

Development of High Speed Slurry Flow Finishing of Inner Wall of Stainless Steel Capillary

メタデータ	言語: jpn 出版者: 公開日: 2017-12-15 キーワード (Ja): キーワード (En): 作成者: Kurobe, Toshiji メールアドレス: 所属:
URL	https://doi.org/10.24517/00049340

This work is licensed under a Creative Commons
Attribution-NonCommercial-ShareAlike 3.0
International License.



KAKEN
2000
32

金 沢 大 学

超LSI製造用ガスフローメータステンレス 細管内壁の超精密研磨

(課題番号：10650110)

平成10年度～平成12年度科学研究費補助金(基盤研究(C)(2))
研究成果報告書

平成13年3月

研究代表者 **黒部 利次**

金沢大学附属図書館 (金沢大学工学部 教授)



8000-96459-7

学

は し が き

研究組織

研究代表者：黒部 利次（金沢大学工学部教授）

研究経費

平成 10 年度	2, 100 千円
平成 11 年度	800 千円
平成 12 年度	50 千円
計	2, 950 千円

研究発表

- (1)Toshiji KUROBE : Development of High Speed Slurry Flow Finishing of Stainless Steel Capillary, Proc. Int. Symposium on Advances in Abrasive Technology, (1998)179.
- (2)黒部利次 他：極細ステンレス鋼管内壁の高速流動研磨—表面粗さ低減における二段階研磨の効果—, 砥粒加工学会誌, 43, 4 (1999)32.
- (3)T.KUROBE et al : High Speed Slurry Flow Finishing of Inner Wall of Stainless Steel Capillary-Effects of Slurry Injection Pressure on Polishing Performance-, Int.J.Japan Soc.Prec.Eng.
- (3)黒部利次 他：スラリー高速流動法による細管内壁面の精密研磨, 金沢大学自然科学研究科システム創成科学専攻紀要, 1 (2000)72.
- (4)T.KUROBE et al: Development of High Speed Slurry Flow Finishing of Inner Wall of Stainless Steel Capillary-Polishing and Gas Flow Characteristics of Various Size of Capillaries-, J.Int.Soc. Eng.&Nanotechnology , In Press.

超LSI製造用ガスフローメータステンレス 細管内壁の超精密研磨

目次

第1章	緒言	1
第2章	実験装置および実験方法	2
2.1	実験装置および方法	2
2.2	研磨面の評価方法	5
第3章	マスフローコントローラ用極細管の研磨特性	8
3.1	はじめに	8
3.2	研磨面の粗さ測定	10
3.2.1	砥粒径の影響	10
3.2.2	測定位置と表面粗さの関係	10
3.2.3	砥粒濃度の影響	12
3.2.4	パス回数の影響	13
3.3	差圧の測定	14
3.4	研磨面の観察	15
3.4.1	光学顕微鏡による観察	15
3.4.2	走査型電子顕微鏡による観察	15
3.5	本章のまとめ	19
第4章	各種内径の異なる管の研磨特性	20
4.1	はじめに	20
4.2	研磨面の粗さ測定	22
4.2.1	管径と表面粗さの関係	22
4.2.2	砥粒濃度と表面粗さの関係	22
4.2.3	砥粒径と表面粗さの関係	23
4.2.4	砥粒径による内径の拡大効果	25
4.3	差圧の測定	25
4.4	研磨面の観察	25
4.4.1	光学顕微鏡による観察	25
4.4.2	走査型電子顕微鏡による観察	27
4.5	本章のまとめ	34

第5章	ガラスビーズ添加による高速流動研磨	35
5.1	はじめに	35
5.2	研磨面の粗さ測定	37
5.2.1	ビーズ添加による効果	37
5.2.2	パス回数の影響	37
5.2.3	砥粒径の影響	40
5.2.4	ガラスビーズの添加量の影響	40
5.3	ガラスビーズの観察	42
5.4	研磨面の観察	43
5.4.1	光学顕微鏡による観察	43
5.4.2	走査型電子顕微鏡による観察	44
5.5	本章のまとめ	49
第6章	2段階研磨法	50
6.1	はじめに	50
6.2	研磨面の粗さ測定	50
6.2.1	内径0.28mmの管の2段階研磨	50
6.2.2	内径0.4mmの管の2段階研磨	52
6.3	研磨面の観察	52
6.3.1	光学顕微鏡による観	52
6.3.2	表面プロファイルの観察	54
6.4	本章のまとめ	56
第7章	高速流動研磨に関する考察	57
7.1	レイノルズ数と流速の関係	57
7.2	凹凸モデルを用いた研磨進行状態の解析	60
7.2.1	凹凸モデルの定義	60
7.2.2	計算結果	61
7.3	助走区間距内の流れ	63
7.4	本章のまとめ	65
第8章	総括	66
参考文献		68

第1章 緒 言

金属製の管は、その内径の大きさに応じて使用される用途が一般に違ってくる。また、内径の大きさによって要求される内壁の仕上げ精度も異なる。内径が数mmから数十cmに及ぶ管は、その内壁を何らかの方法で研磨加工している場合が多い。管の内面を研磨する方法としては、ホーニング¹⁾や電解研磨法²⁾、磁気研磨法³⁾、化学研磨法⁴⁾等があり、目的に応じて使い分けされている。電解研磨に砥粒の擦過作用を複合させた電解複合研磨法⁵⁾も効果があるといわれている。しかしながら、ホーニングや電解研磨法は研磨できる管の長さが短く、工具等を管内に挿入しなければならないといった問題もあり、研磨できる管の内径や長さに自ずと制約を受けることになる。一方、磁気研磨法や化学研磨法は、研磨媒体として磁性流体や化学薬品を使用するため液の管理が難しく、必ずしも良好な仕上げ面とはならないといった問題もある。

ステンレス鋼極細管は、その内径が1mm以下であり、かつ、素管長は数十cmから数mに及ぶ長尺管である。ステンレス鋼極細管は、精密機器に組み込まれるガス系の配管や液体系の配管として使用されるため、管内壁は研磨する必要がある。近年、内壁の加工精度に対する要求がますます厳しくなっている。内径が極めて小さく、かつ長尺であるステンレス鋼極細管の研磨には、在来の研磨法が適用し難い面がある。また、ステンレス鋼極細管の仕上げ面がクリーンでなければならないといった問題もあり、新しい研磨法を模索する必要に迫られている。

そこで、本研究では溶媒に砥粒を混合した液体（スラリー）を空気圧を介して長尺の細管内に強制流入させ、管の左右端についてそれを交互に繰り返し往復動させることによって研磨する方法について検討した。

第2章 実験および評価方法

2.1 実験装置および方法

実験に供したステンレス鋼管は、その内径が1 mm以下と極端に小さく、かつ、管長が500mmにわたる極細管である。研磨装置を設計するに当たって、特に次の諸点に留意した。

- (1)スラリーを往復動させる。
- (2)溶媒と砥粒の懸濁が十分行える。
- (3)管径や管長が変わっても対応できる。

上記の条件を考慮した上で開発した研磨装置の写真および概略図を図2.1, 2.2に示す。装置はエアーコンプレッサ（日立社製）①，直圧式増圧器（NBH-3-60：太陽鉄工社製）④，カートリッジ⑤⑥，等から構成されている。

カートリッジA⑤にはイオン交換水中に砥粒を沈澱させたもの，カートリッジB⑥にはイオン交換水のみがあらかじめ入れられている。カートリッジAに挿入されている2本の管の内の1本は、管の低近くまで挿入されている。もう1本の挿入管はカートリッジBに連結されている。カートリッジBに挿入されている管の内の1本は直圧式増圧器に接続されている。試料となる細管は、図2.3に示すようにカートリッジを固定するブロックの一端にゴム製のジグを介して接続されており、ボルトの締めつけによって細管を固定することができる。

エアーコンプレッサーによって圧縮された空気の圧力はフィルターレギュレーター②を介し5kgf/cm²(0.49Mpa)に調整され、一方の直圧式増圧器に流れ込み、面積比によりプランジャー内の溶媒の圧力を110kgf/cm²(10.8MPa)まで加圧する。加圧された溶媒は、ブロックを通り、カートリッジB→カートリッジAの順に流れ込む。

ここでカートリッジAの内部は図2.4に示すように、細管側に接続されている管が、カートリッジの底部近くまで挿入されているため、増圧器側より加圧されて送られた溶媒は内部にあらかじめ沈澱させておいた砥粒とともに中央のステンレス管を通り吸い上げられ、試料に流れ込む。このスラリーは、試料管内で非常に高速流となり、溶媒中に懸濁している砥粒は内壁面に衝突し引っ掻き作用を及ぼして研磨が営まれる。

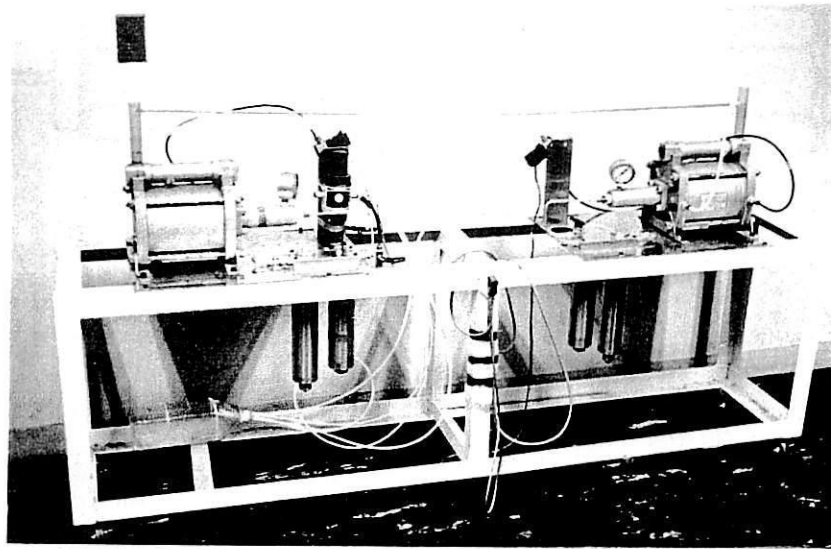


図 2.1 実験装置の全体写真

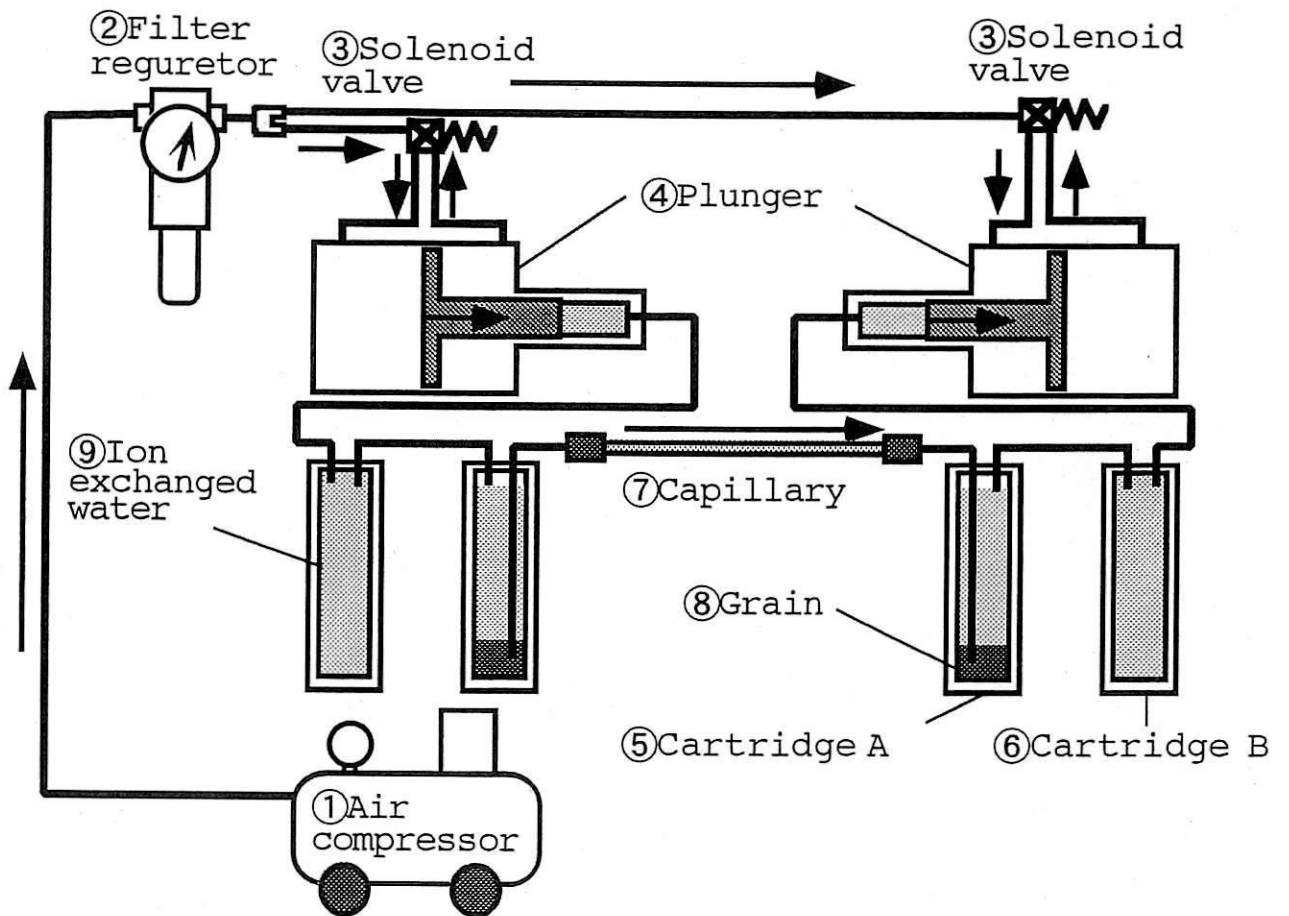


図 2.2 実験装置の概略図

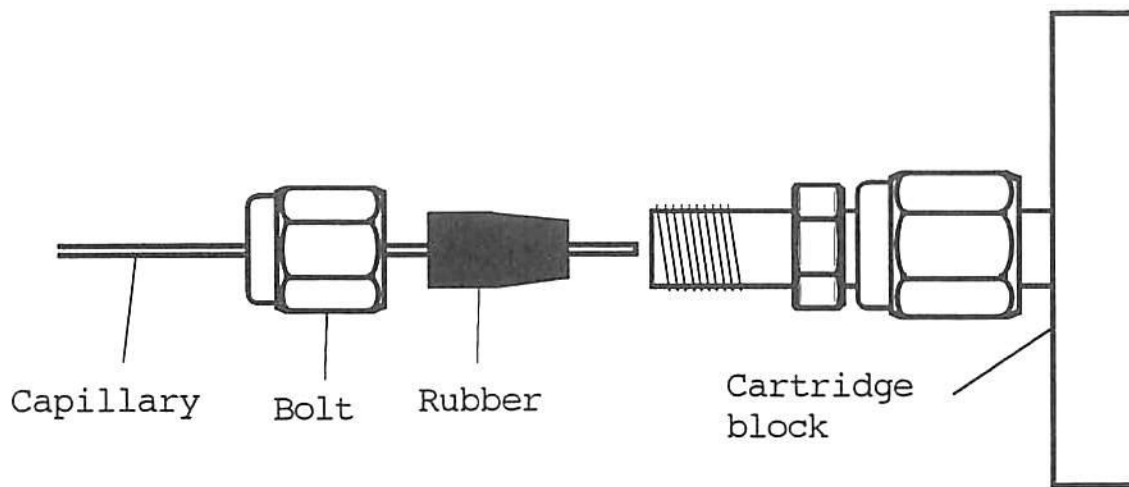


図 2.3 試料の接続方法

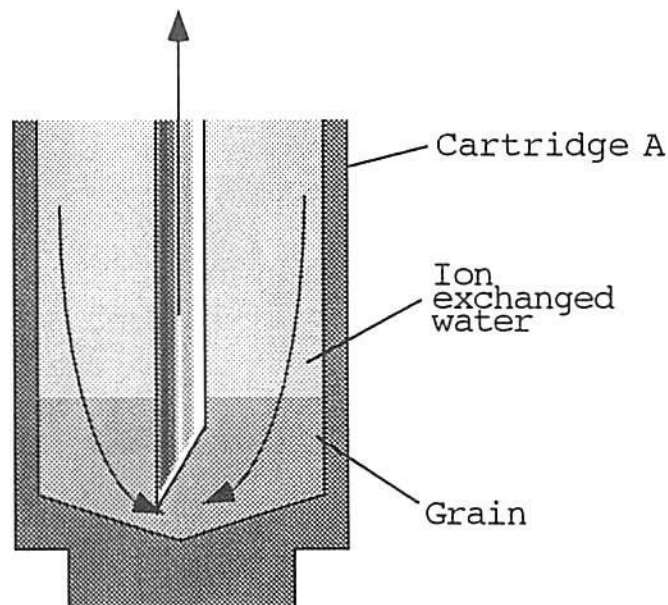


図 2.4 カートリッジAの内部構造

研磨が行われた後、反対側のカートリッジA内で再び砥粒は沈澱し余分な溶媒はカートリッジBに押し戻される。ここでカートリッジBには沈澱しきれなかった砥粒や研磨による切り屑が流れ込み、溶媒が直接増圧器内のプランジャーに流れ込んで、増圧器内のピストンを痛めるのを防ぐトラップの役割をカートリッジBには果たす。以上の行程がこの装置で研磨を行う際の1単位となりこれを1パスと定義する。

次に電磁弁の切り替えにより圧縮空気は反対側の増圧器に送られ、前回の流れと逆向きの方向にスラリーが流れる。この操作を繰り返すことによって管内壁の研磨が行われる。そして、本操作を数10回繰り返すことにより、所定の内面性

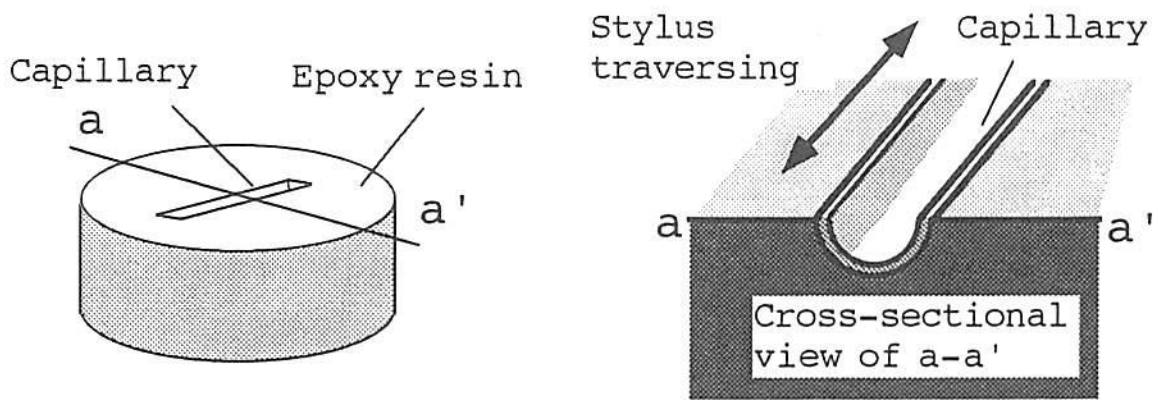


図 2.5 細管内面の評価方法

状（表面粗さの著しく低減した表面）を有する管を得る。

2. 2 研磨面の評価方法

実験には、内径φ 0.2～0.6mm、長さ 500mm の極細ステンレス鋼管（引抜き管）を用いた。研磨には、アルミナ（ Al_2O_3 ）砥粒を使用し、砥粒の粒径を 0.6～60 μm の範囲で種々変えて実験を行った。

実験終了後、管の研磨状態を評価するため研磨後の管を洗浄した。洗浄は次のようにして行った。研磨後の管を装置から取り外し、別途用意している直圧式増圧器に管の一端を接続する。他端は解放状態にしておく。直圧式増圧器にはイオン交換水があらかじめ入れられており、エアコンプレッサからの空気圧を付与することによって、イオン交換水が細管内をジェット流となって一気に噴流する。洗浄はこのジェット流によってなされる。

洗浄後の管の内壁の研磨状態を観察するため、管の中央から左右10mmずつの部分の20mmを切断分離した。切断した20mm長の被観察用試料は、次の手順で測定に都合のよい形に加工した。

始めに、切断分離した20mm長の中空管の両端を粘土で封止する。その後、それを高さ30mm、直径30mmのプラスチック製の容器に入れ、その中に包埋用樹脂を流し込み硬化させる。包埋用樹脂（Buehler社製）は、エポキシ樹脂の主剤に硬化剤を混ぜたものである。完全に硬化させるため樹脂注入後1日放置した。硬化後、包埋材を容器から取り外し、それをサンドペーパー（# 400）で慎重に少しずつ削る。そして、管の断面中心部よりもやや下になるように削り込む。その

表 2.1 フォームタリサーフの仕様

標準ピックアップ	
検出方法	レーザ干渉計
スタイラス	ダイヤモンド $2\mu\text{mR}$
スタイラス圧	100mgf
測定範囲	4mm, 8mm
駆動部	
最大駆動距離	120mm
真直度精度	$0.5\mu\text{m}/120\text{mm}$ 以内
レベリング調整範囲	不要

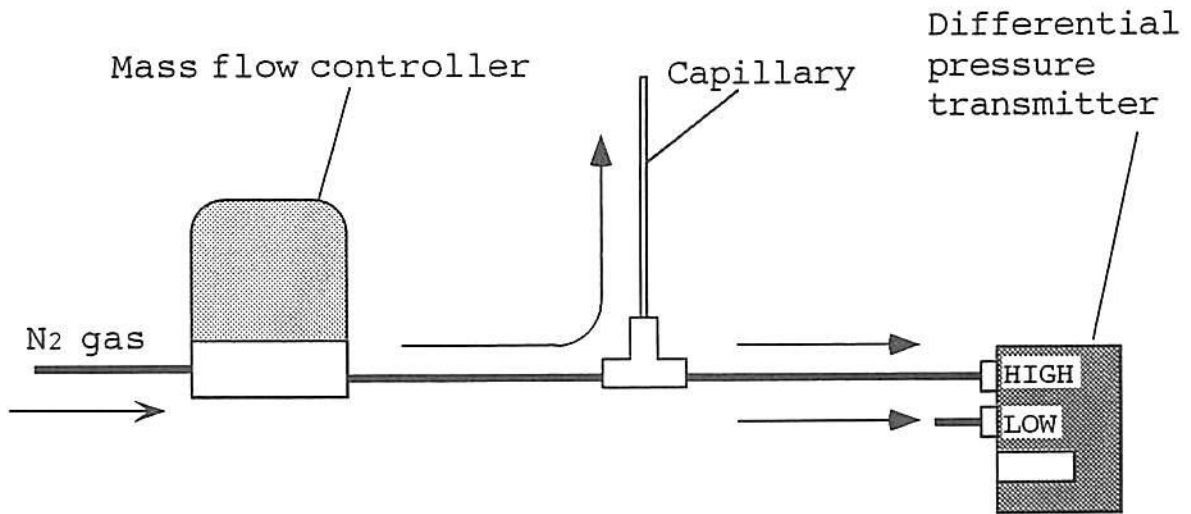


図 2.6 差圧の測定装置の概略図

表 2.2 差圧の測定条件

Gas	N ₂
Flow rate	4cm ³ /min
Capillary length	50 mm

様子を図 2.5 に示す。その後、十分洗浄して管内を観察した。観察は、光学顕微鏡（ノマルスキー干渉顕微鏡）、走査型電子顕微鏡（SEM）を用いて行った。また、粗さの測定は触針式粗さ計（フォームタリサーフ：Taylor-Hobson 社製；カットオフ値は 0.8mm）を使用して行った。表 2.1 に、フォームタリサーフの仕様を示す。なお、粗さのデータは 3 回実験を行ったものを平均して用いている。

