

塗膜劣化過程の光音響分光 およびAEによる観察

東京工業大学工学部 水 流 徹, 相良明由, 緒方秀昭, 春山志郎  
 東京工業大学精密工学研究所 肥後矢吉, 布村成具

**1. 目的** 塗膜劣化の初期過程(塗膜の吸水、塗膜/金属界面での水層の形成、はく離・ふくれの進行)を、非破壊・連続的に追跡するためにPAS(光音響分光)法およびAE(アコースティック・エミッション)法による計測を試みた。これにより、従来はつきりしていなかった劣化初期において、塗膜中への水の侵入が極く短時間でおこり、はく離の発生も早いこと、はく離またはふくれの進行に伴って発生するAE事象数は増加するが各事象の開放エネルギーはほぼ一定であることがわかった。

**2. 実験方法** **試料** エメリー紙で研磨した圧延鋼板(SS-41)の片面に70~120 μmのエポキシ系塗料を塗布した。塗装面を0.5N NaCl溶液に接するようにし、反対側にセンサーを接着(AE)または空気室(PAS)にした。カソード分極は試料と溶液に浸したPt線との間に接続した電池により行ない、電流の経時変化を記録した。

**PAS** 図1に測定系の構成の模式図を示す。断続光に変換された入射光は、溶液層を通して直接に塗膜面に至り、吸収・光音響を生じ、背面の空気室へ伝播する。この空気振動はコンデンサーマイクにより電気信号に変換され、ロック・イン・アンプにより断続光と同一の周波数成分だけが光音響信号として増幅・記録される。

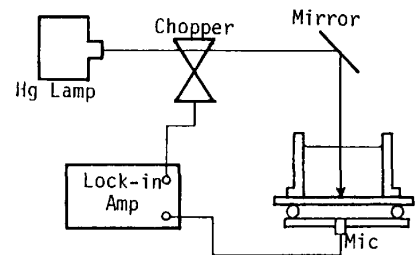


Fig.1 Schematic diagram of PAS Measurement

**AE** 試料背面にAEセンサーを接着し、AE事象の計数とリングダウン計数を行なった。塗膜と溶液を接触させ、10~30分経過後9Vまたは3Vの電池によりカソード分極した。

**3. 結果と考察** **PAS信号の経時変化** 塗膜からのPAS信号は水分に極めて敏感であり、デシケータに保管された試料を空气中に放置しているだけでも、時間とともに信号は小さくなった。また、溶液中では浸漬後5時間前後まで信号が徐々に小さくなる。これらのことは、塗膜の光音響発生機構に水分の影響が大きいこと、塗膜自体への水分の吸収は5時間程度で終わる速い過程であることを示す。

**AE信号の経時変化** 図2に示したAE事象数の総和の経時変化から、浸漬後約20時間からAE発生が増加し始める。この頃には肉眼で塗膜の一部にはく離と思われる部分が観察される。その後約60時間後からAE事象数は急激に増加している。図3は浸漬開始後44h,66h後のリングダウンカウンターの増加を示したもので、初期には10~20分毎に発生していたAEが、後半には4~5分毎となり1回

あたりのカウント数も10倍から100倍になっている。しかし、リングダウンカウント数とAE事象数との比をとると初期には4~7,その後(20h以後)は15~20となり、1回のAE事象(塗膜と金属とのはく離)によって開放されるエネルギーが大幅に変化していないことを示唆している。

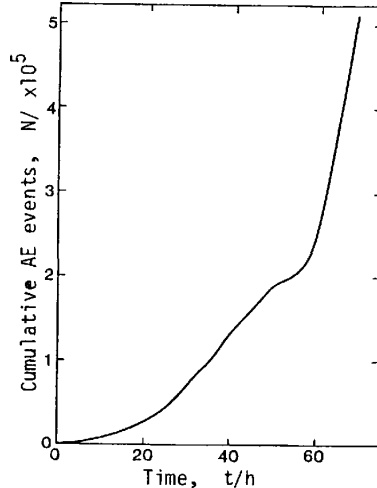


Fig.2 Cumulative AE events during cathodic degradation of coatings

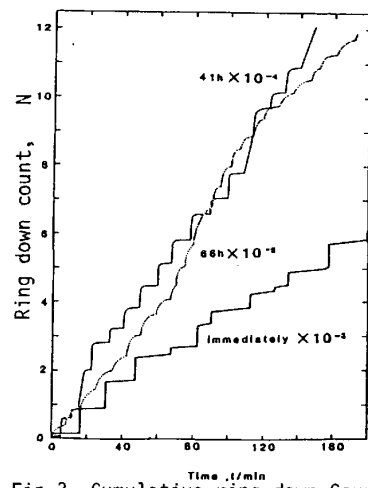


Fig.3 Cumulative ring down counts during degradation of film