エポキシ樹脂塗り床の付着性に及ぼすセメントモルタルの 表面粗さの影響

EFFECTS OF SURFACE ROUGHNESS ON ADHESION BETWEEN EPOXY RESIN FLOOR COATINGS AND CEMENT MORTAR SUBSTRATE

内田 昌宏^{*1}, 田中 享二^{*2}

Masahiro UCHIDA and Kyoji TANAKA

Effects of surface roughness on adhesion between epoxy resin floor coatings and cement mortar substrate were discussed. First surface roughness and waviness of various cement mortar substrate which were abraded through various abrasive papers were measured. Second, peel energy was measured. In stead of cement mortar substrate, the gypsum replicas were used in the measurement for avoiding an influence of wide variety of surface free energy of cement mortar substrate. The peel energy between the gypsum replicas and epoxy resin floor coatings was discussed. It was found out that peel energy closely related to the surface roughness of substrate, and an increase of surface roughness was effective in improving adhesion between the substrate and the coatings.

Keywords : surface roughness, epoxy resin, floor coatings, cement mortar, peel energy

表面粗さ, エポキシ樹脂, 塗り床, セメントモルタル, 剥離エネルギー

1. はじめに

コンクリートを下地として塗布されたエポキシ樹脂塗り床材には、下地水分の影響によりふくれが発生することがある。ふくれは多くの場合、直径が数十ミリメートル以下のものが多数点在して現れ¹⁾、この現象を付着の観点から見ると、ふくれ部分は下地コンクリートとエポキシ樹脂塗り床材間での局所的な付着結合の破壊と理解することができる。

塗り床材の下地への付着は、付着結合の形成による。付着結合の形成とは、塗り床材が下地にぬれ拡がる、いわゆる「ぬれを形成する」ことであり、このぬれの形成は塗り床材と下地との関係を界面化学理論によって説明することが出来る²⁾。

エポキシ樹脂塗り床材の付着性に及ぼす下地の界面化学的要因に関しては、前報³⁾において下地がセメントペーストの場合は、下地の表面自由エネルギーのうち、極性力成分（永久双極子を有する分子によるKeesom力、誘起双極子によるDebye力、及び水素結合力などのエネルギー成分を示す）が大きくなると剥離エネルギーも大きくなり、塗り床材は剥がれにくくなることを明らかにした。また、下地を乾燥、研磨、緻密化することは極性力成分を大きくする方向に作用し、これにより付着仕事は増大し、その結果として付着力は向上することを示した。

しかし、前報³⁾までの段階では機械的吸着力（いわゆるアンカー効果）は考慮されていないが、実際の下地コンクリートと塗り床材との付着強さは、この機械的吸着力の影響も強く受けると考えられる⁴⁾。

付着性に及ぼす下地表面粗さの影響に関する既往の研究の中で、金属下地については、堀内ら⁵⁾が表面粗さが大きすぎても、小さすぎても付着強さは極大とはならず、最適な表面粗さが存在することを示している。同様に佐藤⁴⁾は接着面の表面粗さが、接着強さを向上させる効果と減少させる効果の両方を有していて、どの程度の表面粗さが最も有効であるかは、塗料と被塗物との組み合わせにより異なるので、それぞれの場合に表面粗さを変えて接着性との関係を検討することが必要であると指摘している。またJennings⁶⁾は表面を具体的に調整する方法の中で表面粗さと接着力との関係を論じ、サンドブラスト処理が最も効果があり、研磨紙処理では最適粒度があるとしている。一方、下地がセメント硬化体である場合は、国原ら⁷⁾が被着面の粗さが付着強さに与える影響を検討しているが、明確な傾向を見い出せないでいる。これはセメント硬化体が被着体として壊れ易いため、適切な付着強さの評価が難しかったことが原因と考えられる。

前報³⁾では、付着強さに及ぼす界面化学的要因を抽出して考察す

^{*1} ㈱エービーシー建材研究所, 東京工業大学大学院

^{*2} 東京工業大学建築物理研究センター 教授・工博

ABC Research Laboratory for Building Materials Co., Ltd.
Graduate School, Tokyo Institute of Technology
Prof., Structural Engineering Research Center, Tokyo Institute of Technology,
Dr. Eng.

