

# 鋼の電解研磨に就て

(日本鐵鋼協會昭和16年度第5回講演會講演 昭16.12.15.東京)

田 中 實\*

## ON THE ELECTROLYTIC POLISHING OF STEELS

Minoru Tanaka

**SYNOPSIS:**—The report deals with some results of the author's experiments on the electrolytic polishing of the quenched 1.0% carbon steel. The experiments were performed according to the well known Jacquet's method. Seeing from the results of numerous tests, the author proposed the following tentative recommendation to develop the mirror-like surface of the steel:

- (1) Anode: A test piece as anode, vertically set parallel to the cathode about 25mm apart.
- (2) Cathode: Aluminium plate, the cathode surface area being about 12 times of the polished surface.
- (3) Electrolyte: (75% of anhydrous acetic acid solution)+(20% of the 60% perchloric acid solution) + (5% of distilled water).
- (4) Current density of the anode: 7.0—8.0 Amp/dm<sup>2</sup>.
- (5) Solution temperature: 15°C.
- (6) Polishing time: 5—15 min.
- (7) Fe-content in the electrolyte: 1.6—6.3 g/l.
- (8) Agitation velocity: Comparatively slow (an agitator being used.)

The conditions above mentioned are not applicable to other steels, such as annealed carbon steel, high speed steel and high-carbon and high-chromium die steel, to obtain mirror-like surfaces, but sufficient to develop their microstructures.

### 目 次

- I. 緒 言
- II. 試料及び電解液
- III. 試験装置並に試験方法
- IV. 試験結果
  1. 電流—電圧の關係
  2. 電解研磨に及ぼす諸因子の影響
    - (i) 陽極の電流密度 (ii) 液温 (iii) 攪拌速度 (iv) 電解時間 (v) 電解液の組成 (vi) 電解液中の Fe 含有量 (vii) 陽極生成物
  3. 電解研磨の機構及び電解條件の決定
  4. 電解研磨面の表面狀況
    - (i) 金屬顯微鏡及び觸針式仕上面検査機による表面検査
    - (ii) 光線反射法による表面検査
  5. 二、三の鋼の電解研磨面
- V. 結 語

### I. 緒 言

電解研磨法とは特種溶液中で金屬を陽極とし電解に依り其の研磨をなす方法である。

この方法は1935年 P. Jacquet<sup>1)</sup>が正磷酸溶液を使用し鋼の研磨に成功したるを以て嚆矢とする。其の後黄銅<sup>2)</sup>、

アルミニウム<sup>3)</sup>、亜鉛<sup>4)</sup>、錫<sup>5)</sup>、ニッケル<sup>6)</sup>、コバルト<sup>7)</sup>、鐵<sup>8)</sup>、<sup>9)</sup>及び鋼<sup>8)</sup>、<sup>10)</sup>等の電解研磨に就ても研究せられ、純粋金屬又は化學的に均質な合金はこの方法に依り鏡面光澤を有する平坦面の得らるべきことが報告せられてゐる。これに反し、不溶性不純物を含有し又は化學成分の一樣ならざる金屬及び合金の研磨面は鏡面光澤を有せずその金屬組織を現出する。

要するに本法は機械的研磨法に於けるが如き研磨面の流動、冷間鍛錬層の發生及び部分的加熱等を伴ふことなく且短時間に金屬面を研磨せんとするものである。従つて本方法は最近金屬の顯微鏡組織の研究<sup>11)</sup>、金屬面の物理的諸現象の研究<sup>12)</sup>等に採用されんとする傾向が顯著であり不銹鋼に就てはその製品の研磨に利用されてゐる。

筆者は、東京工業大學精密機械研究所に於て、山田良之助教授の御指導の下にこの方法によつて鋼の平坦面を得る手段或は補助手段に應用せんと着目せしが、この方法を行ふに際しては各種金屬及び合金に就き夫々相當の技術と熟練を必要とし従來の報告のみにては満足な結果は得られ難い。依つて焼入せる炭素鋼に就き種々なる基本的試験を行ひ比較的的良好なる結果を得た。

\*東京工業大學精密機械研究所

本文はその試験結果の概要を報告せんとするものである。

## II. 試料及び電解液

試料は市販の炭素工具鋼（東郷虫印）を用ひ、その組成は、C 1.0%, Mn 0.5%, Si 0.3%, P 及び S < 0.03% である。試験片としては標準寸法  $8 \times 8 \times 10 \text{ mm}^3$  の立方體を鹽浴爐にて  $900^\circ\text{C}$  に加熱し油焼入せるものを用ひた。

電解液は 60% 過鹽素酸、無水醋酸及び蒸溜水の混合液にてその混合比は第 1 表に示す如きものである。混合に使用せる藥品は各々國産最純のものなり。

第 1 表

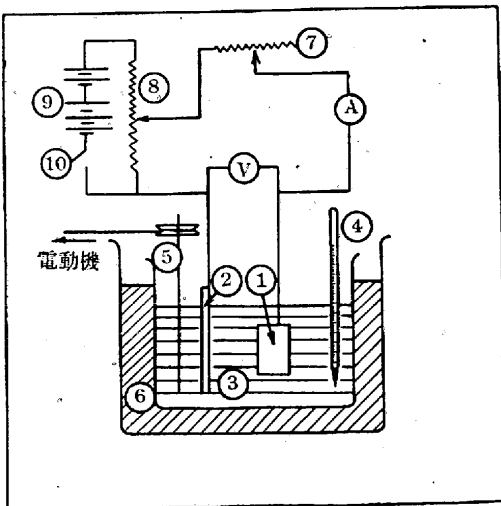
	60% $\text{HClO}_4$	$(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$	$\text{H}_2\text{O}$
I	30%	65%	5%
II*	20%	75%	5%
III	10%	85%	5%

\* 本報告中特に溶液を指定せざる場合は溶液 II を使用せるものなり。

混合は充分氷水にて冷却せる過鹽素酸液中に徐々に無水醋酸を注入し最後に蒸溜水を加へる。混合に際しては何れの場合にも爆発的化合をなし危険である。依つて筆者は長い柄を附した容器にて徐々に注入を行つた。溶液は混合後約 24 h を経て使用する。この溶液は相當の粘性及び悪臭を有し、發生するガスは器具類の銹を誘發するから取扱ひに注意を要する。

## III. 試験装置並に試験方法

電解研磨を行ふには常に研磨せんとする金屬に就きその電解状況の變化を知る必要がある。これは陽極の電流密度と兩極間の電壓の關係より推察することが出来る。適當なる電解條件は以上の推察を基底とし更に諸因子の影響を試験し決定すべきである。本試験はこの方針により行つたものであつて、使用



第 1 圖

した試験装置を圖示すれば第 1 圖の如くである。圖に於ける番號、記號は ①陽極（試験片）、②陰極、③電解液、④溫度計、⑤攪拌棒、⑥恒溫槽、⑦摺動抵抗器（ $120 \Omega$ ）、⑧摺動抵抗器（ $500 \Omega$ ）、⑨蓄電池（ $100 \text{ V}$ ）、⑩スイッチ、⑪電壓計（ $15 \text{ V}$ ,  $150 \text{ V}$ ）、⑫電流計（ $0.15 \text{ A}$ ,  $1.5 \text{ A}$ ,  $15 \text{ A}$ ）を示したものである。陰極は、市販のアルミニウム板を使用し、その寸法、形狀は  $85 \text{ mm}$  の正方形で電解液中に於ける陰極面積は陽極面積の約 12 倍である。電解液槽及び恒溫槽としては  $1,000 \text{ cc}$ ,  $2,000 \text{ cc}$  のビーカーを用ひた。本試験に於ては約  $600 \text{ cc}$  の電解液を使用し、この恒溫槽に依り液温を電解中  $\pm 0.5^\circ\text{C}$  以内に保持することが出来た。

試験方法は、先づ試験片を研磨紙 1F 又は 30 にて一定方向へ條痕を付け、ベンチン及びアルコールにて脱脂せる後重量、寸法を測定した。次に試験片を白金線又は焼鈍せるピアノ線にて結び、電解液中へ陰極と約  $25 \text{ mm}$  を隔て、垂直、平行に浸し、種々なる電解條件の下で研磨を行つた。電解終了後、水及びアルコールにて試験片を洗滌し衝風乾燥をなす。然る後研磨金屬の表面狀況を檢查し重量及び寸法の變化を測定した。寸法變化は電解前後の試験片の厚さ、幅、高さの差を以て表はした。研磨面の表面狀況はライツ製金屬顯微鏡、日本光學製觸針式仕上面檢查機及び後述の光線反射法等により檢查した。試片の寸法測定にはツァイス製指針附マイクロメーター（精度  $\pm 2 \mu$ ）を用ひ、重量變化は大正製化學分析用天秤に依つて測定した。

