

スクラッチ試験機を用いためっき膜の密着性評価法の検討

奥田 龍之介^{*1}

Study on Adhesion Evaluation Method for Plating Film Using Scratch Tester

Ryunosuke Okuda

近年、素材の多機能化、軽量化が一段と求められており、複合めっき、樹脂めっきや軽金属へのめっきなど、高度な技術を要するめっきの需要が増加している。これらの高度なめっきは従来と比較して剥離しやすい傾向にあり、その密着性の評価法が重要となっている。本研究では、めっき膜の密着性評価にスクラッチ試験を適用するために検討を行うことを目的とする。市販のめっき試験片にダイヤモンド圧子による連続荷重を加え、剥離地点から臨界荷重を求めて評価したところ、特に垂直荷重変化量が臨界荷重に大きく影響を及ぼすことが明らかとなった。

1 はじめに

めっき膜と基材の間の密着性は製品の優劣を決定づける極めて重要な要素であり、要求される性能はますます厳しくなっている。とりわけ、近年は素材の多機能化、軽量化が一段と求められており、複合めっき、樹脂めっきや軽金属へのめっきなど、高度な技術を要するめっきの需要が増加している。これらの高度なめっきは従来と比較して剥離しやすい傾向にあり、その密着性の評価法が重要となっている。めっきの密着性の評価法は、やすり試験や熱衝撃試験、テープ剥離試験、はんだ付け試験（引張試験）など、多岐にわたっている¹⁾。しかし、評価法ごとに適用できるめっきが限定されており、多くは定量性に乏しい。スクラッチ試験は、主にダイヤモンドからなる硬質の圧子を膜の上から基板に向かって荷重を次第に負荷しながら移動させ、膜が剥離する臨界荷重 F_c (N)を求める手法である。スクラッチ試験は膜の密着性を定量できる評価法の一つである。臨界荷重の算出方法には、圧子に付帯する音響センサーを用いて膜破断時の音響を基に求める方法²⁾、摩擦係数の変化から求める方法³⁾、内蔵されるカメラにより得られたパノラマ画像から剥離位置を求め、臨界荷重を算出する方法⁴⁾の主に3通りが用いられている。音響センサーは硬質コーティング膜の剥離の判定に有効と考えられるが、それをめっき膜に適用した場合に膜破断時の音響を検出できるかどうかは明らかになっていないという課題がある。スクラッチ試験に専用の装置が必要であることからめっき膜への適用例は少なく、JIS等の規格に定められていないが、微小領域や細長い領域、曲面や凹凸面に成膜され

た膜の密着性評価法としては、唯一とっていい評価法である。本研究ではめっき膜にスクラッチ試験を適用するための検討を行うことを目的とする。

2 実験方法

2-1 供試試料

試験片は0.3(μm)厚3価有色クロメート/17(μm)厚Znめっき/1(mm)厚Fe板を用いた。

2-2 スクラッチ試験

スクラッチ試験はアントンパール製RST3を使用し、円錐形で先端径200(μm)、先端角度120度のダイヤモンド圧子を用いて行った(図1)。図2に示す1辺が25(mm)の真鍮製立方体の試料台を装置のバイスに固定し、試験片を試料台に複数のネジで固定した。連続荷重を加える本測定前後に、それぞれ1(N)の一定垂直荷重によるプレスキャンとポストスキャンを行うことで、スクラッチ痕の塑性変形量である残存深さ R_d (μm)を求めた。最小荷重は1(N)に固定しており、最大荷重との差を垂直荷重変化量 ΔF (N)と定義した。引っ掻き速度 v ($\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$)は水平方向の移動速度である。

