# 研究論文 /

# 促進耐候性試験の高速化の検討 一赤外分光分析と色差, 撥水度, 光沢度の変化から 示された屋外暴露との類似性―

石川 敦子\*, 片岡 厚\*

Acceleration of the weathering test: Similarity to outdoor weathering indicated by infrared spectroscopy and changes in color difference, water repellency, and gloss

Atsuko Ishikawa\*, Yutaka Kataoka\*

Heartwood specimens of sugi (Japanese cedar, Cryptomeria japonica D. Don) were coated with solvent-born penetrating or water-born film-forming wood preservative semitransparent coatings, then examined in comparison to untreated specimens under the following conditions: Standard condition (S) based on JIS K 5600-7-7:2008 (filtered xenon-arc radiation, method 1, cycle A, 38°C, and irradiance 60 W/m<sup>2</sup>), conditions in which the water spray time was doubled or tripled compared to the standard condition (W2, W3), conditions in which the temperature was increased by 10°C or 20°C (T48, T58), conditions in which the irradiance was multiplied by 1.75 or 2.5 (I1.75, I2.5), the condition with three times longer water spray time; 48°C; and 1.75 times higher irradiance (C1), the condition with three times longer water spray time ; 48°C; and 2.5 times higher irradiance (C2), and the condition with the same set temperature and irradiance as the standard condition without water spray time (W0). Infrared spectroscopy was used to evaluate the chemical changes on the surface of the specimens during the testing. The results indicated that the chemical changes on the surface of the specimens did not depart significantly from the changes observed in the outdoor weathering test under any of the conditions. Additionally, the pattern of change in color difference, water repellency, and gloss in each condition was confirmed to be similar to that observed during the outdoor weathering test.

Keywords; accelerated weathering, outdoor weathering, infrared spectroscopy, color difference, water repellency

スギ心材試験片に油性・含浸形または水性・造膜形木材保護塗料を塗装し、無塗装試験片とともに、JIS K 5600-7-7:2008(キセノンランプ法、方法 1、サイクルA)に基づく条件(標準条件(S)、設定温度38℃、放射照度60W/m²)と、標準条件に対して水スプレー時間を 2倍または 3 倍にした条件(W2、W3)、温度を10℃または20℃高くした条件(T48、T58)、放射照度を1.75倍または2.5倍にした条件(I1.75、I2.5)、水スプレー時間 3 倍・温度48℃・放射照度1.75倍とした条件(C1)、水スプレー時間 3 倍・温度48℃・放射照度2.5倍とした条件(C2)、さらに標準条件と同じ設定温度と放射照度で水スプレー時間を設けない条件(W0)で試験を行い、その間の試験体表面の化学変化を赤外分光分析により検討した。その結果、いずれの条件でも試験体表面の化学変化の傾向は屋外暴露試験における変化傾向から逸脱していないことが示された。さらに、各条件における色差、撥水度、光沢度の変化傾向も屋外暴露試験における変化傾向と類似していることが確認できた。

## 1. 緒言

脱炭素社会の実現に向けて様々な用途での木材利用が推進されるなか、外壁やフェンス、デッキといった木材のエクステリア利用にも期待が高まっている。屋外利用における気象劣化の進行を抑制し、美観や性能を長期間維持する目的で塗装等が施されているが、材料選択の際には、メンテナンス時期が明らかになっていることが重要となる。メンテナンス時期を検討する方法として屋外暴露試験があるが、例えば10年後にどのように変化しているかを確認するためには10年間を要する。新たな木質材料や塗料、あるいは既存の材料および塗料で耐候性能が明らかになっていないものについては、短期間の試験で長期間の気象劣化挙動を把握し、メンテナンス計画を提示しておくことが求められている。

屋外暴露試験よりも短期間で木材および塗装木材の気象劣化を予測する方法として、現在日本で広く用いられているのは JIS K 5600-7-7:2008 (キセノンランプ法、方法 1、サイクル A) に基づく方法である。しかしこの方法では、塗装木材の耐候性(屋外南向き45度傾斜 2 年程度)の判定に約2500時間(100日程)もの期間を要する<sup>1.2)</sup>。

著者らは、この促進耐候性試験をより高速化することを目的として、スギ材に油性・含浸形または水性・造膜形木材保護塗料を塗装したものと無塗装材を対象に、JIS K 5600-7-7:2008 (キセノンランプ法、方法1、サイクルA)に基づく条件(標準条件(S)、設定温度38℃、放射照度60W/m²)と、標準条件に対して人工太陽光の放射照度を1.75倍

または2.5倍とした条件、水スプレー時間を 2 倍または3倍にした条件、温度を10℃または20℃高くした条件、水スプレー時間 3 倍・温度48℃・放射照度1.75倍とした条件、および水スプレー時間 3 倍・温度48℃・放射照度2.5倍とした条件で試験を実施し、色差、撥水度、光沢度を指標として、加速効果を検証してきた3.40。その結果、これらの条件の中では水スプレー時間 3 倍・温度48℃・放射照度2.5倍とした条件が最も加速効果が高く、標準条件の2.2~8.9倍の速さで屋外暴露試験における変化を予測できることを示した3.40。

今回は、これらの高速化した試験の妥当性をさらに検討するため、各試験における試験体表面の化学変化を赤外分光分析により検討するとともに、色差、撥水度、光沢度の変化傾向が屋外暴露試験における変化傾向と類似しているかを確認した結果を報告する。

## 2. 実験方法

## 2.1 試料

スギ (Cryptomeria japonica D. Don) 丸太 1本の心材部からまさ目および追いまさ目試験片を切り出し、恒温恒湿室(20°C、RH65%)において気乾状態になるまで乾燥させた。乾燥後、表面をプレーナー処理し、長さ145mm(L)×幅67mm(R)×厚さ9mm(T)に仕上げた。平均年輪幅は4.2mmであった。一部の試験片は無塗装とし、他の試験片は市販のブラウン系色の油性・含浸形(アルキド系)および水性・造膜形(アクリル系)の木材保護塗料(日本建築学会建築工事標準仕様書(JASS)18 M307適合)で暴露面お

表 1 屋外暴露試験及び促進耐候性試験に用いたスギ心材試片への木材保護塗料塗り

Table 1 Description of wood preservative semi-transparent coatings on sugi heartwood for natural and accelerated weathering trials