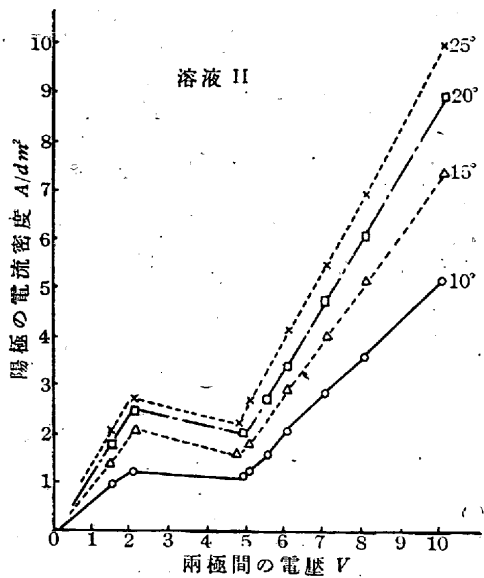
## IV. 試験結果

### 1. 電流—電壓の關係

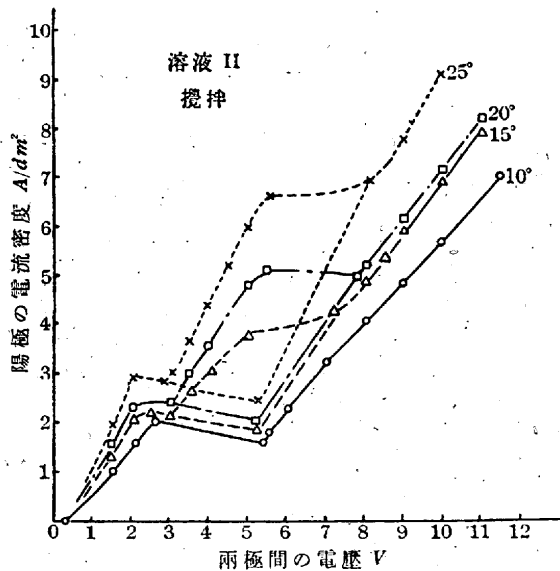
本試験は試験片を白金線で電解液中に吊し、徐々に兩極間の電壓を増加して各電壓に對應する陽極の電流密度を測定せるものである。

溶液 II に就き攪拌を行はずに液温を變化せる場合の測定結果は第 2 圖に示す如きものである。即ち兩極間の電壓はある電流密度に於て急激な増加を示す。これは陽極の不動態化に依るものであつて、この試験に於ても不動態化する電流密度は液温の上昇と共に増大する。

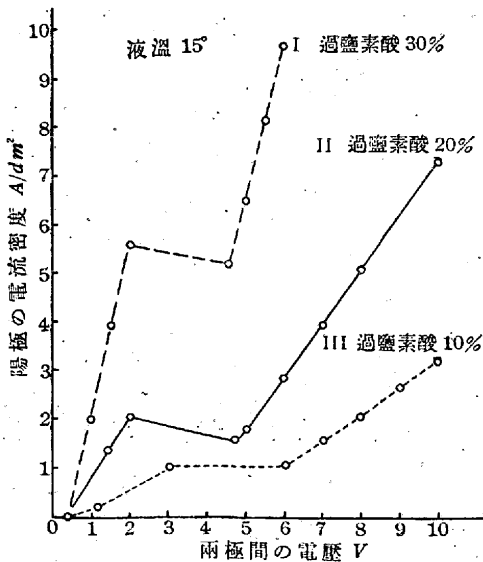
第 3 圖は同溶液を攪拌せる場合の測定結果である。液温  $25^\circ\text{C}$ ,  $20^\circ\text{C}$  及び  $15^\circ\text{C}$  の場合には兩極間の電壓はある電流密度の範圍で週期的に増減しその範圍外の電流密度に於ては直線的變化をなす。即ち陽極は電解初期に於て電流に比例して溶解し、ある電流密度の範圍にて不動態と活動態



第 2 圖



第 3 圖



第 4 圖

とを週期的に現出し最後に不動態となる。液温 10°C の場合にはこの週期的現象は認められなかつた。この結果に於ても液温の上昇は不動態化する電流密度を増大し攪拌作用も亦同様の影響を與へる。

溶液の組成を變化せる場合の測定結果は第 4 圖に示す如きものであつて、過鹽素酸の濃度の増加は不動態化する電流密度を増大せしめる。溶液 I に就き液温、攪拌速度を變化せる場合も溶液 II に於けると同様に液温の上昇及び攪拌速度の増加に依り陽極の不動態化する電流密度は大となるが、攪拌に依つて第 3 圖の如き陽極の週期的變化は認められなかつた。

## 2. 電解研磨に及ぼす諸因子の影響

1. 陽極の電流密度 陽極の電流密度は電解研磨に最も重要な因子であつて前記電流—電圧曲線に示せる如く陽極が不動態化する迄の電流密度、不動態化する時の電流密度及び不動態化する後の電流密度と大體三つの範圍に分けて考へることが出来る。然し陽極の不動態化は既述の如く種々なる因子に依り影響をうけるものであるから陽極の電流密度の範圍も亦それに應じて變化し一定した値は決定し難い。研磨面に及ぼす電流密度の影響は數多の試験の結果次に示す如くである。

陽極が不動態化する電流密度より小なる電流密度にて電解を行つた場合は陽極面は單に溶解するのみであつて研磨は行はれず鏡面光澤も認められぬ(第 6 圖)。又この場合金屬面に部分的に溶解速度の異なる處があれば陽極面は凸凹を生じ皺模様を有するが如き表面となる(第 7 圖)。陽極が不動態化せんとする電流密度にて電解をする場合には金屬面は研磨せられ鏡面光澤を呈する。然しこの場合には研磨面は金屬組織を現出する傾向があり、マルテンサイトは不明瞭であるがトルースタイトの存在は明かに認められる(第 8 圖)。良好なる研磨面はこの電流密度より幾分高き電流密度で電解するとき得られる。

従つて適當なる電流密度は陽極の不動態化する電流密度に左右せられるのであるが本試験に於ては 7~8 A/dm<sup>2</sup> が良好なる結果を與へた。これより一層大なる電流密度で電解を行ふときは陽極よりガスの發生著しく研磨面に鏡面光澤はあつても多數の小凹點を生じ金屬組織が現出する(第 9 圖)。電解温度 15°C、電解時間 15 mn とし電流密度を變化せる場合の研磨による重量變化及び寸法變化の一例は第 2 表の如し。

第 2 表

試験片 番 號	電流密度 ( $A/dm^2$ )	重量の減少 ( $g/dm^2$ )	寸法變化 ( $\mu$ )		
			厚さ	巾	高さ
211	8.50	1.141	15	21	20
210	7.83	1.020	17	20	22
214	6.95	0.874	16	16	21
212	6.49	0.815	18	14	16
213	5.83	0.735	14	14	15

即ち重量變化、寸法變化は電流密度の上昇に伴ひ増大する。

2. 液温 電解液の温度は第2圖及び第3圖に示した如く陽極金屬の不動態化する電流密度を變化せしめる。即ち液温の上昇は研磨に適當な電流密度を高めるのである。

液温を  $10^\circ$ ,  $15^\circ$ ,  $20^\circ$ ,  $25^\circ C$  としてそれぞれ適當な電流密度にて研磨せる結果  $10^\circ C$  の場合は電解の進行遅く研磨面に條痕が残留し易く,  $20^\circ$ ,  $25^\circ C$  の場合は研磨面粗雑となる傾向があり,  $15^\circ C$  の場合最良であつた。

第3表は液温を變化したときの重量變化及び寸法變化の測定結果である。

第 3 表

試験片 番 號	液温 ( $^\circ C$ )	電流密度 ( $A/dm^2$ )	電解時間 ( $mn$ )	重量の減少 ( $g/dm^2$ )	寸法變化( $\mu$ )		
					厚さ	巾	高さ
B-142	20	5.00	5	0.216	5	5	5
B-150	15	5.00	5	0.194	3	4	5
B-152	10	5.00	5	0.165	5	4	5

即ち液温の上昇に伴ひ寸法變化はあまり明かでないが重量變化は増大する。

3. 攪拌速度 電解液の攪拌は第2及び第3圖にて認められたる如く陽極金屬の不動態化する電流密度を増大せしめるが研磨面の狀況、重量變化及び寸法變化等にも亦影響を與へる。攪拌を行はざる場合金屬面は部分的に研磨せられ鏡面光澤なく、又過度の攪拌は研磨面を粗雑となし金屬組織を現出せしめる。良好なる研磨面は比較的低速度で均一な攪拌を行ふときに得られる。本試験に於ては種々なる攪拌を行ひたる結果細きガラス棒を垂直より僅かに傾斜させ電動機にて回轉させるのが適當と認められた。攪拌速度を變化せる場合の重量變化、寸法變化は第4表の如し。

第 4 表

## a. 電動機に依る攪拌

試験片 番 號	液温 ( $^\circ C$ )	電流密度 ( $A/dm^2$ )	電解時間 ( $mn$ )	重量の減少 ( $g/cm^2$ )	寸法變化( $\mu$ )		
					厚さ	巾	高さ
B-157	15	4.28	5	0.227	4	4	6
B-155	15	4.73	5	0.252	6	6	7
B-158	15	5.61	5	0.296	6	4	10
B-130	15	7.67	5	0.336	7	8	8

## b. 手に依る攪拌

試験片 番 號	液温 ( $^\circ C$ )	電流密度 ( $A/dm^2$ )	電解時間 ( $mn$ )	重量の減少 ( $g/dm^2$ )	寸法變化( $\mu$ )		
					厚さ	巾	高さ
B-148	15	3.50	5	0.163	4	4	5
B-145	15	4.00	5	0.159	2	4	3
B-150	15	5.00	5	0.194	3	4	5
B-151	15	7.00	5	0.216	4	4	4

即ち攪拌速度の増加に依り溶解減量、寸法變化何れも大となる。

4. 電解時間 電解時間は試験片の面の粗さに依り決定せられる。本試験に於ては研磨面が研磨紙 1F 仕上りのときは  $15 mn$ , 研磨紙 30 仕上りのときは  $5 mn$  が適當と認められた。電解時間を必要以上に長くすることは溶解減量を増加するのみで研磨面の悪化する惧もある。

