

ステンレス鋼製オリフィスプレート内壁面の高速流動研磨*

山本 桂一郎** 黒部 利次*** 中森 啓介†

High Speed Flow Finishing of Inner Wall of Stainless Steel Orifice Plate

Keiichiro YAMAMOTO, Toshiji KUROBE and Keisuke NAKAMORI

Stainless steel orifice plate installed into a gas flow controlled device is necessary to finish an inner wall of it. High speed slurry flow finishing method developed in our laboratory has been applied to polish the inner wall of orifice plate. Present paper focuses on the relationship between finishing characteristics and gas flow rate through the finished orifice plate. Experiments are conducted under the conditions of high flow rate of slurry suspending the aluminum oxide grains into city water. It is found that surface roughness of the inner wall of trumped-shape hole has decreased with the flow pass number. SEM micrographs indicate that the stripe-pattern on inner wall surface of as-received orifice plate have disappeared with the slurry flow pass number, but the dimension of hole has increased in size. Measurements of gas flow volume through the polished orifice plate show that finishing characteristics influences on gas flow curve.

Key words: stainless steel orifice plate, high speed flow finishing, slurry, surface roughness, gas flow curve

1. 緒 言

最近、機械や電子工業の分野において、ガスや液体の流量を精密に制御する技術は益々重要になってきている。例えば、LSI素子を作成する場合、シリコンやガリウム砒素化合物半導体基板(ウエハ)上に各種のガスを供給して基板との間で化学反応を行わせている。素子の性能は、ガスの流量を如何に精密に制御するかによって決まっている。一般に、ガス流量の制御は熱式質量流量制御装置(マスフローコントローラ)を用いて行われている。ガス流量の検出器として、ステンレス鋼微細管が使用されている。マスフローコントローラは、ガス流量レンジの自由度が大きく生産性も良いといった特徴があるため多用されている。しかしながら、プロセスの高度化や素子の小型化・高機能化が進むにつれて、立ち上がり応答性が良好でガスの流量制御が容易で簡便な構造のコントローラが求められるようになってきた。さらに、制御用の素子としては、ガスとの接触面積ができるだけ小さな素子が望まれている。これらの要求を満たすコントローラとして、最近ステンレス鋼製オリフィスプレートを内蔵した差圧式流量計が開発された。

一般に、半導体プロセス用ガス流量コントローラに求められる性能条件としては、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。このため、オリフィスプレートの接ガス部分の内壁面は出来る限り平滑な面に研磨する必要がある。マスフローコントローラに使用されているステンレス鋼微細管(キャピラリーと呼ばれる)の場合には、管の内径が極めて小さいために管内壁面を研磨するには従来のホーニング¹⁾や電解研磨法^{2), 3)}、磁気研磨法⁴⁾、化学研磨法⁵⁾、等は適用できないため、高速流動研磨と呼ばれる新しい研磨法が新たに開発された⁶⁾。それは、溶媒に砥粒を懸濁した液体(スラリー)を空気圧力を介してキャピラリー内に強制流入させ、それをキャピラリーの両端間で交互に繰り返し往復動させることによって研磨を行う方法である。本流動研磨法は、工夫を加えればステンレス鋼製オリフィスプレートの研磨にも適用可能でないかと考えられる。

本研究では、オリフィスプレート保持具を新たに製作して、スラ

リーを一方方向からのみ流入させて研磨する方法(ワンウェイフィニシング法と呼ぶ)について実験的検討を行った。

2. 実験方法

2.1 研磨装置および試料保持具

ステンレス鋼製オリフィスプレートの研磨は、高速流動研磨装置の一部改良を加えて行った。装置の構成と機構を簡潔に記すと次のようである。研磨装置(図1)は、エアコンプレッサ、直圧式増圧器、カートリッジ、架台等から構成されている。図1に示すように、被研磨試料(オリフィスプレート)を装填した試料保持具の左右端には、それぞれ2個のカートリッジ(A, B)が配置されており、カートリッジAには、砥粒と溶媒(水道水)が入れている。一方、カートリッジBには水道水のみが入れている。カートリッジAに挿入されている2本の管の内の1本(容器底面近くまで挿入されている管)はオリフィスプレート保持具の一端に接続されている。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。カートリッジBは直圧式増圧器に砥粒が侵入することを防ぎ、装置の耐久性を向上させるためのトラップである。