記号 Symbol	水性/油性 Water borne (WB) /Solvent borne (SB)	塗膜タイプ Type of coating layer	不揮発分 <sup>a)</sup> Nonvolatile content (%)	塗り回数 Application (times)	平均塗布量 <sup>b)</sup> Mean coating weight (wet, g/m²)	測色初期値 Initial color parameters		
						$L^*$	a*	$b^*$
А	水性 WB	造膜 Film-forming	48	1	76	50.9	20.8	40.1
В	油性 SB	含浸 Penetrating	26	1	58	49.7	19.4	34.8
С	無塗装 Uncoated	_	-	-	_	59.0	13.9	24.2

- a) 不揮発分(質量分率) は、各塗料を室温で放置後、加熱(50℃) し恒量になるまで揮発成分を蒸発させ測定した。
- b) 塗布量は、刷毛塗り直後の表・側面の質量増から求めた。
- a) The nonvolatile content (mass fraction) was calculated by weighing the residue of paints, which were initially dried at room temperature and subsequently heated at  $50^{\circ}$ C, for achieving a constant mass.
- b) The coating weight was measured immediately after brush coating in gram wet paint per unit area of the front and side faces.

よび側面2面, すなわち両木口と暴露裏面以外を刷毛で塗装し塗布量を求めた。その後同じ塗料で両木口面を保護するために塗装した。なお JASSでは,下塗りを1回,上塗りを1回又は2回行うこととなっているが,本研究では,試験条件による違いを短時間で比較する目的で1回塗りとした。塗装の詳細を表1に示した。なお,試験片は前報<sup>3.4)</sup>で使用したものである。屋外暴露試験と促進耐候性試験の各試験において,それぞれ試験片3体ずつを供した。

# 2.2 屋外暴露試験

JIS K 5600-7-6:2002に基づき森林総合研究所第2樹木園屋外暴露場木質暴露試験区(茨城県つくば市,北緯36°02′,東経140°05′)において,南向き45度傾斜の条件で2015年6月に開始し,暴露開始後18か月目までは3か月に1度,以降は6か月に1度回収して測定を行った。試験は現在も継続中であるが,本稿では促進耐候性試験結果との比較対象となる24か月までのデータを掲載した。

#### 2.3 促進耐候性試験

Atlas 社製 Ci4000を用いて実施した。JIS K 5600-7-7:2008 (キセノンランプ法, 方法1, サイクル A) に基づく条件 (標準条件 (S), 設定温度38℃, 放射照度60W/m²) と, 標準条件に対して水スプレー時間を2倍または3倍にした条件 (W2, W3), 温度を10℃または20℃高くした条件

(T48, T58), 人工太陽光の放射照度を1.75倍または2.5倍とした条件(I1.75, I2.5), 水スプレー時間 3倍・温度48℃・放射照度1.75倍とした条件(C1), 水スプレー時間 3倍・温度48℃・放射照度2.5倍とした条件(C2)で試験を行った3.4)。

なお、水スプレーには純水を使用した。また、放射照度は光源からの距離の2乗に反比例することから(逆2乗の法則)、放射照度2.5倍の条件については、試験片を通常(30cm)よりも5cm光源に近づけるとともに、放射照度を標準条件の1.75倍(設定値105W/m²)の条件で運転することで達成した。光源には6.5kwキセノンバーナーを使用し、内側フィルターは Right Light、外側フィルターは CIRA コート石英とした(全て Atlas製)。Right Light と CIRA コート石英の組み合わせでは、放射照度が太陽光の分光分布に近くなる。試験詳細を表2に示した。各試験中の試験槽空気温度、ブラックスタンダード温度(BST)および相対湿度の実測値等については既報3.41に示した。

各試験開始前と、試験開始後は166~168時間経過するごと(表2における繰返し83~84回ごと)に、赤外分光分析を行った。試験結果は、変化傾向を勘案して500時間までのデータを掲載した。色差、撥水度、光沢度については、既報<sup>3.4)</sup>に示した通り、赤外分光分析と同じ166~168時間経過するごとに測定し、S、W2、W3、T48、T58、11.75、I2.5、C1、C2の各試験についてそれぞれ

表 2 促進耐候性試験の条件 $^{3,4)}$  Table 2 Conditions for accelerated weathering test $^{3,4)}$ 

試験 Test	放射照度 Irradiance (W/m²) a)	繰返し Repetition	サイクル Cycle	ステップ Step	温度 Temperature (℃)°
S	60	ステップ1, 2 を繰り返す Repeat Steps 1 and 2		1. ランプ照射のみ(102分) 1. Light(102min) 2. ランプ照射+水スプレー(18分) 2. Light + Spray(18min)	- 38
W0	60	ステップ 1 を繰り返す Repeat Step 1		1. ランプ照射のみ(120分) 1. Light(120min)	38
W2	60	右サイクル120 分を繰り返す Repeat the right 120-min cycle	ステップ1,2(合計60分)を2回繰り返す Repeat Steps 1 and 2 (total 60 min) twice	<ol> <li>ランプ照射のみ(42分)</li> <li>Light (42min)</li> <li>ランプ照射+水スプレー(18分)</li> <li>Light + Spray (18min)</li> </ol>	- 38
W3	60	右サイクル120 分を繰り返す Repeat the right 120-min cycle	ステップ1,2 (合計40 分)を3回繰り返す Repeat Steps 1 and 2 (total 40 min) three times	<ol> <li>ランプ照射のみ (22分)</li> <li>Light (22min)</li> <li>ランプ照射+水スプレー(18分)</li> <li>Light + Spray (18min)</li> </ol>	- 38
T48	60	ステップ1, 2 を繰り返す Repeat Steps 1 and 2		1. ランプ照射のみ(102分) 1. Light(102min) 2. ランプ照射+水スプレー(18分) 2. Light + Spray(18min)	- 48
T58	60	ステップ1, 2 を繰り返す Repeat Steps 1 and 2		1. ランプ照射のみ(102分) 1. Light(102min) 2. ランプ照射+水スプレー(18分) 2. Light + Spray(18min)	- 58
I1.75	1.75倍 1.75-fold	ステップ1, 2 を繰り返す Repeat Steps 1 and 2		1. ランプ照射のみ(102分) 1. Light(102min) 2. ランプ照射+水スプレー(18分) 2. Light + Spray(18min)	- 37
I2.5	2.5倍 <sup>b)</sup> 2.5-fold <sup>b)</sup>	ステップ1, 2 を繰り返す Repeat Steps 1 and 2		1. ランプ照射のみ(102分) 1. Light(102min) 2. ランプ照射+水スプレー(18分) 2. Light + Spray(18min)	- 37
C1	1.75倍 1.75-fold	右サイクル120 分を繰り返す Repeat the right 120-min cycle	ステップ1,2 (合計40 分)を3回繰り返す Repeat Steps 1 and 2 (total 40 min) three times	<ol> <li>ランプ照射のみ (22分)</li> <li>Light (22min)</li> <li>ランプ照射+水スプレー(18分)</li> <li>Light + Spray (18min)</li> </ol>	- 48
C2	2.5倍 <sup>b)</sup> 2.5-fold <sup>b)</sup>	右サイクル120 分を繰り返す Repeat the right 120-min cycle	ステップ 1,2 (合計40分)を3回繰り返す Repeat Steps 1 and 2 (total 40 min) three times	1. ランプ照射のみ (22分) 1. Light (22min) 2. ランプ照射+水スプレー(18分) 2. Light + Spray (18min)	- 48

