

---

# 塗膜表面の平滑性評価技術 に関する研究

Study on Quantitative Evaluation of Surface Micro-smoothness  
in Coating Films



分析センター  
第1部  
杉浦一俊  
Kazutoshi  
Sugiura

## Summary

Although visual evaluation is most widely adapted for assessing appearance of coating films, results tend to be neither objective nor quantitative because the evaluation is totally sensory. In this study, we have examined a technique to assess the appearance of coating films quantitatively. A series of precise surface profile of the coating films was obtained by an optical 3D profiling system, and was applied for Fourier transform wavelength analysis. Automotive electro-deposition coatings with various appearance ratings by the visual evaluation were examined. The Fourier transform wavelength analysis of the series of the profile gave transformed images which express only a certain range of roughness. A series of average roughness Ra obtained from the images by the Fourier transform analysis was well coincided with the ratings of the visual evaluation. Applying this technique to measure change of the surface profile during curing process of automotive top clear coatings, it was revealed that the roughness in relatively short-wavelength region, closely related to gloss, increased rapidly when the curing reaction occurred during a heating process and increased more remarkably during the following cooling process.

## 要 旨

塗膜の仕上がり外観評価は人間の感性や感覚によるところが大きいため、客観的に行うことが難しい。そこで本研究では塗膜表面の凹凸形状から客観的かつ定量的に仕上がり性を評価する手法について検討した。光干渉方式を利用した三次元粗度計（光干渉顕微鏡）を用いて塗膜表面形状を広範囲にかつ精密に測定し、得られた形状像をフーリエ変換による波長解析することで定量的な評価を行った。自動車用電着塗膜の表面形状測定を行い、測定画像をフーリエ変換し、さらにフィルター処理することで、ある一定波長領域の凹凸のみを含む処理画像を得ることができ、この処理画像から求めた算術平均粗さRaは目視官能評価とよく一致した。さらに自動車用クリアー塗膜の硬化過程に本手法を適用し、加熱および冷却過程における表面形状変化を評価したところ、ツヤ領域の凹凸形状変化は加熱硬化時に大きくなり、その後の冷却過程でさらに大きくなることが判った。

## 1. 緒 言

塗装の主目的は被塗物の保護と美観の付与である。保護機能としては紫外線、水、熱などの自然環境から表面を保護する(耐候性)、錆の発生を抑制する(耐食性)、傷を防止する(耐擦り傷性)等がある。一方、美観すなわち仕上がり外観は人間の感性や感覚に訴えるものであり、商品(被塗物)を選択する上での重要な因子となっている。このため、塗料に対する仕上がり外観の向上要求は年々厳しくなっている。

仕上がり外観の良好な塗料を設計するためには、まず仕上がり性を客観的かつ定量的に評価することが必要となるが、人間の感性や感覚を数値評価するのは非常に難しい。一般に仕上がり外観は色彩に関する色調やデザイン性と塗膜表面の凹凸に関する平滑性に分けることができ、前者を意匠性、後者を仕上がり性と表現することが多い。仕上がり性はさらに肌感、ムジ感、ウジ感、ツヤ感等の印象に分類され、主に目視により官能的に評価されている。

仕上がり性を数値評価する手法の一つとして塗膜表面の凹凸を波長解析して評価する方法がある。塗膜表面の凹凸を様々な波長を有する合成波で表現した場合、長波長成分が肌感に、短波長成分がツヤ感に、そして中間波長成分がムジ感やウジ感に相当すると言われている<sup>1)</sup>。例えば、自動車用クリアー塗膜の仕上がり性を定量的に評価するにはBYK Gardner社製のWave Scanという装置がよく使用されており<sup>2)~4)</sup>、これは各波長領域における凹凸の振幅(高さ)に相当する数値を算出できるため、仕上がり性評価手法として非常に有効な装置である。一方、近年自動車用塗膜に対して更なる高仕上がり性が求められており、この要求を満たす塗料を開発するためには、最終塗膜形状(クリアー塗膜の表面形状)を評価するだけでなく、電着塗膜、中塗塗膜、ベース塗膜等の中間層における形状評価や、塗装から焼付硬化にかけての塗膜形成過程における評価等、詳細な解析を行う必要がある。しかしながら、Wave Scanでは光沢の低い塗膜では測定できず、また実際の形状(三次元形状)を確認することもできないため、詳細な解析は行えない。

そこで本研究では光干渉方式を利用した三次元粗度計(以下、光干渉顕微鏡と表記)を用いて詳細な塗膜形状評価を行った。今回は、電着塗膜における表面形状の波長解析結果と目視官能評価との関連性、そして硬化過程におけるクリアー塗膜の表面形状変化について各々報告する。

## 2. 実 験

### 2.1 試 料

表面形状の波長解析用試料として、目視評価の異なる3種の自動車用電着塗装鋼板を用いた。その特徴を表1に示す。ED-1およびED-2の仕上がり性は「ツヤ感はないが肌感が良い」という傾向を示すが、ED-1の方がED-2に比べさらにツヤ感が劣っている。これに対し、ED-3は「ツヤ感はあるが肌感が悪い」という特徴がある。これらの電着塗膜の表