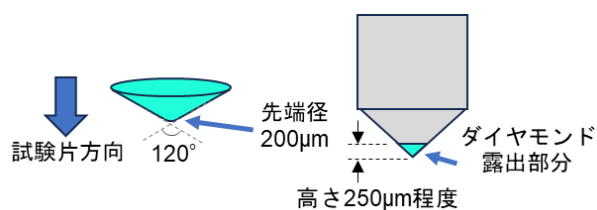


図1 使用したダイヤモンド圧子の模式図

^{*1} 機械電子研究所

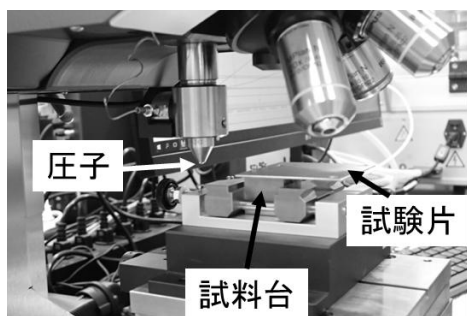


図2 試験片の固定方法

スクラッチ試験は直線的な連続荷重変化のもと、水平方向に等速直線運動で行うので、試験条件について式(1)が成り立つ。

$$\Delta F/W = L/v \quad \dots \dots \dots (1)$$

ΔF : 垂直荷重変化量, W : 負荷速度, L : スクラッチ距離, v : スクラッチ速度である。式(1)により, 3条件が決まれば残りの1条件が決定される。本検討ではスクラッチ距離が約5(mm)となるように他の条件を設定した。スクラッチ条件は表1に示す条件で行った。

表1 スクラッチ条件

条件番号	終了荷重 $F_e(N)$	垂直荷重変化量 $\Delta F(N)$	負荷速度 $W(N \min^{-1})$	引っ掻き速度 $v(mm \min^{-1})$	引っ掻き距離 $L(mm)$
1	50	49	50	5	4.90
2	50	49	100	10	4.90
3	75	74	75	5	4.93
4	100	99	50	2.5	4.95
5	100	99	100	5	4.95
6	100	99	200	10	4.95
7	150	149	150	5	4.97
8	200	199	100	2.5	4.97
9	200	199	200	5	4.97

3 結果と考察

図3に各条件での残存深さを示す。垂直荷重に対する残存深さは条件1, 3~9でほぼ同じであり, 他の条件に大きく依存しないことがわかる。条件2では他と異なり30(N)以下で残存深さが浅い傾向が見られた。条件2では引っ掻き速度が速く, かつ, 最大荷重も小さいため, 圧子がめっき膜に侵入して切削できず, 表面を滑っていた可能性がある。

図4に, 摩擦係数の変化を示す。摩擦係数は物性値

であり, 圧子がめっき層から基板に到達したときに値あるいは傾きが変わることが予想されたが, 実際には連続的に傾きが変わるなどらかな曲線となっていた。変曲点を一意に定め臨界荷重を求めることは困難であるが, グラフの形状に着目すると条件によらずほぼ重なるため, 解析できれば臨界荷重を安定して求められる可能性があることがわかった。

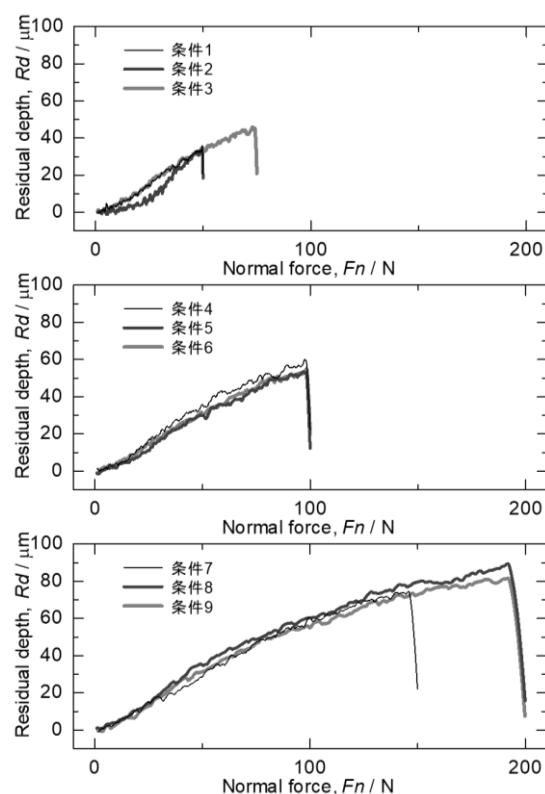


図3 スクラッチ条件ごとの垂直荷重に対する残存深さ, (a)条件1~3, (b)条件4~6, (c)条件7~9

図5に圧子に付帯する音響センサーから得られた値を示す。これは, 硬質膜では膜が破断したときの音を拾うことが知られており⁵⁾, 臨界荷重を求める指標の一つとなりうる。条件1, 3, 4, 6~8では20~30(N)の位置にピークがあるが, 他の試験片では大幅に位置がずれ, 条件5では目立ったピークが現れないという結果が得られた。このことから, めっきのように塑性変形する可能性のある金属皮膜をスクラッチ試験する場合は, 明確な破断音が現れない可能性があり, N数を増やして音響ピークが観察されたデータのみを平均化するなどの工夫が必要であることが明らかとなった。

