

ISUZU**ISUZU ENGINEERING STANDARD – MATERIAL**

いすゞ材料規格

ISC-C97-005

**Sheet type heat curing epoxy adhesive
成型タイプ熱硬化型エポキシ系接着剤**

Responsible department:

Vehicle Validation & Experiment Dept.
Materials Development Sec. No.2

主管部署：

車両審査実験部材料開発第二課

1. Scope

This standard covers the requirements for sheet type heat curing epoxy adhesive (hereafter called "adhesive") for adhesion of steel panels to steel panels.

This adhesive is made mainly of epoxy resin, synthetic rubbers, fillers, and hardener. The adhesive is molded into a tape or sheet form, and used on steel panels with an oily surface in the body assembly shop. The adhesive is then hardened in the E-coat paint oven.

2. References**2.1 Normative**

JASO M609-91, JIS B 7721, JIS K 2207, JIS G 3141, JIS K 8284, JIS R 3503, JIS Z 2371, JIS Z 8703

2.2 ISUZU Standard

ISC-A00-008Y, ISC-A97-002Y

2.3 Additional**3. Product shape**

The shape of the adhesive shall be established on the part drawing.

4. Requirements

The adhesive shall be approved by the Isuzu Material Development Section according to "Adhesive Material Properties Certification Procedure" per ISC-A97-002Y.

The adhesive shall meet the following requirements:

1. 適用範囲

本規格は、プレス成形後の鋼板同士を接合する際に使用する成型タイプ熱硬化性エポキシ系構造用接着剤（以下、接着剤という）について規定する。

接着剤は、エポキシ樹脂を主成分とし、合成ゴム、充填剤、硬化剤等を配合し、テープ又はシート状に成形したもので、車体組立工程にて油面鋼板に貼り付けられ、塗装工程の電着塗装乾燥炉の熱により硬化するものである。

2. 引用規格**2.1 一般規格**

JASO M609-91, JIS B 7721, JIS K 2207, JIS G 3141, JIS K 8284, JIS R 3503, JIS Z 2371, JIS Z 8703

2.2 いすゞ規格

ISC-A00-008Y, ISC-A97-002Y

2.3 その他**3. 製品形状**

接着剤の製品形状は別途図面指示による。

4. 要求品質

接着剤は、ISC-A97-002Y「接着材料特性保証方法」に従い材料承認を受けること。

接着剤は、以下に示す品質項目を満足しなければならない。

4.1 Appearance

This adhesive shall be molded into tape or sheet form and shall contain no objectionable distortion, tears, cuts, cracks, or other defects.

4.2 Operability

The adhesive must be able to be handled with gloved hands at high and low temperatures. It's handling and use must not be affected by normal production line conditions.

4.3 Pollution

The adhesive shall not break down, and thus pollute, phosphate processing fluid and/or electro-deposition paint causing any adverse effects.

4.4 Storage Stability

The adhesive must have a shelf life of more than 3 months from the date of manufacture, when stored at cool and dark conditions.

4.5 Toxicity

The adhesive must meet the requirements of "Restricted and Reportable Substances for Parts" per ISC-A00-008Y.

4.6 Performance

The adhesive must be tested as detailed below, and meet the requirements shown in Table 1.

4.1 外観

接着剤は、テープ又はシート状で埃、ごみ等の異物を含まず、且つ汚れ、しわ等の使用上有害な欠点のないこと。

4.2 作業性

接着剤は、ラインでの作業温度にて素手又は軍手等の保護具を使用して作業することができ、通常作業において良好な圧縮性がなければならない。

4.3 汚染性

接着剤は、リン酸塩処理液、電着塗料液に溶解・汚染して悪影響を与えてはならない。

4.4 貯蔵安定性

接着剤は、部品メーカーからの荷姿にて冷暗所に保存した場合、製造日より3ヶ月貯蔵しても著しい物性変化等使用上有害な欠点を生じないこと。

4.5 毒性

接着剤は、ISC-A00-008Y「部品への使用制限や報告義務のある物質」に適合すること。

4.6 性状

接着剤は、次に定める試験法により試験を行ない、表1に適合しなければならない。

Table 1

Item	Requirement	Test method
Specific Gravity	See Table 3	6.1
Non-Volatiles (%)	98 Min.	6.2
Hardness	See Table 3	6.3
Hardness change ratio (%)	30 Max.	6.4
Adhesion to an oily surface (°)	70 Min.	6.5
Elongation before curing (%)	20 Min.	6.6
Decrease in spot welding strength (%)	10 Max.	6.7

