

[研究報告]

粉体塗装における塗装前処理と塗膜性能に関する研究

穴 沢 靖*、浪 崎 安 治**、丹 野 信 一***
岩手県工業試験場 木材工業部

Study on Surface Preparation and Coating Film Properties for Powder Coating

Anazawa Yasusi, Namizaki Yasuzi, Tanno Sinichi

マグネシウムダイキャスト材 (AZ91) の粉体塗装の塗装前処理における水系洗浄剤や無公害化成皮膜処理剤の利用について、粉体塗料の塗膜の耐久性 (防食性や付着性) から検討した結果、弱アルカリ脱脂処理剤で脱脂処理、アルミニウム用化成皮膜処理剤 (ノンクロム) で処理した場合、JISで規格されているクロム酸化皮膜処理と同等の性能が得られ、クロム酸化皮膜処理の代替えとして可能性がある事が明らかになった。

キーワード：マグネシウムダイキャスト 粉体塗装 塗装前処理 化成皮膜処理

1 緒 言

最近、世界的規模で地球の環境保全が問題とされている中で、県内塗装業界においても有機溶剤の使用量を減少させるように、塗料の水溶性化・粉体化等へ移行しつつある。

静電粉体塗装法は、粉体塗料を帯電させながら吹き付け、静電気の力で被塗物に均一に付着させた後、加熱し塗膜を形成させる方法である。粉体塗料は文字どおり溶剤を含まないので、健康上好ましく、大気を汚さず、かつ、防災上の安全性が高いなど、無公害・安全面から社会的要請に適合しているため、今後、県内においても更に拡大していくものと思われる。また、粉体塗装は1コートでかなり厚膜とすることができ、強靱な塗膜品質が得られるなど従来の塗料に比べ優れた特徴を持っていることから、一般的に塗装前処理を施した後、下塗り (錆止め) や中塗りを省き、1コートで仕上げられている。従って、塗装前処理は粉体塗装製品の耐久性 (防食性や付着性) に重要な役割を果たしている。

金属の塗装工程において、金属表面の防食性と塗膜付着性を付与する目的で表面処理が施されるが、金属の種類によって様々な処理方法が行われている。最近の地球温暖化現象等の問題から、アルミニウム合金よりも軽量なマグネシウム合金が注目されてきている。マグネシウム合金は、実用金属材料中最も軽く、強度も比較的優れているが、化学的活性のため耐食性が劣っているといわ

れる。現在、JISで制定されているマグネシウム合金の防食処理方法は、すべてクロム酸塩を含んだ処理方法である。そのため、塗装の前処理としては、トリクロロエタン等の溶剤脱脂処理、JIS-H-8651に規定されているクロム酸化皮膜処理が一般的に行われてきた。しかし、環境保全の立場から、水系洗浄剤やノンクロム化成皮膜処理剤への転換が早急に迫られている状況にある。

そこで、本研究では、マグネシウムダイキャストの粉体塗装における塗装前処理として、鉄やアルミニウム合金に使用されているアルカリ脱脂処理剤やノンクロム化成皮膜処理剤の利用について、塗膜の耐久性 (防食性や付着性) から検討を行った。

2 実験方法

2-1 供試材料

供試材としては、マグネシウムダイキャスト (AZ91) 1.5×100×50mmを用いた。化学成分を表1に示す。

また、供試塗料として熱硬化性ポリエステル樹脂粉体塗料を用いた。乾燥条件は熱風乾燥炉で180℃×20分である。

塗装の前処理に使用した脱脂剤、酸洗剤及び化成処理剤は、市販されているアルカリ脱脂剤 (強アルカリ、弱アルカリ) を2種類、酸洗剤としては酸性フッ化ナトリウム、化成皮膜処理剤はクロム酸化皮膜処理剤及び市販されている鉄用とアルミニウム用ノンクロム

現在 *	岩手県工業技術センター 化学部	岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
**	岩手県工業技術センター 木工特産部	岩手県盛岡市飯岡新田3-35-2
***	(株)共立 盛岡工場生産技術課	岩手県岩手郡滝沢村菓子10-2

化成皮膜処理剤を用いた。表2に処理剤の処理条件を示す。

なお、酸性フッ化ナトリウム、クロム酸化成皮膜処理剤はJIS-H-8651-3種で定められている処理条件を、また、アルカリ脱脂処理剤及び鉄用、アルミニウム用化成皮膜処理剤は製造メーカーで定めている処理条件である。処理方法としてはいずれの処理剤も浸漬処理により行った。

2-2 試験片の作製

マグネシウムダイキャスト材のバリや錆の除去を目的に#360研磨紙で研磨し、アルカリ脱脂剤2種類で脱脂処理を行った。その後、酸洗処理、3種類の化成皮膜処理を行い、12時間デシケーターで放置し塗装前処理とした。

塗装は熱硬化性ポリエステル樹脂粉体塗料を用い静電塗装を行い、熱風乾燥炉において180℃、20分の焼き付け乾燥を行ったものを試験片とした。なお、膜厚は80±5μmに調整した。

表1 マグネシウムダイキャストの化学成分表

記号	化 学 成 分 (単位%)							
	Al	Zn	Mn	Si	Cu	Ni	Fe	Mg
AZ91	8.30 ~ 9.70	0.35 ~ 1.00	0.15 以下	0.10 以下	0.03 以下	0.002 以下	0.005 以下	残部

