—技術論文—

電流反転電解によるステンレス鋼の電解研磨

大久保 敬吾*, 伊 藤 皓**

Electropolishing for Stainless Steel by Periodic Reversing Current

Keigo OKUBO*, Hiroshi ITO**

1. 緒 言

電解研磨は素材を陽極にして数十秒から数分間電解することにより、容易に鏡面光沢が得られる。しかも機械研磨では困難な形状、変形しやすい薄板、箔なども容易に研磨でき量産も可能であるなどの特長をもっている。アルミニウムはバフにより研磨しても軟かいために、研磨剤が素材にめり込み鏡面光沢を得ることがむづかしい。またステンレス鋼は硬く、しかも熱伝導性がわるいため研磨やけを起こし、均一な鏡面は得にくい。このようなことから、アルミニウム及びステンレス鋼を中心に鏡面光沢を得るために電解研磨が利用されている。

電流反転電解によるアルミニウムの研磨では、研磨液の低濃度化、低温化、ガスピット発生の抑制、アルカリ浴での研磨が可能であるなどの効果が明らかとなっている¹⁾。ひきつづき、ステンレス鋼についても電流反転電解による研磨を試みた結果、アルミニウムほど顕著な効果は認められなかったが、ピット発生の抑制、研磨液の低濃度化、低温化のことが明らかとなったので、報告する。

2. 実験方法

2. 1 電流反転電源

反転電流は60V、20Aの6相半波直流をサイリスタ制御によりスイッチングし、アルミニウムの研磨¹⁾と同様にAnodic電圧：Cathodic電圧を1：1で極性変換さ

せる方式を用い、反転比率の表示については1サイクル時間中の正電流と負電流を流す時間に対する電解研磨の行われる正電流の流れる時間の割合をdutyとして用いた。周波数の影響を検討する場合だけは6相半波の直流をトランジスタを使用したインバータによりスイッチングし、反転させた。正、負の電流はダイオードを組んだ回路に可動コイル型電流計を接続することにより、それぞれ測定した。比較のための直流は電流反転と同一波形の6相半波を用いた。

2. 2 試験片及び研磨条件

試験片として25×40×0.5mmの大きさのSUS304を用い、石油ベンジンで拭ってからトリクロールエチレン脱脂を行った。電解研磨浴にはリン酸500mL－水500mL、リン酸900mL－水100mL、リン酸700mL－硫酸200mL－水100mL、リン酸500mL－水500mL－クロム酸50g/L、リン酸700mL－硫酸200mL－クロム酸50g/L、リン酸400mL－硫酸300mL－水300mL－クロム酸50g/Lの各種浴を用いた。対極にはステンレス鋼、低濃度リン酸浴、リン酸－硫酸混合浴には炭素板を用い、無かくはんで研磨を行った。

2. 3 光沢度及び表面あらさの測定

光沢度の測定には東京電色製可変角度光電光沢計を使用し、入射角及び反射角を60°、受光器に15°のスリットとNDフィルターを用い金属蒸着がガラスミラーを標準(100%)とした。研磨面の表面あらさは、Taylor-Hobson製Talysurfを用いて測定した。

3. 実験結果及び考察

3. 1 周波数の影響

ステンレス鋼の中で最も広く利用されている18-8オーステナイト系ステンレス鋼SUS304について、周波数を変化させて研磨した結果は表1のとおりである。実験に

* 長野県精密工業試験場 (〒394 長野県岡谷市9959) Precision Industrial Research Inst. of Nagano Pref. (9959, Okaya-shi, Nagano 394)

** ㈱千代田 (〒335 埼玉県蕨市中央 4-24-10) Tiyoda Co., Ltd. (24-10, Chuo 4-chome, Warabi-shi, Saitama 335)

表 1 周波数と光沢度及び外観

(H_3PO_4 700mL- H_2SO_4 200mL- H_2O 100mL,
50°C, duty 95%, 50 A/dm², 5 min)

周波数 (Hz)	0	0.2	1	20	100	500
光沢度 (%)	77.5	74.6	74.3	75.6	73.5	76.0
外 観	ビット	鏡面 光沢	鏡面 光沢	鏡面 光沢	鏡面 光沢	鏡面 光沢

図 1 dutyと光沢度の関係

用いた試料の光沢度は41.7%であるのに対して、電流反転電解 (RC) 及び直流電解 (DC) による研磨では73.5%以上となり、ほぼ鏡面に近い光沢面が得られる。わずかに電流反転のない直流において光沢はよくなっているが、電流反転の周波数の光沢度に及ぼす影響はほとんど認められず、アルミニウムの研磨結果¹⁾とは異なった傾向を示す。しかし、直流電解ではガスビットが発生するのに対して、反転電解では発生せず、反転時に大量に発生する水素ガスにより、酸素ガス付着によるガスビット発生抑制に効果のあることが認められた。

