

氏 名	中 川 弘 昭 なか がわ ひろ あき
学 位 の 種 類	工 学 博 士
学 位 記 番 号	論 工 博 第 1010 号
学位授与の日付	昭 和 52 年 9 月 24 日
学位授与の要件	学 位 規 則 第 5 条 第 2 項 該 当
学 位 論 文 題 目	Al-Mg-Si 系合金押出材に発生する表面欠陥（黒斑）に関する研究

論文調査委員 (主査) 教授 村上陽太郎 教授 足立正雄 教授 真嶋 宏

論 文 内 容 の 要 旨

この論文は Al—Si—Mg 系合金押出材に発生する表面欠陥（黒斑）についてその発生機構を明らかにし、製造上の防止対策を確立する目的で行なった研究結果をまとめたもので、8章からなっている。

第1章は緒論で、黒斑発生の製造上における状況と従来の防止方法などを述べ、それらの問題点を明らかにし本研究の方針を明らかにしている。

第2章においては製造工程で黒斑の発生した押出材について調査し、黒斑は主として大形の中空材に発生すること、黒斑の発生個所としてはランアウトテーブル後半以降のカーボン板との接触個所に関係があること、黒斑発生個所の金属組織、導電率、硬さなどは正常部とは異なっていることなどを見出している。

第3章では光学顕微鏡、電子顕微鏡およびX線マイクロアナライザーを用いて黒斑部の析出相の同定と析出状態、酸化皮膜の構造および合金元素の分布などを調べ、 β' -Mg₂Si 中間相の析出が観察されること、酸化皮膜は正常部では柱状組織がマトリックスに垂直に整然と成長しているのに対し、黒斑部では柱状組織が複雑な枝分れ状を呈していること、皮膜内の Si 濃度はマトリックスよりも高く、とくに皮膜近傍ではその濃度が急激に増加していることなどを明らかにしている。

第4章においては押出材の熱履歴についてカーボン板との接触を考慮したシミュレーション実験を行ない、さらに冷却過程の熱履歴と黒斑発生におよぼす析出相の影響について詳細な検討を行なった結果をまとめている。すなわち押出材の冷却過程のシミュレーションを行なった結果では、押出材が受ける冷却が空冷或いは徐冷のような単純な冷却条件では黒斑は発生しないこと、一方実際の製造工程では押出材はカーボン板に受けられてイニシャルテーブルからランアウトテーブルに送られるが、このカーボン板と接触する部分は空冷部にくらべて著しく急冷され、カーボン板から離れるとその部分が復熱して再び温度上昇することを考慮して、このような急冷—復熱の熱履歴を試料に与えると、たとえ復熱が短時間であっても陽極酸化後カーボン接触部に黒斑が発生することをシミュレーション実験によって実証

し、一方 β' 中間相の析出は急冷—復熱の熱履歴を与えることによって著しく促進されるが、これは急冷時或いはその後の低温の時効によって G. P. ゾーンが形成され、復熱時にこれを核として β' 中間相がかなり短時間に成長することを明らかにし、このようなシミュレーション実験によって得られた押出材のカーボン接触部の組織、或いは陽極酸化処理後の色調はいずれも製造工程で発生する黒斑部と全く同じものであることを確認し、黒斑発生の要因を明らかにしている。

第5章では黒斑発生防止の対策としては、前章で明らかにしたようなその要因となる熱履歴を避けることが必要で、少なくともランアウトテーブルの前半までで押出材の温度を300°C 以下に急冷するか、或いは設備的な防止策としてカーボン板の接触面積をできるだけ小さくすること、押出材全面がカーボン板に接触するようにする方法を考慮すること、またはカーボン板の温度を300°C 以上に保持して押出材の放熱を避ける方法、或いはカーボン板の代りに断熱材を使用して押出材の温度を下げないようにする方法などを検討して、これらはいずれも黒斑の発生の防止に有効であることを実証している。