表2 塗装前処理剤の処理条件

	処 理 剤	処理条件	pH
脱 脂 剤	弱アルカリ処理剤	60℃×10分	9.4
	強アルカリ処理剤	70℃×10分	12.8
酸 洗 剤	酸性フッ化ナトリウム	25℃×5分	4.8
化成皮膜 処 理 剤	クロム酸処理剤	95℃×20分	4.9
	鉄用ノンクロム処理剤	70℃×1分	1.5
	アルミ用ノンクロム処理剤	50℃×2分	3.9

表3 静電塗装機の機種と吹き付け条件

機 種 名	MPS1-B 静電塗装システム ランズバーグ・インダストリー(株)製 PG-1 手動粉体システム ランズバーグ・インダストリー(株)製
電 圧	50 Kv
輸 送 エ ア 圧	0.5bar
塗 料 噴 出 量	20g/min
吹 き 付 け 距 離	15~20cm
ノズル形状	フラットジェットノズル 40mm

表3に静電塗装機の機種及び吹き付け条件を示す。また、図1に塗装前処理工程のフローチャートを示す。

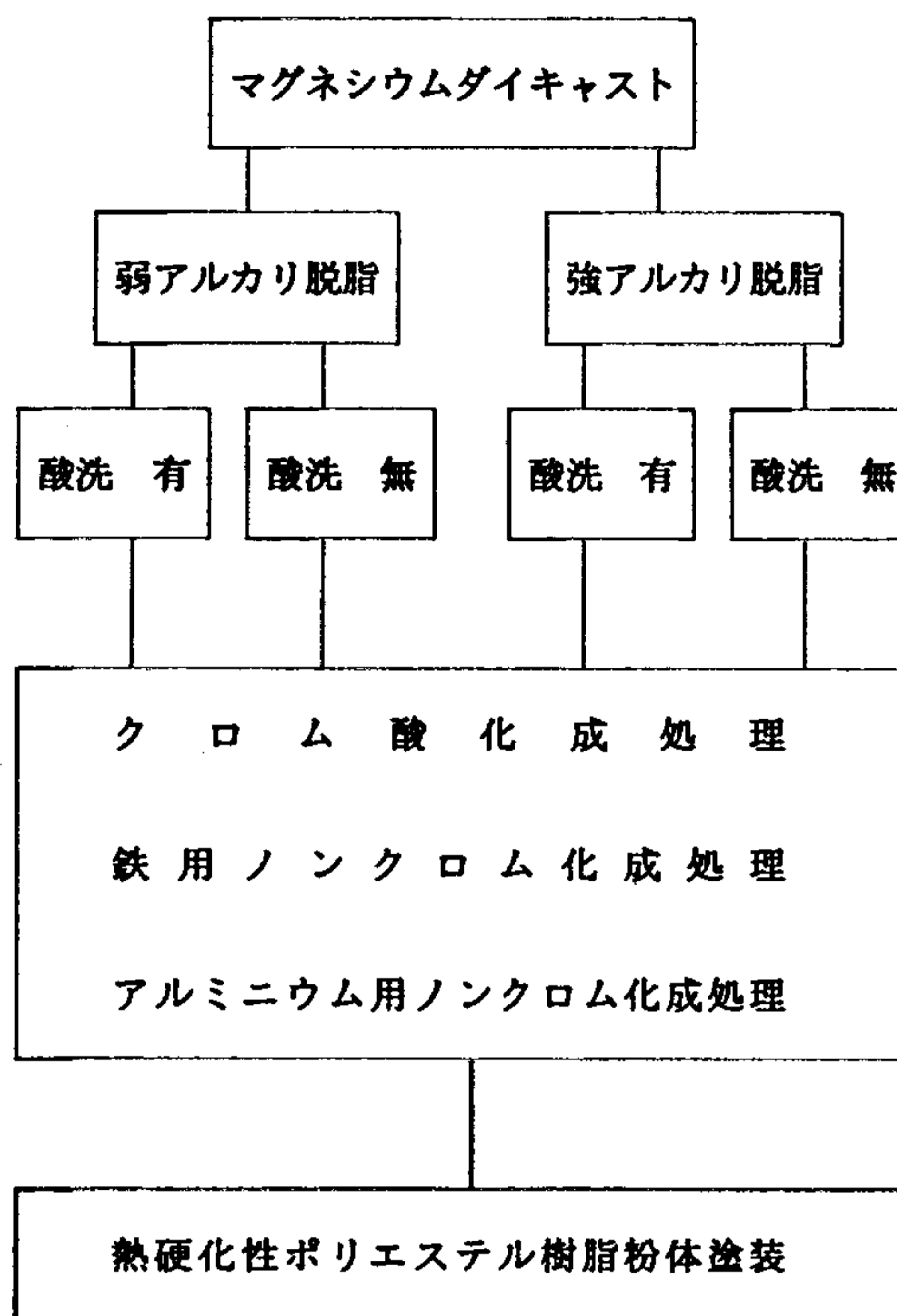


図1 塗装前処理工程

2-3 化成皮膜の重量の測定及び電子顕微鏡観察

現在JISで制定されているマグネシウムの合金の防食処理方法は、すべてクロム酸塩を含んだ処理方法で行われていることから、鉄用及びアルミニウム用ノンクロム化成皮膜処理剤における化成皮膜重量の測定及び電子顕微鏡観察を行い、処理条件等の検討を行った。

