

極小管内面の高能率仕上げ法の開発

菅野 哲朗*・落合 雄二・伊藤 惇**

Developments of High Efficiency Finish Method on Smaller Size Cylinder Tube Inside

Tetsuro SUGANO*, Yuji OCHIAI and Jun ITO**

(平成20年11月28日受理)

The inside surface of long smaller size cylinder tube used for fuel gush entrance etc. of car is requested to form the beautiful surface, which is smooth and clean, efficiently for the performance gain. In this research, I explored the application of polishing method that utilizes chemical and mechanical action, and I obtained the following conclusions. (1) Solution of which principal ingredient is hydrogen peroxide solution is the best solution for etching. (2) High stock removal rate is incompatible with making high performance for etching. (3) I induced the initial value problem of the ordinary differential equation about the relation between variations in mass of material and processing time in etching. (4) The theory solution indicated a value close to the experiment value. (5) The average etching rate has increased by swelling the value of Reynolds number or particle size of mixed abrasive grain.

1 緒言

1.1 研究の背景

自動車の燃料噴出口等に用いられる長尺極小円管は、その性能向上をはかる目的で高圧化が要望されてきており、この際に燃料の流動による管内壁面抵抗が問題になることが予想される。そのため、極小円管内面は平滑且つ清浄化された綺麗な面の形成が求められ、機械加工時等の傷の除去、異物の付着除去が必要である。管内面を研磨する方法はいくつか報告されている¹⁾²⁾が、長尺極小円管に関する安価に大量処理できる高精度な研磨方法については見当たらない。

現在、自動車向けの燃料管の平滑及び清浄化をはかる仕上げ法として化学的な研磨処理法が採用されているが、管内面仕上げのばらつきが大きいという問題がある。また、燃料管の平滑化および清浄化向上に対する顧客の要求が更によれば現状の処理方法では対応できなくなり、精度改善が必要になってくる。

1.2 研究の目的

本研究では、化学液や砥粒を用いた研磨法による極小管内面の高能率な平滑化仕上げ法の開発を目的としている。基礎実験は、化学液を選定する目的で各種化学液によるエッチング実験（以下、ケミカル研磨という）を行う。その結果をもとに、本実験としての管内を強制的に流して加工する流動エッチング実験（以下、管内流動ケミカル研磨という）の加工液として選定することとした。管内流動ケミカル研磨では、1) 化学液のみを用いてエッチングを行うケミカル研磨法と、2) 化学液に砥粒を混入した加工液を用い、極小円管内を流動させるメカノケミカル研磨の2種類の研磨法を検討している。

本研究では、表面粗さ R_{max} 約 $5[\mu m]$ の供試材を、1分以内に R_{max} 1 $[\mu m]$ 以下に仕上げをすることを具体的目標値として検討を進める。

最近では自動車燃料管をはじめとして、液晶、半導体製造装置などに使用される精密極小管内面を大量に、安価に、かつ高精度化に生産できる製造法の確立が求められている。特に自動車の燃料管については、世界的な環境問題から年費向上が強く求められている。その改善策の一つが高圧燃料噴射方式(コモンレール式)の採用と考えられている。そのため