管内壁の研磨状態を評価するもう一つ別の方法として、管内に気体を流し、その差圧を測定する方法がある。これは、管内面の性状により、管内のガスの流れの抵抗に差が生じ、結果として差圧が変化することを測定する方法である。図 2.6 に、差圧測定装置の概略図を示す。研磨後の細管の一部（長さ 50mm）を、マスフローコントローラ（質量流量制御装置：STEC 社製）と差圧計（微差圧トランスミッタ）の間に設置し、測定用のガス（窒素ガス）を流す。

マスフローコントローラで流量が一定 ($4\text{cm}^3/\text{min}$) となるように制御し、制御されたガスは試料（細管）を流して大気中に流出する。流出圧力はダイヤフラム式の差圧計で計測される。測定は、室温 25°C のクリーンルーム内で行った。差圧の測定条件を表 2.2 に示す。

第3章 マスフローコントローラ用極細管の研磨特性

3.1 はじめに

超LSI素子は、シリコンや化合物半導体基板上に極微細な電子回路をホトリソグラフィ技術を用いて描画することによって作製される。一般に、LSIの基本回路はトランジスタや抵抗、コンデンサ等によって構成されているが、素子に所用の機能を付与するため、基板上に高純度のガスを供給し、基板との間で化学反応を行わせて創成される。

マスフローコントローラ(質量流量制御装置)はガスを精密に供給する制御装置であり、半導体製造装置に必ず付置されるものである。また、各種工業プロセスでのガスの自動制御や流量監視にも使用されている。

半導体プロセス用マスフローコントローラに要求される性能条件に、高精度、高安定性、ウルトラクリーン(リークフリー、パーティクルフリー、アウトガスフリー等)があるが、以上の条件を満たすために、接ガス部分の内面性状はかなりの精度で研磨されていなければならない。その加工様態がLSIの性能と歩留まりに直接影響する。

マスフローコントローラの流量センサの部分には、極めて細いステンレス鋼管が使用されており、その内面性状はセンサ差圧の流量特性に大きな影響を及ぼす。しかし、引抜き管の内面性状では上記の条件を満たすことは出来ない。そのため、上記の条件を満たすため、ステンレス鋼細管の内面は精度良く研磨されている必要がある。

そこで、本章では、センサ部分に用いられる内径0.28mmの極細ステンレス鋼管を本実験装置を用いて研磨する実験を行った。本章での実験条件を表3.1に示す。

表 3.1 実験条件

Capillary	SUS316L
Inner diameter	0.28mm
Length	500mm
Grain	Al ₂ O ₃
Average grain size	0.6, 5.5, 9.5, 20, 30 μm
Concentration	1.66 - 4.99vol%
Fluid	Ion exchanged water
Pressure	10.8MPa
Number of pass	2 - 50

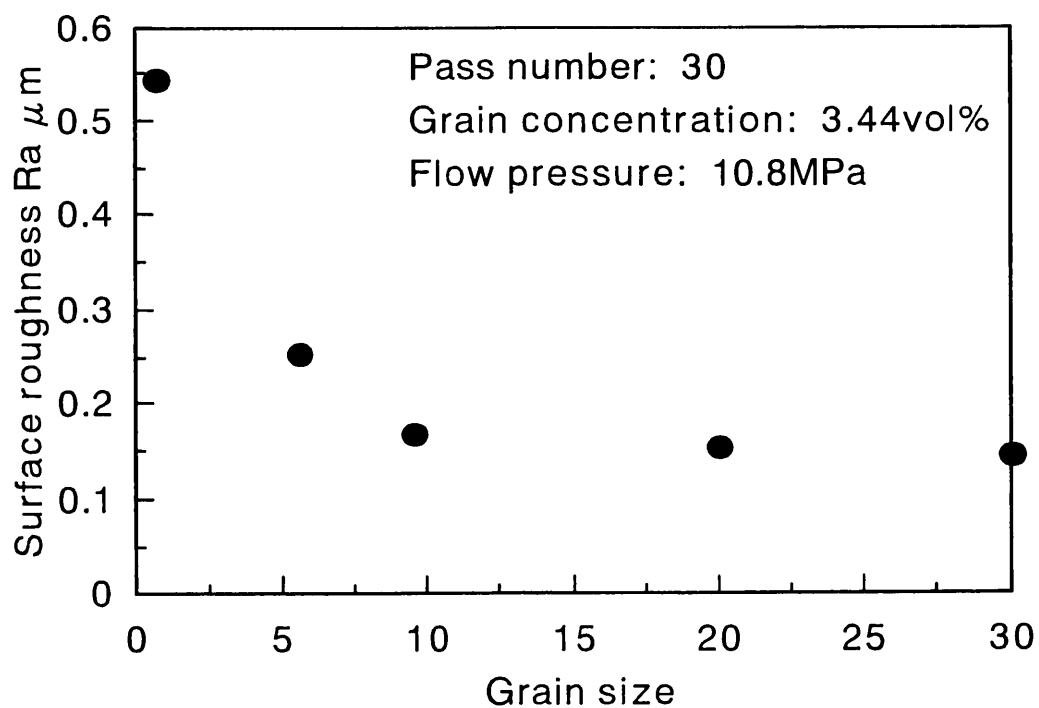


図 3.1 砥粒径と表面粗さの関係

3.2 研磨面の粗さ測定

3.2.1 砥粒径の影響

図 3.1 に、細管内に注入するスラリーの注入圧力を 10.8MPa 一定とし、砥粒濃度を 3.44vol%，パス回数を 30 回として実験した場合の砥粒の平均粒径と表面粗さの関係を示す。研磨前の素管内壁の表面粗さは Ra で $0.7 \mu\text{m}$ である。

図 3.1 から、砥粒の平均粒径が大きくなる程表面粗さが小さくなることがわかる。これは、通常の研磨加工の場合と異なる結果のように思われる。

本研究で行われている流動研磨法の場合、砥粒が流体の溶媒から受ける力は、流体が静止していると考えたときの静水圧と溶媒の流動に基づく力がある。しかし、静水圧は研磨作用に直接影響は及ぼさないと考えられるので、この場合は流動による力のみについて考慮すればよい。砥粒が大きくなれば流動による運動エネルギーも大きくなる。研磨は、砥粒の衝突とその後の引っ掻き作用によって営まれると考えられるので、運動エネルギーの大きな粗粒のほうが研磨量が大きくなる。

図 3.1 に示すパス回数 30 回の結果では、前加工面粗さ（凹凸）が除去される途中段階にあり、研磨量の大きな粗粒ほど前加工面の除去速度が大きく、平滑化が早く行われて、見かけ上表面粗さは小さくなったものと考えられる。平均粒径の小さな砥粒でも、パス回数を重ねれば徐々に前加工面の凹凸が平滑化され、表面粗さが小さくなることが予想される。

また、管内を流れる砥粒は管軸方向に流体圧を受け、かつ、乱流により複雑な形で内壁に衝突する。砥粒は固定されていないので、目づまりや目つぶれを起こすことなく、常に砥粒の鋭い切れ刃が壁面に接し能率良く研磨作用を行うと推測される。

3.2.2 測定位置と表面粗さの関係

長さ 500mm の細管が一様に研磨されるのかどうかを調べるため、平均粒径 20, 5.5, $0.6 \mu\text{m}$ の 3 種類の砥粒を使用し、砥粒濃度 3.44vol%，圧力 10.8MPa，パス回数 30 回で研磨実験を行った。

実験後の試料は図 3.2 に示すように A, B, C, D, E の各部分を切断分離し、

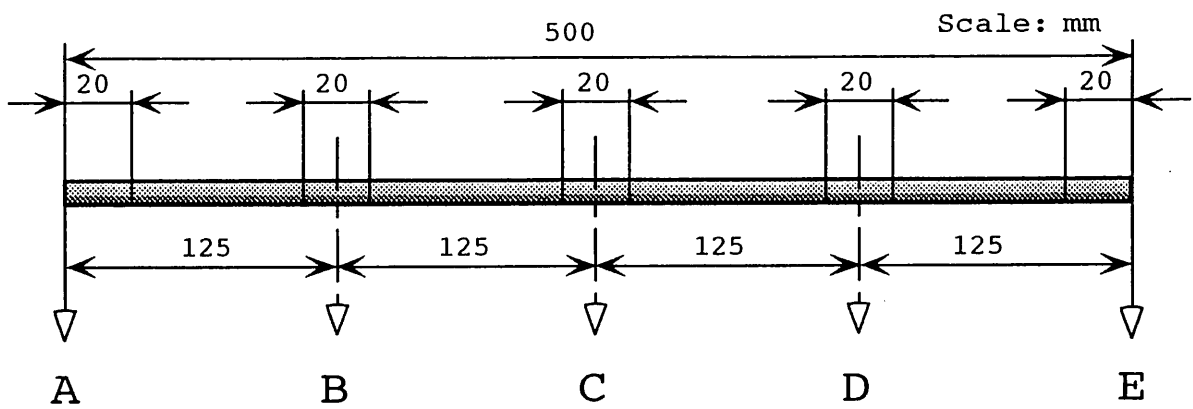


図 3.2 細管の測定位置

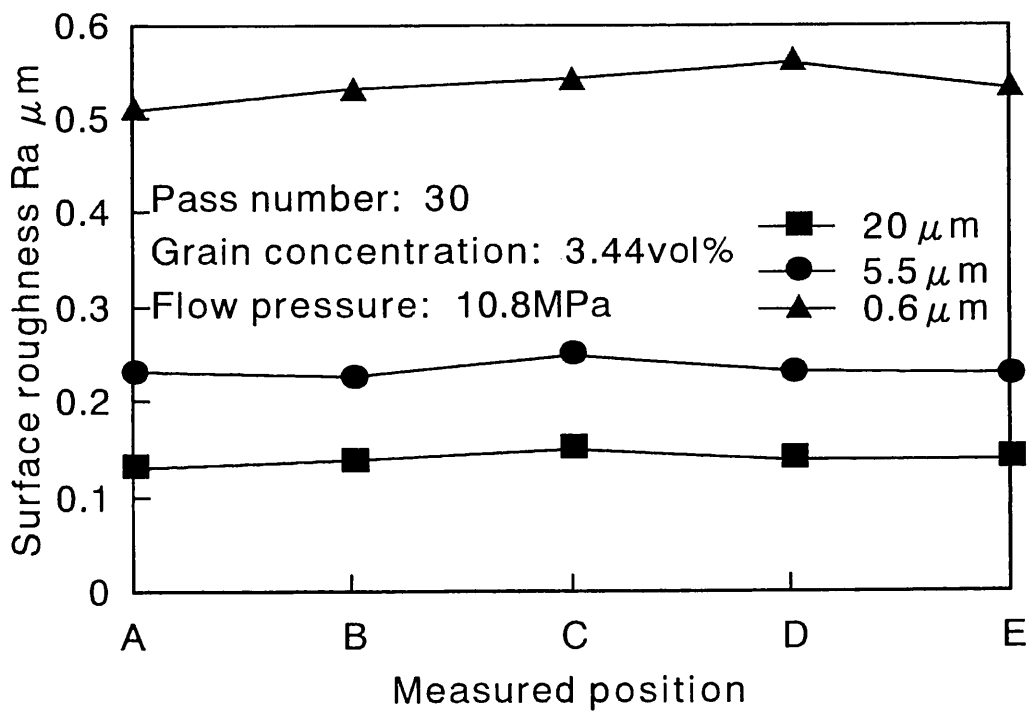


図 3.3 砥粒径と表面粗さの関係

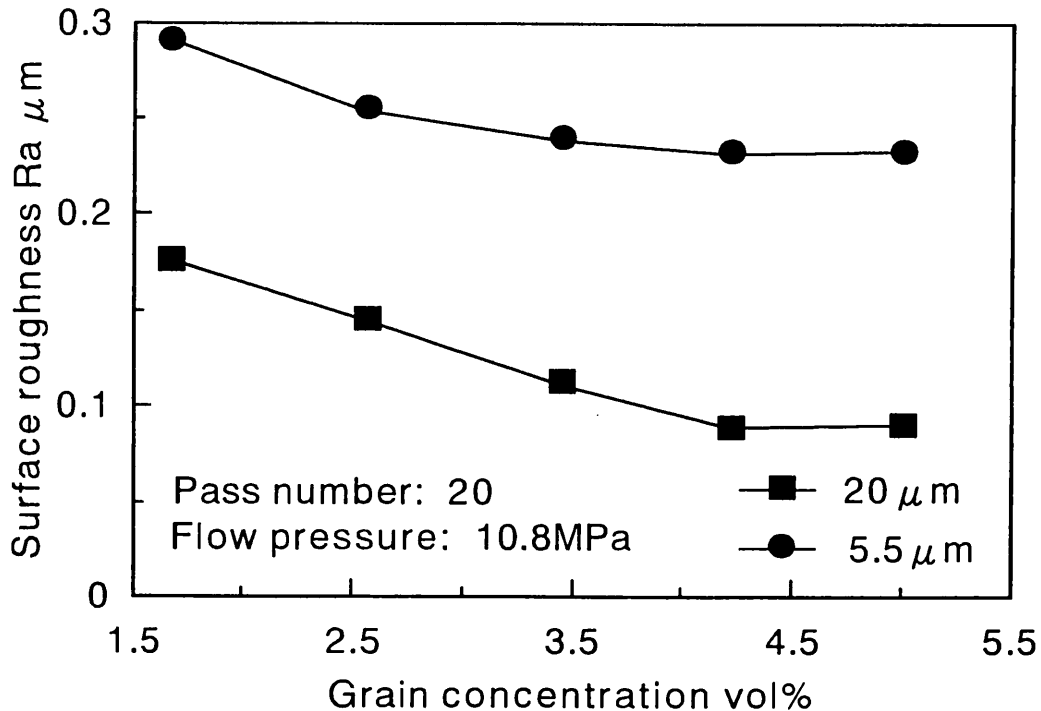


図3.4 砥粒径と表面粗さの関係

触針式粗さ計を用いてそれぞれの表面粗さを測定した。図3.3に、測定位置における表面粗さの測定結果を示す。

図3.3から、いずれの砥粒の場合も管を5等分したA、B、C、D、Eの各位置で表面粗さはほぼ一定値となっている。したがって、管内の軸方向のどの位置においても研磨作用が一樣に行われており、管内の砥粒の運動は、ほぼ一樣になっていつものと思われる。しかし、この場合も図3.1の結果と同様、砥粒径が小さいほど表面粗さは大きくなっており、前加工面粗さの除去段階であることがわかる。

3.2.3 砥粒濃度の影響

図3.4に、砥粒濃度と表面粗さの関係を示す。実験は、パス回数20回、砥粒の平均粒径5.5、20 μmの2種類で行った。図3.4から、砥粒の濃度が高くなると表面粗さが次第に小さくなるが、その減少度合いは砥粒径にあまり依存しないことがわかる。これは次の理由によると考えられる。

砥粒径が一定であると仮定すると、スラリー中の1個の砥粒が持つ研磨能力は

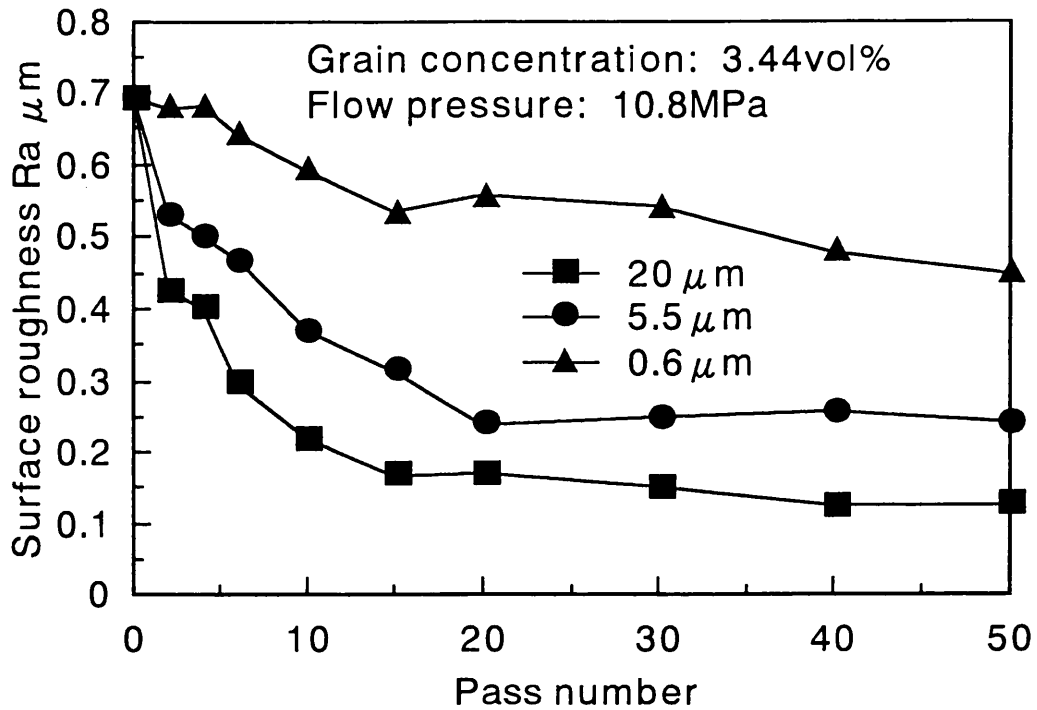


図3.5 パス回数と表面粗さの関係

定まっているとみてよく、研磨量は、単位時間当たりに研磨面に衝突・引っかき作用を行う砥粒の数によって決まると考えられる。砥粒径の場合と同様に、前加工面粗さの低減は研磨量に依存すると考えられるので、研磨面に作用する砥粒数が多いほど、すなわち砥粒濃度が高いほど研磨面の平滑化が早く進行し、表面粗さが小さくなるものと推測される。

3.2.4 パス回数の影響

図3.5に、パス回数と表面粗さの関係を示す。図3.5から、平均粒径20および5.5 μmの大きな砥粒の場合、パス回数の増加の初期の段階で表面粗さは急激に小さくなるが、パス回数20回を過ぎる辺りから漸減する傾向に変わることがわかる。これは、前加工面粗さの除去による平滑化にともなって、研磨面の負荷率が徐々に増加するためと考えられる。単位時間当たりの研磨体積が一定とすると、負荷率の増加により、単位時間当たりの研磨深さが次第に減少し、表面粗さの改善傾向は緩和されることになる。一方、平均粒径0.6 μmの砥粒では研磨能率が小さいため、表面粗さはパス回数の初期の段階から漸減傾向にあり、パス回数50回の段階でも研磨面の負荷率の増加があまり大きくないため、表面粗さの

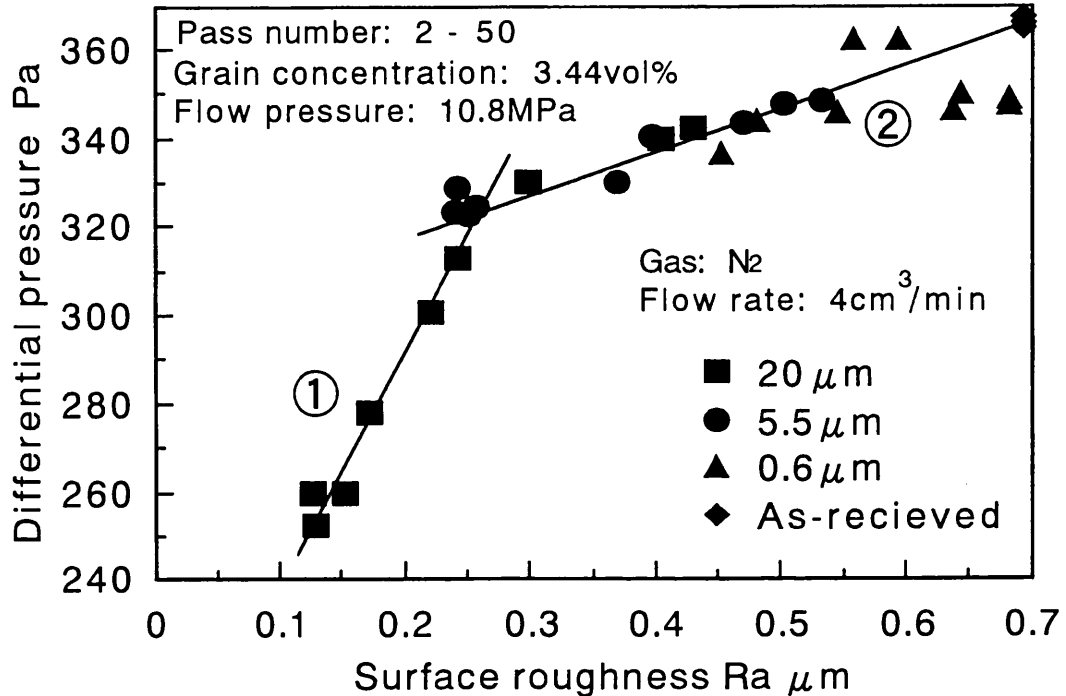


図3.6 差圧と表面粗さの関係

低減の傾向がほぼ一定になったものと考えられる。

3.3 差圧の測定

研磨面を評価する目的で研磨後の管の差圧を測定した。図3.6に差圧の測定結果を示す。実験は、砥粒濃度を3.44vol%とし、パス回数を2～50回として行った。図3.6から、表面粗さが大きくなるにつれて差圧は次第に大きくなるのがわかる。これは、管内壁の仕上げ状態が悪い(表面粗さが大きい)と、ガスの流れに障害となり抵抗を生じるためと考えられる。

図3.6を注意深くみると、差圧の増加曲線は2本の直線で近似できるように思われる。表面粗さが、0.1～0.3 μmRaの間で成り立つ直線①と0.3～0.8 μmRaの間に成り立つ直線②の2本であり、明瞭な傾きの変化がみられる。②の直線は内壁面の仕上げ状態を反映していると考えられるが、①の直線は、面の仕上げ状態の他に研磨による管の内径の拡大の効果も含んでおり、大きく傾きが変化したものと考えられる。

図3.6から、①の直線に含まれるデータの大部分は、平均粒径20 μmの砥粒を使用して研磨して得られたデータであることがわかる。このことから、粗粒の方が細粒に比べて研磨能力に優れていることが確認できる。さらに図3.6は、表面粗さと差圧の関係を表す検量線としても使用できる可能性のあることを示して

いる。すなわち、研磨後に差圧を測定すれば、管を切断することなしに管内壁の表面状態を把握することができることを示唆している。

3.4 研磨面の観察

3.4.1 光学顕微鏡による観察

平均粒径 $20 \mu\text{m}$ で研磨した面の光学顕微鏡による観察結果を図 3.7 に示す。図 3.7 は、前加工面（素管）およびパス回数 2～20 回の研磨面について示し、図 3.8 に示す触針式粗さ計による表面粗さプロフィールに対応している。観察は、管の中心部にレンズの焦点を当てて行った。中心部の左右両端に見える白色の太線は管の切断面である。