面形状測定を行い、得られた形状像を波長解析することで仕上がり性の定量評価を行った。

硬化過程における表面形状変化の測定試料には酸/エポキシ架橋型クリアー塗料を用いた。電着塗装鋼板にクリアー塗料を乾燥膜厚 $35\mu\text{m}$ になるようにアプリケーションを用いて塗装を行い、その未架橋塗膜(ウェット塗膜)の加熱、冷却過程における同一個所の形状変化をリアルタイムで測定した。

表1 試料として用いた電着塗装鋼板

試料	特徴
ED-1	ツヤ感はないが、肌感良好
ED-2	ツヤ感はないが、肌感良好
ED-3	ツヤ感はあるが、肌感が上記2つに比べ悪い

目視評価 { ツヤ感(良) ED-3 >> ED-2 > ED-1 (悪)  
肌感(良) ED-1 ≒ ED-2 > ED-3 (悪)

### 2.2 表面形状測定

人間の目は十数 $\mu\text{m}$ の波長の凹凸から数mmの波長の凹凸まで検知し、総合的に仕上がり性を評価している。そのため、仕上がり性評価にはできる限り広い面積の表面形状を測定しなければならない。本研究では表面形状測定に光干渉顕微鏡(Veeco社NT8000)を用いた。その原理を図1に示す<sup>5)</sup>。光源から発せられた光は、ビームスプリッターでサンプル側とリファレンス側に分けられる。サンプル側で反射した光とリファレンスミラー側で反射した光とによって干渉縞が発生し、この干渉像(位相情報)を高さ情報に変換し三次元形状像として表示する。光の波長のズレを利用しているため垂直分解能が非常に良く(1nm以下)、垂直分解能がレンズの倍率(被写界深度)に直接依存しないため、高分解能を維持したまま低倍率レンズ(広視野)を使用でき、本研究の仕上がり性評価のように広範囲な凹凸形状を精度よく測定するためには非常に適した装置である。

電着塗装鋼板の表面形状測定は以下の条件で行った。この装置にはX/Y自動ステージが装備されており、数回に分けて広範囲を測定し、データを繋ぎ合わせることで大面積の形状像を得ることができる(スティッチング測定)。本研究では50mm×5mmの範囲を測定した。

#### 【電着塗膜表面の測定条件】

使用レンズ：対物レンズx2.5倍、内部レンズx0.5倍  
(測定視野4.7mm×3.5mm)

測定範囲：50mm×5mm(スティッチング測定14×2回)

測定回数：異なる場所をランダムに6回

硬化過程におけるクリアー塗膜の表面形状変化測定方法を図2に示した。測定試料の下側にヒーターを設置し、昇

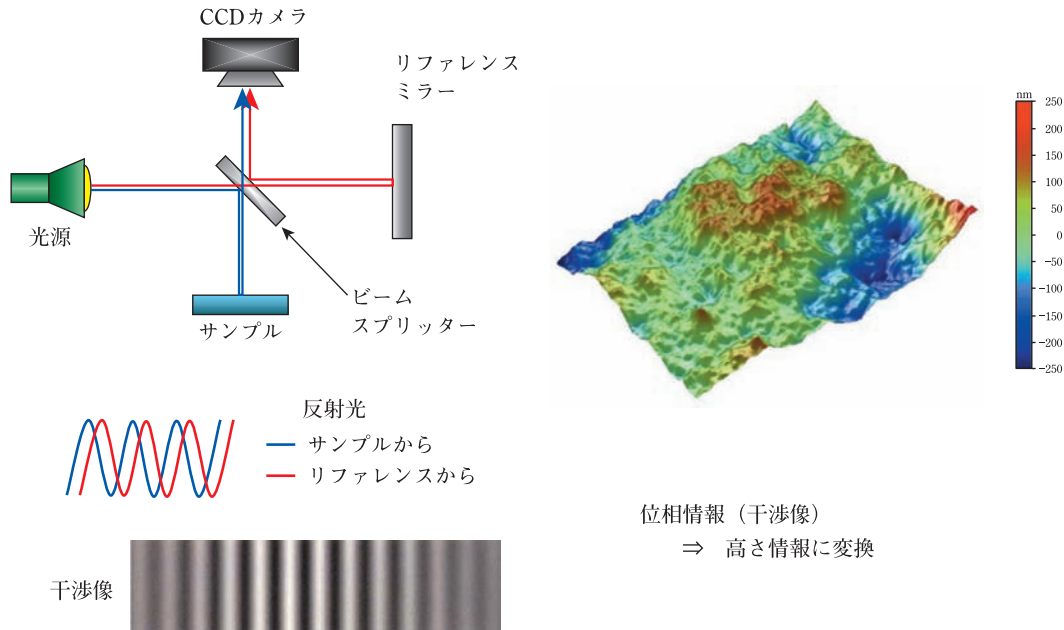


図1 光干渉顕微鏡の原理

温過程の表面形状変化をリアルタイムで測定した。熱電対により塗板の温度を測定し、測定中は窒素ガスを流すことで揮発した溶剤によるレンズの曇りを防ぐと共に、対物レンズの温度上昇を防止した。塗板は塗装後12分間室温で放置し、その後加熱を開始して30分間加熱を行った(約12分で140℃に到達させ、その後18分間140℃で保持)。加熱終了後、放冷し、自然冷却過程における表面形状変化についても測定した。以上の方法により、未架橋塗膜(ウェット塗膜)の加熱、冷却過程における同一場所の表面形状変化を測定した。その測定条件を以下に示す。

