

論文

超音波共振法による塗膜と鋼材との接着強度
の非破壊測定法の検討

© 1986 ISIJ

川崎 博 信*・鈴木 正 二*²Nondestructive Measurement of Coated Film-Steel Bond
Strength Using Ultrasonic Resonance Frequency Method

Hironobu KAWASAKI and Shoji SUZUKI

Synopsis:

In order to nondestructively measure the bond strength of coated film on steel surface, ultrasonic resonance method using Fokker bondtester was investigated. The bondtester measures the change in the resonance frequency and the amplitude of the tester and coated film/steel system.

It was found that the resonance frequency difference between disbonded and bonded coating films on steel showed good correlation with the bond strength of the bonded coating film on steel measured by a destructive method.

To applying this method widely, however, the following problems are to be solved in other ways.

- (1) Differences arising from quite strongly bonded films on steel are too small to be detected.
- (2) Film thickness variation causes changes in resonance frequency.
- (3) Bond strength of films which deeply absorb ultrasonic sound is hard to be detected.
- (4) Water uptake in film/steel interface causes resonance frequency change.

1. 緒 言

塗覆装鋼材の耐久性寿命を予測するにあたって塗膜/鋼材界面の接着強度を測定することが一つの重要な要素となる。塗膜の接着強度を測定する方法としては、従来つき合わせの Butt joint, せん断の Lap joint, あるいは T ピールを用いる方法等いわゆる破壊的方法が一般に適用されていた。

接着剤の分野においては超音波を用いてその接着強度を非破壊的に測定する方法が提案され^{1)~4)}, 特にオランダの Fokker 社で開発した超音波共振による方法は航空機の翼の板とハニカムの接着の品質管理において実用化されるに至っている^{5)~8)}。この方法は重ね継手 (Lap joint) に超音波を印加し, その時の共振周波数の変化及び振幅変化を破壊的測定で求めた接着強度と比較すると相関関係が認められたことから発展したものである。

本研究では上記の方法が塗覆装鋼材の塗膜/鋼材の接着強度測定に適用できるか否かをみきわめるために, Fokker bondtester model 80 を用いて検討を行った。

2. 実 験 方 法

塗膜/鋼材界面の接着強度に関して同一種類の塗膜で,

Table 1. Specimens.

Coating	Coating thickness (μm)	Accelerated deterioration test
Epoxy modified phenol	110-160	Sea water immersion test (0~2.5 years)
Flake polyester	920-1300	
Coal tar epoxy	60-85	Differential temperature accelerated deterioration test (50°C/10°C) (0~7 days)
Epoxy	160-210	
Polyethylene	550-650	Oxygen blowing accelerated deterioration test (50°C 3% NaCl blowing 1atm O ₂) (0~3 months)
Ethylene vinyl acetate	650-710	

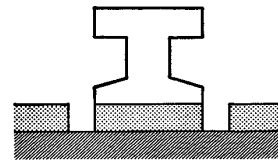


Fig. 1. Butt joint.

その強度に段階的に差のあるサンプルを入手することが本研究を進めるにあたって重要なポイントとなる。ここでは鋼板に各種樹脂系皮膜をコーティングした材料を海水中に最高 2.5 年まで浸漬したもの, 塗膜側 50°C, 鋼板側 10°C にして最高 7 日まで保つたものあるいは 50

昭和 60 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 60 年 12 月 4 日受付 (Received Dec. 4, 1985)

* 新日本製鉄(株)表面処理研究センター 工博 (Surface Treatment Research Lab., Nippon Steel Corp., 5-10-1 Fuchinobe Sagamihara 229)

*² 新日本製鉄(株)表面処理研究センター (Surface Treatment Research Lab., Nippon Steel Corp.)

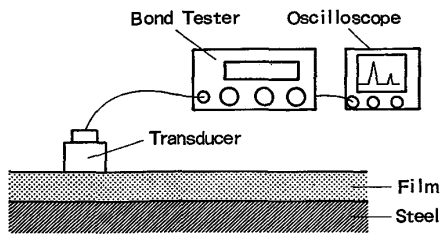


Fig. 2. Fokker bondtester.