図2に、ステンレス鋼製オリフィスプレートの概略図を示す。オリフィスプレートは、厚さ0.5mmx外径10mmの円環であり、その円環の中心位置にラッパ状の穴とストレートの穴が結合した形の穴が穿孔されている。穿孔は、打ち抜き加工により行われている。スト

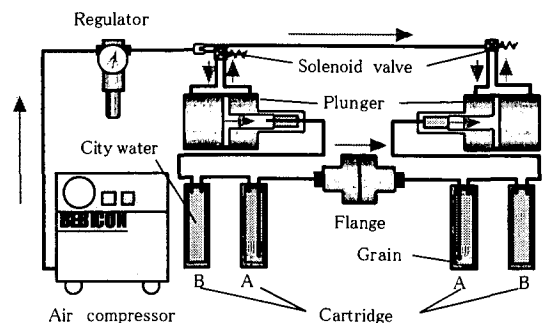


Fig.1 Schematic view of polishing setup

* 原稿受付 平成14年3月11日

** 正会員 富山商船高等専門学校(新潟市海老江練合1の2)

*** 正会員 金沢大学工学部(金沢市小立野2-40-20)

† 金沢大学大学院

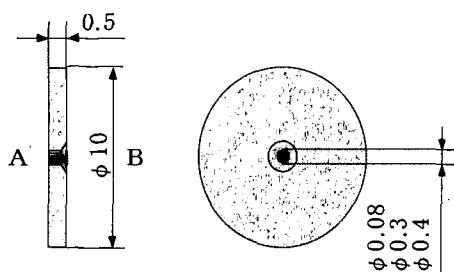


Fig. 2 Dimension and configuration of orifice plate

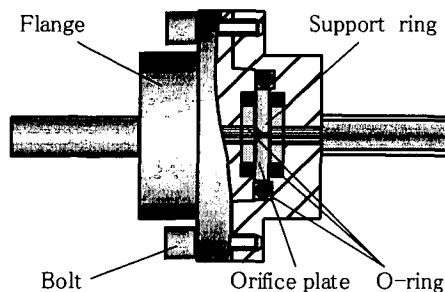


Fig. 3 Orifice plate holding device

プレート穴の径として、 $\phi 0.08$, $\phi 0.3$, $\phi 0.4$ mmの3種類製作した。図3に、新たに作製したオリフィスプレート保持具の詳細図を示す。保持具は、凹と凸の形状をした2個のフランジ付きステンレス鋼円筒容器から成っている。左右の容器には、オリフィスプレートを保持するため中空の薄肉フッ素樹脂円環クッションが挿入される。実験に際し、オリフィスプレートをフランジ付きステンレス鋼円筒容器内に挿入し、ボルトでフランジを締め付ける。フランジには、高圧の流体圧力に耐えスラリーが漏洩しないように二重にOリングが嵌められている。フランジと研磨装置は、配管用の継ぎ手を用いて接続されている。

実験に際し、エアコンプレッサを移動し圧縮空気をフィルタレギュレータを介して一定の圧力に制御する。そして、それを直圧式増圧器によってシリンダ内部の水道水を空気圧の25倍にまで増圧して、カートリッジB内の水道水に流体圧力を加える。これによって、カートリッジB内の水道水はカートリッジAに注送され、カートリッジA内の水道水に流体圧力を加えることとなる。このことによって、カートリッジA内の底部近くまで挿入されている管を通して、底部に予め沈殿させておいた砥粒が水道水ごと被研磨試料(オリフィスプレート)内に注送されることになる。研磨は、スラリーがオリフィスプレート内を流動することによって行われる。