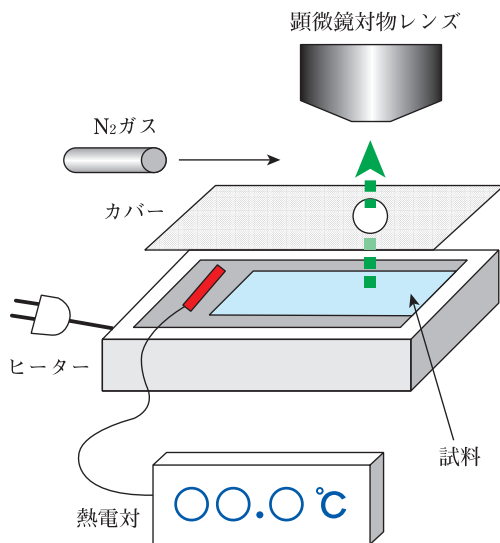


図2 昇温過程での測定方法

**【硬化過程におけるクリアー塗膜の表面形状変化測定条件】**

使用レンズ：対物レンズx10倍、内部レンズx0.5倍  
(測定視野1.2mm×0.87mm)

測定範囲：1.2mm×0.87mm

測定間隔：昇温時60秒毎、冷却時10℃降下毎

**2.3 波長解析方法**

ツヤ感や肌感等の仕上がり性は表面の凹凸形状の影響を受ける。表面形状は様々な波長の凹凸が複合して形成されており、ツヤ感は短波長の凹凸と、肌感は長波長の凹凸と関係があることが知られている。そこで、表面形状測定結果の波長解析を行った。電着塗膜表面の形状測定結果を二次元フーリエ変換し、ある一定の波長(空間周波数)範囲のバンドパスフィルターを通した後、逆フーリエ変換することで凹凸形状の波形分離が行える。以降、この波形分離処理をフーリエフィルター処理(FF処理)と表す。FF処理画像から求めた算術平均粗さRa(式1)をその波長領域における仕上がり性を示す指標として用いた。FF処理の波長範囲は任意に設定することが可能であるが、今回はクリアー塗膜の評価によく用いられるWave Scan DOIと同じ波長領域とした<sup>4)</sup>。また、エッジ効果によりFF処理画像の端部における凹凸は中心部に比べかなり大きくなるため、本検討では周辺部にマスク処理を行い中心部(30mm×2mm)のみのRaを用いて評価した。処理条件を以下に示す。

$$Ra = \frac{1}{N} \sum_{n=1}^N |Z_n| \quad \dots \text{(式1)}$$

Zn：平均平面からの偏差

N：測定点数

**【電着塗膜表面の解析条件】**

FF処理波長範囲(mm) : 0.01-0.1、0.1-0.3、0.3-1、  
1-3、3-10、10-30

評 価 : FF処理像の算術平均粗さRa

評価範囲 : 中心30mm×2mm

(測定範囲 : 50mm×5mm)

硬化過程におけるクリアー塗膜の表面形状変化についても同様の解析を行った。測定面積が小さいため短波長領域のみ評価した。処理条件を以下に示す。

**【硬化過程におけるクリアー塗膜の表面形状変化解析条件】**

FF処理波長範囲(mm) : 0.01-0.1、0.1-0.3

評 価 : FF処理像の算術平均粗さRa

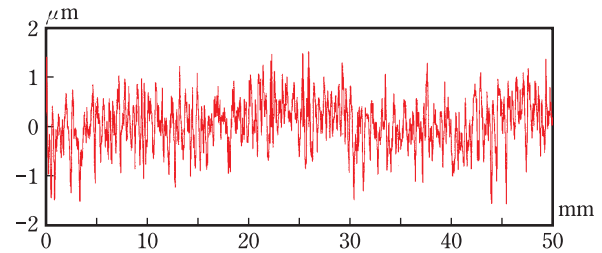
評価範囲 : 中心0.4mm×0.3mm

(測定範囲 : 1.2mm×0.87mm)

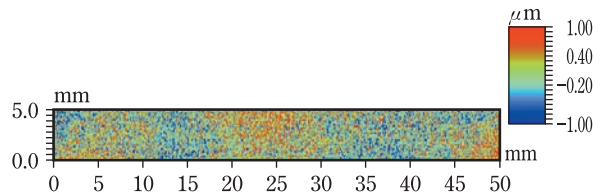
**3. 結果および考察**

**3.1 電着塗膜表面の波長解析**

電着塗膜表面について形状測定を行った結果の例を図3~図5に示す。各々の図におけるa(下図)は表面形状のカラーマップであり、測定範囲50mm×5mmにおける高さ分布を示している。b(上図)はY軸中心部におけるX軸方向(50mm方向)の断面形状である。これより、ED-1やED-2に比べED-3は短波長領域の凹凸が小さいことが確認できた。測定形状像の算術平均粗さRaと電着塗膜種との関係を調べたところ、Raが小さくなるほどツヤ感に関する目視官能評価(表1下段の目視評価)が良好になる傾向を示した(図6)。

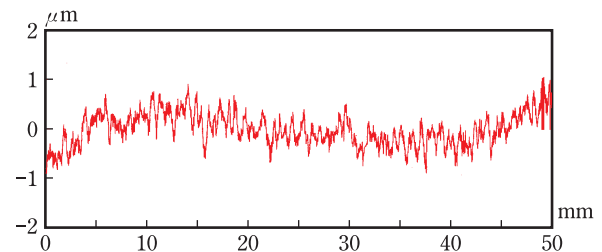


b) X軸方向の断面プロファイル (Y=2.5mm)