2-4 塗膜の防食性及び付着性試験

図1の塗装前処理工程により作製した試験片に塩水浸漬試験、耐湿試験、促進耐候性試験を行った後、二次試験として衝撃試験、ゴバン目試験を行い、塗膜の防食性及び付着性について検討した。

使用した試験機及び試験方法は以下のとおりである。

① 塩水浸漬試験

JIS-K-5400 8.23耐塩水性に準じて行った。試験片の中央部にクロスカットをカッターで入れ、浸漬後、水洗及び乾燥し、テープ剥離試験を行った。なお、試験液の濃度は3W/V%で、液温30℃である。

② 耐湿試験

JIS-K-5400 9.2.1耐湿性により温度50℃、相対湿度98%の雰囲気とした。試験機は屋内外温度差劣化試験機スガ試験機(株)製を用いた。

③ 促進耐候性試験

J I S - K - 5400 6.17 促進耐候性試験により行った。試験機はキセノンロングライフウェザーメータースガ試験機(株)製を用いた。

なお、衝撃試験は J I S - K - 5400 8.3.2 デュポンス式により、ゴバン目試験は J I S - K - 540 8.5.2 ゴバン目テープ法によりすき間間隔 1 mm で行った。

3. 試験結果及び考察

3-1 化成皮膜重量の測定及び表面観察

脱脂処理、酸洗処理した後、鉄用及びアルミニウム化成皮膜処理を行い化成皮膜重量の測定及び電子顕微鏡による表面観察を行った。図2に鉄用化成皮膜処理剤、図3にアルミニウム用化成皮膜処理剤における処理時間と化成皮膜重量の関係を示す。

