



腐食促進試験の歴史と発展 (12) 前号より続く

石川雄一
須賀茂雄

— 湿潤試験 Humidity test —

9.2 米国での湿潤試験方法の標準化までの潮流

5) ASTM D 2247の制定とその変遷

水蒸気と結露した水に対する皮膜の抵抗性を判定する最初の試験規格は1960年に発行された「相対湿度100%において塗装金属試験片を試験する標準試験方法」と銘打ったASTM D2247-60Tである。1973年に再承認されたD2247-68によれば⁹⁰⁾、その目的は塗装した金属試験片上に常に結露が起こるように相対湿度100%で試験する方法に関する要件を記述することであった。試験槽の運転条件は飽和水蒸気の温度をサーモスタットで $38 \pm 1^\circ\text{C}$ に維持し、常に試験片に結露が起こるように相対湿度100%に維持した。なお試験中の試験片位置については、単に試験片表面に結露が起こる位置でガルバニック接触を起こさないことと規定したのみである。また試験は連続運転またはサイクル試験も可としている。そしてその試験装置は試験片の支持を提供するとともに温度と相対湿度を制御するのに必要な手段を有する試験槽から構成することを示した。結露水を発生させる原因となる熱交換は、次の三つのメカニズムから生じる⁸¹⁾。

1. 試験槽を開けることによる温度サイクル。
2. サーモスタット制御による温度サイクル。
3. 試験片がより低温の壁と放射によって熱交換し、それによって飽和水蒸気空気混合物から水蒸気を試験片表面に結露させる。

付記には試験片に常に結露が起こる試験槽として、試験槽の制御温度以上の温度で水分を導入して達成する二つの異なるタイプの試験装置を例示した。一つ目のタイプの試験装置では、槽内の空気が飽和(100%)に達した後、制御温度以上の温度で加熱した水蒸気を導入し、試験片上に結露を起こす。このタイプの試験機では、二番目の熱交換メカニズムであるサーモスタットを用いて温度サイクルを構成している。例として試験片を試験槽内とウォークイン湿潤試験室に収納する例が図示されている。両方とも

最新のD2247-15に記載されている図と同一である。水槽の水温は湿潤槽の所定温度より 8.3°C 以上高くすることが規定されている。これらの試験槽は結露量の制御が不十分であるが、同じ試験槽で同時に比較試験を行うか、試験期間中に試験槽内の試験片を頻りに移動させることにより有意義な試験を行うことができ、その試験結果はJAN-H-792の湿潤試験機よりも正確であることが指摘されている⁸¹⁾。また断熱した水槽の使用が好ましいとしているが、試験槽室壁の断熱は任意としている。これは過剰に断熱すると熱と水蒸気の入力が最小化し、槽内に十分な水分が蓄積されず結露が妨げられるためである。

二つ目のタイプの試験装置では、三番目の熱交換メカニズムを利用して結露を発生させる。試験片がより低温の壁と放射によって熱交換し、それによって飽和水蒸気空気混合物から水蒸気を試験片表面に結露させる。試験槽の上部に設置した試験片の槽内の加熱した飽和水蒸気に接する表面部と、室内空気に接する裏面側の温度差により表面側に結露を起こす。その特長は温度差により結露量を制御できることである。また加熱飽和水蒸気の温度を上げることにより、試験する皮膜の劣化を促進することが可能となる。試験片が試験槽の屋根を形成し、試験槽を設置した室内の温度との温度差を利用した二列構造のクリーブランド結露試験機が例として記載されている。室温が $25 \pm 1^\circ\text{C}$ のとき、槽内の温度制御は試験片表面から25mm下の水蒸気の温度が $38 \pm 1^\circ\text{C}$ になるように調整することを要求している。

さて本規格は、1986年に結露を制御した皮膜の耐湿性を試験する作業標準を規定したASTM D4585-86が発行されたことにより、上記二つ目のタイプの試験装置を除いた形にした改正が行われた。そして名称も「相対湿度100%での皮膜の耐湿性試験の作業手順」に変更された。この改正の時期は明確ではないが、D2247の改正履歴の調査では、1968年版発行後、1973

