

低温硬質アルマイト処理における 「焼ケ」不良対策に関する研究

機械金属室 比嘉敏勝

1. はじめに

陽極酸化（アルマイト）皮膜を防食および装飾等の目的で利用する場合には、室温付近で電解するので、皮膜の厚さは数ミクロン程度である。これに対し硬質アルマイト処理では電解条件を低温、高電流密度に設定するので、50～200ミクロンの膜厚に上げることができる。

また、硬質アルマイト皮膜は硬度が高く、耐摩耗性および耐熱性等のすぐれた特長を有することからエンジンシリンダー、コンピューター部品および厨房品等に使用され、工業的にも重要な位置を占めている反面、低温と高電流密度処理による弊害として、電解液の流動性、反応性および電流密度等の不均一性からくるとみられる「焼ケ」による欠陥が問題となり、いくつかの研究がみられる。^{1,2)}

実験はこれらの背景を踏まえ、改善の指標を得る目的として、液組成、温度、および電解電位等と「焼ケ」度合との比較検討を行った。

2. 試験方法および測定項目

2・1 試験方法

JIS-H 4040に規定されたアルミニウム1100材を供試料とし、図1に示すような装置を用いて、アルマイト処理を行った。装置の操作はまず、スイッチを抵抗回路側に入れ、所定の電流値に設定してから電解回路側に切換え、同時に電位変化をレコーダに記録した。また、試料の前処理は次の手順により行った。

- ① 試料を洗剤により洗浄
- ② 60℃、10% NaOH 溶液に30秒間浸して脱脂
- ③ 水洗後、10% HNO₃ 溶液に浸して中和
- ④ 水洗後、アルマイト処理を施した。