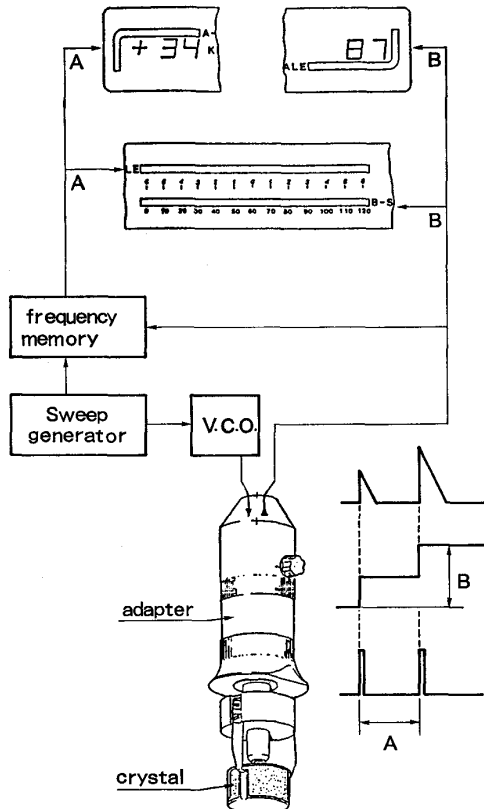


Fig. 3. Diagram of the bondtester model 80 showing the operating principle.

°C の人工海水中に 1 atm の酸素を吹き込み最高 3 か月保つたものを試料とした。これを Table 1 に示す。

上記試料の塗膜の接着強度はまず Fig. 1 に示すように塗膜表面にアルミニウムのドーリーを接着剤で接着した Butt joint をつくり、これを ELCO METER 社 (英) の引張試験機で破壊的に強度を測定し、そのつき合わせ引張強度を求めた。

これと同一の塗膜について Fig. 2 の Fokker bondtester を用いて塗膜表面にトランスジューサーを通して超音波を印加し、そのときにえられる共振周波数のピークの偏移及び振幅強度の変化と前述の破壊的方法で求めたつき合わせ引張強度との相関関係を求めた。

超音波共振法で塗膜接着部分の測定を行う場合、塗覆鋼材の塗膜上に探触子 (トランスジューサー) を少量の油の層を介して置き、これに連続的に周波数が変化す

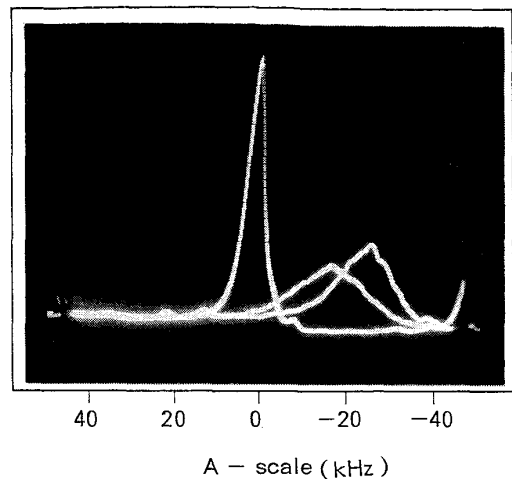


Fig. 4. Fokker bondtester trace with transducer 3814 on 110-160 μm epoxy modified phenol film coated on steel.

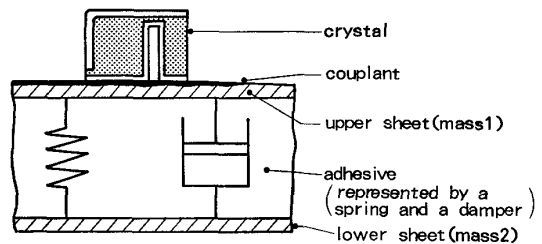


Fig. 5. Schematic representation of the vibrating system of a crystal to single bondline assembly.

る交流電圧を加えると、塗膜の種類、厚み、塗膜/鋼材界面の接着強度に応じていくつかの特定の周波数で系が共振し、その共振周波数で波の振幅が増大する。

Fokker bondtester の測定原理を Fig. 3 に示す。測定にあたって一定膜厚の単離皮膜はテフロンシート上に塗装ないし板状の皮膜成分を加熱圧延して製作する。次にこの単離塗膜を鋼板上に置き、特定周波数の超音波を印加して、オシロスコープの画面に共振の様子が現れるようにする。一方接着した塗膜と同じ超音波を加え共振周波数の変化を読みとる。大きな空泡 (塗膜ふくれ) があつたり、塗膜が全く接着していなければ共振周波数の変化はない。よく接着している場合には塗膜と下部の鋼板の合体した共振周波数にまで偏移する。塗膜/鋼材界面の接着が不完全であつたり、小さなふくれ、錆等が存在すると、周波数の変化は中間の状態をとることになる。Fokker bondtester 80 ではこの周波数の偏移を A-scale と呼び kHz 単位でデジタル表示される。一方共振波の振幅も変化する。共振波の振幅は塗膜が全く接着していない時最も大きく、完全に接着している時は最小となる。上記 Bondtester ではこの振幅の変化を B-scale と呼び同じくデジタル表示される。