年、1987年、1992年に改正があった。1992年版にクリーブランド結露試験機が記載されていないことから、1987年または1992年の改正であったことが推定される。またその目的も、常に試験片に結露が形成するように相対湿度100%に維持した大気雰囲気にて塗装試験片を暴露することにより皮膜の耐湿性を試験する基本原理と運転手順を取り扱うと変更した。ASTM D2247-92の名称は"Standard practice for testing water resistance of coatings in 100% relative humidity"となり、付記に例示された試験装置は、一つ目のタイプの試験片を湿潤試験槽内とウォークイン湿潤試験室に収納する例が示されている⁹¹⁾。その後2002年版の付記において実験室用湿潤槽に二つのタイプの装置を示した。一つ目は以前から記載されている浸漬型ヒーターを有する水槽、二つ目は水蒸気飽和空気をバブリングして供給する埋没パイプを有する水槽を用いた試験槽であった。最新の2015年版では、付記に試験槽の検証手順を規定した。ここでは、最低17枚の試験片を用い、暴露域に配置し、最低12h槽を開放せずに運転した後、各試験片上の均一結露状態の存在を観察することとした。これに伴い、装置の図示は付録に移動した。また以前掲載していた三つの装置に加えて、湿潤槽の外側に水蒸気生成器を配置したサイクル試験に適した湿潤試験槽の四つを例示した。検証手順とサイクル試験装置の追加は改正経緯から2011年版からと推察される。

6) ASTM D4585の制定とその変遷

前述したように結露制御型の湿潤試験であるASTM D4585は、1986年にASTM D2247-68に規定したクリーブランド結露試験機をベースに、結露制御型湿潤

試験の作業標準を規定した規格である。D4585の1992年版によれば⁹²⁾、その原理は、塗装試験片の試験表面を水蒸気飽和加熱空気に暴露し、試験片の裏面は室温の空気により冷却することによって試験表面に結露を形成するというものである。D2247-68における結露制御型湿潤試験との大きな違いは、水蒸気温度を38°C～82°Cの変更も示唆した点である。そして適正な結露を保証するには、水蒸気温度と室温の差を最低11°C維持することを規定している。また試験片の配置も、クリーブランド結露試験機のように単に水槽の上部に載せるのではなく、傾斜を有した屋根形状に配置することとした。そして、試験片の角度を水平から15～70°と規定した。このため装置も図55に示す外観図のように変更された。本規格には分かりやすいように装置断面図も記載されている。

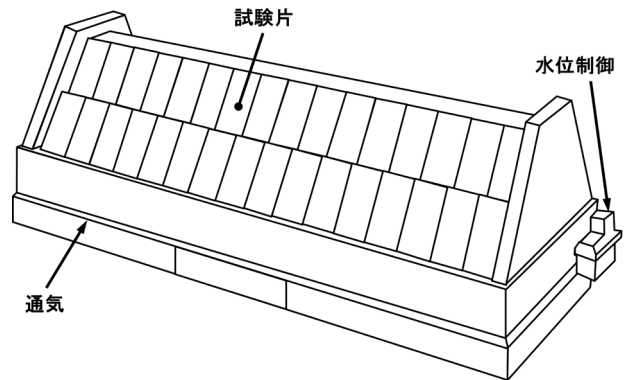


図55 ASTM D4585-92の結露制御型湿潤試験槽の外観図⁹²⁾

1999年版では試験片の規定に6.4が加筆され、試験片の形状、寸法などが規定された。その後は大きな技術内容の変更はない。最新版は2018年版である。

表16に湿潤試験のASTM規格における主要試験条件をまとめる。

表16 湿潤試験のASTM規格（最新版）における主要試験条件

項目	ASTM D1748-22	ASTM D2247-15	ASTM D4585/D4585M-18
試験の種類 適用範囲	高湿度中での金属防錆剤による錆止め特性の評価	水蒸気と結露水に対する塗膜の抵抗性を相対湿度100%において試験する方法	結露量を制御して塗膜の耐湿性を試験する方法
試験装置	湿潤試験槽 回転式試験片吊り下げ具 0.33±0.03 rpm	湿潤試験槽・室 サイクル腐食試験槽(水蒸気発生器付き) 空気吹込み管理設水槽	電熱加熱水槽と試験片で作られた屋根状カバーからなる試験槽
試験条件	試験槽内温度: 48.9±1.1°C 外部温度: 24.1±5.5°C	試験片近辺の飽和空気温度: 38±2°C 水蒸気温度: 38°C以上 試験片角度: 15°(垂直から)	推奨水蒸気温度: 38, 48, 60°C 水蒸気温度と室温の温度差: 11°C以上 屋根の角度: 15～70°(水平から)
その他	発生した錆の大きさと数で評価	試験槽の検証方法を規定(結露状態の観察) 結露/乾燥サイクル可能	結露/乾燥サイクル可能