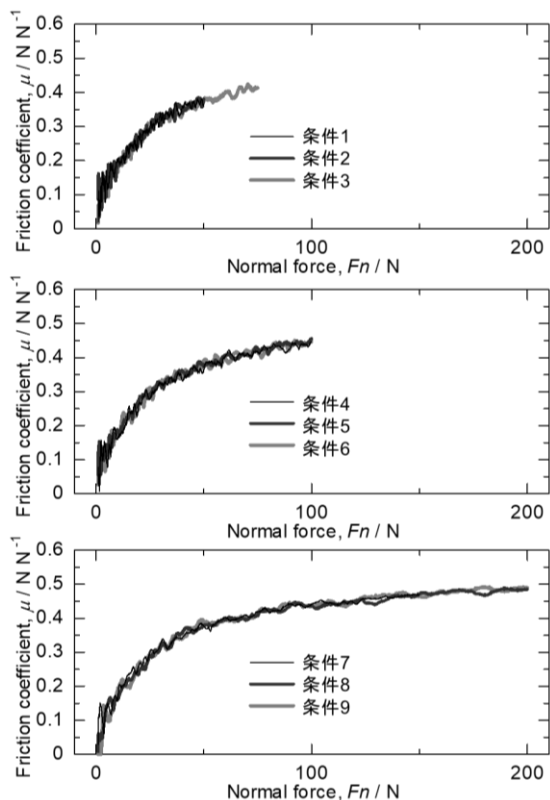


図4 スクラッチ条件ごとの垂直荷重に対する摩擦係数の変化, (a) 条件1~3, (b) 条件4~6, (c) 条件7~9

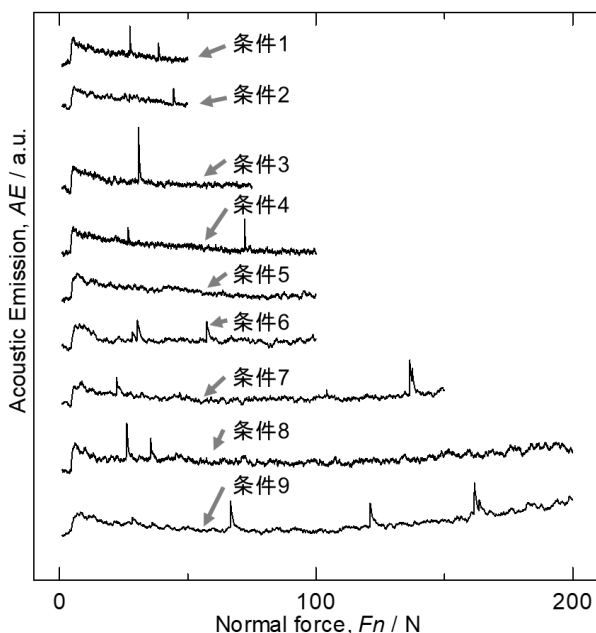


図5 垂直荷重に対する音響センサー値

図6に装置に付属する顕微鏡で撮影した画像を示す。図中の左側、スケールの0(mm)の位置からスクラッチ試験が始まり、右端で終了する。圧子によって亜鉛めっきが伸びて薄くなった後に黒変し、途中から基板の鉄が部分的に露出して、最終的に鉄基板が完全に露出

していく様子を確認できる。報告では、光学顕微鏡で取得したパノラマ画像を用いて基板が露出を始めた位置を臨界荷重の位置としている⁶⁾。その報告を参考に、黒矢印の位置を臨界荷重の位置とした。

図7に負荷速度、引っ掻き速度、垂直荷重に対する臨界荷重を示す。負荷速度及び引っ掻き速度に対する有意な相関は認められず、両者は臨界荷重にあまり影響を及ぼさないことが示唆された。一方で、垂直荷重変化量に対する正の相関が認められ、臨界荷重に影響を及ぼすことが示唆された。

