たしていなければ、ここに設置した場合は規定外となる。

表15 塩水噴霧試験において満たすべき試験条件

項目	試験方法		
	中性塩水噴霧	酢酸酸性塩水噴霧	キャス
温度	35°C ± 2°C	35°C ± 2°C	50°C ± 2°C
噴霧液の平均採取量	1.5mL/h ± 0.5mL/h (80cm ² 当たり、24h 運転後の平均)		
NaCl濃度 (採取した噴霧液)	50g/L ± 5g/L		
pH (採取した噴霧液)	6.5~7.2	3.1~3.3	3.1~3.3



a. 規定に基づく試験片の設置位置の例

b. 規定外の試験片の設置位置の例

図49 ISO 9227第5版に基づく試験片の設置位置の例⁷⁸⁾

次に、噴霧液採取容器は、従来図50に示すように、噴霧口から近い場所に1個、遠い場所に1個と記載されていたが、今回噴霧口に関係なく、試験中は試験

片が設置される領域の中央2か所に設置するように変更した。そしてその設置例を図51に示した(附属書E.1)。また試験機の検証を目的とする場合は、中



中央2か所と4隅の最低6か所に採取容器を設置することを新たに規定した（附属書E.2）。

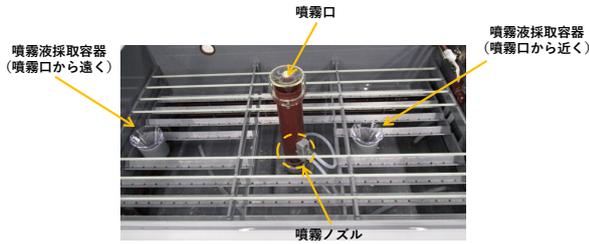


図50 従来の規格における噴霧液採取容器の設置例

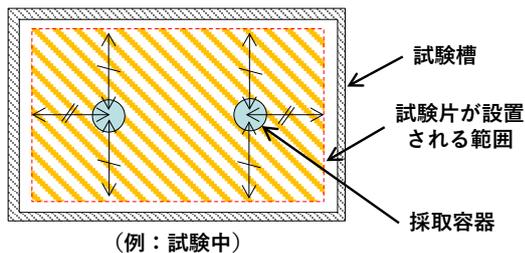


図51 試験中の噴霧液採取容器の設置例（附属書E.1）

2) 照合試験片の代用鋼材の追加

試験装置が正常に稼働しているか確認するための検証に用いる鋼板はISO 3574に規定されるCR4グレードであるが、その代用品として新たにEN 10130⁷⁹⁾のDC04, DC05とSAE HS-1086⁸⁰⁾のUNS G10080を使用できるようになった。これは地域によって指定の鋼板が入手できないという意見を受け、ISO/TC156/WG7が国際的な研究機関間試験を行った結果を基に決定された。このCR4グレードと新たな鋼材試験片を用いた中性塩水噴霧試験とキャス試験を実施した結果は附属書Fに掲載された。

3) その他の変更点

酢酸酸性塩水噴霧試験とキャス試験で試験溶液調製のために用いられる氷酢酸の純度が規定された。また純度の高い酢酸は引火性の蒸気/液体であるため、作業の安全性の観点から酢酸濃度が10%以上のものを使用出来ることが規定された。さらにキャス試験に使用した試験槽を中性塩水噴霧試験と酢酸酸性塩水噴霧試験に再利用する場合の銅濃度の許容値が規定された。

本規格は、(1)適用範囲、引用規格、用語及び定義ならびに原理の4箇条、(2)試験溶液と試験装置2箇条、そして(3)槽内の腐食性評価方法、(4)塩水噴霧試験で

は、試験片の調製、試験片の配置、試験条件、試験時間の4箇条、(5)試験後の諸事項は後処理、結果の評価、試験報告3箇条、そして附属書A～E、参考文献リストから構成された。

8.7 おわりに

塩水噴霧試験は、対象製品、部品、そして材料の大气腐食に対する耐食性の傾向を相対的に評価する品質試験として位置づけられ、国内外で広く使用されている。ISO 9227はこの試験の国内規格であるJIS Z 2371の対応国際規格である。2023年6月現在、最新のJIS Z 2371は2015年にISO 9227の第3版（2012年）に整合して改正されたものである。JIS Z 2371の新たな改正も間もないことと考えられる。

【参考文献】

- 69) ASTM B117-73, Standard method of salt spray (fog) testing.
- 70) ASTM B287-62, Standard method of acetic acid salt spray (fog) testing.
- 71) JIS H 8502:1982, めっきの耐食性試験方法.
- 72) ASTM B368-68, Standard method of copper accelerated acetic acid salt spray (fog) testing.
- 73) JIS D 0201:1964, 自動車部品—電気めっき通則.
- 74) ISO 7253:1984, Paints and varnishes — Determination of resistance to neutral salt spray.
- 75) G. Haynes, Review of Laboratory Corrosion Tests and Standards, Corrosion Testing and Evaluation: Silver Anniversary Volume, ASTM STP 1000, R. Baboian, S. W. Dean, Eds., ASTM, (1990), pp.281-288.
- 76) ISO 3574:1986, Cold-reduced carbon steel sheet of commercial and drawing qualities.
- 77) S. Suga, S. Suga, Report on the Results from the ISO/TC 156/WG 7 International Round Robin Test Programme on ISO 9227 Salt Spray Tests, J. Surface Finish Soc., Japan, 56 (1), (2005), pp.28-31.
- 78) 長谷川和哉, リポート 国際規格の動向—ISO 9227改正について—, SUGA Technical News, No. 262, (2023), p.2.
- 79) EN 10130:2006, Cold rolled low carbon steel flat products for cold forming – technical delivery conditions.
- 80) SAE HS-1086:2023, Metals and alloys in the United Numbering System.