9.3 国際標準化

国際標準化機構(International Standards Organization: ISO)では、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。塗料とワニスを担当するTCはTC35(Paints and varnishes)である。湿潤試験のISO規格はTC35のSC9(General test methods for paints and varnishes), WG31(Properties after application)が原案作成を行った。ここで最初に制定された塗料とワニス、そしてその関連製品の湿潤試験の規格はISO 6270:1980, Paints and varnishes—Determination of resistance to humidity (Continuous condensation)である。この規格は1998年に廃止され、ISO 6270シリーズ規格の一つであるISO 6270-1に改正された⁹³⁾。そして種々の結露雰囲気中に暴露するISO 6270-2が2005年に発行された⁹⁴⁾。また2018年に過飽和水蒸気を供給し結露を起こすISO 6270-3が発行された⁹⁵⁾。現在のISO 6270シリーズは結露条件の異なる3部から構成されている。なお、ISO 6270-1:1998の序文に、断続的結露試験であるISO 11503:1995⁹⁶⁾を後日シリーズに組み込むことが明言されていた。これは当時実現しなかったが、現在SC9/WG31においてISO 6270-2との統合が検討されている。以下に各規格の概要を最新の規格に基づいてまとめる。

1) ISO 6270-1, Paints and varnishes —
**Determination of resistance to humidity —
 Part 1: Condensation (single-sided exposure)**
湿潤試験 — 第1部: 結露 (片面暴露)

ISO 6270-1は塗料ならびに関連製品の高湿度条件下での耐湿性を判定する方法を規定するもので、その原理は、ASTM D4585と同様に塗装試験片の表面を水蒸気に暴露し、試験片の裏面を室温の空気で冷却することで結露を発生させ、その暴露の影響を評価する。この規格は、1980年に発行されたISO 6270を改正して1998年に発行された。この時の主な改正点は、試験片の水平に対する角度を $15 \pm 5^\circ$ から $60 \pm 5^\circ$ に変更、そして温度を水自体の温度ではなく、試験片の約25mm下の空気の温度を $38 \pm 2^\circ\text{C}$ に維持することに変更した。本規格は2017年に改正され、第2版が発行された。その際の最も大きい変更は第1部のタイ

トルを「連続結露」から「結露 (片面暴露)」に変更した点である。その他に、用語と定義、標準試験条件以外の使用に関する制限、そして装置の設置に関する箇条が追加された。また試験片のサイズが変更された。さらに装置の箇条では、装置の製作と水槽に区分して記述した。この規定を満足する試験装置の構造図を図56に示す。

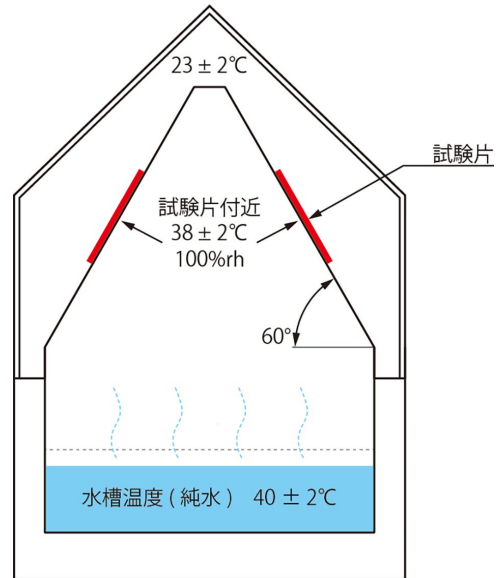


図56 ISO 6270-1の規定を満足する試験装置の構造図

2) ISO 6270-2, Paints and varnishes —
**Determination of resistance to humidity —
 Part 2: Condensation (in-cabinet exposure
 with heated water reservoir)**
湿潤試験 — 第2部: 結露 (加熱貯水槽を有する槽内暴露)

本規格は、異なる試験所で実施した試験結果の再現性を確実なものとするために、一定の結露—水試験雰囲気に加えて、気温と湿度を変動させる交互の結露—水試験雰囲気で塗装試験片を試験するときに遵守する必要がある一般的条件及び手順を規定している。本書に記載されている結露プロセス中の試験槽内の雰囲気温度は $40 \pm 3^\circ\text{C}$ である。結露—水試験雰囲気は、恒湿(CH)または湿潤—乾燥交互(AHT, AT)雰囲気のいずれでもよい。結露水の作用に加え、大気温度と大気湿度の変化が試験片に重要な影響を及ぼす場合は、交互雰囲気を選択すべきである。塗膜表面に形成される結露水の量も、水の作用に重要な影響を及ぼすことがある。この量は、試験装置を設置し