また、各試験片のアルマイト処理は表1の条件で行った。

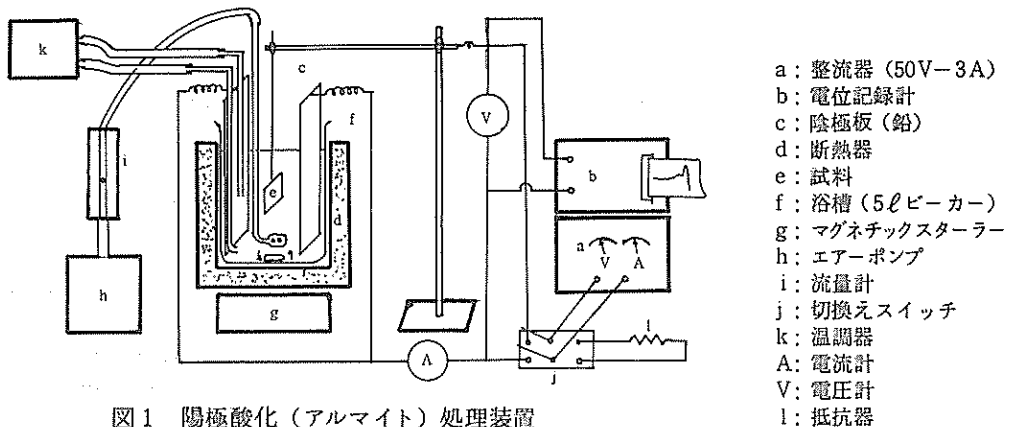


図1 陽極酸化（アルマイト）処理装置

表 1 アルマイト処理条件および測定結果

条件、測定 項目 試料No	液 組 成	電流密度 (A/dm ²)	液温℃	電解時間 (分)	電 位 (V)		「焼ケ」 度 合
					Ec	Es	
1	(硫酸 14 W/W%)	2.5	1	20	36.5	25.0	3
2		2.5	4	20	30.5	24.5	2
3		5	3	10	37.0	25.0	2
4	(硫酸 14 W/W% 硫酸アルミニウム (Al) 0.1 W/V%)	2.5	0	20	39.0	25.0	4
5		2.5	3	20	35.0	24.5	2
6		3.5	3	15	37.0	25.5	2
7	(硫酸 14 W/W% 硫酸アルミニウム (Al) 0.1 W/V% 硫酸マグネシウム 2 W/V%)	2.5	0	20	39.0	25.5	3
8		2.5	3	20	38.0	25.5	2
9		3.5	2	15	39.0	26.0	4
10	(硫酸 14 W/W% 硫酸アルミニウム (Al) 0.1 W/V% 硫酸マグネシウム 5 W/V%)	2.5	0	20	38.0	26.0	4
11		2.5	3	20	34.0	25.0	3
12		3.5	5	15	36.0	26.0	3
13	(硫酸 14 W/W% 硫酸アルミニウム (Al) 0.1 W/V% 硫酸マグネシウム 10 W/V%)	2.5	0	20	38.5	25.5	3
14		2.5	3	20	35.0	25.0	2
15		3.5	5	15	30.4	25.0	2
16	(硫酸 14 W/W% 硫酸アルミニウム (Al) 0.1 W/V% 硫酸マグネシウム 20 W/V%)	2.5	0	20	37.0	26.0	3
17		2.5	4	20	36.5	25.0	3
18		3.5	4	15	37.0	25.0	3
19		3.5	19	15	29.5	21.0	0
20		2.5	20	20	27.0	19.9	0
21		3.5	10	15	32.5	23.0	2
22	(硫酸 14 W/W% 硫酸マグネシウム 20 W/V% 硫酸アルミニウム (Al) 1 W/V%)	2.5	2	20	38.0	25.5	2
23		2.5	4	20	36.5	25.0	3
24		3.5	5	15	34.5	25.0	2
25	(硫酸 14 W/W% 硫酸マグネシウム 20 W/V% 硫酸アルミニウム (Al) 2 W/V%)	2.5	0	20	40.5	25.5	2
26		2.5	4	20	36.0	24.0	1
27		3.5	4	15	38.0	25.0	1
28	(硫酸 15 W/W% 硫酸マグネシウム 20 W/V% 硫酸アルミニウム (Al) 2 W/V%)	2.5	5	20	35.5	24.0	1
29	(硫酸 18 W/W% 硫酸マグネシウム 20 W/V% 硫酸アルミニウム (Al) 2 W/V%)	2.5	0	20	35.0	24.0	1
30		2.5	5	20	35.0	23.0	1
31		3.5	5	14	35.0	23.5	0
32	(硫酸 20 W/W% 硫酸マグネシウム 20 W/V% 硫酸アルミニウム (Al) 2 W/V%)	2.5	0	20	37.0	24.0	1
33	(硫酸 23 W/W% 硫酸マグネシウム 20 W/V% 硫酸アルミニウム (Al) 2 W/V%)	2.5	0	20	35.0	23.0	0

硬度の測定

No 31 : 333 ± 117

33 : 280 ± 60

2・2 測定項目

(1) 硬さ：「焼ケ」のない試験片、番号 31, 32 についてマイクロビッカース硬度計により測定した。測定条件として、荷重 50g、荷重時間を 20 秒とし、試験片の測定個所に水性黒色マジックを薄く塗布し、6 点を測定した。

(2) 電位：電解時に図 2 のような電位変化を示した。ここで、電解初期のピーク電位を E_c 、中間の安定電位を E_s とし、それぞれの電位をチャートから求めた。