* 秋田高専専攻科学生

**秋田高専名誉教授

には微細な流量制御が求められ、流量に影響を及ぼさず壁面抵抗の改善が必須となってくる。

本研究の目的である長尺極小管内面仕上げ技術の開発により、平滑清浄化処理技術の汎用性は拡大し、自動車産業をはじめとする多くの産業への展開が可能になると考えられる。

2 実験方法

2.1 研磨方法

極小円管の内面研磨方法は図1に示すように、大きく分けて3種が考えられる。

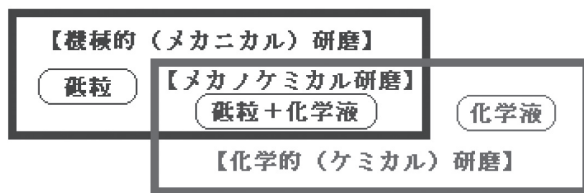


図1 極小円管の研磨方法

機械的（メカニカル）研磨とは、加工面に砥粒を作用させることによって発生する切削作用や磨耗効果で研磨を行う方法である。

化学的（ケミカル）研磨とは、加工面に化学液が付着することでその間に発生する化学反応作用を利用して加工を行う方法で、エッチングともいう。

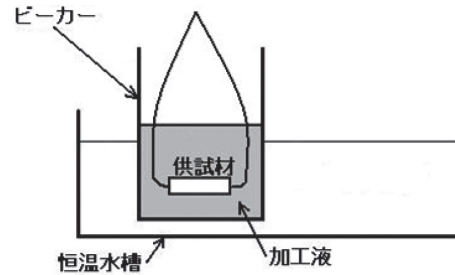
メカノケミカル研磨とは、機械的（メカニカル）研磨と化学的（ケミカル）研磨を複合させたものである。化学液の中に砥粒を混入したものを加工液として用いる加工法である。

2.2 実験装置

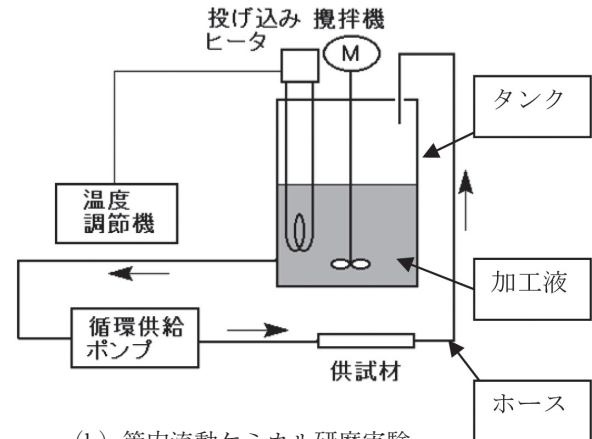
本研究で行ったケミカル研磨の実験方法は2つあり、実験装置の概要を図2に示す。

図2(a)の実験は、実験に用いる加工液が基本的に静止している。このため、ここでは『静止ケミカル研磨実験』と呼ぶことにする。温度を一定に保った恒温水槽の中に加工液を入れたビーカーを置き、木綿糸で吊るした供試材（極小円管）をビーカー内で泳がし、振動を加えつつエッチングを行う。この実験では円管内部のみならず、管全体がエッチングされる。

図2(b)の実験は、加工液を極小円管内に強制流動させるため、ここでは『管内流動ケミカル研磨実験』と呼ぶことにする。タンク内に加工液を入れ、ホースの間に循環供給ポンプを組み込み、加工液を



(a) 静止ケミカル研磨実験



(b) 管内流動ケミカル研磨実験

図2 実験装置

循環させ、装置間に組み込んだ供試材（極小円管）内面をエッチングする。

エッチング速度は、加工前後の重量変化を電子天秤（アズワン製：GF-300、最小表示 1×10^{-6} kg）で測定して評価する。加工後の表面粗さは表面粗さ計タリサーフIV（ランクテラーホブソン製、縦倍率 10^5 倍）で測定し、評価する。

2.3 供試材と実験材料

本実験に用いた供試材、化学液と砥粒の概要は以下の通りである。

(1) 供試材

- ・形状及び材質：高圧配管用炭素鋼円筒管材 (STS)
- ・供試材寸法：外径 $\phi 6$ 、内径 $\phi 2$ 、管の長さ20, 100 [mm]
- ・前加工法：引き抜き加工
管内面の表面粗さ： $R_{max} 5$ [μm]

