[昭和63年度金属表面技術協会賞（技術賞）受賞技術]

電解複合鏡面研磨技術による金属表面のクリーン化

前畑 英彦*, 大工 博之*, 馬場 吉康**

The Ultra Fine Technology of Metal Surface Using the Electrolytic-Abrasive Mirror Finishing Method

Hidehiko MAEHATA*, Hiroyuki DAIKU* and Yoshiyasu BABA**

Key Words : Electrochemical Machining, Mirror Finishing, Super Clean Technology

電解複合鏡面研磨技術は、大面積を短時間で効率良く表面粗さ $0.01 \sim 0.02 \mu\text{m} R_{\text{max}}$ の高品質鏡面仕上げができ、超LSI製造プロセスのウルトラクリーンテクノロジーへの適用効果が期待される。この加工法は、イオン単位の除去作用性を持つ電解作用に粘弾性支持砥粒による微少切り込み作用を補助させたものであり、電解生成物の排除と加工面の均一平滑化によって高品質鏡面を得る。本技術は化学塔槽内面のステンレス鋼を鏡面仕上げするニーズにより開発され、その後重化学工業製品からエレクトロニクス関連機器にいたるまで適用分野が広がっている。

1. はじめに

近年、日常生活商品や重工業製品に高性能、高信頼性および互換性が要求されるものが多く、これらの要求を満足するためには精度の高い加工が製造過程で必要になってくる。また、エレクトロニクスやエネルギー分野などで先端技術には『超』という言葉が何のためらいもなく使われている現在、それらを支援する技術にも当然のことながらハイレベルが要求される。先端技術を実現化する支援技術の一つに（超）精密表面技術や高精度加工などが挙げられ、具体的には構成機器の面や部材および機器そのものの（超）鏡面仕上げ技術が今後益々重要技術として期待されよう。

しかし、この鏡面創成技術もコストを度外視して成り立つものではなく、幾つかの加工法の中から最も能率の良い方法が選択される。一方、鏡面のニーズを大別すると、

①機器の性能向上、信頼性向上

②自動化（省熟練、省人）

③表面物性（耐食、潤滑、摩耗、除染・防染、薄膜）があげられる。これらに要求される表面粗さは $0.1 \sim 0.01 \mu\text{m} R_{\text{max}}$ あるいはそれ以下であるが、そのためには加工プロセスに力、熱及び振動など外乱の少ない加工法、加工機械が必要となる。また、鏡面の創成原理から極微量量（ $0.01 \sim 0.001 \mu\text{m}$ ）を安定に除去していく手段と、この除去量を制御できる加工現象が要求される。

これらを実現しうるものの一つに、イオン単位の除去作用性を持つ電気化学的加工法があるが、欠陥などによる溶出の不均一さのために仕上げ面精度はそれほど期待できない。しかし、この溶出作用を均一化できれば、高精度加工への近道が開け、究極的には仕上げ面を原子のオーダーにまで近づけることも不可能ではない。

電解複合鏡面研磨法は、その一つの試みとして、極微量の除去性を持つ電解作用と粘弾性による微小切り込みの砥粒作用を複合させたものであり、各種金属材料を $0.05 \sim 0.01 \mu\text{m} R_{\text{max}}$ レベルの高品質鏡面を短時間で創成する新しい技術である^{1),2)}。本研究技術は、昭和51年に化学塔槽類内面のステンレス鏡を鏡面仕上げするニーズにより開発され、その後重化学製品から原子力関連機器及びエレクトロニクス関連機器にいたるまで適用分野が広がられている³⁾。また、対象材料はステンレス鋼をはじめとして普通鋼、非鉄金属、形状的には平面、円筒内外面のほか自由曲面が鏡面加工可能である。

本解説は、超鏡面仕上げ技術が必要な高純度ガス供給プロセス⁴⁾に使用されるステンレス鋼表面の鏡面仕上げを例に、電解複合鏡面研磨技術の特質を紹介した上で適用効果をまとめている。

2. 電解複合鏡面研磨法とその特質

2.1 電解研磨と電解複合鏡面研磨

一般に電解研磨と呼ばれる研磨方法は、電極（陰極）と被研磨体（陽極）を電解液浴槽内に対向浸せきして、

* 日立造船(株) (〒554 大阪府大阪市此花区桜島1-3-22)
HITACHI ZOSSEN Co. (3-22, Sakurajima 1-chome,
Konohana-ku, Osaka-shi, Osaka 554)

