

表面切削装置（SAICAS）を用いた塗膜剥離強度測定の実験ケースづくり

Creating a model case for peel strength measurement using SAICAS

材料技術部 分析・化学科 高木智博 添田友貴

本研究では、表面切削装置（SAICAS）を用いて、塗膜の剥離強度計測における試験条件の最適化を行った。また、下地樹脂材料4種類、塗膜3種類からなる種々の試料について剥離強度を計測した。その結果、塗膜の剥離強度の目安は概ね0.2~0.8[N]であることを明らかにした。

Key words: 剥離、界面、SAICAS 法

1. 緒言

接着性は、製品機能を維持する上で欠かすことのできない基本的特性であり、その数値は製品開発、品質管理等、様々な場面で重要である。定量的な接着性評価手法としては引きはがし試験（ピール試験、JIS Z 0237）がよく知られている。しかしながら、ピール試験では微小部や多層膜の剥離強度を求めることができない。一方で、SAICAS（Surface and Interfacial Cutting Analysis System）法¹⁾では、幅数[mm]の刃を低角度で接着界面に侵入させ、超低速度で切削を行う。本手法を用いると、従来法であるピール試験では測定が困難であった微小部や多層膜の剥離強度の評価が可能となる。また、多層膜の界面近傍の観察や、塗膜の深さ方向解析等にも利用できる。この測定法が可能な装置として、当所では令和4年度に表面切削装置（ダイプラ・ウィンテス（株）、SAICAS EN型）（以下SAICASと略す。）を導入した。

SAICAS 法は 30 年以上前に確立された手法であり、刃を切り込む際の剪断強度が、引張強度、曲げ強度、衝撃強度等の他物性値と良い相関が得られている¹⁾。しかしながら、本装置は他県公設試験研究機関での設備開放がなく、また様々な下地樹脂材料や塗料について系統立てられた計測結果もない。そこで、県内企業の製品開発・品質管理力強化に寄与することを目的として、本研究では種々下地樹脂材料や塗料について剥離強度を評価した。

2. 実験

2. 1. 材料

下地は 100[mm]×100[mm]、厚さ 3[mm]で、材質はポリメチルメタクリレート（PMMA）、ポリカーボネート（PC）、ポリ塩化ビニル（PVC）及びポリ（アクリロニトリル-ブタジエン-スチレン）（ABS）の4種類を用いた。塗料はアクリル系、シリコン系、水性系の3種類及びプライマーを用いた。

2. 2. 試料作製

事業名「「そだてる研究室」事業」

下地は、試料切断機（（株）MARUTO、MC-110）を用いて 25[mm]×50[mm]に切断し、膜厚評価のためマスキングテープを一部に貼り付けた。塗膜は、スプレーを約 15[cm]の距離から3往復吹き付けて3分間乾燥する操作を3、5、10回繰り返して作製した。試料の外観を図1に示す。

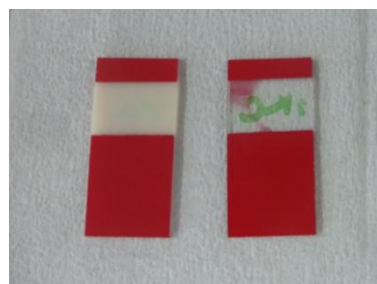


図1 試料外観

2. 3. 膜厚の計測

膜厚の計測は、表面粗さ・輪郭形状統合測定機（（株）東京精密、SURFCOM3000A）による段差の測定により、または樹脂包埋・研磨後にマイクロスコープ（（株）ハイロックス、RH-2000）を用いた断面観察により行った。

2. 4. 剥離強度の評価

SAICAS を用いて剥離強度を評価した。刃は水平方向 1[μm/s]、垂直方向 0.1[μm/s]の速度で移動させ、塗膜-下地界面に到達後は水平方向にのみ 1[μm/s]で移動させた。その際に刃が受ける水平方向荷重の平均値を剥離強度とした。

3. 結果及び考察

3. 1. 試験条件の最適化

図2にSAICAS法による計測の模式図を示す。SAICAS法で計測する水平力は、大きく分けて3段階に分けられる。①表面から塗膜を切り進む段階（水平力は切り込みが深くなるに従い上昇）、②塗膜-下地界面に到達し界面でマイクロギャップが生じる段階（水平力が減少）、③塗膜-下地界面を安定して剥離する段階（水平力の平均値が一定）である。