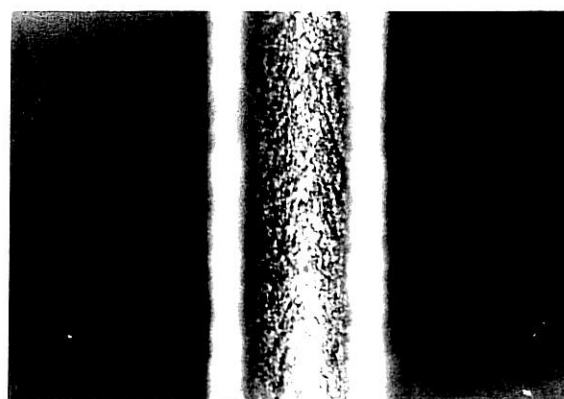
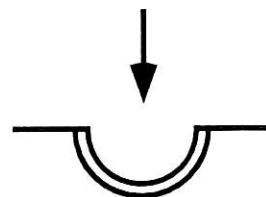
図 3.7 の結果から、素管内壁は引抜き管特有の荒れた、光の反射も鈍い粗面であることがわかる。研磨回数が 10 回になると、荒れた面が次第に滑らかな面となり、光沢が生じてくることが確認できる。パス回数がさらに増加すると内壁の光沢がますます増し、内壁がますます滑らかになってくる。この観察結果は図 3.8 の表面粗さのプロフィールともよく一致している。

3.4.2 走査型電子顕微鏡による観察

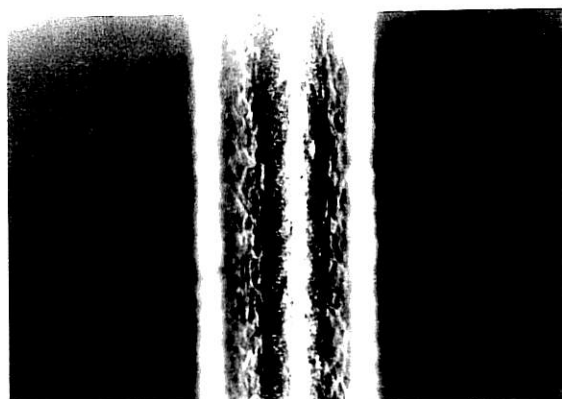
内壁の仕上げ状態をさらに詳細に観察するために、SEM 観察を行った。観察結果を図 3.9 に示す。図 3.9 は、平均粒径 $20 \mu\text{m}$ の砥粒を用い、砥粒濃度を 3.44vol% で研磨したときの、素管 (N=0) およびパス回数 2, 4, 6, 10, 20 回の管の内壁面状態を示している。

図 3.9 から、N=0 の素管は引抜き管特有のテクスチャ（織目模様の表面の微細凹凸パターン）を有していることがわかる。これに対して N=2 の場合を見ると、特有のテクスチャはわずかに見られるもののかなりの部分が消失している。この場合、研磨は早期の段階で急激に進んでいることがわかる。さらに、N=6 の辺りまではテクスチャが多少認められるが、N=10 以降はテクスチャが全く認められない。この段階で、前加工面粗さ（凹凸）がほとんど除去されたことがうかがえる。しかし、砥粒による引っかき痕はパス回数が増えてもなくなかった。このことは、粗粒により研磨した後、粒径の小さな砥粒での仕上げ研磨を行うことにより、さらに良好な面が得られる可能性があることを示唆している。なお、SEM による観察結果は触針式表面粗さ計による測定結果とも良く照応している。

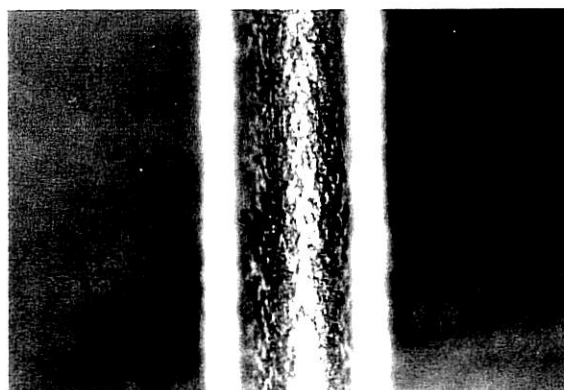
Grain size: $20\ \mu\text{m}$
Flow pressure: 10.8MPa
Grain concentration: $3.44\text{vol}\%$



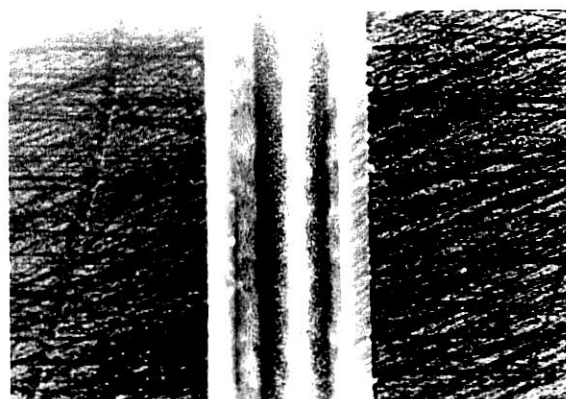
N=0 (As-received)



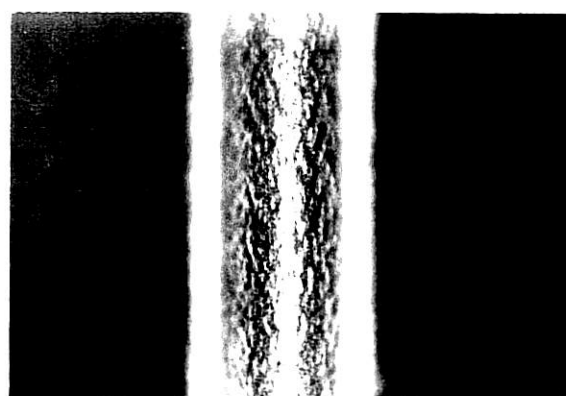
N=6



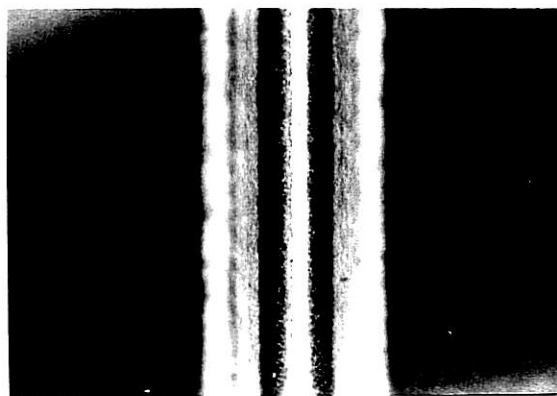
N=2



N=10



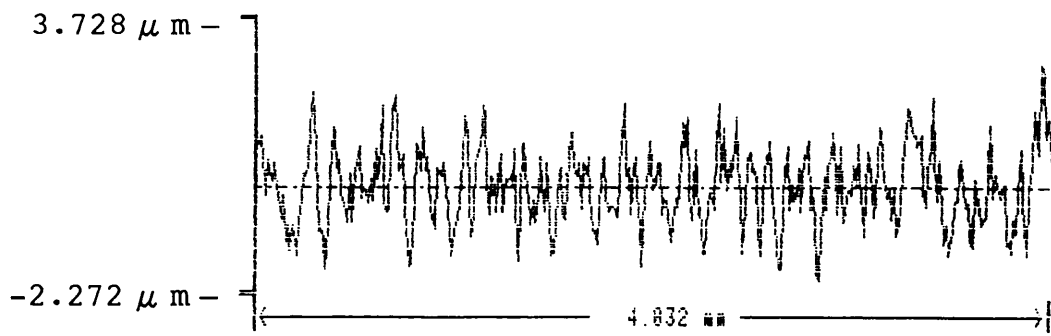
N=4



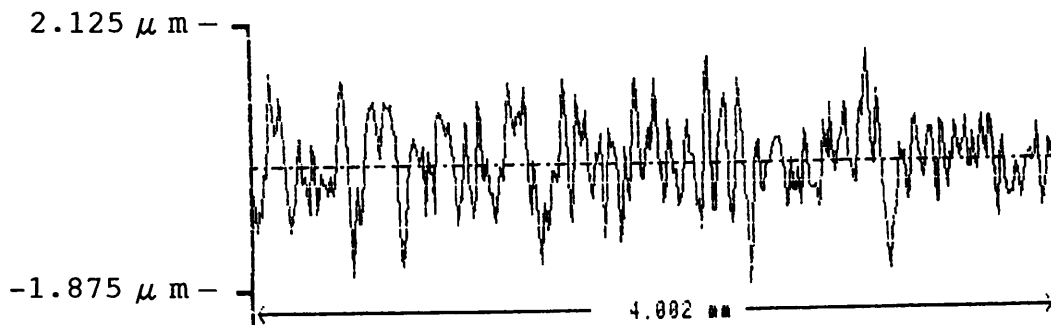
N=20

0.2mm

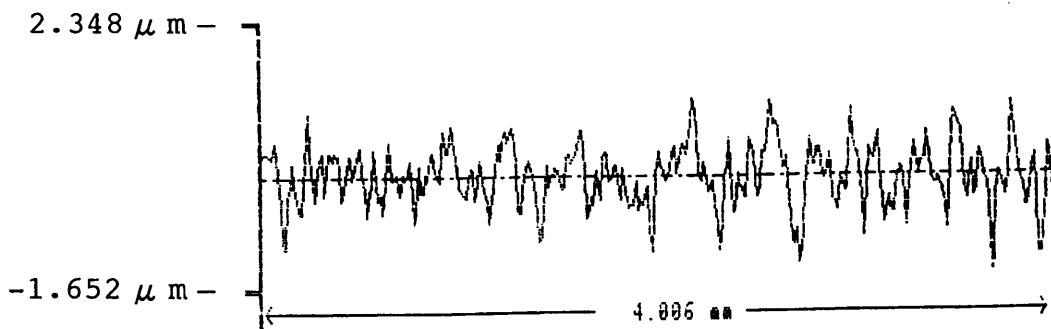
図 3.7 細管内面の光学顕微鏡写真



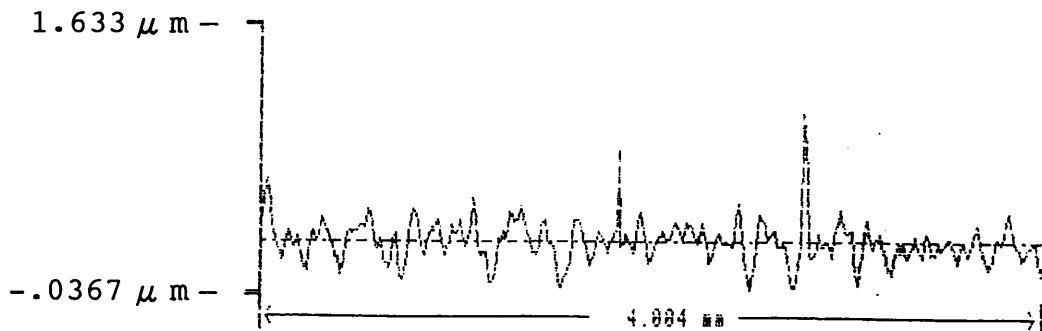
(a) N=0 (As-received)



(b) N=2



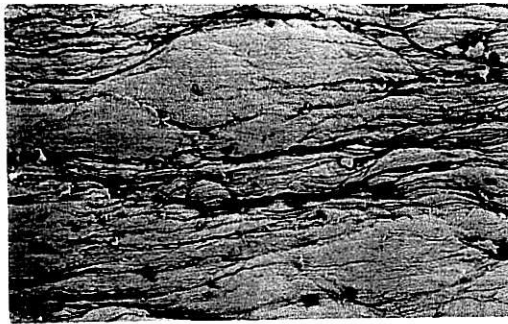
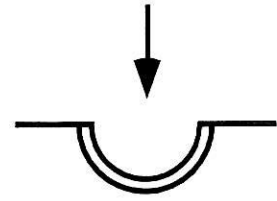
(c) N=4



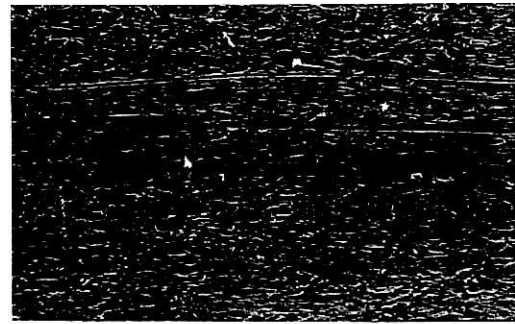
(d) N=20

図3.8 細管内面の表面プロフィール

Grain size: $20\ \mu\text{m}$
Flow pressure: 10.8MPa
Grain concentration: 3.44vol%



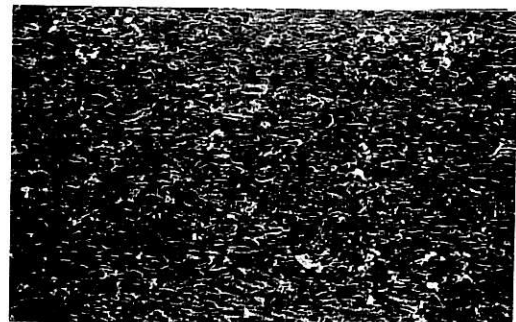
N=0 (As-received)



N=6



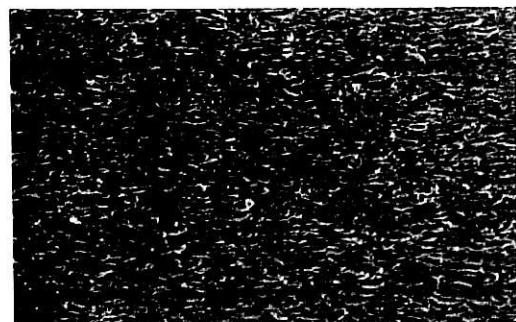
N=2



N=10



N=4



N=20

20 μm

図 3.9 細管内面の SEM 写真

3.4 本章のまとめ

内径0.28mm以下の極細ステンレス鋼管内壁を超精密に研磨する方法について検討した結果，次の結論を得た．

- (1) 開発した加工装置は所期の性能を有していることが確認できた．
- (2) スラリーが管内を通過するパス回数が30回以下の場合，使用する砥粒の平均粒径が大きくなるにつれて，内壁の表面粗さは次第に小さくなる．また，砥粒濃度が高くなると表面粗さは低減する．
- (3) 平均粒径 20, 5.5 μm の砥粒を使用した場合，パス回数の増加の初期段階で表面粗さは急激に小さくなるが，パス回数20回を過ぎる辺りから漸減する傾向に変わる．
- (4) 管内壁の研磨状態を評価する方法として管を通して流出する気体の流出圧力を差圧径で測定する方法がある．この測定において，管内壁の表面粗さが大きくなるにつれて差圧が増大する．増大の度合いは表面粗さの値によって変わり，0.1～0.3 μmRa の範囲と0.3～0.8 μmRa の範囲では変化の勾配が異なる．

第4章 各種内径の異なる管の研磨特性

4.1 はじめに

前章では、マスフローコントローラ用の細管の研磨特性を検証したが、本実験で用いている実験装置は、他の様々な内径の管の研磨にも対応可能である。そこで、本章では汎用性のある他の内径の管についても研磨実験を行った。

前章で用いた試料は、マスフローコントローラのセンサ部分に組み込まれる特別の細管であるため、引き抜き後の状態である初期粗さは比較的良好であるが、今回の実験で用いる内径0.2, 0.4, 0.6mmの細管は、**図4.1**に示すとおり、引き抜き後の内面の表面粗さは、あまり良好とは言えない。そのため、本章では、前章とは若干条件を変えて実験を行っている。**表4.1**に本章で行った実験の条件を示す。

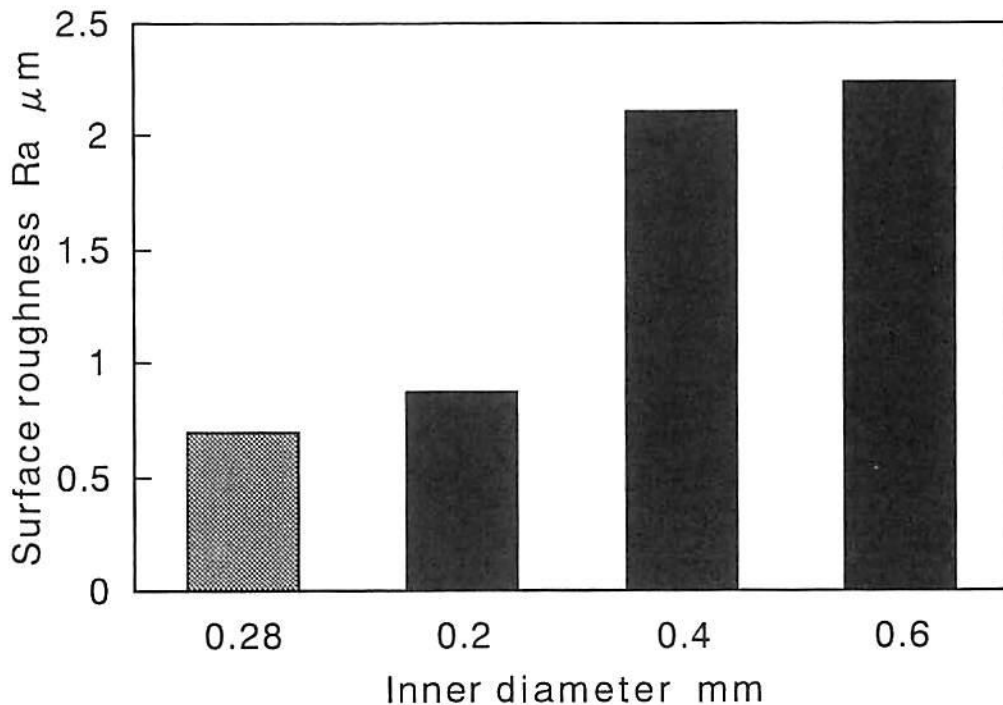


図4.1 それぞれの細管内面の初期粗さ

表 4.1 実験条件

Capillary	SUS304BA
Inner diameter	0.2, 0.4, 0.6mm
Length	500mm
Grain	Al ₂ O ₃
Average grain size	20, 30, 48, 60 μm
Concentration	3.44 - 6.32vol%
Fluid	Ion exchanged water
Pressure	10.8MPa
Number of pass	2 - 20

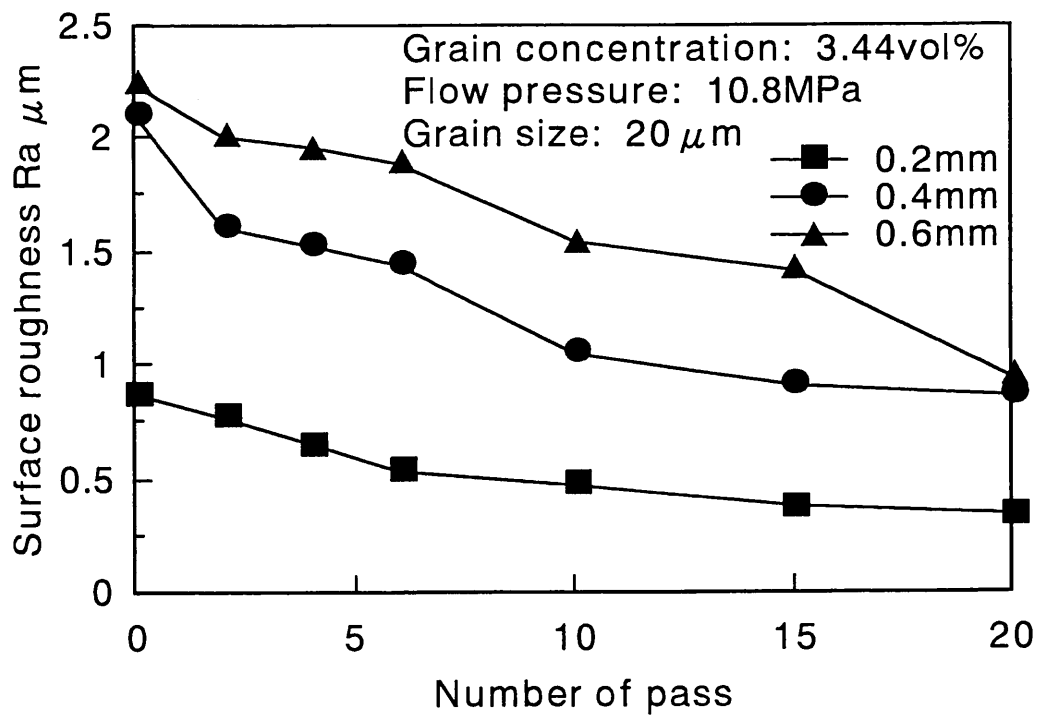


図 4.2 管径と表面粗さの関係

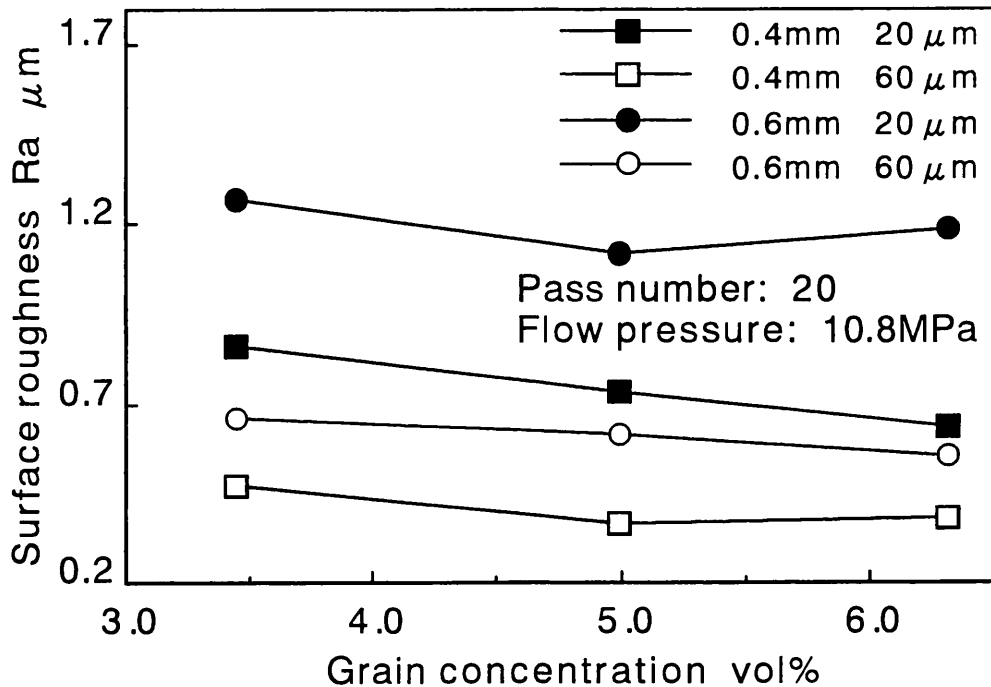


図 4.3 砥粒濃度と表面粗さの関係

4.2 研磨面の粗さ測定

4.2.1 管径と表面粗さの関係

図 4.2 に管径と表面粗さの関係を示す。実験は、平均砥粒径 $20 \mu\text{m}$ のアルミナ砥粒を用い、砥粒濃度を $3.44\text{vol}\%$ とし、細管内に注入するスラリーの注入圧力を 10.8MPa 一定として行った。その際、パス回数を $2 \sim 20$ 回と変化させて実験を行った。

図 4.1 から、研磨の初期段階（パス回数の少ない段階）で表面粗さは急激に減少し、その後パス回数の増加とともに漸減していく。内径の大きい管ほど初期段階での低減度合いが大きい。しかし、いずれの管も、パス回数を重ねるごとに表面粗さの低減は、あまり見られなくなる。表面粗さの絶対値は内径が大きい管ほど大きい。

4.2.2 砥粒濃度と表面粗さの関係

表面粗さの低減に砥粒の濃度が如何なる影響を及ぼすか調べた。実験は内径が $0.6, 0.4\text{mm}$ の管について、平均砥粒径として $20, 60 \mu\text{m}$ の 2 種類の砥粒を使用