(3) 「焼ケ」度合：各処理試験片について、表 2 に示すような目視的な判定基準によって、5 段階に分けて数量化した。

表 2 「焼ケ」度合の視覚的判定基準

焼ケ度合	「焼ケ」度合の視覚的表現
0	確認されない
1	かすかに
2	わずかに
3	目立つ
4	大いに

3. 結果および考察

硬さ、電位 E_c 、 E_s および「焼ケ」度合の測定結果は表 1 のとおりである。

「焼ケ」の度合と諸因子との間には図 3 のような関係が考えられるが、その主な因子の影響について、以下に実験結果の検討を行った。

(1) 硫酸マグネシウムの影響

図 4 のとおり、電解条件によるちがいはあるが、低濃度部分では、不安定で、10% 付近で「焼ケ」対策としては有効とみられる安定を示した。

(2) 硫酸アルミニウムの影響

図 5 のとおり、硫酸アルミニウム濃度の増加により、「焼ケ」度合は弱くなっており、硫酸アルミニウムの添加によって「焼ケ」はかなり改善されている。

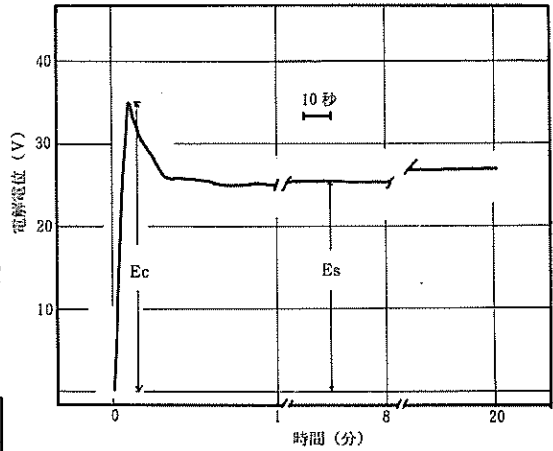


図 2 電解時の電位変化

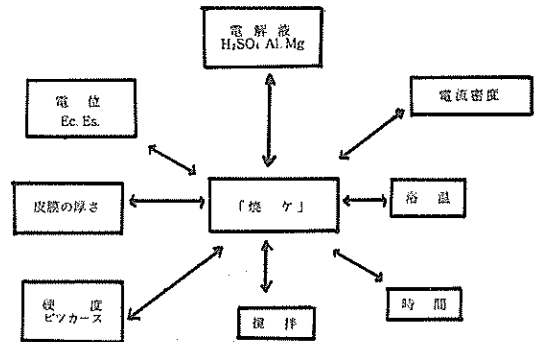


図 3 「焼ケ」と因子の関係

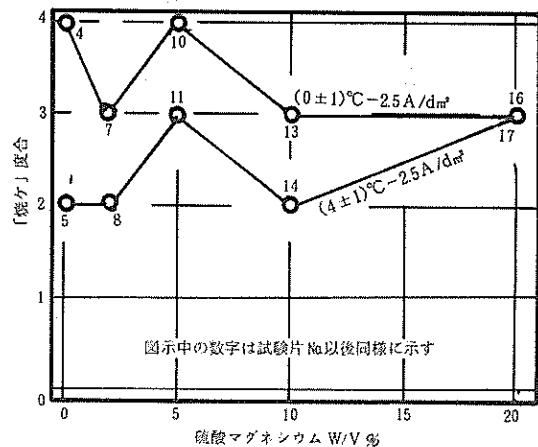


図 4 硫酸マグネシウム濃度と「焼ケ」度合との関係

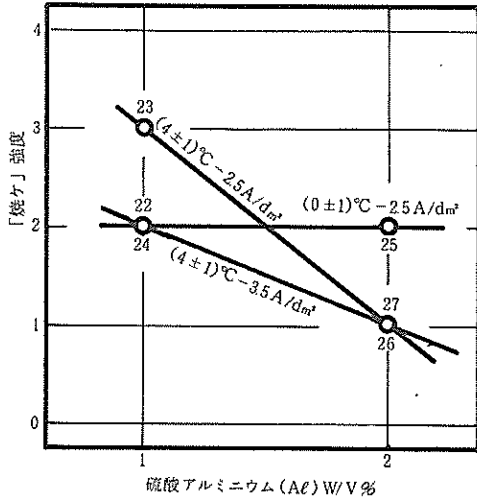


図5 硫酸アルミニウム濃度「焼ケ」度合との関係

(4) 液温度の影響

図6は各電解条件が同じのときの「焼ケ」の温度効果をみたグラフであり、温度が上昇すると「焼ケ」度合は弱くなる傾向を示したが、硫酸の影響と同様に温度の必要以上の上昇は、表面硬度低下をおこすので、注意をようする。

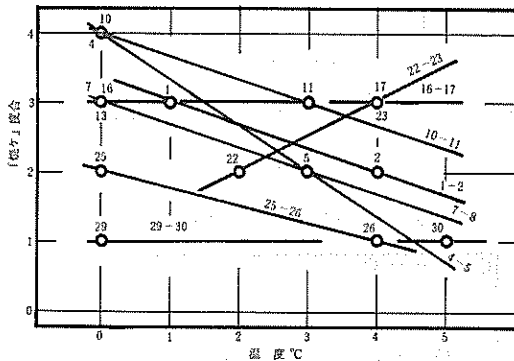


図7 電解液温度と「焼ケ」度合との関係

(5) 電位 Es との関係

電流密度 2.5 A/dm²、および電解時間20分の電解条件を満たすときの電解電位 Es と「焼ケ」度合との関係をとると、図7のように、電位 Es が低くなると「焼ケ」は弱くなる傾向を示した。

(6) 電位 Ec との関係

前述の Es と同様な条件で、Ec と「焼ケ」度合との関係をとると、図9のような相関性を示

(3) 硫酸濃度の影響

図6のとおり、(4±1)°C-3.5A/dm²、電解時間15分(0±1)°C-2.5A/dm² 電解時間 20分の各条件とも、それぞれ硫酸濃度18%、23%で「焼ケ」度合は零になった。しかし、硫酸濃度を必要以上に濃くすると表面硬度低下をおこすことが知られているので、注意が必要である。また、このときの硬度測定結果は表1に示すように約300で、実用的硬質皮膜範囲となっていることがわかる。

