超鏡面加工技術 電解複合研磨 (ECB) の特徴と最近の技術動向*

馬場 吉康**・佐藤 憲二**・東 伸一**

(受理10月6日1997年, 掲載決定2月7日1998年)

Super Mirror-Flat Finishing of Metal Surfaces by Electrochemical Buffing

Yoshiyasu BABA**, Kenji SATO** and Shinichi AZUMA**

Ultra Finish Technology Co., Ltd. 4-1, Mizue-Cho, Kawasaki-ku, Kawasaki-shi 210 Japan

(Received October, 6 1997, Accepted February, 7 1998)

1. はじめに

科学技術庁は1988年-1990年に「極高真空の発生・計測・利用技術の研究」を実施した。

この研究で当社の電解複合研磨技術 (ECB) は極高真空に対する表面処理法の一つとして, 表1に示した研究機関において採用されて研究が実施された。

この研究の成果によって, ECBは他の研磨法に比べていくつかの優位性を持つことが実証されて表面処理法の有効な手段として, ペーキングできない真空機器やクリーンな真空容器, 真空断熱・真空放電・光反射およびガス吸着・脱離などが要求される真空機器に多く採用されるようになった。最近実施された代表的な事例を報告する。

2. 一般的研磨法

図1に, 一般的な研磨法による表面性状と表面粗さ例を示す。

バフ研磨は, 砥粒による条痕が溝状に残り荒れた肌になっている。金属粉や砥粒などがめり込んでいる。また, 電解研磨面は, バリの部分が優先的に溶解溶出するため滑らかな面が得られる。電解条件によっては, 電流分布が不均一となり粒界が出現したり電解ビットが発生しやすいく。

3. 電解複合研磨 (ECB) の原理^{2,3)}

図2は, ECB加工状態図である。中空型電極と研磨材が交互に配列された回転工具を陰極側, 被研磨金属を陽極にして一定の間隔を保持し, この間に不働態化型電解液を供給するとともに電圧を印加し, 陰極を被研磨金属に押しつけ回転する。

電解作用で金属の陽極溶解が行なわれかつ, 金属表面の凹凸部に生成された不働態皮膜のうち, その凸部が研磨砥粒により擦過除去され, 優先的かつ選択的に電解溶出される。

電解液は, 室温の NaNO_3 水溶液を用い中性であるため安全であり, 溶出イオンは水酸化物として沈殿するので, 濾過すれば溶液は繰返し使用できる。

図3は, この鏡面創成過程をモデル化したものである。

4. 電解複合研磨 (ECB) 法の特徴

デバイスの高集積化, 高品質化や超高, 極高真空などの真空性能高度化に伴い, 従来の表面処理法では対応の限界にきており, 最近では ECB が広く利用されるようになってきた。以下に ECB 法の特徴をあげる。

4.1 平滑性

図4は, ECB法の表面性状と表面粗さを示したもので, 圧延時の加工変質, 欠陥層や粒界腐食性による局所的な溝およびガス吸着層など隠すことなく, 積極的に除去し金属素地を出す。

MAグレードは, 表面に僅かに残る砥粒の擦過条痕が

* 平成9年6月 日本真空協会6月研究例会で講演

** 日造精密研磨株式会社 (〒210 川崎市川崎区水江町4-1)

表1 ECB法の真空チェンバー適用評価例¹⁾

研究機関名	研究者名	材質	測定方法	到達圧力 (Pa)
東京大学生産技術研究所	本間・藤田	SUS	スループット	3×10^{-10}
東京大学生産技術研究所	岡野	SUS	コンダクタンス変調法	1×10^{-10}
理化学研究所	青野・加藤・白石・渡部	SUS	スループット	4.6×10^{-7}
早稲田大学	大島	SUS	スループット	1×10^{-10}