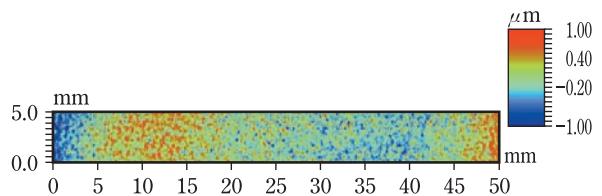


a) 表面形状のカラーマップ

図4 表面形状測定結果(試料ED-2)

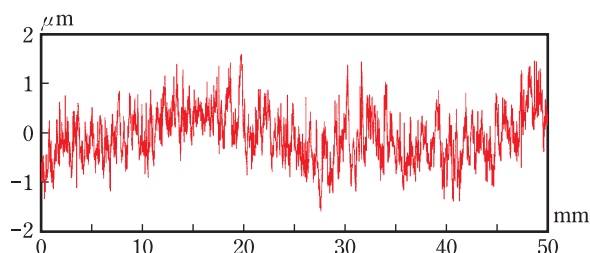


b) X軸方向の断面プロファイル (Y=2.5mm)

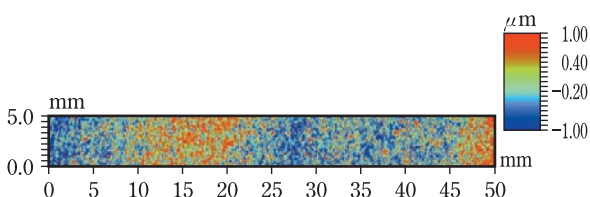


a) 表面形状のカラーマップ

図5 表面形状測定結果(試料ED-3)



b) X軸方向の断面プロファイル (Y=2.5mm)



a) 表面形状のカラーマップ

図3 表面形状測定結果(試料ED-1)

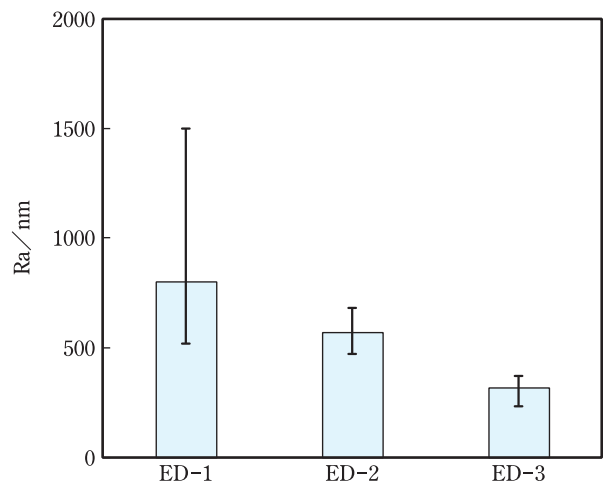
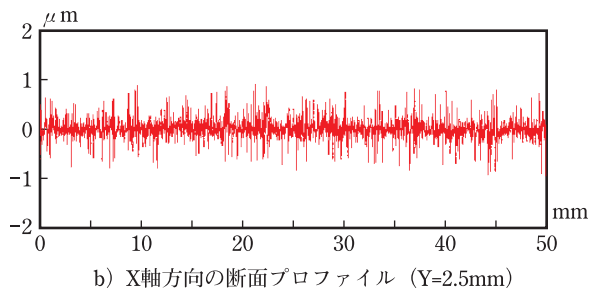


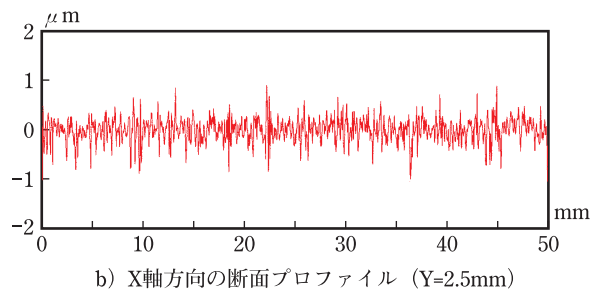
図6 各電着塗膜のRa

しかしながら、**図6**のRaは短波長の凹凸だけでなく、長波長の凹凸も含んだ評価となっている。今回用いた電着塗膜に関しては短波長成分のRaに対する寄与率が長波長成分に比べ大きかったため、肌感ではなくツヤ感と相関したと考えられる。**図3～図5**から明らかなように塗膜の表面形状は様々な波長成分の凹凸が複合されてきており、Raを大きく変動する波長は短波長成分だけとは限らない。

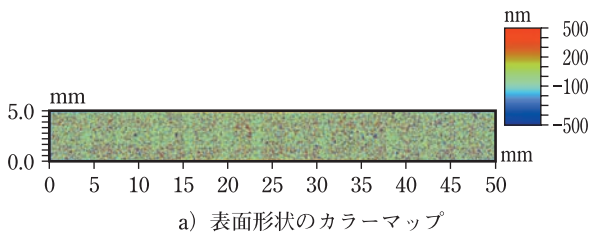
そこで、測定形状像の波長解析を行った。様々な波長領域でFF処理を行った解析像を**図7～図12**に示した。FF処理を行うことで、波長領域毎の形状を取り出せていることが視覚的に確認できた。しかしながら、FF処理を行うと端部の凹凸が非常に大きくなっており、いわゆるエッジ効果が発生することが判った。長波長領域になるほどこのエッジ効果は大きくなり、凹凸の評価に用いるRaに大きな影響を与えた。そこで、**図13**に示すようにFF処理画像の周辺部にマスク処理を行い、中心部分のみを用いてRaを算出した。



