ステンレス鋼の電解複合鏡面研磨*

木本 康雄** 田宮 勝恒** 本田 昭一** 安藤 利明*** 洲崎 友彦***

Electrolytic Mirror Polishing Assisted by Mechanical Abrasions of Stainless Steel

Yasuo KIMOTO, Katsunori TAMIYA, Shoichi HONDA,
Toshiaki ANDO and Tomohiko SUZAKI

The electrolytic polishing of inner surface of large stainless steel vessels for chemical reactors has been reported recently for the purpose of decreasing the adherence of foul. But ordinary method of electrolytic polishing in strong acids is not always useful to apply to wide area because it necessitates pre-finishing of the surface and consumes much electric power.

In this paper, experimental results performed by a new method, electrolytic polishing assisted by mechanical abrasion in solution of sodium nitrate are described.

The roughness of the polished surface has been of 0.05-0.1 μm R_{max} and the adherence of the foul has been decreased to about one twentieth of that on mechanically polished surface.

* 昭和52年7月15日第86回電気加工研究会, 昭和52年10月15日精機学会秋季大会学術講演会において発表

** 日立造船株式会社技術研究所

*** 日立造船株式会社陸機設計所

1. 緒 言

化学塔槽類の内面にはステンレス鋼が多用され、機械式バフ研磨で仕上げられている場合が多い。しかし塩化ビニール重合缶の場合、 $\#400$ 程度のバフ研磨仕上（表面あらさ： $0.7 \sim 1 \mu\text{m } R_{\text{max}}$ ）では、塩化ビニール重合体のスケールが重合缶内面に固着するために重合ごとの洗浄が必要である。強固な付着には、作業者が缶内に入って除去しなければならない。

したがって安全衛生の見地から、作業者が缶内に入らずに塩化ビニール重合体スケールを除去することが望ましく、また除去手段（高圧水のジェット）からは強固に付着しないことが望ましい。また重合品質面からもスケール付着は少ないことが望ましい。

上述の対策として、缶内面の表面あらさを改善して平滑性の良い仕上面が望まれるようになり、電解研磨が注目されつつある。しかし通常の電解研磨では、研磨加工性、電解の管理と制御に問題が多く、大形塔槽類の大面积内面研磨には有利ではないようで、簡便な電解研磨、低廉安価な電解液、前処理の不要な研磨手段が望まれる。

かような経緯から、電解作用と機械的な擦過作用を複合する電解複合研磨法について実験的な検討が進められ、ステンレス鋼に対して鏡面研磨の成果が得られると同時に、塩化ビニールのスケール付着防止に顕著な効果が得られた。

本稿は、上述の実験結果について記述されたものである。

2. 付着抑制の考察

固体表面がほかの物質にぬれるかどうかは、工業的に重要な問題である。たとえばステンレス鋼表面に反応物質あるいは重合物質が付着するのは、初期状態では付着ぬれ現象のように考えられ¹⁾、以下のような因子に支配されるものと思われる。

- 1) 表面あらさが大きいほど、付着ぬれは発生しやすい。
- 2) 表面酸化膜、有極性吸着膜などでステンレス鋼の表面物性を変えると付着ぬれが発生しやすい
- 3) 反応物質あるいは重合物質が帯電すれば付着ぬれが増加する。

上述のうち、2) と 3) は反応、重合物質を含めた物理化学的研究が必要になるため、まず 1) について効果的な鏡面研磨方法を検討することが得策である。

3. 浸漬電解研磨

ステンレス鋼の表面を鏡面研磨する方法として、従来からバフ研磨と電解研磨がある。両者のうち、電解研磨のほうが鏡面を得やすいと考えられるので電解研磨について検討する²⁾。

3.1 実験装置

図1は電解研磨の実験装置の概要を示し、電解液にはりん酸と硫酸を6：4の重量比で混合したもの

図1 浸せき電解研摩の実験装置

を60～70℃に加熱して用いている。直流電源は0～20Vの可変電圧で、最大出力電流は200Aである。

3.2 実験方法

被研摩体のステンレス鋼板（SUS316，100×150×2t）を＃150エメリペーパーで下地仕上（表面あらさ：5～6 μm R_{max} ）した後、銅板陰極とのギャップを80mmにセットして両者は電解液浴槽に浸漬される。被研摩体の裏面は絶縁塗料で覆われ、研摩面積は150 cm^2 である。