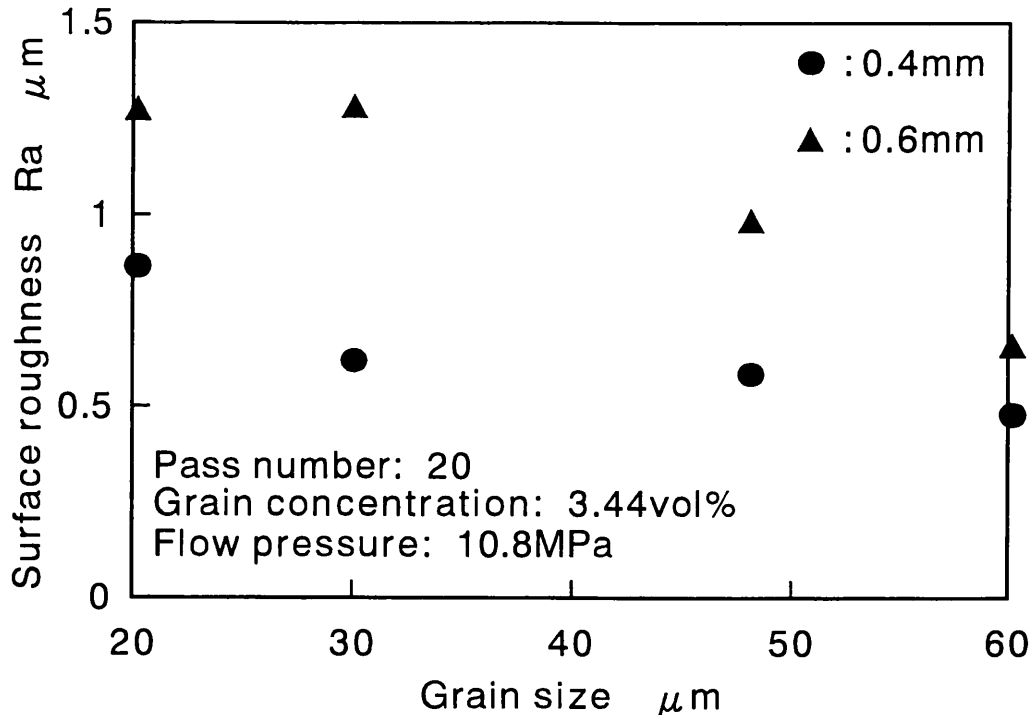


図 4.4 砥粒径と表面粗さの関係

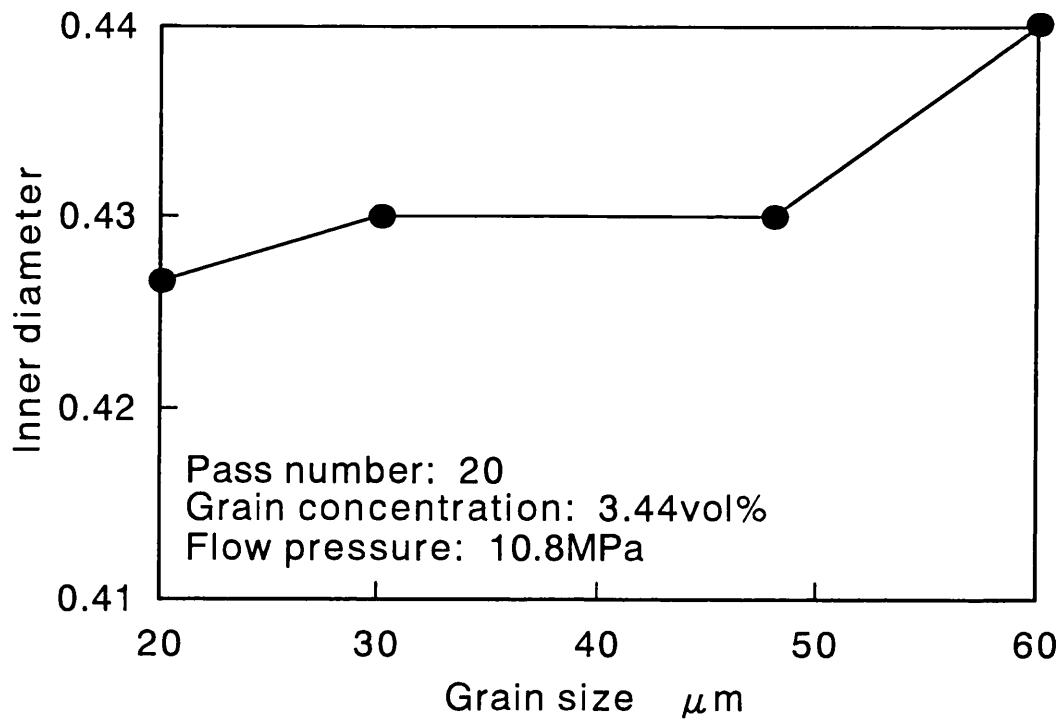
し、砥粒濃度を 3.44 ~ 6.32vol% の間で変化させて行った。その際、パス回数を 20 回とした。実験結果を図 4.3 に示す。

図 4.3 から、いずれの細管も表面粗さは砥粒濃度の増加とともに幾分低減する様子が見られる。しかし、低減の度合いはいずれの管も小さい。これは、管の内径が大きいためこの程度の砥粒濃度の範囲では研磨面に作用する砥粒数がそれ程増えなかったことが原因していると考えられる。

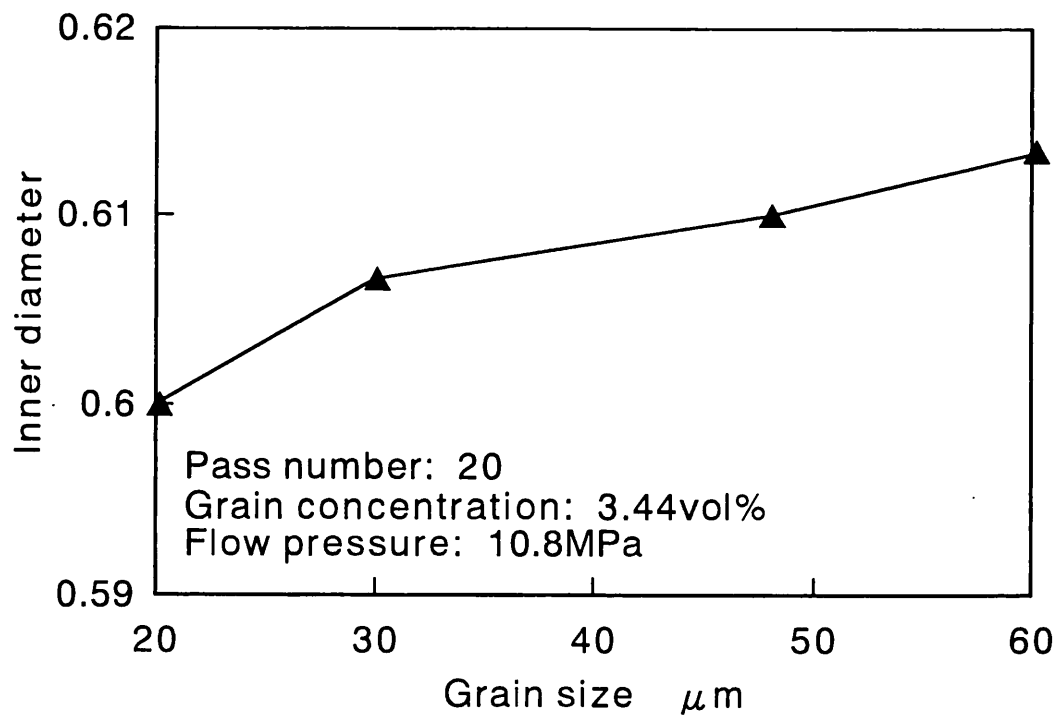
4.2.3 砥粒径と表面粗さの関係

表面粗さの低減に砥粒径が如何なる影響を及ぼすのか調べた。実験は、内径が 0.4, 0.6mm の管について平均砥粒径 20 ~ 60 μm の砥粒を用いて行った。また、各管についてパス回数を 20 回とし、スラリーの注入圧力を 10.8MPa 一定として行った。実験結果を図 4.4 に示す。

図 4.4 から、いずれの管の場合も砥粒径が増すにつれて表面粗さが減少することがわかる。これは、砥粒径が大きくなるにつれて管内を流れる溶媒から受ける砥粒の運動エネルギーが大きくなり、そのため研磨作用力が大きくなり、前加工面の除去速度が増大したためと考えられる。



(a) 内径 0.4mm の細管



(b) 内径 0.6mm の細管

図 4.5 砥粒径による内径の拡大効果

4.2.4 砥粒径による内径の拡大効果

図4.5に、研磨後の管の内径をピンゲージ（新潟精機製：AA型，1/100mmの精度）で測定した結果を示す。実験は、内径が0.4，0.6mmの管について平均砥粒径20～60 μ mの砥粒を用いて行った。また、各管についてパス回数を20回とし、スラリーの注入圧力を10.8MPa一定として行った。図4.5から、管の内径は砥粒径が大きくなるにつれて増大することがわかる。これは、前章で述べた理由と同様、前加工面の除去速度の違いにより、内径の寸法変化に差異が表れたものと思われる。

4.3 差圧の測定

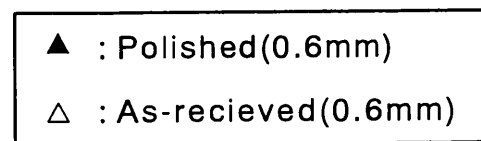
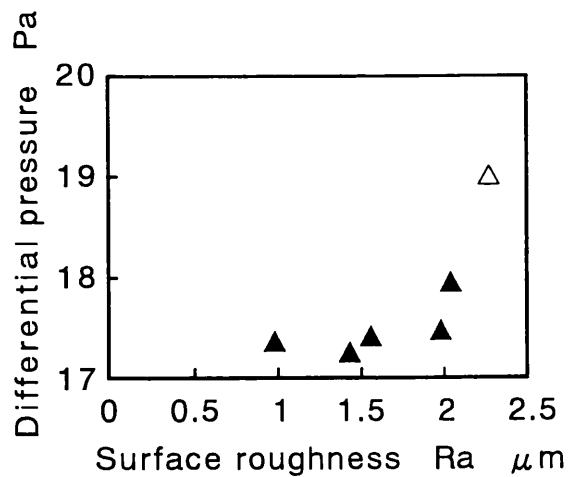
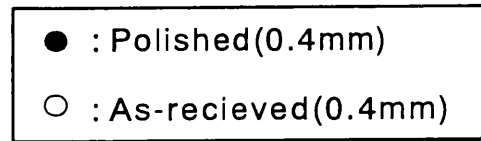
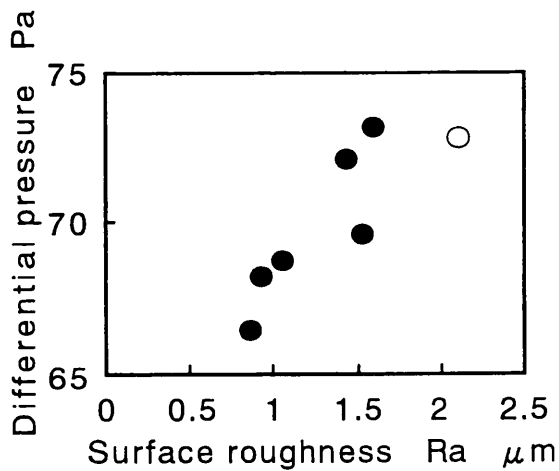
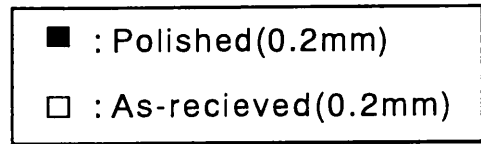
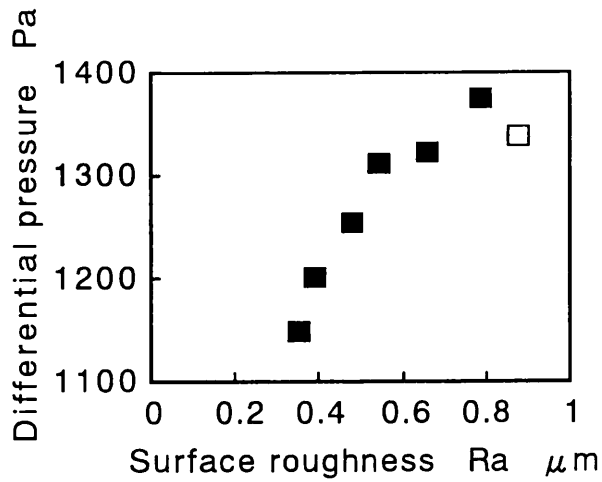
研磨面を評価する目的で研磨後の管の差圧を測定した。図4.6に差圧の測定結果を示す。実験は、砥粒濃度を3.44vol%とし、パス回数を2～20回として行った。

図4.6から、内径が0.2，0.4mmの管の場合、表面粗さが大きくなるにつれて差圧は次第に大きくなることがわかる。一方、内径が0.6mmの管の場合には、表面粗さと差圧の間に明瞭な関係が見られない。一般に、管内を流れるガスの流量は、管内壁の仕上げ状態（内壁の表面粗さの程度）によって影響を受けると考えられる。表面粗さが大きい程ガスの流れに対して抵抗が大きく、差圧に影響を及ぼすものと思われる。しかし、その影響の度合いは内径と表面粗さの比によって規定されると考えられ、図4.6に示すような結果が得られたものと推察される。

4.4 研磨面の観察

4.4.1 光学顕微鏡による観察

スラリーの高速流動研磨による管内面の仕上げ状態を、光学顕微鏡（ノマルスキー法）を用いて観察した。観察は、スラリーの流動圧力を10.8MPa、砥粒の平均粒径を20 μ m、砥粒濃度を3.44vol%にして研磨した試料について行った。光学顕微鏡観察の結果を図4.7に示す。図4.7から、素管内壁は引抜き管特有の荒



Pass number: 0-20

Flow pressure: 10.8MPa

Flow rate: 4cm³/min

Grain concentration: 3.44vol%

Gas: N₂

図 4.6 各種内径の管の表面粗さと差圧の関係

れた光の反射も鈍い粗面であることがわかった。また、パス回数が増えるにつれて荒れた面が次第に滑らかな面となり、光沢が生じてくることが確認された。これは、図4.2の実験結果とも一致する。しかし、前章で実験を行った細管に比べると、いずれの管も研磨面には若干のうねりが観察される。これは、使用する砥粒の径が適切でなかったか、もしくは、パス回数が足りなかったためではないかと考えられる。

4.4.2 走査型電子顕微鏡による観察

図4.8に、研磨面を走査型電子顕微鏡（SEM観察）した結果を示す。被観察用試料は光学顕微鏡観察に供したものと同一である。図4.8から、内径の異なるいずれの管も、 $N=0$ の素管内壁面は引抜き管特有のテクスチャ（織目模様の表面の微細凹凸パターン）を有していることがわかる。研磨前の素管（内径 ϕ 0.6, 0.4, 0.2mm）の表面粗さは、 R_a でそれぞれ2.24, 2.11, 0.87 μm であり、0.2mmの細管が、0.4, 0.6mmの管に比べて、大幅に初期粗さは小さいが、テクスチャの消失する様子は、他の管とそれほどの違いは見受けられず、むしろ、やや遅いようにも思われる。これは、0.2mmの管内の流速が、他の管に比べて遅く、管内での砥粒の運動エネルギーが小さいため、管内での除去速度が他の管に比べて小さいためと考えられる。

Grain size: 20 μ m
Flow pressure: 10.8MPa
Grain concentration: 3.44vol%

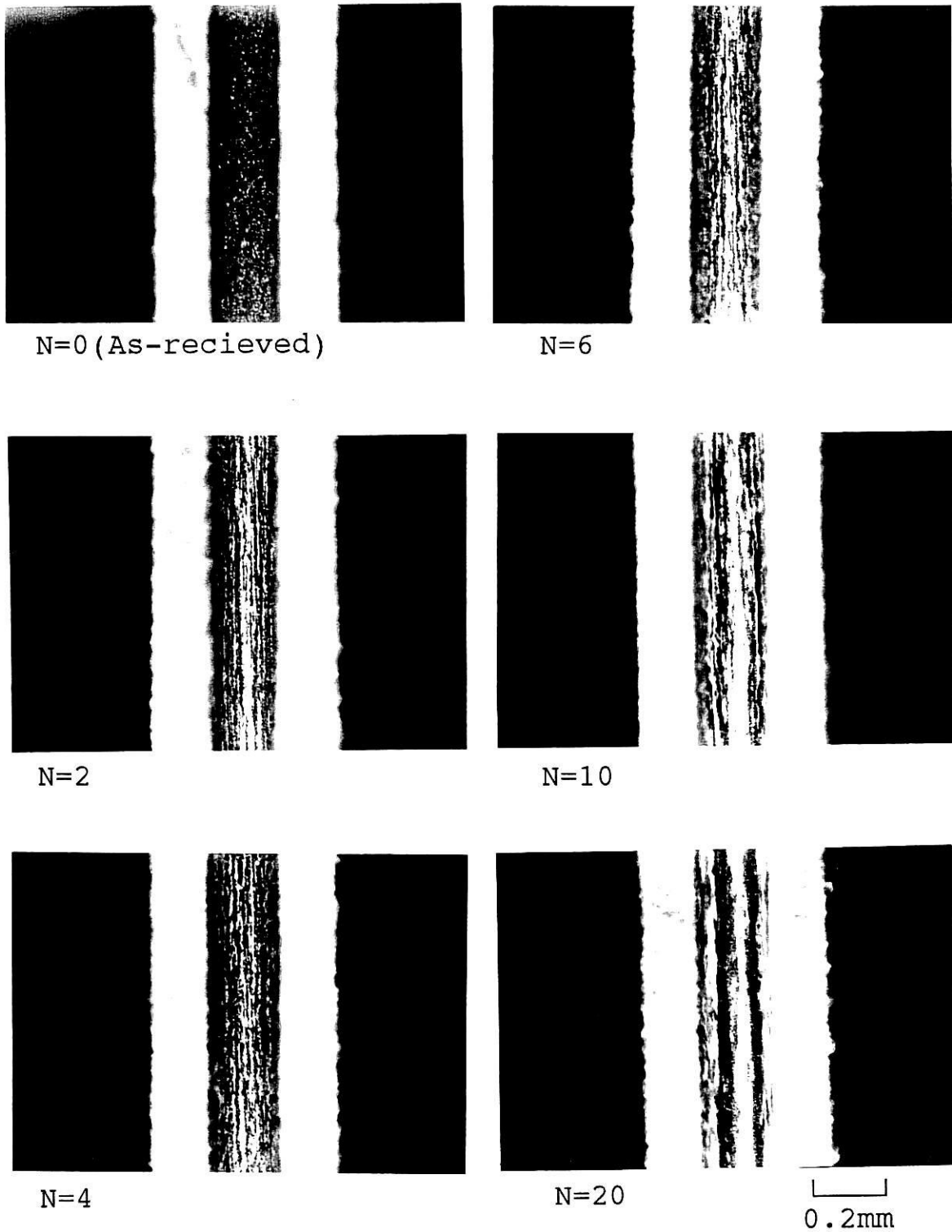
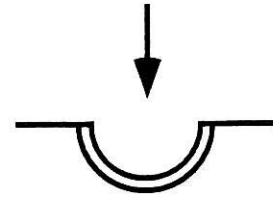


図 4.7 (a) 内径 0.2mm の細管内面の光学顕微鏡写真

Grain size: 20 μ m
Flow pressure: 10.8MPa
Grain concentration: 3.44vol%

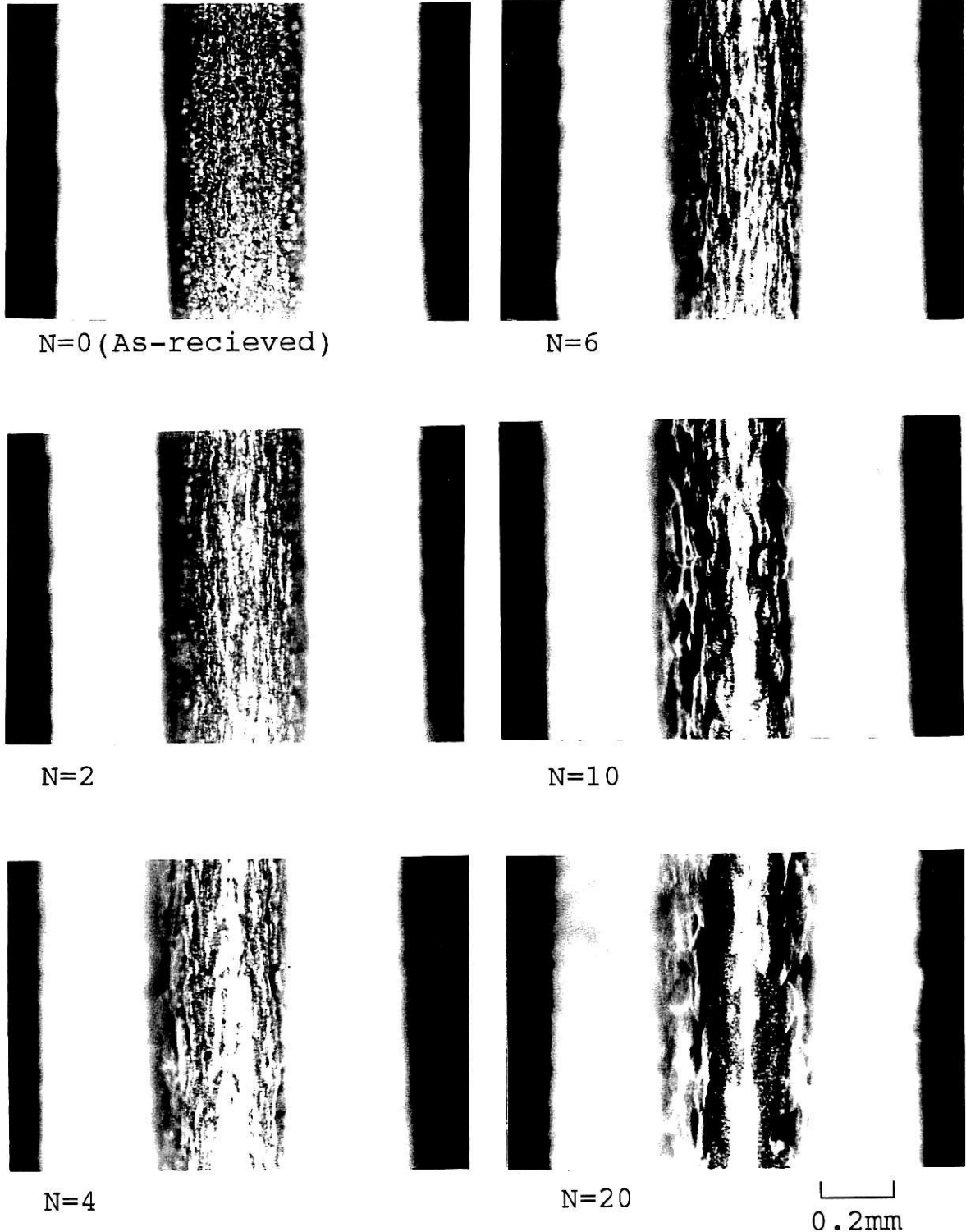
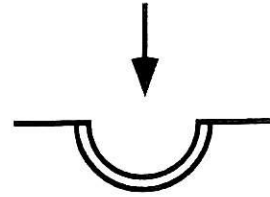
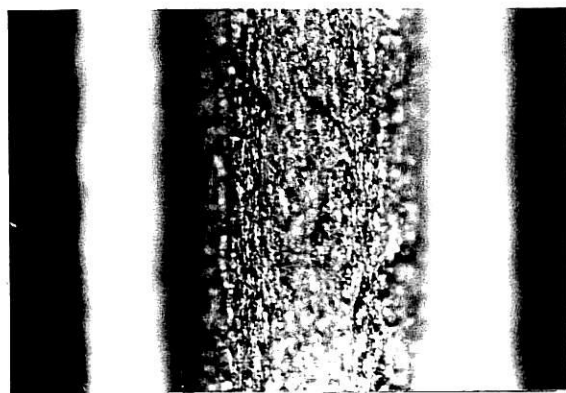
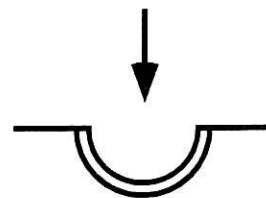


