

Application News

精密万能試験機 AGX™-V2

温度環境を変化させたときの樹脂上のめっき被膜の引きはがし試験

小池 夏実、清水 啓仁

ユーザーベネフィット

- ◆ 本稿で紹介する治具、恒温槽を用いることにより-60℃から250℃までの温度環境下にてめっきの密着力を測定できます。
- ◆ JIS H 8630、JIS C 6481記載の引きはがし強さの測定が可能です。

■はじめに

樹脂の表面にめっきを施した部品は、自動車産業の装飾部品から電装機器や電気電子・半導体分野など一般的に使用されています。近年、自動車部品や先端電子機器のプリント基板などには難めっき樹脂へのめっき技術が求められており、新たな樹脂材料、めっき薬剤、めっき製造プロセスなど、幅広く研究開発が進められています。

めっき被膜は、その機能を十分に発揮させるため、使用環境下で被膜が剥離せずに密着性を確保することが求められます。現在の主なめっきの密着力の評価方法であるサーマルサイクル試験、ヒートショック試験は、定量可能な評価方法であるとは言えません。本稿では、万能試験機を用いて引きはがし試験を実施し、温度環境を変化させたときのめっきの密着力を定量化した事例を紹介します。

■試料

測定に用いた試料を図1に示します。基板には、難めっき性樹脂のポリブチレンテレフタレート（PBT）樹脂を用いました。難めっき性樹脂は導電層として薄いめっきシード層を成膜してから電気めっき法にて指定の厚みのめっきを施す方法が用いられます。めっきシード層は二種類の異なる工法（物理的な方法であるスパッタリング法と、化学反応による無電解めっき法）を用いて、約0.6 μmの厚さで成膜しました。その後、それぞれに電気めっき法にて25 μmの厚さをターゲットに銅めっきの成膜を実施しました。

測定にあたり、幅30 mmの試料の中央10 mmのめっき層にカッターでケガキを施し、引きはがし部としました。

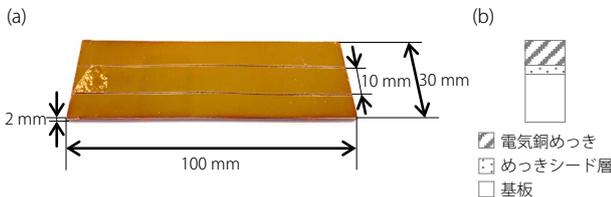


図1 試料
(a) 寸法 (b) 断面図

表1 試料情報

試験片寸法	: 幅30 mm×長さ100 mm×厚さ2 mm
基板	: ポリブチレンテレフタレート (PBT)
めっき	: 銅
シード層成膜方法	: スパッタリング法 無電解めっき法

■装置・試験条件

引きはがし試験は、精密万能試験機AGX-V2、冷凍機式恒温槽TCR2Aを用いて実施しました。図2に試験の様子を、表2に装置構成を示します。

引きはがし長は60 mm以上、引きはがし開始後10 mmから60 mmの長さ50 mmを有効データとし、その平均試験力をめっきの密着力として算出しました（図3）。試験幅や試験条件の速度はJIS H 8630、JIS C 6481、ASTM B 533-85を参考に設定しました。試験条件を表3に示します。

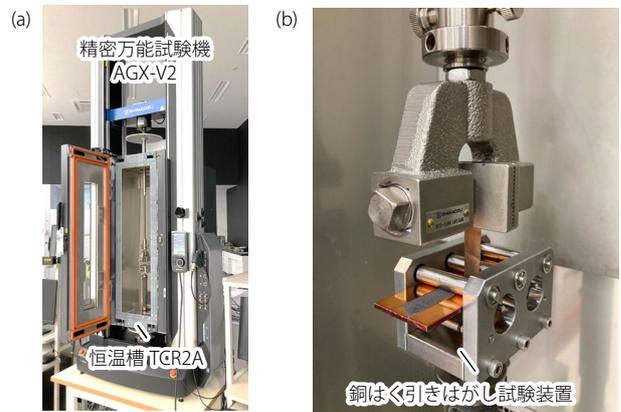


図2 装置

- (a) 精密万能試験機AGX™-V2、恒温槽TCR2A
(b) 銅はく引きはがし試験装置

表2 装置構成

精密万能試験機	: AGX-V2
ロードセル	: 50 N
治具	: 銅はく引きはがし試験装置
雰囲気試験装置	: 冷凍機式恒温槽 空冷式 TCR2A
ソフトウェア	: TRAPEZIUM™X-V

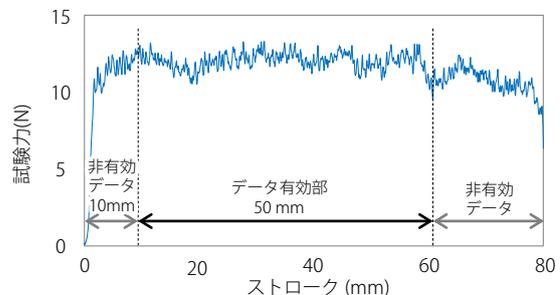


図3 密着力の算出に用いるデータの範囲

表3 試験条件

試験速度	: 25 mm/min
設定雰囲気温度	: -50℃、-25℃、0℃、25℃、50℃、75℃、100℃、125℃
試験数	: N=5 (各設定雰囲気温度にて)
有効データ範囲	: 引きはがしてから10 mm~60 mm
引きはがし幅	: 10 mm

