

651 スクラッチ試験機による皮膜密着性評価

Evaluation of coating adhesion by scratch testing machine

○学 高橋 直之 (新潟大学院)

正 大木 基史 (新潟大学)

正 石橋 達弥 (新潟大学)

Naoyuki TAKAHASHI, Graduate School of Science and Technology, Niigata University, 8050, Ikarashi 2-no-cho, Niigata

Motofumi OHKI, Faculty of Engineering, Niigata University, 8050, Ikarashi 2-no-cho, Niigata

Tatsuya ISHIBASHI, Faculty of Engineering, Niigata University, 8050, Ikarashi 2-no-cho, Niigata

Key Words: Scratch Testing, HOT-DIP Tin Plating, Critical Load

1. 緒言

皮膜は材料の機能性向上に関して非常に有用な材料形態であり、皮膜/基材の組み合わせにより様々な機能性材料・機能性デバイスの作成が可能とされる⁽¹⁾。一方、皮膜部材の信頼性を保証するためには、皮膜と基材間の密着性評価が不可欠である。皮膜の密着性評価法としては接着剤併用による引張試験、せん断試験、曲げ剥離試験等が提案されているが、本報告ではその簡便性からスクラッチ試験に注目し、皮膜密着性評価システムとしての確立を図る目的で実際の皮膜材料への適用を試みた。

2. 試験方法

2.1 試験片

本報告で用いた HOT-DIP すずめっき材試験片の形状及び寸法を Fig.1 に示す。HOT-DIP すずめっき施工後のシート状材料から 15×15mm の正形状に切り出して試験に供した。

本試験片は基材としてりん青銅(化学組成: Sn:6.55%, P:0.095%, Cu:Bal)を用いており、めっき施工時にりん青銅基材とすずめっきの間に中間合金層が形成されるが、使用環境によっては熱的負荷にさらされるため、中間合金層とりん青銅基材間に新規の中間合金層が形成されることが報告されている。

そこで本報告では熱処理による新規中間合金層の成長と密着性との関係を検討するため、2種の熱処理条件を設定した。熱処理方法としては大気雰囲気電気炉を使用し、また電気炉のプログラム温度と電気炉内部で実際に試験片が加熱される温度との間に誤差が生じるため、事前にアルメルクロメル熱電対を取り付けた2つのダミー試験片を電気炉内部に設置し、プログラム温度と試験片の温度との温度履歴を採って内部で試験片が加熱される温度が 180℃となるように補正を行った。このように熱処理を行った結果、(A)熱処理なし(B)180℃-100h(C)180℃-500h 熱処理の、計3種の試験片に対して試験を行った。

2.2 試験装置

試験機としては市販の試験機ではなく、研究室内で試作・改良を行ったスクラッチ試験機を使用した。自作の摩擦係数測定用ロードセル上に試験片固定用治具を取り付け、そこで固定された試験片に対して圧子を連続的に降下させることによって垂直荷重測定用ロードセル(NEC 三栄製 9E01-L35)の測定値がデジタル指示計(ティアック電子計測株式会社製 TD-300A)に設定された下限値に達すると、テーブル駆動用モータが駆動し始め、圧子の降下と試験片の水平移動が並行して行われる。圧子の降下及び試験片の水平移動は、垂直荷重がデジタル指示器に設定された上限値に達すると終了し、圧子の上昇及び水平移動の復帰が行われる。摩擦係数測定用ロードセルはロードセルのひずみによる出力電圧の変化を動ひずみ測定器(NEC 製 AS2102)により測定し、あらかじめ取得した較正データから摩擦係数に換算する。加えて圧子側面に取り付けられた AE センサーにより、試験片から圧子に伝わる弾性波を検出する。この一連の動きを組み合わせることでスクラッチ試験の一サイクルが完了する。

圧子は先端角 120°、先端半径 0.2[mm]のロックウェルダイヤモンド円錐圧子を使用した。

2.3 試験条件

最大垂直荷重 100[N]、荷重負荷速度 1.67[N/s]、試験片移動速度 0.167[m/s]、スクラッチ痕長さ 10[mm]で、各試験片に対し3回ずつ試験を行った⁽²⁾。