図1の左(右)側の直圧式増圧器の高圧側ピストンの容積に相当するスラリーが、右(左)側のカートリッジAに注送されて移動し終わった時を1パスとする。図2に示すように、オリフィスプレートに穿孔されている穴はラップ形状をしているので、スラリーの注送は形状の崩れを考慮してラップ状に広がっているB面側からのみ行った。すなわち、ワンウェイフィニッシングのやり方で研磨を行った。

2.2 実験条件および評価方法

実験には、厚さ0.5mmで内径(ストレート穴) 80,300,400 μ mと径の異なる3種のステンレス鋼製オリフィスプレートを提供した(図2参照)。研磨は、アルミナ砥粒(Al_2O_3)を用いて行った。実験条件を表1に示す。

Table 1 Experimental condition

Workpiece	SUS304
Inside diameter	$\phi 400, 300, 80 \mu$ m
Length	0.5mm
Grain	Al_2O_3
Grain size	5.5 μ m
Concentration	2.03vol%
Number of slurry pass	0, 1, 2, 5, 10passes
Pressure	1.98MPa
Fluid	City water

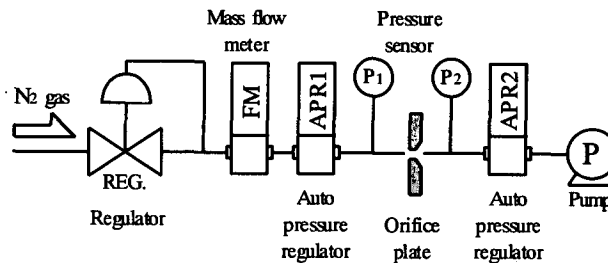


Fig. 4 Installation of gas flow measurement

実験後、オリフィスプレート穴内壁面の状態を次の2通りの方法で評価した。一つは、加工後のオリフィスプレートに窒素ガスを流し、その流動状態(ガス流量特性)を計測することで加工状態を評価した。もう一つは、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いてオリフィスプレート内壁面の観察を行った。

図4に、ガス流量特性評価装置のブロックダイアグラムを示す。装置は、オリフィスプレート(保持具に固定)の左右両側に圧力計(P_1 , P_2)や圧力制御装置(APR1, APR2)、質量流量計(FM)、レギュレータ(REG.), 真空ポンプ(P)を配置したものから構成されている。測定に際し、窒素ガスをガスボンベから供給し、レギュレータで一定圧にしてオリフィスプレートに流す。オリフィスプレートを通じたガスは、真空ポンプにより排気される。ガス流量の測定は、1次側の圧力を一定(P_1)にして2次側の圧力(P_2)を種々に変えて行った。ガス流量は、質量流量計を用いて測定した。ガス流量特性(曲線)から、オリフィスプレートの研磨状態の良否を判断した。

一方、オリフィスプレート内壁面の観察は、ワイヤカット放電加工機を用いてオリフィスプレートとその穴の中心位置を通るように切断して行った。オリフィスプレート内壁面の粗さ測定は、触針式粗さ計(東京精密製:サーフコム1400A)を用いてを行った。しかし、内径が80 μ mのオリフィスプレートについては、穴径が触針の寸法よりも小さいため触針が穴に入らず測定は不可能であった。

ここで、実験には各研磨回数($N=1, 2, 3 \dots$)ごとに新しいオリフィスプレートを提供している。オリフィスプレートは、光学顕微鏡で外観検査して異常がないことを確認した上で実験に使用した。

3. 実験結果

3.1 表面粗さの測定

図5に、ラップ形状部分の内壁面の表面粗さを触針式粗さ計で測定した結果を示す。図5には、内径が300,400 μ mのオリフィスプレートの測定結果を併記している。実験は、平均粒径5.5 μ