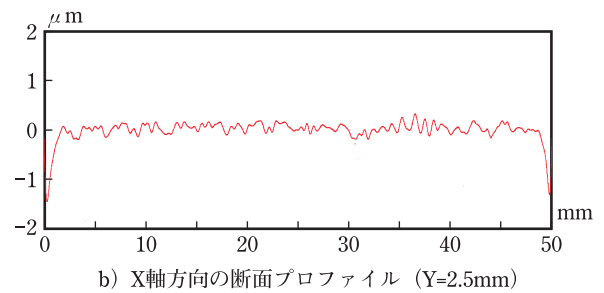
**図7** FF処理後の形状像  
(処理波長：0.01mm-0.1mm、試料：ED-2)



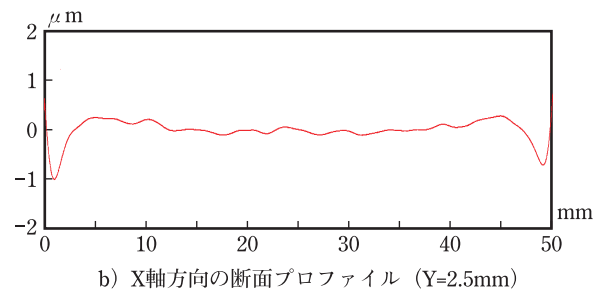
**図8** FF処理後の形状像  
(処理波長：0.1mm-0.3mm、試料：ED-2)



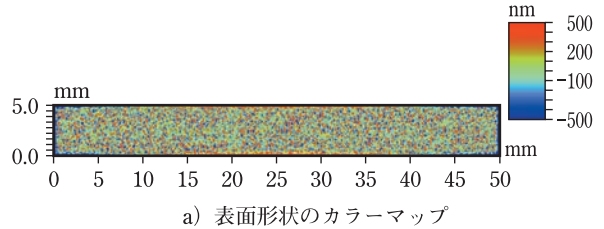
**図9** FF処理後の形状像  
(処理波長：0.3mm-1mm、試料：ED-2)



**図10** FF処理後の形状像  
(処理波長：1mm-3mm、試料：ED-2)



**図11** FF処理後の形状像  
(処理波長：3mm-10mm、試料：ED-2)



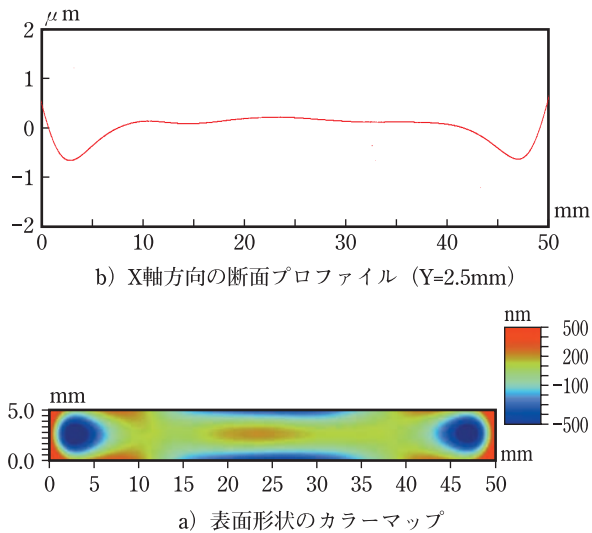


図12 FF処理後の形状像  
(処理波長：10mm-30mm、試料：ED-2)

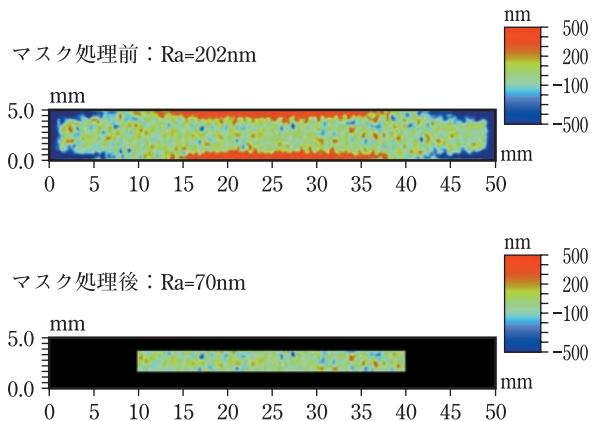


図13 マスク処理事例  
(処理波長：1mm-3mm、試料：ED-2)