5. 電解液の組成 過鹽素酸の濃度が増加するに従ひ電流—電壓曲線が變化することは既に第4圖に示した處である。更に試験溶液の鋼に對する影響を調べるために腐蝕力の比較を行つた。試験方法は前記試料の燒鈍状態のものを用ひ各溶液に依り腐蝕を行ひ金屬組織の明瞭に現出する迄の時間を測定するのであつて、その測定結果は次に示す如きものである。即ち溶液 I は  $1 mn$ , 溶液 II は  $1\frac{1}{2} mn$ , 溶液 III は  $3\frac{1}{2} mn$  にて明瞭なる金屬組織を現出した。これにより溶液 I 及び溶液 II は鋼に對し略同等の腐蝕力を有し、溶液 III はこれらに比し腐蝕力は相當に弱いことが認められた。電解研磨の結果は溶液 III では研磨面不良にて部分的に溶解する傾向がある。溶液 I は溶液 II と著しき差異はなく電解に依り比較的良好な研磨面を得しめる。第5表は溶液 I に依る試験結果を示すものである。

第 5 表

試験片 番 號	液温 ( $^\circ C$ )	電流密度 ( $A/dm^2$ )	電解時間 ( $mn$ )	重量の減少 ( $g/cm^2$ )	寸法變化( $\mu$ )		
					厚さ	巾	高さ
B-123	10	4.33	5	0.26	5	5	5
B-124	10	4.93	5	0.28	6	4	5
B-125	10	5.95	5	0.29	4	7	6
B-126	10	6.89	5	0.29	7	6	5
B-136	15	4.87	5	0.34	5	4	7
B-133	15	6.86	5	0.34	7	6	7
B-134	15	8.06	5	0.37	9	8	8
B-135	15	8.80	5	0.36	8	7	7

即ち溶解減量、寸法變化は溶液 II に比して何れも増加してゐる。液温は  $10^\circ C$  のときが良好なる研磨面を與へ、 $15^\circ C$  のときは研磨面が粗雑となる傾向がある。第5表中試験片 B-126 の電解研磨面は比較的良好であつた。

6. 電解液中の Fe 含有量 本試験中電解液は常にある期間に於て良好なる研磨作用を呈しその前後に於ては如

何なる電解条件にても研磨作用不良となる。この事實は溶液中の  $Fe$  含有量が電解研磨と関係あるやうに思はせる。依つて筆者は新溶液に就き最初に良好研磨面が得られた場合及び研磨作用不能となりたる場合の溶液中の  $Fe$  含有量を分析し 1.555 g/l 及び 6.296 g/l なる結果を得た。(溶液中には  $Fe^{II}$ ,  $Fe^{III}$  が共存し居るも分析結果は  $Fe^{III}$  として重量分析せるものである。)

即ち陽極金属は溶液中にこの範囲の  $Fe$  含有量が存在するとき研磨に最適の影響を及ぼすものと考へられる。

7. 陽極生成物 / 陽極生成物は電解に依り溶出する陽極物質と溶液との化合物であつて茶褐色を呈し陽極全面に發生する。その組成は  $F_3(CH_3CO_2)_6(OH)_2ClO_4 \cdot 4H_2O$  と推定<sup>8)</sup> されてゐる。前記電流-電圧曲線に認められた電圧の急激なる上昇即ち不動態の出現はこの陽極生成物の發生に起因する陽極の異常溶出を示すものである。而してその發生は既述の如く溶液の組成、液温及び攪拌状態等に依り變化する。陽極生成物は電解に際し攪拌強烈なときは薄膜となつて陽極より剝離するのが認められ、この場合の研磨面は組織を現出し粗雑である。良好な研磨面が得られる場合の陽極生成物は濃厚溶液の層の如く認められ膜状を呈さぬ。この生成物の爲に陽極は溶液と直接接觸する時間が短く焼入鋼に於ては組織を現出しない。この生成物は電解終了後水及びアルコールにて洗滌すれば除去することが出来る。

### 3. 電解研磨の機構及び電解条件の決定

電解研磨の機構は凸凹を有する陽極が電解に依り陽極生成物に覆はれ陽極生成物が電氣傳導度不良の爲凸部は凹部より大なる電流密度で電解されることとなり急速に溶出して平坦面が得られると考へられてゐる<sup>1)</sup>。従つて良好なる研磨面を得るには陽極生成物を適當な厚さに發生させこれを通し適當なる電流で電解し陽極面の凸部のみを溶出することが必要である。故に上記の如く不動態化する電流密度より幾分高き電流密度にて電解を行ふべきである。又陽極生成物を適當なる層厚に發生せしめるためには適當なる液温、溶液中の  $Fe$  含有量及び攪拌速度等に依り陽極物質が溶液中へ溶出する擴散速度を良好ならしめることが必要である。

本試験に於て種々なる因子の影響を調査した結果、筆者は次に示す如き電解条件を決定した。

電解液：溶液 II

電流密度：7.0~8.0 A/dm<sup>2</sup>

電解温度：15°C

電解時間：5~15 min

電解液中の  $Fe$  含有量：1.6~6.3 g/l

攪拌速度：電動機附攪拌機に依り比較的低速に行ふ。

この電解条件で研磨を行ひたる結果良好なる研磨面が得られ、その場合の寸法變化、重量變化を示せば第6表の如きものである。

第 6 表

試験片 番號	液温 (°C)	電流密度 (A/dm <sup>2</sup> )	電解時間 (min)	重量の減少 (g/dm <sup>2</sup> )	寸法變化(μ)			研磨面 の寫眞
					厚さ	巾	高さ	
B-130	15	7.67	5	0.336	7	8	8	圖-10
B-131	15	7.26	5	0.358	8	7	7	圖-11
B 161	15	7.58	6	0.379	7	7	11	圖-12
B-146	15	7.82	15	1.153	22	18	28	圖-14

即ち良好な研磨面が得られる場合の陽極の溶解減量は電解時間 5 min で大體 0.34~0.36 g/dm<sup>2</sup> であり、研磨面の寸法變化は一面に就き約 4 μ の減少である。

### 4. 電解研磨面の表面狀況

本項は本試験に於て種々なる電解条件の下で得られた研磨面の表面狀況を金屬顯微鏡、觸針式仕上面検査機及び光線反射法によつて検査した結果を一括して説明せんとするものである。

1. 金屬顯微鏡及び觸針式仕上面検査機による表面検査  
第5~第15圖は金屬顯微鏡によつて得られた研磨前後の表面狀況であり、第16~第25圖はそれらの研磨面を日本光學製觸針式仕上面検査機によつて試験した結果を示すものである。

第5圖及び第16圖は電解前に附した研磨紙30の條痕でこの程度の仕上になると仕上面検査機による測定は困難になる。第6及び第17圖は電流密度低き場合の研磨面で研磨行はれず多くの凸凹が發生し表面狀況は研磨前の研磨紙30の仕上面より悪化する。第7及び第18圖も電流密度低き場合の一例で皺模様の發生した研磨面である。これらの場合の研磨面は鏡面光澤はない。第8及び第19圖は研磨が行はれ鏡面光澤もあるが金屬組織が現出してゐる研磨面の状態で、第8圖の黑色小島は油焼入に依り生じたトルースタイトで地にはマルテンサイトが薄く見える。仕上面検査機の結果も第17及び第18圖の場合より著しく良好になつてゐる。このやうな研磨面は陽極が不動態化せんとする電流密度で電解せるときに得られる。良好な電解研磨面はかくの如き電流密度よりも幾分高き電流密度で

電解するときを得られる。第9及び第20圖は電流密度の高過ぎたときに生ずる研磨面の一例でトルースタイト及びマルテンサイトが相當明かに現出してゐる。この場合研磨面には小凹點が生じて居り粗雑となることが仕上面検査機の結果より判り又肉眼でも認められる。金屬組織を検査するのであるならば第8及び第9圖に示せる如き研磨面であつてもこれらを更に普通の腐蝕液にて腐蝕を行ひ非常に良好なる結果が得られる。

第10、第11及び第12圖は研磨紙30で表面仕上げせる試験片を前記の如く決定したる電解條件(第6表参照)にて研磨したものを示し、第21~第23圖はこれらの研磨面の仕上面検査の結果である。研磨面は何れも鏡面光澤を有し平坦で金屬組織の現出もなく良好である。第12圖は

焼入の際に生じた微細なる焼割が明瞭に現出せる一例を示す。第13及び第24圖は研磨紙1Fに依る條痕とその仕上面検査の結果で、研磨紙30仕上の場合に比し著しく粗な面であることが判る。第14及び第15圖はこの研磨紙1Fの仕上面より電解して得られた良好研磨面(電解條件は第6表B-146参照)で倍率を70倍及び360倍にして同一部分を撮影せるものである。第25圖はこの良好研磨面を仕上面検査機で調べた結果で、研磨紙1F仕上面に比し著しく良好な表面になつてゐる。

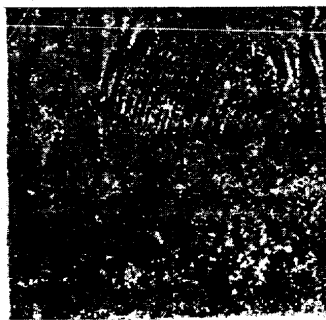
以上こゝに挙げた數種の研磨面は本試験に於て現出せる代表的のものであつて、液温、攪拌狀況及び電解液の組成等が變化したときに生ずる研磨面もこれらの何れかに屬する。