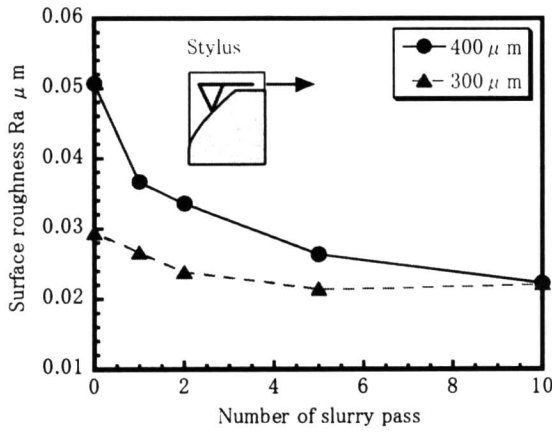


Fig.5 Relation between surface roughness and pass number

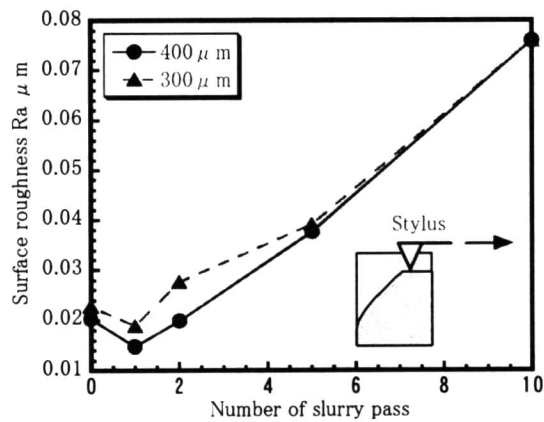


Fig.6 Relation between surface roughness and pass number

mの砥粒を用い砥粒濃度を2.03vol%，注送圧力を1.98MPaとして行った。図5から、いずれのオリフィスプレートの場合もパス回数が増えたと表面粗さは次第に低減していく様子がわかる。低減の度合いは、パス回数が少ない段階で大きい。表面粗さの絶対値は、穴径が400 μmのオリフィスプレートの方が300 μmのものよりも大きい。

図6に、ストレート穴内壁面の表面粗さを測定した結果を示す。図6から、いずれのオリフィスプレートの場合もただ1回のパス回数で表面粗さは最小となり、それ以降パス回数が増えるにつれて表面粗さは直線的に増加することがわかる。表面粗さの絶対値は、300,400 μmのオリフィスプレートの場合ともほぼ同じである。図5、図6から、表面粗さの変化様態は、ラッパ穴部位とストレート穴部位では異なることがわかる。また、初期粗さの値が各部位で異なるのは、打ち抜き工具や金型の面精度が各部位によって幾分異なること、塑性変形速度が各部位で違うことが要因していると考えられる。

3.2 研磨面のSEM観察

図7に、オリフィスプレート穴内壁面をSEM観察した結果の一例を示す。図7は、穴径が400 μmのオリフィスプレートの観察結果を表す。図7から、研磨前の試料(N=0)の穴形状は明確で、ラッパ状に広がった穴とストレート穴の境界もはっきりしていることがわかる。穴は、精度よく打ち抜き加工されていることが伺える。図7から、ラッパ状に広がった穴の内壁面およびストレート穴内壁面には、打ち抜き加工の際に生じたと思われる縦縞模様の加工痕があるのが見られる。しかし、その模様はラッパ部位とストレート穴部位