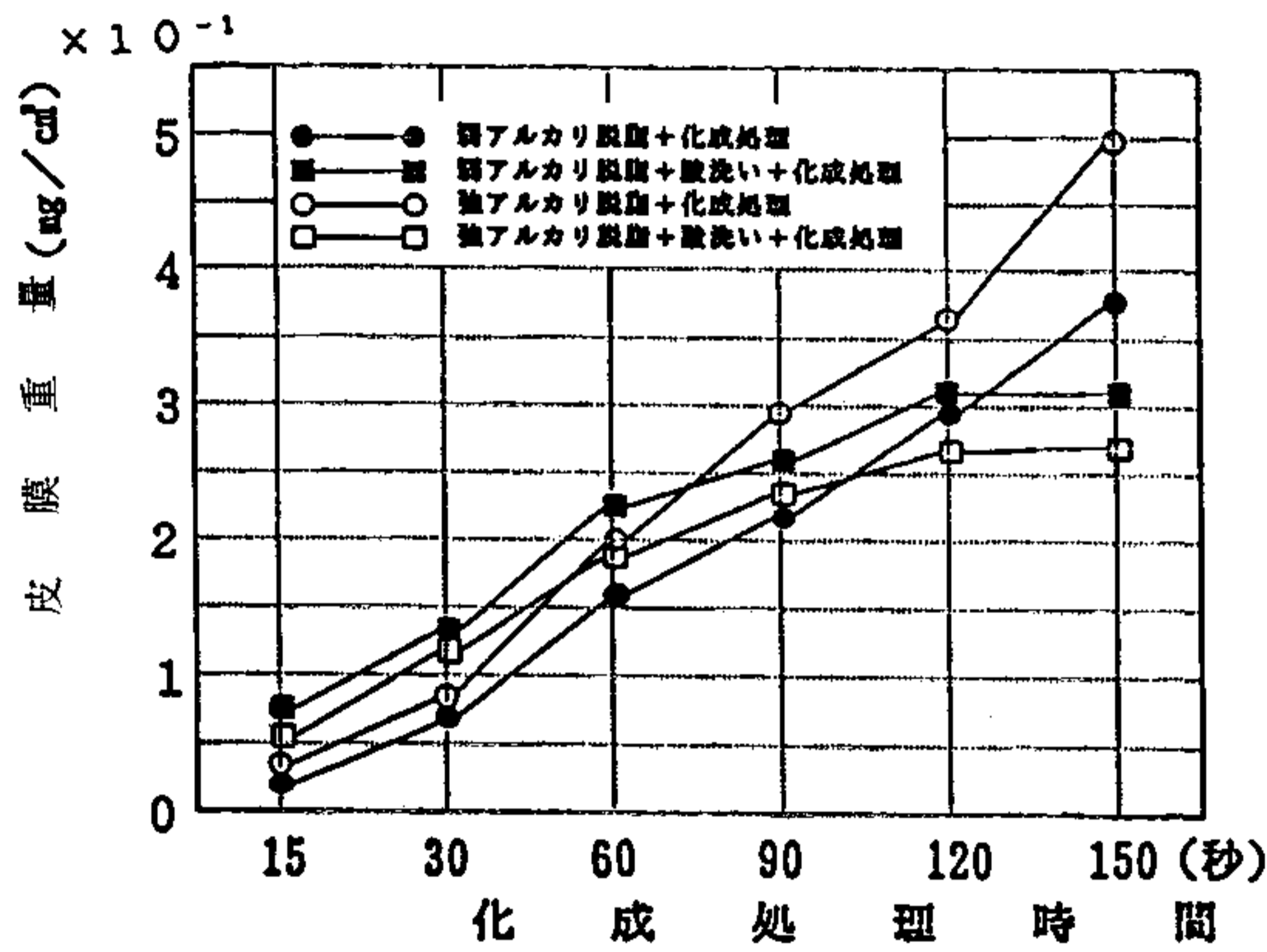


図2 鉄用化成皮膜処理剤の処理時間と化成皮膜重量の関係

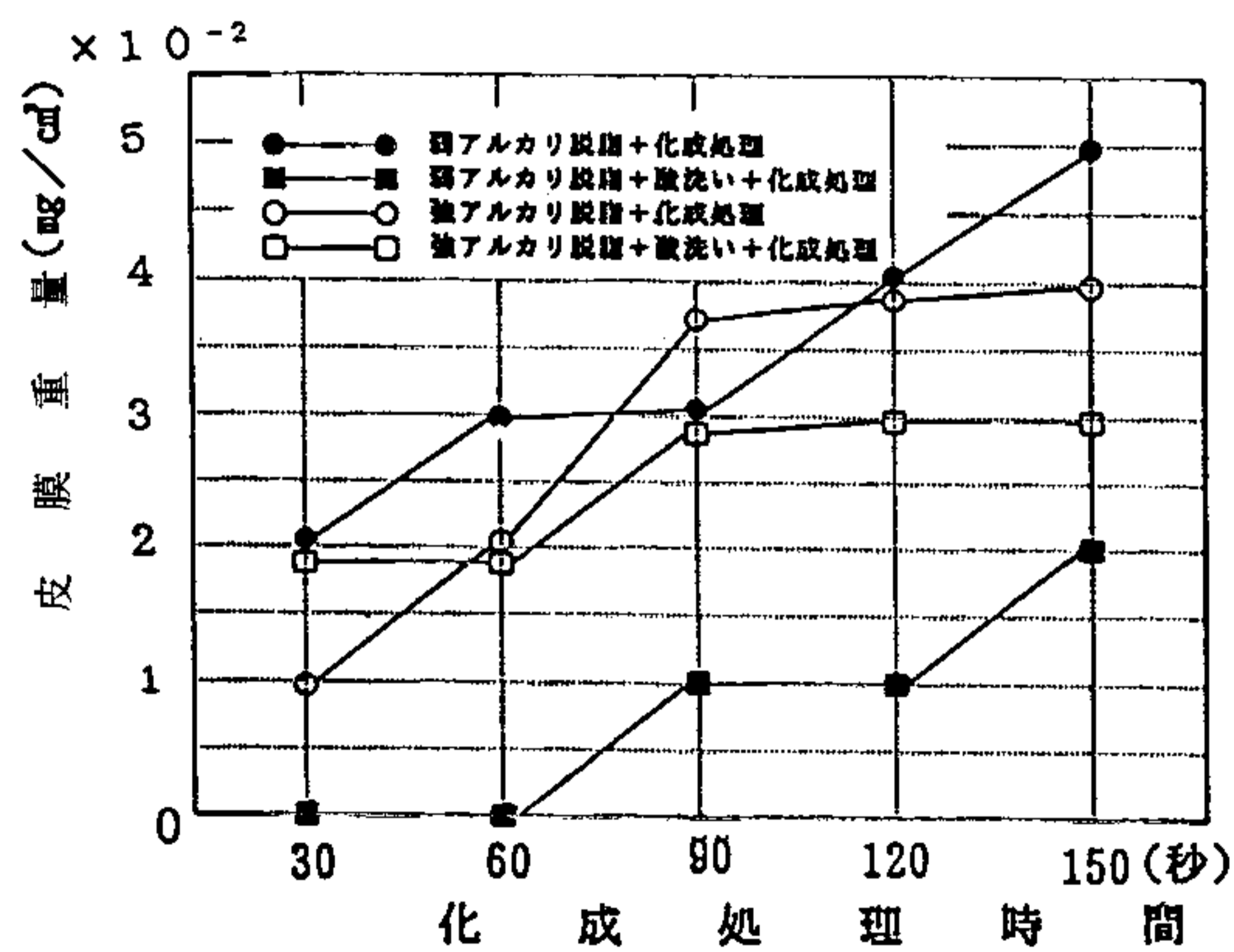


図3 アルミニウム化成皮膜処理剤の処理時間と化成皮膜重量の関係

鉄用化成皮膜処理剤では脱脂剤の種類、酸洗の有無に関係なく、15秒から150秒の浸漬処理時間で0.05mg

/cm²から0.5mg/cm²と直線的に重量も増加する傾向であった。

また、アルミニウム用化成皮膜処理剤においては、浸漬処理時間30秒から150秒で0.01mg/cm²から0.05mg/cm²と重量が増加しているが、酸洗処理の有無で増加量に変化が見られた。

しかし、鉄用化成皮膜処理剤では120秒以上浸漬処理時間で、また、アルミニウム用化成皮膜処理剤では90秒以上の浸漬処理時間で化成皮膜の表面状態は粉状化する傾向が見られた。粉状化した表面に塗装を施した場合、塗膜の防食性や付着性に悪影響を及ぼす事が予想されることから、それ以前の処理時間で処理する必要があると考えられる。

また、写真1から写真4にそれぞれの処理剤で処理した表面の状態を電子顕微鏡観察した結果を示す。

写真1はマグネシウムダイキャストの素材である。写真2は鉄用化成皮膜処理剤で90秒浸漬処理、写真3はアルミニウム用化成皮膜処理剤で60秒浸漬処理、写真4は J I S - H - 8651 - 3 種のクロム酸化成皮膜処理剤で処理したものである。