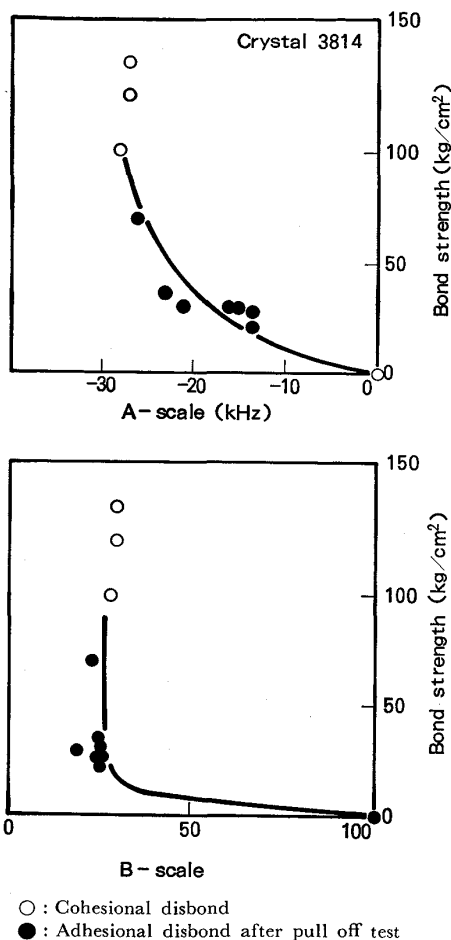


Fig. 6. Correlation between the fokker bondtester A or B scale and the bond strength measured by destructive pull off test of epoxy modified phenol coating (110~160 μm).

オシロスコープ画面に表れた変化を Fig. 4 に示す。図において振幅の大きい中央に表れたピークが塗膜が全く接着していない場合、振幅が小さくなりピーク位置がずれたものがよく接着している場合に対応する。

この場合塗膜/鋼材界面の接着層は Fig. 5 に示すように減衰を示すダンパーとばねからなる振動系を形成する。音響学の法則に従って系の共振周波数は接着層がよく接着しているかどうかによつて偏移することが理解される。

探触子を通して印加する超音波の周波数は探触子に内蔵された Crystal によつて調節する。Fokker bondtester model 80 は周波数が 30~500 kHz で適当な範囲のものを選ぶことができるが、塗膜の種類、膜厚により最もよく共振する周波数が変わってくる。

Table 1 で用いた試料においては周波数が 265~312 kHz (Crystal 3814), 312~359 kHz (Crystal 1414) で適当な共振がえられた。

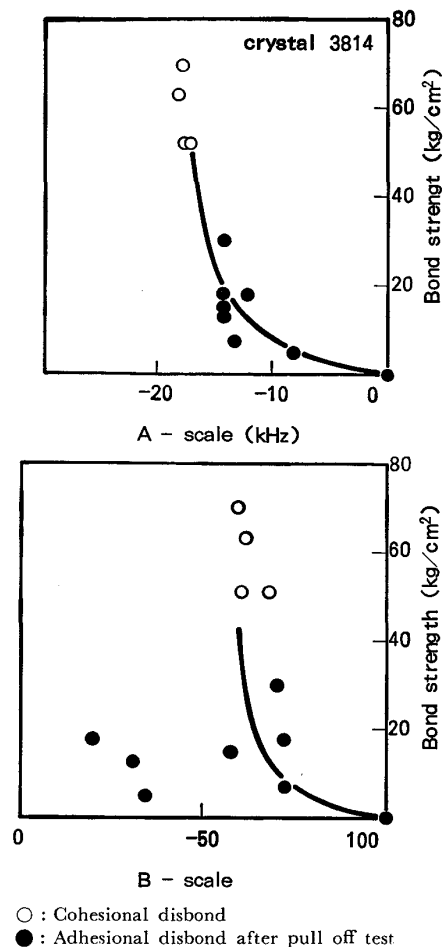


Fig. 7. Correlation between the fokker bondtester A or B scale and the bond strength measured by destructive pull off test of flake polyester coating (920~1300 μm).