上記の方法により求めた各電着塗膜におけるFF処理後のRaの比較を図14～図18に示した。最も長い波長領域である10mm-30mmでは評価範囲内に波が1-3個しか存在しないため、測定場所によるRaのパラツキが大きくなってしまふ。このため、今回は評価の対象から除外した。FF処理後のRaが小さいほど、その処理波長領域の凹凸が小さく平滑であると言える。ED-1はED-2に比べ短波長領域でのRaは大きい、長波長領域でのRaはほぼ同じ値となった。この解析結果は、ED-2の方がED-1に比べツヤ感は良好であるが、肌感に関してはほぼ同等であることを示しており目視評価と一致した。一方、ED-1やED-2に比べED-3の短波長領域におけるRaは非常に小さくなった。そして、長波長領域になるに従い、ED-3のRaはED-1やED-2のRaに近づき、3mm-10mmの波長領域では逆転した。これは、ED-1やED-2に比べED-3の方がツヤ感は良好であるが、肌感が劣るという目視評価(表1の下段)と一致している。

以上のことから、表面形状測定像を波長解析することでその形状評価を定量的に評価することができ、評価結果と目視官能評価との相関性も高いことが判った。

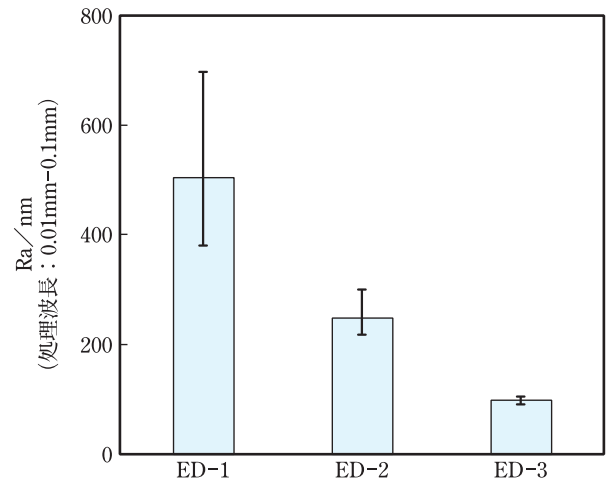


図14 処理波長0.01mm-0.1mmにおける各電着塗膜のRa

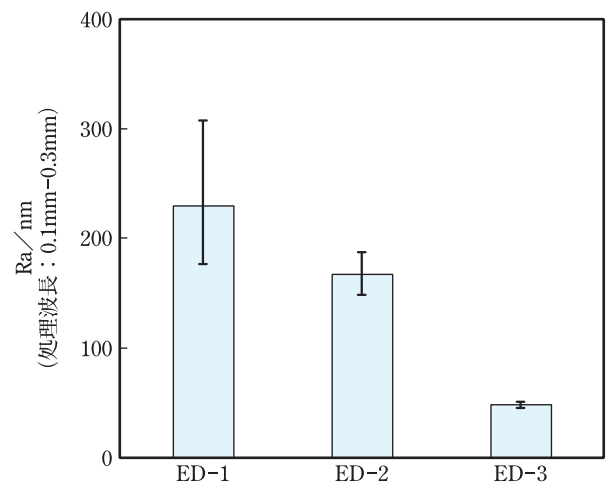


図15 処理波長0.1mm-0.3mmにおける各電着塗膜のRa

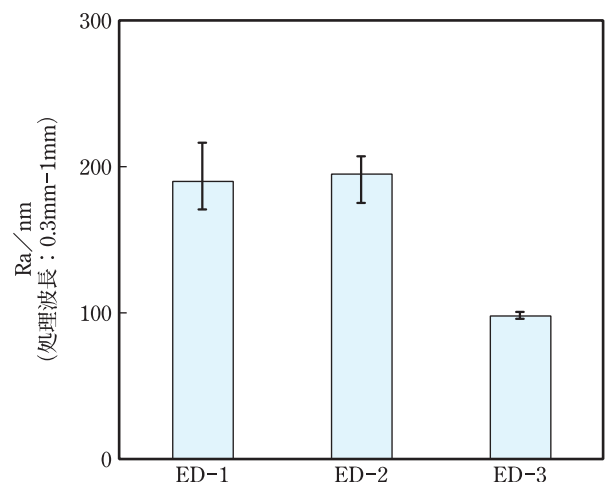


図16 処理波長0.3mm-1mmにおける各電着塗膜のRa

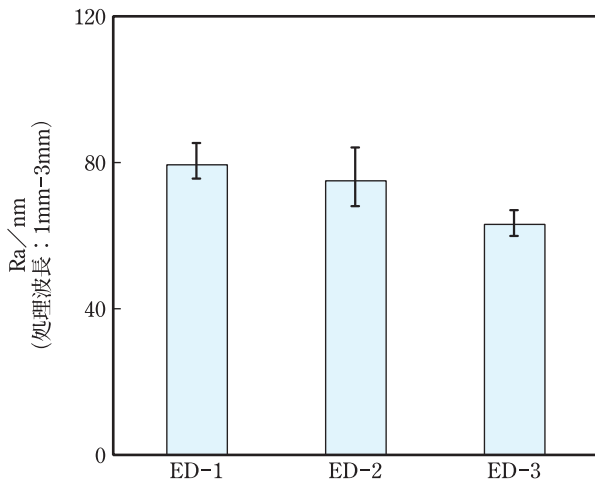


図17 処理波長1mm-3mmにおける各電着塗膜のRa

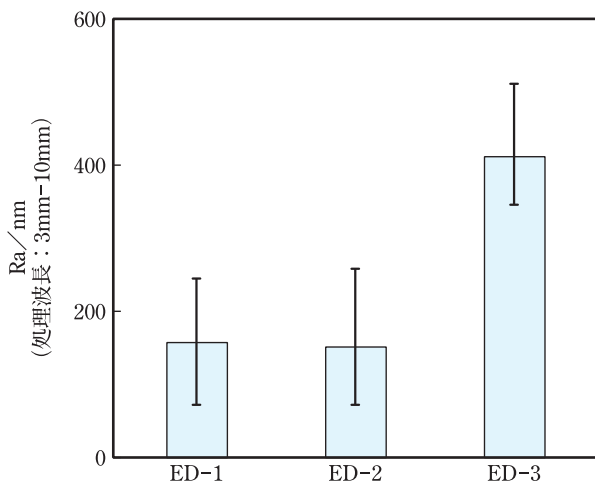


図18 処理波長3mm-10mmにおける各電着塗膜のRa