写真2、3に示すように、鉄用化成皮膜処理剤では90秒で緻密な結晶構造となり、アルミニウム用化成皮膜処理剤では60秒で非晶質の薄い皮膜が生成されていることが確認できた。



写真1 マグネシウムダイキャスト素材 (×2000)



写真2 鉄用化成皮膜処理剤 (×1000)
(浸漬時間90秒)

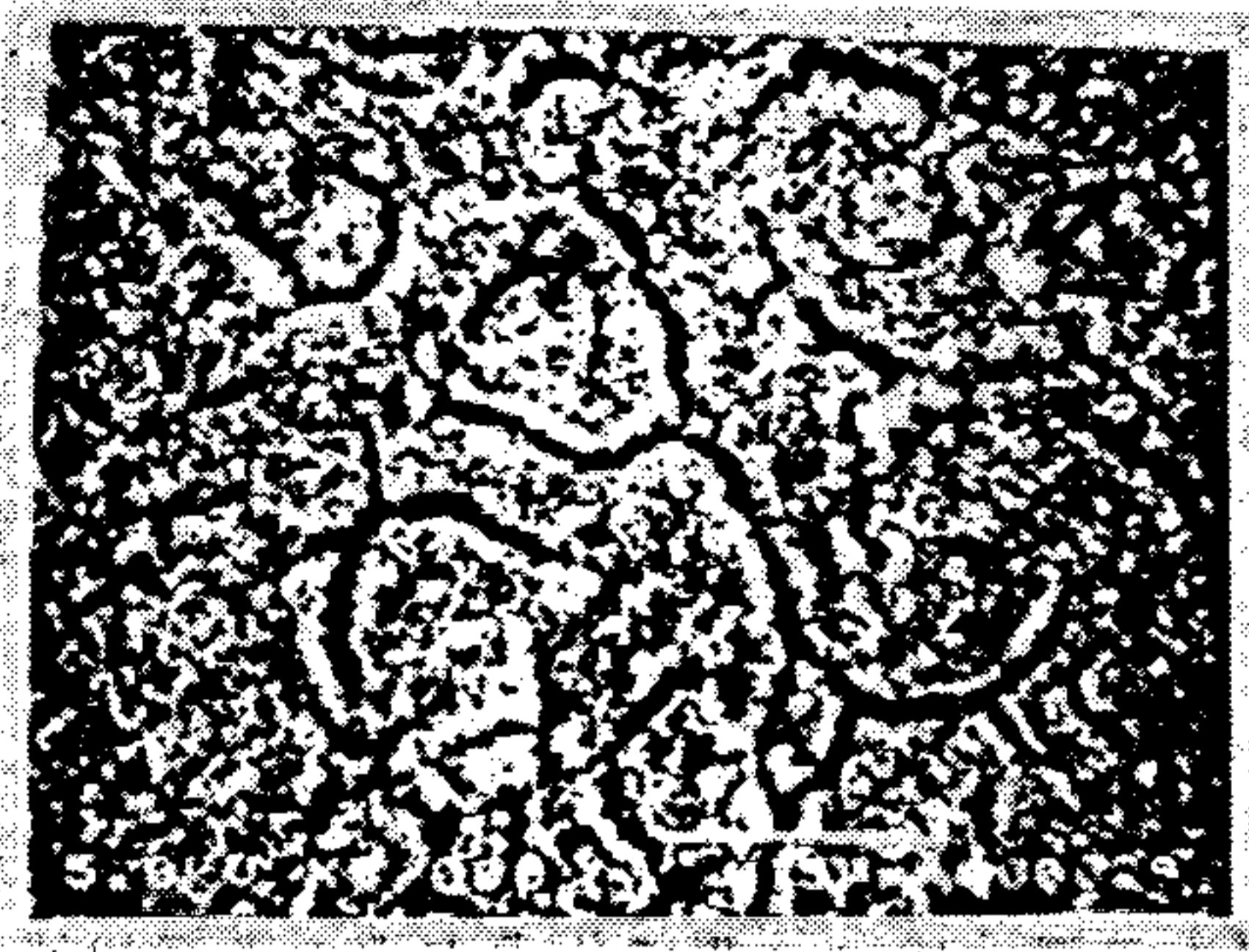


写真3 アルミニウム用化成皮膜処理剤 (×5000)
(浸漬時間 60秒)