** 日立精密研磨(株) (〒210 神奈川県川崎市川崎区水江町4-1)
Ultra Finish Technology Co., Ltd (4-1, Mizue-cho,
Kawasaki-ku, Kawasaki-shi, Kanagawa 210)

図1 電解複合鏡面研磨用電極工具（回転円盤形）

被研磨面上の微小凹凸の凸部を優先的に溶解することにより平滑な光沢面を得る表面処理法である。これは、複雑な形状の鏡面研磨を得意とするものの、強酸性電解液を必要とし液組成が複雑で高価であり、また素材面のうねり除去が困難で下地研磨が必要であるなどの問題点がある。更に、ステンレス鋼に対しては $0.1\sim0.5\text{ A/cm}^2$ が適正電解電流密度であることから高速研磨は難しく、大面積に対しては大容量の電源、電解槽及び多量の電解液を要する。一方、中性塩電解液を用いて砥粒擦過作用を複合する電解複合研磨法は、例えば図1に示すような回転円盤型電極工具を使用して工具回転と送りを与えることにより鏡面加工する接触式の研磨法であり、平面や円筒内外面及び曲面などを $\sim 2\text{ A/cm}^2$ で高速研磨できるため大面積でも短時間で鏡面研磨できる。

図2は両研磨法による仕上げ面粗さを比較したものである。電解研磨では10min弱で $1\sim2\text{ }\mu\text{m}R_z$ であるが、電解複合鏡面研磨では2minほどで $0.1\sim0.2\text{ }\mu\text{m}R_z$ となり格段の鏡面創成作用を有していることがわかる。表1に両研磨法の差異をまとめておく。

2.2 電解-砥粒複合による加工効果

電解作用による金属溶出量 W は、Faraday's lawより $W = \eta KIt$ (1)で表わされる。ここで K は被研磨物の電気化学当量、 η は電流効率である。電解複合法では水溶液を用いるため、電解によって被研磨物表面に酸化皮膜や電解生成物が成長する。したがって電解作用単独では、図3に示すように η は通電直後から急激な低下を示し、20%以下になる。そこで、この電解生成物を排除するとともに全面均一に除去する目的で砥粒作用を複合すると、 η は t には無関係で60%前後の一定値を保ち、 W と t はほぼ比例関係になる⁶⁾。ちなみに、砥粒作用単独の除去量は図示のように微量である。

2.3 鏡面創成と粗さ生成機構

研磨材はナイロン製不織布に砥粒を含浸させたもので図4に示すような4要素モデルの粘弾性を有する。この中で鏡面創成に関与する因子は、Maxwell要素の弾性係数 E_1 である。すなわち E_1 に支持された砥粒は図5のように擦過速度を増大するにしたがって、下地面の凸部

図2 加工表面粗さのプロフィール
(a) 浸せき電解研磨 (b) 電解複合鏡面研磨

表1 電解研磨と電解複合鏡面研磨の比較

要 件	(電 解 研 磨)	(電解複合鏡面研磨)
加工液	・強酸（浸せき式） ・液温制御	・中性塩（噴流式） ・液温制御不要
加工廃液	・電解生成物一液中に溶ける ・ H^+ イオン消費により σ 減少、pH大（電着）	・不溶解な水酸化物（フィルタリングにより循環使用）
前 処 理	・サンドペーパーなどの前処理 ・脱脂	不 要
加工特性	・平滑化（前加工面依存性大） ・ $J = 0.1\sim0.2\text{ A/cm}^2$	・鏡面加工 ・表面粗さのコントロール（ $0.5\sim0.01\text{ }\mu\text{m}R_{\text{max}}$ ） ・ $J = 1\sim3\text{ A/cm}^2$ （ $0.1\sim0.2\text{ A/cm}^2$ ）

図3 電解作用と電解複合作用の比較

図4 研磨材の粘弾性モデル

のみが選択的に除去していくようになる。これに電解溶出が加わるために、前述の複合効果により凸部選択性はより顕著になる。図6はこの鏡面創成過程をモデル化したものである⁶⁾。

次に、鏡面創成(平滑)後に生成される粗さを考えてみる。図1に示す円盤型電極工具による研磨面を観察してみると、工具外周にほぼ等しい条痕が、送り速度 V_f と回転数 N の比 V_f/N で決まる工具送り f に従って規則的に並んでおり、研磨面の粗さはこの条痕の連続面によ

