リン酸水溶液によるアルミニウムの振動電解研磨法 (第2報)

振動電解研磨の基礎的研究 (2)

中山 孝 廉*

Vibrating electropolishing process in phosphoric acid solution (2nd Report) (UDC 669.71 : 621.923.7 : 546.182.6)

NAKAYAMA Takakado*

Chapter 3 Effect of electrolytic conditions on polishing results (Continued).

3.6 Effect of surface area of anode;

It was confirmed that Dr. Miyoshi's formula concerning this problem could be applied to this study, as follows;

$$I_n D = a I_n S + b$$

where, D: Current density S: Surface area of anode and in this case.

$$a=0.24 \quad b=3.27$$

3.11 Concepts for the above

Smoothly electropolished surface is obtained by arranging the velocity of revolution, from 120 r.p.m. to 200 r.p.m., (or relative flow of electrolyte to the anode surface 19.2 to 32.0 meter per minute in linear velocity) bath temperature 70°C, 20~40 A/dm² current density phosphoric acid, as electrolyte, 80%.

Chapter 4 Experiments on the anode potential and the cathode potential;

In the limit of the electropolishing range the anode potential is completely proportional to the bath voltage, reading more than 20 Volts, while the cathode potential keeps constantly about -0.8 Volt.

(Received Aug. 1958)

3. 電解条件が電解研磨に及ぼす影響 (つづき)

3.6 陽極表面積の影響

陽極表面積を 0.025 dm² から 1.5 dm² まで広範囲に変え、陽極表面積が電極研磨に及ぼす影響について測定を行い、電解研磨面を生ずる電流密度と陽極表面積との関係を求めることとした。適用した電流密度は陽極表面積によつて異なりエツチング面を生ずる電流密度から電解研磨面を生ずる電流密度にわたつて測定を行つた。この際リン酸濃度は 80%、浴温度は 70°C、電解時間は 4 min. に一定し、振動法についてのみ実験した。なお陽極が大きいと電解槽は容量 5 l のピーカーを用い

た。

3.6.1 電解条件

電解条件は次の通りである。

リン酸濃度 (%) : 80

電流密度 (A/dm²) : 6 ないし 22. 各陽極表面積に適用した電流密度は Table 3.6 に示す。

浴温度 (°C) : 70

電解時間 (min.) : 4

陽極振動数 (r.p.m.) : 120 (振巾 80 mm) すなわち陽極面の平均線速度 19.2 m/min.

陽極 : 99.99% Al

* 日本軽金属株式会社研究所研究所次長 工博 Sub-manager of Laboratories, Nippon Light Metal Co., Ltd. Dr. Eng.

Table 3.6 Effect of anode area on reflectivity.

Electrolytic conditions										Remarks**
Concentration of phosphoric acid (%)	Current of density (A/dm ²)	Temperature electrolyte (°C)	Time (min.)	Vibration (r.p.m.)	Surface area of anode (dm ²)	Reflectivity (%)	Brightness*			
80	20	70	4	120	0.025	—	×		A	
"	21	"	"	"	"	—	◎		CS	
"	22	"	"	"	"	—	◎		CS	
80	17	70	4	120	0.05	—	×		A	
"	18	"	"	"	"	—	◎		CS	
"	19	"	"	"	"	—	◎		CS	
80	14	70	4	120	0.10	71	×		A	
"	15	"	"	"	"	81	△		B	
"	16	"	"	"	"	87	◎		CS	
80	13	70	4	120	0.13	42	×		A	
"	14	"	"	"	"	79	△		B	
"	15	"	"	"	"	86.5	◎		CS	
80	12	70	4	120	0.25	70	×		A	
"	13	"	"	"	"	84	○		CS	
"	14	"	"	"	"	86	◎		CS	
80	9	70	4	120	0.50	67	×		A	
"	10	"	"	"	"	83	○		CS	
"	11	"	"	"	"	86.5	◎		CS	
80	8	70	4	120	0.75	61	×		A	
"	9	"	"	"	"	65	×		A	
"	10	"	"	"	"	88	◎		CS	
80	7	70	4	120	1.00	66	×		A	
"	8	"	"	"	"	66	×		A	
"	9	"	"	"	"	87.5	◎		CS	
80	6	70	4	120	1.50	64.5	×		A	
"	7	"	"	"	"	64	×		A	
"	8	"	"	"	"	88	◎		CS	

0.025 (20×5.5×1mm)
(陰極表面積の1/50倍)
0.05 (20×11.5×1mm)
(陰極表面積の1/26倍)
0.10 (23×20×1mm)
(陰極表面積の1/13倍)
0.13 (30×20×1mm)
(陰極表面積の1/10倍)
0.25 (46×31×1mm)
(陰極表面積の1/5.2倍)
0.50 (63×42×1mm)
(陰極表面積の1/2.6倍)
0.75 (76×51×1mm)
(陰極表面積の1/1.7倍)
1.00 (88×58×1mm)
(陰極表面積の1/1.3倍)
1.50 (107×71×1mm)
(陰極表面積の1.2倍)

陽極表面積 (dm²) :

Fig. 3.5 Relation between current density and anode area.

陰 極 : 99.99% Al 表面積1.3dm²
(100×65mm, 2枚)

陽極と陰極との距離(mm) : 70

電 解 液 量 (l) : 5

電 解 槽 : 容量5 lのビーカー

上記の条件で電解した後の試験片の反射率, 光沢ならびに表面状態は Table 3.6 の通りである。

Table 3.6 によれば, 電解研磨面を生ずる電流密度は陽極の表面積を変えることによつて異なり, 表面積の増加につれて低電流密度側へ移る。三好泉¹⁾は電解研磨に適する電流密度と陽極表面積との関係を調べ, 両者の間に次の関係が有ることを見出した。すなわち, 電流密度を D A/dm² 陽極面積を S cm² で表わせば,

$$I_n D = a I_n S + b$$
$$D = S^a \cdot b^b \quad (a, b \text{ は常数})$$

である。

Table 3.6 の結果から各陽極表面積において電解研磨面を生ずる最低電流密度を求め, これと陽極表面積 (この場合 cm² で表わす) の対数値をとつてこれらの関係を求めれば Fig. 3.5 を得る。

Fig. 3.5 によれば 電解研磨面を生ずる最低電流密度の対数値と陽極表面積の対数値との間には直線的関係が有り, 三好泉¹⁾の実験式はリン酸浴によるアルミニウムの振動電解研磨法にも適用できる。さらに本研究の結果より上式の常数 a および b を求めれば,

$$a = 0.24$$
$$b = 3.27$$

である。

3.6.3 要 約

以上を要約すれば陽極表面積が電解研磨に及ぼす影響として, 次の結果を得た。

1) 陽極表面積の大小は電解研磨効果に影響し表面積が大となるしたがつて電解研磨面を生ずる電流密度は低くなる。

2) リン酸浴によるアルミニウムの振動電解研磨法にも三好泉¹⁾の実験式,

$$I_n D = a I_n S + b [D: \text{電流密度 (A/dm}^2\text{)},$$

$$S: \text{陽極表面積 (cm}^2\text{)}]$$

を適用することができる。本研究における上式の常数 a および b はそれぞれ次の通りである。

$$a = 0.24$$

$$b = 3.27$$

3.7 電解液量および陰極表面積の影響

電解液量および陰極表面積をそれぞれ 1 l ないし 5 l, 0.066 dm² ないし 2.6 dm² と変えて電解液量および陰極の表面積が電解研磨に及ぼす影響について測定を行った。この際電解密度および電解時間は、3.5において最高の反射率を得た 40 A/dm² および 4 min. に一定し、振動法についてのみ測定した。

3.7.1

電解条件は次の通りである。

リン酸濃度 (%) : 80

電流密度 (A/dm²) : 40

浴温度 (°C) : 70

電解時間 (min.) : 4

陽極振動数 (r.p.m.) : 120 (振巾 80 mm) すなわち陽極面の平均線速度 19.2 m/min.