図1 一般的研磨法による表面性状と粗さ例

図2 ECB加工状態図

図3 鏡面創成モデル

観察されるが、電解により丸みを帯びバリは除去され均一な平滑面が創成されている。また、MX グレードは、砥粒による擦過条痕を除去し、表面粗さで数10 nm オーダーの平滑性が均一に得られる。

4.2 表面組成

ステンレス鋼 (SUS316L) 表面の X 線光電子分光法 (XPS) による深さ方向の主要元素分析結果の一例を図 5 に示す。

研磨法	S E M写真	三次元表面粗さ例
ECB (MA グレード)
ECB (MX グレード)

図4 ECB法の表面性状と表面粗さ

図5 ステンレス鋼表面のXPS 元素分析

基材の主要合金組成で100%になるように補正して表示すると、バフ研磨の場合、表面と内部で組成の変化は少ないが、ECB法の場合は、表面にCrの濃縮がありその分Feの濃度の減少が見られる。

4.3 表面結晶構造

図6は、高速反射電子線回折法 (RHEED) によるECB面の結晶構造を示す。

この図から非晶質構造 (ハローパターン) が観察されている。電解研磨ステンレス鋼の耐食性は、表面の非晶質構造にも一因があるとの報告⁴⁾からECB面も同様な構造を持つので耐食性が期待できる。

4.4 残留応力

研削やバフ研磨などの機械的研磨法は、金属表面へ塑性変形を加えたり、また、曲げ加工や溶接によっても表

図6 ECB表面の結晶構造

図7 鏡面研磨面の反射率特性

表2 曲げおよび溶接試験片の表面残留応力

試験片記号	加工と表面処理	X方向応力	Y方向
B-1	曲げ加工	+47.9	+11
B-MA	曲げ加工+ECB	-32.0	-35
W-1	溶接	+17.6	+4
W-MA	溶接+ECB	-28.4	-18

面に残留応力が発生する。

表3はSUS316L材を曲げ加工および溶接により残留応力を発生させ、ECBにより表面処理後X線回折により応力の計測を行った結果を示す。

この表より曲げ加工および溶接部は、いずれも表面に引張り応力をもっているが、ECBによって圧縮残留応力に変わっていることがわかる。

これらの圧縮残留応力は、応力腐食割れや疲労破壊などに良い影響を与える大きな要因となる。

4.5 光反射

図7は、アルミ材とステンレス鋼の研磨面の相対反射率を示す。

ステンレス鋼は、可視光領域に於いては反射率50～70%であるが、アルミ材（純アルミ）は、ステンレス鋼と同じ表面粗さでは75～85%と高い反射率を示している。

5. 最近の研磨工事適用例

5.1 大型ホットバキューム真空槽

大型真空槽は、構造上の制約やコスト面などからペーキング処理は、容易ではない。

最近では、その代替えとして装置内面の表面処理法が検討され、素材表面のガス吸着層、加工変質層など積極的に除去し、なおかつ比表面積を小さくする鏡面加工技

図8 重力波検出器

術（ECB法）が採用され、評価中である。

5.1.1 重力波検出器

天体の星が重力でつぶれると周りの空間をゆがめ、その歪みは、光の速さで伝わる重力波、その微妙な歪みを測定するのがレーザー干渉計で、2方向に飛ばせて帰ってきたレーザー光線の波のずれから重力波による空間の伸び縮みを検出するものである。

図8は、国立天文台が計画しているレーザー干渉計用真空ダクトおよび真空槽の一部で、真空ダクトは直径400mmで300mの直角2方向へ設置し、10.8m毎にベローズを介し接続されている。また、反射鏡用真空槽は直径1000mm×高さ2000mmが5台、直径1200mm×高さ2000mmが3台から構成されている。

(1) 要求される真空

本装置内は、ミラーの懸架装置防振機構が組み込まれているが、高真空でしかもレーザー光に障害を及ぼさない、コンタミネーションのないクリーンな真空を長期にわたり維持続けることが要求される。また、干渉計を組み込み時など排気と大気曝露を頻繁に繰り返す大容量の装置を、短時間で超高真空領域に到達させることが必