(2) 化学液

表1に、実験に使用した4種の化学液を示す。

(3) 砥粒

研磨砥粒としては酸化アルミニウム系WA砥

表 1 実験に用いた化学液

使用化学液	含量 [%]	等級	メーカー
塩酸(HCl)	36	試薬 1 級	和光純薬工業
硫酸(H ₂ SO ₄)	97	試薬 1 級	和光純薬工業
硝酸(HNO ₃)	60	試薬 1 級	和光純薬工業
過酸化水素系液 (H ₂ O ₂ +NH ₄ F・HF)	30		菱江化学

表 2 実験に用いた砥粒の粒度と最大粒子径³⁾

粒度番号	最大粒子径[μm]
#2000	19
#4000	11
#6000	8
#8000	6

粒を用い、その粒度、最大粒子径を表 2 に示す。

2.4 実験条件

実験は、静止ケミカル研磨実験と管内流動ケミカル研磨実験の 2 つを行う。

静止ケミカル研磨は管内流動ケミカル研磨で用いる化学液の選定のための基礎実験としての位置付けで行う。

管内流動ケミカル研磨実験については各種の加工条件で、それぞれの条件下における加工特性の違いを調べる。

なお、実験の手順は概略以下の通りである。

- ① 実験に用いる供試材を準備する。
- ② 加工前の供試材の重量を測定する。
- ③ エッチング処理を行う。
- ④ 加工後の供試材にアルカリ性の液で中和処理を施す。
- ⑤ 加工後の供試材の重量を測定する。
- ⑥ 加工面の表面粗さを測定する。

2.4.1 静止ケミカル研磨実験

～化学液とその濃度による影響～

管内流動ケミカル研磨実験で用いる化学液選定のために、供試材の加工液として塩酸、硫酸、硝酸、過酸化水素系液の 4 種類を抽出した。それらの化学液を用い、表 1 に示した原液を体積濃度で 10～100 [vol%] の範囲で 10 分割した加工液を作成し、それぞれの濃度で静止ケミカル研磨実験を行う。

使用する極小円管の形状は長さ 20 [mm] の円管を縦方向に半分に分割したものをを用いる。分割する

のは、管の内面に化学液を触れやすくするためである。加工時間は 10 [min] とし、設定温度は 30 [°C] である。

2.4.2 管内流動ケミカル研磨実験

ケミカル液を強制的に管内に流動させて研磨加工する管内流動ケミカル研磨特性を調べるために、静止ケミカル研磨実験で選定された過酸化水素系液を用い、溶液濃度の影響、加工時間特性等を調べた。

極小円管の長さは 100 [mm]、設定温度は 30 [°C] である。

2.4.3 管内流動メカノケミカル研磨実験

加工液に砥粒を加え、管内を強制的に流動させて研磨特性を調べた。実験は、流速の影響に関しては、管内流速を 8.7, 11.6, 14.8 [m/sec] の 3 段階で行い、砥粒の粒度に関しては、表 2 に示した 4 種の粒度について実験を行う。なお、化学液は 2.4.2 と同様に過酸化水素系液とし、溶液の濃度は体積濃度で 10 [%] とする。加工時間は 10 [min] とし、設定温度は 30 [°C] とする。

3. 実験結果

2.4 で述べた実験条件で実験し、その結果を図 3～図 10 に示す。なお、ここで示す平均エッチング速度 [kg/(sec・m²)] とは、加工によって単位時間当たり減少した供試材の質量 [kg/sec] を減少質量から求めた管内の表面積 [m²] で割った値である。

なお、3.1 節に述べる静止ケミカル研磨については、加工時間に対する表面積の値が不確定のため、減少質量を単に加工時間で割ったものをエッチング速度 [kg/sec] と定義している。