陽極 : 99.99% Al, 表面積 0.13 dm² (30×20×1mm)

陰極 : 99.99% Al

陰極表面積 (dm²) :

- 0.066 (22×15mm, 2枚) (陽極表面積の1/2倍)
- 0.13 (31×21mm, 2枚) (陽極表面積の1倍)
- 0.26 (43×30mm, 2枚) (陽極表面積の2倍)
- 0.65 (70×46.5mm, 2枚) (陽極表面積の5倍)
- 1.30 (100×65mm, 2枚) (陽極表面積の10倍)
- 2.62 (140×93.5mm, 2枚) (陽極表面積の20倍)

陽極と陰極との距離 (mm) :

- 40 (電解液量 1 l の場合)
- 50 (電解液量 2 l の場合)
- 70 (電解液量 5 l の場合)

電解液量 (l) : 1, 2, 5

電解槽 :

- 容量 1 l のビーカー
- 容量 2 l のビーカー
- 容量 5 l のビーカー

3.7.2 測定結果

上記の条件で電解した後の試験片の反射率, 光沢ならびに表面状態は Table 3.7 の通りである。電解液量および陰極表面積が反射率に及ぼす影響を Fig. 3.6 (1), (2)および(3)に示す。

Table 3.7 および Fig. 3.6 (1), (2), (3)について反射

Table 3.7 Effect of quantity of electrolyte and cathode area on electropolishing.

Electrolysis conditions							Reflectivity (%)	Brightness*	State of surface**
Concentration of phosphoric acid (%)	Current density (A/dm ²)	Bath temperature (°C)	Electrolysis time (minutes)	Number of vibration (r.p.m.)	Quantity of electrolyte (l)	Area of cathode (dm ²)			
80	40	70	4	120	1	0.066	86.5	◎	CS
"	"	"	"	"	"	0.13	87	◎	CS
"	"	"	"	"	"	0.26	89.5	◎	CS
"	"	"	"	"	"	0.65	89	◎	CS
"	"	"	"	"	"	1.30	89.5	◎	CS
80	40	70	4	120	2	0.066	86.5	◎	CS
"	"	"	"	"	"	0.13	87	◎	CS
"	"	"	"	"	"	0.26	86.5	◎	CS
"	"	"	"	"	"	0.65	86.5	◎	CS
"	"	"	"	"	"	1.30	90	◎	CS
"	"	"	"	"	"	2.62	87.5	◎	CS
80	40	70	4	120	5	0.066	88.5	◎	CS
"	"	"	"	"	"	0.13	88.5	◎	CS
"	"	"	"	"	"	0.26	88.5	◎	CS
"	"	"	"	"	"	0.65	87.5	◎	CS
"	"	"	"	"	"	1.30	90	◎	CS
"	"	"	"	"	"	2.62	87	◎	CS

率と表面積状態との関係を述べれば下記の通りである。

試験片の表面は電解液量の多少に拘らず, また陰極表面積の大小に関係なく, いずれもきわめて平滑な鏡面研磨面となり, これらの研磨面の間に肉眼的には差別をつけることはできない。Fig. 3.6 (1)(2)および(3)によれば, 電解液量 1 l の陰極表面積 0.066 dm² ならびに電解液量 2 l の陰極表面積 0.066, 0.13 および 0.26 dm² において反射率は最低の 86.5% となり, 電解液量 2 および 5 l の陰極表面積 1.30 dm² において反射率は最高の 90% に達する。陰極表面積 1.30 dm² の反射率は各液量を通じて最も安定した値となる。

3.7.3 要約

以上を要約すれば電解液量および陰極表面積が電解研磨に及ぼす影響として次の結果を得た。

1) 振動電解研磨面の光沢ならびに表面状態は電解液量 1 l ないし 5 l の間において, また陰極表面積 0.066 dm² ないし 2.62 dm² の間において差を生じない。

2) 初めに選んだ電解条件 (40 A/dm², 4 min.) の反射率 90% (Table 3.5 (2)) に対して, 電解液量および陰極表面積は本研究の範囲では明瞭な影響を与えない。

Fig. 3.6 (1) Effect of quantity of electrolyte and surface area of cathode on reflectivity.

Fig. 3.6 (2) Effect of quantity of electrolyte and surface area of cathode on reflectivity.

Fig. 3.6 (3) Effect of quantity of electrolyte and surface area of cathode on reflectivity.

3.8 陽極振動数の影響

陽極振動数を 0 r.p.m. から 300 r.p.m. (陽極面の平均線速度 48 m/min.) まで順次変化させ、陽極の振動数が電解研磨に及ぼす影響について測定を行い、平滑な研磨面と陽極振動数との関係を求めようとした。リン酸の濃度は 60% および 80% とし、電流密度は 5 A/dm² ないし 100 A/dm² の間を用いた。

3.8.1 電解条件

Fig. 3.7 (1) Effect of number of vibration of anode on reflectivity.

Fig. 3.7 (2) Effect of number of vibration of anode on reflectivity.

電解条件は次の通りである。

リン酸濃度 (%) : 60, 80

電流密度 (A/dm²) : 5, 10, 20, 40, 60, 80, 100

浴温度 (°C) : 70

電解時間 (min.) : 8

陽極振動数 (r.p.m.) :
(振巾 80 mm)

- 0 (陽極面の平均線速度 0 m/min.)
- 5 (陽極面の平均線速度 0.8 m/min.)
- 10 (陽極面の平均線速度 1.6 m/min.)
- 20 (陽極面の平均線速度 3.2 m/min.)
- 40 (陽極面の平均線速度 6.4 m/min.)
- 60 (陽極面の平均線速度 9.6 m/min.)
- 80 (陽極面の平均線速度 12.8 m/min.)
- 100 (陽極面の平均線速度 16.0 m/min.)
- 120 (陽極面の平均線速度 19.2 m/min.)
- 140 (陽極面の平均線速度 22.4 m/min.)
- 200 (陽極面の平均線速度 32.0 m/min.)
- 300 (陽極面の平均線速度 48.0 m/min.)

陽 極 : 99.99% Al 表面積 0.13 dm²
(30×20×1 mm)

Table 3.8 (1) Effect of number of vibration of anode on electropolishing

Electrolytic conditions					Reflectivity (%)	Brightness*	Remarks**
Concentration of phosphoric acid (%)	Current density (A/dm ²)	Temperature of electrolyte (°C)	Time (min.)	Vibration (r.p.m.)			
60	5	70	8	0	6	×	A
"	"	"	"	5	6	×	A
"	"	"	"	10	25	×	A
"	"	"	"	20	6.5	×	A
"	"	"	"	40	12.5	×	A
"	"	"	"	60	6.5	×	A
"	"	"	"	80	6	×	A
"	"	"	"	100	23.5	×	A
"	"	"	"	120	8	×	A
"	"	"	"	140	7	×	A
"	"	"	"	200	8.6	×	A
"	"	"	"	300	9.6	×	A
60	10	70	8	0	55.5	○	CR
"	"	"	"	5	42	○○	CR
"	"	"	"	10	65	○○○	CR
"	"	"	"	20	24	×	A
"	"	"	"	40	9	×	A
"	"	"	"	60	11	×	A
"	"	"	"	80	7.5	×	A
"	"	"	"	100	6.5	×	A
"	"	"	"	120	9	×	A
"	"	"	"	140	4.5	×	A
"	"	"	"	200	6	×	A
"	"	"	"	300	6	×	A
60	20	70	8	0	76.5	○	CR
"	"	"	"	5	77	○○	CR
"	"	"	"	10	69	○○○	CR
"	"	"	"	20	58	○○○	CR
"	"	"	"	40	80	○○○	CR
"	"	"	"	60	38	△	B
"	"	"	"	80	16	×	A
"	"	"	"	100	19	×	A
"	"	"	"	120	15	×	A
"	"	"	"	140	12	×	A
"	"	"	"	200	9.5	×	A
"	"	"	"	300	7.5	×	A
60	40	70	8	0	77.5	◎	CR
"	"	"	"	5	74	◎◎	CR
"	"	"	"	10	71.5	◎◎◎	CR
"	"	"	"	20	75	◎◎◎◎	CR
"	"	"	"	40	83	◎◎◎◎	CR
"	"	"	"	60	83	◎◎◎◎	CR
"	"	"	"	80	84.5	◎◎◎◎	CS
"	"	"	"	100	83	◎◎◎◎	CS
"	"	"	"	120	83.5	◎◎◎◎	CS
"	"	"	"	140	78.5	◎◎	CS
"	"	"	"	200	63	△	B
"	"	"	"	300	28	×	A