図 4.7 (b) 内径 0.4mm の細管内面の光学顕微鏡写真

Grain size: $20\ \mu\text{m}$
Flow pressure: 10.8MPa
Grain concentration: 3.44vol%



N=0 (As-recieved)



N=6



N=2



N=10



N=4

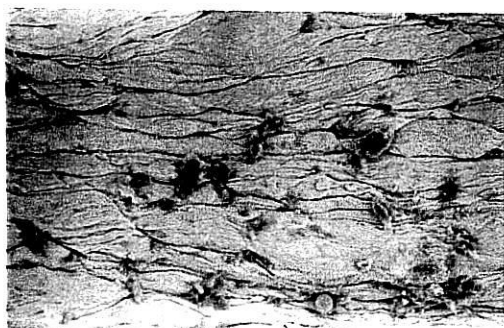
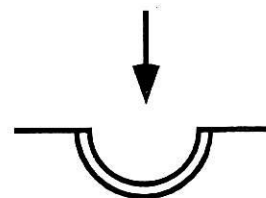


N=20

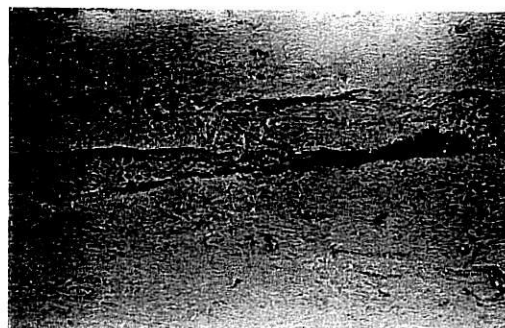
0.2mm

図 4.7 (c) 内径 0.6mm の細管内面の光学顕微鏡写真

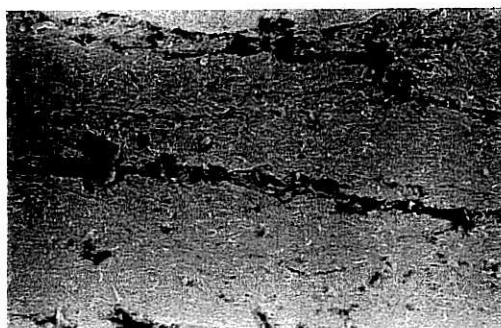
Grain size: $20\ \mu\text{m}$
Flow pressure: 10.8MPa
Grain concentration: 3.44vol%



N=0 (As-recieved)



N=6



N=2



N=10



N=4

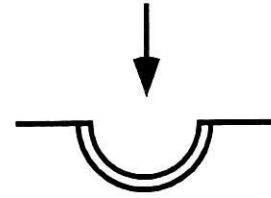


N=20

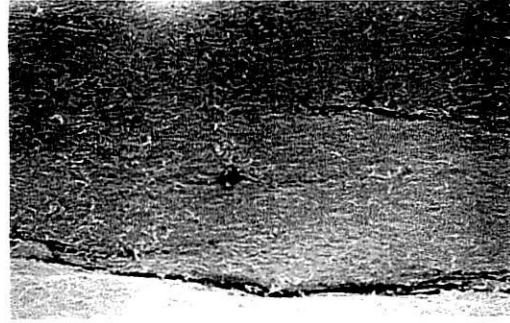
20 μm

図 4.8 (a) 内径 0.2mm の細管内面の SEM 写真

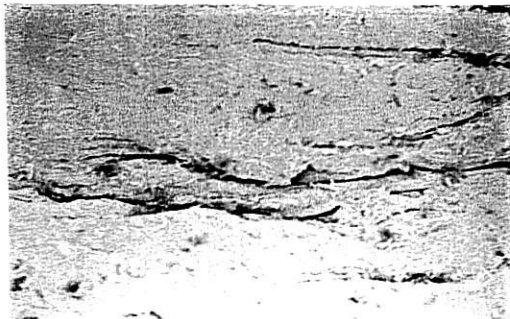
Grain size: $20\ \mu\text{m}$
Flow pressure: 10.8MPa
Grain concentration: 3.44vol%



N=0 (As-recieved)



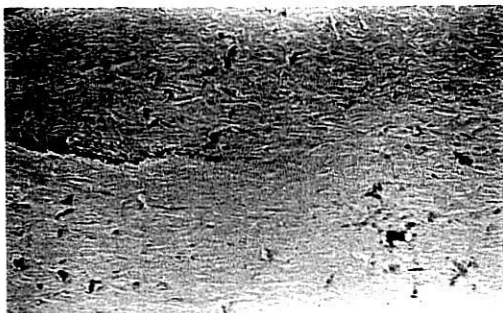
N=6



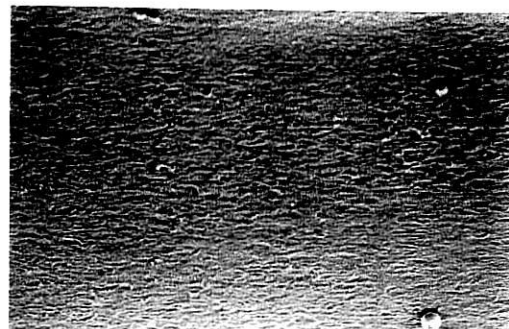
N=2



N=10



N=4

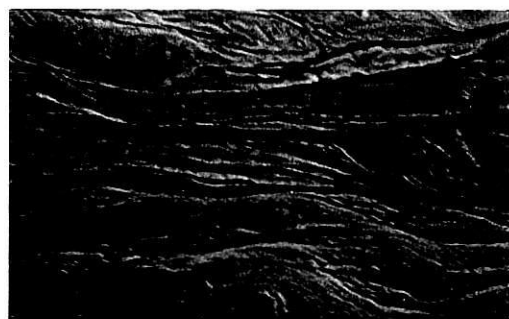
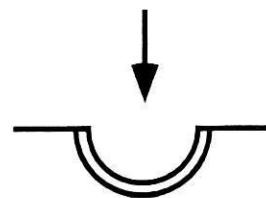


N=20

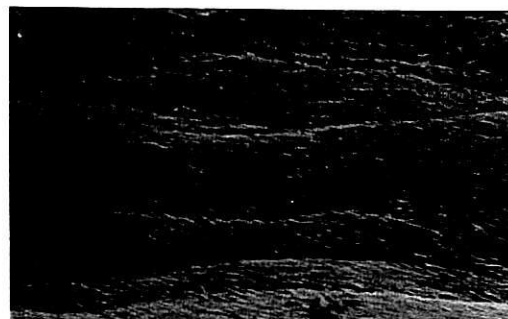
20 μm

図 4.8 (b) 内径 0.4mm の細管内面の SEM 写真

Grain size: $20\ \mu\text{m}$
Flow pressure: 10.8MPa
Grain concentration: $3.44\text{vol}\%$



N=0 (As-recieved)



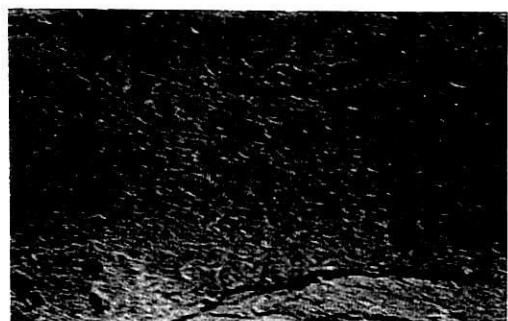
N=6



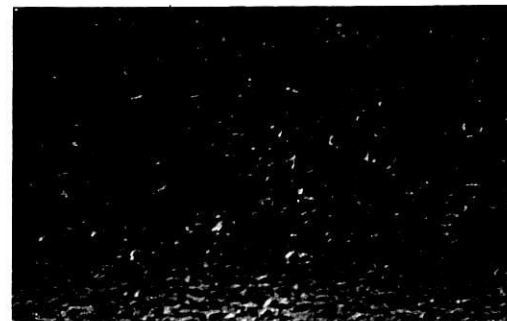
N=2



N=10



N=4



N=20



 $20\ \mu\text{m}$

図 4.8 (c) 内径 0.6mm の細管内面の SEM 写真

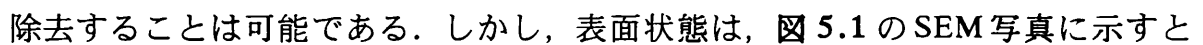
4.5 本章のまとめ

各種内径の異なる極細ステンレス鋼管内壁を高速流動研磨した結果、次の結論を得た。

- (1) いずれの細管の場合も、表面粗さはパス回数が増えるにつれて次第に低減していく。しかし、低減の度合いは内径の大きい管の方が大きい。
- (2) 砥粒濃度による表面粗さの変化はあまり見られなかった。
- (3) 砥粒の平均粒径が大きくなると表面粗さは次第に小さくなる。
- (4) 0.2, 0.4mmの管の場合、表面粗さが大きくなると差圧は増加する。しかし、0.6mmの管では表面粗さと差圧の間に明瞭な関係は認められなかった。
- (5) SEM観察の結果、素管（引抜き管）に見られるテクスチャは、パス回数の増加とともに消失していく。

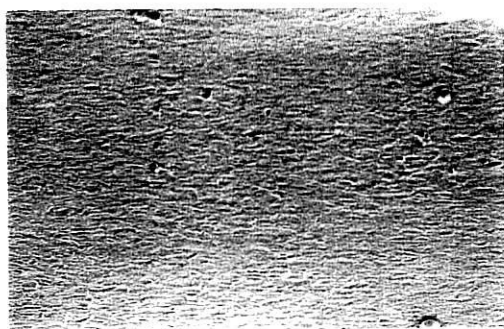
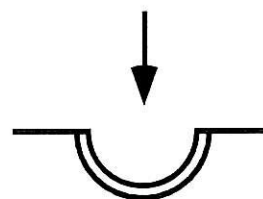
第5章 ガラスビーズ添加による細管内面の高速流動研磨

5.1 はじめに

4章において各種内径の異なる細管の研磨実験を行ったが、内径0.4, 0.6mmといった比較的内径の大きな管については、20 μm 程度の砥粒で研磨を行ったとき、パス回数が20回程度では、表面状態が完全に平坦な状態にまでは改善されないことが光学顕微鏡写真より確認された。しかし、粒径の大きな砥粒を用いて研磨を行った場合、20回程度のパス回数で管内面のほとんどのテクスチャを除去することは可能である。しかし、表面状態は、 5.1のSEM写真に示すとおり、20 μm の砥粒で研磨を行った場合よりも大きな引掻き痕が見受けられる。そのため、この状態の管をガス配管として用いた場合、ガスの残留や不純物粒子（パーティクル）の付着源となることが考えられ、悪影響が残る。

そこで、比較的粒径の小さい砥粒を用いつつ、効率良く研磨を行う方法として、スラリーの中にガラスビーズを添加する研磨方法を考案した。ガラスビーズを添加することにより、試料管内において、スラリーの流動状態は活発になり、同じ粒径を用いた場合の研磨と比較して研磨効率が上がるものと予想される。本章での実験条件を表5.1に示す。

Inner diameter: 0.4mm
 Grain size: 20, 60 μ m
 Pass number: 20
 Flow pressure: 10.8MPa
 Grain concentration: 3.44vol%



20 μ m

Grain size: 20 μ m

Grain size: 60 μ m

図 5.1 内面状態の比較

表 5.1 実験条件

Capillary	SUS304BA
Inner diameter	0.4, 0.6mm
Length	500mm
Grain	Al_2O_3
Average grain size	20, 30, 48, 60 μ m
Concentration	3.44vol%
Size of Glass Beads	0.063 - 0.088 mm ϕ
Amount of Glass Beads	1, 3, 5g
Fluid	Ion exchanged water
Pressure	10.8MPa
Number of pass	2 - 20

5.2 研磨面の粗さ測定

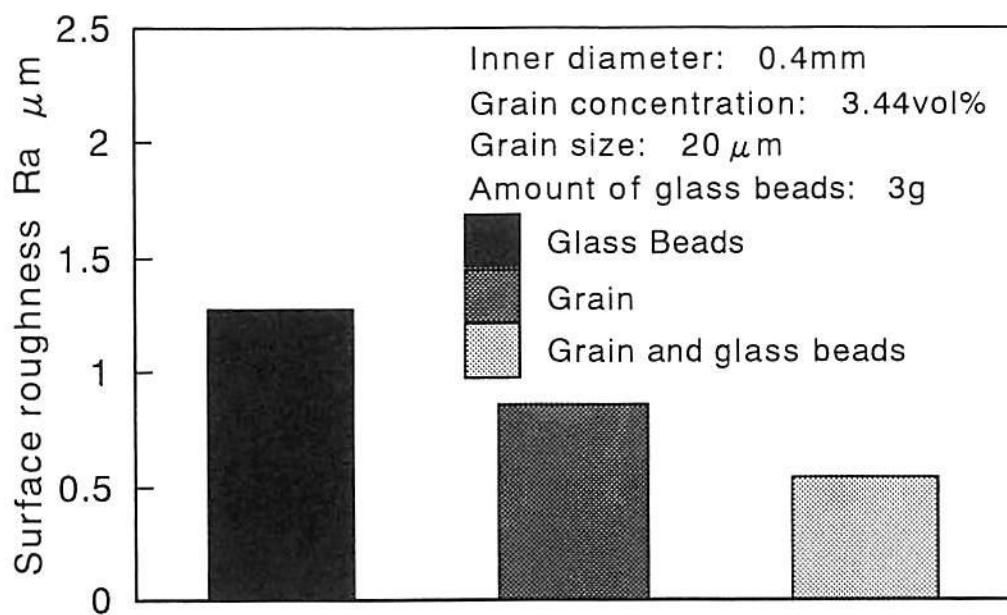
5.2.1 ビーズ添加による効果

実際にビーズを添加した場合の効果を確認するため、砥粒のみでの研磨、ガラスビーズのみでの研磨、両方を混合した場合の研磨の3種類の研磨方法について比較・検討を行った。図5.2に実験結果を示す。実験は、平均粒径 $20\ \mu\text{m}$ の砥粒を3.44vol%の砥粒濃度で、また、平均粒径 $70\ \mu\text{m}$ のガラスビーズを3g用いて行った。

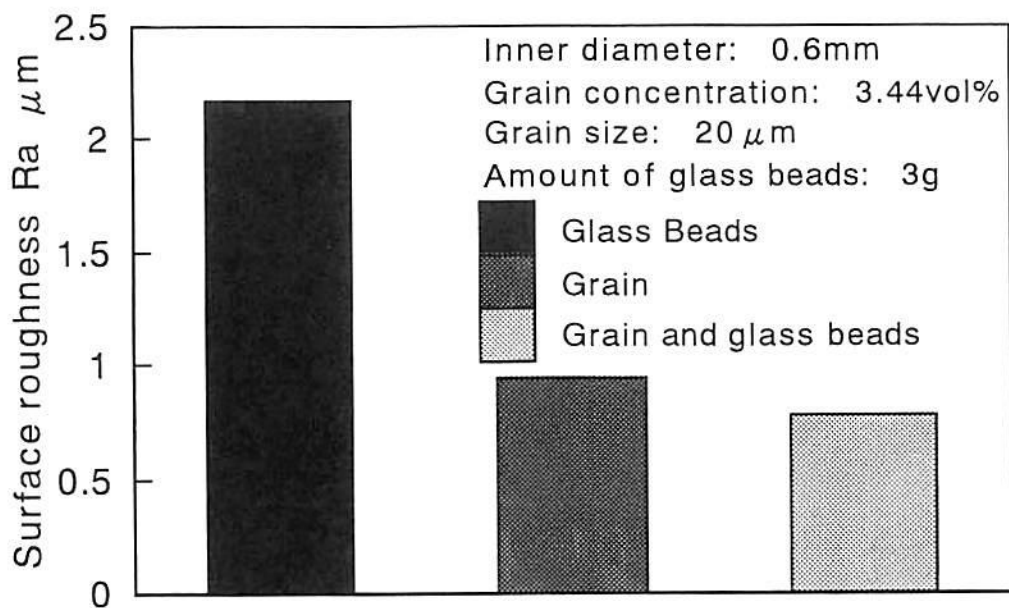
図5.2から、ガラスビーズのみで研磨を行った管は、殆ど表面粗さの低減が行われていないことがわかる。また、砥粒のみで研磨を行ったときに比べ砥粒とガラスビーズの混合によって研磨を行ったときの方が表面粗さは改善されている。このため、ガラスビーズは直接細管内の研磨を行うのではなく、スラリー内に混合されたとき、流体の運動を活性化させ、研磨能率を向上させているものと考えられる。

5.2.2 パス回数の影響

ガラスビーズを添加して研磨を行った場合のパス回数と表面粗さの関係を図5.3に示す。実験は、平均砥粒径 $20\ \mu\text{m}$ 、砥粒濃度3.44vol%のスラリーに平均粒径 $70\ \mu\text{m}$ のガラスビーズを3g添加して行った。図5.3には、ガラスビーズを添加しなかった場合の実験結果も併記している。図5.3から、内径0.4mm、0.6mmのいずれの細管も、砥粒のみで研磨を行った場合に比べて表面粗さの低減が早く行われていることがわかる。また、最終的な仕上げ面粗さも良好なことがわかる。本実験から、パス回数の多少に関わらずガラスビーズは研磨に有効に作用していることがわかる。

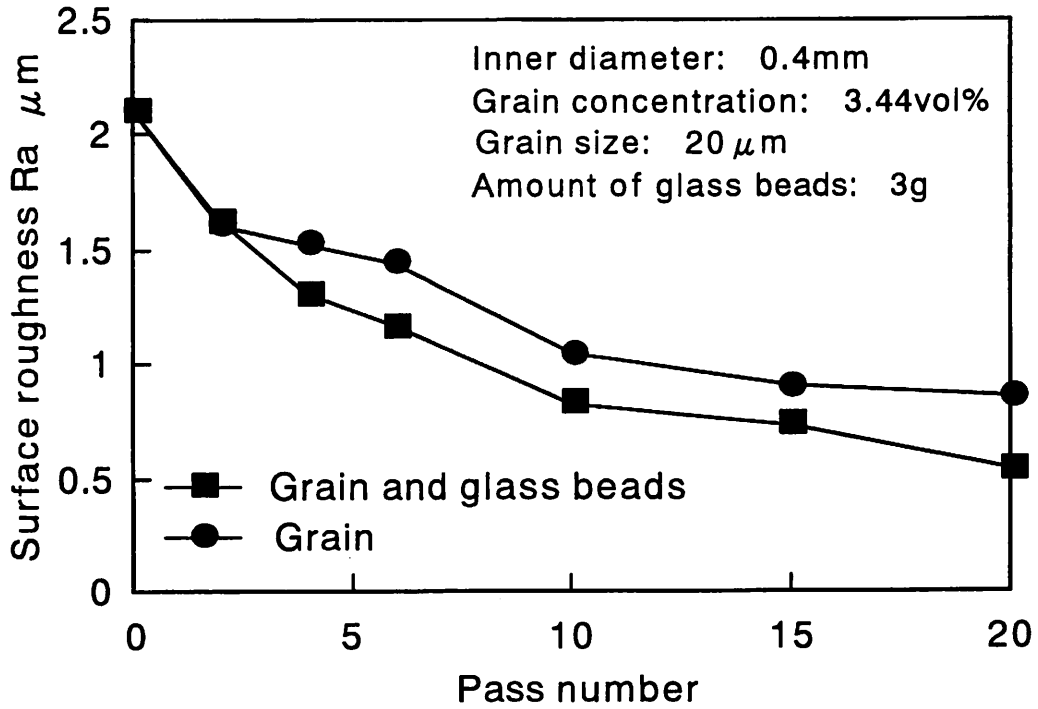


(a) 内径0.4mmの細管内壁の表面粗さ

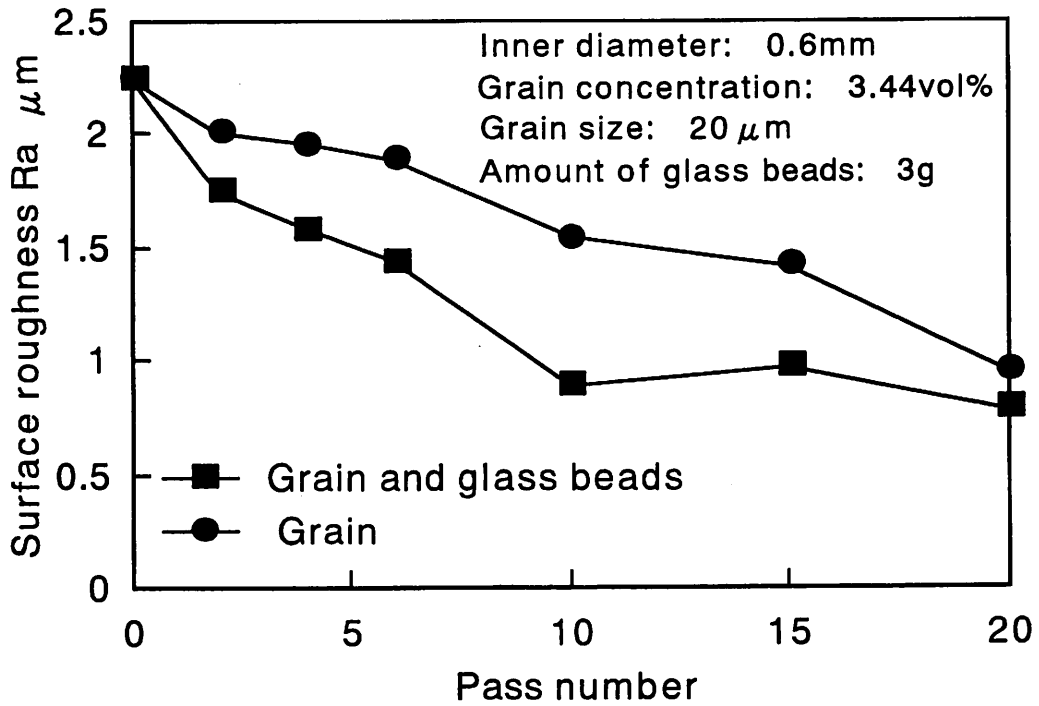


(b) 内径0.6mmの細管内壁の表面粗さ

図 5.2 ビーズ添加による表面粗さ低減の効果



(a) 内径0.4mmの細管内壁の表面粗さ



(b) 内径0.6mmの細管内壁の表面粗さ

図 5.3 パス回数と表面粗さの関係

5.2.3 砥粒径の影響

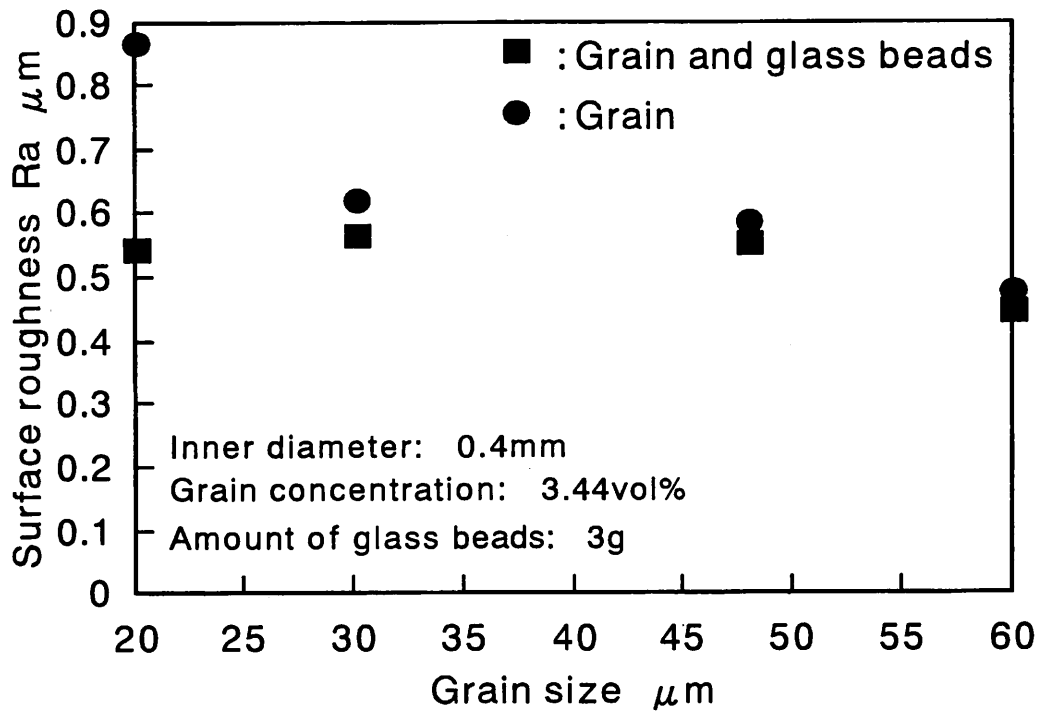
ガラスビーズを添加して研磨を行った場合の砥粒径と表面粗さの関係を図5.4に示す。実験は、砥粒濃度 3.44vol%，平均粒径 70 μ m のガラスビーズを 3g 添加し、砥粒径を 20, 30, 48, 60 μ m と変化させて行った。