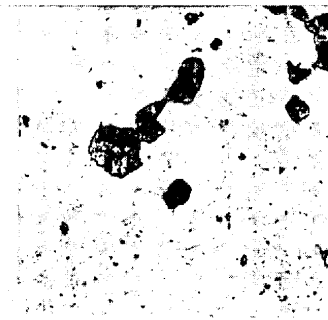
第5圖 研磨紙30仕上  
研磨前 ×360



第6圖 C.D.低く研磨されぬ  
B-157 ×360



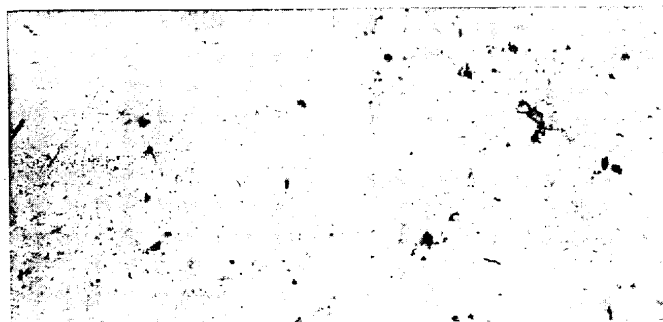
第7圖 C.D.低く研磨不良  
B-128 ×360



第8圖 C.D.低く研磨面に  
組織現出す B-188 ×360

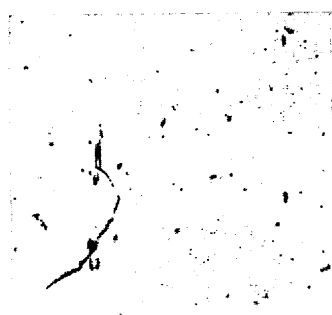


第9圖 C.D.高く研磨面に  
ピット現出す B-159  
×360

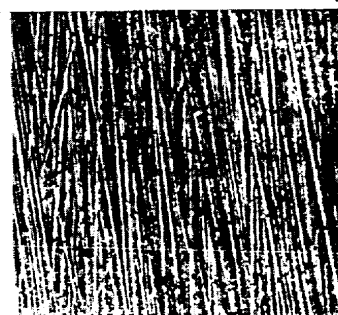


第10圖 良好研磨面  
B-130 ×360

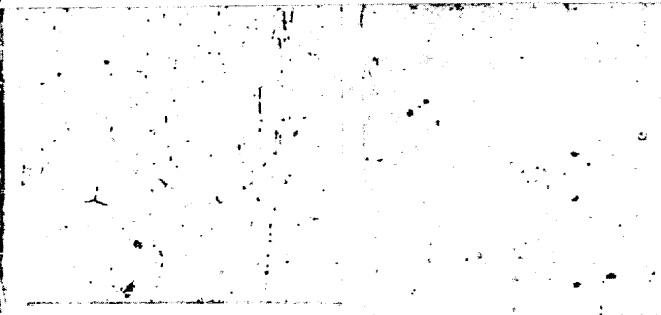
第11圖 良好研磨面  
B-131 ×360



第12圖 良好研磨面  
B-161 ×360

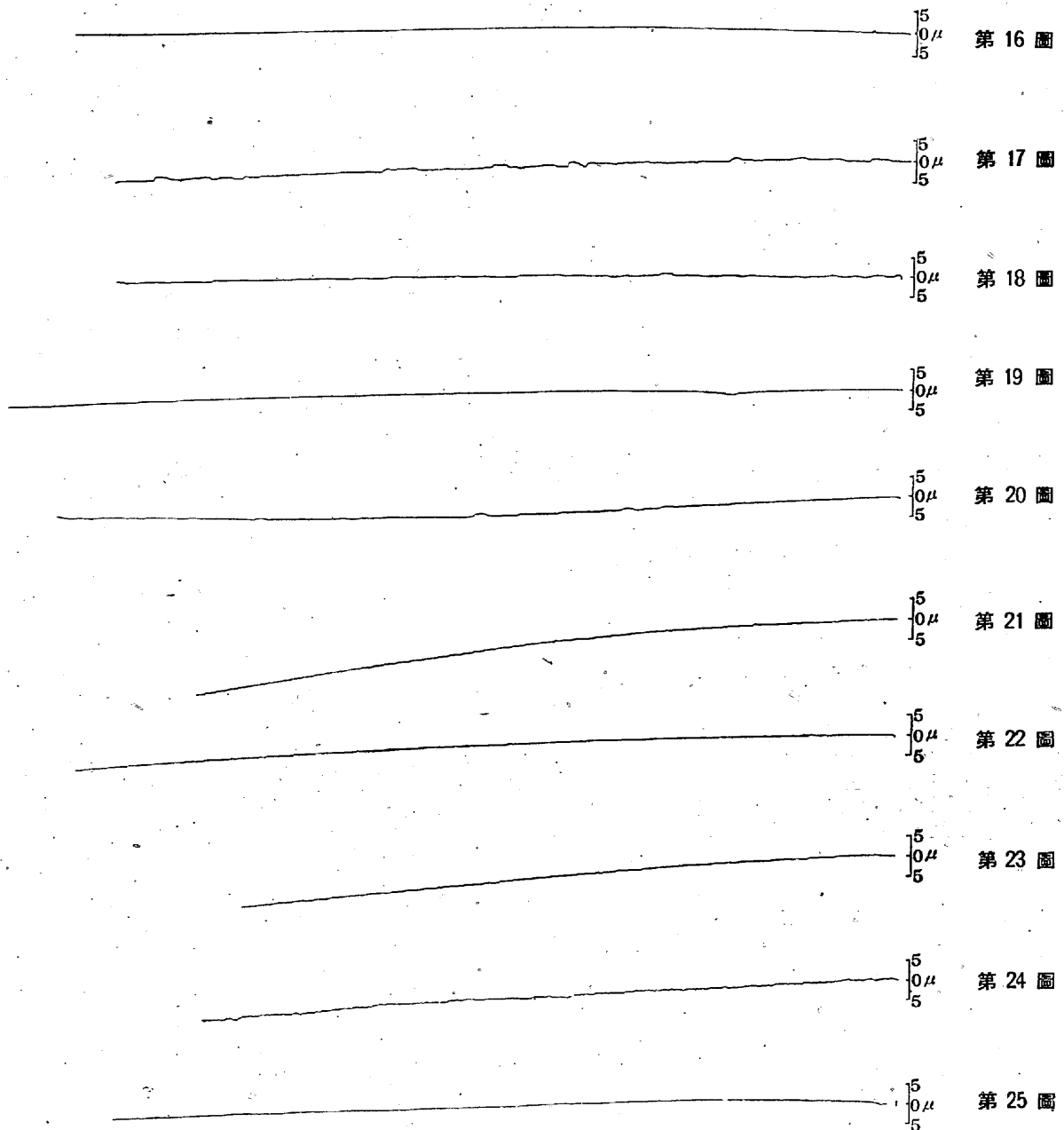


第13圖 研磨紙1F仕上  
研磨前 ×360



第14圖 良好研磨面  
B-146 ×70

第15圖 良好研磨面  
B-146 ×360

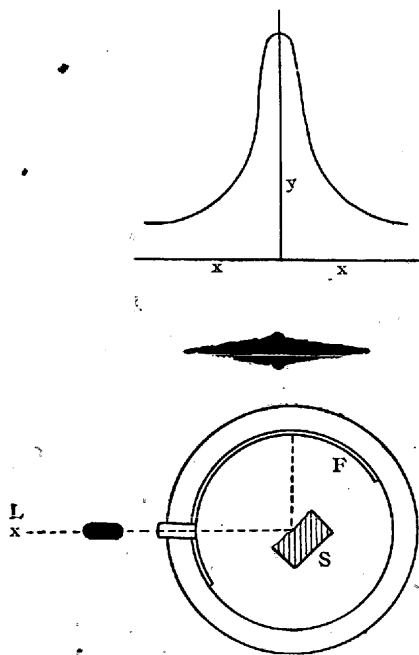


電解研磨面にあつては研磨面が局部的に良好であつても均一に研磨せられてゐるか否かが問題となり上記の検査方法ではその目的が達せられ難い。又觸針式仕上面検査では比較的良好的な電解研磨面になるとその良否を決定することが困難となる。依つて筆者は光線反射法を用ひて電解研磨面を検査し併せて機械的仕上面との比較を行つた。

2. 光線反射法による表面検査 この方法は既に眞島博士<sup>13)</sup>、福島博士<sup>14)</sup>及び Schmaltz<sup>15)</sup>等に依つて行はれたものである。即ち第 26 圖はその方法の概略を示したもので、一定の孔隙を通過せる光線が粗なる面で反射すれば光線は分散しその反射光線の強度分布は圖中の曲線の如くなる。この曲線の形状によつて仕上面の表面状況を比較する

ことが出来る。

筆者はこの検査を行ふに當り、先づ一定の孔隙を通過せる光線が電解研磨面或は機械的仕上面によつて如何なる程度に分散するかを試験した。試験装置としては X-線用寫眞機を使用し、第 26 圖の如くその中心に試片 S を置き光源 L として 100 W のマツダガス入電球を用ひ、感光線コンマercialペーパー F に直接反射光線を感光せしめた(露出 1 mm, 現像コンマercial指定液 (0°F, 3 min)). 試験片には 0.15% C の軟鋼の焼鈍状態のものと、電解研磨試験に用ひた 1.0% C の焼入鋼をラシヤ及び各種研磨紙にて仕上げたもの、ラシヤ仕上げ後腐蝕剤にて腐蝕したもの及び前掲の各電解研磨面を用ひた。試験片の仕上げ方法は、試片