Table 3.8 (1) Effect of number of vibration of anode on electropolishing.
(Continued)

Electrolytic conditions					Reflectivity (%)	Brightness*	Remarks**
Concentration of phosphoric acid (%)	Current density (A/dm ²)	Temperature of electrolyte (°C)	Time (min.)	Vibration (r.p.m.)			
60	60	70	8	0	73.5	◎	CR
"	"	"	"	5	59.5	◎	CR
"	"	"	"	10	52	◎	CR
"	"	"	"	20	61	◎	CR
"	"	"	"	40	77.5	◎	CR
"	"	"	"	60	76	◎	CR
"	"	"	"	80	84	◎	CS
"	"	"	"	100	84	◎	CS
"	"	"	"	120	85.5	◎	CS
"	"	"	"	140	84	◎	CS
"	"	"	"	200	81	○	CS
"	"	"	"	300	68	△	B
60	80	70	8	0	43.5	○	D
"	"	"	"	5	38.5	○	D
"	"	"	"	10	43	○	D
"	"	"	"	20	48	○	D
"	"	"	"	40	65.5	○	D
"	"	"	"	60	76	○	D
"	"	"	"	80	80	○	D
"	"	"	"	100	84	◎	CS
"	"	"	"	120	86	◎	CS
"	"	"	"	140	85.5	◎	CS
"	"	"	"	200	83	◎	CS
"	"	"	"	300	84.5	◎	CS
60	100	70	8	0	39	○	D
"	"	"	"	5	50	○	D
"	"	"	"	10	34	○	D
"	"	"	"	20	35	○	D
"	"	"	"	40	63	○	D
"	"	"	"	60	66	○	D
"	"	"	"	80	71	○	D
"	"	"	"	100	82	○	D
"	"	"	"	120	84	◎	D
"	"	"	"	140	84	◎	SC
"	"	"	"	200	85	◎	SC
"	"	"	"	300	85	◎	SC

Table 3.8 (2) Effect of number of vibration of anode on electropolishing.

Electrolytic conditions						Reflectivity (%)	Brightness*	Remarks**
Concentration of phosphoric acid (%)	Current density (A/dm ²)	Temperature of electrolyte (°C)	Time (min.)	Vibration (r. p. m.)				
80	5	70	8	0	72		○○○	CR
"	"	"	"	5	68		○○○	CR
"	"	"	"	10	68		○○○	CR
"	"	"	"	20	16		×	A
"	"	"	"	40	14		×	A
"	"	"	"	60	16		×	A
"	"	"	"	80	15		×	A
"	"	"	"	100	5		×	A
"	"	"	"	120	10		×	A
"	"	"	"	140	13		×	A
"	"	"	"	200	9		×	A
"	"	"	"	300	9.5		×	A
80	10	70	8	0	58.5		○	CR
"	"	"	"	5	50.5		○○○	CR
"	"	"	"	10	42		○○○	CR
"	"	"	"	20	69.5		○○○	CR
"	"	"	"	40	69.5		○○○	CR
"	"	"	"	60	83		◎◎◎	CS
"	"	"	"	80	82.5		◎◎◎	CS
"	"	"	"	100	74.5		○○○	CS
"	"	"	"	120	31		×	A
"	"	"	"	140	8		×	A
"	"	"	"	200	7		×	A
"	"	"	"	300	9.5		×	A
80	20	70	8	0	60.5		△	E
"	"	"	"	5	65		△	E
"	"	"	"	10	66.5		△	E
"	"	"	"	20	74		△	E
"	"	"	"	40	77.5		△	E
"	"	"	"	60	84		◎◎◎	CR
"	"	"	"	80	84.5		◎◎◎	CS
"	"	"	"	100	85		◎◎◎	CS
"	"	"	"	120	87.5		◎◎◎	CS
"	"	"	"	140	87		◎◎◎	CS
"	"	"	"	200	88.5		◎◎◎	CS
"	"	"	"	300	79		○○○	CS
80	40	70	8	0	47.5		×	E
"	"	"	"	5	52		×	E
"	"	"	"	10	54		×	E
"	"	"	"	20	55		×	E
"	"	"	"	40	72		×	E
"	"	"	"	60	76		×	E
"	"	"	"	80	76.5		△	E
"	"	"	"	100	82		○○○	E
"	"	"	"	120	87		◎◎◎	CS
"	"	"	"	140	87		◎◎◎	CS
"	"	"	"	200	88		◎◎◎	CS
"	"	"	"	300	84		◎◎◎	CS

Table 3.8 (2) Effect of number of vibration of anode on electropolishing.
(Continued)

Electrolytic conditions						Reflectivity (%)	Brightness*	Remarks**
Concentration of phosphoric acid (%)	Current density (A/dm ²)	Temperature of electrolyte (°C)	Time (min.)	Vibration (r. p. m.)				
80	60	70	8	0	38		×	E
"	"	"	"	5	44		×	E
"	"	"	"	10	29		×	E
"	"	"	"	20	47		×	E
"	"	"	"	40	50.5		×	E
"	"	"	"	60	54		×	E
"	"	"	"	80	54.5		×	E
"	"	"	"	100	55		△	E
"	"	"	"	120	61.5		△	E
"	"	"	"	140	64		○	E
"	"	"	"	200	81.5		○	E
"	"	"	"	300	85		◎	CS
80	80	70	8	0	44.5		×	E
"	"	"	"	5	39		×	E
"	"	"	"	10	52		×	E
"	"	"	"	20	44.5		×	E
"	"	"	"	40	45		×	E
"	"	"	"	60	48		×	E
"	"	"	"	80	52		×	E
"	"	"	"	100	42		×	E
"	"	"	"	120	48		×	E
"	"	"	"	140	50		×	E
"	"	"	"	200	66.5		×	E
"	"	"	"	300	81		○	E
80	100	70	8	0	50		×	E
"	"	"	"	5	49		×	E
"	"	"	"	10	48		×	E
"	"	"	"	20	52		×	E
"	"	"	"	40	42		×	E
"	"	"	"	60	40.5		×	E
"	"	"	"	80	41		×	E
"	"	"	"	100	52.5		×	E
"	"	"	"	120	43		×	E
"	"	"	"	140	42		×	E
"	"	"	"	200	35		×	E
"	"	"	"	300	36		×	E

Photo. 3. 9 Current density 5 A/dm²
Concentration of H₃PO₄ 60 %
Bath temperature 70°C

Photo. 3. 10 Current density 40 A/dm²
Concentration of H₃PO₄ 60 %
Bath temperature 70°C

Photo. 3. 11 Current density 10 A/dm²
Concentration of H₃PO₄ 80 %
Bath temperature 70°C