電解電流は50Aまたは70Aの一定値で1～10間通電し、1，3，5および10分後の被研摩体の表面あらさと重量減（＝除去量）を測定して電解研摩の平滑性を検討する。

なお、重量減は被研摩体を化学天秤でひょう量して算出し、表面あらさは触針型あらさ計を用いて被研摩面の3箇所について測定し、それらの平均値を研摩面あらさとしている。

3.3 実験結果と考察

図2は下地面および1，3，5および10分間通電して電解研摩した表面あらさの測定例を示し、表面あらさと除去量を示したのが図3である。

図3から、6 μm R_{max} 程度の下地面を電解研摩で1 μm R_{max} 以下の表面あらさにすることは難しいようである。

また6 μm R_{max} 程度の下地面は高さ：～6 μm の錐（すい）状体が

図2 浸せき電解研摩の表面あらさ

基準面上に一様に並んでいるとすると、 150 cm^2 の研摩面では 0.24 g の除去量に相当する。したがって図 3 の実験結果から、電解研摩では研摩面が一様に溶出除去され、凸部にたいする選択的な溶出除去（研摩）性に之しいように考えられる。

あるいは図 2 に示した測定例から、電解研摩は微小な凹凸の平滑化つまり光沢化には有効であるが、数 μm の凹凸がある下地面を鏡面にするためにはじゅうぶんな前加工が必要である。

4. 電解作用と砥粒擦過の複合化

前章 3 で記述したように電解研摩のみでステンレス鋼を鏡面研摩加工することは困難で、他の方法で少なくとも $1\mu\text{m } R_{\text{max}}$ 程度に仕上げておくことが必要である。さらに、数十ないし百数十 m^2 の大面積を鏡面にするためには、分割が可能であるとしても数千ないし数万 A の低電圧直流電源が必要である上に、高価な強酸類が必要である。

そこで電解現象と砥粒擦過による複合鏡面研摩加工について検討する。

4.1 実験装置と実験方法

図 4 は複合研摩実験装置の概要を示す。研摩装置の本体は、ラジアルボール盤の主軸を改造して給電ブラシとメカニカル・シールを用いた電解液供給部分が付加され、主軸の先端には複合研摩用の工具電極が取付けられている。工具電極は、回転数が 380 rpm で、図 5 に示すような構造で直径： 150 mm 、電極面積： $\sim 180\text{ cm}^2$ である。

工具電極には電解液の噴出口と工具電極中心部から放射状に 4 個所の露出部が設けられ、この露出部が陰極となる。研摩材には厚さ： $\sim 10\text{ mm}$ の不織性研摩布（砥粒： $\# 600 \sim \# 800$ または $\# 320$ が接着

図 3 浸せき電解研摩の平滑性

図 4 電解複合研摩実験装置

図5 複合研磨用工具電極

されている)を用い、工具電極の全面に装着されている。

電解液は、不動態化型の硝酸ソーダ水溶液（濃度：20%）で、電解液槽からポンプで圧送されて工具電極の電解液噴出口からギャップへ噴出される。

工具電極の被研磨体への押付力は被研磨体の下に設けたロード・セルで測定し、工具電極面積で除して押付圧 F_0 kgf/cm² として表わす。

研磨除去量は、3.2と同様に被研磨体の重量減を化学天秤でひょう量算出する。表面あらさの測定は3.2と同様である。

4.2 実験結果

(1) 電圧の影響

図5は複合研磨のギャップ・モデルであるが、ギャップは工具電極の押付力によって変化する。実験に使用した研磨材について押付力とギャップの関係を測定したのが図6である。

図6の結果から、工具電極の押付圧を0.2 kgf/cm²に選定し、電源電圧と研磨除去速度の関係を求めたのが図7である。

図7において、研磨除去速度は電圧12V位から急増し、同時に研磨面の光沢性も低下しはじめる。そこで、以後の実験では電源電圧は約8Vに選んでいる。

(2) 押付圧の影響

図6 押付圧によるギャップの変化

図7 電圧と研摩除去特性

電源電圧を8.2Vに選び、電解液流量：5.25ℓ/minとした場合、押付圧と研摩除去量/研摩時間（＝研摩除去速度）の関係は図8に示すとおりである。図8で、 W_t は複合研摩による除去速度を示し、 W_g は研摩材のみによる除去速度を示している。図8から、押付圧が0.2kgf/cm²以上あればじゅうぶんな複合効果があるように考えられる。