Contamination effect	Oil absorbent	No effect	6.8
	Surface conditioner	No effect	
	Chemical inhibitors	No effect	
	E-coat	No effect	
Heat sag (mm)		2 Max.	6.9
Corrosion resistance (mm)		0.1 Max.	6.10
Shear strength (MPa)	Initial	10 Min.	6.11.1
	Low temperature (-30°C)	9 Min.	6.11.2
	High temperature (80°C)	6 Min.	6.11.3
	High temperature (100°C)	5 Min.	6.11.4
	Under-bake	10 Min.	6.11.5
	Over-bake	10 Min.	6.11.6
Peel strength (N/25mm)	Initial	70 Min.	6.12.1
	Low temperature (-30°C)	50 Min.	6.12.2
	High temperature (80°C)	40 Min.	6.12.3
	High temperature (100°C)	30 Min.	6.12.4
	Under-bake	55 Min.	6.12.5
	Over-bake	55 Min.	6.12.6
Heat aging	Shear strength (MPa)	9 Min.	6.13.1
	Peel strength (N/25mm)	50 Min.	6.13.2
Humidity aging	Shear strength (MPa)	9 Min.	6.14.1
	Peel strength (N/25mm)	50 Min.	6.14.2
Hot water aging	Shear strength (MPa)	9 Min.	6.15.1
	Peel strength (N/25mm)	50 Min.	6.15.2
Salt water aging	Shear strength (MPa)	9 Min.	6.16.1
	Peel strength (N/25mm)	50 Min.	6.16.2
Storage Stability	Decrease in spot welding strength (%)	10 Max.	6.17.1
	Shear strength (MPa)	8 Min.	6.17.2
	Peel strength (N/25mm)	50 Min.	6.17.3

表 1

項目	規格値	試験方法
比重	7.適合材料の表 3 に個別に規定	6.1
不揮発分 (%)	98 以上	6.2

ISUZU ENGINEERING STANDARD – MATERIAL いすゞ材料規格	ISC-C97-005
--	-------------

針入度		7.適合材料の表 3に個別に規定	6.3
貯蔵後の硬度変化率 (%)		30 以下	6.4
油面定着性 (°)		70 以上	6.5
未硬化時伸び率 (%)		20 以上	6.6
スポット溶接強度低下率 (%)		10 以下	6.7
処理液汚染性	脱脂液	汚染無きこと	6.8
	表面調整剤	汚染無きこと	
	化成処理液	汚染無きこと	
	電着液	汚染無きこと	
垂れ性 (mm)		2 以下	6.9
防錆性 (mm)		0.1 以下	6.10
引張りせん断接着強さ (MPa)	常態	10 以上	6.11.1
	冷間 (-30℃)	9 以上	6.11.2
	熱間 (80℃)	6 以上	6.11.3
	熱間 (100℃)	5 以上	6.11.4
	アンダーベーク	10 以上	6.11.5
	オーバーベーク	10 以上	6.11.6
はく離強度 (N/25mm)	常態	70 以上	6.12.1
	冷間 (-30℃)	50 以上	6.12.2
	熱間 (80℃)	40 以上	6.12.3
	熱間 (100℃)	30 以上	6.12.4
	アンダーベーク	55 以上	6.12.5
	オーバーベーク	55 以上	6.12.6
熱老化性	引張りせん断接着強さ (MPa)	9 以上	6.13.1
	はく離強度 (N/25mm)	50 以上	6.13.2
湿潤劣化性	引張りせん断接着強さ (MPa)	9 以上	6.14.1
	はく離強度 (N/25mm)	50 以上	6.14.2
温水劣化性	引張りせん断接着強さ (MPa)	9 以上	6.15.1
	はく離強度 (N/25mm)	50 以上	6.15.2
塩水劣化性	引張りせん断接着強さ (MPa)	9 以上	6.16.1
	はく離強度 (N/25mm)	50 以上	6.16.2
未硬化時安定性	スポット溶接強度低下率 (%)	10 以下	6.17.1
	引張りせん断接着強さ (MPa)	8 以上	6.17.2
	はく離強度 (N/25mm)	50 以上	6.17.3

5. General Test Condition

5.1 Standard Laboratory Conditions

Standard laboratory condition shall be the temperature $23\pm5^{\circ}\text{C}$ and humidity $65\pm10\%$ RH defined in JIS Z 8703:1983. If other conditions are used, they must be reported with the test results.