Photo. 3. 12 Current density 20 A/dm²
Concentration of H₃PO₄ 80 %
Bath temperature 70°C

Photo. 3. 13 Current density 40 A/dm²
Concentration of H₃PO₄ 80 %
Bath temperature 70°C

Photo. 3. 14 Current density 80 A/dm²
Concentration of H₃PO₄ 80 %
Bath temperature 70°C

陰 極 : 99.99% Al 表面積 1.3 dm²
(100×65 mm, 2 枚)

陽極と陰極との距離(mm) : 50

電 解 液 量 (l) : 2

電 解 槽 : 容量 2 l のビーカー

3.8.2 測定結果

上記の条件で電解した後の試験片の反射率、光沢および表面状態は **Table 3.8** (1)および(2)の通りである。陽極振動数が、反射率に及ぼす影響を **Fig. 3.7** (1) および (2)に示す。

Table 3.8 (1), (2)および **Fig. 3.7** (1), (2)について、反射率と表面状態および光沢との関係を述べれば下記の通りである。また表面状況を **Photo. 3.9, 3.10, 3.11, 3.12, 3.13**および**3.14**に示す。

エツチング面 (A) は、

		リン酸濃度 60%	リン酸濃度 80%
振動数	0 r. p. m.:	5 A/dm ²	—
振動数	5 r. p. m.:	5 A/dm ²	—
振動数	10 r. p. m.:	5 A/dm ²	—
振動数	20 r. p. m.:	5~10 A/dm ²	5 A/dm ²
振動数	40 r. p. m.:	5~10 A/dm ²	5 A/dm ²
振動数	60 r. p. m.:	5~10 A/dm ²	5 A/dm ²
振動数	80 r. p. m.:	5~20 A/dm ²	5 A/dm ²
振動数	100 r. p. m.:	5~20 A/dm ²	5 A/dm ²
振動数	120 r. p. m.:	5~20 A/dm ²	5~10 A/dm ²
振動数	140 r. p. m.:	5~20 A/dm ²	5~10 A/dm ²
振動数	200 r. p. m.:	5~20 A/dm ²	5~10 A/dm ²
振動数	300 r. p. m.:	5~40 A/dm ²	5~10 A/dm ²

において生じ、大振動数になるほど高電流密度までエツチング面を生ずる。**Fig. 3.7** (1)および(2)によればリン酸濃度60%, 80%ともに反射率はほぼ30%以下である。

不完全研磨面 (B) は、

		リン酸濃度 60%	リン酸濃度 80%
振動数	60 r. p. m.:	20 A/dm ²	—
振動数	200 r. p. m.:	40 A/dm ²	—
振動数	300 r. p. m.:	60 A/dm ²	—

において生じ、平滑ではあるが光沢に乏しい。これらの振動数をそれぞれの電流密度を基礎にして考えれば、電解研磨面からエッチング面に変化する中間の振動数である。**Fig. 3.7** (1)によればこれらの反射率は、反射率曲線が降下を始める位置にあり38ないし68%の広範囲な値となる。

電解研磨面 (C) は、

	リン酸濃度 60%	リン酸濃度 80%
振動数 0 r.p.m.:	10~60A/dm ²	5~10 A/dm ²
振動数 5 r.p.m.:	10~60A/dm ²	5~10 A/dm ²
振動数 10 r.p.m.:	10~60A/dm ²	5~10 A/dm ²
振動数 20 r.p.m.:	20~60A/dm ²	10 A/dm ²
振動数 40 r.p.m.:	20~60A/dm ²	10 A/dm ²
振動数 60 r.p.m.:	40~60A/dm ²	10~20 A/dm ²
振動数 80 r.p.m.:	40~60A/dm ²	10~20 A/dm ²
振動数 100 r.p.m.:	40~80A/dm ²	10~20 A/dm ²
振動数 120 r.p.m.:	40~80A/dm ²	20~40 A/dm ²
振動数 140 r.p.m.:	40~100A/dm ²	20~40 A/dm ²
振動数 200 r.p.m.:	60~100A/dm ²	20~40 A/dm ²
振動数 300 r.p.m.:	80~100A/dm ²	20~60 A/dm ²

において生じ、大振動数ほど電流密度において得られる。これらは小振動数では凹凸研磨面であり、振動数の増加につれてこの凹凸が減少して平滑研磨面へと変化する。平滑磨積面を得るために必要な振動数はリン酸濃度あるいは電流密度により異なる。すなわち平滑研磨面 (CS) は、

	リン酸濃度 60%	リン酸濃度 80%
振動数 60 r.p.m.:	—	10 A/dm ²
振動数 80 r.p.m.:	40~60A/dm ²	10~20 A/dm ²
振動数 100 r.p.m.:	40~80A/dm ²	10~20 A/dm ²
振動数 120 r.p.m.:	40~80A/dm ²	20~40 A/dm ²
振動数 140 r.p.m.:	40~100A/dm ²	20~40 A/dm ²
振動数 200 r.p.m.:	60~100A/dm ²	20~40 A/dm ²
振動数 300 r.p.m.:	80~100A/dm ²	20~60 A/dm ²

において生じ、振動数の増加につれて電流密度は高くなるがまた大振動数となるほどより高電流密度まで平滑研磨面が得られる。本研究の範囲において平滑研磨面を生ずる最低の振動数はリン酸濃度80%における60 r.p.m. (陽極面の平均線速度 9.6 m/min.) でありこの時の電流密度は10 A/dm² である。

Fig. 3.7 (1)および(2)によれば電解研磨面の反射率はほぼ80%以上88%に達し各電流密度とも上記の平滑研磨面を生ずる振動数の範囲において最高になる。すなわち、リン酸濃度60%, 80%ともに静置法 (0 r.p.m.) において生ずる凹凸、地荒れあるいは焼けは振動数の増加につ

れて減少するため反射率は次第に上昇し平滑研磨面を得る振動数で最高に達するが、さらに振動数が増せば光沢は径々に衰えて不完全研磨面あるいはエッチング面となり反射率も減少する。

地荒れ (D) および焼け面 (E) は、

	リン酸濃度 60%	リン酸濃度 80%
振動数 0 r.p.m.:	80~100A/dm ²	20~100 A/dm ²
振動数 5 r.p.m.:	80~100A/dm ²	20~100 A/dm ²
振動数 10 r.p.m.:	80~100A/dm ²	20~100 A/dm ²
振動数 20 r.p.m.:	80~100A/dm ²	20~100 A/dm ²
振動数 40 r.p.m.:	80~100A/dm ²	20~100 A/dm ²
振動数 60 r.p.m.:	80~100A/dm ²	40~100 A/dm ²
振動数 80 r.p.m.:	80~100A/dm ²	40~100 A/dm ²
振動数 100 r.p.m.:	100A/dm ²	40~100 A/dm ²
振動数 120 r.p.m.:	100A/dm ²	60~100 A/dm ²
振動数 140 r.p.m.:	—	60~100 A/dm ²
振動数 200 r.p.m.:	—	60~100 A/dm ²
振動数 300 r.p.m.:	—	80~100 A/dm ²

において生じ、小振動数ほどより低電流密度で生ずる。地荒れおよび焼けが占める面積は振動数が増すにつれて減少しこれに代つて光沢のある平滑部の面積が増す。したがつて地荒れおよび焼け面の反射率は振動数の増加につれて **Fig. 3.8** (1)および(2)のようにリン酸濃度60%, 80%ともに上昇する。

3.8.3 要 約

以上要約すれば陽極振動数が電解研磨に及ぼす影響として次の結果を得た。

1) 一定の電流密度の表面状態は陽極の振動数により著しく異なる。

a) 静置法(0 r.p.m.) においてエッチング面を生ずる電流密度では **Photo. 3.9** のように振動数に関係なくつねにエッチング面を生ずる。

(A) (A)

エッチング面 → エッチング面

b) 静置法において凹凸研磨面を生ずる電流密度で振動数の増加につれて次のように変化する。この状況は **Photo. 3.10** および3.11の通りである。

(CR) (CS) (B) (A)

凹凸研磨面 → 平滑研磨面 → 不完全研磨面 → エッチング面

c) 静置法において地荒れおよび焼け面を生ずる電流密度では振動数の増加につれて次のように変化する。この状況は **Photo. 3.12** および3.13の通りである。

(D) (E) (CS) (B)

地荒れおよび焼け面 → 平滑研磨面 → 不完全研磨面 →

Fig. 3.8 Apparatus for anode rotating examination.