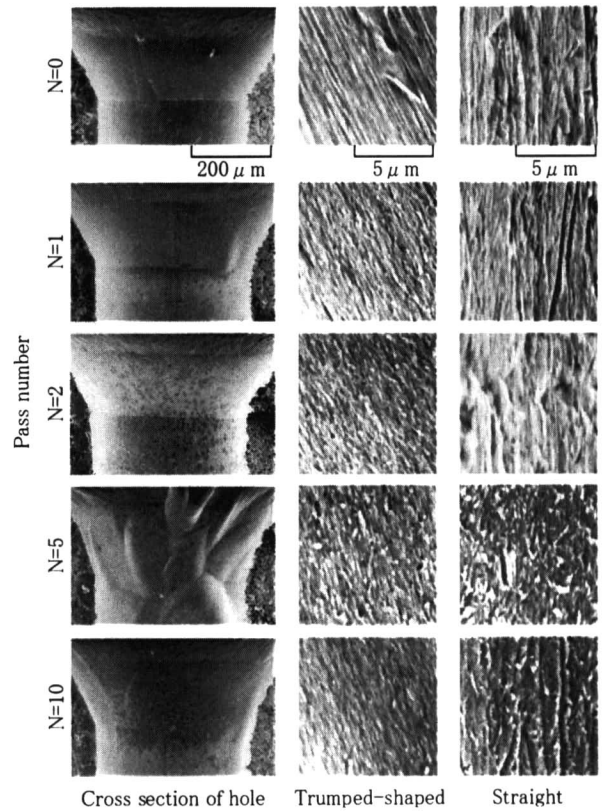


Fig.7 SEM micrographs of inner wall surface

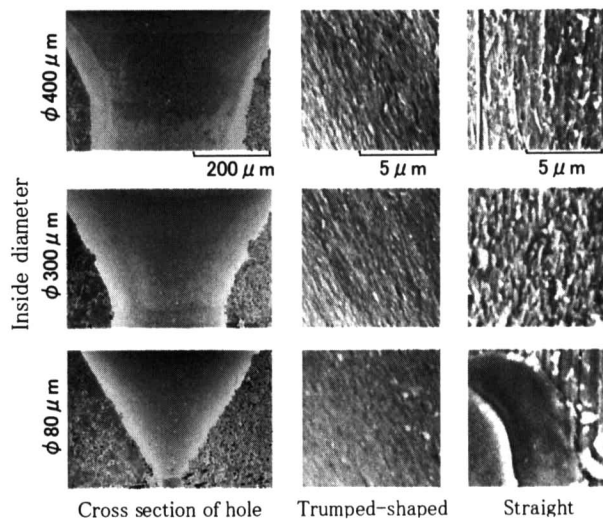


Fig.8 SEM micrographs of polished surface at 10 pass number

とではその様相はかなり異なる。ストレート穴の表面には、写真の上から下に向かって幾筋もの縦縞の加工痕が見られ、その模様も鮮明且つ明瞭である。一方、ラッパ状の穴の場合には斜めに走っている縞模様が微かに見えるだけである。

図7から、表1に示す実験条件で高速流動研磨をオリフィスプレートに施すと、パス回数が1回でストレート穴およびラッパ部位の縦縞模様がかなり消えることがわかる。パス回数1回研磨後の穴の形状を仔細に観察すると、穴は幾分大きくなっている。パス回数を2回にすると、ストレート穴内壁面は少し荒れてくる様子がわかる。しかしながら、ラッパ部位の表面粗さはさらに小さくなる。穴の形に注目すると、穴は少し崩れ出しラッパとストレート穴の境界が明確さ

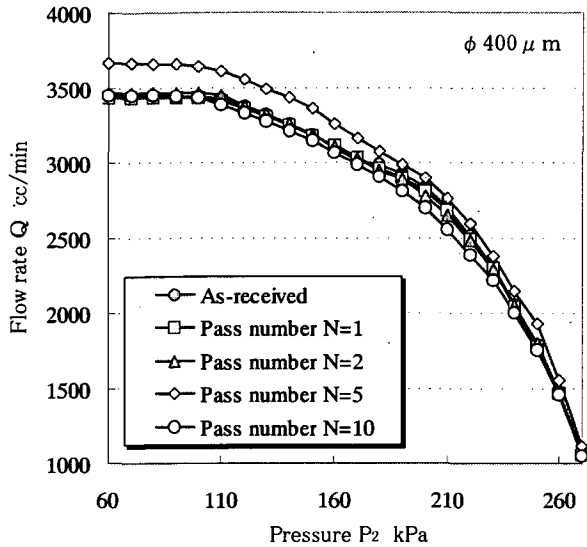


Fig.9 Gas flow curves

を欠くようになってくる。パス回数を5回～10回と増やすと、穴の形状は著しく崩れラップとストレート穴の境界もわからなくなる。ラップ部部の表面粗さはパス回数とともに漸減傾向を示すが、ストレート穴内壁面の表面は次第に荒れてくる様子がわかる。