図9 ウルトラクリーン溶接条件

図10 キッカーチェンバー

要である。

(2) 真空系内の表面処理

真空槽および真空ダクト表面よりのガス放出の低減とガス吸着を抑える方法の一つとして、表面処理は全面にわたり ECB による鏡面仕上げが採用されている。内部品についても同様の処理が施されている。

(3) ウルトラクリーン溶接

真空ダクトの溶接は、溶接金属からの放出ガス低減と溶接時の酸化物、ヒュームによるコンタミネーションをなくすためウルトラクリーン溶接技術を採用している。この方法は、ECB により鏡面にしたダクト単品を特殊なバックシールド治具により溶接部の酸素濃度を制御し、溶接焼けおよびヒュームの付着しない溶接方法である。

図9は、ウルトラクリーン溶接条件を示す。

5.1.2 ニュートリノ検証用キッカーチェンバー

高エネルギー加速器研究機構 (KEK) では、陽子シンクロトロンで作られた人工のミューニュートリノを約 250 km 離れたスーパーカミオカンデ (岐阜県神岡町) に向けて発射させ、到達したミューニュートリノがどの

図11 プラズマ実験真空容器

ような反応をおこすかを観測する計画がある。

これらの計画で陽子シンクロトロン主リングから速いビームを取り出すのに用いる大型超高真空チェンバーは

- (1) ビーム散乱の原因となる残留ガスが少ないこと。
- (2) 高電圧が安定して印加されるため、内表面が平滑で清浄であること。
- (3) 真空ポンプの劣化を抑え、高放射線場での保守作業量を極力少なくするため、到達圧力を超高真空領域にする。などが要求され、材料表面を制御し、ガス放出量をできるかぎり低減する方法として、ステンレス鋼表面の変質層を除去し平滑な表面を得るため、ECB が採用されている

図10は、キッカーチェンバー外観を示す。

縦1200 mm、横1300 mm、長さ3200 mm で大口径角フランジを有している。

5.1.3 プラズマ実験装置

電子技術総合研究所が実験研究を行っている、逆磁場ピンチ型高温高密度プラズマ生成閉じ込め実験装置は、内径 $\phi 800$ mm、外径 $\phi 2400$ mm で、断面 $800 \text{ mm} \times 800 \text{ mm}$ の正方形のトラス型容器で真空容器本体は SUS304、また、プラズマ安定化シェルはアルミ合金などから構成されている。

これらの装置は、真空容器表面積のみで 20 m^2 以上もあり、また、放電中内壁からのガス放出や表面のコンタミネーションなど特殊元素の混入がないこと、放電破壊が起こらないことなど厳しい要求があり、これら装置の全面に ECB が採用されている。

図11は、プラズマ実験真空容器本体の研磨後の写真である。

5.1.4 シンクロトロン放射光装置

加速器技術は、今や核物理や素粒子の研究以外に理学、工学、医薬分野への応用がはじまっている。

図12 小型 SOR ストレージリング

図13 表面電子分光断層解析装置
(金属材料技術研究所殿納入)

最近、小型 SOR の開発が進められており、その性能を向上させるため超高真空が要求される。

真空チェンバー内面は、光刺激による脱離したガスによるビーム寿命の低下やコンタミネーションによるビーム散乱を防止するため、ECB 技術が適用されている。図12は、研磨後の SOR ストレージリングを示す。外径は約 $\phi 2000$ mm、内径 $\phi 800$ mm で材質 SUS316L を使用している。

5.2 ウルトラクリーンバキューム装置

5.2.1 表面電子分光断層解析装置

表層に存在する元素やその構造配列の三次元分布を決定する表面分析装置で、全体は XHV 仕様である。

チェンバーは、 $\phi 500$ mm $\times$ 500 mm の SUS316L 製で放出ガス及びコンタミネーションの低減を目的として、

図14 有機薄膜研究用超高真空チェンバー
(高エネルギー加速器研究機構殿納入)