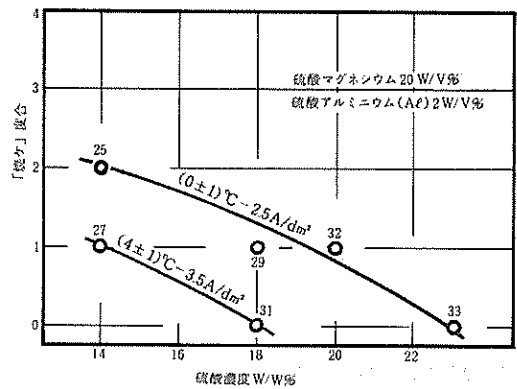


図6 硫酸濃度と「焼ケ」度合との関係

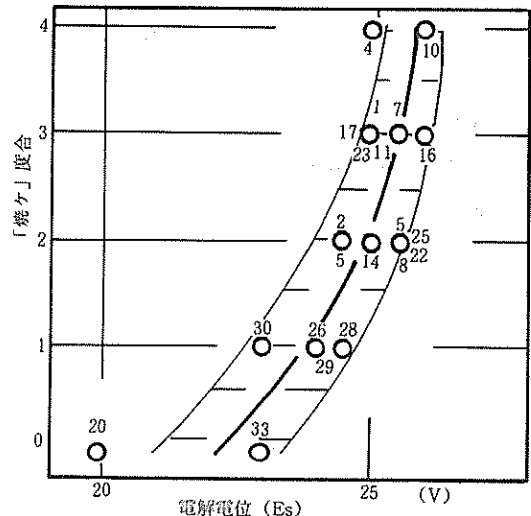


図8 電解電位 (Es) と「焼ケ」度合の関係

し、電位 E_c が低くなると「焼ケ」は弱くなる傾向を示した。

4 まとめ

「焼ケ」度合を目視によって、0～4までの5段階に数量化し「焼ケ」度合に関係するとみられる諸因子との関係を検討した。その結果、次にあげるようなことがわかった。

- (1) 電解液中の硫酸マグネシウム濃度は10%程度が「焼ケ」防止に対して、効果的である。
- (2) 硫酸アルミニウムの添加は「焼ケ」防止にかなり効果がある。
- (3) 硫酸濃度を濃くすると「焼ケ」は弱くなる。
- (4) 実験温度 0°C ～ 5°C において、温度の上昇により「焼ケ」度合は弱くなる。
- (5) 電解電位 E_s および E_c は両方とも、電位が低くなると「焼ケ」度合は弱くなる傾向を示した。

以上「焼ケ」強度と諸因子との関係は表2のようにまとめることができる。

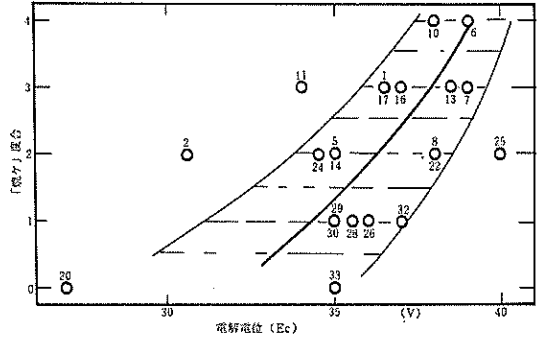


図9 電解電位 (E_c)と「焼ケ」度合の関係

表3 「焼ケ」度合と諸因子の関係

	硫酸 マグネシウム	硫酸 アルミニウム	硫酸	温度	電位 (E_s)	電位 (E_c)
「因子」強度	↗	↗ 1% → 2%	↗ 14% → 23%	↗ 0°C → 5°C	↘	↘
「焼ケ」強度	↘ 10%で前後で安定した。	↘	↘	↘	↘	↘

あとがき

本報告は昭和56年9月から12月までの3ヶ月間、中小企業技術指導員養成研修の一環として、科学技術庁金属材料技術研究所において実施した実験の結果報告である。生産現場の技術指導に主眼をおいた実験を行ったため、レポートは検討不十分な面もあると考えられるが、実験の成果は工場における「焼ケ」不良防止対策の目安として活用することが可能であると考えられる。

おわりに、終始懇切ていねいな御指導をいただきました科学技術庁金属材料技術研究所腐食防食部福島敏郎室長をはじめ室員の皆様に深く感謝いたします。

参考文献

- (1) 福島敏郎 金属表面技術 16. 177 p
- (2) 福島敏郎・伊藤伍郎 金属表面技術 19. 5. 188

編 集 沖縄県工業技術センター

発 行 沖縄県工業技術センター

〒904-2234 沖縄県うるま市字州崎 12 番 2

T E L (098)929-0111

F A X (098)929-0115

U R L <https://www.pref.okinawa.lg.jp/site/shoko/kogyo/>

著作物の一部および全部を転載・翻訳される場合は、当センターにご連絡ください。