5.2 Pre-conditioning

Test pieces shall be taken from parts at least 24 hours after production. Before testing, the test piece(s) shall be conditioned for more than 24 hours at standard laboratory conditions. In cases where test conditions established in “6. Test methods” are different from these, the conditions specified in “6. Test methods” shall have priority.

5.3 Number of Test Pieces

The number of test pieces shall be at least 3. In cases where test conditions established in “6. Test methods” are different from these, the conditions specified in “6. Test methods” shall have priority.

5.4 Thickness

Adhesive used for these tests must have a thickness of 1 ± 0.2 mm. Prior approval must be obtained before using adhesive with different thickness.

5.5 Steel Panels and Rust-preventive Oil

The steel panels used for testing shall be cold rolled steel panels, as established in JIS G 3141. Prior agreement of all concerned parties must be obtained before using other steel panels. The rust-preventive oil to be used must be agreed upon by all concerned parties.

5.6 Preparation of steel panels (hereafter called “oily steel panels”)

Remove surface oil from the steel panels using white gasoline, acetone, isopropyl alcohol or similar solvents. Dip the cleaned

5. 試験の一般条件

5.1 試験場所の標準状態

試験室の標準状態は、原則として JIS Z 8703:1983 で規定される温度 $23\pm5^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $65\pm10\%$ RH を基準とする。ただし、他の条件にて試験を行う場合には、その理由を付記し事前に承認を得ること。

5.2 試験品の調整

試験品は、製造後 24 時間以上経過したものであり、試験前に 24 時間以上 5.1 の標準温・湿度状態に静置した後、試験に供する。但し、6. に定める試験方法で指定がある場合は、6. 試験方法の条件が優先する。

5.3 試験片の数

試験片数は6.試験方法に試験片数の規定がない場合には原則3個以上とする。

5.4 接着剤厚さ

試験に用いる接着剤の厚さは $1+0.2/-0$ mmとする。他の厚さの接着剤にて試験を行う場合には、事前に承認を得ること。

5.5 鋼板及び防錆油

試験に供する鋼板は原則として JIS G 3141 (冷間圧延鋼板及び銅体) に規定する冷間圧延鋼板を使用するが、別途当事者間の取り決めにより他の種類の鋼板を用いても良い。試験片の表面調整に用いる防錆油は別途当事者間により取り決める。

5.6 試験片の表面調整

試験片表面をホワイトガソリン、アセトン、I.P.A.等により脱脂を行い、5.5.にて取り決めた

panels in rust-preventive oil (see item “5.4.”) for 10 minutes and set up vertically for 24 hours at standard laboratory conditions.

防錆油に10秒間浸せきし、油から取り出した後垂直に保持した状態にて24時間静置する。

6. Test Methods

6. 試験方法

6.1 Specific gravity

6.1 比重（水中置換法）

6.1.1 Equipment

6.1.1 試験器

Scale (Capable of measuring weights with an accuracy of $\pm 100\text{mg}$)

化学天秤(ひょう量 500g, 感量 100mg のもの)

6.1.2 Procedure

6.1.2 操作

Test piece shall weigh about 3~5g. Measure the weight in air and in water($20\pm 2^\circ\text{C}$) to $\pm 1\text{mg}$.

試料を 3~5g 切り出し空気中での質量を 1mg まで正確に量る。次に $20\pm 2^\circ\text{C}$ に保たれた水中での質量を 1mg まで正確に量る。

6.1.3 Calculation

6.1.3 計算

Calculate the amount of specific gravity according to the following equation.