3. 2 dutyの影響

図 1 はリン酸-硫酸-クロム酸浴におけるdutyの影響を示したものがあがるが、duty86~100%の範囲ではほ

写真 1 電解研磨面の表面状態

図 2 電流密度及び浴温度と光沢度の関係

(H_3PO_4 900ml H_2O 100ml 50°C 13.3 Hz)
duty 95% 5 min

図 3 電解研磨面の表面あらさ

ぼ同じ光沢度の鏡面が得られる。それ以下のdutyになると光沢度はしだいに低下するようになり、この傾向はリン酸の濃度が低く、硫酸及び水の量の多い浴の方が顕著である。電流反転電解において、dutyが低下すること

により、負電圧印加時に大量の水素ガスが発生するために、研磨効果の一因とされている被研磨面に形成される電気抵抗の大きな粘液層や酸化物層²⁾を過度に破壊してしまい、研磨効果が低下するものと考えられる。

3. 3 各種浴による研磨

図 2 はステンレス鋼の電解研磨浴の主成分として、広く利用されているリン酸浴による研磨結果を示したものである。高濃度のリン酸浴の場合、低電流密度から高電流密度にわたって光沢面が得られやすいが、浴の粘度が大きいために、写真 1 に示すようにガスビットが発生しやすい。直流電解では60 A/dm²の高電流密度まで細かいビットが発生し、虫

図4 電流密度と光沢度の関係

図5 電解研磨面の表面あらさ

食い状の粗面となる。電流反転電解においても、 10 A/dm^2 の低電流密度ではピットが生じ、 30 A/dm^2 以上に電流密度が増加するとピットはなくなるが、ガス発生にともなう条痕が生じるようになる。図3にこれらの研磨面の表面あらさを示すが、高濃度のリン酸浴では平滑な研磨面を得ることのむづかしいことがわかる。それに対して、リン酸と水の1対1の低濃度浴ではピットの発生は少なくなるが、電流密度が低いと光沢が劣り、鏡面光沢は得られない。この傾向は浴温度の低いほど顕著で、鏡光沢を得るためには 30°C では 60 A/dm^2 以上、 50°C では 30 A/dm^2 以上、 70°C では 20 A/dm^2 以上で、高温ほど低電流密度で光沢面が得られる。ステンレス鋼を研磨する場合、アルミニウムよりも高電流密度を必要とするため、できるだけ低電流密度で研磨するためには、 $50\sim 70^\circ\text{C}$ で高温の条件の方がよいといえる。

図4はステンレス鋼の電解研磨に多く使われているリン酸-硫酸浴及びリン酸-硫酸-クロム酸浴^{3),4)}により

写真2 電解研磨面の表面状態

研磨した結果である。電流反転電解及び直流電解ともほとんど差がなく、リン酸-硫酸浴では高電流密度における光沢は、ほぼリン酸浴と同じであるが、 10 A/dm^2 付近の低電流密度域の光沢が改善される。クロム酸の添加はリン酸-硫酸浴の場合、光沢への効果はほとんど認められない。しかし、図5の研磨面の表面あらさ及び写真2の研磨面の表面状態からもわかるように、図3のリン酸 900 mL -水 100 mL の研磨面に比較して、クロム酸の添加が電流密度の増加にともない、マクロな凹凸の消失がより効果的に進行するとともに、ミクロな凹凸の発生の抑制にも働いていることが認められる。このようにリン酸-硫酸-クロム酸浴は平滑な研磨面を得ることができるが、写真2からも明らかのように、リン酸浴に比較してピットが発生しやすい。電流反転電解では 20 A/dm^2 以下、直流電解では 50 A/dm^2 以下の電流密度域でピットが発生し、低電流密度ほど多いことが認められる。したがって、ステンレス鋼の研磨では平滑化を目的とする場合にはクロム酸を添加する必要があるが、光沢を目的とする場合には経済性、公害防止対策などを考慮するとリン酸-硫酸浴及び低濃度リン酸浴を用いるのがよいものと考えられる。

3. 4 電圧-電流曲線

図6はリン酸浴及びリン酸-硫酸浴により研磨したときの電圧-電流曲線である。電流反転電解及び直流電解とも、電圧を徐々に増加させていくと電流も増加し、ほぼ電圧に比例して増える傾向を示す。アルミニウムの電解研磨においては、電圧を上昇させても 12 V 付近までは電流の増加が少なく、さらに電圧を上昇させていくとガス発生をともなって急激に電流の増加する傾向を示した。それに対してステンレス鋼の研磨においては、その傾向は認められず、低い電圧でも大きな電流が流れ、アルミニウムの研磨に比較して著しく電流の流れやすいことが

図6 電圧-電流曲線

認められた。

電解研磨の可能な電解浴中では、電解の際、陽極電位と電流密度との関係を表わす曲線は、特有の形状を表わし、3つの代表的な陽極表面に対応する電圧-電流曲線の形状を示す⁹⁾といわれている。アルミニウムに認められる平坦部、変曲点のある特性曲線は研磨されやすいタイプに入り、ステンレス鋼のような変曲点がなく直線に近い特性曲線はエッチングされやすいタイプに属する。このような電圧-電流曲線及び図3の研磨面の表面あらさより、ステンレス鋼はアルミニウムに比較して電解研磨による平滑化がむづかしいといえる。またリン酸浴に硫酸を添加することにより浴の電導度が増加し、低い電圧で研磨のできることが明らかとなった。