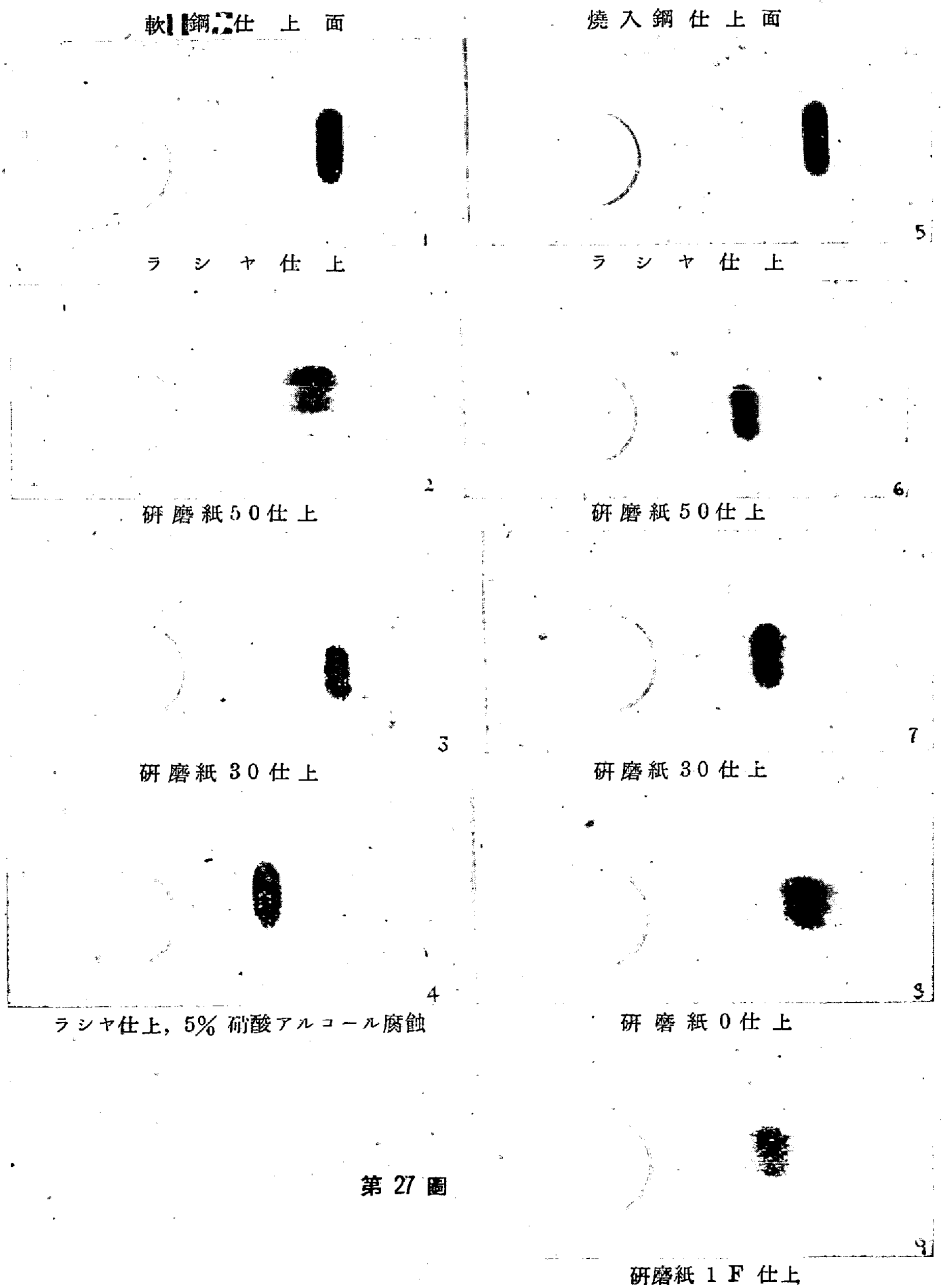
第 26 圖

合もラシヤ仕上げしたものは明瞭に孔隙の影像を示し、強度も最大で、研磨紙が粗くなるに従つて反射光線の分散が著しくなり強度が減少する。研磨紙1F程度の仕上げになると孔隙の影像は認め難くなる。ラシヤ仕上げした軟鋼を5%硝酸アルコール溶液で常時吾々が検鏡を行ふ程度に腐蝕せしめた面に於ては、反射光線は分散せず紡錘形の影像を示しその強度は著しく減少する。即ち腐蝕面による反射光線の影像は各種研磨紙による仕上げのそれとは全く異つた状態となることが認められた。又軟鋼と焼入鋼に就て同じ仕上げ程度の面を比較すれば焼入鋼の方が影像が明瞭であり、反射強度が強い。例へば研磨紙0或は研磨紙1F程度の仕上げを行つた軟鋼試片による反射光線は商業用ペーパーに1mmの露出では非常に微弱なる影像しか感光せしめぬが焼入鋼にあつては圖示せる如き程度の影像が得られる。

第 28 圖は電解研磨面に就て行つた試験結果で、研磨紙 30 仕上げの焼入鋼試験片を電解研磨し、種々なる電流密

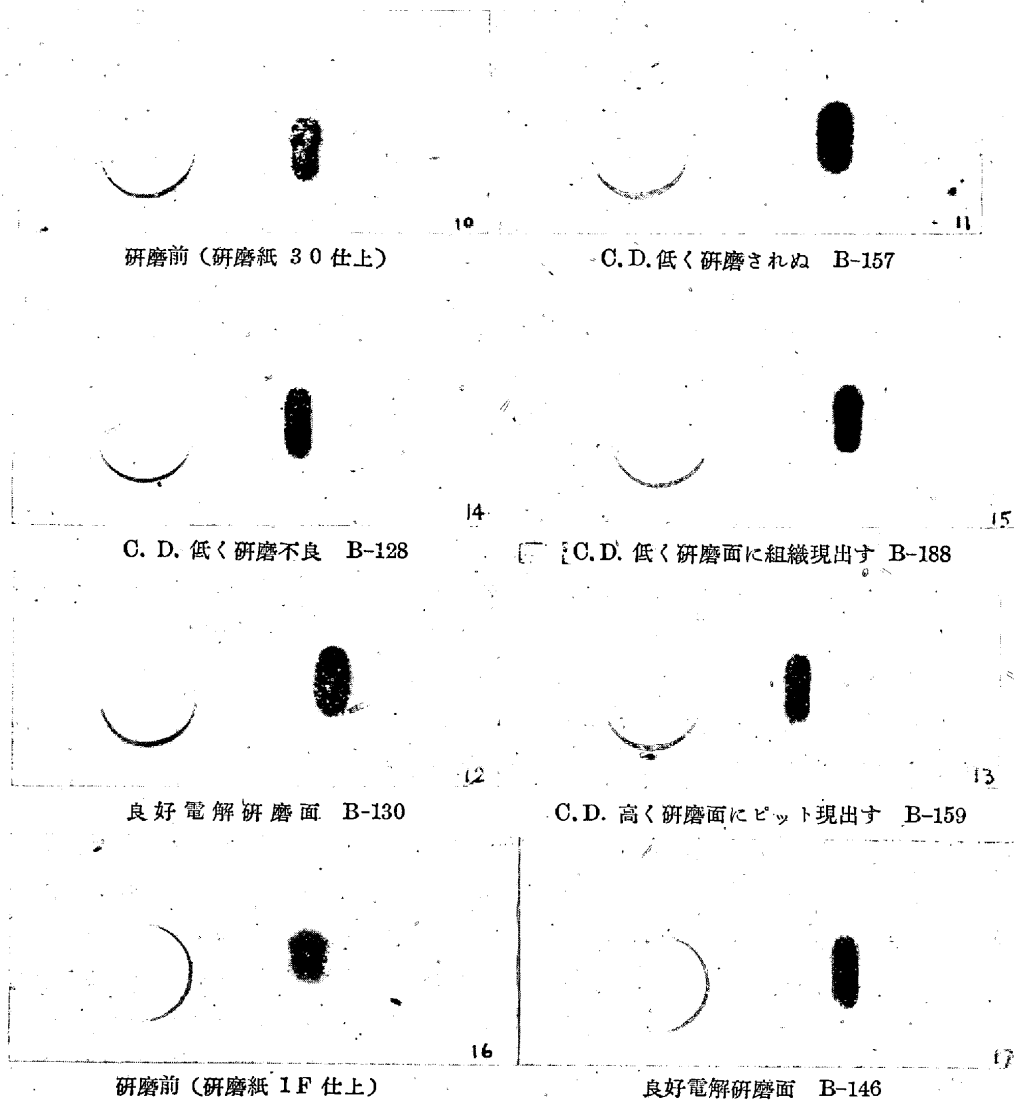
を新しき研磨紙上にて靜かに研磨したもので、研磨紙は國産品として優良と認められてゐるのである。第 27 圖は軟鋼及び焼入鋼を機械的に仕上げた面の試験結果を示す。即ち軟鋼、