次式により比重を計算する。

$$S = \frac{a}{a - b}$$

$$S = \frac{a}{a - b}$$

Where, S: Specific gravity

ここに S : 比重

a: weight in air (g)

a : 試料の空気中における質量 (g)

b: weight in water (g)

b : 試料の水中における質量 (g)

6.2 Non-volatiles

6.2 不揮発分

6.2.1 Equipment

6.2.1 試験器

6.2.1.1 Scale (Capable of measuring weights with an accuracy of $\pm 1\text{mg}$)

6.2.1.1 化学天秤 (ひょう量 100 又は 200g, 感量 1mg のもの)

6.2.1.2 Drying oven (Adjustable to $105\pm 2^\circ\text{C}$)

6.2.1.2 恒温そう ($105\pm 2^\circ\text{C}$ に調整できる熱風循環式恒温そう)

6.2.1.3 Desiccator (Using silica gel drying material as established in JIS R 3503)

6.2.1.3 デシケータ (シリカゲルを乾燥剤とした JIS R 3503 に規定したデシケータ)

6.2.2 Procedure

6.2.2 操作

6.2.2.1 Measure the weight of the test pieces (about 1.5 g) to $\pm 100\text{mg}$ and put into an aluminum dish.

6.2.2.1 試料約 1.5g を質量既知のアルミニウム箔皿にとり、天秤にて質量を正確に量る。

6.2.2.2 Heat the test pieces for 5 hours at $105\pm 2^\circ\text{C}$ in a drying oven. After heating, cool

6.2.2.2 それを $105\pm 2^\circ\text{C}$ に調整した恒温そうで 5 時間加熱してから、デシケータ中にて

in a desiccator at 23±2°C, and measure the weight.

20±2°C まで放冷し、質量を測定する。

6.2.3 Calculation

Calculate the amount of non-volatiles according to the following equation.

$$R = \frac{A}{S} \times 100$$

Where, R: Non-volatiles (%)

A: weight after heating (g)

S: weight before heating (g)

6.2.3 計算

次式により不揮発分を計算する。

$$R = \frac{A}{S} \times 100$$

ここに R : 不揮発分 (%)

A : 加熱後の試料の質量 (g)

S : 加熱前の試料の質量 (g)

6.3 Hardness

6.3.1 Equipment

Hardness measurement instrument as established in JIS K 2207.

6.3 針入度

6.3.1 試験器

JIS K 2207 に規定した針入度計を用いる。

6.3.2 Procedure

6.3.2.1 Stack enough 50×50 mm test pieces to reach about 35 mm in height.

6.3.2.2 Place the stack at standard laboratory conditions for 1 hour minimum. Immediately afterwards measure the hardness using the equipment specified in 6.4.(1) above. (load 0.49N {50gf} for 5 minutes). Multiply the depth of the needle by 10.

6.3.2.3 Measure the hardness of the test piece at 10 different points and calculate the average.

6.3.2 操作

6.3.2.1 試料を 50×50mm に切り、高さが約 35mm になるまで重ねる。

6.3.2.2 標準状態に 1 時間以上静置した後、荷重 0.49N {50gf} 針入時間 5 秒の針入深さ (試料に貫入した針の深さ(mm)の 10 倍の数値で示したもの) を測定する。

6.3.2.3 測定は同じ試料で 10 回繰り返し行い、その平均値で示す。

6.4 Hardness change ratio

6.4.1 Equipment

6.4.1.1 Hardness measurement instrument (Same as that used for “6.3.Hardness”).

6.4.1.2 Oven (Capable of maintaining 40±2°C)

6.4 貯蔵後の針入度変化率

6.4.1 試験器

6.4.1.1 針入度計 (6.3.針入度に規定した針入度計を用いる)

6.4.1.2 恒温そう (40±2°C に調整できる熱風循環式恒温そうを用いる)

6.4.2 Procedure

6.4.2.1 The adhesive shall be conditioned at 40±2°C for 168 hours then placed in standard

6.4.2 操作

6.4.2.1 試料を 40±2°C に調整した恒温そうに 168 時間静置後、標準状態に 24±2 時間静置す

laboratory conditions for 24±2 hours.

6.4.2.2 Measure the hardness according to “6.3.Hardness” above.

6.4.3 Calculation

Calculate the hardness change ratio according to the following equation.

$$V = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} \times 100$$

Where, V: Hardness change ratio(%)

η : Depth of needle after aging

η_0 : Depth of needle before aging

6.5 Adhesion to an oily surface

6.5.1 Equipment

Impact testing machine as equivalent in Fig.1.