た部屋の温度や試験片の冷却によって影響を受ける。本試験では、塗装試験片を試験槽内で結露にさらし、その影響を関係者間で事前に合意された基準によって評価するものである。したがって試験片の形状や製作、試験時間、試験結果の評価については、本規格では扱っていない。本規格はISO 6270シリーズの第2部の規格として、2005年に発行された。最新版は、2017年に改正された第2版である。旧版との主な変更点は、第2部のタイトルを「結露－水雰囲気に試験片を暴露する手順」から「結露（加熱貯水槽を有する槽内暴露）」に変更した点である。その他に、原理、用語及び定義、標準試験条件以外の使用に関する制限の箇条の追加、そしてすべての試験片に結露が形成されることを確認するための要求事項、結露水の比較量を決定する方法、精度に関する情報が追加された。

3) ISO 6270-3, Paints and varnishes —
 Determination of resistance to humidity —
 Part 3: Condensation (in-cabinet exposure
 with heated, bubbling water reservoir)
 湿潤試験 — 第3部: 結露（加熱バブリング貯
 水槽を有する槽内暴露）

本規格はISO 6270シリーズの第3部の規格として、2018年に発行された。本規格も、異なる試験所で実施した試験結果の再現性を確実なものとするために、一定の結露－水雰囲気において塗装試験片を試験するときに遵守する必要がある一般的条件及び手順を規定している。その原理は、加熱した水中に圧縮空気を吹き込み、試験槽中に飽和水蒸気を供給して過飽和状態にする。そして試験片と槽の温度がほとんど同じになり、連続結露が発生する。試験片を回転させると均一な結露が生成する。試験装置は試験槽、貯水槽、空気供給機構、試験片保持器（固定式または回転式）、温度制御機構、露受板などから構成される。試験片保持器が回転式の試験装置の構造図を **図57** に示す。装置は気温 $23 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 、最大相対湿度75%以下に維持した室内に設置することが規定されている。

また湿潤試験時の槽内は、貯水槽の水を加熱し、圧縮空気を水中の発泡器からバブリングすることにより、温度 $49 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、相対湿度95%以上に維持することが規定されている。なお受渡当事者間の合意がある場合には、槽内温度を他の温度（例えば $80 \pm 2^{\circ}\text{C}$ ）にすることも可能としている。試験片は上部2ヶ所に穴をあけて、試験片保持器に吊り下げる。

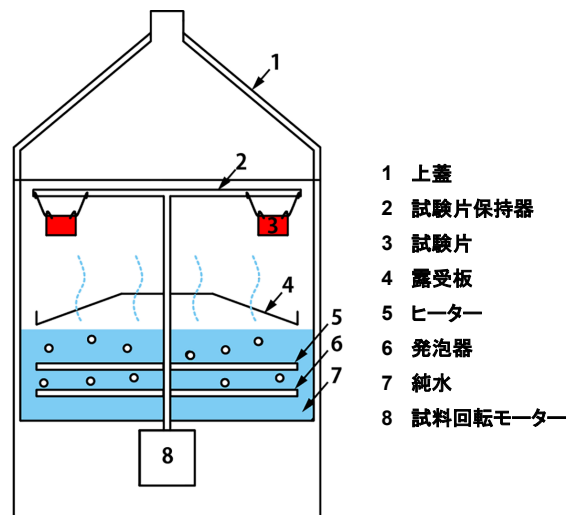


図57 ISO 6270-3の規定を満足する回転式試験片保持器を有する試験装置の構造図

（次号へ続く）

【参考文献】

- 90) ASTM D2247-68 (Reapproved 1973), Standard method for testing coated metal specimens at 100 percent relative humidity.
- 91) ASTM D2247-92, Standard practice for testing water resistance of coatings in 100 percent relative humidity.
- 92) ASTM D4585-92, Standard practice for testing water resistance of coatings using controlled condensation.
- 93) ISO 6270-1, Paints and varnishes — Determination of resistance to humidity—Part 1: Continuous condensation.
- 94) ISO 6270-2, Paints and varnishes — Determination of resistance to humidity—Part 2: Procedure for exposing test specimens in condensation-water atmospheres.
- 95) ISO 6270-3, Paints and varnishes — Determination of resistance to humidity—Part 3: Condensation (in-cabinet exposure with heated, bubbling water reservoir).
- 96) ISO 11503, Paints and varnishes — Determination of resistance to humidity (intermittent condensation).