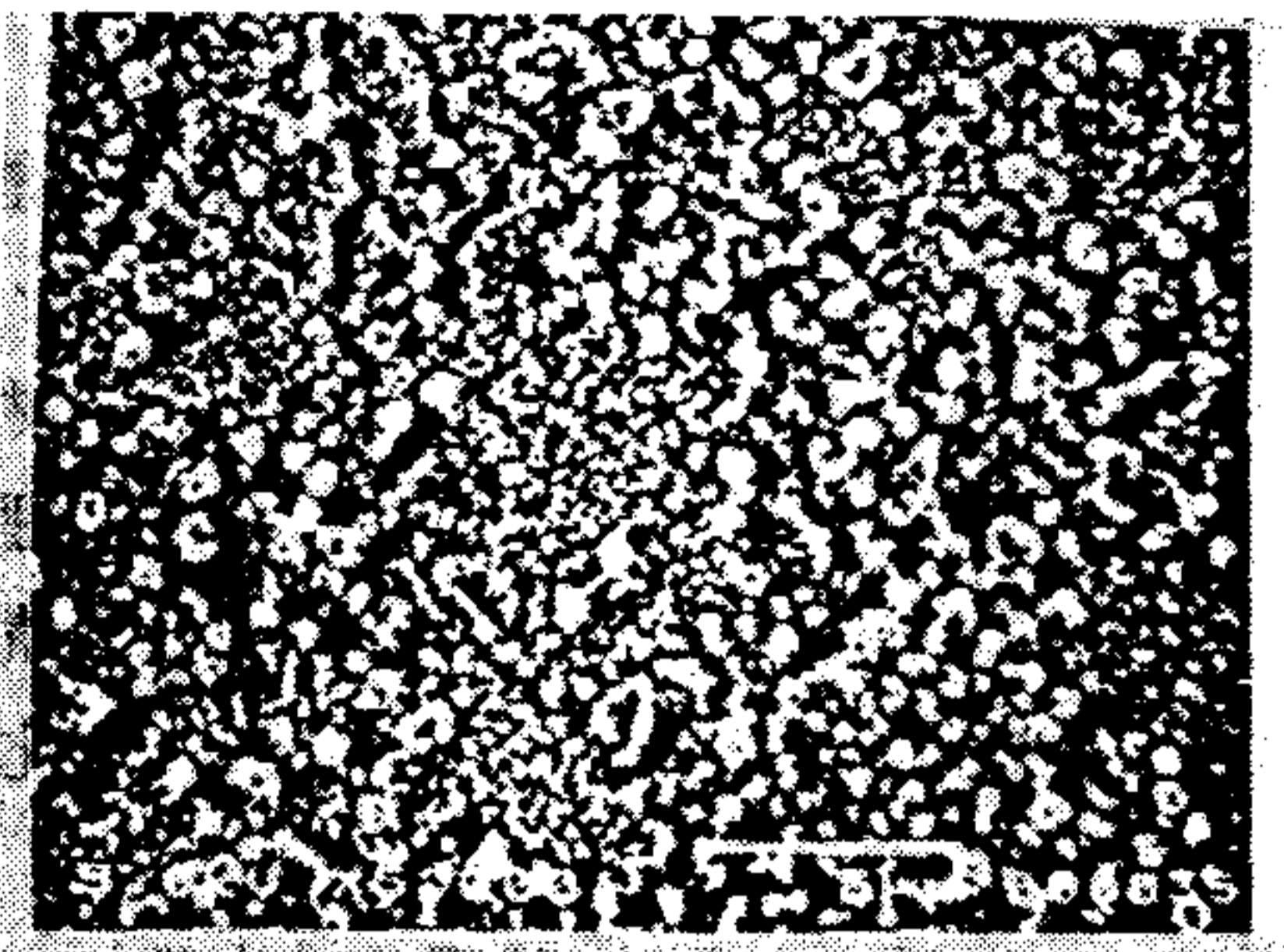


写真4 クロム酸化皮膜処理 (×5000)

3-2 塗膜の防食性

塗膜の上からカッターで中央部にクロスカットを入れた試験片を3%塩水に一定時間浸漬し、抜き取った後、水洗、乾燥、デシケータで2時間放置し、クロスカット部のテープ剥離試験を行った結果を図4に示す。