6.5.2 Test Piece

Each test piece shall consist of a 10×100mm strip of adhesive placed on a 300×100×0.8mm oily steel panel and rolled once (in one direction) with a 500 g roller.

6.5.3 Procedure

(Steps 6.5.3.1 though 6.5.3.3 must be completed within 1 minute)

6.5.3.1 Secure the test piece onto the reverse side of impact tester's swinging arm as shown in Fig.1.(Once secured, the adhesive must be on the inside surface.)

6.5.3.2 Raise the swinging arm to an angle of 70°and let fall. Check for slippage or absence of the adhesive from the oily steel panel.

6.5.3.3 For cases where the adhesive does not slip or drop off of the oily steel panel from 70°angle, repeat the test by increasing the angle by 10°increments until the adhesive slips or drops off. Record the angle at which the adhesive slips or drops off.

る。

6.4.2.2 この試料を用い, 6.3.に規定する試験を行い, 針入度を測定する。

6.4.3 計算

次式により針入度変化率を計算する。

$$V = \frac{\eta - \eta_0}{\eta_0} \times 100$$

ここに V : 針入度変化率 (%)

η : 貯蔵後の試料の針入度

η_0 : 貯蔵前の試料の針入度

6.5 油面定着性

6.5.1 試験器

図1に相当する衝撃試験機を用いる。

6.5.2 試験片

10×100mmの試料を300×100×0.8mmの油面鋼板に貼り付け, 500gローラにて1往復圧着する。

6.5.3 操作

(6.5.3.1～6.5.3.3の操作は1分以内に行う)

6.5.3.1 試験片を図1に示すように試料塗布面を裏側にしてスラミング試験器に取り付ける。

6.5.3.2 70度の角度から自然落下により衝撃を与え, ずれ及び脱落を調べる。なお,

6.5.3.3 70度の角度でずれ及び脱落の認められない試験片については, 角度を10度ずつ増して最大90度まで同様に試験を行う。試験結果はずれ又は脱落の認められた角度とする。