穴径が80,300 μmのオリフィスプレートの場合も、400 μmのオリフィスプレートの場合と似た傾向を示すが、パス回数によって研磨のされ方が穴径によって幾分異なる。図8に、パス回数を10回施した後の穴内壁面のSEM写真を示す。図8は、穴径が80,300,400 μmの各オリフィスプレートのSEM写真を併載している。図8から、穴径によって研磨のされ方が若干異なることがわかる。穴径が80 μmのオリフィスプレートの場合、ストレート穴内壁面の研磨状態は他のオリフィスプレートの場合とは著しく異なる。これは、微細穴の場合には研磨が過度に進行し、表面の縞模様が完全に消失し特異なパターンを形成するに至ったことを示している。

図7、図8から、オリフィスプレートに高速流動研磨を施すと穴内壁面の縦縞の凹凸模様は次第に消えていき、パス回数が増えると穴の形状も少しずつ崩れてくる。このため、差圧式流量計に搭載するオリフィスプレートにとっては、面粗さの低減と形状の崩れをどのようにバランスさせるかが重要となる。

3.3 オリフィスプレートの流量特性

図9に、研磨したオリフィスプレートのガス流量特性の測定結果の一例を示す。図9は、穴径が400 μmのオリフィスプレートの測定結果を示す。オリフィスプレートの研磨は、平均粒径5.5 μmの砥粒を用い砥粒濃度を2.03vol%、注送圧力を1.98MPaとして行った。また、ガス流量の測定は、1次側圧力を280kPa(A)一定とし2次側圧力を10～260kPa(A)の範囲で変えて行った。ここで、圧力は真空を基準とした絶対圧力(A)で表記している。

図9から、オリフィスプレートの穴径が400 μmの場合、2次側圧力が60kPaから110kPa付近まで流量はほぼ一定であることがわかる。しかしながら、その値を超えて圧力がさらに増していくと流量は次第に減少していき、上に凸の放物線模様(曲線)を描く。流量の絶対値は、研磨パス回数によって幾分変わるがほぼ同じ値であるとみなすことができる。しかし、パス回数が5回のオリフィスプレートの場合、他のオリフィスプレートの流量曲線とはかなり外れた曲線となっている。これは、図7に示したSEM像からも明かなよ

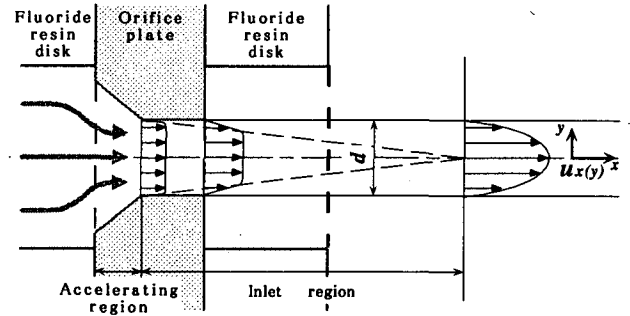


Fig.10 Flow mode of slurry

うに、研磨によって何らかの原因で穴形状がいびつになったためと考えられる。その原因として、打ち抜き加工の際、オリフィスプレートに微細なき裂が入って、それが研磨過程で流体圧を受けて刺激され、巨視き裂へと進展してオリフィスプレートが損ねたものと考えられる。

穴径が80, 300 μmのオリフィスプレートについても、そのガス流量特性を測定した。その結果、それらの流量特性も400 μmのオリフィスプレートの流量特性と似た流量曲線を描くことがわかった。しかし、ガス流量の絶対値は穴径によってかなり異なる。オリフィスプレート穴径が大きいほど流量は多くなる。流量一定の値で比較すると、穴径が80, 300, 400 μmのオリフィスプレートの順に140, 2000, 3500cc/minとガス流量が多くなる。さらに、流量一定区間長(2次側圧力)も穴径によって異なり、穴径が小さくなるほど長くなることがわかった。