(3) 鏡面研摩性

＃150で約 $6\mu\text{m} R_{\text{max}}$ の下地面にした被研摩体（SUS316， $200 \times 200 \times 2\text{t}$ ）を押付圧：0.2kgf/cm²，電解電流：37～48Aあるいは0.4kgf/cm²，電解電流：42～53Aで3分間複合研摩した場合，30秒毎の表面あらさは図9に示すように変化している。

図10は，上述の実験結果に研摩除去量を併記して図示したものである。

以上の実験結果から明らかなように，研摩材による擦過作用を複合された電解研摩により， $6\mu\text{m} R_{\text{max}}$ 程度の下地面は一工程の複合研摩で $0.2 \sim 0.3\mu\text{m} R_{\text{max}}$ になる。しかし $0.2 \sim 0.3\mu\text{m} R_{\text{max}}$ の擦過条こんが残ってじゅうぶんな鏡面は得られない*。

そこで図5で示した研摩材の代りに砥粒が接着されていない不織布性研摩布を用い，＃1500アルミナ砥粒を10～15g/ℓ混入された電解液を使用すると， $0.2 \sim 0.3\mu\text{m} R_{\text{max}}$ の表面は2～3分間の遊離砥粒擦過を複合した電解研摩で $0.05 \sim 0.1\mu\text{m} R_{\text{max}}$ になり，もちろん擦過条こんも消滅する。

図8 押付圧と研摩特性

* 金属原子が表面に単結晶状に並んだ状態を完全鏡面とし，数～数十個の金属原子で形成される凹凸面を準完全鏡面と考え，可視光を散乱しないで反射するような $0.1\mu\text{m}$ 以下の面を鏡面と仮称する。

図 9 電解複合研磨の表面あらさ

図 10 電解複合研磨の平滑性

図 11 研磨面の比較

図 1 1 は上述の鏡面研磨，研磨材（固定砥粒）擦過を複合した電解研磨，機械式バフ（# 400）の表面あらさを比較したものである。また図 1 2 は，各研磨面の顕微鏡写真である。

(4) 塩化ビニールスケールの付着

この研究の成果を確認するために，機械式バフ研磨，電解複合研磨あるいは電解複合鏡面研磨された試料（150 × 100 × 3 t）を稼動中の重合缶にそう入し，塩化ビニールスケールの付着試験を行った。

図 12 研磨面の顕微鏡写真

試料の研磨方法は、# 400 バフ研磨、# 400 バフ研磨後浸漬電解研磨、電解複合研磨および電解複合鏡面研磨で、2 バッチ連続重合後にスケールの厚さを触針型あらさ計で測定した結果が図 13 である。なお、図 13 で EP は浸漬電解研磨を表わしている。

図 13 から、# 400 バフ研磨面に対して電解複合鏡面研磨面は約 1/20 にスケール付着が減少していることがわかる。

また複合研磨面に付着した塩化ビニルスケールは、機械式バフ研磨面に付着した場合に比べて洗滌除去に必要な水圧、時間が大幅に低減されるようである。

4.3 検 討

(1) 研磨加工性

図 8 に示した研磨特性から、研磨に対する擦過作用は補助的の寄与にすぎないが、図 10 と図 3 の比較から複合研磨の平滑性に対する寄与は大きいように考えられる。すなわち研磨除去量と表面あらさから、凸部が選択的に除去されて平滑化されているようである。詳細な研磨メカニズムについては、現在検討中である。

研磨作用の主要因は電解溶出であるが、研磨作用を補助的に制御しているのは砥粒擦過であると考えられる。そこで、まず電解液温度を 10～30℃ の範囲で変化すると、研磨除去速度は図 14 に示すように 10～20% 変化するのみで研磨面には変化が認められない。

図 13 塩ビスケールの付着

図 14 電解液温度の影響

図 15 研摩材の耐久性

つぎに複合研摩に対する研摩材の耐久性を調べると、図 15 のような結果が得られ、2 時間程度の使用で研摩除去速度は半減するように予測される。

また 4. で述べた実験は工具電極の回転数：380 rpm で行ったものであるが、研摩除去速度に対する工具電極回転数の影響は図 16 に示すようである。すなわち、実験は、おおむね最大研摩除去速度の近辺で行っているようである。