a) 300~400nm における放射照度

b) 試験片を通常よりも5cm 光源に近づけることで達成

c )設定値

a) Irradiance from 300 to 400nm

b) Achieved by putting the specimen 5 cm forward from its normal position

c ) Set value

3167, 1500, 1500, 1500, 883, 1500, 1500, 1000, 1000h まで行った。

## 2.4 赤外分光分析

フーリエ変換赤外分光分析装置(FT/IR-470plus,日本分光株式会社)と ZnSe 結晶板を備えた一回反射 ATR 装置(PRO450 - S,日本分光株式会社)を用い、波数4000~550cm<sup>-1</sup>の範囲で行った。試料を結晶板の上に置き、直径 2 mm の金属治具を用いて一定圧力で押し付け、密着した状態で、表面部分の赤外吸収スペクトルを測定した。測定径は 2 mmであった。測定条件は、積算回数16回、分解能 4 cm<sup>-1</sup>とした。各試験片について、隣接する早材部と晩材部の定点を一か所ずつ測定した。なお、晩材幅が測定径の 2 mmを下回った場合は測定径の中央部が晩材となるようにした。また、試験片表面の劣化が激しくなると測定可能なスペクトルが得られない場合があった。

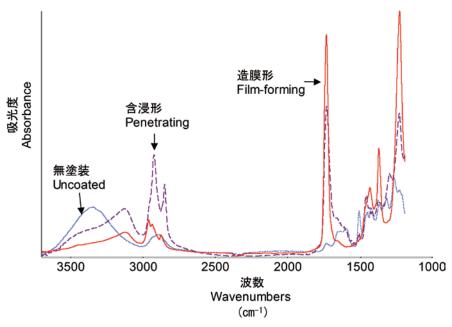
# 3. 結果と考察

図1に屋外暴露試験前の試験片表面晩材部の赤外吸収スペクトルを示した。なお、早材部と晩材部で顕著な違いは認められなかった。無塗装木材に関しては、1270cm<sup>-1</sup>はリグニンのグアイアシ

ル核の振動、 $1370 \text{cm}^{-1}$ はセルロース・ヘミセルロースの CH 変角、 $1510 \text{cm}^{-1}$ はリグニンのベンゼン核の骨格振動、 $1725 \sim 1750 \text{cm}^{-1}$ はヘミセルロースの非共役 C = Oの伸縮、 $3200 \sim 3600 \text{cm}^{-1}$ 付近はセルロース・ヘミセルロース・リグニンのOHの伸縮に由来するとされている $^{5)}$ 。塗料については、 $1730 \sim 40 \text{cm}^{-1}$ 付近はエステルの C = O伸縮振動、 $2800 \sim 3000 \text{cm}^{-1}$ 付近は主に油分の脂肪族 -CHの伸縮振動 $^{6-8)}$ 、 $3000 \sim 3600 \text{cm}^{-1}$ 付近は OHの伸縮に由来するとされている $^{6,7)}$ 。

図2~4には、屋外暴露試験における無塗装、含浸形および造膜形塗装試験片の晩材部の赤外吸収スペクトル変化をそれぞれ示した。なお、2.4に記載したように、晩材幅が測定径の2mmより小さかった場合は一部早材を含んでいたが、以下「晩材部」と記すこととする。各ピーク強度を確認したところ、造膜形については12か月までは顕著な変化が認められなかったが、図4に示した1730~ $40\text{cm}^{-1}$ 付近のピークにおいて18か月以降変化が見られた。なお、無塗装、含浸形、造膜形のいずれの試験片についても、図2~4に示さなかったピークについては屋外暴露期間中に顕著な変化は認められなかった。

各促進耐候性試験についても, 試験時間の経過



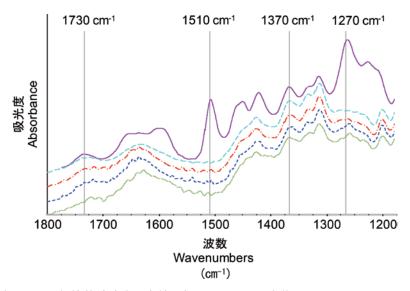
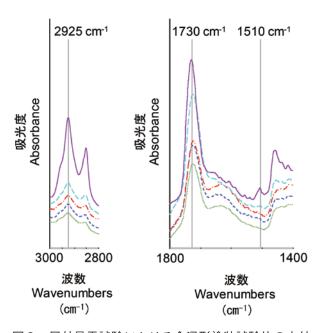


図2 屋外暴露試験における無塗装試験片の赤外吸収スペクトルの変化

0か月:----, 3か月:----, 6か月:----, 9か月:----, 12か月:-----。

Fig. 2 Changes in the infrared spectra of an uncoated sample during outdoor weathering.

0 month: ———, 3 months: ———, 6 months: ———, 12 months: ———.



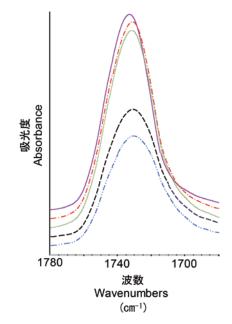


図3 屋外暴露試験における含浸形塗装試験片の赤外 吸収スペクトルの変化

0か月:----, 3か月:----, 6か月:----, 9か月:----,

Fig. 3 Changes in infrared spectra of a sample coated with a penetrating finish during outdoor weathering.