まず、剥離強度が安定して取得可能な条件について種々の検討を行った。本研究を通し判明したことは、良い結果を得る上で特に重要な条件は、段階②の界面到達が判別可能であること、段階③の水平力が安定して計測できるということである。

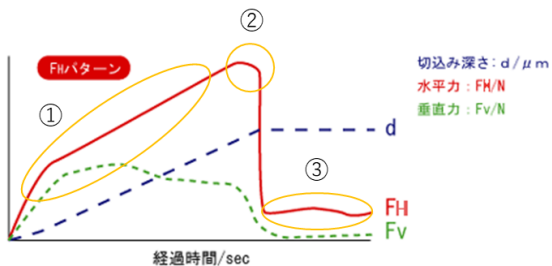


図2 SAICAS法の計測の模式図²⁾

3、5、10回塗装した塗膜の剥離強度を計測した。その結果、10回が最も安定して測定可能な条件であることが分かった。図3に計測中の様子、図4にその計測結果の一例を示す。データは省略するが、3、5回の場合、界面の判別が難しく、また水平力が小さいため、計測値のばらつきが懸念された。そこで、以後の測定では10回塗りの試料を用いることとした。



図3 計測中の様子

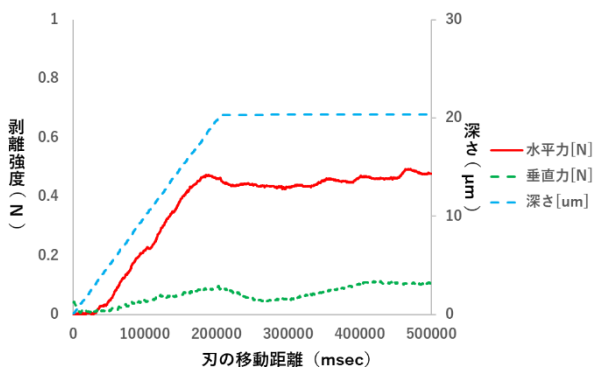


図4 試験結果の一例

また、刃の速度を元の速度から10倍まで変化させても、剥離強度に影響を及ぼさなかった。この速度の範囲内では、剥離が十分にゆっくりと行われているためだと考えられる。ただし、膜が割れながら剥離する場合、速すぎると下の層を巻き込みながら剥離する可能性も考えられる。

さらに、膜表面の粗さや板自体の平行度は、試験片の位置調整により試験に影響を及ぼさなかった。このことから、板表面で水平が出ていれば、表面の10[μm]

程度の凹凸は許容されることが分かった。

3. 2. 下地及び塗膜の影響

4種類の下地について各々塗膜を3種類作製し、計12水準の塗膜について2回ずつ剥離強度を評価した。その結果、剥離強度は0.05~2.48[N]、剥離深さは16~28[μm]となった。結果を表1~3に示す。ここで、剥離深さより実際の膜厚が大きいのは、刃の位置が塗膜-下地界面より上の位置で剥離が開始しているためである。

表1 アクリル系の剥離強度

塗料		アクリル系			
下地樹脂		PMMA	PC	PVC	ABS
剥離強度 [N]	1回目	0.33	0.18	0.12	0.47
	2回目	0.73	0.10	0.11	0.76
剥離深さ [μm]		26.0	18.6	20.1	19.1
膜厚 [μm]		42.1	34.8	48.1	35.2

表2 シリコン系の剥離強度

塗料		シリコン系			
下地樹脂		PMMA	PC	PVC	ABS
剥離強度 [N]	1回目	0.36	0.06	0.05	0.46
	2回目	0.64	0.08	0.08	0.54
剥離深さ [μm]		16.8	17.9	16.5	20.4
膜厚 [μm]		26.1	33.2	25.9	32.5

表3 水性系の剥離強度

塗料		水性系			
下地樹脂		PMMA	PC	PVC	ABS
剥離強度 [N]	1回目	1.21	0.70	0.46	0.65
	2回目	1.56	2.48	0.37	0.44
剥離深さ [μm]		28.1	26.5	27.1	25.8
膜厚 [μm]		40.5	47.2	46.8	43.4

下地の種類に着目した場合の剥離強度と剥離深さの関係を図5に示す。一般に塗料と接着しやすいとされるPMMA及びABSでは、測定中安定して剥離する様子が観察できた。一方、図6のように、一般に塗料と接着しにくいとされるPC及びPVCでは、剥離の瞬間に塗膜が浮き上がってしわが寄ったり、剥がれたりしてしまうものがあった。