度によつて得られた研磨面（第 6~10 圖参照）及び研磨紙 1F 仕上げの試片を電解研磨して得た良好研磨面（第 14 圖）より得られたものである。圖に見られる如く電解研磨面による影像には、何れも反射光線の分散が研磨紙仕上げ面の如く著しくなく、不良研磨面は影像の幅が大となり、前記のラシヤ仕上げ面を腐蝕したものである。これは顯微鏡寫眞によつても見られる如く研磨紙による均一なる條痕が消失し、圓味のある凸凹が発生したためである。電解研磨面が良好になるに従つてその影像も次第に明瞭となり幅が狭くなり強度も大となる。然しこの影像の幅は良好電解研磨面のものでもラシヤ仕上げのものと比較すると大きい。電解の際の電流密度が高過ぎ研磨面が再び悪化すると影像の幅が擴がり不明瞭となる。



第 27 圖



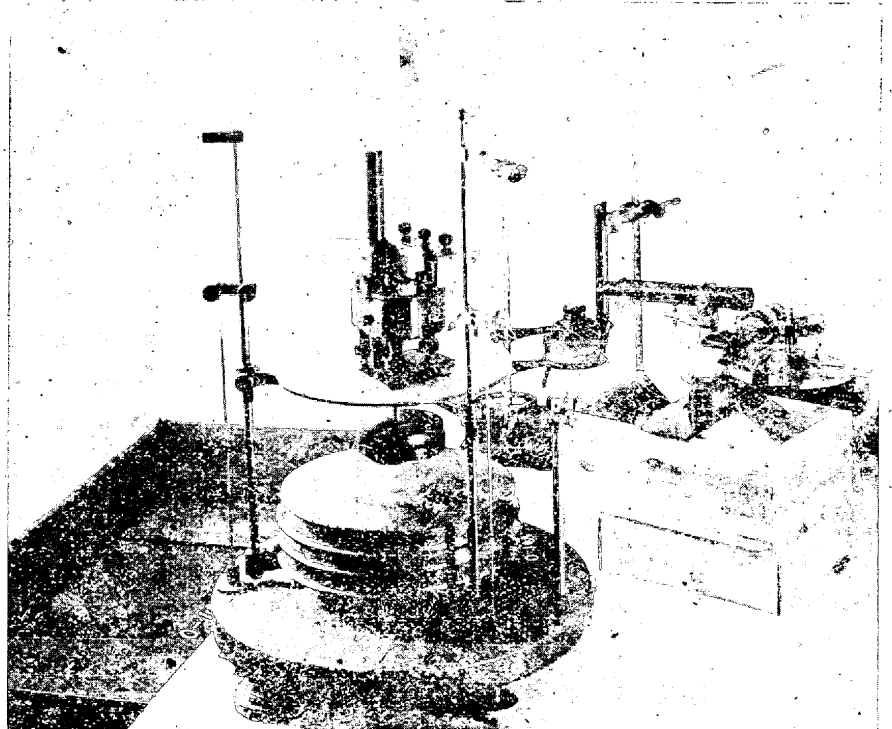


第 28 圖 電 解 研 磨 面

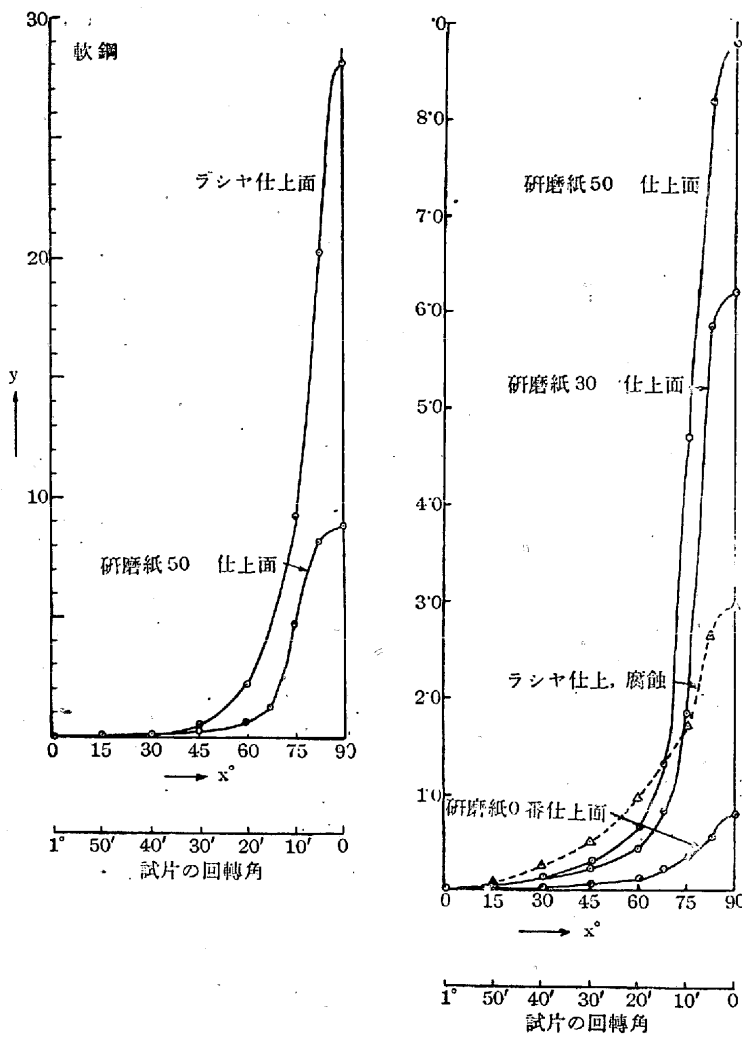
以上の如くこの方法によつて簡単に研磨面の大體の表面狀況を推察したのであるが、これを定量的に比較するためにこの反射光線の強度を光電管に依つて測定した。

第 29 圖はその測定装置を示したものである。光源にはマツダトーキー用エキサイトランプを用ひ、試片を分光計の回轉臺に載せ、試片よりの反射光線を光電管に入れる如くし、回轉臺を靜かに回轉せしめつゝ光電管に連絡した檢流計の振れを測定した。光電流は増幅を行ふことなく充分に讀むことが出來た。回轉角度  $x$  と檢流計の振れ  $y$  との関係は第 26 圖の曲線の如くなることは周知のことである。測定結果を第 30 圖及び第 31 圖に示す。圖には曲線が對稱なるため測定曲線の半分のみを畫い

た。第 30 圖は前記軟鋼の各仕上面に就き測定した結果で、ラシヤ仕上は著しく反射強度が大なることが明かであり、各研磨紙仕上面もその粗さの相異によつて漸次反射強度が減少し、その曲線の形状も大體同様である。然しラシヤ仕上面を腐蝕したものは反射強度が著しく減少すると同時に曲線の形状が幾分他と異り研磨紙仕上面の測定曲線より曲線の傾斜が緩かになつてゐる。第 31 圖は前記焼入鋼の各機械的仕上面及びこれを電解研磨した良好研磨面の測定結果で、ラシヤ仕上面及び各種研磨紙仕上面は軟鋼の場合より何れも著しく反射強度強く、又電解研磨によつて相當良好なる研磨面が得られてゐることが判る。即ち圖中 30 電解研磨及び 1F 電解研磨は研磨紙 30 及び 1F



第 29 圖

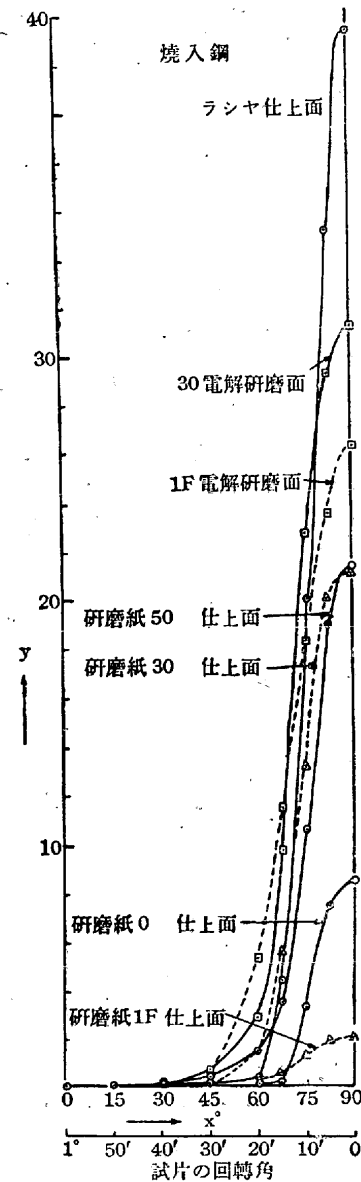


第 30 圖

仕上面より電解研磨によつて得られた良好研磨面（第 10 及び第 14 圖）の測定曲線を示したものである。研磨紙 50 仕上面は研磨紙 30 仕上面と殆ど同様なる結果が認められたことは軟鋼の場合と相異なる点である。電解研磨面の測定曲線の傾斜が各研磨仕上面の曲線より幾分緩かになつてゐることは軟鋼の場合のラシヤ仕上面を腐蝕したものと同様な傾向で、前述の孔隙の影像の幅が大きくなつた結果と一致する。

これらの測定曲線を數值的に表はす方法としては従來確率曲線<sup>15)</sup> 或は對數曲線<sup>13), 14)</sup> の式が用ひられて居つた。本試験に於ては反射強度の最高値を比較する必要があり又試片の回轉角 1° で檢流計の振れは殆ど 0 と認められる結果が得られたので測定曲線を正弦函數で表す方法を採用した。