0 month: ———, 3 months: ———, 6 months: ————, 12 months: ————,

図 4 屋外暴露試験における造膜形塗装試験片の赤外吸収スペクトルの変化 0 か月: -----, 6 か月: ------, 12か月: ------, 24か月: ------。

とともに変化するピークが認められた。これらのピークが試験時間に伴ってどのように変化するかを、より詳細に検討するため、光劣化によって大きな変化の生じない吸収バンド(無塗装木材では $1370 \mathrm{cm}^{-1}$ 付近、塗装木材では $3130 \mathrm{cm}^{-1}$ 付近)を内部標準としてピーク高さ比を求めた $^{5)}$ 。具体的には、まず各ピークについて図5に示すようにベースラインを引いてピーク高さを求め、光劣化の影響を受けるピークの高さを内部標準のピーク高さを基準として比で示した(図 $6\sim14$ )。各図において、縦軸のピーク高さ比の値が減少すると、光劣化の影響が大きいことを示している。いずれの条件でも早材部と晩材部のデータで顕著な違いは見られなかった。

無塗装木材については、1270cm<sup>-1</sup>/1370cm<sup>-1</sup>(図6) および1510cm<sup>-1</sup>/1370cm<sup>-1</sup>(図7)の値が、

促進耐候性試験と屋外暴露試験のどちらでも同様 に低下していた。前述のように、1270cm-1はリ グニンのグアイアシル核の振動。1510cm<sup>-1</sup>はリ グニンベンゼン核の骨格振動に由来するため、両 ピーク高さ比はリグニンの光劣化によって低下し たと考えられた。1270cm<sup>-1</sup>/1370cm<sup>-1</sup>については、 W0では他条件よりも低下が少なく、これについ ては、水スプレーが無かったため劣化が他条件ほ ど進まなかったと推察された。 1730cm<sup>-1</sup>/1370cm<sup>-1</sup> (図8) の値は,標準条件(S) では一旦増加した後減少し,W0では緩やかに上 昇した。1725~1750cm<sup>-1</sup>のピークは元来へミセ ルロースの非共役C=Oの伸縮によるものであり、 光酸化反応に伴うカルボニル基やカルボキシル基 の増加により一旦増加するが、やがて雨水の作用 により分解成分が流出される際に減少することが

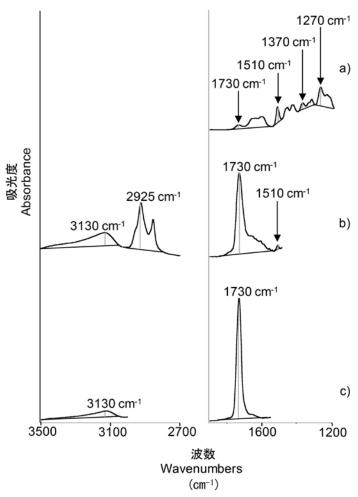


図5 赤外吸収スペクトルの吸収バンド位置とベースライン補正 a) 無塗装, b) 含浸形, c) 造膜形。

Fig. 5 Infrared spectra absorbance band locations and baseline corrections.
a) uncoated, b) penetrating, and c) film-foaming.

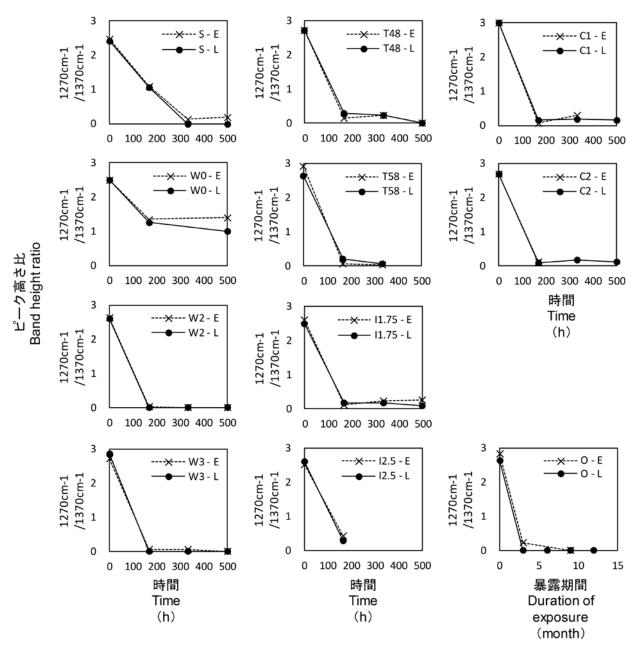


図6 促進耐候性試験と屋外暴露試験における無塗装試験片のピーク高さ比(1270cm<sup>-1</sup>/1370cm<sup>-1</sup>)の変化 S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, C2:表2参照, O:屋外暴露試験。 -E:早材,-L:晩材。

Fig. 6 Changes in the band height ratio of uncoated samples (1270cm<sup>-1</sup>/1370cm<sup>-1</sup>) during accelerated and outdoor weathering.

S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, and C2: Table 2; 0: outdoor weathering.

-E: early wood; -L: late wood.

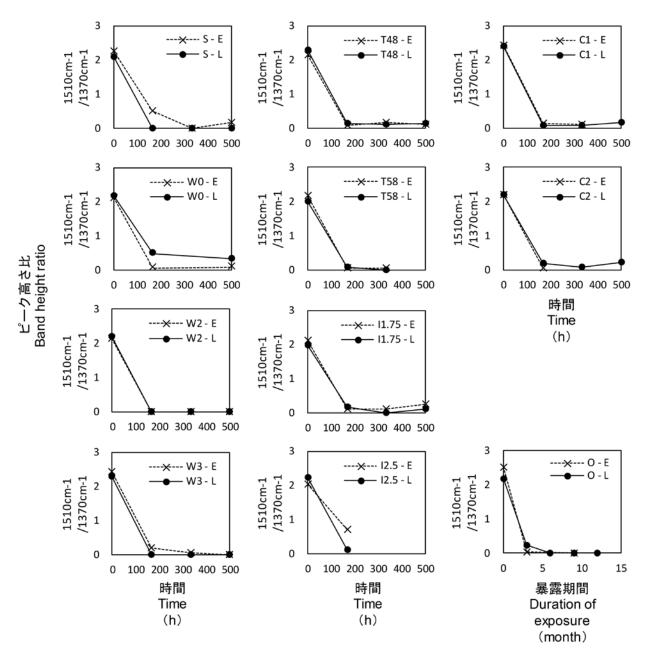


図7 促進耐候性試験と屋外暴露試験における無塗装試験片のピーク高さ比(1510cm<sup>-1</sup>/1370cm<sup>-1</sup>)の変化 S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, C2:表2参照, O:屋外暴露試験。 -E:早材,-L:晩材。

Fig. 7 Changes in the band height ratio of uncoated samples (1510cm<sup>-1</sup>/1370cm<sup>-1</sup>) during accelerated and outdoor weathering.