第6章は表面処理の各工程における諸条件が黒斑発生におよぼす影響について詳細な実験を行なった結果をまとめたものである。すなわち黒色皮膜の発色機構は、 β' 中間相の析出した押出材の表面が中和工程における酸浸漬によって粗面化して凹凸状を呈し、硫酸浴電解時にこのような表面の凸部に電流集中をおこして不均一電解を生じ、そのため生成皮膜は乱れた枝分れ構造を呈して未酸化アルミニウムおよび β' 中間相の溶解により残存した Si 或いは Si が濃縮して形成された Si 粒子が皮膜中に分散する結果となり、これらの存在が黒色発色の主たる原因となるがさらにアルミニウム界面の凹凸、皮膜の枝分れ構造などによる光の乱反射も発色の原因となることを明らかにしている。

第7章では本研究で明らかになった発色機構を利用して熱処理によって材料に β' 中間相を全面に析出させ、陽極酸化の前処理工程で発色を促進させる条件で酸浸漬処理を施すことにより、普通の硫酸浴電解法で黒色皮膜がえられることを詳細な実験を行なって明らかにし、黒色皮膜発色法を開発した成果を述べている。

第8章はこの論文の総括である。

論文審査の結果の要旨

この論文は Al-Mg-Si 系合金押出材に発生する黒色の斑点状の表面欠陥（以下黒斑と呼ぶ）を究明し、その発生機構を明らかにするとともに製造上の防止対策を確立する目的で行なった研究結果をまとめたもので、主なる成果は下記のように要約される。

1) 黒斑の発生状況に関する製造工程における要因を解析し、とくに黒斑発生箇所は受け台として使用するカーボン板との接触に関係があること、黒斑部には従来考えられていたような粗大な β -Mg₂Si 平衡相は認められず、 β' -Mg₂Si 中間相が均一析出していること、またその部分の陽極酸化皮膜は正常部の柱状組織とは異なり、複雑な枝分れ状を呈し、Si 濃度が高いことなどを明らかにしている。

2) 製造工程における冷却過程のシミュレーション実験を行ない、空冷あるいは徐冷のような単純な冷却条件では黒斑は発生せず、実際の工程で起こるのと同様に押出材がカーボン板と接触して急冷されカーボン板から離れてその部分が復熱して再び温度が上昇するような急冷—復熱の熱履歴を経た試料は

人工時効処理の有無に拘らず黒斑が発生することを見出し、急冷―復熱の熱履歴が黒斑発生の主要因であることを実証している。

3) シミュレーション実験によって、黒斑は β' 中間相が単独に均一析出している場合にのみ発生すること、また β' 中間相の均一析出は急冷―復熱の熱履歴によって促進されるが、その理由として、急冷の際に低温度で G. P. ゾーンが形成され、復熱時に高温で β' 中間相に成長することを確認、二段時効の機構によって説明しうることなどを明らかにしている。

4) 黒斑発生機構として、押出時の急冷―復熱の熱履歴によって β' 中間相が均一析出し、中和工程における酸浸漬によって表面が著しく粗面化し、硫酸浴電解時に表面の凸部に電流集中を起こして不均一電解を生じ、そのため生成する酸化皮膜が枝分れした構造を示し皮膜中に Si および Al が分散する結果となって黒色を呈するものと説明している。

5) 黒斑発生の主要因となる β' 中間相の単独均一析出を防止するための押出材の冷却方法と設備上の改善対策を確立し、さらに黒斑の発色機構を応用して、表面着色法としての黒色皮膜発色法を開発している。

以上を要するにこの論文は、Al-Mg-Si 系合金押出材に発生する黒斑に関して、その挙動を金属組織学的ならびに電気化学的に究明して、その発生機構を明らかにするとともに、製造上の防止対策を確立し、さらに黒色皮膜発色法の開発に成功したもので、学術上、工業上寄与するところは少なくない。

よって、本論文は工学博士の学位論文として価値あるものと認める。