反射強度の最高値は光源及び試験片の表面の汚れ等に著しく左右せられる故、光源の強度は各測定毎に一定の實驗用鏡面によつて檢査し常に一定なる如くし試験片の表面は



第 31 圖

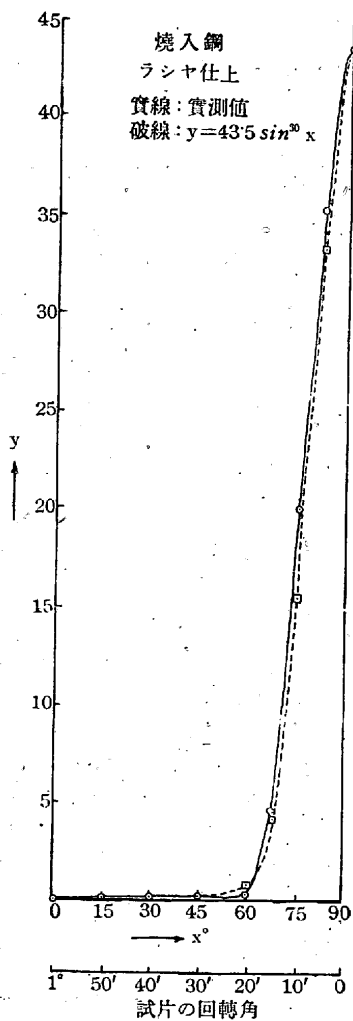
た。即ち第 32~34 圖は焼入鋼をラシヤ仕上したもの、研磨紙 30 仕上面（第 5 圖）とこれを電解研磨したもの（第 10 圖）及び研磨紙 1F 仕上面（第 13 圖）とこれを電解研磨したものの測定曲線と上式を適用した算出曲線を示したもので、これらの測定曲線が上式によつて大體表示し得ると考へられる。

第 7 表は各測定曲線に就て上式を適用した結果を一括したものである。表中に示したブロック・ゲージは國產最高級のものでこのブロック・ゲージの測定面を平坦度、粗度何れも極めて優秀なる理想的研磨面の一例として實驗した。この場合の算出曲線式の A 及び n は兩者とも他の仕上面のそれに比し著しく大となる。各種研磨紙仕上面のものは軟鋼及び焼入鋼を問はず何れも A のみが變化し n は大體

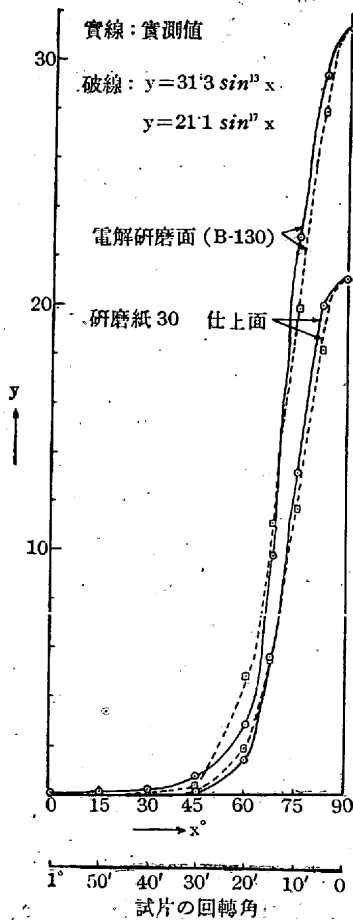
ベンヂン、アルコールで洗滌して實驗した。

測定曲線は大體  $y = A \sin^n x$  によつて表はすことが出来る。こゝに y は檢流計の振れ、x は試片の回轉角に相當する角度、A 及び n は常數である。

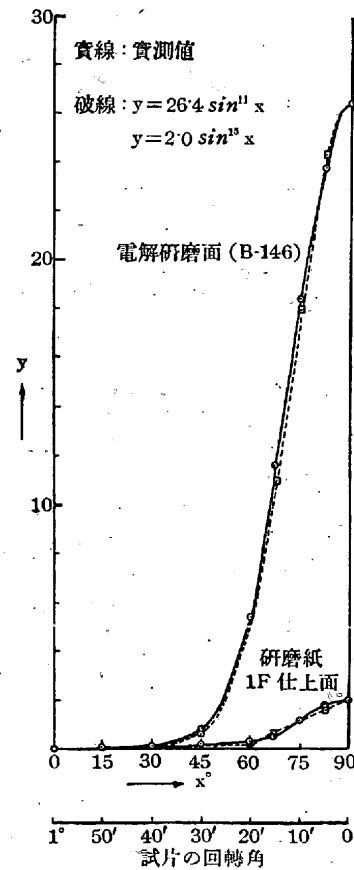
元來ラシヤ仕上面、研磨紙仕上面及び電解研磨面等は全く異つた仕上面状態を有するものであるからこれらの状態を一つの式によつて表示するのは困難なことであり、従つて上式は何等物理的意義を有するものではないが比較的測定曲線に近似の値を示すことを認め



第 32 圖



第 33 圖



第 34 圖

第 7 表

	軟 鋼	焼入鋼
ラシヤ仕上	$y = 28 \sin^{25} x$	$y = 43.5 \sin^{30} x$
研磨紙 50	$y = 8.8 \sin^{18} x$	$y = 21.4 \sin^{19} x$
” 30	$y = 6.2 \sin^{22} x$	$y = 21.1 \sin^{17} x$
” 0	$y = 0.77 \sin^{19} x$	$y = 8.45 \sin^{19} x$
” 1F	—	$y = 2 \sin^{16} x$
ラシヤ仕上, 5% Nital 腐蝕	$y = 2.95 \sin^9 x$	—
ブロック・ゲージ(A-級)		
測定面	$y = 108 \sin^{107} x$	
側面	$y = 8 \sin^{13} x$	
電解研磨面		
研 磨 前	$y = 21.1 \sin^{17} x$	研磨紙 30 仕上, 第 5 圖
研 磨 後 (1)	$y = 5.23 \sin^{15} x$	第 6 圖
” (2)	$y = 10.9 \sin^{22} x$	第 7 圖
” (3)	$y = 28.4 \sin^{18} x$	第 8 圖
” (4)	$y = 31.3 \sin^{18} x$	第 10 圖
” (5)	$y = 25.3 \sin^{13} x$	第 9 圖
研 磨 前	$y = 2 \sin^{16} x$	研磨紙 1F 仕上, 圖-13
研 磨 後	$y = 26.4 \sin^{11} x$	第 14 及び第 15 圖

一定である。電解研磨面は研磨紙仕上面に比し A は増大するが n が減少する。このことは研磨紙 1F 仕上面を電解研磨した例を見れば明かなる如く A は電解によつて 13

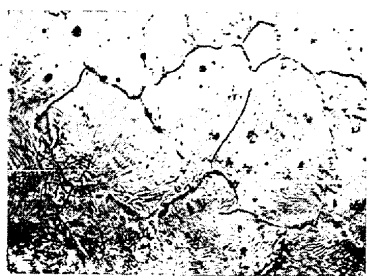
倍程度になるが n は 15 から 11 に減少する。この結果を顕微鏡による検査の結果と総合すれば電解研磨面は研磨紙による細かい様な條痕は消失した非常に美麗なる鏡面であるが幾分大きな波状を呈してゐるのではないかと想像せられる。然しこの状態は觸針式仕上面検査機で認めることは出来なかつた。

### 5. 二、三の鋼の電解研磨面

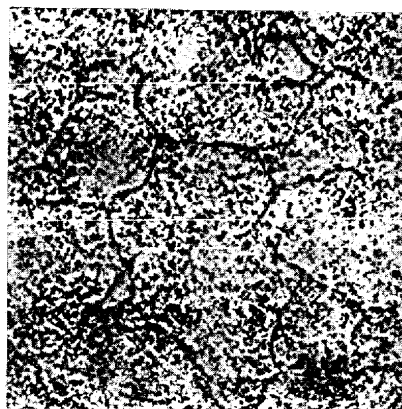
不均一組織を有する鋼は電解研磨によつてその組織を現出する。標準状態及び焼入焼戻した炭素鋼並びに高速度鋼、ダイス鋼等に就き電解研磨を行つた研磨面を参考のために示す。試片は何れも研磨紙 30 仕上をなし前記決定せる電解条件によつて研磨を行つた。第 35 圖は滲炭層の超共析部分の電解研磨面で初析セメンタイト及びパーライト中のセメンタイトが浮上つて現出してゐる。第 36 圖は標準状態及びセメンタイトを球状化した 1.4% C 鋼を 780°C より水焼入し 400°C に焼戻したソルバイト組織を有する場合の電解研磨面で、セメンタイトが明瞭に現出してゐ

る。第 37 圖は 18-4-1 C<sub>65</sub> % の高速度鋼の焼鈍状態のものをラシャ仕上して腐蝕したものと電解研磨面とを比較した例で、電解研磨面には複炭化物が粒状に凸出する。第 38 圖は 2.2% C, 13% Cr のダイス鋼をラシャ仕上して腐蝕した場合と電解研磨面を比較したものである。又第 39 圖は硬質クロム鍍金面を電解研磨した一例で、電解研磨によつてクロム鍍金面の凸出せる粒状態が溶け去り鍍金面に存在する無数の龜裂が明瞭に現出するのである。