3. 結果及び考察

Table 1 に示した塗膜の接着強度が段階的に低下していった試料の破壊式方法でえられた塗膜のつき合わせ引張強度と上述のように測定した Bondtester の A-scale, B-scale との相関関係を表した例を Fig. 6, 7, 8, 9, 10 に示す。

Fig. 6 はエポキシ変性フェノール樹脂塗膜 (110~160 μm) の, Fig. 7 はガラスフレークポリエステル塗膜 (920~1300 μm) の, Fig. 8 はコールドールエポキシ塗膜 (60~85 μm) の A-及び B-scale と塗膜の接着強度との相関関係を示したものである。測定周波数はいずれの場合も Crystal 3814 を用い、265~312 kHz である。図において●印はつき合わせ引張りの破壊的測定で鋼材と塗膜の界面ではくりをおこしたもので、○印は同じく接着剤層ではくりをおこしたものである。この図から A-scale は界面はくりをおこすものについて塗膜の接着強度とよく相関がとれていることがわかる。接着強度が十

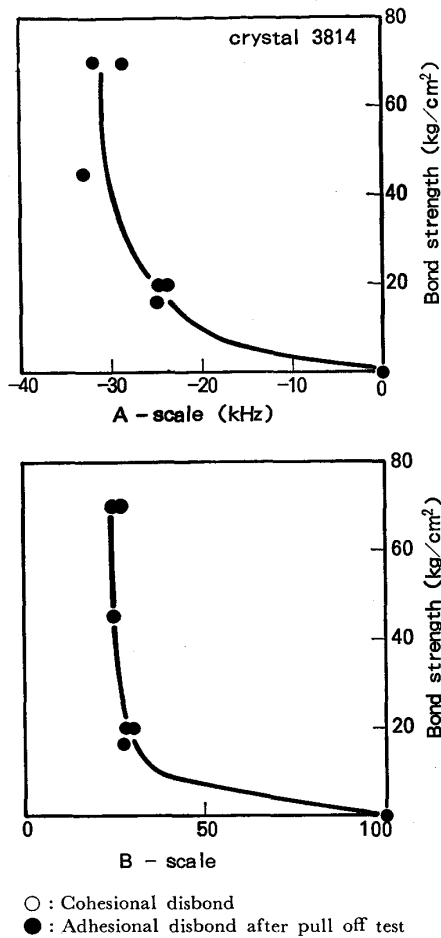


Fig. 8. Correlation between the fokker bondtester A or B scale and the bond strength measured by destructive pull off test of coal tar epoxy coating (60-85 μm).

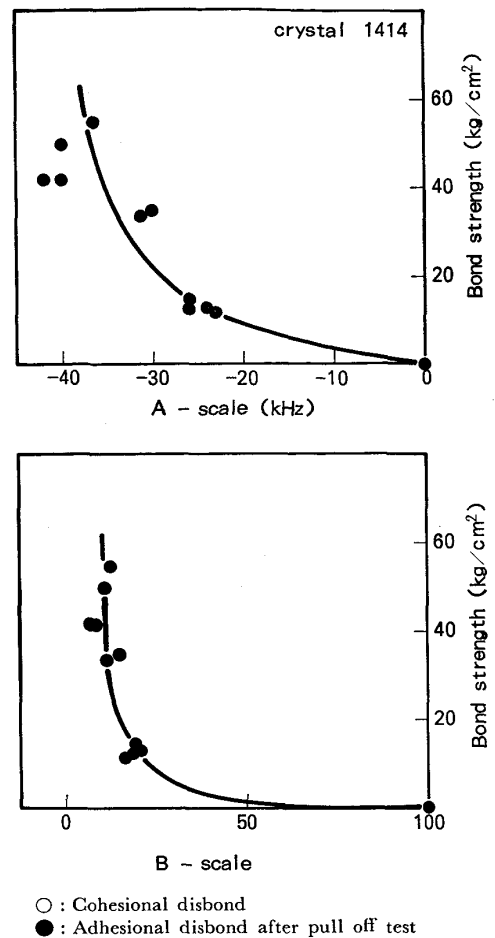


Fig. 9. Correlation between the fokker bondtester A or B scale and the bond strength measured by destructive pull off test of epoxy coating (160-210 μm).