S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, and C2: Table 2; 0: outdoor weathering.

-E: early wood; -L: late wood.

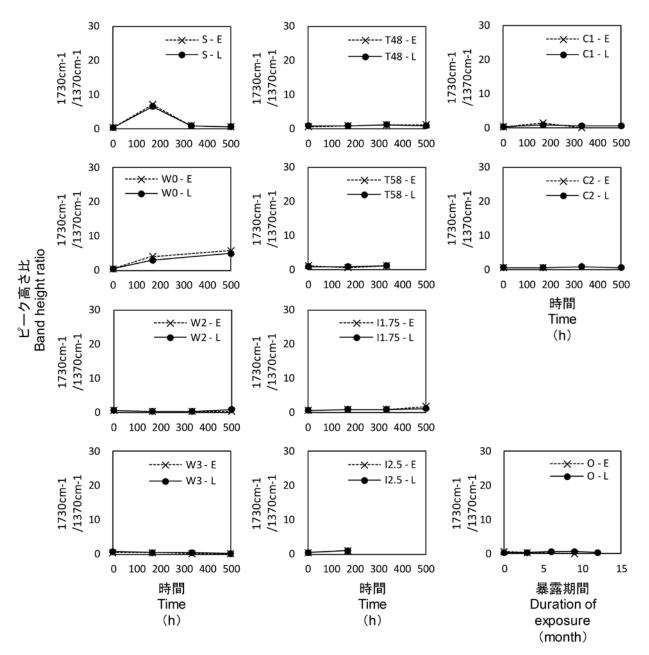


図8 促進耐候性試験と屋外暴露試験における無塗装試験片のピーク高さ比(1730cm<sup>-1</sup>/1370cm<sup>-1</sup>)の変化 S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, C2:表2参照, O:屋外暴露試験。 -E:早材,-L:晩材。

Fig. 8 Changes in the band height ratio of uncoated samples (1730cm<sup>-1</sup>/1370cm<sup>-1</sup>) during accelerated and outdoor weathering.

S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, and C2: Table 2; 0: outdoor weathering.

-E : early wood ; -L : late wood.

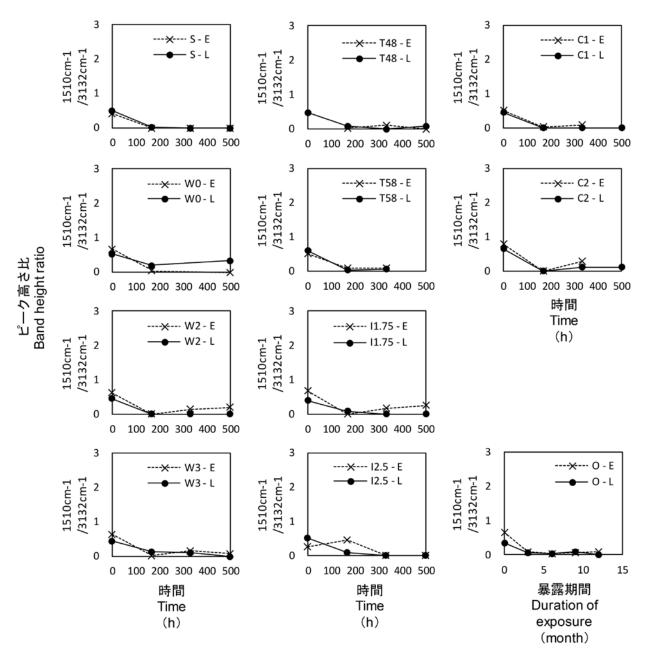


図9 促進耐候性試験と屋外暴露試験における含浸形塗装試験片のピーク高さ比(1510cm<sup>-1</sup>/3132cm<sup>-1</sup>)の変化 S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, C2:表2参照, O:屋外暴露試験。 -E:早材,-L:晩材。

Fig. 9 Changes in the band height ratio of samples coated with a penetrating finish (1510cm<sup>-1</sup>/3132cm<sup>-1</sup>) during accelerated and outdoor weathering.

S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, and C2: Table 2; O: outdoor weathering.

-E: early wood; -L: late wood.

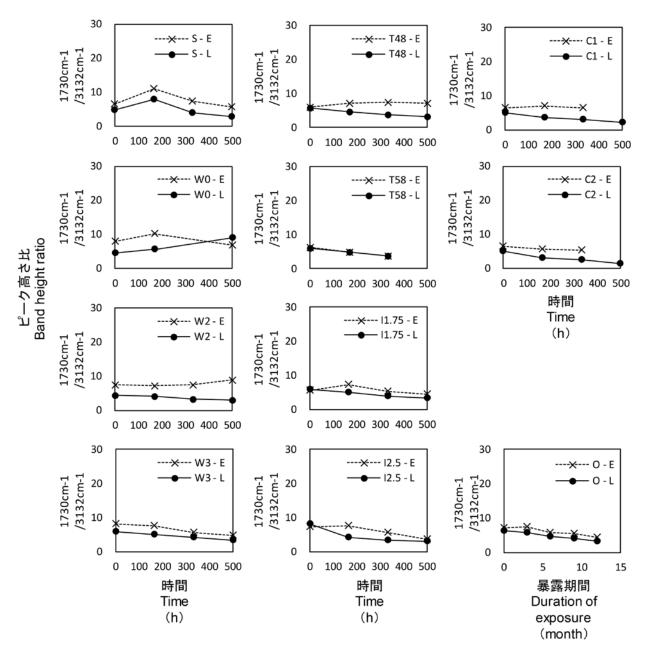


図10 促進耐候性試験と屋外暴露試験における含浸形塗装試験片のピーク高さ比(1730cm<sup>-1</sup>/3132cm<sup>-1</sup>)の変化

S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, C2:表2参照, O:屋外暴露試験。-E:早材, -L:晚材。

Fig. 10 Changes in the band height ratio of samples coated with a penetrating finish (1730cm<sup>-1</sup>/3132cm<sup>-1</sup>) during accelerated and outdoor weathering.

S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, and C2 : Table 2 ; O : outdoor weathering. -E : early wood ; -L : late wood.