溶接後に ECB による鏡面仕上げを行っている。さらに、壁面吸蔵ガスの脱処理として、高温脱ガス用 2 重真空大型排気炉 (KEK 内設備) で $450^{\circ}\text{C}/72$ 時間 (チェンバー内部 10^{-7} Pa) のブリベキングを行った。

図13に、装置概略を示す。

5.2.2 電子構造および有機薄膜研究用超高真空槽

本極高真空槽は、軟 X 線領域の放射光を利用して固体 (分子集合体や高温超伝導物質) および固体表面の電子構造を研究するもので、手法として用いる光電子分光法と X 線内殻吸収分光法は、試料の表面状態に極めて敏感であり、残留ガスによる汚染を防ぐために 10^{-9} Pa の極高真空が要求される、また、貴重な放射ビームを有効に利用するため高速排気性能を兼ね備える必要がある、本装置は ECB による鏡面加工を施している。

図14、15は、装置外観写真を示す。

5.2.3 クラスター実験装置

原子の数が1000個以下の小さなクラスターは、固体結晶表面よりも活性も高く、化学反応性に富んでいる。こうしたクラスターは、構成する原子数や原子組成、構造に応じて電気、化学的、磁気特性など特有なものがある。

これらの特性を評価するため、電子技術総合研究所では真空排気系 (液体窒素トラップなど)、クラスター源 (分子線バルブ)、クラスター反応領域、質量分析室、クラスタートラップ室などで構成される装置は、残留気体

図15 電子構造研究用超高真空槽
(分子科学研究所蔵納)

図16 クラスター実験システム

による汚染のないクリーンな真空が要求されるため、全面にわたり ECB による鏡面加工を行っている。

図16は、クラスター実験システムを示す。

5.3 超電導発電機の真空断熱ダンパー

超電導技術は、ある種の材料を低温にしていくと電気抵抗がなくなるという超電導現象を利用するものであり、この技術を電力機器に応用すると損失の低減が図れ、省エネルギーおよび省資源効果が期待できる。

特に超電導発電機の性能を維持するためには、長時間低温を保つことが必要であり、このため真空断熱層の材料表面の比面積を小さくし、ガス放出低減を目的として ECB が採用されている。

図17は、真空断熱側の外面を ECB 施工した $\phi 700$ mm $\times$ 長さ3000 mm の常温ダンパーおよび巻線取付軸を示す。

5.4 真空放電実験用超電導空洞

高エネルギー加速器研究機構では、陽子超電導リニアック開発の中で超電導空洞の性能向上のため、その製作方法を研究中である。特に空洞の表面処理については、その性能を大きく左右するため、種々検討されている。空洞は、高周波を印加するため、その表面が凹凸や、ピ

図17 常温ダンパーおよび巻線取付軸

図18 ニオブ製超電導空洞（ハーフセル）

ットまたは、汚れがあると放電が起きたり発熱し高い加速電場が得られない。

従来は、成形、溶接加工後、バレル研磨により表面処理を行ったが、これに代わるものとして ECB 法による表面処理を行った結果、初期より高い加速電場が得られることがわかった。

図18は、ECB を適用した $\phi 200$ mm のニオブ製超電導空洞ハーフセルを示す。

5.5 光反射実験装置

5.5.1 超冷中性子 (UCN) ミラー導管

京都大学原子炉実験所では、約10 m/s の UCN を光ファイバーと同じ原理のガラス管で所定の装置へ導き実験を行っている。

現存の UCN ミラー導管は、フロートガラスに Ni を蒸着して接着、組み合わせて使用しており、特に曲管の場合フロートガラス同士のすき間による UCN の漏洩が問題となっている。

これらすき間のない、しかも反射率の良いミラー導管として金属 (SUS310S) を使用し、その表面を新しく開発した砥粒条痕のない ECB-MX グレードにより鏡面