分大きくなつて接着剤層で凝集破壊をおこすようなものでは、接着強度が変化しても A-scale の偏移はほとんどなくなり差が認められなくなる。B-scale に関しては接着しているか否かの差は明瞭であるが、接着しているものについての接着強度の強弱の差は B-scale の差としてはほとんど現れてこない。

Fig. 9 はエポキシ塗膜 (160~210 μm) で Crystal 1414 を用い 312~359 kHz の周波数で測定したものである。これも同様に A-scale においては接着強度とよい相関がえられている。

Fig. 10 はポリエチレン塗膜 (550~650 μm)、エチレンビニルアセテートポリマー塗膜 (650~710 μm) で Crystal 3814 を用い 265~312 kHz の周波数で測定したものである。これらの塗膜は前記の塗膜に比し超音波共振の感度が悪くなつている。A-scale と接着強度との相関をみると、エチレンビニルアセテートポリマー塗膜では何とか相関はとれるものの、ポリエチレン塗膜ではほとんどとれなくなつている。なおこのポリエチレン塗

膜は変成低密度ポリエチレンであり、超音波の吸収がきわめて大きいことも一因と考えられる。

次に塗膜厚みと A-及び B-scale との関係を Fig. 11 に示す。膜厚が大きくなれば、感度すなわち A-及び B-scale の変化が小さくなることわかる。この図の関係から塗膜接着強度が同一の場合については膜厚と A-及び B-scale の相関関係がえられ、膜厚の非破壊測定ができる。

この Bondtester のマニュアルでは接着層の膜厚が大きくなつた場合は、周波数の低い探触子を用いることを奨めている。塗膜において、膜厚が大きくなつた場合には低周波数の探触子を使用して適当な共振周波数を見つけ、A-scale の偏移を大きくすることは可能である。ただし系の共振周波数が本実験装置の範囲をはずれた場合、別の探触子を製作する必要がある。

塗膜と探触子との界面には空隙ができぬように Mineral oil を挿入して測定するが、Mineral oil と水とに差があるかどうかの検討を行つた。その結果を Fig. 12

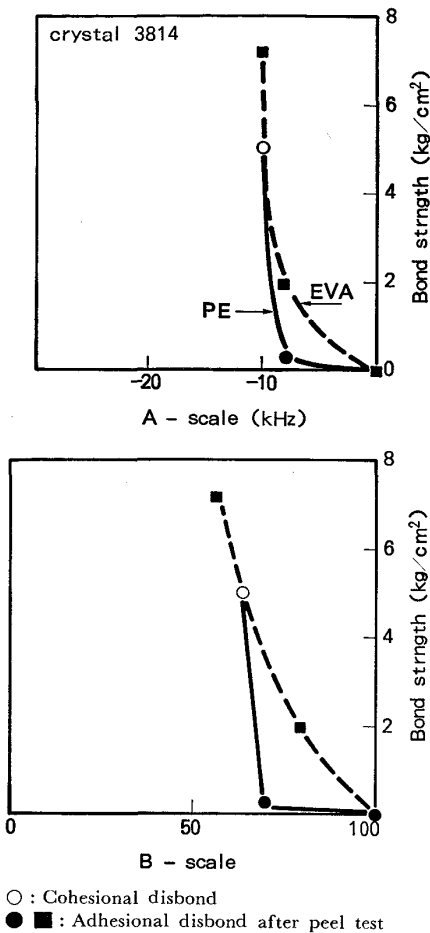
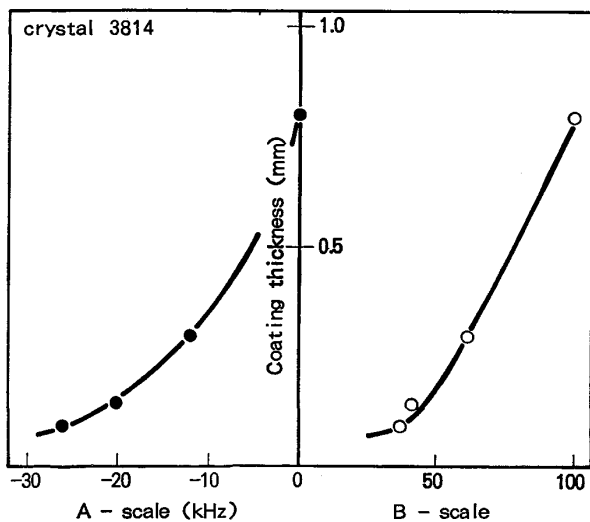
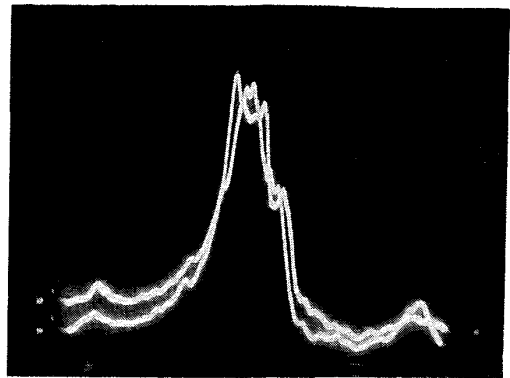