(A)

エツティング面

2) 電解研磨面は大振動数となるほど高電流密度で生ずるが同時に高電流密度まで生じ、電解研磨面を得る電流密度の範囲は振動数の増加につれて拡大する傾向にある。

3) リン酸浴における平滑研磨面は振動電解研磨法によつて得られる。平滑研磨面を生ずる振動数の範囲は高電流密度ほど大きい。

4) 本研究の範囲において平滑研磨面を生ずる振動数は最低60 r. p. m. (陽極面の平均線速度9.6 m/min.) であるが最良の平滑研磨面は振動数120ないし200 r. p. m. (陽極面の平均線速度1.92ないし32.0 m/min.) の電流密度20ないし40 A/dm² において得られ反射率は87ないし88.5%に達する。

3.9 陽極回転数の影響

3.1ないし3.8においては陽極の運動方法としていずれも垂直に上下振動したのであるが、本節では電極を電解液中で回転させ、この回転数が電解研磨に及ぼす影響について測定し、先の振動数の影響と比較することとした。陽極の回転に使用に装置は Fig. 3.8 に示す通りのもので、Fig. 3.8 の電動機 (M) の回転がプーリー (P) に伝わり、この下部の取り付けいた陽極 (A) が電解液 (E) 中で回転する。陰極 (C) は電解槽の4箇所にした。電解槽 (B) の形状は従来のものとやや異なり直径200 mm、高さ140 mm、容量3 lの硬質硝子製円筒型のビーカーである。

上記の装置を用いて陽極回転数を15 r. p. m. から150 r. p. m. まで変化させて測定を行つた。この際の回転半径は51 mm とした。従つて電解液に対する陽極面の速度は、

$$2 \times 51 \times 3.14 \times (1 \text{ 分間の回転数}) \text{ mm/min.}$$

で表わされる。電流密度は10および40 A/dm² の2種

Table 3.9 Effect of number of revolution of anode on electropolishing.

Electrolysis conditions					Reflectivity (%)	Brightness*	State of Surface**
Concentration of H ₃ PO ₄ (%)	Current density (A/dm ²)	Bath temperature (°C)	Electrolysis time (min.)	Number of revolution (r. p. m.)			
80	10	70	8	15	81	○	CR
"	"	"	"	20	82.5	○	CR
"	"	"	"	30	78	○	CR
"	"	"	"	50	75.5	○	CS
"	"	"	"	60	64.5	×	A
"	"	"	"	70	36	×	A
"	"	"	"	100	27	×	A
"	"	"	"	150	13	×	A
80	40	70	8	15	64	×	E
"	"	"	"	20	59	×	E
"	"	"	"	30	65	×	E
"	"	"	"	50	78	△	E
"	"	"	"	60	86	◎	CS
"	"	"	"	70	86	◎	CS
"	"	"	"	100	85	◎	CS
"	"	"	"	150	86	◎	CS
80	5	70	8	60	16	×	A
"	10	"	"	"	64.5	×	A
"	20	"	"	"	85	◎	CS
"	40	"	"	"	86	◎	CS
"	60	"	"	"	63.5	×	E
"	80	"	"	"	52	×	E

とし、回転数60 r. p. m. の条件のみ5ないし80 A/dm² の電流密度にわたつて測定した。

3.9.1 電解条件

電解条件は次の通りである。

リン酸濃度 (%) : 80

電流密度 (A/dm²) : 5, 10, 20, 40, 60, 80

浴温度 (°C) : 70

電解時間 (min.) : 8

陽極回転数 (r. p. m.) :
(回転半径, 51 mm)

- 15 (陽極面の線速度 4.8 m/min.)
- 20 (陽極面の線速度 6.4 m/min.)
- 30 (陽極面の線速度 9.6 m/min.)
- 50 (陽極面の線速度 16.0 m/min.)
- 60 (陽極面の線速度 19.2 m/min.)
- 70 (陽極面の線速度 22.4 m/min.)
- 100 (陽極面の線速度 32.0 m/min.)
- 150 (陽極面の線速度 48.0 m/min.)

Fig. 3.9 (1) Effect of number of revolution on reflectivity.

Fig. 3.9 (2) Effect of current density on reflectivity.

陽 極 : 99.99% Al, 表面積 0.13 dm²
(30×20×1 mm)
陰 極 : 99.99% Al, 表面積 2.6 dm²
(100×65 mm, 4 枚)

陽極と陰との距離(mm) : 45

電 解 液 量 (l) : 3

電 解 槽 : 容量 3 l のビーカー

3.9.2 測定結果

上記の条件で電解した後の試験片の反射率, 光沢および表面状態は Table 3.9 の通りである。陽極回転数が反射率に及ぼす影響を Fig. 3.9 (1) に, また回転数 60 r.p.m. の際の電流密度が反射率に及ぼす影響を Fig. 3.9 (2) に示す。

Table 3.9, Fig. 3.9 (1)および(2)について反射率と光沢および表面状態との関係を述べれば下記の通りである。

エツチング面 (A) は,

回転数 60 r.p.m. (陽極面の線速度 19.2 m/min.)
: 10 A/dm²

回転数 70 r.p.m. (陽極面の線速度 22.4 m/min.)
: 10 A/dm²

回転数 100 r.p.m. (陽極面の線速度 32.0 m/min.)
: 10 A/dm²

回転数 150 r.p.m. (陽極面の線速度 48.0 m/min.)
: 10 A/dm²

において生じ反射率は回転数の増加につれて減少する。これらの回転数の範囲は振動数 120 ないし 300 r.p.m. に相当し, Table 3.8 (2) によればエツチング面である。

電解研磨面 (C) は,

回転数 15 r.p.m. (陽極面の線速度 4.8 m/min.)
: 10 A/dm²

回転数 20 r.p.m. (陽極面の線速度 6.4 m/min.)
: 10 A/dm²

回転数 30 r.p.m. (陽極面の線速度 9.6 m/min.)
: 10 A/dm²

回転数 50 r.p.m. (陽極面の線速度 16.0 m/min.)
: 10 A/dm²

回転数 60 r.p.m. (陽極面の線速度 19.2 m/min.)
: 40 A/dm²

回転数 70 r.p.m. (陽極面の線速度 22.4 m/min.)
: 40 A/dm²

回転数 100 r.p.m. (陽極面の線速度 32.0 m/min.)
: 40 A/dm²

回転数 150 r.p.m. (陽極面の線速度 48.0 m/min.)
: 40 A/dm²

で生じ大回転数ほど高電流密度で生ずる。これらの内回転数は 15 ないし 50 r.p.m. の電流密度 10 A/dm² では小回転数は凹凸研磨面となるが回転数の増加につれて凹凸は減少し 50 r.p.m. で平滑研磨面となる。また回転数 60 ないし 150 r.p.m. の電流密度 40 A/dm² ではいずれも平滑研磨面となるが, より小さい回転数では焼け面である。平滑研磨面の反射率は 85% 以上に達する。これらの回転数の範囲は振動数 30 ないし, 300 r.p.m. に当りそれぞれの振動数に対する上記の電流密度では, Table 3.8 (2) によればいずれも電解研磨面であり, この内平滑研磨面は電流密度 10 A/dm² では 60 ないし 100 r.p.m. (陽極面の平均線速度 9.6 ないし 16.0 m/min.), 電流密度 40 A/dm² では 120 ないし 300 r.p.m. (陽極面の平均線速度 19.2 ないし 48.0 m/min.) の振動数で得られる。

地荒れ (D) および焼け面 (E) は,

回転数 15 r.p.m. (陽極面の線速度 4.8 m/min.)
: 40 A/dm²

回転数 20 r.p.m. (陽極面の線速度 6.4 m/min.)
: 40 A/dm²

回転数 30 r.p.m. (陽極面の線速度 9.6 m/min.)
: 40 A/dm²

回転数 50 r.p.m. (陽極面の線速度 16.0 m/min.)
: 40 A/dm²

Fig. 3.10 Apparatus for stirring of electrolyte.