3.1 静止ケミカル研磨（各種化学液によるエッチング特性）

各溶液の重量濃度に対する平均エッチング速度、表面粗さを図 3、図 4 に示す。図 3 より、エッチング速度については硝酸が他の化学液と比較して大きな値となっている。しかし、図 4 より、最大粗さについては実験した濃度範囲の全てにおいて前加工面の最大粗さの 5 [μm] よりも大きく、劣化した面となっている。このため、管内流動エッチング実験に用いるには不相当である。硝酸を除外した 3 種の溶液の中では、過酸化水素系液のエッチング速度が最も大きく、かつ得られる表面粗さの値は最も小さい。供試材の前加工面の表面粗さ 5 [μm] と比較しても、ほとんどの濃度範囲で表面粗さは向上して

いる。

以上より、管内流動エッチング実験に使用する化学液としては過酸化水素系液が好ましいと判断し、以下の実験では同液を使用することとした。

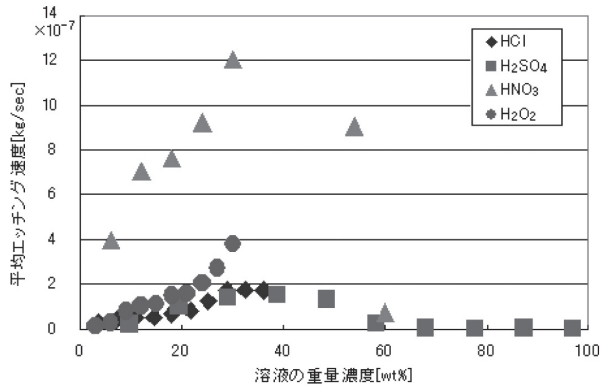


図3 各溶液の溶液濃度に対する平均エッチング速度 (静止ケミカル研磨実験)

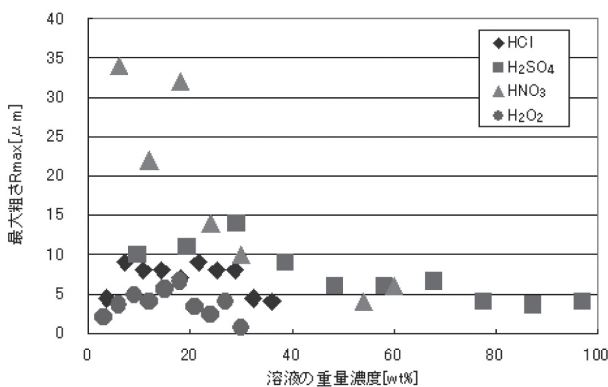


図4 各溶液の溶液濃度に対する最大粗さ (静止ケミカル研磨実験)

3.2 管内流動ケミカル研磨

3.2.1 化学液の濃度の影響

溶液の体積濃度に対する平均エッチング速度、表面粗さを図5、図6に示す。実験はまず溶液の体積濃度20, 40, 60, 80, 100 [vol%]で行い、結果を◆印で示す。その結果、表面粗さは濃度を高めると劣化する傾向を示し、最も表面粗さが良かったのは低濃度の20 [vol%]であった。そこで、この付近の濃度値として10~30 [vol%]の範囲で2.5 [vol%]刻みの濃度で実験を行い、その結果を■印で示す。また、化学液の効果が現れる溶液濃度限界を見極めるため2, 4, 6, 8, 10 [vol%]の濃度についても実験し、結果を▲で示す。図5より、今回の実験における最低の溶液濃度である2 [vol%]の溶液でも

エッチング作用が認められた。しかし、図6より、表面粗さとして好ましい濃度は、データのばらつきは大きいですが溶液濃度10~20 [vol%]の範囲内と考えられる。加工時間は10分間で行ったが、この場合、実験した全ての濃度範囲で表面粗さ R_{max} が前加工面の5 [μm]より向上する値が得られている。低濃度の2 [vol%]の溶液でも加工時間をより長く取ることによりよい表面粗さを得ることができ、また、高濃度の溶液では、より短時間にある程度の表面粗さを得る利用法も考えられ、高精度化と高能率化の両方の可能性が残されている。