図5 砥粒速度と凸部選択擦過

図6 電解複合鏡面創成の加工原理モデル

て形成されていることがわかる。そこで、工具外周上の作用砥粒数を $M=1.66\pi a\sqrt{mg}$ と仮定し⁷⁾、研磨面の砥粒条痕断面を図7のようにモデル化して、粗さ R_{th} を幾何学的に求めていくと、

$$R_{th} = \frac{0.6f \tan(90^\circ - \theta/2)}{2\pi a \sqrt{mg}} = \frac{0.6V_f \tan(90^\circ - \theta/2)}{2\pi a \sqrt{mg}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

として導かれる。ここで、 a は工具半径、 mg は研磨材の全作用砥粒密度である。また、(2)式は $f < 3.3\pi ah\sqrt{mg} \tan(\theta/2)$ の下に成り立つ。

(2)式は、粗さ生成にかかわる基本的な関係式であり、さらに実用加工の式として展開させていくと、

$$R_s = 0.66(V_f/2aN)^{0.4} \quad \dots\dots\dots(3)$$

と導くことができる¹⁾。図8は、大面積SUS304コイル材に(3)式を適用したもので、実験値とよく一致している⁸⁾。

3. 材料表面欠陥の除去とクリーン化⁹⁾

3.1 素材表面の同定と欠陥層除去

超微細化LSIあるいは超高真空機器の実現には、スーパークリーンプロセスの確立が不可欠であり、主要課題の一つとして真空機器やガス供給系のクリーン化があげられる。半導体ガス供給系に使用される材料は、主にSUS316LとSUS304であり、市販されている表面仕上げ材には2D、2B及びBA仕上げなどがある。しかし図9に示すように、表面には製造過程あるいは取り扱い中に発生する微細な欠陥やピットが残存しており、クリー

図7 砥粒条痕の断面モデル

図8 実験式の面積鏡面研磨への適用

図9 市販ステンレス材表面のプロファイル

ン化処理されているとはいいい難い。そこで、表面に残存する欠陥を調査してみると、1~10数 μm の深さに至る欠陥が 100cm^2 当たり数100個にも達するものもあった。従って、クリーンプロセスに適用するには、表面欠陥層

図10 素材面のピット除去と鏡面仕上げ
(a) 素材表面のピット (SUS304), 深さ $9\mu\text{m}$
(b) $2\mu\text{m}$ 除去
(c) $6\mu\text{m}$ 除去
(d) 電解複合法によるピット除去と鏡面仕上げ

を除去して均一な鏡面に仕上げる必要がある。その際の鏡面仕上げ程度は、少なくとも物理的な不純物付着を抑制するレベルとすれば、 $0.1\mu\text{m}$ ($1000\text{\AA}$) 以下の凹凸となり、さらに気体分子の滞留抑制を期待するとすれば $0.01\mu\text{m}$ ($100\text{\AA}$) 以下の鏡面仕上げが望ましい。

図10は、市販SUS-2B仕上げの表面に存在するピットを電解複合研磨によって除去していく様子を示したものである。同図(a)は素材表面に存在する深さ $9\mu\text{m}$ のピットで、(b) および (c) はこのピットを表面から $2\mu\text{m}$, $6\mu\text{m}$ 除去した場合、さらに (d) は約 $10\mu\text{m}$ 除去した後、 $0.01\sim 0.02\mu\text{m} R_{\text{max}}$ に鏡面仕上げしたものである。この鏡面グレードは生産技術的には研磨材粒度を選定することによって図11のような各種鏡面が創成できる。

3. 2 プロセス部材の鏡面研磨

高純度ガス供給系のクリーン化の試みとして、高純度液化ガス用のタンクスケルトンおよび真空チャンバの鏡面研磨例を紹介する。

図12はタンク ($1800\text{mm}\phi \times 4000\text{mmL}$) の鏡面研磨後の写真で、鏡面仕上げ粗さは $0.1\mu\text{m} R_{\text{max}}$ 以下である。また、図13及び図14はタンク鏡板及びタンク内パイプをそれぞれ鏡面仕上げしたものである。さらに、図15は鏡

図11 各種鏡面グレードとプロファイル

面処理したクリーンチャンバの例である。

4. 電解複合鏡面研磨技術の最近の適用例

4. 1 チタン材の鏡面研磨^{(10), (11)}

チタン材は強度や耐食性に優れており、用途が拡大さ

図12 クリーンブース内でのタンク内面仕上げ

図13 タンク鏡板の鏡面仕上げ

図14 タンク内パイプの鏡面仕上げ

れつつある。しかしチタン材は熱伝導性が悪いため、加工歪みや著しい工具損耗などのため精度加工や鏡面加工には困難を要す。特に鏡面については、砥粒刃先の局部発熱による地金との結合やむしりが考えられる。そこで、これらの原因となるチタンの化学的親和力を抑制すべく地金面に安定な化合物の膜を形成してやれば、鏡面創成は可能ということになる。この実現手段として、本研磨法を適用してみた。