全体的に見て砥粒のみで研磨を行った場合よりも、ガラスビーズを添加した場合の方が表面粗さをより大きく低減できることが図 5.4 からわかる。また、粒径の小さい砥粒を用いた場合の方が、ガラスビーズを添加した効果が顕著にあらわれていることもわかる。

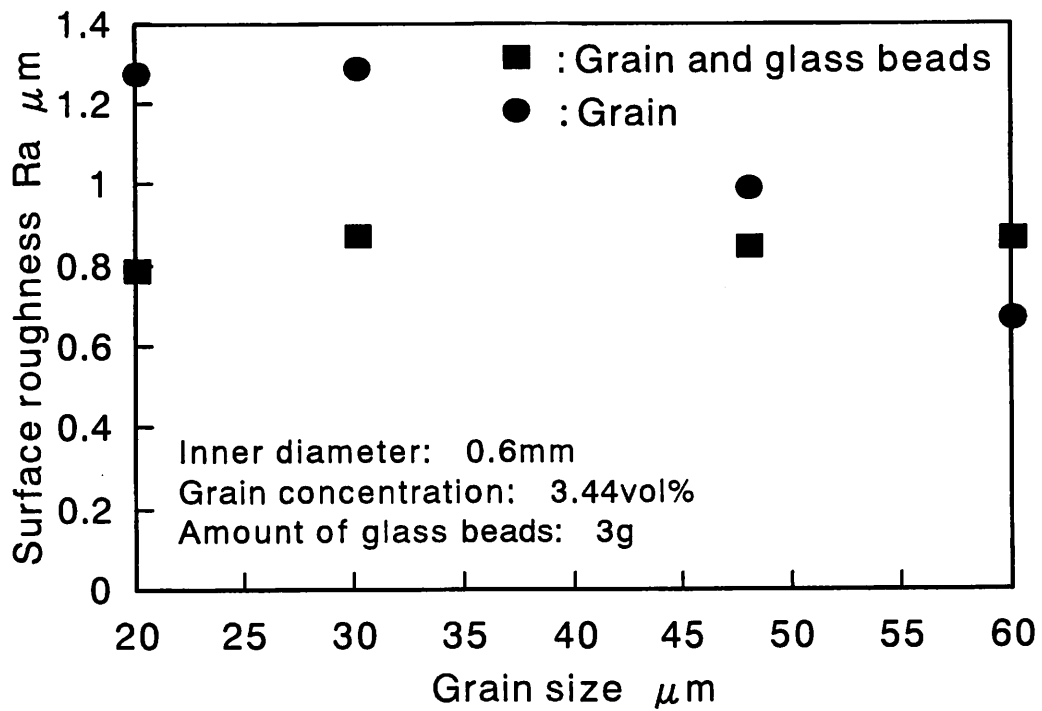
粒径の小さい砥粒は、前章までの実験によって表面の凹凸の除去速度が遅く、砥粒径が大きくなるにつれ表面の凹凸の除去速度が速くなることが判明している。そのため、粒径の小さい砥粒ほど、ガラスビーズの添加による効果が顕著にあらわれたのではないかと思われる。

5.2.4 ガラスビーズの添加量の影響

ガラスビーズの添加量を変化させて研磨を行った場合の、表面粗さとガラスビーズ添加量の関係を図 5.5 に示す。実験は、平均砥粒径 20 μ m の砥粒を用い、砥粒濃度を 3.44vol% とし、平均粒径 70 μ m のガラスビーズの添加量を 1, 3, 5g と変化させて行った。図 5.5 から、いずれの内径の管もガラスビーズの添加量が増加するにつれて、表面粗さは次第に低減されている様子がわかる。しかし、低減の度合いは比較的緩やかであり、添加量の増減により受ける影響はあまり大きくないと言える。



(a) 内径 0.4mm の細管内壁の表面粗さ



(b) 内径 0.6mm の細管内壁の表面粗さ

図 5.4 砥粒径と表面粗さの関係

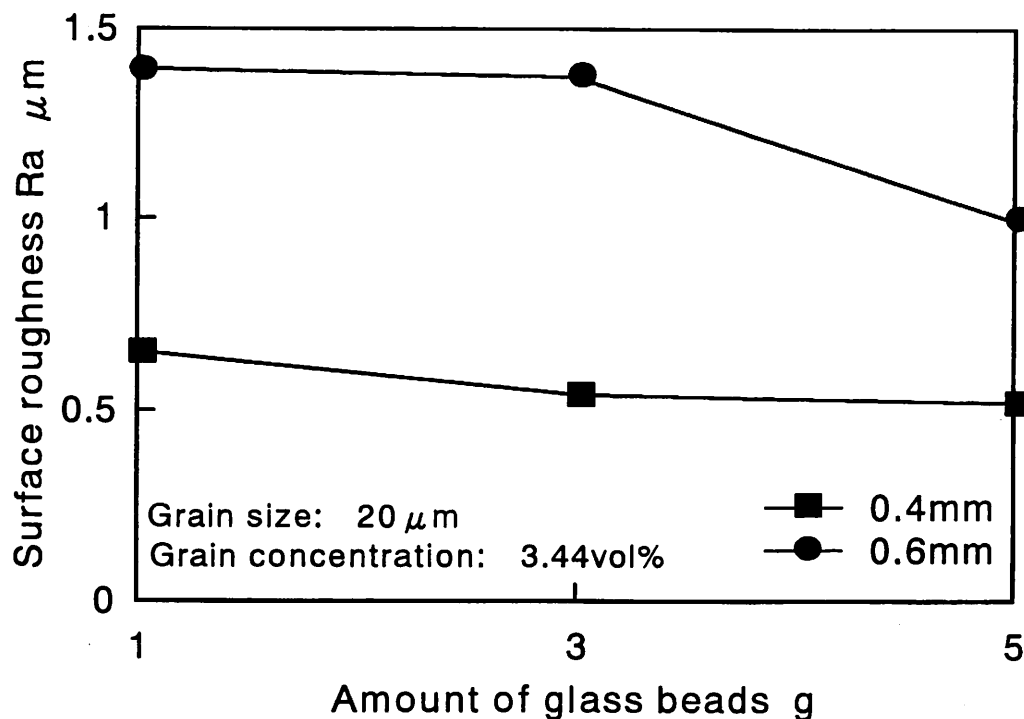


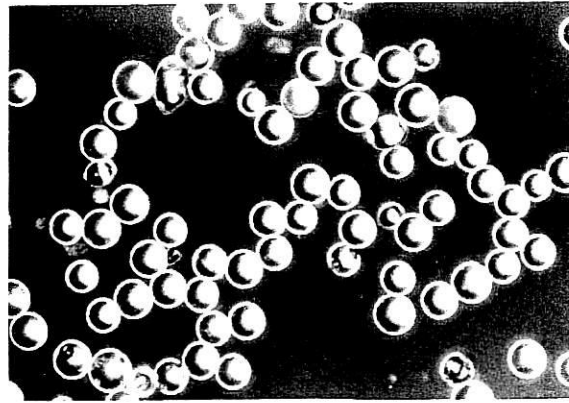
図 5.5 ガラスビーズの添加量と表面粗さの関係

5.3 ガラスビーズの観察

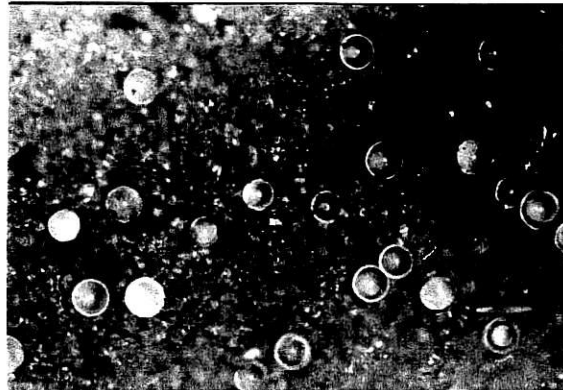
研磨前と研磨後のガラスビーズを観察するため、研磨前のガラスビーズと研磨後のスラリーを抽出・乾燥した残渣を光学顕微鏡観察した。図 5.6 にその観察写真を示す。研磨前の写真にはガラスビーズのみ、研磨後の写真は砥粒とガラスビーズが写っている。

研磨後のスラリーは、内径 0.6mm の細管の内面を平均粒径 20 μ m の砥粒を用いて、砥粒濃度を 3.44vol%、平均粒径 70 μ m のガラスビーズ 3g を添加して、パス回数 20 回繰り返して、計 3 本の試料を研磨した残渣である。球状の形状を有するものがガラスビーズで、その背後に見られるのがアルミナ砥粒である。

実験では多くのパス回数を重ねているが、研磨前の写真に比べてガラスビーズはほとんど粉碎された痕跡はなく、本実験の条件内ではパス回数を重ねてもビーズは良好な状態を保ったまま有効に働いていることがわかる。



(a) 研磨前



(b) 研磨後
0.2mm

図 5.6 ガラスビーズの観察

5.4 研磨面の観察

5.4.1 光学顕微鏡による観察

管内面の仕上げ状態を光学顕微鏡を用いて観察した。観察は、スラリーの流動圧力を 10.8MPa、砥粒の平均粒径を $20\ \mu\text{m}$ 、砥粒濃度を 3.44vol% とし、平均粒径 $70\ \mu\text{m}$ のガラスビーズを 3g 添加して研磨を行った試料について行った。光学顕微鏡観察の結果を図 5.7 に示す。

図 5.7 から表面上に見られる引抜き管特有のテクスチャは、パス回数を重ねるごとに次第に除去されていく様子がわかる。また、4 章の図 4.6 はガラスビーズを添加していない実験結果（観察写真）を示している。ガラスビーズを添加した本実験は、図 4.6 の実験条件と全く同じである。そこで、4 章の図 4.6 と比較すると、内径 0.4mm の管についてはガラスビーズを添加した場合の方が除去速度が早く行われていることが観察される。内径 0.6mm の管については、パス回数 2～10 回までの観察写真にはそれほど明瞭な違いが観察されないが、パス回数 20 回の時点になるとガラスビーズを添加した場合の仕上げ面の方が良好なものであることがわかる。

5.4.2 走査型電子顕微鏡による観察

図 5.8 に、研磨面を走査型電子顕微鏡 (SEM 観察) した結果を示す。被観察用試料は光学顕微鏡観察に供したものと同一である。図 5.8 から、パス回数を重ねていくに従い、表面上のテクスチャは次第に除去されていく様子がわかる。パス回数が 6 回までは、どちらの内径の管も表面上の凹凸が観察できるが 10 回以降は殆ど見られず、研磨によって除去されていることがわかる。

Grain size: $20\ \mu\text{m}$
Glass beads size: $70\ \mu\text{m}$
Flow pressure: 10.8MPa
Grain concentration: $3.44\text{vol}\%$

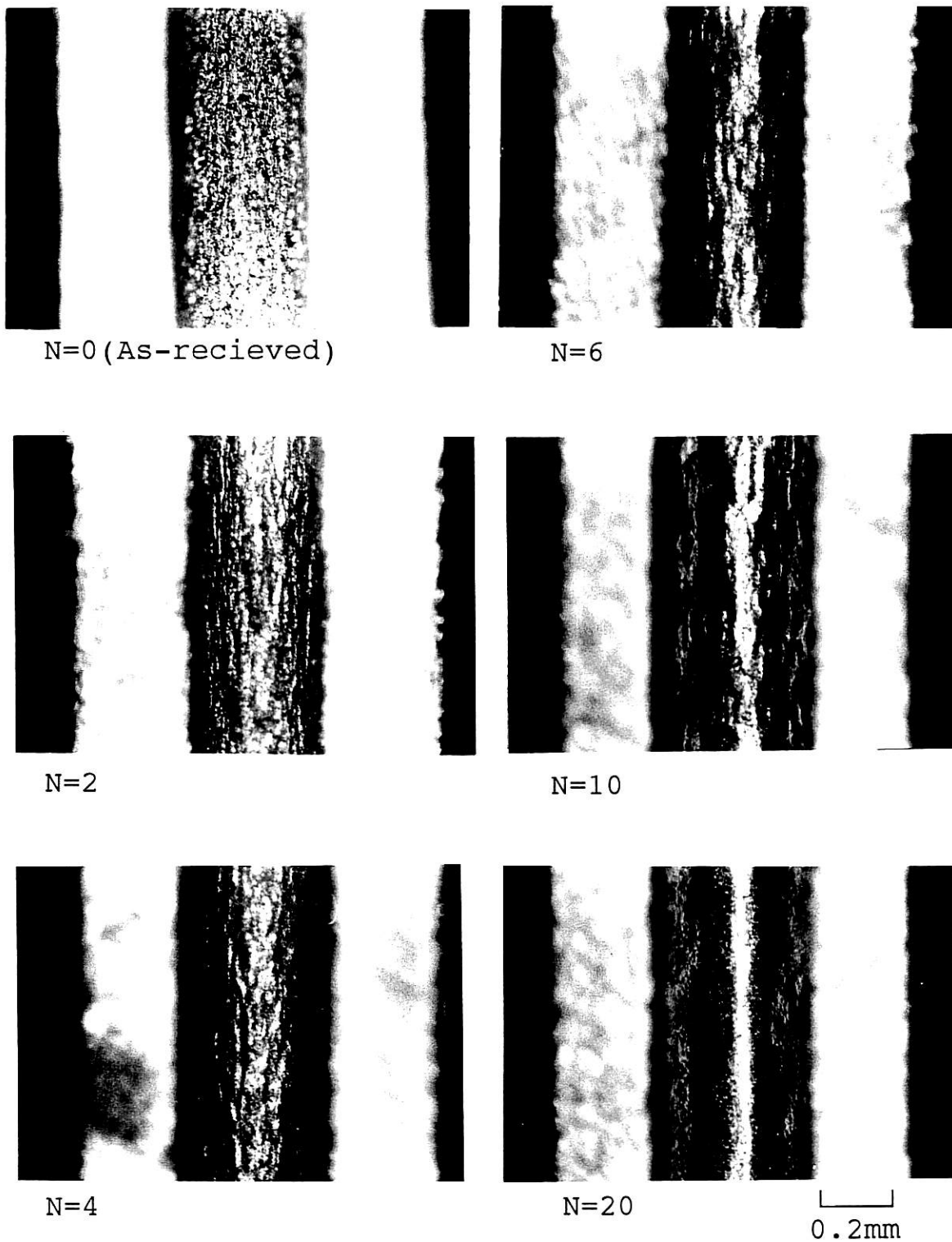
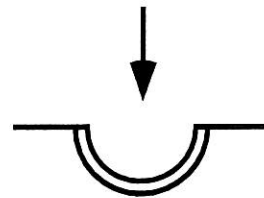


図 5.7 (a) 内径 0.4mm の細管内面の光学顕微鏡写真

Grain size: $20 \mu\text{m}$
 Glass beads size: $70 \mu\text{m}$
 Flow pressure: 10.8MPa
 Grain concentration: $3.44\text{vol}\%$

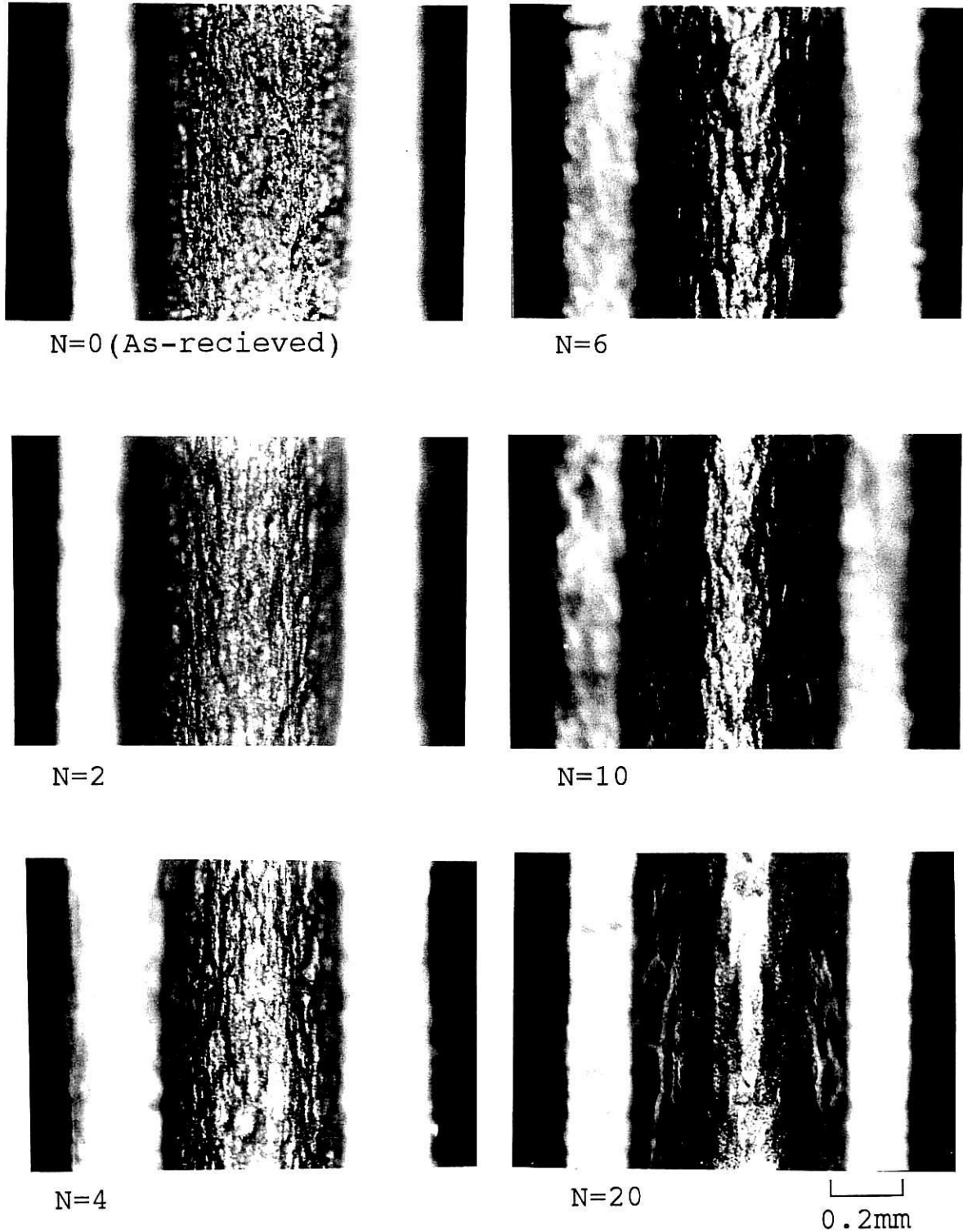
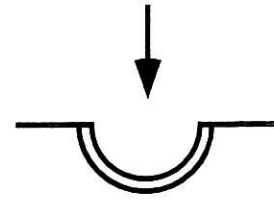
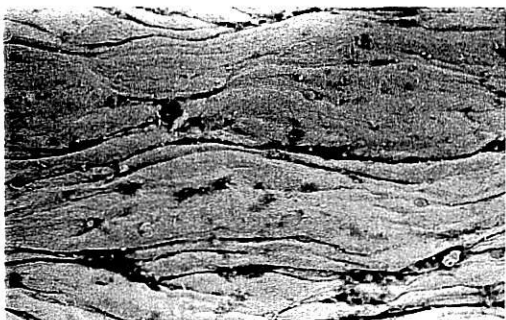
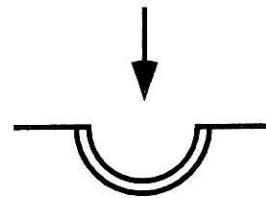


図 5.7 (b) 内径 0.6mm の細管内面の光学顕微鏡写真

Grain size: $20\ \mu\text{m}$
Glass beads size: $70\ \mu\text{m}$
Flow pressure: 10.8MPa
Grain concentration: 3.44vol%



N=0 (As-recieved)



N=6



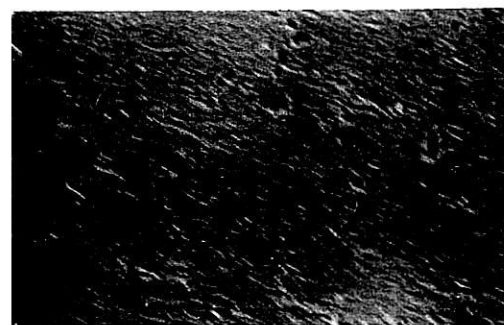
N=2



N=10



N=4

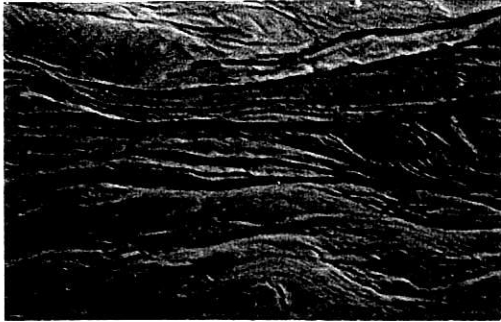
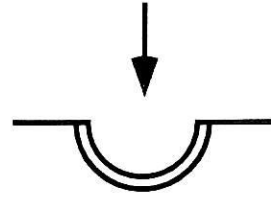