本研究においては高精度化を重視し、化学液の濃度が薄いことによる安全性の向上や実験装置への負担の軽減などのメリットを考慮して、10 [vol%]前後の比較的低濃度の過酸化水素水系液を採用することとした。

なお、図5に示す高濃度溶液の実験結果において、同じ濃度の実験結果にばらつきが認められる。これはエッチング後に施す後処理の難しさを示しており、実際の生産現場に適用するには、製品の安定化に向けて、さらなる後処理プロセスの検討が必要で

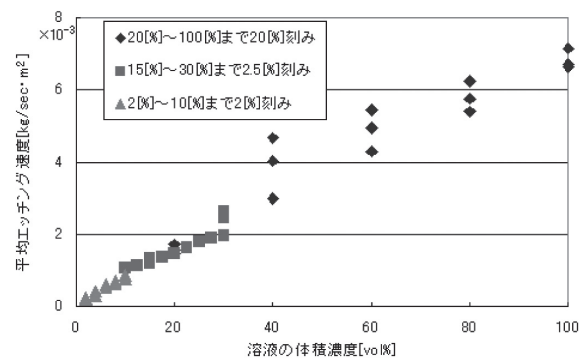


図5 溶液の体積濃度に対する平均エッチング速度 (管内流動ケミカル研磨)

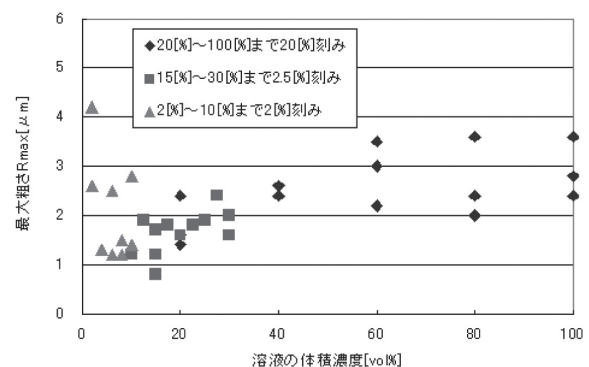


図6 溶液の体積濃度に対する最大粗さ (管内流動ケミカル研磨)

ある。

3.2.2 加工時間の影響

各種溶液濃度におけるエッチング時間とエッチング速度、及び表面粗さの関係を図7、図8に示す。図7は、加工時間における各瞬間のエッチング速度を数値微分⁴⁾によって求めたものであり、3.1や3.2.1などで示した平均エッチング速度とは異なる。図7より、溶液濃度が高い液ほどエッチング速度が速くなっている。また、エッチング時間が長くなるほどエッチング速度は遅くなっている。これは時間が経過するにつれて質量の減少速度が低下し、反応が穏やかになっていくことを表している。このことは供試材表面の加工変質層による影響が考えられ、4.4節で述べる。また、600 [秒]でのエッチング速度の一部データが負になっているが、これは、実験値のばらつきが影響しているものと考えられる。

図8の表面粗さについては、ほぼすべての溶液濃度において時間経過とともに向上する傾向を示しており、良好な表面粗さを得るためにはある程度の時間を要することを示している。また、溶液の濃度が

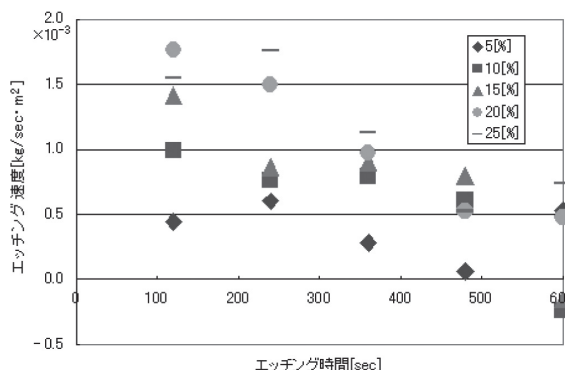


図7 各種溶液濃度におけるエッチング時間とエッチング速度の関係 (管内流動ケミカル研磨)