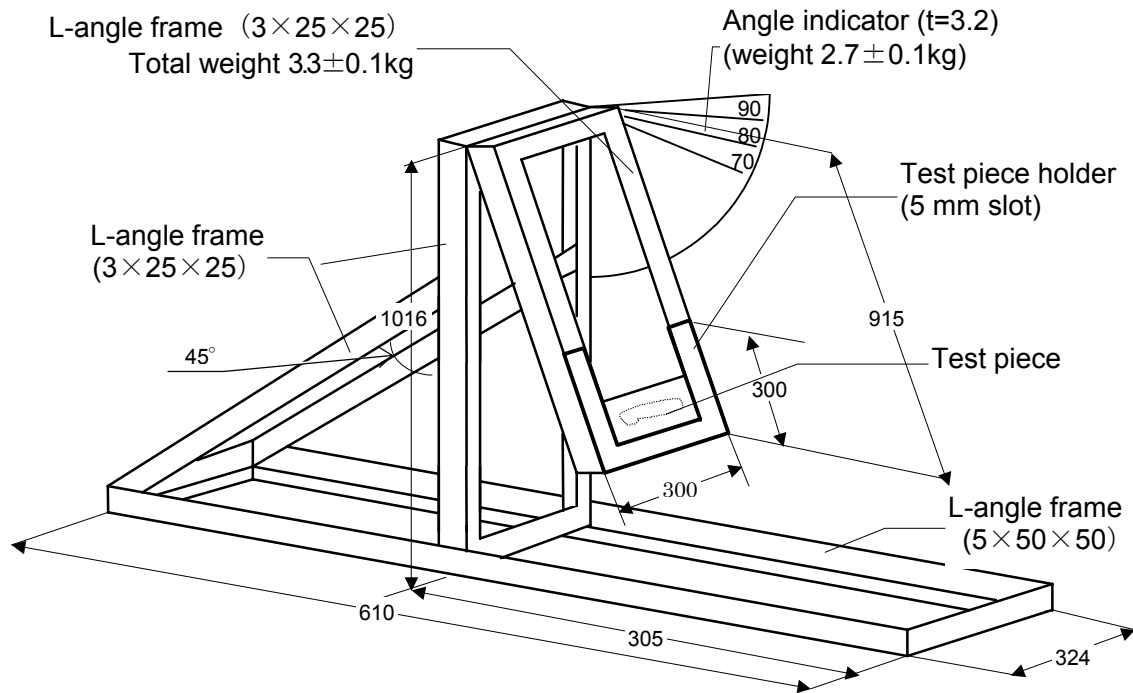


Fig. 1

Unit: mm

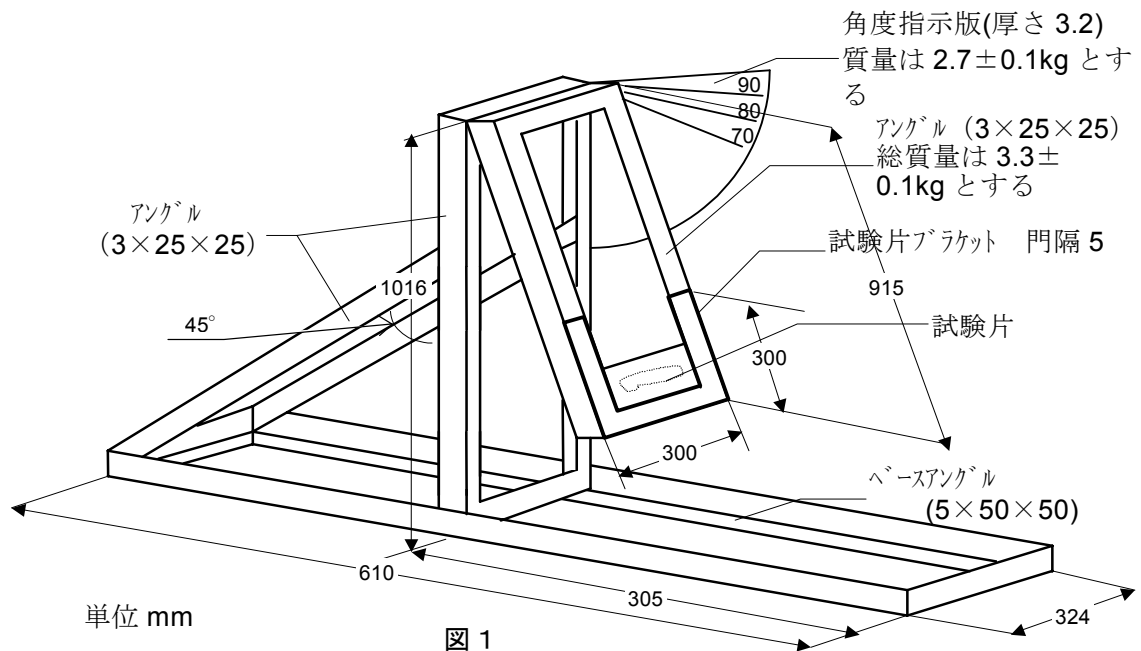


図 1

6.6 Elongation before curing

6.6.1 Equipment

Tensile testing machine (Must be such that the test results are within 15~85% of it's capacity as established in JIS B 7721.)

6.6 未硬化時伸び率

6.6.1 試験器

試験装置は JIS B 7721(引張り試験機)に規定する引張り試験機を用いる。試験機のひょう量は、測定値がそのひょう量の 15~85%の範囲に入るものを用いる。

6.6.2 Test Piece

Adhesive shall be 10×150mm with 2 centrally located parallel lines 50 mm apart.

6.6.3 Procedure

6.6.3.1 Set the test piece in the chucks of the tensile tester which have been positioned 100 mm apart. The crosshead speed shall be 100±10mm/min.