N=20

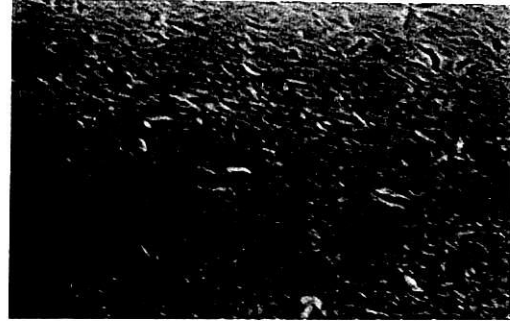
20 μm

図 5.8 (a) 内径 0.4mm の細管内面の SEM 写真

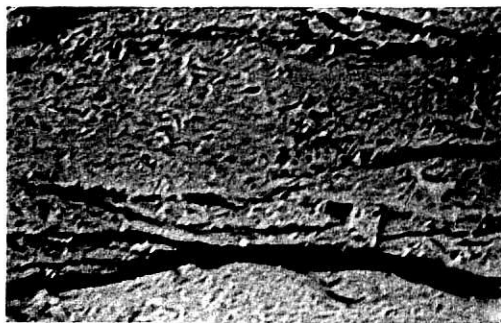
Grain size: $20\ \mu\text{m}$
Glass beads size: $70\ \mu\text{m}$
Flow pressure: 10.8MPa
Grain concentration: $3.44\text{vol}\%$



N=0 (As-received)



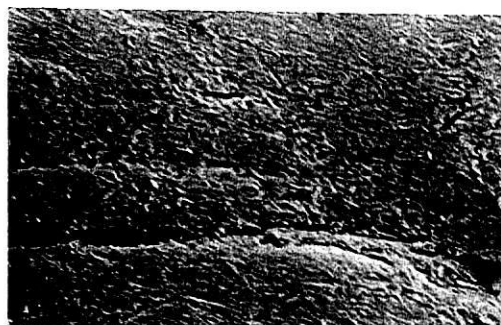
N=6



N=2



N=20



N=4



N=20

$20\ \mu\text{m}$

図 5.8 (b) 内径 0.6mm の細管内面の SEM 写真

5.5 本章のまとめ

高速流動研磨法を用いて、より一層の表面粗さの低減を実現すべく、ガラスビーズをスラリーに添加する方法を提案した。そして、実験的検討を行った結果、次の結論を得た。

- (1) スラリーにガラスビーズを添加して研磨を行った結果、スラリーのみで研磨を行った場合よりも、表面粗さの低減は早く行われ、また、仕上げ面粗さも良好であることがわかった。
- (2) ガラスビーズ自身は殆ど研磨能力を持たず、スラリーの運動を活性化させる働きを持つと考えられる。
- (3) パス回数を重ねてもガラスビーズは殆ど劣化せず、良好な状態を保ったまま研磨を行うことが出来ることがわかった。

第6章 2段階研磨法

6.1 はじめに

前章までの実験では、1種類の砥粒のみを用いて加工してきたが、図3.5に示すとおりパス回数を重ねるごとに表面粗さの低減は次第に緩和していき、ある点からほとんど表面状態の改善は見ることができなくなる。また、図4.7等の観察結果を見てもわかるとおり、管の内径に対して粒径の比較的小さい砥粒で最初から研磨を続けると、表面にうねりが発生したまま表面が研磨されていくといった問題が生じる。また、粒径の大きな砥粒を用いて研磨を行うと、うねりはあまり発生せず研磨は進行されるが、図5.1のSEM写真に示すとおり、表面には、研磨の際にできた無数の引っ掻き傷が生成される。そのため、この研磨状態の管をガス配管として用いた場合、ガスの残留やパーティクルの発生といった様々な弊害が予想される。

そこで、1段階目の加工には、粒径の大きい砥粒を用いて研磨を行い、2段階目の加工には、前段階（1段階）よりも粒径の小さい砥粒を用いることによって、1段階目で研磨を行った際の表面状態をさらに改善する実験を試みた。

6.2 研磨面の粗さ測定

6.2.1 内径0.28mmの管の2段階研磨

0.28mmの細管について2段階の研磨を試みた。表6.1に実験条件を示す。この細管内壁の初期粗さはRaで $0.7\ \mu\text{m}$ である。

まず、1段階目の研磨は平均砥粒径 $20\ \mu\text{m}$ 、砥粒濃度3.44vol%でパス回数20回として行った。この時点で表面粗さはRaで $0.17\ \mu\text{m}$ まで低減された。次に、仕上げ加工として2段階目の研磨を行った。2段階目の研磨は、平均砥粒径 $9.5\ \mu\text{m}$ と $4.0\ \mu\text{m}$ の2種類の砥粒を用い、それぞれ砥粒濃度3.44vol%とし、パス回数20～40回まで実験を行った。

図6.1に実験結果を示す。横軸のパス回数は、1段階目からの累計で表示されている。図6.1から、2段階目に粒径の細かい砥粒を用いることにより、表面粗さが著しく低減される様子がわかる。特に、 $9.5\ \mu\text{m}$ の砥粒を用いて研磨を行った場合には、表面粗さは、 $0.1\ \mu\text{m}$ 以下まで低減され、2段階研磨が効果を有することがわか

表 6.1 内径 0.28mm の細管の実験条件

Capillary	SUS316L
Inner diameter	0.28mm
Length	500mm
Grain	Al ₂ O ₃
Average grain size (1st polishing)	20 μm
Average grain size (2nd polishing)	9.5, 4.0 μm
Concentration	3.44vol%
Fluid	Ion exchanged water
Pressure	10.8MPa
Number of pass (1st polishing)	20
Number of pass (2nd polishing)	20 - 40

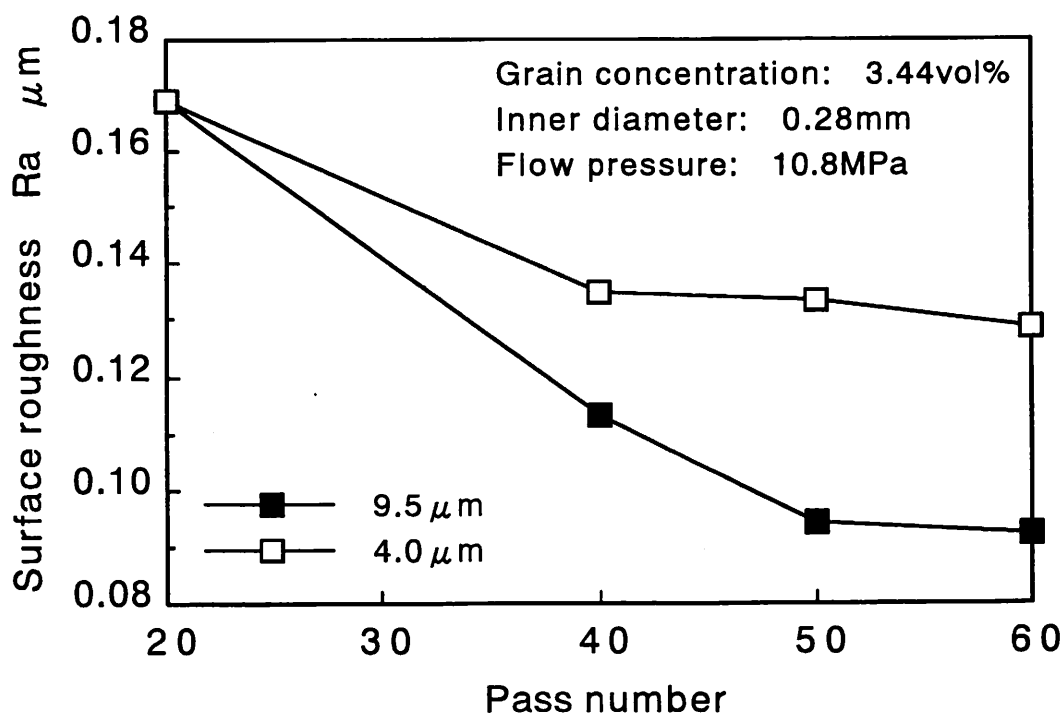


図 6.1 内径 0.28mm の細管の 2 段階研磨

る。

20 μm の砥粒のみで研磨を行った場合には、パス回数 20 回以降では表面粗さは Ra で 0.15 μm 辺りで飽和状態になるため、2 段階研磨を行うと、20 μm の砥粒によって生じた引っ掻き痕が、より粒径の細かい砥粒を用いて研磨すると除去されたものと推察される。

6.2.2 内径 0.4mm の管の 2 段階研磨

同じく 0.4mm の細管について、2 段階研磨を試みた。本細管内壁の初期粗さは Ra で 2.1 μm である。表 6.2 に実験条件を示す。

まず、1 段階目の研磨を平均砥粒径 60 μm 、砥粒濃度 3.44vol% でパス回数 20 回として行った。この段階で得られた表面粗さは Ra で 0.47 μm である。次に、仕上げ加工として 2 段階目の研磨を行った。2 段階目の研磨は、平均砥粒径 20 μm と 30 μm の 2 種類の砥粒を用い、それぞれ砥粒濃度 3.44vol% として、パス回数 20 ~ 40 回までの実験を行った。

図 6.2 に実験結果を示す。図 6.2 から、いずれの粒径の砥粒を用いた場合でも、表面粗さは 0.3 μm 程度まで低減されることがわかる。内径 0.28mm 管の場合と同様に、2 段階の研磨が効果的であることがわかる。また、この場合累計のパス回数が 40 回以降は表面粗さの低減が飽和し、1 段階目の研磨と同様に、パス回数を重ねるごとに表面粗さの低減の度合いは緩和していく傾向にあることがわかる。

6.3 研磨面の観察

6.3.1 光学顕微鏡写真による観察

図 6.3 に 2 段階研磨を行った細管内面の光学顕微鏡写真を示す。図 6.3 は、全て累計のパス回数 60 回のものについて表記している。(a), (b) は内径 0.28mm の試料、(c), (d) は内径 0.4mm の試料である。

図 6.3 より、いずれの管も精密に研磨されている様子がわかる。特に内径 0.4mm 細管は、4 章で行った実験では、4 章の図 4.7(b) の写真に示す様に完全に滑らかな表面にまでは研磨することが出来なかったが本章の実験により良好な表面を得ることができた。

表 6.2 内径 0.4mm の細管の実験条件

Capillary	SUS304BA
Inner diameter	0.4mm
Length	500mm
Grain	Al ₂ O ₃
Average grain size (1st Polishing)	60 μm
Average grain size (2nd Polishing)	20, 30 μm
Concentration	3.44vol%
Fluid	Ion exchanged water
Pressure	10.8MPa
Number of pass (1st Polishing)	20
Number of pass (2nd Polishing)	20 - 40

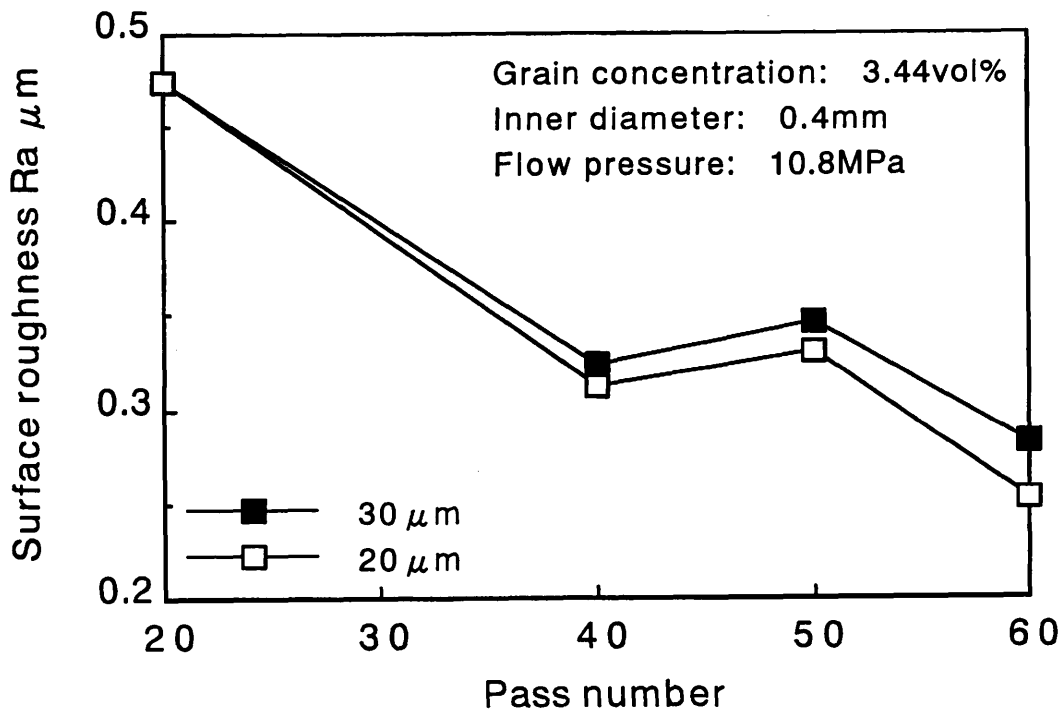
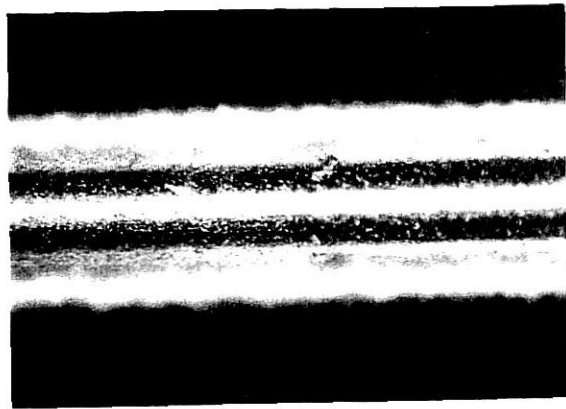
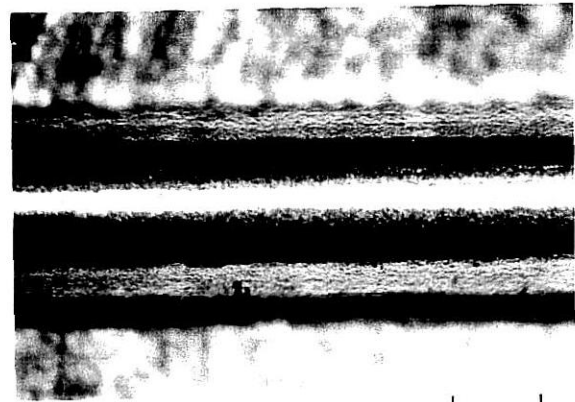
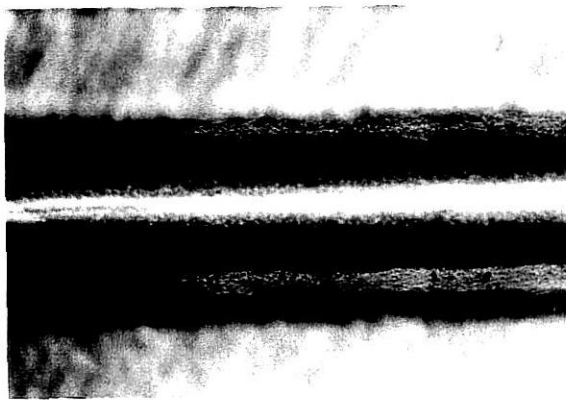


図 6.2 内径 0.4mm の細管の 2 段階研磨



(a) 内径 0.28mm: Al_2O_3 , 4.0 μm 砥粒

(b) 内径 0.28mm: Al_2O_3 , 9.5 μm 砥粒



(c) 内径 0.4mm: Al_2O_3 , 20 μm 砥粒

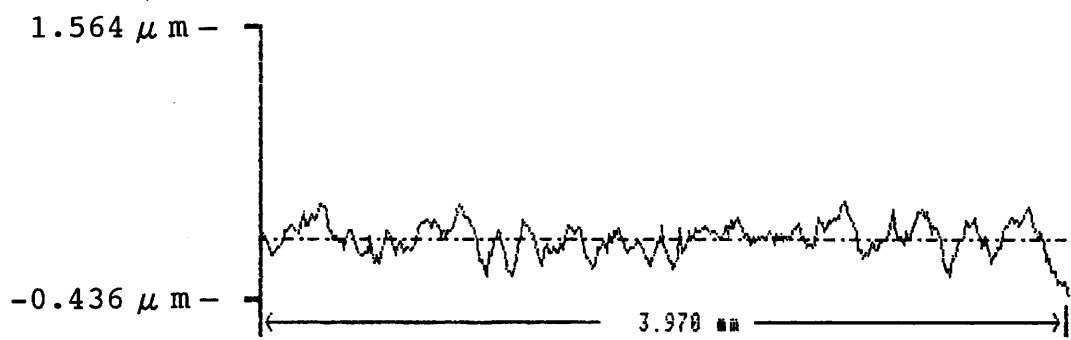
(d) 内径 0.4mm: Al_2O_3 , 30 μm 砥粒

0.2mm

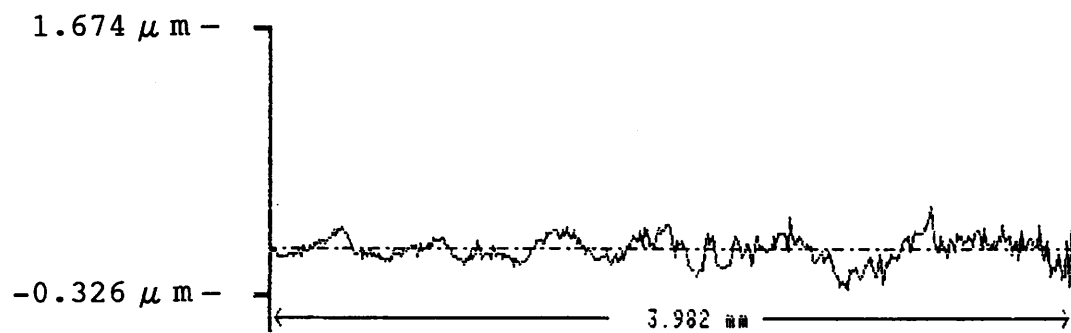
図 6.3 細管内面の光学顕微鏡写真

6.3.2 表面プロフィールの観察

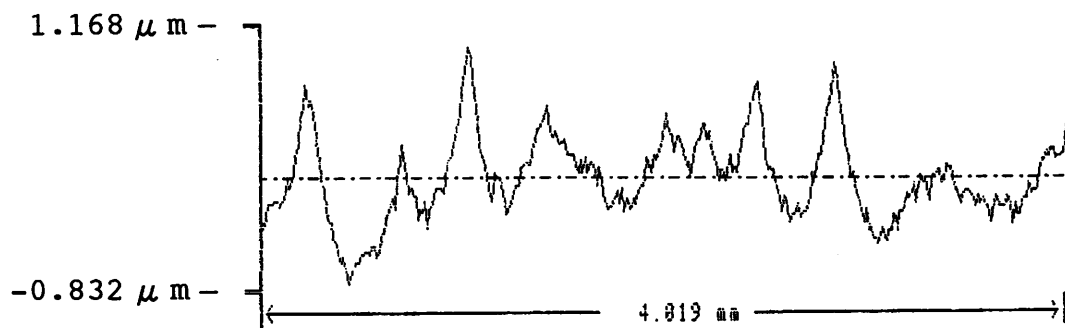
図 6.4 に 2 段階研磨を行った細管内面の表面プロフィールを示す。図 6.4 は光学顕微鏡写真に用いた試料と同じである。いずれの管のプロフィールも 2 段階研磨により研磨されている様子がわかる。特に内径 0.28mm の細管内壁はかなりの精度で研磨されており、2 段階研磨が有効であることがわかる。



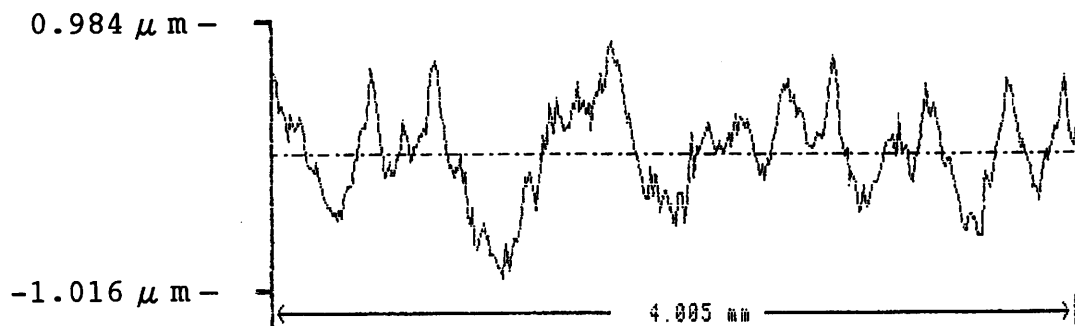
(a) 内径 0.28mm: Al_2O_3 , $4.0 \mu\text{m}$ 砥粒



(b) 内径 0.28mm: Al_2O_3 , $9.5 \mu\text{m}$ 砥粒



(c) 内径 0.4mm: Al_2O_3 , $20 \mu\text{m}$ 砥粒



(d) 内径 0.4mm: Al_2O_3 , $30 \mu\text{m}$ 砥粒

図 6.4 細管内面の表面プロフィール

6.4 本章のまとめ

高速流動研磨法を用いて、より一層の表面粗さの低減を実現すべく、2段階研磨法を提案した。そして、実験的検討を行った結果、次の結論を得た。

- (1) 2種類の粒径の砥粒を効果的に用いることにより、細管の内壁は1種類の砥粒のみで研磨を行った場合よりもさらに精密に研磨することができることがわかった。
- (2) 2段階目の研磨も1段階目の研磨と同様パス回数を重ねると、表面粗さの低減の度合いは緩和していくことがわかった。

第7章 高速流動研磨に関する考察

7.1 管内の流速とレイノルズ数

3章の図3.5から、パス回数が増えるにつれて表面粗さが次第に低減し、その低減の様態は管の内径によって異なること、内径が大きい場合にはパス回数の少ない段階での低減の度合いが大きいことがわかった。このように、管の内径によって表面粗さの低減に差違が生じるのは次の理由によるものと思われる。

管の内径が大きい場合と内径の小さい管の場合では管内を流れるスラリーの流動状態が異なるためではないかと考えられる。管軸方向に流れるスラリーの流動状態はレイノルズ数によって規定されるので、その値を知る必要がある。

いま、管の内径を d 、管の断面積を A 、スラリーの流速を u 、スラリーが管を通過する時間を t 、流量を Q 、直圧式増圧器のコラムの容積を V とすると、連続の式より、 $Q = Au$ が成り立つ。ここで、 $Q = V/t$ であるので、 $u = V/At$ となる。ここで、水の動粘度を ν とすると、レイノルズ数 $Re^{7)}$ は、

$$Re = ud/\nu \quad (1)$$

d と ν の値は既知であるので、 t の値を実測すれば各管のレイノルズ数 Re を求めることができる。コラム内の液体を完全に押し出すまでの時間が、スラリーが管を通過する時間 t であるのでその値は実測可能である。表7.1に測定結果を示