研磨は、不動態型電解液 (NaNO_3) を用いて、チタンの分解電圧である20V以下で電解して硬質の酸化チタン膜を形成するとともに、砥粒作用を複合させて行う。図16は、ST-50の素材と $0.05\mu\text{m}R_z$ の仕上げ面を比較したものである。

4. 2 放射能除染技術^{(12), (13)}

本研磨法は鏡面仕上げ性の他に高速除去性に優位性を持つ。この高速除去性と湿式方式に着目して、1990年代の技術である原子廃炉の放射能除染にも適用性を検討している。図17はブロック材について除去量 d と残留放射能 α の関係を調べた結果である。表面から $50\mu\text{m}$ 加工するとはばバックグラウンドの安全レベルまで低減されていることから、優れた除染効果を得るためには除去性の高い加工技術が必要であり、本研磨法は効果的な除去技術になり得ることが期待できる。

5. おわりに

電解複合鏡面研磨法は、大面積を短時間で効率良く表面粗さ $0.01\sim 0.02\mu\text{m}R_{\text{max}}$ に鏡面仕上げできるとともに、

図16 Ti材の鏡面研磨

図15 電解複合鏡面仕上げした高性能真空チャンバ

図17 加工量と残留放射能の関係

ここでは触れなかったが、精度（高精度加工）と生産性が両立できる生産技術としての可能性も有している¹⁴⁾。

以上に、本技術の最近の実施例を紹介することにより加工特質の幾つかが説明できたと思う。本技術を高精度加工技術分野に適用する場合、この特質を十分に理解し、その特徴が生かせる対象物の選択と各工程のどこに位置付けるかが肝要である。

最後に、これは自らの反省点でもあるが、特にエレクトロニクス分野などの先端技術製品については過剰品質になりがちで、必要以上の課題を与えてしまうことが多々ある。これは表面処理技術者や精密加工技術者の勉強不足によるものが多く、今後さらにハイテク化が加速される状況下において、“なぜその鏡面レベル、超精密加工

レベルが必要なのか”を自らに問いかける姿勢が効率良い目標達成のために重要であろう。

(1988-9-5 受理)

文 献

- 1) 前畑英彦, 釜田 浩, 山本昌彦; 精密機械, 51, (7), 1419 (1985)
- 2) 前畑英彦, 大工博之, 馬場吉康; 金属表面技術協会第77回講演大会講演要旨集, 協会技術賞記念講演, p. 379 (1988)
- 3) 田宮勝恒, 本田昭一, 前畑英彦, 釜田 浩; 日立造船技報, 42, (3), 15 (1981)
- 4) 大見忠弘; 超LSIウルトラクリーンテクノロジーシンポジウム前刷集, p. 332 (半導体基盤技術研究会, 昭和60年11月)
- 5) 前畑英彦, 釜田 浩, 大工博之, 山本昌彦; 日立造船技報, 45, (1), 13 (1984)
- 6) 前畑英彦, 釜田 浩, 大工博之, 山本昌彦; 精機学会秋季大会講演論文集, p. 323 (1985)
- 7) 前畑英彦, 釜田 浩, 山本昌彦; 精機学会秋季大会学術講演論文集, p. 427, p. 428 (1982)
- 8) H. Maehata, H. Kamada; Bull. Japan Soc. of Precision Engineering, 19, (2), 131 (1985)
- 9) 半導体基盤技術研究会編; 超高純度ガス供給システム, p. 365 (リアライズ社, 1986)
- 10) 釜田 浩, 前畑英彦, 大工博之; 精機学会春季大会学術講演論文集, p. 223 (1984)
- 11) 釜田 浩, 前畑英彦; 応用機械工学, (8), 161 (1987)
- 12) 釜田 浩, 前畑英彦; 精密工学会秋期大会学術講演論文集, p. 238 (1986)
- 13) 前畑英彦, 釜田 浩, 大工博之, 荒井浩成; 日立造船技報, 48, (1), 1 (1987)
- 14) 前畑英彦; 省力と自動化, 12, (3), 59 (1981)