図19 UCN ミラー導管

表 3 表面粗さと UCN 反射率

表面粗さ (nm)	50
中性子反射率 (%)	99.5

加工 (50 nm) を行い、導管を作製し、UCN の輸送実験を行っている。

図19に、ミラー導管の外観写真を示す。

表 3 に、実機の表面粗さと、UCN の反射率を示す。

5.5.2 超冷中性子蓄積ボトル

10 m/s の超冷中性子は、容器の中へ蓄積できるといふ特殊な性質を持っている。

ミラー導管と同様、金属 (SUS310S) 製でその表面粗さを50 nm に鏡面加工した $\phi 500 \text{ mm} \times 700 \text{ mm}$ の長さの円筒容器である。このボトルは、真空排気後 UCN が注入され、その後は遠隔操作により弁が閉じられ蓄積される。必要に応じてこのボトルより UCN を取り出す機能を備えている。

5.6 真空ボトル

5.6.1 炭酸ガス (CO_2 , CH_4 , N_2O) などの吸着、脱離

地球環境の変動因子としての大気微量成分を測定する測定機は、高感度なものを必要とするため、多数の地点で同時に測定することは不可能であり、そのためにサンプリングボトルを用いて測定点の大気を採取し、実験室に持ち帰って成分を分析する処方が一般的に採用されている。

大気採取用サンプリングボトルは、分析までの貯蔵期間内に変質しないことが望ましく、また航空機やバルーン上で大気を採取することなどを考えると、軽量で扱いやすく、しかも耐圧性も高く容器の焼出しや真空排気に耐えるものでなければならない。

図21に容量2 l の大気サンプリングボトルの外観写真

図20 UCN 蓄積ボトル

図21 大気サンプリング真空ボトル

を示す。

厚さ1.0 mm の SUS316L は、精密絞り加工により一体的に生成され、内面接ガス部は、ECB により $0.1 \mu \text{m}$ R_{max} 以下の鏡面仕上げとし、かつ表面に緻密な不動態皮膜が形成されている。このサンプリングボトルを用いてロータリーポンプにて真空排気後 120°C の焼出し排気を行い、室温に冷却後 CO_2 , CH_4 , N_2O の標準ガスを充填し、3 ヶ月および 6 ヶ月後にその濃度を測定した結果、いずれも保存率は測定誤差内でほとんど変化は見られないことが、国立環境研究所で確認されている。

5.6.2 塩化メチル (CH_3Cl) の吸着、脱離

塩化メチル (CH_3Cl) などのハローカーボン類は、フロンと同様にオゾン破壊能を持つと言われている。国立環境研究所が行ったこれらの保存性について調査した結果、適用の表面処理法 (EP など) と比較した結果、ECB を適用したボトルの方が1 ヶ月以上まったく変化が見られず、保存性に優れていることが報告されている。

6. あとがき

本稿では主としてステンレス鋼の ECB 法による最近

のサブミクロン表面粗さの研磨工事実績をいくつかまとめた。

ステンレス鋼については、サブサブミクロンオーダーの研磨技術 (ECB-MX グレード) や ECB 後にオゾンガスで成膜する技術なども開発済みである。

アルミ合金については、超高真空の大型チェンバーの内面を ECB-MX グレードに仕上げる技術も開発している。

これらの超鏡面加工技術が極高真空やクリーンな真空に利用されることが望まれる。

本稿をまとめるにあたり、諸資料を提供していただいた大学、研究所の諸先生方にお礼申し上げます。

〔文 献〕

- 1) 科学技術庁「超高真空の発生、計測、利用技術の研究」1988-1990
- 2) 佐藤憲二，馬場吉康：真空，32 (1989) 655
- 3) 佐藤憲二，馬場吉康：表面科学 第11巻第6号 (1990)
- 4) 佐藤廣士，他：R & D KOBE STEEL ENGINEERING REPORTS, 39, NO. 1 (1989) 54