るため、可能な限り平滑な下地として表面粗さを均一に保つ工夫を講じたが、本研究では、下地として十分な強度を有し、且つ界面化学的要因を一定に保つことが出来る均一配合の石膏レプリカを用いることにより、適切な付着強さの評価を可能にした。そしてこの評価方法に基づいて、下地表面の機械的吸着力を抽出することを可能にし、下地表面の凹凸、特に表面粗さが付着強さに与える影響を検討した。

2. 下地表面の凹凸

下地としてのコンクリート表面の凹凸は、いろいろな条件の影響を受ける。そこでコンクリート表面の凹凸に影響を与える要因を明らかにすることを目的として、表面の処理方法、処理の時期、及び調合の異なる下地を作製し、その表面の凹凸の測定を行った。

2. 1 下地

一般的に塗り床材が塗布される下地は普通コンクリートである。しかし塗り床材が塗布される下地表面は、粗骨材が現れていないモルタル面であり、また試験体としての取り扱い易さを考慮して試験用下地はセメントモルタルとした。下地モルタル板の作製フローチャートを図1に示す。

図1 モルタル板の作製フローチャート

表1 モルタルの調合

水セメント比(%)	水(g)	セメント(g)	細骨材(g)	フロー値(mm)
45	225	500	675	196
60	300	500	1050	195
75	375	500	1325	194

表2 下地表面を表す曲線

曲線の名称	概要	定義規定
断面曲線	対象面に直角な平面で対象面を切断したときにその切り口に現れる輪郭	JIS B 0601
粗さ曲線	断面曲線から表面うねり成分を除去した曲線	JIS B 0601
ろ波うねり曲線	断面曲線から波長が短い表面粗さの成分を低域フィルタによって除去して得られる曲線	JIS B 0610
ろ波中心線うねり曲線	ろ波うねり曲線から波長が長い成分を除去して得られる曲線	JIS B 0610

表3 測定パラメータ

パラメータの名称 略号(単位)	概要	定義規定
算術平均粗さ Ra(μm)	断面曲線からうねり成分を除いた粗さ曲線において、その中心線と粗さ曲線との偏差の絶対値を算術平均した値	JIS B 0601
ろ波中心線うねり Wca(μm)	ろ波中心線うねりの中心線とろ波中心線うねり曲線との偏差の絶対値を算術平均した値	JIS B 0610

(1) 下地モルタル板の調合及び作製方法

下地モルタル板は、水セメント比45%、60%、75%として、フロー値が195mm程度となるような表1に示す調合とした。モルタル板は70×70×20mmの板状に打設し、打設1日後より所定期間封緘養生したのち、打設表面を以下の(3)に示す研磨紙にて十分に研磨した。研磨後のモルタル板は、アセトンに2時間浸せきし、さらに100℃にて7日間十分に乾燥させて使用した。なおセメントは普通ポルトランドセメントを、細骨材は豊浦産旧標準砂を使用し、打設及び養生温度は20℃とした。

(2) 表面押さえ及び養生条件

セメントモルタル打設時の表面の押さえは、木鋸押さえと金鋸押さえの2種類とした。通常、塗り床が施工される下地コンクリートは金鋸押さえであるが、機械的吸着力に関する付着性を考慮した場合、木鋸押さえの表面粗さがより適することも考えられるため、試験体として木鋸押さえも用意した。ただし、木鋸押さえモルタル板については所定期間封緘養生後の研磨は行わず、打設面をそのまま試験面とし、表面の押さえは、現場に倣って木鋸押さえは打設2時間後に1回とした。金鋸押さえの場合は1試験体に付き打設2時間後、3時間後、4時間後、及び5時間後の計4回行った。養生期間は7日、28日、60日、90日とした。