4. 考 察

4.1 表面粗さの低減機構について

打ち抜き加工により穿孔されたオリフィスプレートは、その中心位置にラップ状に広がった穴とストレートの穴が結合した特異な構造を有するサブミリ厚さの薄肉円環(図2)である。このような円管に流体(スラリー)をB面(ラップ)側からA面(ストレート穴)側に向かって強制流動させると、流体は図10に示すような流れ方をすると考えられる。穴内壁面の研磨のされ方は、この流動状態と深く係っていると思われる。図10に示すように、流体がB面側から流入するので、流体はラップ部で絞られ入り口側からストレート穴に向かって流動速度は次第に大きくなる。ラップ入り口からストレート穴の位置までを加速距離区間と呼ぶ。

穴内壁面の研磨は、水に懸濁している砥粒の壁面への衝突と引っかかり作用により行われる。砥粒の衝突エネルギーは、オリフィスプレート内を流れる流体の流速と流動状態に依存する。そこで、オリフィスプレート内を流れる流体の流速について以下に考える。オリフィスプレート内を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。いま、ストレート穴の内径をd、穴の断面積をA、スラリーの流速をu、スラリーがストレート穴を通過する時間を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、 $Q=Au$ が成立つ。ここで、 $V=Qt$ であるので、 $u=V/At$ となる。 $\phi 400 \mu m$ のオリフィスプレートの場合について考えると、dの値は0.40mm、tは実測の結果31秒、Vは $77 \times 10^3 \text{mm}^3$ であるので、オリフィスプレート内を流れる流体の流速uは19.8m/sとなる。スラリーの動粘度を ν とするとレイノルズ数Reは、 $Re=ud/\nu$ と記される。ここで、スラリーの砥粒濃度は2.03vol%程度なので、スラリー

Table 2 Reynolds number of orifice plates

Inner diameter	$\phi 400 \mu\text{m}$	$\phi 300 \mu\text{m}$	$\phi 80 \mu\text{m}$
Slurry passing time	31s	57s	900s
Slurry flow rate	19.8m/s	19.1m/s	17.0m/s
Reynolds number	7870	5694	1351

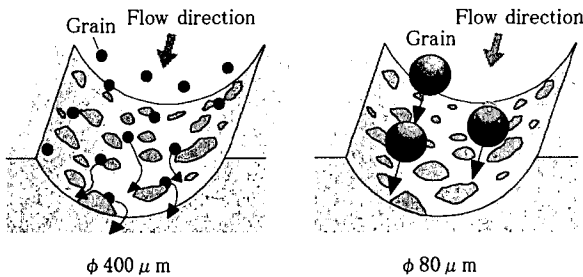


Fig.11 Comparison of polishing mechanism

の動粘度を水のそれで近似できるとして、 ν の値として $1.0064\text{mm}^2/\text{s}$ を用いると、 Re は7870となる。臨界レイノルズ数は2300であるので⁷⁾、オリフィスプレート内の流体の流れは乱流になっていると推測される。

同様の測定を、穴径が $\phi 300 \mu\text{m}$ 、 $\phi 80 \mu\text{m}$ のオリフィスプレートについても行った。得られた結果を表2に示す。表2から、 $\phi 300 \mu\text{m}$ のオリフィスプレートの場合、スラリーが乱流状態で穴の中を流れるのに対して、 $\phi 80 \mu\text{m}$ のオリフィスプレートでは層流状態で流れていることがわかる。このことは、オリフィスプレートの穴径によって研磨作用が幾分異なることを示唆している。