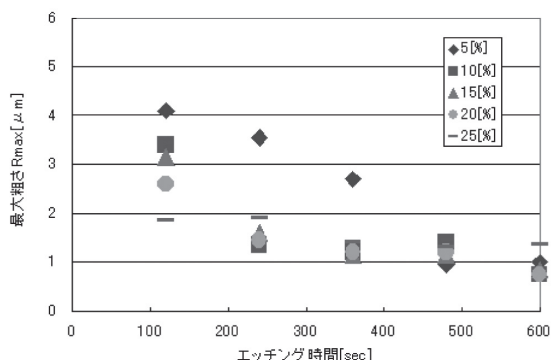


図8 各種溶液濃度におけるエッチング時間と最大粗さの関係 (管内流動ケミカル研磨)

高くなるにつれは小さくなり、濃度25%の場合はほぼ横一直線となっている。これは、高濃度溶液の場合には、早い時期に表面粗さが一定値に収束するためであると考え、一定の表面粗さを得る目的であれば、高濃度の溶液を用いることにより加工時間を短縮できるといえる。しかし、加工時間10 [min]で表面粗さ1 [μm]以下という目標値を考えた場合、25 [vol%]の溶液では表面粗さが1~2 [μm]と不十分であり、濃度は20 [vol%]以下の溶液が好ましい。このように、加工能率の向上と表面粗さ(性能)の向上を同時に達成させることは難しい。

3.3 管内流動メカノケミカル研磨

～流速および砥粒の粒度の影響～

WA砥粒の各種粒度におけるレイノルズ数と平均エッチング速度、および表面粗さの関係を図9、図10に示す。図9より、流速が速い、すなわちレイノルズ数が大きい場合ほどエッチング速度が速くなっている。これは混入している砥粒の移動速度が速められ、管内面との摩擦効果が増進したことが考えられる。また流速を速くしたことによって化学液の反応メカニズムに変化が現れた可能性も考えられるが、この理由については今後の検討課題である。砥粒粒度の影響については、粒度番号が小さい、すなわち最大粒子径が大きい砥粒ほど加工が速く進んでいる。これは、粒子径が大きい、すなわち質量が大きい砥粒ほど加工面の粗さの凹凸に与える衝撃が大きくなり、研磨効果が大きくなったためであると考えられる。図10の表面粗さについては、レイノルズ数が大きい場合ほど粗さも良好になる傾向があり、加工がより速く進行したもののほどより良い表面粗さになっていると言える。

図9、図10のWA#8000のデータ(●)について見ると、砥粒を混入した管内流動メカノケミカル研磨では、ケミカル研磨と比較して平均エッチング速度は低いが、表面粗さは向上している(図5の溶液濃度10 [vol%]、加工時間10 [min]のデータとの比較)。これは、管内流動メカノケミカル研磨を採用することにより、円管の加工量(質量減少量)を少なく抑えて、効率よく良好な表面粗さを得られることを示している。本実験のWA#8000のデータでは表面粗さが2~3 [μm]程度であり、目標値の1 [μm]に到達するものではなく、今後さらに究明していく必要があると考える。

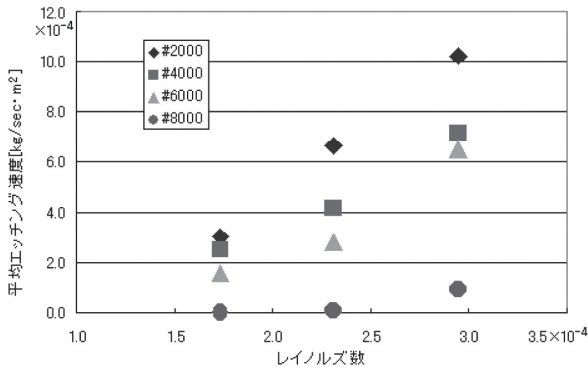


図9 各種砥粒粒度におけるレイノルズ数と平均エッチング速度 (管内流動メカノケミカル研磨)