6.6.3.2 Measure the elongation when the test piece breaks.

6.6.4 Calculation

Calculate the elongation ratio according to the following equation.

$$E = \frac{l - l_0}{l_0} \times 100$$

Where, E: Elongation ratio(%)

l: Distance between the two lines at break (mm)

l₀: Initial distance between the two lines (mm)

6.6.2 試験片

試料から10×150 mmの試験片を採り，中央部に50 mmの標線をつけたものを用いる。

6.6.3 操作

6.6.3.1 引張り試験機のつかみ具の間隔を100mmとし，毎分100±10mmの速さで引っ張る。

6.6.3.2 試験片が破断したときの伸びを測定する。

6.6.4 計算

次式により伸び率を計算する。

$$E = \frac{l - l_0}{l_0} \times 100$$

ここに E: 伸び (%)

l: 破断したときの標線の間隔 (mm)

l₀: 試験前の標線の間隔 (mm)

6.7 Decrease in spot welding strength**6.7.1 Equipment**

6.7.1.1 Tensile tester (Same as established in 6.6.(1))

6.7.1.2 Spot welding machine (Use a single layer alternating current spot welding machine)

Spot welding conditions (Steel panel thickness is 0.8 mm)

Electrode: CR type, Top dimension (Diameter φ6 (R40))

Electrode force: 1.76kN {180kgf}

Squeeze time: 40 cycles

Electric current: 8.5kA

Welding time: 10 cycles

6.7.2 Test Piece**6.7 スポット溶接強度低下率****6.7.1 試験器**

6.7.1.1 引張り試験機 (6.6.(1)に規定する引張り試験機を用いる)

6.7.1.2 スポット溶接機 (単相交流スポット溶接機を用いる)

スポット条件 (鋼板厚さ0.8mm)

電極: 先端径6mm(R40)のCR型電極 (直径16mm)

加圧力: 1.76kN {180kgf}

初期加圧時間: 40サイクル

電流: 8.5kA

通電時間: 10サイクル

6.7.2 試験片

6.7.2.1 The adhesive shall be 25×25mm. Put the adhesive squarely on the end of the oily steel panel (100×25×0.8mm). Then place another steel panel (100×25×0.8mm) onto the adhesive as shown in figure 2.

6.7.2.2 Spot-weld at the center of the overlapping area. This test piece is called the “Weld bonding test piece”.

6.7.2.3 To make the other test piece, position two steel panels the same as the “Weld bonding test piece” but without adhesive, with an overlap of 25 mm as shown in figure 2.

6.7.2.4 Spot-weld at the center of overlapping area. This test piece is called the “Spot welding test piece”.

6.7.2.5 Make 5 test pieces of each type.

6.7.2.1 図2に示すように、100×25×0.8mmの油面鋼板の先端部に25×25mmに切り出した試料を乗せ、もう一枚の100×25×0.8mmの油面鋼板を重ね合わせる。