### 3.2 硬化過程におけるクリアー塗膜の表面形状変化

硬化過程におけるクリアー塗膜の表面形状変化を測定した。クリアー塗装後の状態（セッティング）から加熱過程（焼付）にかけての表面形状変化を追跡し、さらに硬化反応後の冷却過程における形状変化まで追跡した。その結果を図19～図21に示した。測定範囲は約1mm四方であり、高低差は数十nmと非常に小さい（図19～図21の高さ表示のフルスケールが100nmであることに注意されたい）。セッティング中においては比較的長波長領域の凹凸は存在するが短波長領域の凹凸はほとんど存在しない（図19）。しかし、焼付終了時には短波長領域の凹凸が発生することが判った（図20）。この短波長領域の凹凸は冷却過程においてさらに振幅が大きくなり強調されることが判った（図21）。

これらの形状像を3.1項と同様の処理を行い波長解析した。測定範囲が約1mm四方であるため、この範囲で評価可能な0.01mm-0.1mmおよび0.1mm-0.3mmの波長領域にてFF処理を行った。FF処理後に算出したRaを図22、図23に示した。横軸は塗装直後からの時間経過を示

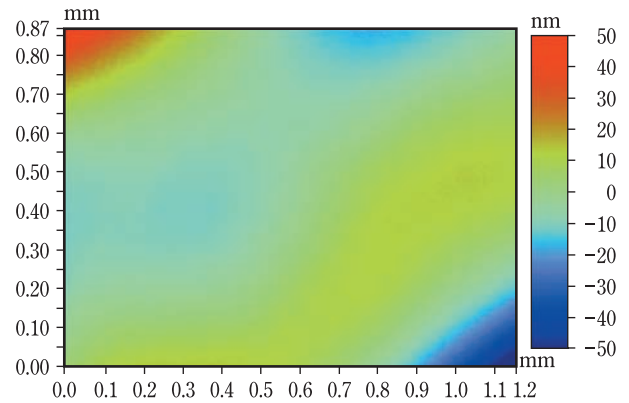


図19 セッティング中のクリアー塗膜表面形状（塗装後10min）

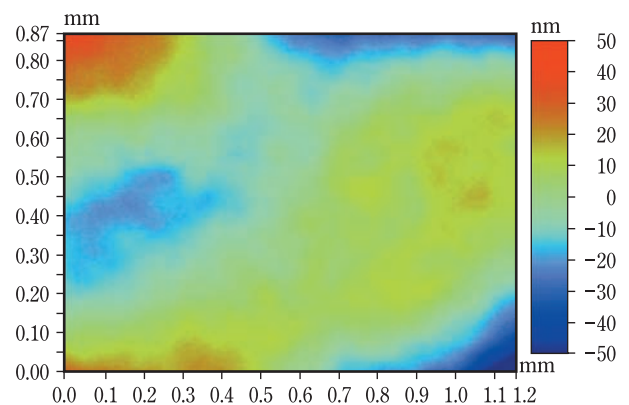


図20 焼付終了時のクリアー塗膜表面形状（140°C）

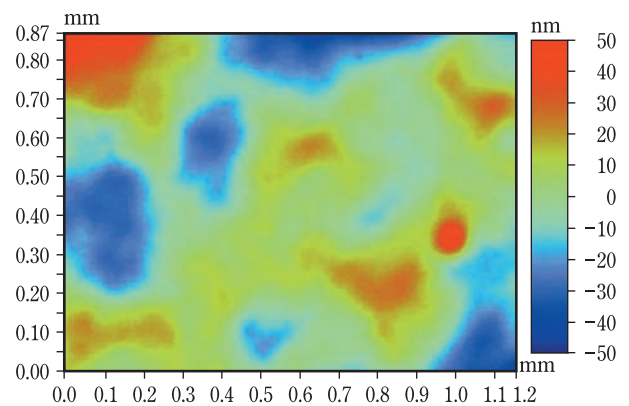


図21 冷却後のクリアー塗膜表面形状（30°C）

し、塗装後10分から測定を開始した。塗装後12分まで室温に保ち（セッティング）、その後加熱を開始して42分まで30分間加熱した。加熱終了後、30°Cになるまで自然冷却した。この加熱冷却過程におけるRa変化はどちらの処理波長領域でも同じ傾向を示した。セッティング中から加熱初期にかけてRaの値は非常に小さいが、140°C付近まで到達するとRaは急激に上昇した。その後の140°C保持状態ではRaはほぼ一定の値で推移するが、冷却過程でRaはさらに増大することが判った。