(3) 下地表面研磨

塗り床材が施工される下地としては一般に金鋸押さえコンクリートであり、さらに塗り床材施工前に表面が研磨される。この状態を再現するために、所定期間養生後の金鋸押さえのモルタル板表面を、JIS R 6252規定の研磨紙により研磨した。研磨紙は、施工現場において予想される滑らかな下地から、表面凹凸の大きい下地を網羅するように、番号#20、#50、#80、#180、#500、#2000の炭化珪素質研磨紙を使用し、研磨方向は現場における塗り床下地コンクリートの研磨方法にならって円形状に研磨した。結局、試験体としては各

水セメント比毎に、金鋸押さえモルタルは研磨無しを含めて7種類、木鋸押さえモルタルは研磨無しのための1種類を用意した。

2. 2 表面の凹凸の測定

表面の凹凸の成分は、きわめて穏やかな変化を表す幾何学的形状からの狂いの成分である「形状偏差」、やや長波長で穏やかに変化する「表面うねり」、さらに波長が短く不規則に変化する「表面粗さ」の成分からなっている⁸⁾。本研究では機械的吸着力に係わる付着強さを検討の対象としているため、表面の凹凸の成分のうちミクロ的な凹凸を示す表面うねりと表面粗さの両者を測定の対象とした。

一般的に表面うねりと表面粗さは、表2に示すような断面曲線、粗さ曲線、ろ波うねり曲線及びろ波中心線うねり曲線により表される。本研究では表3に示すように、表面うねり成分を除去した表面粗さを評価することを目的として、粗さ曲線の中心線からの偏差を示す算術平均粗さRaを、表面うねりを評価することを目的として、ろ波中心線うねり曲線の中心線からの偏差を示すろ波中心線うねりWcaを調べた。

この下地表面粗さ及び表面うねりを示す2つのパラメータ、Ra、Wcaを、走査型レーザ顕微鏡(レーザテック(株)製1LM21W)により測定した。測定長さは1.0mm±0.1mmとし、1試験体につき3カ所測定し、その平均値を測定値とした。

図2 下地の断面曲線

図3 下地の表面粗さ及び表面うねり

2. 3 測定結果と考察

(1) 下地の表面凹凸

下地モルタル板のうち、表面凹凸の小さいものと大きなものの代表的な断面曲線を図2に示す。算術平均粗さ R_a が $4\mu\text{m}$ 程度の下地は、凹凸が $30\mu\text{m}$ 程度であり、算術平均粗さ R_a が $14\mu\text{m}$ 程度の下地は、凹凸が $210\mu\text{m}$ 程度である。表面のレイトランス除去を目的として研磨が行われる一般的な現場の塗り床下地は、本研究で使用了下地モルタル板の凹凸の範囲にほぼ含まれると判断される。

(2) 養生期間の影響

下地の算術平均粗さ R_a 及びろ波中心線うねり W_{ca} の測定結果を図3に示す。これによると養生期間による傾向は明確ではなかった。

(3) 表面粗さと表面うねりの関係

一般に表面の凹凸の周波数成分は、フーリエ解析すると高周波数成分から低周波数成分まで連続的に分布している⁸⁾。従って表面うねりと表面粗さとは独立したものではなく相互に影響を及ぼしあっていると考えられる。そこで、表面粗さのパラメータである算術平均粗さ R_a と、表面うねりのパラメータであるろ波中心線うねり W_{ca} との関係について調べた。その結果を図4に示す。これより算術平均粗さ R_a とろ波中心線うねり W_{ca} とは相関係数が0.98と

図4 算術平均粗さ R_a とろ波中心線うねり W_{ca}

高い相関関係を有し、表面粗さが大きくなると表面うねりも大きくなることが明らかである。従って、本研究では表面粗さを調べることで、表面うねりも含んだ下地表面の凹凸全体について評価が出来ると考えられる。従って以後、表面粗さに関してのみ検討することとした。

(4) 表面粗さと水セメント比及び研磨紙の番手

研磨下地モルタル板について、水セメント比毎に整理した研磨紙番手と算術平均粗さ R_a との関係を図5に示す。水セメント比が大きくなるほど、算術平均粗さ R_a は大きい傾向にあり、表面粗さは