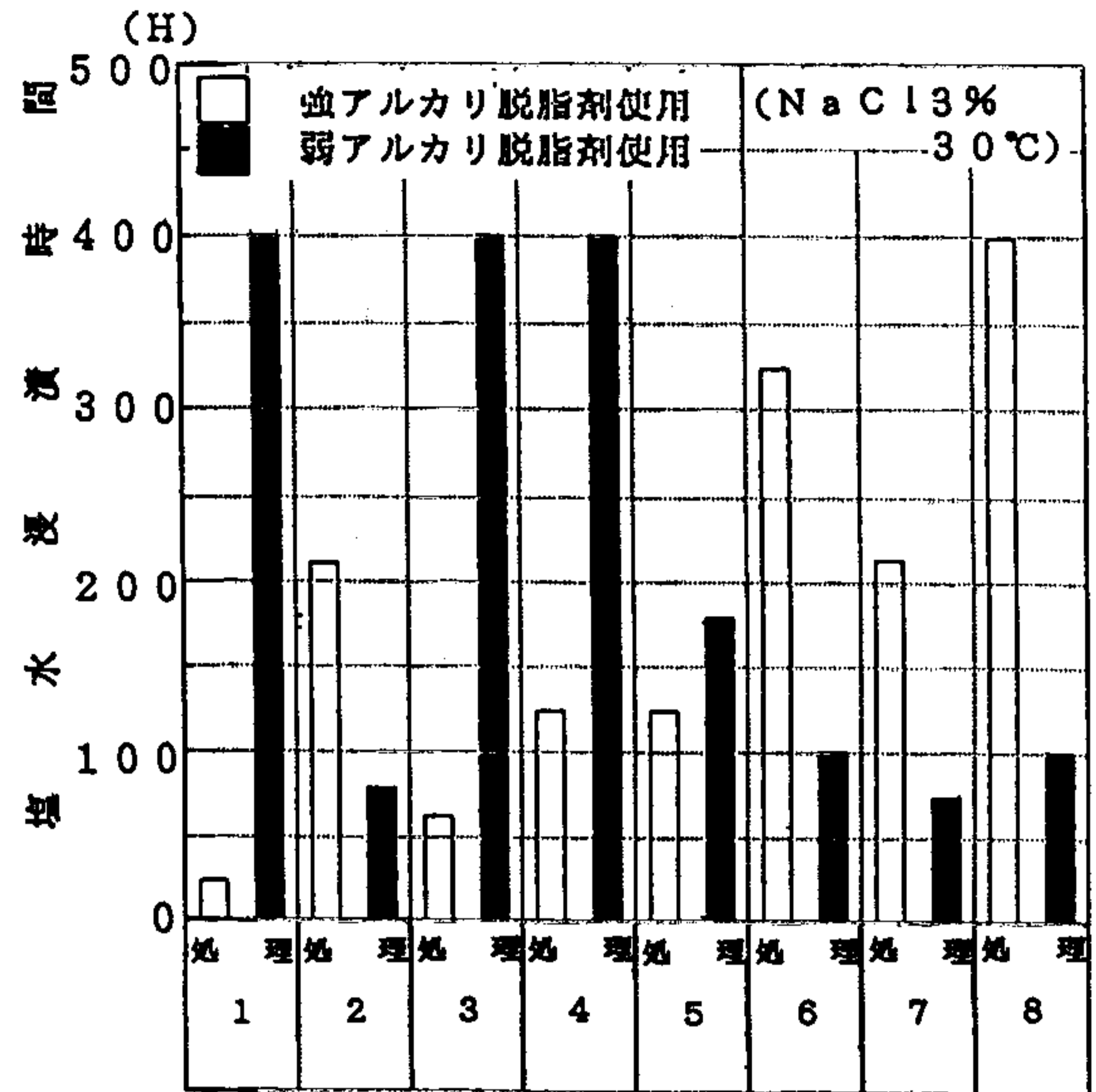
なお、縦軸の塩水浸漬時間は、JIS-K-5400-8.5.3 Xカットテープ法の評価点数で4点に達した時の浸漬時間である。(評価点数4点：Xカット部の交点からいずれかの方向に、3mm以内の剥がれが生じた状態)

また、横軸の処理番号は塗装前処理の処理方法で、処理内容を表4に示した。

表4 処理方法

処理番号	処 理 方 法
処理1	脱脂
処理2	脱脂+酸洗
処理3	脱脂+アルミニウム用化成皮膜剤
処理4	脱脂+酸洗+アルミニウム用化成皮膜剤
処理5	脱脂+鉄用化成皮膜処理剤
処理6	脱脂+酸洗+鉄用化成皮膜処理剤
処理7	脱脂+クロム酸化皮膜処理剤
処理8	脱脂+酸洗+クロム酸化皮膜処理剤

図4 塩水浸漬試験におけるクロスカット試験の結果



処理7、8のJIS-H-8651-3種に規定されているクロム酸化皮膜処理において、強アルカリ脱脂処理及び酸洗処理の効果が防食性に良い結果を与えていることがわかる。また、処理3、4のアルミニウム化成皮膜処理においては、酸洗の有無に関係なく、脱脂処理で弱アルカリ脱脂剤を使用した場合に、クロム酸化皮膜処理と同等の防食性を示すことがわかった。同様に、処理1の弱アルカリ脱脂処理だけでもかなりの防食性を示す結果が得られたが、これはマグネシウムダイキャスト材がpH11.5以上の水溶液中で不働体となり、不溶であるが、それ以下のpHでは腐食領域となるため、相当、表面がエッチングされ塗膜の付着性が向上することによるものと考えられる。

3-3 塗膜の付着性

耐湿試験におけるゴバン目試験の結果を図5に示す。なお、縦軸の試験時間は、JIS-K-5400-8.5.2ゴバン目テープ法の評価点数で4点に達した時の耐湿試験時間である。(評価点数4点：切り傷による剥がれの幅が広く、欠損部の面積は全正方形面積の15~35%の状態)