表7.1 各管の1パス当たりの研磨時間

Inner diameter (mm)	Pass time (sec)
0.2	155
0.28	59
0.4	22
0.6	9

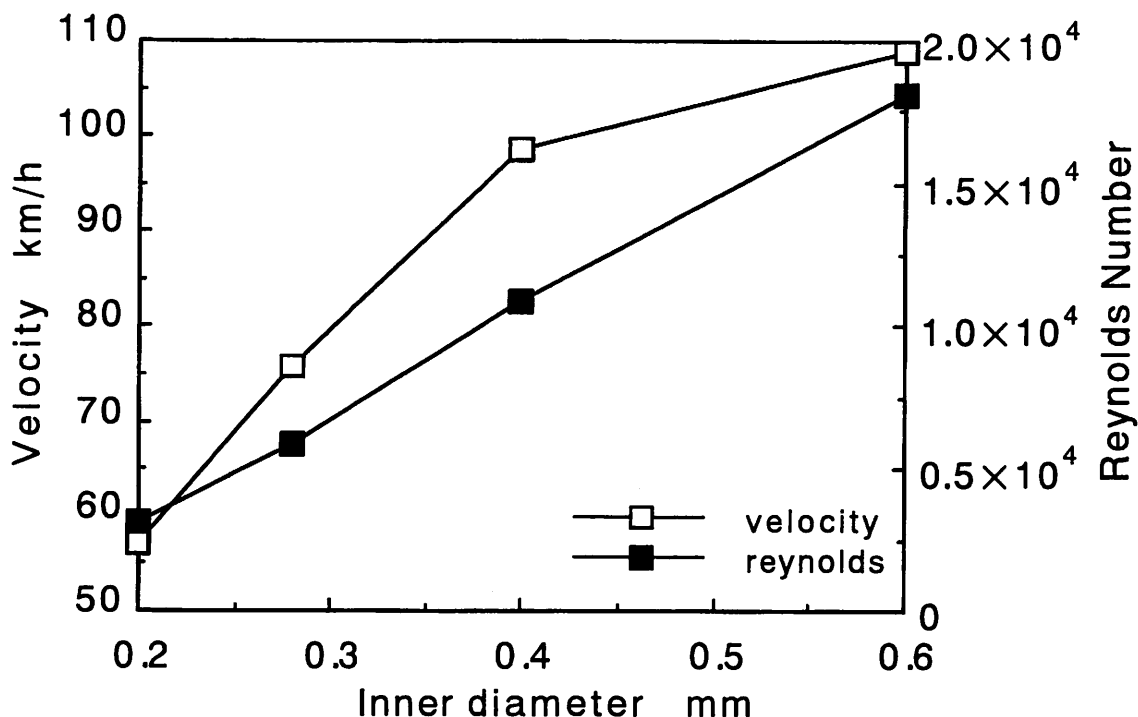


図7.1 各管内の流速とレイノルズ数

す。表7.1から、管の内径が大きくなるにつれて、スラリーが管を通過する時間 t が次第に短くなっていくことがわかる。水の動粘度 ν の値は温度が20℃のとき $1.004\text{mm}^2/\text{s}$ であるので、以上の値を用いることにより各管のレイノルズ数が求まる。計算結果を図7.1に示す。図7.1には管内を流れるスラリーの流速の値も併記している。

図7.1から、管の内径が大きくなるにつれてレイノルズ数はリニヤに増加していくことがわかる。臨界レイノルズ数は2300であるので、いずれの管も管内を流れる流体の流れは乱流になっていることがわかる。実際のスラリーには砥粒が混入されているため、この値は水の場合とは異なることが予想されるが、砥粒の混入率が1.7～6.3vol%と非常に小さく、水の場合とほとんど違いがないと考えられる。

管内を流れる砥粒は管軸方向に流体圧を受け、かつ、流れは乱流（図7.1）となっているため、砥粒は複雑な形で内壁に衝突すると考えられる。ここで、砥粒の研磨作用について考えてみる。砥粒が流体の溶媒から受ける力は、流体が静止していると考えたときの静水圧と溶媒の流動に基づく力がある。しかし、静水圧は研磨作用に直接影響は及ぼさないと考えられるので、この場合は流動による力

のみについて考慮すればよい。本実験では砥粒の粒径を一定にして実験を行っているので、粒径の効果は考慮の外におき、溶媒から受ける砥粒の流動速度の研磨作用に及ぼす効果のみについて考えることにする。

図 7.1 から、砥粒の流動速度は管の内径が大きくなるにつれて大きくなるので、砥粒の運動エネルギーも管内径の増大とともに大きくなると考えられる。研磨作用の大きさは、砥粒の運動エネルギーに比例すると思われるので、内径の大きい管ほど研磨量が大きくなると推察される。このため、内径の大きい（面粗さの大きい）管ほどパス回数の少ない段階で粗さの低減が大きくなったものと推測される。しかし、パス回数が20回を越える辺りで面粗さがほぼ一定になるのは、砥粒の運動エネルギーに基づく考えだけでは不十分で、別の視点からの考察が必要と思われる。

7.2 凹凸モデルを用いた研磨進行状態の考察

7.2.1 凹凸モデルの定義

パス回数の増大に伴う表面粗さの低減の様態（研磨の進行状態）を、以下の仮定のもとに解析的に検討する。解析モデルの設定にあたって、研磨前の素管内壁面の微小な凹凸（表面粗さを形成）は、図 7.2 に示す三角形の形状（二次元表示）をした微視的突起体の集合から形成されているとする。 a_0 は斜辺（研磨面）の長さ、 b_0 は底辺（凹凸の幅）の長さ、 c_0 は高さ（最大粗さ）、を表す。研磨が進行するにつれて、 a_0 と c_0 の値は次第に減少していくことになる。なお、 b_0 は一定であるとする。 a は、研磨進行途次の三角形の斜辺の長さ、 c は高さである。

細管内を流れるスラリーは乱流状態で流動しているが、考察の容易さを考えスラリーは管内壁に平行に流れているとする。ここで、1パス目 ($N=1$) の研磨の間に高さ c_0 の突起体の被研磨面に衝突する砥粒の数を考える。しかし、その数は具体的には把握困難であるので管内中を流れる砥粒の総数に対する割合で考える。簡単化のためその割合を規準化して1とする。次に、加工の進行に伴って突

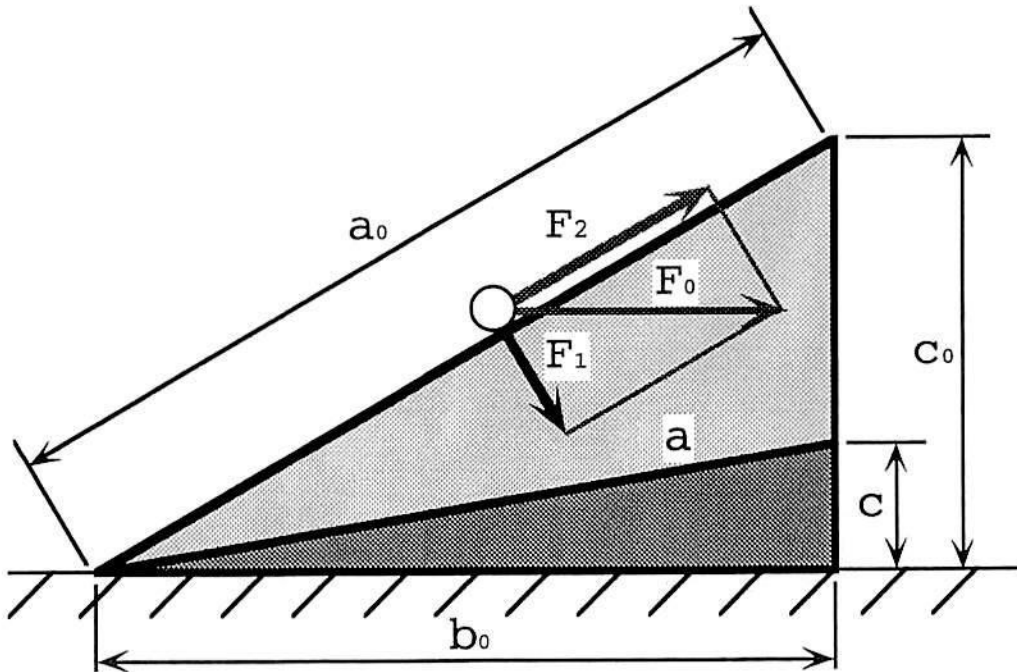


図 7.2 凹凸モデル

起体の高さが次第に減少していく場合の砥粒数について考える。研磨につれて被研磨面に衝突する砥粒数は、研磨開始時の値に比して減少すると思われる。突起体の高さが c_0 から c と小さくなったときの砥粒数は、規準化した値の c/c_0 となる。

ここで、砥粒が被研磨面へ衝突し研磨作用を営む様子について考える。砥粒は研磨面に対して平行に流れていると仮定しているのので、図7.2に示すような力 F_0 （ベクトル表示）で壁面に衝突し研磨作用を営む。ここで、力 F_0 を面に対して垂直の成分 F_1 と平行な成分 F_2 の2つに分解し、研磨には面に垂直の F_1 の成分が主として作用すると考える。 F_1 の値は F_0 の c/a 倍の大きさとなる。ここで、 F_0 の値を規準化して考えその値を1とする。

次に、1パスあたりに営まれる研磨量について考える。先ず、 $N=1$ （1パス目）の研磨面に対する研磨能力を求める。それは、 c_0^2/a_0c_0 で与えられる。ここで $N=1$ の除去高さをあらかじめ y_1 と設定すると、高さ y_1 を除去後の突起体の高さ c_1 の時の研磨面に対する研磨能力は、 c_1^2/ac_0 で与えられる。 $N=2$ の時の研磨能力は初期の研磨能力に対して、 $(c_1^2/ac_0)/(c_0^2/a_0c_0)$ の割合となるため、 $N=2$ のときの除去高さ y_2 は次式で表される。

$$y_2 = y_1 \times \frac{(c_1^2/ac_0)}{(c_0^2/a_0c_0)} \quad (2)$$

このため、このときの突起体の高さは、

$$c_2 = c_1 - y_1 \times \frac{(c_1^2/ac_0)}{(c_0^2/a_0c_0)} \quad (3)$$

で与えることができる。以後この計算を繰り返すことにより、 $N=n$ のときの突起体の高さは、次式となる。

$$c_n = c_{n-1} - y_1 \times \frac{(c_{n-1}^2/ac_0)}{(c_0^2/a_0c_0)} \quad (4)$$

7.2.2 計算結果

計算は底面に対する三角形の斜辺を 15° と仮定し、それぞれの辺の長さを $b_0=2\sqrt{3}$ 、 $c_0=1$ として行った。また、1パス目の除去量を $y_1=0.1, 0.06, 0.02$ とし

て計算を行った。

図 7.3 に、この計算結果を示す。図 7.3 から、パス回数を重ねるにつれて表面粗さが次第に低減していくことがわかる。また、最初の除去量の大きいものほど、除去速度が大きくなっており、表面粗さの低減の割合がパス回数の比較的少ない段階で緩和する傾向が見受けられる。これは、3 章の図 3.5 に示す実験結果とも定性的に合うように思われる。

本研磨法の場合、砥粒は固定されていないので目づまりや目つぶれを起こすことなく、常に砥粒の鋭い切れ刃が壁面に接して能率良く研磨作用を営むと推測される。

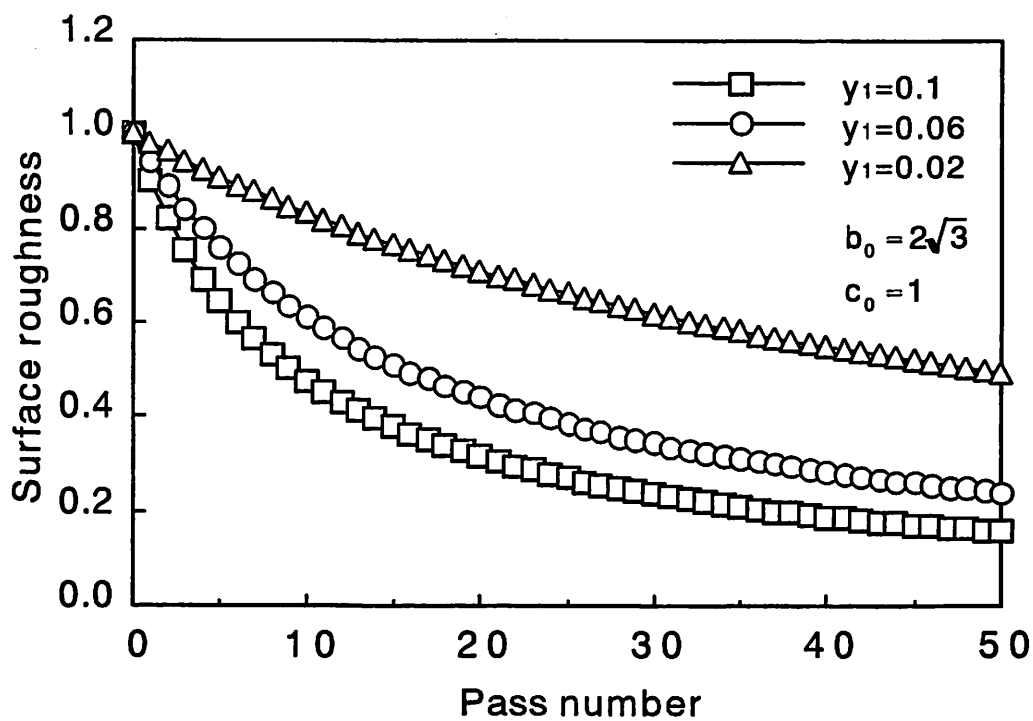


図 7.3 計算結果

7.3 助走区間内の長れ

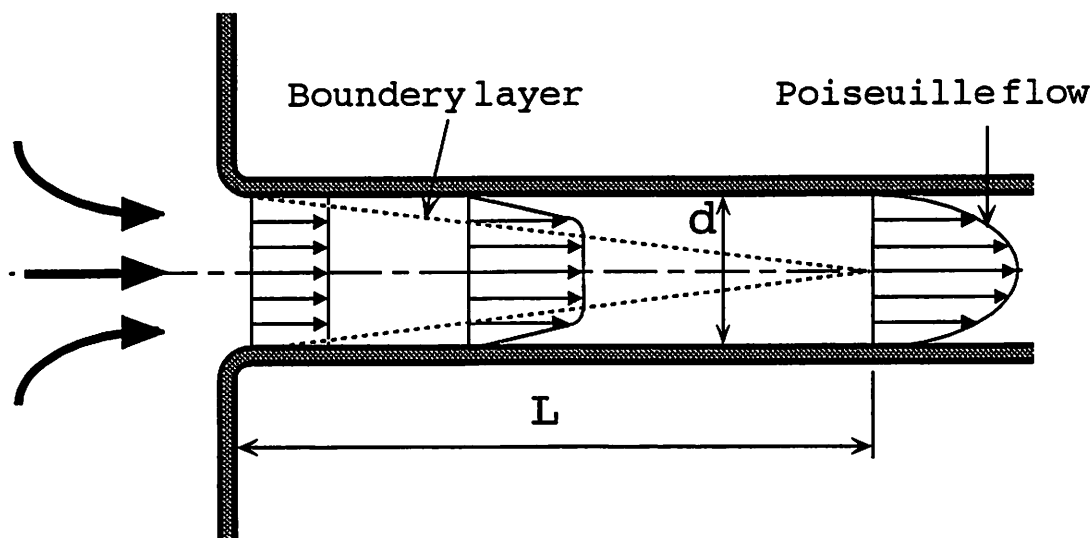


図 7.4 助走区間内の流れ

本実験における管端でのスラリーの流れ状態について検討してみる。

いま図 7.4 に示すように、大きな水槽内に蓄えられている流体が、滑らかに水槽内に接続された真っ直ぐな円管を通して流れている場合を考えてみる。この際レイノルズ数が極めて小さい場合を除き、同図に示すように管入り口から管壁に沿って境界層が次第に発達し、ついには境界層厚さが管中心に達するようになり、管内の流れ境界層によって完全に覆われてしまう。入口からここまでの距離を助走区間といい、その長さを助走距離、または入口長さという。助走区間内では、

$$\frac{\partial u}{\partial x} \neq 0 \tag{5}$$

である。

助走区間から下流の、出口付近で管端効果によって速度分布が変形を受けるまでの領域の流れを、十分発達した流れといい、

$$\frac{\partial u}{\partial x} = 0 \tag{6}$$

である。

この領域では速度分布の変化による圧力降下は無く、粘性による圧力損失だけとなるから、圧力勾配は一定となる。

助走距離Lの値は、理論または実験より求められていて、提案者によって幅があるが、まとめると次の様な結果になる。

$$\text{層流の場合} : L = (0.026 \sim 0.065) Re d \quad (7)$$

$$\text{乱流の場合} : L = 0.693 Re^{1/4} d \quad (\text{ラッコの理論式}) \quad (8)$$

$$L = (14.25 \log_{10} Re - 46.0) d \quad (\text{ポーラスとブライトンの理論式}) \quad (9)$$

本研究において、以上の式を用いるとすると、レイノルズ数は全ての管において、臨界レイノルズ数2300を越え管の流動状態は乱流になっているので、(8)、(9)の式を適用することが出来る。それぞれの式を代入した結果を図に示す。図より、実験で使用した試料の助走区間距離は、それぞれ管端より数mmとなっており、それ以外の試料の殆どの部分は速度分布による圧力降下は無くスラリーの流速は一定となっており、一様に研磨が行われていることがわかる。これは3章に示す図3.3の実験結果とも照応している。

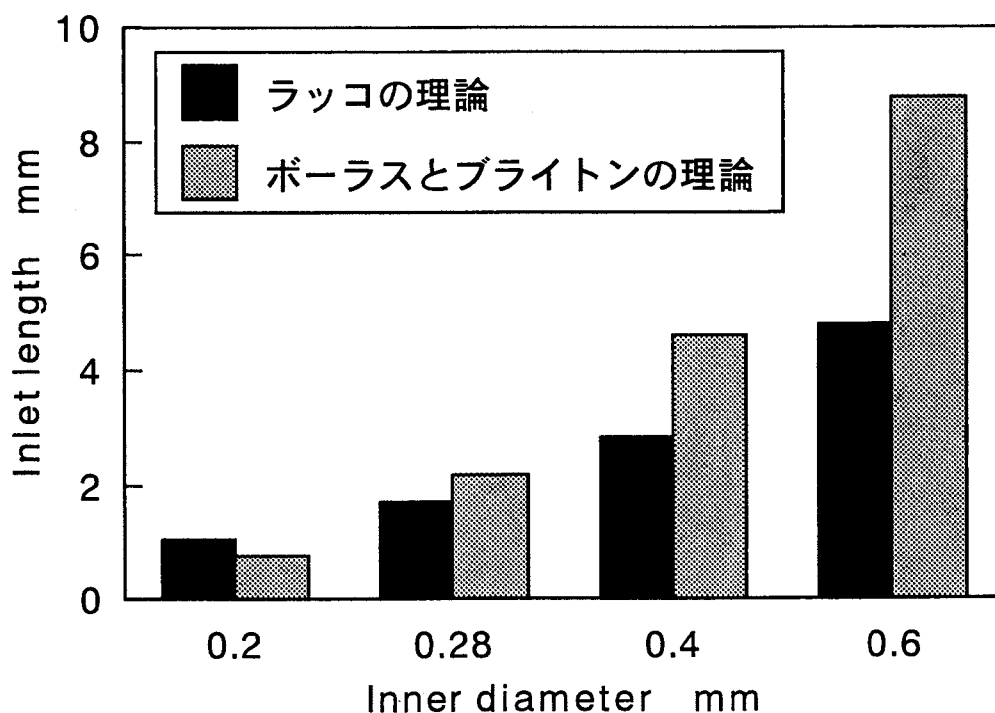


図 7.5 各細管の助走区間距離

7.4 本章のまとめ

本研究で用いた高速流動研磨装置による研磨の流動状態や研磨の進行状態を解析した結果、次の結論を得た。

- (1) 本研究で行った実験条件の範囲内では、細管内のスラリーの流れは、いずれも乱流になっており、管内径が大きくなるにつれて、管内の流速は速くなる。
- (2) 本研究で行った実験で、細管内面の表面粗さの低減の度合いが緩和していく様子が凹凸モデルを用いることにより確認された。
- (3) 本研究で行った実験条件の範囲内では、助走区間により研磨が一定に行われない部分は管端より数 mm 程度であり、殆どの部分は一様に研磨することができる。

8章 総括

金属製の管は、その内径の大きさに応じて使用される用途が一般に違ってくる。内径が数 mm から数十 cm に及ぶ管は、その内壁を何らかの方法で研磨加工している場合が多い。しかし、内径が 1mm 以下であり、かつ長尺である引き抜き管においては、その小さな径のために内部に工具を挿入することが難しいため、従来の研磨法を適用することは困難である。

そこで、本研究では溶媒に砥粒を混合した液体（スラリー）を空気圧を介して長尺の細管内に強制流入させ、管の左右端についてそれを交互に繰り返し往復動させることによって研磨する方法を考案し、溶媒と砥粒の懸濁が十分行える、管径や管長が変わっても対応できる、等の点に留意して研磨装置を開発し、実験的検討を行った。以下に本研究で得られた実験結果を列記し総括とする。

内径 0.2 ～ 0.6mm のステンレス鋼細管の高速流動研磨に関する実験を行い、砥粒の粒径や砥粒濃度について実験的検討を行った。

- (1) 本実験装置を用いることにより長尺の細管の内面を一様に研磨することが出来る。
- (2) 砥粒濃度が高くなると内壁面に作用する砥粒数が増加し、表面粗さは低減する。
- (3) 平均粒径の大きい砥粒を使用した場合、パス回数の増加の初期段階で表面粗さは急激に小さくなるが、パス回数 20 回を過ぎる辺りから漸減する傾向に変わる。
- (4) 管内壁の研磨状態を評価する方法として管を通して流出する気体の流出圧力を差圧径で測定する方法がある。この測定において、管内壁の表面粗さが大きくなるにつれて差圧が増大する。
- (5) いずれの内径の細管の場合も、表面粗さはパス回数が増えるにつれて次第に低減していく。しかし、低減の度合いは内径の大きい管の方が大きい。
- (6) 内径の大きい管では砥粒濃度による表面粗さの変化はあまり見られなかった。

- (7) SEM観察の結果，素管（引抜き管）に見られるテクスチャは，パス回数の増加とともに消失していく．

次に高速流動研磨法を用いて，より一層の表面粗さの低減を実現すべく，ガラスビーズをスラリーに添加する方法や仕上げの加工に粒径の小さい砥粒を用いて研磨する2段階研磨法を提案した．そして，実験的検討を行った．以下に本研究で得られた実験結果をまとめ，以下に明らかになったことを示す．

- (8) スラリーにガラスビーズを添加して研磨を行った結果，スラリーのみで研磨を行った場合よりも，表面粗さの低減は早く行われ，また，仕上げ面粗さも良好であることがわかった．
- (9) ガラスビーズ自身は殆ど研磨能力を持たず，スラリーの運動を活性化させる働きを持つと考えられる．
- (10) パス回数を重ねてもガラスビーズは殆ど劣化せず，良好な状態を保ったまま研磨を行うことが出来ることがわかった．
- (11) 2種類の粒径の砥粒を効果的に用いることにより，細管の内壁は1種類の砥粒のみで研磨を行った場合よりもさらに精密に研磨することがわかった．

本研究で用いた高速流動研磨装置によるスラリーの流動状態や研磨の進行状態についての考察を行った．

- (12) 本研究で行った実験条件の範囲内では，細管内のスラリーの流れは，いずれも乱流になっており，管内径が大きくなるにつれて，管内の流速は速くなる．
- (13) 細管内面の表面粗さの低減の度合いが飽和していく様子が凹凸モデルを用いて解析することにより確認された．
- (14) 本研究で行った実験条件の範囲内では，助走区間により研磨が一定に行われな部分には管端より数mm程度であり，殆どの部分は一様に研磨することができる．

参 考 文 献

- 1) 田中義信, 津和秀夫: 精密工作法 (下), 共立出版, (1982) 33.
- 2) 田島 栄: 表面処理ハンドブック, 産業図書, (1969) 377.
- 3) 進村武男: 磁気研磨法の現状と課題, 機械と工具, 40, 5 (1996) 16.
- 4) 鴨川昭夫: 実践 機械工作法, 機械技術, 39, 5 (1991) 106.
- 5) 木本康雄, 矢野章成, 杉田忠彰: マイクロ応用加工, 共立出版, (1986) 67.
- 6) 山本桂一郎, 黒部利次, 山田良穂, 三浦毅彦: 極細ステンレス鋼管内壁の高速流動研磨(第1報)—研磨の基本特性—, 精密工学会誌, 64, 1(1998)126.
- 7) 加藤 宏: 流れの力学, 丸善, (1993) 50.