さらに、アルミニウムの研磨と比較して、大きな違いは一定の電流密度を維持して研磨するのに、直流電解よりも電流反転電解の方が高電圧を必要とすることである。この傾向はSPCCの鉄鋼材料において顕著で⁹⁾、SPCC、SUS304の鉄鋼系材料に共通しており、電流反転電解において電流の流れやすいアルミニウムとは異なる。その理由は明らかではないが、鉄鋼系材料の電流反転電解による研磨では何らかの原因で研磨面の抵抗が直流電解よりも大きくなっているものと考えられる。

3. 5 溶解量

電解研磨により素材を研磨したときの溶解減量を図7～9に示す。図7は電流密度と溶解量の関係を求めたものであり、溶解量は電流密度に比例して増加する。電流反転電解と直流電解を比較した場合、電流反転電解の方が溶解量が少ない。この傾向はSPCCと同じであり⁹⁾、電流反転電解の方が多く溶解するアルミニウムの研磨結果とは異なる。前述のように電流反転電解の方が直流電解に比較して高電圧を必要とすること、溶解量が少ないことから研磨面により大きな抵抗層が形成されているものと考えられる。また図8、9に示すように、溶解量は電解時間に比例して増加し、浴組成、浴温度によって変化するが、その影響はそれほど大きくはない。

図7 電流密度と溶解量の関係

図8 電解時間と溶解量の関係

図9 電解時間と溶解量の関係

4. 結 論

SUS304ステンレス鋼の電解研磨に極性を周期的に変換させる電流反転電解を適用した結果は、次のとおりである。

(1) 電流反転電解の周波数の光沢度に及ぼす影響はほとんど認められないが、直流電解で発生したガスピットは電流反転することにより発生を抑制することができた。

(2) duty86~100%の範囲ではほぼ同じ光沢度の鏡面が得られる。それ以下のdutyになり、負電流が増加すると光沢はしだいに低下するようになる。この傾向はリン酸濃度の低い硫酸添加浴において顕著である。

(3) リン酸高濃度浴は低電流密度において光沢面が得られやすいが、ピットが生じやすい。低濃度リン酸浴では低電流密度での研磨効果は劣るが、70℃の高温では20A/dm²以上で光沢面が得られた。硫酸及びクロム酸の添加は浴電導度を増し、低電流密度における研磨効果を向上させるとともに平滑化を促進する。

(4) 電圧の上昇に比例して電流は増加し、被研磨剤の溶解量も電流密度及び電解時間に比例して増加する。しか

し、直流電解に比較して電流反転電解では研磨に高電圧を必要とし、溶解量も少ないことが認められた。

(昭和59年10月 本協会第70回講演大会にて発表)

(1985. 8. 30受理)

文 献

- 1) 大久保敬吾, 伊藤皓; 本誌, 33, 3, 114 (1986)
- 2) 金属表面技術協会; 金属表面技術便覧, 124 (1976 日刊工業)
- 3) ibid., 132
- 4) 表面技術総覧; 286 (1983, 広信社)
- 5) ibid., 286
- 6) 大久保敬吾, 伊藤皓; プレーティングとコーティング, 5, 212 (1985)

関 連 海 外 会 議

第12回金属表面技術国際会議開催について

— INTERFINISH '88 —

主 催 International Union for Electrodeposition and Surface Finishing
期 間 昭和63年10月18日~21日
場 所 「Palais des Congres」パリ, フランス
※詳細につきましては、今後の金表誌会告にご注意ください。

ASIA PACIFIC INTERFINISH '86

主 催 The Australasian Institute of Metal Finishing
協 賛 本協会ほか
日 時 昭和61年10月26日(月)~30日(木)
会 場 ホバート, タスマニア州, オーストラリア
講演発表 アブストラクト(250words)の締切は、5月31日(土)となりました。
原稿締切 昭和61年7月31日(木)
〈プログラム〉, 〈発表内容〉, 〈参加費〉につきましては、金表誌会告をご覧ください。
※詳細を記した2ndサーキュラーは、本協会事務局にございます。

SUR/FIN '87 INTERNATIONAL

The First International Conference & Exhibit of Electroplating & Surface Finishing, in U. S. A.
共 催 American Electroplaters & Surface Finishing Society 他3団体
協 賛 本協会ほか国内4団体, 諸外国18団体
日 時 昭和62年7月13日(月)~16日(木)
会 場 アメリカ シカゴ・マコーミックプレイス
講演発表 発表の申込を希望される方は、本年10月15日(水)までに、発表タイトル, 発表者氏名, 住所とアブストラクト(75words)を下記宛お送りください。
(注)発表申込みをされる場合、アブストラクトのコピーを1部本協会あてお送りください。
発表分野 Light Metals Finishing, Electroless Deposition, 他18分野
発表申込先 Mr. Fred Clay,
Bendix Corp., Department 8165A-1,
Box 1159, Kansas City, MO64141,
U. S. A.
※詳細を記しました英文案内書が本協会事務局にございます。