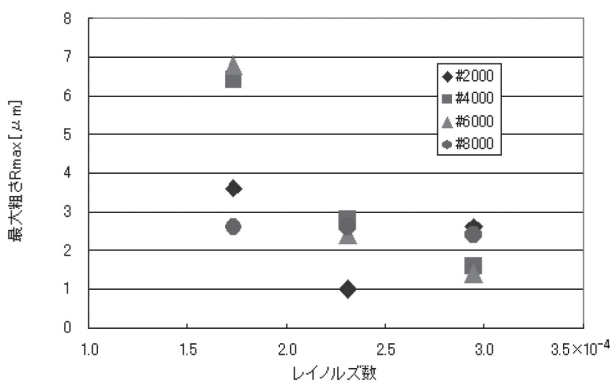


図10 各種砥粒粒度におけるレイノルズ数と最大粗さ (管内流動メカノケミカル研磨)

4 エッチング時間と質量減少量との関係に関する理論的検討

ここではエッチング (ケミカル研磨) のプロセスをモデル化し、エッチング時間と加工量 (質量減少量) の関係を明確化することで実験を理論的観点から捉えることを目的とする。

4.1 エッチングのプロセス

図11は円管内面のエッチングのプロセスを簡易

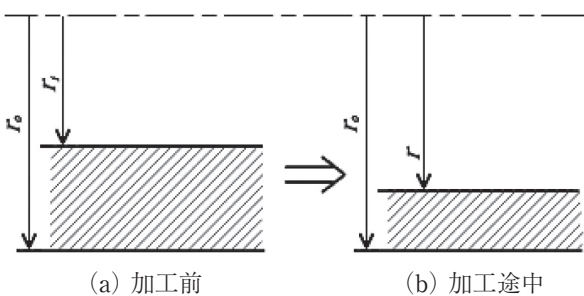


図11 エッチングのプロセスを示した円管の断面図

に示したものである。斜線部を円管本体の部分とし、中心線から斜線部までの長さを円管の内半径 r_i 、外側までの長さを円管の外半径 r_o で表している。加工前の状態が (a)、加工途中の状態が (b) となっており、エッチングが進むプロセスを示している。

4.2 理論計算

ここでは $r_i < r < r_o$ の時の円管の質量と任意時刻との関係について理論式を展開し、円管の質量 m と任意時刻 t との関係を示す。

長さ l 、内半径 r_i 、外半径 r_o 、質量 m_0 なる円管を考える。内面に進行するエッチングにより、任意時刻において t 初期値 m_0 、 r_i が m 、 r になるものとする、 k を定数として次の初期値問題が成り立つ。

$$\frac{dm}{dt} = -ks \quad (1)$$

$$t = t_0 \text{ で } m = m_0 \quad (2)$$

ここで s は時刻 t における円管内面の表面積で、次式で表される。

$$s = 2\pi r l \quad (3)$$

また、 m と m_0 は次式で表される。

$$m = \pi l \rho (r_o^2 - r^2) \quad (4)$$

$$m_0 = \pi l \rho (r_o^2 - r_i^2) \quad (5)$$

ここで ρ は円管の密度である。

式(3)、(4)より、

$$s = \sqrt{4(\pi l r_o)^2 - \frac{4\pi l m}{\rho}} \quad (6)$$

よって微分方程式(1)は、

$$\frac{dm}{dt} = -k \sqrt{4(\pi l r_o)^2 - \frac{4\pi l m}{\rho}} \quad (7)$$

これを解くと、

$$-\frac{2}{b}(a - bm)^{\frac{1}{2}} = -kt + C \quad (8)$$

ここで a 、 b は次式のように置いた。

$$a = 4(\pi l r_o)^2 \quad (9)$$

$$b = \frac{4\pi l}{\rho} \quad (10)$$

初期条件 (2) および式(8)より、積分定数 C を

求めると、

$$C = kt_0 - \frac{2}{b}(a - bm_0)^{\frac{1}{2}} \quad (11)$$

よって初期値問題 (1) (2) の解として次式が得られる。

$$m = \frac{a}{b} - \left\{ \left(\frac{a}{b} - m_0 \right)^{\frac{1}{2}} + \frac{1}{2} b^{\frac{1}{2}} k (t - t_0) \right\}^2 \quad (12)$$

