

(440) 溶融亜鉛めっき鋼板の接着耐久性に及ぼす極表面層の影響

新日本製鉄(株) 第一技研 ○前田 重義, 浅井 恒敏
君津冷延部 野村 幸雄, 藤井 史朗
薄板技術部 野本 暢夫

1. いきさつ

自動車車体には接着剤による接合が各所に採用されており, 従って使用材料には点溶接性に加えて接着性のよいこと(耐経時劣化性)が要求される。溶融亜鉛めっき鋼板(ゼロスパンクル材、以下GIと略す)の接着耐久性に材料による差があることから, この原因を剝離界面のESCAの解析で調べた。

2. 実験方法

(1) 供試料: メッキ浴組成, 合金化条件, ゼロ化条件等を変化させた各種GI(目付量; 100 g/m^2)
(2) サンプル作製: $1\text{ in} \times 4\text{ in}$ の試験片(防錆油あり)の二枚を, エポキシ樹脂接着剤によって, スーパー(0.12mmφ)で一定厚みになるよう貼り合わせ(ラップ巾1/2in), これを下記条件で加熱硬化させた。

$170^\circ\text{C} \times 20\text{分} \rightarrow \text{室温} \rightarrow 150^\circ\text{C} \times 30\text{分} \rightarrow \text{室温} \rightarrow 165^\circ\text{C} \times 30\text{分}$

(3) 接着試験: 接着試験片を室温放置(ドライ)及び 54°C の温水に7日間浸漬(ウェット)後, 引張剪断強度を測定した。

3. 実験結果

(1) 剝離面の観察: 接着良好材B(経時後強度; 2590 psi)と不良材A(同; 1460 psi)の剝離面のSEM像から, 良好材は樹脂の凝集破壊が主で, 不良材は界面ないしメッキ層にやや入った個所で剝離していると推定された。

(2) ESCAの結果: 剝離面にC, N(接着剤成分), Zn, Oの他Pb, Al, Si, Pが検出された。なお接着不良材Aでは剝離面にPbとAlが多く(図1), かつドライ経時で低く, ウェット経時で高い(表1)。また波形分離によれば, 接着前のメッキ表面でPbは金属Pb, 剝離界面ではPbOであった。

(3) 接着劣化の支配因子: GIの剝離界面に存在するPb, Alの濃度着強度との間に相関があり, 界面のPb, Alが高いものほど, 接着耐久性が劣る(図2)。なお表面Pb, Al濃度と接着強度との間においても同様な関係が得られた。

4. 結論

GIの接着耐久性に対してメッキ層極表面のPb, Alが悪影響を及ぼし, これらの濃度が高いものほど, 接着劣化が起こりやすい。Zn中のPb, Alは粒界腐食を促進することから¹⁾, これらの不純物による界面腐食が接着破壊をもたらしたものと結論される。

文献 1) L.P. Devillers, et al; Corr.Sci., 16, (1976) P243

Table 1 Surface composition (at.%) of the fracture surfaces

			Zn	Al	Pb	O	C	Si	N	P
A	DRY	Metal side	3.3	1.0	0.1	22.2	64.8	4.5	3.9	—
		Resin side	0.6	3.4	—	22.1	63.2	8.1	3.5	—
	WET	Metal side	3.2	1.7	0.3	24.2	62.1	4.2	3.3	1.0
		Resin side	0.6	2.9	—	21.9	63.4	8.1	3.2	—
B	DRY	Metal side	0.7	0.9	—	15.9	72.7	7.4	2.4	—
		Resin side	0.2	—	—	19.8	65.7	11.1	3.3	—
	WET	Metal side	2.2	2.9	0.1	24.3	60.7	6.7	2.7	0.3
		Resin side	0.5	—	—	20.6	66.2	9.5	3.2	—

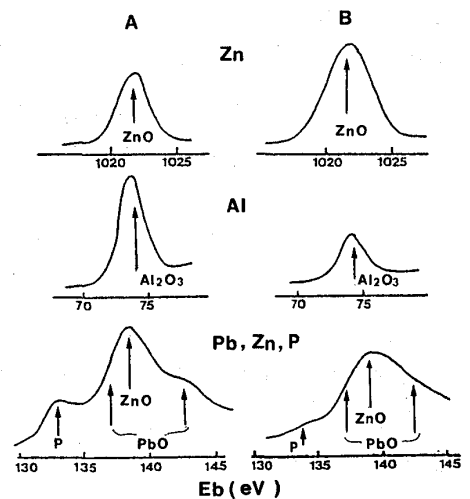


Fig.1 ESCA spectra of the fracture surface (metal sides) of epoxy-bonded GI with good(B) and poor(A) durability

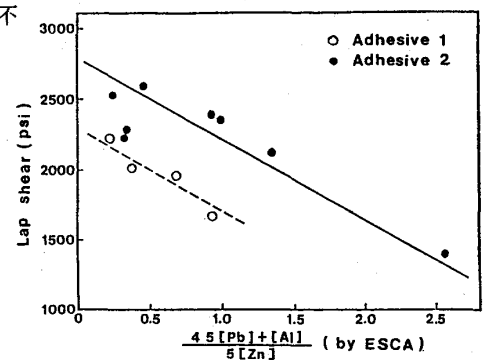


Fig.2 Relation between interfacial composition of the fracture surface and bond durability (after 7 days' hot water immersion)