で生ずるが回転数の増加につれて地荒れおよび焼けの面積は減少し光沢をともなつた平滑部の面積が増す。したがつて反射率も回転数の増加につれて次第に上昇する。

これらの回転数の範囲は振動数30ないし100r. p. m. に相当し上記の電流密度は Table 3.8 (2) によればいずれも地荒れおよび焼け面である。

また、陽極回転数を60 r. p. m. に一定し電流密度を変化させた場合には、電流密度10 A/dm² 以下ではエッチング面を生じ、電流密度20ないし40 A/dm² で平滑研磨面となつて反射率は最高の85ないし86%に達し、電流密度60 A/dm² 以上では地荒れおよび焼け面を生じて反射率は減少する。この回転数は振動数120 r. p. m. に当り反射率および表面状態の変化は Table 3.8 (2) の結果と全く同様である。

3.9.3 要 約

以上を要約すれば回転数が電解研磨に及ぼす影響として次の結果を得た。

- 1) 一定電流密度の表面状態は陽極の回転数により異なるが、この変化の状況は陽極振動の場合と同様である。
- 2) 陽極の回転電解研磨法は平滑研磨面を生じその反射率は85ないし86%に達する。
- 3) 本研究の結果から電解研磨において陽極を回転させる方法は振動電解研磨法と同一の効果を有するところがある。

3.10 電解液攪拌の影響

3.1ないし3.9の測定においてはいずれも陽極を振動あるいは回転によつて電解液中で運動させたが、本節では陽極は固定したまま電解液を硝子製の攪拌器で一定の方向に攪拌し、電解液の流速が電解研磨に及ぼす影響について測定し、陽極を運動させた結果と比較することとした。

測定に使用した装置は Fig. 3.10 に示したもので、

Table 3.10 Effect of stirring of electrolyte on reflectivity.

Electrolysis conditions					Reflectivity (%)	Brightness*	State of surface**
Concentration of H ₃ PO ₄ (%)	Current density (A/dm ²)	Bath temperature (°C)	Electrolysis time (min.)	Number of revolution (r. p. m.)			
80	10	70	8	20	47	○	CR
"	"	"	"	50	49	○	CR
"	"	"	"	100	80	◎	CR
"	"	"	"	150	82	◎	CS
"	"	"	"	200	67	△	B
"	"	"	"	250	53	×	A
"	"	"	"	300	36	×	A
"	"	"	"	400	21	×	A
80	40	70	8	20	67	×	E
"	"	"	"	50	57	×	E
"	"	"	"	100	61	×	E
"	"	"	"	150	83	○	E
"	"	"	"	200	87.5	◎	CS
"	"	"	"	250	87	◎	CS
"	"	"	"	300	87.5	◎	CS
"	"	"	"	400	86.5	◎	CS
80	5	70	8	250	19	×	A
"	10	"	"	"	53	×	A
"	20	"	"	"	86.5	◎	CS
"	40	"	"	"	87	◎	CS
"	60	"	"	"	60	×	E
"	80	"	"	"	49	×	E

Fig. 3.10 の電解機 (M) の回転はプーリー (P) に伝わりこのプーリーに取付けた巾80 mm、高さ30 mm の翼3組を備えた硝子製攪拌器が回転することによつて電解液 (E) は一定方向に流動する。陽極 (A) は攪拌器の翼端と電解槽 (B) の器壁との中間の図に示した位置に固定した。陰極 (C) は電解槽の器壁に沿つて2箇所位置いた。

上記の装置を用いて攪拌器の回転数を20 r. p. m. から400 r. p. m. まで変化させて測定を行つた。この際の攪拌器の翼端の速度は、

$$80 \times 3.14 \times (1 \text{ 分間の回転数}) \text{ mm/min.}$$

で表わされる。電流密度は10および40 A/dm² の2種類とし、攪拌器の回転数250 r. p. m. の条件のみ、5ないし80 A/dm² の電流密度にわたつて測定した。

3.10.1 電解条件

電解条件は次の通りである。

リン酸濃度 (%) : 80

Fig. 3.11 (1) Effect of number of shown on re- flectivity.

Fig. 3.11 (2) Effect of current of density on re- flectivity.

電 流 密 度(A/dm²): 5, 10, 20, 40, 60, 80
浴 温 度 (°C) : 70
電 解 時 間 (min.) : 8

攪拌翼の回転数
(r. p. m.) :
(括弧内は翼端の線速度)

- 20 (5 m/min.)
- 50 (12.5 m/min.)
- 100 (25 m/min.)
- 150 (37.5 m/min.)
- 200 (50 m/min.)
- 250 (62.5 m/min.)
- 300 (75 m/min.)
- 400 (100 m/min.)

陽 極 : 95.99% Al, 表面積0.13 dm²
(30×20×1 mm)
陰 極 : 99.99% Al, 表面積1.3 dm²
(100×65 mm, 2 枚)

陽極と陰極との距離(mm) : 30

電 解 液 量 (l) : 3

電 解 槽 : 容量 3 l のピーカー

3.10.2 測定結果

上記の条件で電解した後の試験片の反射率, 光沢およ
び表面状態は, Table 3.10 の通りである。攪拌器の回
転数が反射率に及ぼす影響を, Fig. 3.11 (1), また 回転

数一定の場合の電流密度が 反射率に及ぼす影響を Fig.
3.11(2)に示す。

Table 3.10, Fig. 3.11 (1)および(2)について反射率と
光沢および表面状態との関係を述べれば下記の通りであ
る。

エッチング面 (A) は,

攪拌器の回転数 250 r. p. m. (翼端速度62.5 m/min.)
: 10 A/dm²

攪拌器の回転数 300 r. p. m. (翼端速度 75 m/min.)
: 10 A/dm²

攪拌器の回転数 400 r. p. m. (翼端速度 100 m/min.)
: 10 A/dm²

で生じ, Fig. 3.11 (1)によれば 回転数の増加につれて反
射率は減少する。

不完全研磨面 (B) は,

攪拌器の回転数 200 r. p. m. (翼端速度 50 m/min.)
: 10 A/dm²

で生じ, 電解研磨面とエッチング面との中間の回転数で
得られる。Fig. 3.11 (1) によれば反射率は67%であり比
較的に高い。

電解研磨面 (C) は,

攪拌器の回転数 20 r. p. m. (翼端速度 5 m/min.)
: 10 A/dm²

攪拌器の回転数 50 r. p. m. (翼端速度12.5 m/min.)
: 10 A/dm²

攪拌器の回転数 100 r. p. m. (翼端速度 25 m/min.)
: 10 A/dm²

攪拌器の回転数 150 r. p. m. (翼端速度37.5 m/min.)
: 10 A/dm²

攪拌器の回転数 200 r. p. m. (翼端速度 50 m/min.)
: 40 A/dm²

攪拌器の回転数 250 r. p. m. (翼端速度62.5 m/min.)
: 40 A/dm²

攪拌器の回転数 300 r. p. m. (翼端速度 75 m/min.)
: 40 A/dm²

攪拌器の回転数 400 r. p. m. (翼端速度 100 m/min.)
: 40 A/dm²

で生じ回転数が大きいくほど高電流密度で生ずる。これら
のうち回転数20ないし150 r. p. m. の電流密度10 A/dm²
では小回転数で凹凸研磨面であり回転数の増加につれて
凹凸は減少し150 r. p. m. で平滑研磨面となる。また回
転数200ないし400 r. p. m. の電流密度40 A/dm² ではい
ずれも平滑研磨面を生じ, Fig. 3.11 (1) によれば反射率
は86.5ないし87.5%に達する。

地荒れ (D) および焼け面 (E) は,

攪拌器の回転数 20 r. p. m. (翼端速度 5 m/min.)
: 40 A/dm²

Fig. 3.12 Effect of relative velocity between anode and electrolyte on reflectivity m/min.