図5 研磨紙番手と算術平均粗さ

図6 下地表面押さえの違い

大となる。これは、水セメント比が大きいほど下地の組織が粗であり、研磨され易いためと考えられる。また研磨紙の番手が小さいほど表面粗さは大きく、算術平均粗さ R_a は最大で $14 \mu\text{m}$ 程度であった。

(5) 表面押さえの違い

非研磨下地モルタル板について、表面押さえ別にまとめた算術平均粗さ R_a を図6に示す。養生日数60日水セメント比75%を除いて、木鍍押さえ表面は金鍍押さえ表面と同等又はより大きな表面粗さを示した。しかし木鍍押さえ下地モルタル板の算術平均粗さ R_a は最大でも $8 \mu\text{m}$ 程度であり、より大きな表面粗さの下地を得るには、水セメント比の大きな下地を小さい番手の研磨紙で研磨することが望ましいと考えられる。

3. 付着強さ

3.1 付着強さ試験用下地

前報³⁾において、セメントペーストは水セメント比、乾燥、研磨、及び組織の緻密の程度の違いにより、界面化学的な表面自由エネルギーが変化し、付着強さも影響を受けることを示した。本研究では機械的吸着力が付着強さに与える影響のみを検討することを目的としているため、表面自由エネルギーが試験体間で変化しない均一配合の石膏レプリカを付着強さ試験用下地とした。レプリカ下地の作製フローチャートを図7に示す。

(1) レプリカ下地作製前の原下地

レプリカ下地作製前の原下地は、2. 表面粗さ及び表面うねりの測定に使用したモルタル板のうち、封緘養生28日後のモルタル板を原下地とした。

図7 レプリカ下地の作製フローチャート

表4 石膏の性状

混水率(%)	硬化時間(分)	硬化膨張率(%)	圧縮強さ(Mpa)
24	10	0.15	51

表5 無機塗料の性状

化学名	組成	状態	鉛筆硬度
ヘルビトロポリシラン	SiO_2	アモルファス	9H

(2) レプリカ下地の作製

図7に示すように研磨後のモルタル板を常温硬化型シリコンゴムで型取りし、表4に示す性状の高強度石膏を流し込み硬化させる。脱型後20℃にて7日以上養生後、表面強度の向上を目的として石膏のシリコン型面に表5の無機塗料を均一に含浸硬化させ、80℃90RH%で7日間養生しレプリカ下地とした。

(3) レプリカの表面粗さの確認

前記2. 2と同様の方法にてレプリカ下地の算術平均粗さ R_a を

測定した。測定位置は任意の3カ所とし、その平均値を測定値とした。モルタル板とレプリカ下地の相互の算術平均粗さ R_a の関係を図8に示す。また表6に二元配置法による分散分析結果を示す。同種の試験体差、下地の種類差は共に有意であるが、下地の種類差の寄与率が小さいこと、及びモルタル板とレプリカ下地の相関係数が0.9と高いことより、レプリカ下地にてモルタル板を置換出来るものと判断した。

3.2 エポキシ樹脂塗り床材

エポキシ樹脂塗り床材は、一般的な塗り床材の配合に準じて、基材にビスフェノールAタイプの液状エポキシ樹脂を主として配合し、これを反応性希釈剤で希釈したビヒクルを使用した。また硬化剤には変性脂肪族ポリアミンを使用した。その配合及び性状を表7に示す。

3.3 付着強さ試験

3.3.1 測定方法

付着強さ試験は、従来カーボン繊維補強エポキシ樹脂に関しては、V.M. Karbhari⁹⁾の大型の剥離試験、逸見ら¹⁰⁾の皮剥式剥離試験、守谷ら¹¹⁾のペルジャー式接着試験などの多くの試験法があるが、これらの試験方法では表面粗さが付着強さに与える影響を考察するには、スケールが大きすぎ不適切である。

エポキシ樹脂塗り床材のふくれは発生初期は直径数mmと微小であり、またふくれの成長は剥離により進行すること、またふくれが塗り床材と下地との界面で生じていることを考慮し、本研究における付着強さの測定方法は、前報³⁾と同様に、作業可能な最小幅で破壊状態が界面破壊となる微小剥離試験が適当と考えた。すなわち、以下に示すようにKendallの提案している試験方法をエポキシ樹脂塗り床材とセメントペーストとの剥離試験に応用できるように改良し試験方法とした。