また、横軸の処理番号は表4に示した処理内容と同じである。

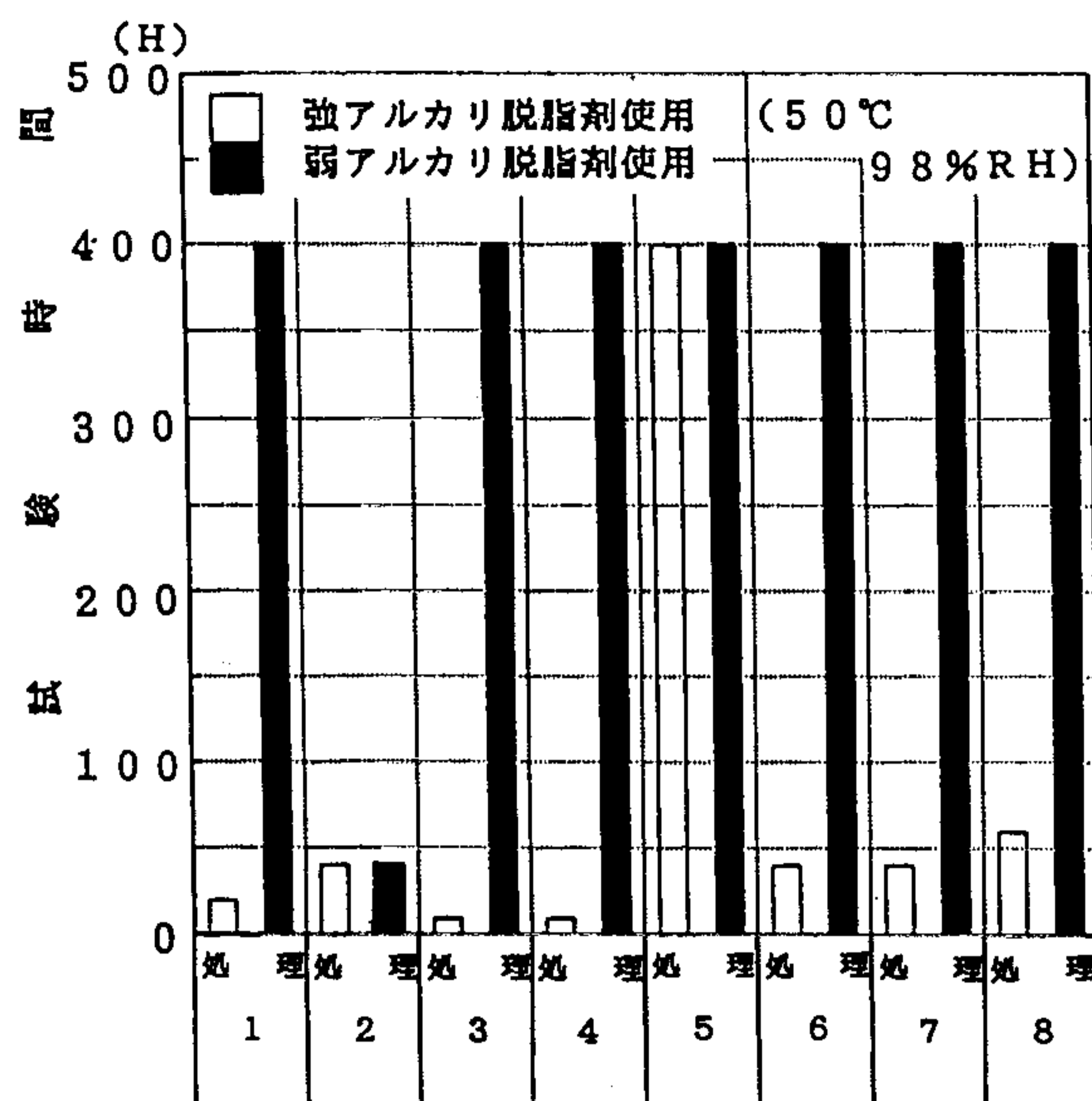


図5 耐湿試験におけるゴバン目試験の結果

処理2の脱脂処理と酸洗処理を除き、いずれの処理においても強アルカリ脱脂処理より弱アルカリ脱脂処理した試験片で塗膜の付着性が良い結果が得られた。

強アルカリ脱脂剤で処理した場合、前述のように、マグネシウムダイキャスト材が強アルカリ領域において塩基性の $Mg(OH)_2$ を形成しているため、いずれの化成皮膜処理を施しても塗膜の付着性が悪くなると考えられる。

さらに、耐湿試験における衝撃試験及び促進耐候性試験におけるゴバン目試験、衝撃試験を行ったところ、図5のゴバン目試験の結果と同じような傾向となる結果が得られた。しかし、衝撃試験における塗膜の付着性については、鉄用化成皮膜処理剤で処理したものが他の処理剤で処理した試験片と比べ相当悪い結果であった。このことは、図2の皮膜重量の測定からもわかるように、他の処理法に比べた場合に皮膜厚が厚くつきすぎ、脆くなるためと考えられる。

以上の結果から、マグネシウムダイキャスト材の粉体塗装における前処理として弱アルカリ脱脂処理とアルミニウム用化成皮膜処理による処理が、JIS-H-8651-3種に規定されているクロム酸処理の代替処理としての可能性があることがわかる。

なお、本研究は平成5年度技術パイオニア養成事業として行ったものであるが、平成6年度も継続し、さらに処理条件等の検討を行い、長時間の耐久性試験を行う予定である。

4 要 約

マグネシウムダイキャスト材 (AZ91) の粉体塗装の塗装前処理における水系洗浄剤や無公害化成皮膜処理剤の利用について、粉体塗料の塗膜の耐久性 (防食性や付着性) から検討した。

その結果、マグネシウムダイキャスト材を弱アルカリ脱脂処理し、アルミニウム用化成皮膜処理剤で処理したものが、JIS-H-8651-3種に規定されているクロム酸化皮膜処理と同等の防食性を示した。また、いずれの処理においても弱アルカリ脱脂剤で処理したものが、強アルカリ脱脂剤で処理したものよりも、塗膜の付着性において良い結果が得られた。

以上のことから、マグネシウムダイキャスト材の粉体塗装の前処理として、弱アルカリ脱脂処理とアルミニウム用化成皮膜処理による処理が、クロム酸化皮膜処理の代替処理としての可能性のあることを明らかにした。

5 文 献

- (1) マグネシウムマニュアル：日本マグネシウム協会、1992
- (2) マグネシウム便覧：軽金属協会、
- (3) 穴沢 靖、浪崎 安治、丹野 信一：岩手県工業試験場報告、No35、1993