Fig. 3.13 Range of electropolishing shown by relation between current density and concentration of phosphoric acid.

攪拌器の回転数 50 r. p. m. (翼端速度 12.5 m/min.)
: $40 A/dm^2$

攪拌器の回転数 100 r. p. m. (翼端速度 25 m/min.)
: $40 A/dm^2$

攪拌器の回転数 150 r. p. m. (翼端速度 37.5 m/min.)
: $40 A/dm^2$

で生ずるが回転数の増加につれて地荒れおよび焼けの面積は減少して輝いた平滑部の面積が増し反射率も上昇する。

また回転数を 250 r. p. m. に一定し電流密度を変化させた場合には電流密度 $10 A/dm^2$ 以下ではエッチング面を生じ、電流密度 20 ないし $40 A/dm^2$ では平滑研磨面となつて、**Fig. 3.11 (2)** によれば反射率は 86.5 ないし 87.5 % に達する。電流密度 $60 A/dm^2$ 以上では地荒れおよび焼け面を生じ反射率は減少する。

ここで電解研磨効果の顕著である電流密度 $40 A/dm^2$ の条件において陽極振動数、陽極回転数および電解液の攪拌が反射率に及ぼす影響を比較すれば **Fig. 3.12** を得る。

Fig. 3.12 によれば 陽極の振動と回転は電解研磨に対して同一の効果を有することが明らかであるが、電解液

Fig. 3.14 (1) Range of electropolishing shown by relation between current density and bath temperature.

Fig. 3.14 (2) Range of electropolishing shown by relation between current density and bath temperature.

の攪拌は平滑研磨面を得るためには陽極対電解液の相対速度が陽極振動あるいは回転に比較して高いことが必要となる。しなしながら電解液の流動速度は攪拌器の翼端速度を以て表わしているため、陽極表面における実際の速度はより低いものであり、電解液の流動も陽極の振動あるいは回転と同様の影響を与えるものである。すなわちこれらの方法によれば電解研磨面はいずれも美事な平滑研磨面となり、その反射率はともに 85 ないし 88 % に達する。

3.10.3 要 約

以上要約すれば電解液の攪拌が電解研磨に及ぼす影響として次の結果を得た。

1) 一定電流密度の表面状態は電解液の流動速度により異なるが、この変化の状況は陽極振動あるいは回転の場合と同様である。

2) 電解液の一定方向への流動研磨法は平滑研磨面を生じ、その反射率は 86 ないし 87.5 % に達する。

3) 本研究の結果より電解研磨において電解液を攪拌させる方法は陽極の振動電解研磨法あるいは回転電解研磨法と同様の効果を有することがわかる。

3.11 考 察

アルミニウムの電解研磨浴は、P.A. JACQUET の過塩素酸一無水酢酸浴を初めとして各種の浴があるがこれらの代表的研磨浴について電解研磨した結果を比較し

Fig. 3.15 Range of electropolishing shown by relation between current density and electrolysis time.

Fig. 3.16 (1) Range of electropolishing shown by relation between current density and number of vibration of anode.

Fig. 3.16 (2) Range of electropolishing shown by relation between current density and number of vibration of anode.

た。種々の観点からリン酸水溶液の研磨浴の最も有利であると判断しこの浴を用いて主要な電解条件が電解研磨に及ぼす影響を調べた。

その結果について考察を加えると次の如くである。

リン酸溶液中において 99.99 % の高純度アルミニウムを電解研磨すればその表面状態はリン酸濃度、電流密度、浴温度、電解時間、陽極表面積あるいは陽極振動数（回転数あるいは電解液の攪拌を含む）によつて異なり、これらの条件の組み合わせ方により種々の状態を呈する。ただし如何なる場合にも表面状態は電流密度の増加につ

いて次のように変化する。

(A) (B) (C) (D)
エツチング面→不完全研磨面→電解研磨面→地荒れ
(E)
および焼け面

上記の事柄より電解研磨面はある電流密度の範囲にわたつて生ずるものであるが、この電流密度範囲はリン酸濃度、浴温度、電解時間、陽極表面積あるいは陽極振動数（回転数あるいは電解液の攪拌を含む）により異なる。ゆえにここで電解研磨範囲を電流密度と各電解条件との関係として表わし、それぞれの電解条件の影響の検討を行った。

先ず電流密度対リン酸濃度関係図により電解研磨範囲を表わせば Fig. 3.13 を得る。

Fig. 3.13 によれば電解研磨面を生ずる最低電流密度（以下 D_{min} と記す）および最高電流密度（以下 D_{max} と記す）はリン酸濃度により異り、

D_{min} は濃度が高いほど低く

D_{max} は濃度が高いほど低い

リン酸濃度の増加はより低電流密度で電解研磨面を生じさせるが、また地荒れおよび焼けもより低電流密度で生じさせる。

電解研磨範囲を電流密度対浴温度関係図により表わせば Fig. 3.14 (1)および(2)を得る。

Fig. 3.14 (1)および(2)によれば一般に、

D_{min} は低温度ほど低く

D_{max} は低温度ほど低い

したがつて浴温度の降下は電解研磨面をより低電流密度で生じさせるが、 30°C では可視的皮膜が成長し光沢は衰える。また 30°C における濃度 60% 以下の条件では電流密度の調整が極めて困難であり定電流電解は不可能であつた。浴温度の降下は、また地荒れおよび焼けの発生を容易にし、リン酸濃度の増加の影響と類似している。

電解研磨範囲を電流密度対電解時間の関係図によつて表わせば、Fig. 3.15 を得る。

Fig. 3.15 によれば、

D_{min} は長時間電解ほど低く

D_{max} は長時間電解ほど低い

換言すれば電解研磨面を生ずるには低電流密度ほど長時間の電解が必要であり、時間不足の場合はエツチング面あるいは不完全研磨面を生じ、時間過剰の場合には地荒れおよび焼け面となり電解時間の影響は電流密度の影響に類似する。しかしながら D_{min} は電解条件にしたがつて一定のものであつて、これ以下の電流密度では時間に関係なくエツチング面を生ずる。

また陽極表面積と D_{min} との間に Fig. 3.5 に示

したように三好泉¹⁾の実験式が適用され D_{min} は陽極表面積が大きいほど低い。この関係は工業的に大面積の電解研磨製品を製造する際に応用している。

電解研磨範囲を電流密度対陽極振動数関係図によつて表わせば **Fig. 3. 16** (1)および(2)を得る。

D_{min} は振動数の小さいほど低く

D_{max} は振動数が小さいほど低い

すなわち振動数が小さいほど電解研磨面はより低電流密度で生ずるが、また地荒れおよび焼けもより低電流密度で発生する。したがつて陽極振動数が増加する影響はリン酸濃度の低下および浴温度の上昇の影響と類似する。しかしながら 静置法における電解研磨面にはリン酸濃度、電流密度、浴温度あるいは電解時間の如何に拘らず、つねに凹凸が発生するのに対し振動電解研磨面は振動数の増加につれて次第に凹凸が減少し、鏡面光沢を有する高反射率の平滑研磨面となりリン酸浴における陽極振動法は電解研磨面の均一な平滑化のためには根本的に必要な役割を果たすと云える。