3. 試験結果及び考察

Fig.2(a)~(c)にそれぞれ(A)試験片 A(熱処理なし)(B)試験片 B(180℃-100h)(C)試験片 C(180℃-500h)の垂直荷重-摩擦係数-AE 線図を示す。

試験片 A,B,C の垂直荷重-摩擦係数-AE 線図を比較してみると、試験片 A,B の垂直荷重-摩擦係数-AE 線図には AE が顕著には現れず、摩擦係数の傾きにも大きな変化が現れなかった。そのため、臨界荷重 L_c を求めることができなかった。

試験片 C の垂直荷重-摩擦係数-AE 線図では AE の変化が○印の点で顕著に現れ、摩擦係数にも○印の点で変化が現れた。これより L_c が求められ、摩擦係数の変化によって求められた L_c は 62.1[N]であり、AE の顕著に現れた点で求められた L_c は 18.1[N]となった。

Fig.3(a)~(c)に試験片 A,B,C のスクラッチ痕の終端および(d)に試験片 C のスクラッチ中間地点(先端から約 6mm)における SEM 観察写真を示す。Table 1 に各部での成分分析結果を示す。試験片 A(熱処理なし)のスクラッチ痕の終端底部(Fig.3(a)①)では成分分析ですすが検出されたことから、スクラッチ痕の深さはすずめっき層内に留まり、中間合金層及び基材には達しなかったと推察される。また試験片 B(180℃-100h)のスクラッチ痕終端底部(Fig.3(b)②)では、局