Kendall¹²⁾によると、図9のように下地に付着したテープを角度 θ で引っ張った際の剥離エネルギー f は、(1)式で表される。

$$f = F(1 - \cos \theta) / b \quad (1)$$

F はテープが剥離した際の引張応力であり、 b はテープの幅である。

本研究では、図10に示すように幅2mm×厚さ1mm×長さ100mmのエポキシ含浸ひも状体（ひもには試験時にほとんど伸びの生じないアラミドフィラメントを使用）を上記エポキシ樹脂塗り床材で下地に貼り付け、20℃24時間養生し、さらに50℃24時間養生後、20℃にて徐冷した後、エポキシ含浸ひも状体を引っ張った。引張速度は1mm/分、引張角度は5度とし、単位幅当たりの引張応力 F (dyn) を測定した。そして、(1)式により剥離強度エネルギー f (erg/cm²) に換算し、付着強さを求めた。剥離エネルギーに換算したのは、前報³⁾の界面化学的な考察と比較出来るようにするためである。引張速度を1mm/分としたのは、この速度以下で試験を行った際の剥離エネルギーは、ほぼ一定であったためであり、試験の効率を考慮してその中で最大の引張速度とした。引張角度を5度としたのは、剥離エネルギーの差が明確に現れるのが5度程度であり、また実際のふくれ端部の下地との角度は多くの場合5度程度であったためである。

図8 モルタルとレプリカ下地の算術平均粗さの関係

表6 算術平均粗さ R_a の分散分析結果

項目	分散比	F(0.01)	寄与率
同種の試験体差	18.88**	2.70	0.86
下地の種類差	19.68**	4.28	0.04

表7 エポキシ樹脂塗り床材の配合及び性状

配合・性状		
	原料名	重量部
配合	基材	ビスフェノールAタイプ液状エポキシ樹脂
		2官能反応性エポキシ希釈剤
	硬化剤	変性脂肪族ポリアミン
性状	混合物	粘度(20℃)Pa・s
	硬化物	引張り弾性係数 MPa

図9 Kendallのテープ剥離試験

図10 付着強さ測定方法

3. 3. 2 測定結果及び考察

図11に算術平均粗さRaと剥離エネルギーとの関係を示す。算術平均粗さRaは剥離エネルギーと正の相関があり、下地表面粗さが増すと塗り床材は剥がれにくくなる。回帰式は(2)式のようになり、相関係数は0.85であった。

$$Y = (1.90X - 4.49) \times 10^4 \quad (2)$$

表面粗さが最も大きい下地の剥離エネルギーは、表面粗さが最も小さい下地の剥離エネルギーの約3倍となる。従って、下地を研磨し表面粗さを大きくすることにより、下地の塗り床材に対する機械的なアンカー効果も増大し、その結果として付着強さが大きくなったものと考えられる。

4. 機械的吸着力の観点からみた下地表面粗さの考察

モルタル下地についての塗り床材の剥離エネルギーは、本研究が対象とした下地の範囲内では、下地表面粗さが増すに従い増大する。一般的に下地が金属下地等の密封性が高く、不透過性の下地については、佐藤⁴⁾や井本¹³⁾が述べているように、凹部への塗液の進入は難しく、このため付着強さが極大となる最適表面粗さが存在する。しかし本研究において対象としているモルタル下地は多孔体であること、金属下地等と比較して格段に表面粗さが大きいこと、及び塗液は無溶剤の2液硬化型エポキシ樹脂塗り床材であることから、表面の凹部に硬化前の塗り床材がゆっくりとかつ十分に進入していると考えられ、これが下地表面粗さと剥離エネルギーに正の相関をもった理由と考えられる。従って塗り床材の付着性向上のためには、下地表面粗さを大きくすることが効果的である。なお、塗り床材の塗布厚みより下地表面粗さが大きくなると、下地が露出したり塗り床材表面が平滑に仕上がらないため、あくまで下地表面粗さは塗り床材の仕上がりが不良とならない最大の大きさが上限となる。