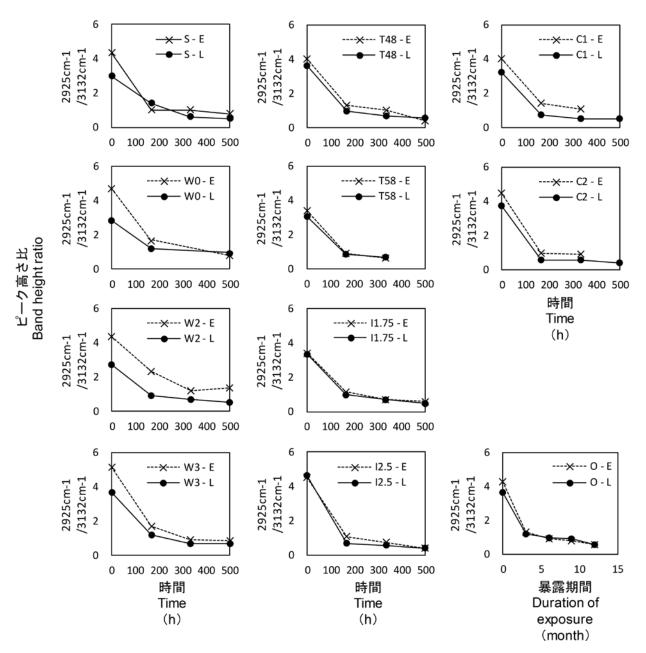


図11 促進耐候性試験と屋外暴露試験における含浸形塗装試験片のピーク高さ比(2925cm<sup>-1</sup>/3132cm<sup>-1</sup>)の変化:

S, WO, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, C2:表2参照, O:屋外暴露試験。-E:早材,-L:晚材。

Fig. 11 Changes in the band height ratio of samples coated with a penetrating finish (2925cm<sup>-1</sup>/3132cm<sup>-1</sup>) during accelerated and outdoor weathering.

S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, and C2 : Table 2 ; O : outdoor weathering. -E : early wood ; -L : late wood.

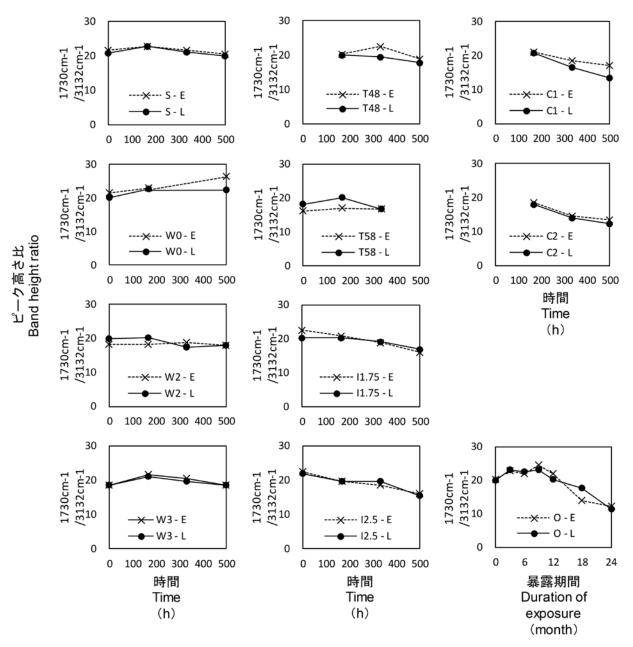


図12 促進耐候性試験と屋外暴露試験における造膜形塗装試験片のピーク高さ比(1730cm<sup>-1</sup>/3132cm<sup>-1</sup>)の変化

S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, C2:表2参照, O:屋外暴露試験。-E:早材,-L:晚材。

Fig. 12 Changes in the band height ratio of samples coated with a film-forming finish (1730cm<sup>-1</sup>/3132cm<sup>-1</sup>) during accelerated and outdoor weathering.

S, W0, W2, W3, T48, T58, I1.75, I2.5, C1, and C2 : Table 2 ; O : outdoor weathering. -E : early wood ; -L : late wood.

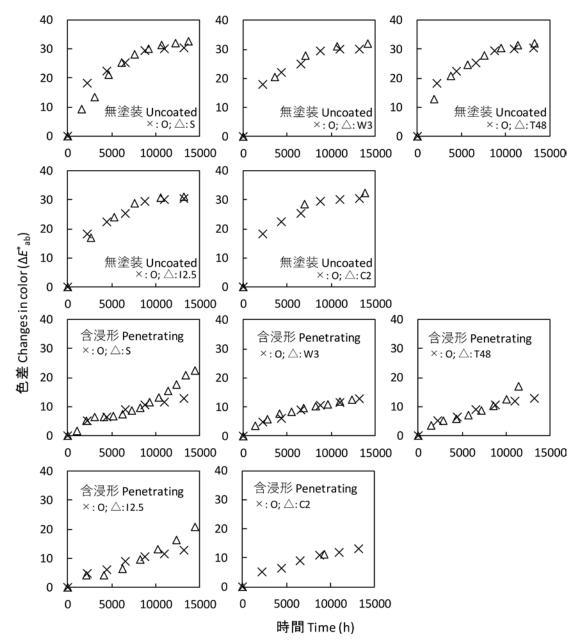


図13 屋外暴露試験と各促進耐候性試験における色差の変化を比較するために時間軸を調整したプロット (n=3) × : O (屋外暴露試験),  $\triangle$  : S, W3, T48, I2.5, C2 (表2参照)。

Fig. 13 Plot with an adjusted time axis to compare the change in color difference between the outdoor and accelerated weathering test (n = 3).

 $\times$  : O (outdoor weathering);  $\triangle$  : S, W3, T48, I2.5, and C2 (Table 2).

注)屋外暴露試験12か月(8760時間)と同じ色差になる各促進耐候性試験の時間を8760時間の位置に合わせた。 Note: The time for each accelerated weathering test that produces the same color difference as the 12-month outdoor exposure test (8760h) was aligned at the 8760-h position.