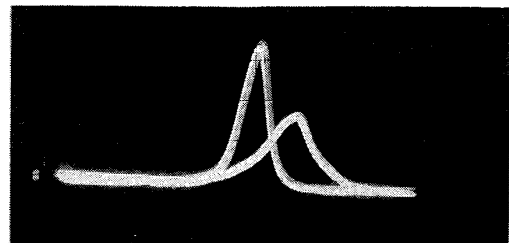
Fig. 10. Correlation between the fokker bond-tester A or B scale and the peel strength measured by destructive peel test of polyethylene (550-650 μm) and ethylene vinyl acetate (650-710 μm) coating.



Coating film : Epoxy 100-800 μm
Fig. 11. Relationship between coating thickness and A or B scales.



Water : A-scale -1~+3, B-scale 96~103 (kHz)
Mineral oil : A-scale -1~+3, B-scale 91~101 (kHz)
Fig. 12 Fokker bondtester trace with transducer 3814 on 900 μm coating coal tar epoxy film with water or mineral oil between the transducer and the film.



With out water layer : A-scale -1~0, B-scale 95~105 (kHz)
With water layer : A-scale -6~-8, B-scale 47~53 (kHz)
Fig. 13. Fokker bond tester trace with transducer 3814 on 280-300 μm detached epoxy modified phenol film with on without thin water layer underneath the film.

に示す。図に示すようにほとんど差がないことが認められた。

塗膜は場合により水を収着し、これがふくれの原因となる。塗膜ふくれの中に水が存在した場合どうなるか、その検討を行つた。単離塗膜を鋼材の上においた場合、この場合は塗膜/鋼材界面には空気層がある。鋼材の上に水をおきその上に単離塗膜をのせた場合、この場合は塗膜/鋼材界面に水の層がある。この両者の比較を行つた。この結果を Fig. 13 に示す。これより双方の A-scale に差があることが認められる。すなわち塗膜/鋼材の接着力が 0 であつても界面に水があると見かけ上接着しているかの様相を呈し、A-scale が偏移する。このように吸水した塗膜、塗膜にふくれ、水が含まれていると共振周波数に変化し測定誤差となるので注意を要する。

4. 結 言

塗膜/鋼材界面の接着強度を非破壊で測定する方法として、Fokker bondtester を用いた超音波共振法が有効であることが認められた。

ただし以下の場合には測定感度が低下するので今後の検討を要する。

- (1) 接着強度が十分大きいもの。
- (2) 膜厚の幅が広いもの。
- (3) 超音波の吸収の大きい塗膜、例えばポリエチレン、エチレンビニルアセテートポリマー塗膜等である。

これらの課題は残されているが、塗膜の種類、膜厚、吸水状態等について条件を決めてあらかじめ破壊的方法でえられた接着強度と Fokker bondtester の A-scale との相関関係を求め較正曲線をつくっておけば、塗膜/鋼材界面の接着強度の非破壊測定ができ、その品質管理ができると考えられる。

文 献

- 1) 伊藤 廉: 日本接着協会誌, 13 (1977), p. 251
- 2) R. J. SCHLIEKELMANN: Adhesive age (1964) May, p. 30, (1964) June, p. 33
- 3) R. E. CLEMERS: Sampe Quarterly (1970) Jan., p. 60
- 4) D. F. SMITH and C. V. CAGLE: Applied Polymer Symposia (1966), p. 411
- 5) H. M. GONZALES and R. P. MERSCHER: Nat. Conf. Soc. of Nondestructive testing, Los Angeles (1964) Mar., p. 24
- 6) D. O. TOMPSON: Materials evaluation (1974) Apr., p. 81
- 7) 五十嵐高: 日本接着協会誌, 15 (1979), p. 317, 16 (1980), p. 11