5. 結論

コンクリートを構成するセメントモルタルに塗布されるエポキシ樹脂塗り床材の付着性について、機械的吸着力という観点から表面粗さの影響について考察を行った。得られた本研究の結論は以下の通りである。

(1) 水セメント比を大きくすることは下地表面粗さを大きくする方向に作用する。

(2) 研磨が無い場合、木鋸押さえモルタルの表面粗さは、金鋸押さえモルタルの表面粗さと同等、若しくはより大きな表面粗さとなる傾向にある。研磨する場合は、金鋸押さえ表面を番手の小さな研磨紙等で十分に研磨する方が、表面粗さのより大きい表面が得られる。

(3) 表面粗さと塗り床材の剥離エネルギーは正の相関があり、表面粗さが増すに従い、剥離エネルギーは大きくなる。付着性向上のためには、塗り床材の仕上げに影響を与えない範囲で、十分に下地を研磨し表面粗さを大きくすることが効果的である。

ただし、以上の考察は機械的吸着力だけに着目したものであり、付着性について総合的に考察するには前報³⁾で行った界面化学的考察と合わせて判断する必要がある。これらについては今後の課題である。

図11 算術平均粗さRaと剥離エネルギー

6. 謝辞

本研究を行うに当たり、(株)エービーシー建材研究所 横山光男所長、大田皓士室長及び大西一昌室長には、大変お世話になりました。また実験には、東京工業大学大学院 安藤紀明氏の御協力をいただきました。ここに深く謝意を表します。

参考文献

- 1) 田中享二、内田昌宏、大森修、橋田浩、湯浅昇：塗り床のふくれ発生機構の一考察；日本建築学会構造系論文報告集，第488号，pp 25-30, 1996
- 2) 原崎勇次：コティングの基礎科学，pp161, 1980
- 3) 内田昌宏、田中享二：エポキシ樹脂塗り床とセメントペーストの付着性に関する界面化学的考察；日本建築学会構造系論文報告集，第524号，pp21-27, 1999
- 4) 佐藤弘三：塗膜の接着 理論と実際；接着，Vol. 42, No. 2, pp. 74-81, 1998
- 5) 堀内慶次、桐生春雄、佐藤弘三：塗膜の付着に及ぼす軟鋼板の表面あらさの影響；色材，Vol. 57, No. 5, pp. 255-258, 1984
- 6) C.W. Jennings: Surface Roughness and Bond Strength of Adhesives; J. Adhesion, Vol. 4, No. 25, 1972
- 7) 国原安彦、今泉勝吉、青山幹、林好正：エポキシ樹脂系接着材の性能評価（その2被着面の粗さの影響）；日本建築学会大会学術講演会研究発表論文集，pp. 119-122, 1992
- 8) 谷村吉久：表面粗さの最近の動向 表面粗さの規格；トクボノジキ，Vol. 43, No. 11, pp919-924, 1998
- 9) V.M. Karbhari and M. Engineer: On the use of a peel test for determination of concrete-composite bond durability; 40th International SAMPE Symposium, 1995
- 10) 逸見義男、湯浅昇、佐藤弘和、松井勇、笠井芳夫：下地コンクリートの含水状態及び細孔構造がエポキシ樹脂系塗り床材の接着性に及ぼす影響；日本建築学会大会学術講演梗概集（A），pp. 1393-1394, 1995
- 11) 守屋正裕、川地武：コンクリート面塗膜の試験方法の提案；日本建築学会大会学術講演梗概集（A），pp1401-1402, 1995
- 12) K. Kendall: The adhesion and surface energy of elastic solid; J. Phys. D, Vol. 4, pp1186-1195, 1971
- 13) 井本立也：塗膜の付着性 II 接着強さの推定と接着条件の影響；実務表面技術；Vol. 32, No. 10, pp. 528-532, 1985

(1999年10月10日原稿受理，1999年12月9日採用決定)