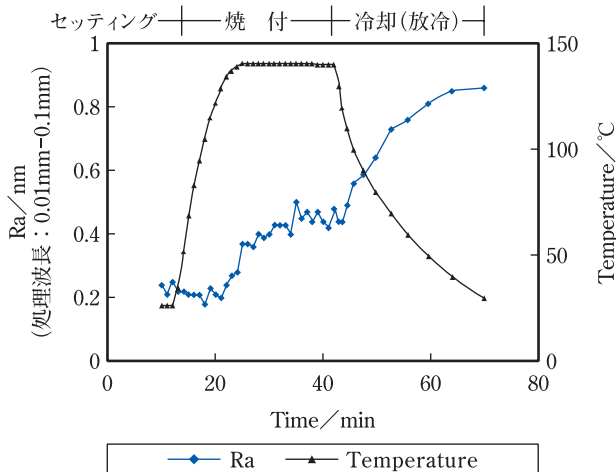


図22 昇温・冷却過程におけるクリアー塗膜のRa変化  
(処理波長：0.01mm-0.1mm)

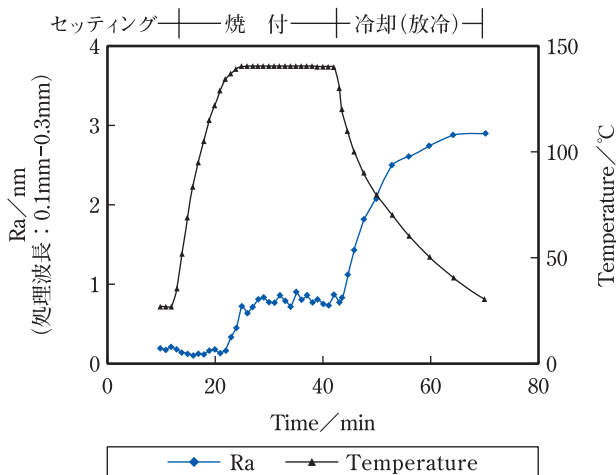


図23 昇温・冷却過程におけるクリアー塗膜のRa変化  
(処理波長：0.1mm-0.3mm)

これらの硬化過程におけるクリアー塗膜の表面形状変化に関する挙動について以下のように考察した。セッティング中においては、塗液(塗装された塗料)には溶剤が残存し、かつ架橋反応が進んでいない状態であるため、塗液の流動性は粘弾性と表面張力に依存する状態にある。このため、ツヤ領域に対応する短波長領域の凹凸が、溶剤揮発等により仮に発生したとしてもすぐに流動し平滑化される。次の加熱初期過程では溶剤揮発により固形分率が高くなり流動性は低下するが、架橋反応がまだ起こらないため、表面形状の変化は起き難い。従って、ここまでの過程ではRaの変化が小さいと考えられる。架橋反応が起こり得る温度に到達すると反応収縮が起こるため凹凸は大きくなる。微視的に見て架橋反応の進行度合に分布が生ずるとすれば、さらに凹凸が大きくなる要因となるはずである。このため架橋反応開始時期に対応して、Raは上昇したと考えた。架橋反応の完了後、一定温度に保持された状態でのRa変化は少なくなるが、冷却過程ではRaは非常に大きく上昇する。これは、熱収縮によってできたものと考えた。熱収縮により下地(電着塗膜)の凹凸形状が転写されたり、微視的な組成分布により熱収縮率が異なるドメインが存在したりすることで、冷却時の塗

膜表面の凹凸は大きくなる考えた。実際の塗装作業において、塗板を加熱乾燥後、乾燥機から取り出した直後の仕上がりが外観は良好であっても、塗板が冷えてからもう一度見直すと仕上がりが悪く感じることが多いが、今回の測定においてもこの現象が確認できた。本研究で用いた下地である電着塗膜(ED-1の場合)の波長0.1mm-0.3mm領域でのRaが約230nmであるのに対し、クリアー塗膜の冷却終了時におけるRaは約3nmであることから、冷却過程において下地の凹凸の影響が現れるとはいえ、その大部分を隠蔽できていることも本研究から評価することができた。

以上のことから、昇温、冷却過程における同一場所の表面形状変化を測定し、測定像を波長解析することで、硬化過程における塗膜表面の形状変化を定量的に評価することが可能となった。

#### 4. 結論

塗膜表面形状の定量的評価手法を確立した。光干渉顕微鏡を用いて表面形状を測定し、特定波長でフィルター処理を行った処理画像の算術平均粗さRaを用いることで目視と相関性の高い評価を行うことができた。本手法は形状を視覚的に確認しながら評価でき、目視評価との相関性もあるため、仕上がりの客観的評価ツールとして有効である。

クリアー塗装後の加熱、冷却過程における表面形状変化を測定した。ツヤ領域に相当する短波長領域の凹凸は架橋反応前後で増大し、冷却過程でさらに増大することが判った。このように本手法は塗料の硬化過程における表面形状の変化や下地隠蔽性を詳細に解析する上で有効な手段である。

#### 参考文献

- 1) 梶山豊、堀部恭一：工業塗装、84、50-56 (1987)
- 2) 石合和夫：塗装工学、30[7]、301-306 (1995)
- 3) 石合和夫：工業塗装、151、35-41 (1998)
- 4) 石合和夫：2000年度色材研究発表会講演要旨集、204-205 (2000)
- 5) 日本ピーコ株式会社：Wyko NTシリーズカタログ