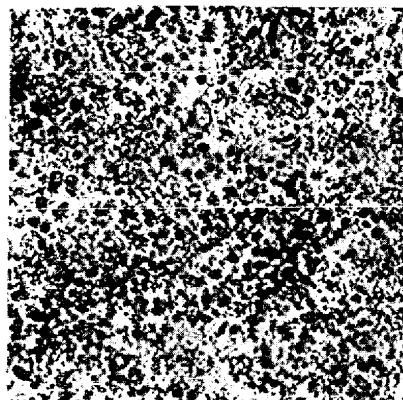
## V. 結 語



第 35 圖 滲炭層電解研磨面  
×500

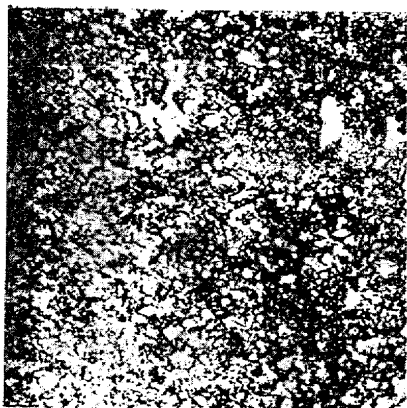


(標準組織)

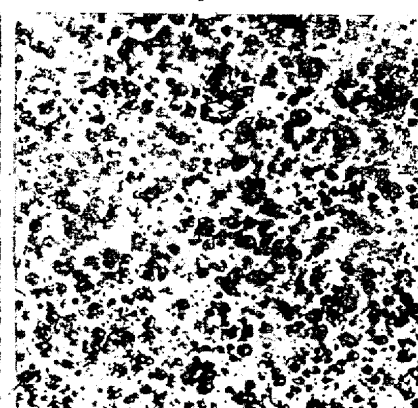


(球状化せるもの)

第 36 圖 1.4% C 鋼, 780°C 水焼入, 400°C 焼戻 ×500

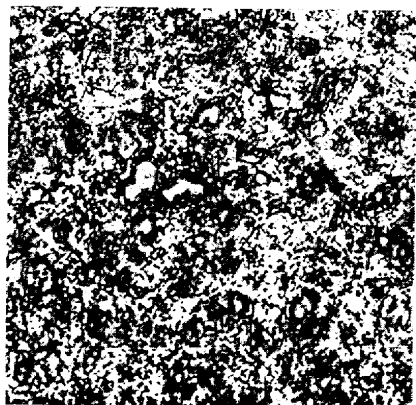


ラシャ仕上, 腐蝕

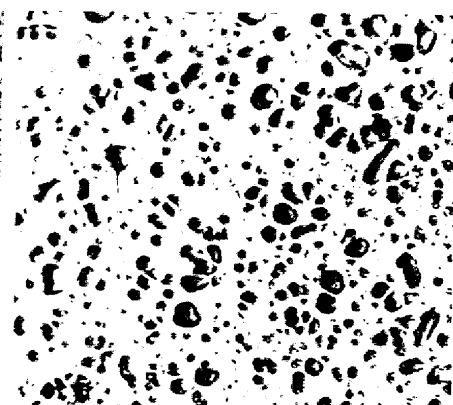


電解研磨面

第 37 圖 18/4-1 C<sub>65</sub> % 高速度鋼 ×500



ラシャ仕上, 腐蝕 ×500



電解研磨面 ×500

第 38 圖 ダイス鋼 (2.2% C, 13.0% Cr), 870°C 油焼入

焼入状態に於ける炭素含有量 1.0% の炭素鋼の試片 (標準寸法  $3 \times 8 \times 10 \text{ mm}^3$ ) に就て行つた無水醋酸及び過鹽素酸混合液に依る電解研磨試験の結果を要約すれば次の如くである。

(1) 陽極の電流密度と兩極間の電圧の關係を測定し更に研磨面に及ぼす諸因子の影響を調査し、良好研磨面の得られる電解條件を決定した。同時に電解に依る試片の重量變化、寸法變化及び研磨面の状態等を測定した。

(2) 陽極は電解に依り不動態を出現し、不動態化する電流密度は液温の上昇、溶液の攪拌及び過鹽素酸の濃度の

増加に伴ひ増大する。

(3) 良好研磨面を得る電解條件として次に示す如きものを適當と認めた。

i) 陽極:

試験片を陽極となし陰極と

約 25 mm. を隔て垂直平行に設置す。

ii) 陰極: アルミニウム板; 電解液中の陰極面積は陽極面積の約 12 倍を有す。

iii) 電解液: (無水醋酸溶液 75%) + (60% 過鹽素酸溶液 20%) + (蒸溜水 5%) の混合液。

iv) 陽極の電流密度:  $7.0 \sim 8.0 \text{ A/dm}^2$

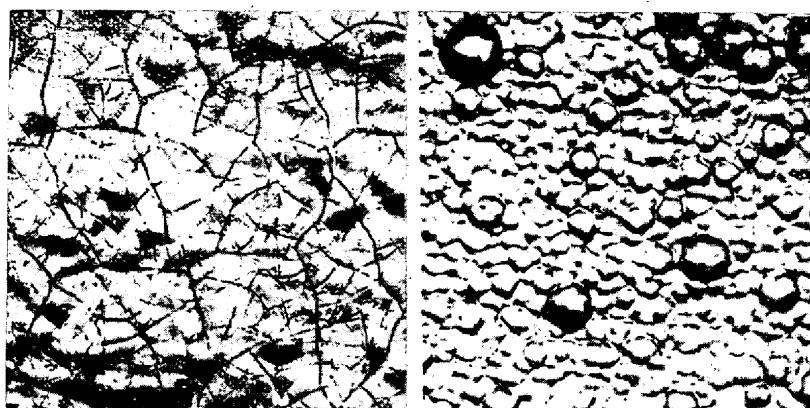
v) 電解温度:  $15^\circ\text{C}$ 。

vi) 電解時間: 5~15 mn.

vii) 電解液中の Fe 含有量:  $1.6 \sim 6.3 \text{ g/l}$ 。

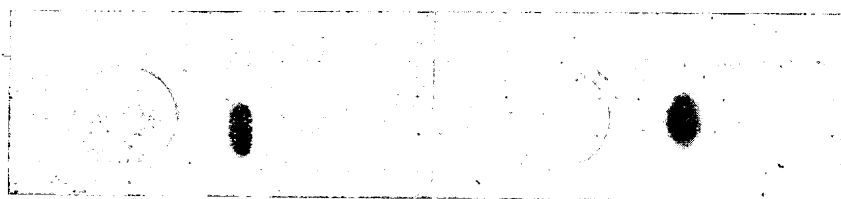
viii) 攪拌速度: 電動機附攪拌機に依つて比較的低速に行ふ。

(4) 試片の重量變化及び寸法變化は液温の上昇、電流密度の増加、溶液の攪拌及び過鹽素酸の濃度の増加に伴ひ増大する。良好研磨面が得られる場合の重量變化は電解時間 5 mn. で大體  $0.34 \sim 0.36 \text{ g/dm}^2$  の減少であり、寸法變化は研磨面一面に就き約  $4 \mu$  の減少を示す。



電解研磨面 × 210

鍍金面 × 210



第 39 圖 硬質クロム鍍金 (Vπ 1,100)

(5) 良好研磨面は鏡面光澤を有し金属組織は現出せず非常に美麗で、本方法に依り短時間に得ることが出来る。

(6) 金属組織の研究を行ふためには上記の如き厳密なる電解条件の必要なく本方法により簡単に良好なる結果が得られる。

(7) 焼鈍状態の炭素鋼或は焼入焼戻したソルバイト組織を有する鋼等の不均一組織を呈するものは前記電解条件によつて研磨する場合その金属組織を現出し鏡面光澤は得られぬ。

(8) 本方法の缺點としては電解液が危険性を有すること、電解条件の調整が困難であること及び一定なる研磨面を常に得るのが困難なる點が挙げられ、今後は電解液及び研磨に適切なる材料の研究が必要であると思はれる。

本試験は終始山田良之助教授の御指導を辱ふした。附記

して敬謝の意を表するものである。又本試験に興味を持たれ種々御便宜を與へられた佐々木所長、横山教授に深謝するものである。猶研磨面検査の測定に當り共同せられた和田理學士に厚く御禮申し上げる。

以上

## 文 獻

- 1) Jacquet, P. A.: Comptes rendus, **201** (1935) p. 1473, Jacquet, P. A.: Comptes rendus, **202** (1936) p. 402, Jacquet, P. A.: Trans. Electrochem. Soc., **69** (1936) p. 629
- 2) Jacquet, P. A.: Bull. So. Chim. France, **3** (1936) p. 705
- 3) Jacquet, P. A.: Comptes rendus, **205** (1937) p. 1232
- 4) Vernon and Stroud: Nature, **142** (1938) p. 477
- 5) Jacquet, P. A.: Intern. Tin-Research and Development Council, pub. No. 90, 1939
- 6) U. S. Patent 2,145,518
- 7) Elmore, W. C.: Physical Review, **53** (1938) p. 757
- 8) Jacquet, P. A. et P. Rocquet: Comptes rendus, **208** (1939) p. 1012
- 9) Elmore, W. C.: J. of Applied Physics, **10** (1939) p. 724
- 10) Kiefer, G.: The Iron Age, **144** (1939) No 25, p. 30
- 11) 袋井忠夫; 應用物理, **10** (昭 16) 第 9 號, 403 頁
- 12) 大久保準三; 日本金屬學會誌, **5** (昭 16) 第 11 號, 571 頁
- 13) 眞島正市, 應用物理學實驗, 312 頁 内田老鶴圃.
- 14) 福島榮之助, 中島研究報告, **4** (昭 14) 第 2 號, 59 頁
- 15) Shmaltz, G.: "Technische Oberflächenkunde" S. 91, J. Springer.