6.7.2.2 試験片の重ね合わせ部の中心にスポット溶接を1点行い“接着スポット試験片”とする。

6.7.2.3 100×25×0.8mmの油面鋼板2枚を25mmラップにて重ね合わせる。

6.7.2.4 ラップさせた中央部にスポット溶接を1点行い“スポット試験片”とする。

6.7.2.5 試験片は各5個ずつ作製する。

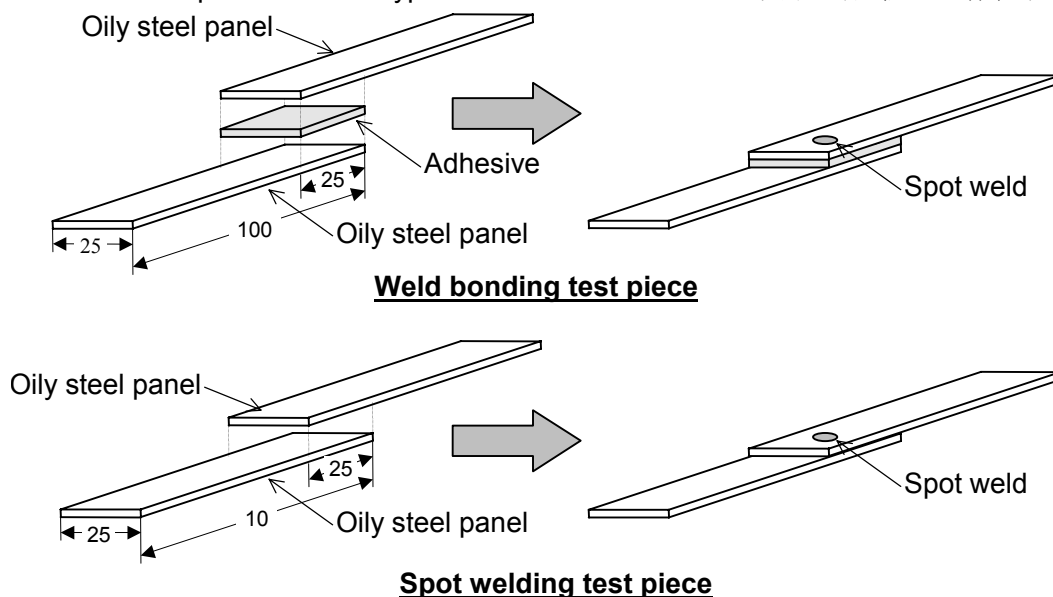


Fig. 2

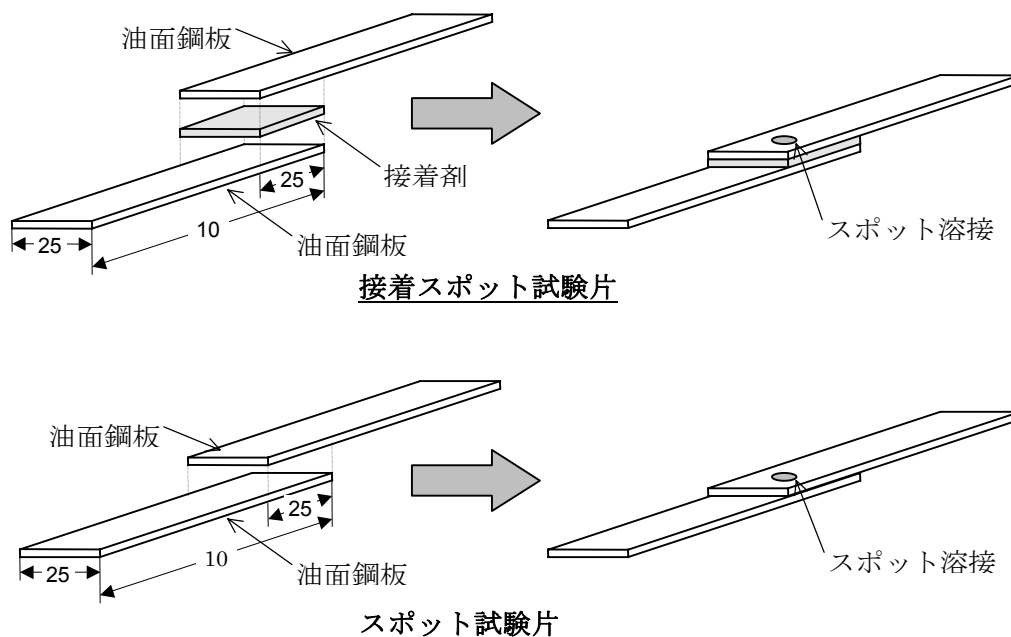


図 2

6.7.3 Procedure

6.7.3.1 Set the test piece in the chucks of the tensile tester which have been positioned 100 mm apart. Then pull at a crosshead speed of 5 ± 1 mm/min.

6.7.3.2 Measure the peak load when the test piece breaks

6.7.3.3 Test all test pieces, “Weld bonding test piece” and “Spot welding test piece”, in the same manner.

6.7.4 Calculation

Calculate the decrease in spot welding strength according to the following equation.

$$S = \frac{S_0 - S_1}{S_0} \times 100$$

Where,

S: Decrease in spot welding strength (%)

S₀: Peak load of “Spot welding test piece” at break. (N)

S₁: Peak load of “Weld bonding test piece” at

6.7.3 操作

6.7.3.1 試験片を引張り試験機のつかみ具の間隔を100mmとし、毎分 5 ± 1 mmの速さで引っ張る。

6.7.3.2 試験片破壊時の最大荷重を測定する。

6.7.3.3 “接着スポット試験片”“スポット試験片”両者について同様に測定を行う。

6.7.4 計算

次式によりスポット溶接低下率を求める。

$$S = \frac{S_0 - S_1}{S_0} \times 100$$

ここに

S : スポット溶接強度低下率 (%)

S₀ : “スポット試験片”の破壊時の最大荷重 (N)

S₁ : “接着スポット試験片”の破壊時の最大荷重 (N)