(2) 電解溶出効率

電解現象を応用するかぎりでは電流効率が 1 つの評価基準になる。図 8 に示した実験結果では、20～40 % の電流効率である。また陽、陰極での電流密度は等しいものと仮定すると、工具電極面積から電流密度は 1～2 A/cm² となる。

鏡面を得るためには、電流効率、電流密度が低いことは避けられないものと考えられる。

(3) 塩化ビニールスケールの付着

研摩面に対する塩化ビニールの付着厚さは図 13 に示したとおりであるが、さらに付着状態を顕微鏡で観察すると図 17 に示すとおりである。図 17 で試料 1：# 400 バフ研摩面、試料 2：電解複合研摩面、試料 3：電解複合鏡面研摩面となっている。

試料 1 には 0.01～0.05 mmφ の比較的大きい粒子状の塩化ビニールが付着し、試料 2 には 0.001 mmφ 以下の微粒子状と若干の 0.01 mmφ 程度の塩化ビニールが混在して付着し、試料 3 には 0.001 mmφ 以下の微粒子状の塩化ビニールが付着している。

以上から、詳細は検討中であるが、研摩面に対する塩化ビニールの付着過程は次のように推測される。

図 16 工具電極の回転数と研摩特性

図 17 試料に付着した塩ビポリマの顕微鏡写真(×200)

- a. まず $1\mu\text{m}\phi$ 以下の微粒子がフィルム状に付着する。この段階では付着面の表面の凹凸は $1\mu\text{m}$ 以下で、付着の成長速度も低い。
- b. 次に $1\mu\text{m}$ 以下のフィルム状の付着面の上に $0.01\text{mm}\phi$ 程度の塩化ビニールが並んで付着し、付着面の凹凸が数 μm オーダとなって付着の成長速度がやや増大する。
- c. やがて $0.01\sim 0.03\text{mm}\phi$ の比較的大きい粒子が付着して付着面の凹凸が $10\mu\text{m}$ オーダになり、この凹凸面に塩化ビニールが吸着して付着が急速に成長する。

つまり $\sim 1\mu\text{m}$ 以下の付着は表面凹凸が小さいために塩化ビニールの付着成長にあまり関与しないが $\sim 1\mu\text{m}$ 以上の付着になると表面凹凸も大きくなり付着成長は雪崩状に増大するように考えられる。なお、界面物理学的な検討も必要であると考え。

5. 結 言

以上、ステンレス鋼の鏡面仕上方法について、浸漬電解研磨、電解作用と砥粒擦過の複合化を検討した結果次のような成果が得られた。

- (1) 浸漬電解研磨は電解液に強酸が必要なうえに凸部の選択的平滑作用が少なく、適当な前加工が必要である。電解複合研磨は中性塩水溶液でじゅうぶんなうえに温度制御も必要でない。
- (2) 電解複合研磨は、凸部の選択的平滑作用が大きく、 $5\sim 6\mu\text{m} R_{\text{max}}$ の下地面を一工程で $0.2\sim 0.3\mu\text{m} R_{\text{max}}$ の光沢面に仕上研磨できる。
- (3) 上記の電解複合研磨面に遊離砥粒を用いた電解複合鏡面研磨を行うと、 $0.05\sim 0.1\mu\text{m} R_{\text{max}}$ の光沢性の良い鏡面が得られる。
- (4) 塩化ビニールの付着については、付着厚さは巨視的には表面あらさに依存するようで、 $\#400$ パフ研磨面 ($0.7\sim 1\mu\text{m} R_{\text{max}}$) に比べて電解複合鏡面研磨面の付着厚さは $1/20$ 以下に減少する。

なお、この複合研摩作用のメカニズムあるいは電解現象の解析については稿をあらためて報告する予定である。

最後にこの研究にご指導を賜わった当時の技術顧問田中義信先生（大阪大学名誉教授）に厚くお礼を申し上げます。

（1978. 3. 20 受付）

参 考 文 献

- 1) 渡辺信淳・渡辺 昌・玉井康勝：表面および界面，第3章，共立出版（昭48.5）
- 2) 例えば，伊東祐光編：特殊加工および処理，第3章電気化学加工，誠文堂新光社（昭45）