ここで、ストレート穴を通過するスラリーの通過時間に注目する。装置のコラムの容積は $77 \times 10^3 \text{mm}^3$ と一定であるので、当然のことながら穴径が小さくなるほど穴を通過するスラリーの通過時間は長くなる(表2)。このことは、内径が小さいほど研磨時間が長くなることを意味し、1パス当りの加工量も多くなることを物語っている。溶媒に懸濁している砥粒の粒径は一定であるので、壁面に衝突し引掻き作用を行う確率は内径が小さいオリフィスプレートほど高くなる。この様子を模式的に図11に示す。図11は、穴径 $\phi 80 \mu\text{m}$ の穴を $\phi 400 \mu\text{m}$ の穴径に等しくなるように拡大して描画している。当然、砥粒の粒径も穴径が $\phi 80 \mu\text{m}$ の場合大きく拡大描画されることになる。図11から、穴径が $\phi 80 \mu\text{m}$ のオリフィスプレートの場合、砥粒の壁面に作用する見掛けの研磨作用力が極めて大きくなる。このことは、 $\phi 80 \mu\text{m}$ のオリフィスプレートの研磨様態(SEM像)とも照応するものである。すなわち、内径が小さい穴の場合、内壁面が激しく研磨されるのはこのことが原因していると考えられる。

研磨が進行するにつれて穴の形状が次第に崩れてくるのは、次の理由によると思われる。スラリーは、ラップ穴側からストレート穴に向かって強制流動させられるが、ラップとストレート穴の境界部で流体が絞られるためそこでは流れが乱れる。そのため、その境界

部は選択的に研磨されることとなる。穴の形状の崩れは、この選択的研磨によってもたらされる。

4.2 ガス流量特性について

研磨したオリフィスプレートに窒素ガスを流して得られるガス流量特性は、図9に示すような特性(曲線)となる。ガス流量 Q は、圧力 P_1 と P_2 の比(P_1/P_2)の値によって変化する。ここで、 P_1 はガスの注送圧力(一定)、 P_2 はAPR2によって可変する圧力である。横軸に水平な領域は、ガス流量 Q が P_2 に無関係な領域を表している。ガス流量 Q が P_2 に依存しはじめる点を、圧力比の臨界点と云う。臨界点以降のガス流量曲線は、オリフィスプレートを実機に搭載したときのガス流量制御用マスターカーブとなる。これは、 P_2 を一定にし、 P_1 を調整して流量を制御した場合にも使用することができる。

オリフィスプレートを研磨したとき、図9に示す流量曲線の形状が著しく損なわれないことが必要である。図9に示すように、研磨によって穴内壁面の性状が不具合(パス回数5回のオリフィスプレート)になる場合があり、ガス流量特性を計測することによってそれが検知される。他の穴径のオリフィスプレートの場合についても不具合が検出された。オリフィスプレートをガス流量制御素子として利用する場合、研磨はこのガス流量特性に配慮すると同時に内壁面の仕上げ程度も配慮する必要がある。図5、図6のパス回数と表面粗さの関係や図7の穴形状の変化様態を考慮して、最適な研磨条件を決める必要がある。

5. 結 言

ステンレス鋼製オリフィスプレート穴内壁面の研磨に、高速流動研磨法を適用して実験を行った。実験の結果、次の結論を得た。

- (1) 高速流動研磨法をオリフィスプレート穴内壁面に適用するため、耐圧・難漏洩性の試料保持具を新しく開発した。
- (2) ステンレス鋼製オリフィスプレート穴内壁面は、スラリーをラップ形状の穴側から強制流入させる方法(ワンウェイフィニッシング法)で研磨できる。研磨様態は、ラップ部位とストレート穴部位で幾分異なる。
- (3) オリフィスプレートのガス流量特性を計測することにより、研磨の良否が判定できる。また、計測データから不適格なオリフィスプレートの検出が可能である。
- (4) SEM観察から、パス回数が増えるにつれて穴内壁面に見られる縦縞模様が次第に消えていき滑らかな面になる。

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) 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.
- 4) 進村武男: 磁気研磨法の現状と課題, 機械と工具, 40, 5 (1996) 16.
- 5) 鴨川昭夫: 実践機械工作法, 機械技術, 39, 5 (1991) 106.
- 6) 山本桂一郎, 黒部利次, 山田良徳, 三浦毅彦: 極細ステンレス鋼管内壁面の高速流動研磨(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.