さらに D_{min} , D_{max} は上記のように振動数の増加につれて上昇するが **Fig. 3. 16** (1) および (2) によれば D_{max} と D_{min} との差すなわち電解研磨面を生ずる電流密度範囲は振動数の増加につれて次第に拡大される。

このように電解研磨における陽極の振動は良好な結果を齎すが、振動は陽極を動かす一方法であつて要は陽極と電解液との相対運動にある。すなわち陽極を振動させる代りに陽極を回転させあるいはまた陽極を固定したまま電解液を流動させた場合も同様の効果が得られている。本研究の範囲において全面平滑な電解研磨面は陽極対電解液の最低相対速度 9.6 m/min. から得られたが、リン酸濃度 80 %, 浴温度 70°C, 電流密度 20 ないし 40 A/dm², 陽極対電解液の相対速度 19.2 ないし 32.0 m/min. の各条件の組合せにおいて圧延したままのアルミニウム板を電解研磨すると反射率85ないし90%の最良の電解研磨面が得られる。

4. 陽極電位および陰極電位

陽極および陰極に 99.99% の高純度アルミニウムを使用してリン酸水溶液を電解し、この際の陽極電位および陰極電位の測定を試み、浴電圧との関係を求めることとした。

4.1 測定方法および電解条件

電位測定の際の結線図を **Fig. 4. 1** に示す。

Fig. 1 において可変抵抗を動かして浴電圧を 0 ボルト (V) から徐々に上昇させ、それぞれの浴電圧に対応する陽極電位および陰極電位を浴電圧を一定に保つてから 2 min. 後に測定した。

本研究に用いた電位差計は定格 1.610 V であるため、

Fig. 4. 1 Connection sheet for voltage measurement.

Table 4. 1 The potentials of anode and cathode which has the purity of 99.99% aluminium in the case of electrolysis by 80% phosphoric acid at 70°C

Bath voltage (V)	Electric current (A)	Anode potential (V)	Cathode potential (V)
0	0.06	-0.815	-0.543
0.2	0.14	-0.765	-0.777
0.4	0.30	-0.616	-1.001
0.6	0.42	-0.364	-0.886
0.8	0.44	-0.169	-0.721
1.0	0.32	+0.125	-0.760
2.0	0.32	+1.063	-0.890
3.0	0.32	+2.116	-0.721
4.0	0.31	+3.056	-0.657
5.0	0.31	+3.990	-0.699
6.0	0.30	+5.169	-0.887
7.0	0.31	+5.743	-0.867
8.0	0.31	+6.891	-0.659
9.0	0.32	+8.297	-0.682
10.0	0.32	+9.009	-0.766
11.0	0.32	+10.129	-0.862
12.0	0.32	+11.131	-0.665
13.0	0.32	+12.334	-0.698

(Above potentials show the values against the hydrogen electrode)

1.6 V 以上の電位を測定する際には **Fig. 4. 1** に示したようにダニエル電池を 1 箇所づつ極性を逆にしてその回路に順次挿入した。

このようにダニエル電池を 10 箇所用いる事により約 12.5 V の電位まで測定することができた。

電解条件は次の通りである。

リン酸濃度 (%) : 80

(P 40へ続く)

調査した。

すなわち冷間加工材に類似する(3)棒材の Photo. 3, (a)の組織発生には疑問があるとしても、微粒組織と線状組織を有する棒材(7), 不鮮明であるが微粒組織が存在し線状組織を有する棒材(5)などは、いずれも再結晶によると思われる軟化過程において、再結晶核の発生やその成長による変化はなく、線状組織が変化し、軟化が停滞する温度で無方位な亀甲状組織になることが判明した。

また微粒組織を有し、線状組織のみとめられなかつた(1)棒材では、軟化に先行して線状組織が発生し、以後の加熱で(7),(5)棒材と同様な変化をおこなうことがみとめられた。

以上から、(3)棒材については今後の研究にゆずるとしても、この種棒材の再結晶によると思われる軟化過程は再結晶核の発生、成長のともなわない、線状組織の変化によるものと考えられる。

第1報¹⁾において棒材の変形組織、押出のままで線状組織のみとめられる棒材の押出条件等を考慮し、線状組織の発生は Polygonization によるものと考察した。

この見地に立つて、Deighton の報告⁵⁾などを考慮すれば、この種焼なまし軟化は Polygonized structure の変化によるものと考えられる。すなわちこの現象が Recrystallization in situ と呼ばれるのであろう。

(P 55より続く)

Fig. 4.2 Relation between bath voltage and anode potential.

浴 温 度 (°C) : 70
陽 極 : 99.99% Al, 表面積0.13 dm²
(30×20×1 mm)
陰 極 : 99.99% Al, 表面積1.3 dm²
(100×65 mm, 2枚)
陽極と陰極との距離(mm) : 50
電 解 液 量 (l) : 2
電 解 槽 : 容量 2 l のビーカー

4. 総 括

99.85% アルミニウム casting のままのビレットによる押出棒材の焼なましによる組織変化を顕微鏡とX線により調査した。これらを要約すれば次の如くである。

(1) 微粒組織を有し線状組織の存在しない(1)棒材は低温焼なましで線状組織が発生する。

(2) 微粒組織, もとの結晶粒の粒界は軟化の進行により不鮮明になる。

(3) 軟化の進行により線状組織は局部的に途切れ, 曲線化し, さらに隣合う組織と連結する現象を呈し, 軟化停滞した温度で亀甲状の新結晶を形成する。

(4) 軟化過程においては再結晶核の発生や成長はみとめられない。

終に本研究遂行にあたり終始御激励戴いた東京工大森永卓一先生, 作井誠太先生に厚くお礼申し上げます。また実験に協力された沢登英一君, 湯川守君に謝意を表します。

文 献

- 1) 細井, 沢登: 本誌, No. 33(1958-11), p. 29.
- 2) 細井, 沢登: 本誌, No. 33(1958-11), p. 33.
- 3) 細井: 日本金属学会誌, Vol. 20(1956), p. 439, p. 443.
- 4) 大日方, 畑: 日本金属学会誌, Vol. 6 (1942) p. 258.
- 5) M. Deighton: J. Inst. Metals, Vol. 84(1956), p. 93.

4.2 陽極電位および陰極電位の測定値

上記の方式により陽極電位および陰極電位を測定し, この値から計算したそれぞれの水素電極に対する電位および浴電圧を Table 4.1 に示す。

Table 4.1 の浴電圧と陽極電位 および 陰極電位との関係を Fig. 4.2 に示す。

Table 4.1 および Fig. 4.2 によれば, 陽極電位は浴電圧に比例して上昇し, 一方, 陰極電位は -0.8 V にほぼ一定する。

4.3 考 察

電解研磨において先ず電流と浴電圧との関係を求め, この結果より研磨条件が推定される。リン酸水溶液中においてアルミニウムを陽極とした場合の陽極電位は浴電圧に比例し, しかも陰極電位はほぼ -0.8 V に一定である。電解研磨条件においては浴電圧が20ないし50 V に達することから考えてこれに比例する電極電位の上昇は陽極面における陽極皮膜の抵抗を測定していることになる。したがって真の陽極電位の測定は不可能と考えられる。

考 参 文 献

- 1) 三好泉: 電気化学, 18, 43 (1950).