また、ABS及びPVCの剥離強度は、塗料の種類や剥離深さによらず安定していた。一方で、PMMA及びPCは、塗料の種類に大きく影響を受けることが分かった。

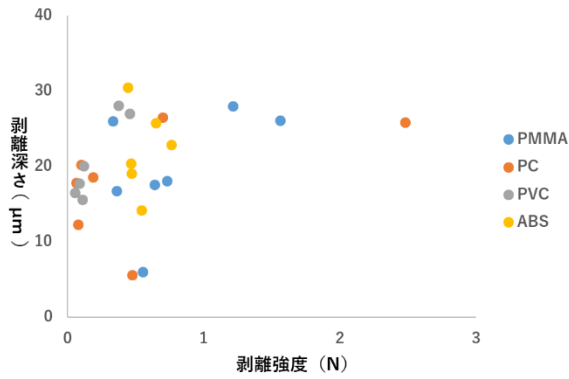


図5 下地の種類による剥離強度と剥離深さの関係



図6 接着性の悪い塗膜の剥離の様子

塗膜に着目した場合の結果を図7に示す。剥離強度は水性系がアクリル系やシリコン系と比較して大きいことが分かった。特に水性系は、接着しにくい下地(PC、PVC)であっても0.3[N]以上の剥離強度があった。

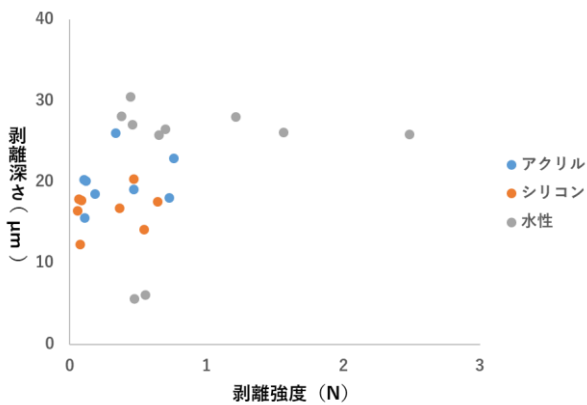


図7 塗料の種類による剥離強度と剥離深さの関係

これらの結果から、汎用的な樹脂材料と塗料を用いた場合、0.2~0.8[N]程度の剥離強度を持つことが分かった。また図6のように刃が切り込み始めてすぐに剥がれてしまった塗膜は、接着自体が上手くできていないため、剥離強度が0.2[N]未満という小さな値になったと考えられる。

3. 3. 薄膜の評価

上記樹脂材料とは別に、どの程度の薄さの薄膜まで剥離可能か検討を行った。プライマーを用いて1[μm]

未満の塗膜をガラス上に作製し、剥離強度の計測を行った。膜が非常に薄いため、計測の速度は水平方向0.2[μm/s]、垂直方向0.01[μm/s]とし、界面で止めずにガラス層まで切り込みを行った。

観察結果を図8に示す。膜厚は約0.5[μm](=10.8[μm]×0.01[μm/s]/0.2[μm/s])であることが分かった。面の高い平滑度が要求されるが、検討の結果、こうした薄膜についても計測可能であることが確認できた。

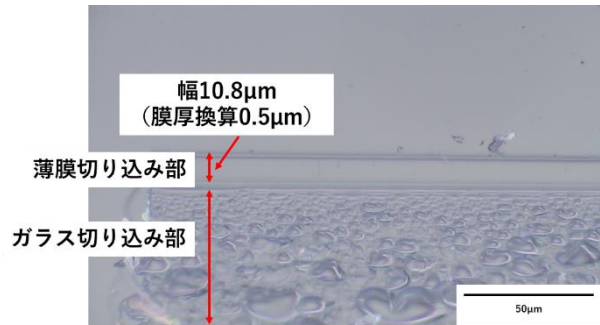


図8 薄膜の剥離

4. 結言

本研究では、表面切削装置(SAICAS)を用いて、塗膜の剥離強度測定における試験条件の最適化を行った。また、下地樹脂材料4種類、塗料3種類からなる種々の塗膜について剥離強度を評価した。その結果、塗膜の剥離強度の目安は概ね0.2~0.8[N]であることを明らかにした。

今後はより多種の下地や塗膜の知見を収集し、企業への技術相談に活用していく。

参考文献

- 1) 西山逸雄、高橋健造、「表面-界面切削法」による塗膜物性の定量的測定法、色材、Vol. 62, No. 12, 1989, p. 744-748
- 2) ダイプラ・ウィンテス(株) HP、<https://www.wintes.co.jp/SAICAS.html> (参照 2024-2-20)