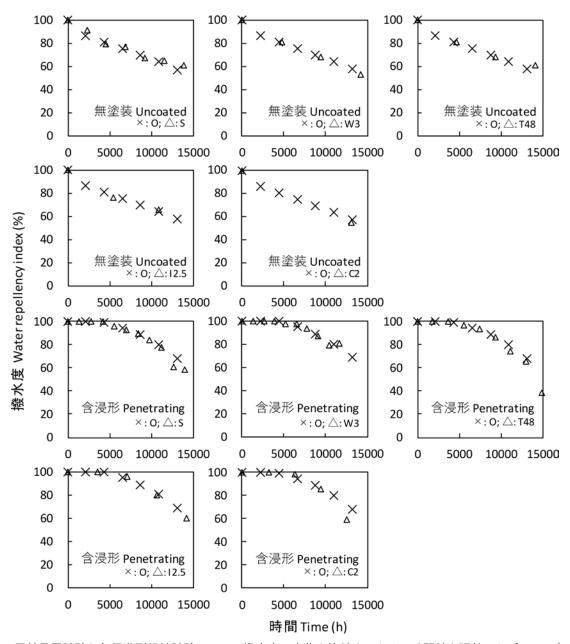


図14 屋外暴露試験と各促進耐候性試験における撥水度の変化を比較するために時間軸を調整したプロット(n=3)×: O(屋外暴露試験),  $\triangle$ : S, W3, T48, I2.5, C2(表2参照)。

Fig. 14 Plot with an adjusted time axis to compare the change in water repellency index between the outdoor and accelerated weathering test (n = 3).

 $\times$  : O (outdoor weathering) ;  $\triangle$  : S, W3, T48, I2.5, and C2 (Table 2) .

注) 屋外暴露試験12か月 (8760時間) と同じ撥水度になる各促進耐候性試験の時間を8760時間の位置に合わせた。 Note: The time for each accelerated weathering test that produces the same water repellency index as the 12-month outdoor exposure test (8760h) was aligned at the 8760-h position.

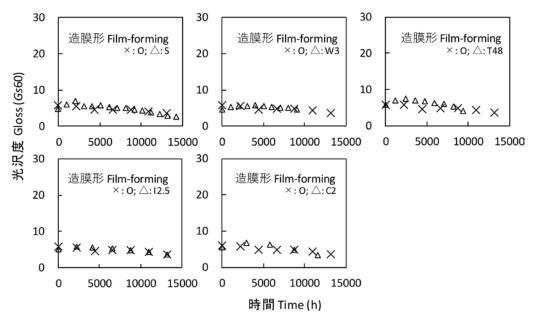


図15 屋外暴露試験と各促進耐候性試験における光沢度の変化を比較するために時間軸を調整したプロット(n = 3)

×:O(屋外暴露試験), △:S, W3, T48, I2.5, C2(表2参照)。

Fig. 15 Plot with an adjusted time axis to compare the change in gloss between the outdoor and accelerated weathering test (n = 3).

 $\times$  : O (outdoor weathering);  $\triangle$  : S, W3, T48, I2.5, and C2 (Table 2).

注) 屋外暴露試験12か月 (8760時間) と同じ光沢度になる各促進耐候性試験の時間を8760時間の位置に合わせた。 Note: The time for each accelerated weathering test that produces the same gloss as the 12-month outdoor exposure test (8760h) was aligned at the 8760-h position.

知られている<sup>9)</sup>。そのため、水スプレー無しの条件(W0)ではこのピークは増加したまま減少せず、一方、加速性の高い促進耐候性試験条件では分解成分の流出も早まったため、一時的なピークの増加が見られなかったと推測された。また、屋外暴露試験でも、暴露後の最初の測定(3か月後)までに分解成分の流出が起こったため、同様に一時的な増加が見られなかったと考えられた。

含浸形塗装については、 $1510 \text{cm}^{-1}/3132 \text{cm}^{-1}$ (図 9)および $2925 \text{cm}^{-1}/3132 \text{cm}^{-1}$ (図11)がいずれの試験でも500時間までの間に低下した。含浸形塗装試験片での $1510 \text{cm}^{-1}$ のピークは、無塗装試験片で観察されたリグニンベンゼン核の骨格振動に由来し、光劣化によりピーク高さ比は低下したが、無塗装よりも低下の程度が少なかった。これは、塗装による保護効果が得られた可能性を示唆している。しかし、アルキド樹脂のベンゼン核に由来する $1450 \text{cm}^{-1}$ のピーク100 や $1490 \text{cm}^{-1}$ の弱いショルダー状の吸収 $100 \text{cm}^{-1}$ のではも減少傾向が見られたことから、これらの隣接ピーク等の変化が $1510 \text{cm}^{-1}$ のピーク高さの測定に影響を及ぼした

可能性もある。2925cm<sup>-1</sup>については、先に述べたように主に塗料油分の脂肪族-CHの伸縮振動で、いずれの試験でもピーク高さ比が低下しており、屋外暴露および促進耐候性試験において比較的早くから変化を受けやすい部分であることが示された。1730cm<sup>-1</sup>/3132cm<sup>-1</sup>(図10)についても、多くのケースで緩やかに減少する傾向が見られており、塗料成分の変化を反映している可能性があるが、前述の光酸化反応に伴う木材成分の変化の影響を受けた可能性もある。

図12に造膜形塗装の結果を示した。T48, C1および C2条件の 0 時間のデータは人為的ミスにより取得できなかったため掲載しなかったが、促進耐候性試験前の値であるため、他の試験条件の値とほぼ同程度の20前後であると推察された。屋外暴露試験では12か月までは1730cm<sup>-1</sup>/3132cm<sup>-1</sup>の値が20前後で推移していたが、以降低下し24か月では約12となった。促進耐候性試験では、I1.75、I2.5、C1、C2で低下傾向があり、特に C2の500時間では、屋外暴露24か月と同程度の約12となった。これらの条件では他の条件よりも劣化の進行が速

く、暴露試験後期と同様の減少傾向に至ったと考 えられた。

以上のように、無塗装、含浸形塗装、造膜形塗装のいずれの試験片の各ピーク高さ比とも、各促進耐候性試験と屋外暴露試験結果とで概ね同様の推移を示したことから、各促進耐候性試験は、前報までの色差、撥水度、光沢度に加え、試験体表面の化学変化の観点からも、屋外暴露試験と大きな逸脱が無いことが示された。