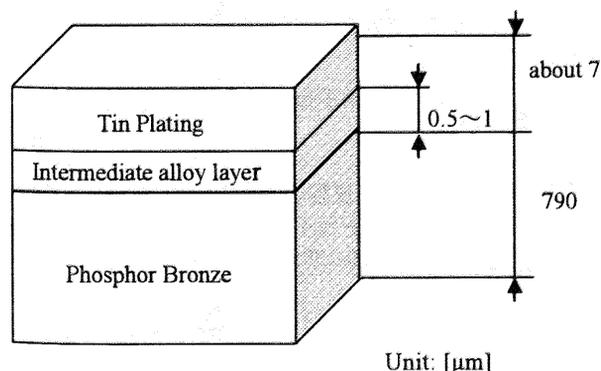


Fig.1 Geometry and shape of specimen

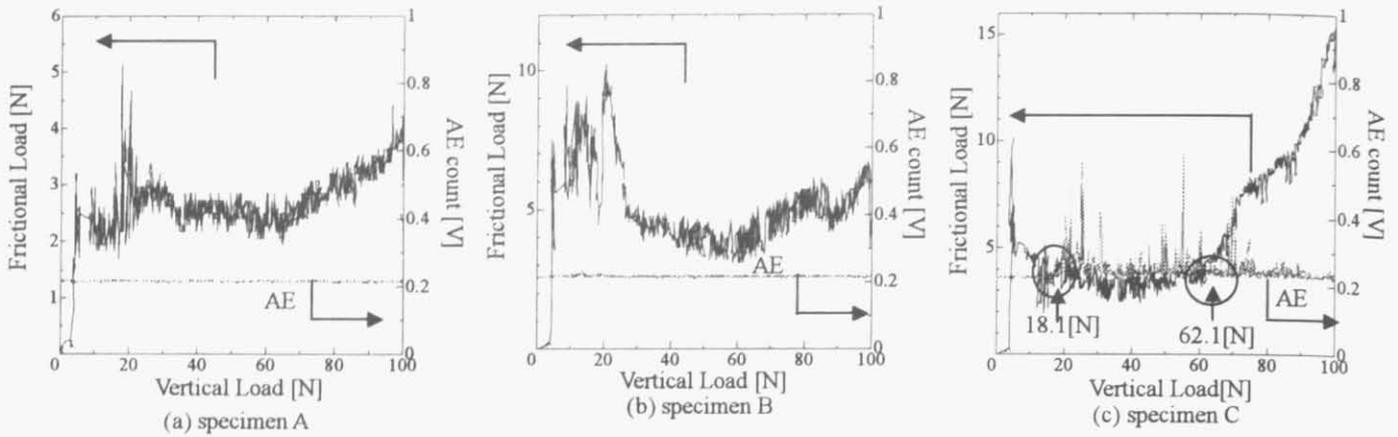


Fig.2 Load-Frictional Force-AE count curves

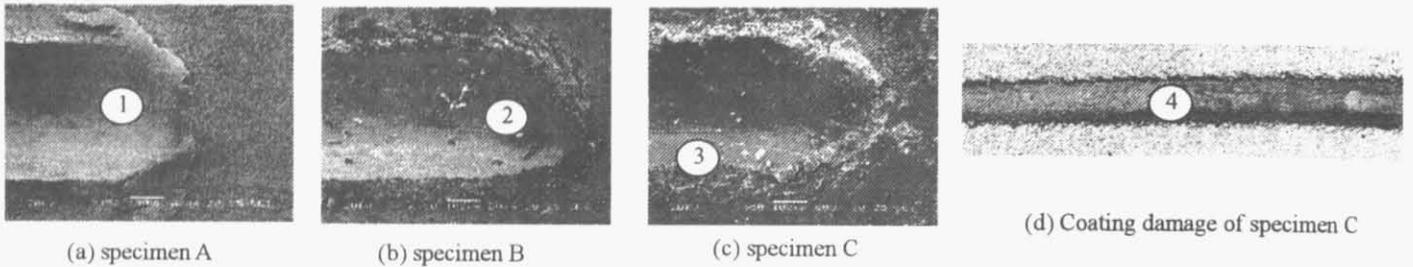


Fig.3 Observation of scratch

Table 1 Quantitative analysis of result on surface of specimen

	wt%	
	Cu	Sn
①	21.23	78.77
②	51.82	48.18
③	31.91	68.09
④	91.33	8.67

部分的にすずと銅の両成分が検出されたが、定量分析の結果、新規中間合金層は露出していないことが明らかとなった。これらの結果より、試験片 A 及び B ではいずれもスクラッチ痕の深さが新規中間合金層まで達せず軟質なすず層もしくは既存中間合金層までで留まったため、摩擦力の顕著な変化や AE の発生が現れなかったと考えられる。言い換えれば、軟質皮膜に対するスクラッチ試験方式での密着性評価の限界を示している。

一方、試験片 C(180°C・500h)では試験片表面(Fig(c)③)ですでに既存中間合金層がかなり露出してきており、またスクラッチ先端から約 2mm 過ぎの位置で新規中間合金層が、約 6mm 過ぎの位置(Fig.3(d)④)で銅単体が検出された。そしてこの約 2~6mm 間のスクラッチ底部及び周辺で無数のき裂が見られた。これらの結果及び Fig.2(c)の線図から、試験片 C では約 20[N]負荷時ですず及び既存中間合金層を貫通して新規中間合金層に達しており、硬くてもろい新規中間合金層と圧子との接触に起因する破壊現象により顕著な AE の発生を生じたと考えられる。また約 65[N]負荷時以降は新規中間合金層も貫通して基材まで達したため、AE の発生は減少に転じ、また摩擦力が著しく上昇していったと推察される。

4. 結言

- (1)熱処理を施さなかった試験片へのスクラッチ試験の結果終端底部にすずが検出されたためスクラッチ痕の深さはすず層内に留まり、既存中間合金層へ達していないことが示された。
- (2)180°Cで 100 時間の熱処理を施した試験片へのスクラッチ試験の結果、終端部分にすずと銅の両成分が検出された。しかし定量分析の結果、新規中間合金層の露出が見られないことより、試験片 A 及び B では新規中間合金層が表面近傍まで成長していないことが示された。
- (3)180°Cで 500 時間の熱処理を施した試験片へのスクラッチ試験の結果、スクラッチ痕の開始点から約 6mm 過ぎの所で銅単体の成分が検出され、また約 2~6mm 間のスクラッチ底部及び周辺での無数のき裂が確認された。これらより約 20[N]ですずおよび既存中間合金層を貫通、約 65[N]で新規中間合金層を貫通、りん青銅基材へ到達したと推察される。

謝辞

学部 4 年の滝沢賢一君にお手伝いいただき感謝します。

参考文献

- (1) 上田重明:PVD・CVD 皮膜の基礎と応用:横書店,(1994)
- (2) 日本機械学会基準、ドライコーティング膜の欠陥評価試験方法 JSME S010-1995