■ 試験結果

引きはがし試験に先立ち、めっきの膜厚と密着力の関係を調べました。膜厚は試料中央部を蛍光X線式法によって非破壊で測定しました。試料はめっきの膜厚25 μmをターゲットに成膜しましたが、膜厚の実測値は15 μmから30 μmでした。それらの引きはがし試験を室温にて実施した結果として、図4に密着力-めっきの膜厚グラフを示します。膜厚と密着力の相関係数は0.86であり、密着力はめっきの膜厚に強い相関があることがわかりました。密着力の定量評価にはめっきの膜厚を実測し、同程度の膜厚の試料で評価することが重要であるといえます。

温度環境を変化させたときの密着力を評価するため、めっきの膜厚の実測値が20 μmから25 μmの試料を用いて引きはがし試験を実施しました。結果の一例として、図5に試験力-ストロークグラフを示します。(a)はシード層をスパッタリング法により成膜した試料、(b)は無電解めっき法により成膜した試料の試験結果です。表4に温度環境を変化させた時の試験結果 (N=5の平均値)、図6に各シード層におけるめっきの密着力と槽内温度の関係を示します。スパッタリング法では温度上昇と共にめっきの密着力は減少する傾向が、無電解めっき法では-50℃から75℃では概ね変化が無く、100℃以上で減少する傾向が見られました。

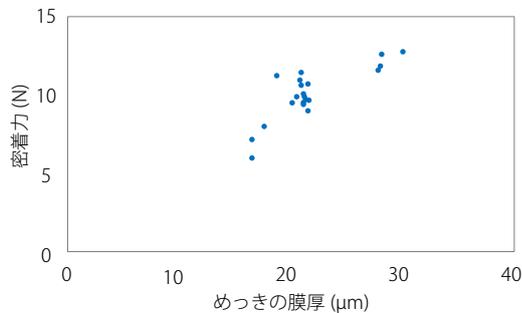


図4 密着力-めっきの膜厚の関係 (スパッタリング法)

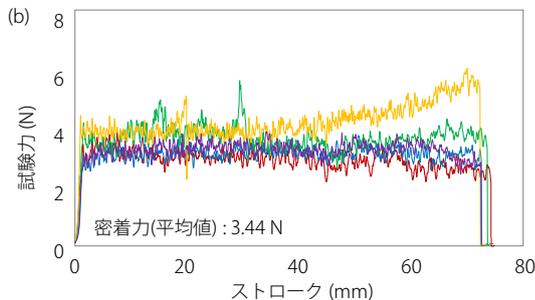
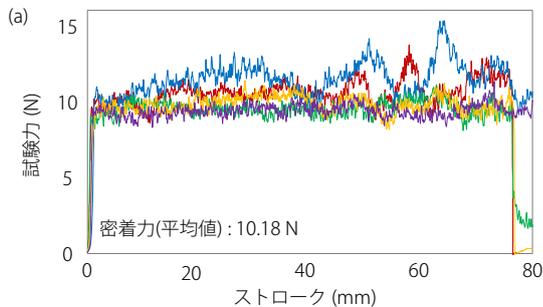


図5 試験力-ストロークグラフ(室温)
(a) スパッタリング法 (b) 無電解めっき法

表4 試験結果 (平均値)

温度 (°C)	(a) スパッタリング法		(b) 無電解めっき法	
	密着力 (N)	差分 (25°C基準) (%)	密着力 (N)	差分 (25°C基準) (%)
-50	12.33	21.10	4.25	23.63
-25	11.19	9.85	4.07	18.27
0	10.82	6.21	3.68	7.00
25	10.18	-	3.44	-
50	10.23	0.43	4.45	29.43
75	9.57	-6.08	4.31	25.39
100	9.35	-8.19	3.19	-7.32
125	8.99	-11.71	2.39	-30.49

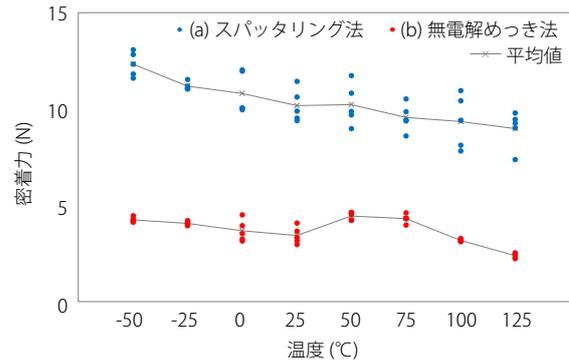


図6 密着力と温度の関係

■ まとめ

難めっき性樹脂に銅めっきを施した試料を使用して、AGX-V2による恒温槽内での引きはがし試験を行いました。めっきの膜厚がめっきの密着力に影響を及ぼすこと、密着力は温度依存性があり100℃を以上の高温下では密着力が低下する傾向があることがわかりました。

使用環境を想定した広範囲の温度環境下での密着力を評価することは、めっきの成膜方法や樹脂材料、めっき薬剤、めっき製造プロセスなどの各開発に有効な試験法です。

<謝辞>

本アプリケーションの作成にあたり、地方独立行政法人大阪産業技術研究所様には、試料のご提供や分析条件のご教示など多大なるご協力をいただきました。心より感謝申し上げます。

AGX、TrapeziumXIは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
<https://www.an.shimadzu.co.jp/>

01-00703-JP 初版発行：2024年 3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。本文中に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していません。

▶ アンケート

関連製品 一部の製品は新しいモデルにアップデートされている場合があります。



▶ オートグラフ AGX-V2 シリーズ
精密万能試験機

関連分野

▶ 工業材料・マテリアル

▶ 金属材料

▶ 価格お問い合わせ

▶ 製品お問い合わせ

▶ 技術お問い合わせ

▶ その他お問い合わせ