次に、各促進耐候性試験が屋外暴露試験におけ る変化傾向と類似しているかどうかを検討するこ ととした。促進耐候性試験では屋外暴露試験にお ける色差や撥水度、光沢度の変化が加速される。 そこで、促進耐候性試験における色差、撥水度、 光沢度の値を,屋外暴露試験における色差,撥水 度, 光沢度の変化を示した図にプロットし, 変化 傾向の類似性を検討することとした。具体的には, 屋外暴露試験における色差、撥水度、光沢度の変 化傾向を示した図の12か月(8760時間)の位置に、 既報3,4)で求めた、各促進耐候性試験において色 差, 撥水度, 光沢度が屋外暴露12か月と同じ値に 達するのに要する試験時間を合わせ、色差、撥水 度、光沢度の値をプロットした。例えば、無塗装 では屋外暴露12か月で色差は29.5となり、促進耐 候性試験の標準条件(S)で同値となったのは957 時間であった<sup>4)</sup>。この場合は、屋外暴露における 色差の変化を示した図の12か月(8760時間)の位 置に、促進耐候性試験Sの957時間を合わせ、促 進耐候性試験Sの任意の時間 t に8760/957を掛 けて屋外暴露相当時間(h)を求め,時間 t にお ける色差の値を t×8760/957時間の位置にプロ ットした。こうして求めた色差、撥水度、光沢度 に関するプロットを図13~15に示した。なお. W2 & W3, T48 & T58, I1.75 & I2.5, C1 & C21 t, それぞれ色差, 撥水度, 光沢度の変化傾向が類似 していたため<sup>3,4)</sup>, ここでは, W3, T48, I2.5と, これらを複合した条件である C2. および標準条 件Sについての図を掲載した。また、無塗装の 屋外暴露12か月における撥水度は外れ値であった ため、既報4)と同様に前後の測定値である9か月 と15か月の値の中間値とした。光沢度については、 無塗装と含浸形については一般的にあまり考慮さ れないため、造膜形のみについて結果を示した。 図13~15において、色差、撥水度、光沢度は、いずれの促進耐候性試験条件でも概ね屋外暴露と類似した変化傾向となった。ただし、含浸形の色差では、10000時間(約14か月)を超える頃から促進耐候性試験と屋外暴露試験との差がやや大きくなる場合があった。この要因として、含浸形のブラウン系色の塗装が剥落すると、屋外ではカビ等の汚染により灰色へ変化する一方、促進耐候性試験ではカビ等の汚染が起こらず白色化することや、屋外では台風や過度の乾燥等により割れ等の表面損傷が促進耐候性試験よりも多くなる可能性があること等が考えられた。

以上の結果から、JIS K 5600-7-7:2008 (キセノンランプ法、方法1、サイクル A) に基づく促進耐候性試験の標準条件の水スプレー時間、温度、放射照度を変えることで、既報で示したように色差、撥水度、光沢度の変化が最大で9倍程加速されるだけでなく、その変化傾向や試験体表面の化学変化も屋外暴露と類似していることが示された。今後、他の樹種や塗料の試験結果が蓄積されれば、汎用性が高まると考えている。

# 4. まとめ

屋外での木材および塗装木材の長期にわたる変化を短期間で予測する促進耐候性試験について、既報<sup>3.4)</sup>において、水スプレー、温度、放射照度を様々に変化させて高速化を図り、最大で約9倍の速さで屋外暴露試験における変化を予測できることを示した。本稿では、これらの高速化した試験の妥当性を検討するため、各試験において試験体表面の化学成分がどのように変化するかを赤外分光分析で検討した。

具体的には、スギ心材試験片に油性・含浸形または水性・造膜形木材保護塗料を塗装し、無塗装試験片とともに、JIS K 5600-7-7:2008 (キセノンランプ法、方法1、サイクルA) に基づく条件(標準条件(S)、設定温度38℃、放射照度60W/m²)と、標準条件に対して水スプレー時間を2倍または3倍にした条件(W2、W3)、温度を10℃または20℃高くした条件(T48、T58)、水スプレー時間3倍・温度48℃・放射照度1.75倍とした条件(C1)、水スプレー時間3倍・温度48℃・放射照度2.5倍とした条件(C2)、さらに標準条件と同じ設定温

度38℃と放射照度60W/m²で水スプレー時間を設けない条件(W0)で試験を行い、その間の試験体表面の化学変化を赤外分光分析により検討した。

その結果,いずれの条件でも試験体表面の化学変化の傾向は屋外暴露と逸脱していないことが示された。さらに,各条件における色差,撥水度,光沢度の変化傾向が屋外暴露試験における変化傾向と類似していることも確認できた。今後,異なる基材や塗料の試験結果を蓄積することで,高速化した促進耐候性試験の汎用性を高めていきたいと考えている。

## 引用文献

- 1) 石川敦子, 片岡厚, 川元スミレ, 松永正弘, 小林正彦, 木口実: 塗装木材に関する屋外暴露 試験と促進耐候性試験の相関,木材保存, **40**(2), 55-63 (2014).
- 2) 石川敦子, 片岡厚, 川元スミレ, 松永正弘, 小林正彦, 木口実: 塗装木材に関する屋外暴露 試験と促進耐候性試験の相関 (II) -L\*, a\*, b\*値と光沢度の変化-, 木材保存, **40** (5), 216-63 (2014).
- 3) 石川敦子, 片岡厚, 松永正弘, 小林正彦, 神林徹: 耐候性試験の高速化-高照度試験による

- 加速効果 -, 木材保存, 45 (6), 261-267 (2019).
- 4) 石川敦子, 片岡厚, 松永正弘, 小林正彦, 神林徹: 促進耐候性試験の加速化の検討 水スプレーと温度, 放射照度の変更による効果 , 木材保存, 46 (6), 292-302 (2020).
- 5) 片岡厚:木材の組織構造を区別した赤外分光 分析 - 顕微 FT-IR の有用性と応用例 - , 木 材保存, **26** (6), 255-265 (2000).
- 6) 木下脩:赤外吸収と高分子,色材,44,273-280 (1971).
- 7) Infrared Spectroscopy Committee of the Chicago Society for Paint Technology: "INFRARED SPECTROSCOPY Its Use in the Coatings Industry", Federation of Societies for Paint Technology, 1969, p27 and pp.93-103.
- 8) 松丸靖: 塗料中のバインダーの分析, 油化学, **22** (9), 599-605 (1973).
- 9) Horn, B. A., Qiu, J., Owen, N. L. and Feist, W. C.: FT-IR Studies of Weathering Effects in Western Redcedar and Southern Pine, *Appl. Spectroscopy*, **48**, 662–668 (1994).
- 10) 長倉稔, 小川康雄, 吉富和彦: アルキド樹脂 の赤外線吸収スペクトルによる研究, 色材, 41, 542-553 (1968).

(2021.11.18受付) (2021.12.6 受理)