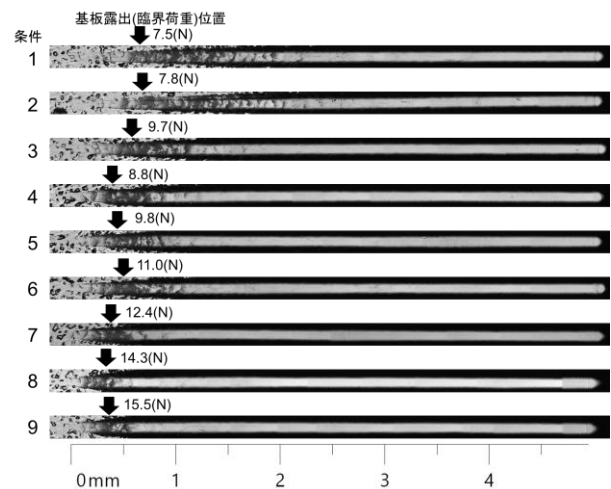


図6 スクラッチ痕の顕微鏡画像と臨界荷重位置(矢印)

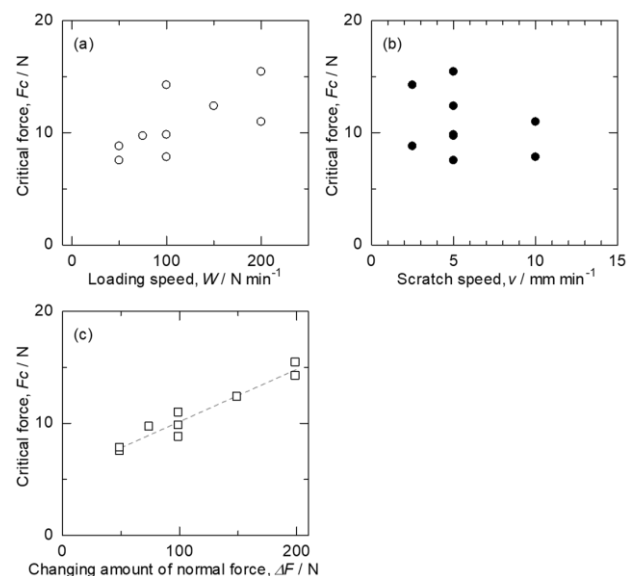


図7 (a) 負荷速度 W , (b) 引っ掻き速度 v , (c) 垂直荷重変化量 ΔF に対する臨界荷重 F_c

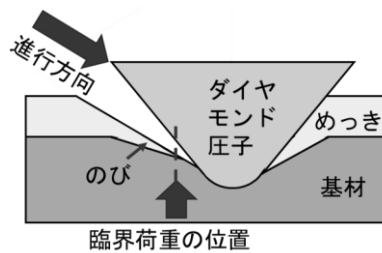


図8 スクラッチ方向のスクラッチ痕断面の模式図

図8にスクラッチ痕断面の模式図を示す。圧子により押し付けられためっき膜が金属の延性で伸びて薄くなり、途中で膜が破断し基板が露出していくと考えられる。垂直荷重の変化量が大きくなると発生する伸びの量も大きくなるため、臨界荷重が大きく見積もられることが推察された。

4 まとめ

本研究では、試験片は3価有色クロメート/Znめっき/Fe板にスクラッチ試験を実施した。結果から、スクラッチ距離あたりの荷重増加量が臨界荷重に影響を与えることが明らかとなった。スクラッチ試験を用いてめっきの密着力を比較する際には、荷重増加量などの実験条件が臨界荷重に影響する可能性があるため、条件を統一した試験を行う必要があるという知見が得られた。

5 参考文献

- 1) 長瀧 敬行, 中出 卓男, 森河 務: 大阪府立産業総合研究所報告, 28, pp.15-20 (2014)
- 2) J. Sekler, P. A. Steinmann, H. E. Hintermann: Surface and Coatings Technology, 36, pp.519-529 (1988)
- 3) 武藤 睦治, 許 金泉, 宮下 幸雄, 黒石 友明, 佐々木 優: 日本機械学会論文集A編, 68, pp.909-915 (2002)
- 4) A. T. Akono: Journal of Nanomechanics and Micromechanics, 6, pp.1-8 (2011)
- 5) 熊谷 泰, 西口 晃: 金属表面技術, 37, pp.575-579 (1986)
- 6) 池田 朋弘: 鋳造工学, 97, pp.2-8 (2025)