ここで a/b は半径 r_0 の中実円柱の質量 M を表し、

$$M = \pi r_0^2 l \rho \quad (13)$$

最終的な解として、任意時刻 t における質量 m は次式によって得られる。

$$m = M - \left\{ (M - m_0)^{\frac{1}{2}} + \frac{1}{2} b^{\frac{1}{2}} k (t - t_0) \right\}^2 \quad (14)$$

以上の (14) 式が、エッチングが進行する過程での円管の質量 m と任意時刻すなわち経過した時間 t との関係を示した式となる。

4.3 理論値と実験値の比較

図12は各種溶液濃度について、加工時間に対する供試材の質量の変化を片対数グラフにまとめたものである。実験値は、図7に示した結果を基に、加工時間とその時の円管の質量をプロットしたものである。理論値は4.2節の理論計算で導いた式(14)を用いて求めたものである。なお、定数 k の値は化学液の種類、濃度のほか、管内流動のレイノルズ数により決まる値で、式(14)を変形して求められ、その値を図に示してある。理論値はゆるやかな二次曲線を描いているが、大略実験値に近い値となっている。加工時間が短い前半では実験値が理論値を下回っており、エッチング加工量が多い傾向を示している。中盤ではこれらがほぼ一致し、後半では逆転

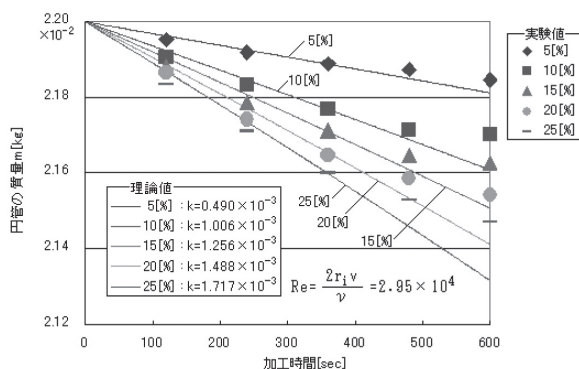


図12 加工時間に対する供試材質量の変化

している。これは、加工前半は急速にエッチングが進行し、後半は穏やかになっていくことを表している。これは供試材表面の加工変質層の影響が考えられ、次の4.4節で詳細に述べる。

4.4 加工変質層の影響

図7および図12より、加工時間が進むにつれて質量の減少速度が穏やかになっていく傾向が認められる。これは供試材の加工変質層による影響が考えられる。加工変質層とは材料を機械的に加工する際に生じる機械的エネルギーや熱エネルギーによって材料にひずみや変質が生じ、材料特性が変化した組織のことである。供試材の前加工法は引き抜き加工であり、極小円管内の表面はこの加工により引き起こされた加工変質層が形成されているものと考えられる。この加工変質層部分はひずみが生じているために材料特性が不安定で、化学反応が促進されやすい部分である。このため、加工変質層が生成された表面層部分のエッチングが行われる加工初期（前半部分）では、化学液によるエッチングが通常より促進され、エッチング速度が速くなったものと考えられる。なお、塑性加工などでは、生成される加工変質層の残留ひずみ量の分布が場所により異なり、前加工で生じている材料の圧縮や引張応力の兼ね合いでひずみ分布状態はさまざまであると考えられる。このことが図7に示すエッチング速度のデータのばらつき要因の一つと考えられる。

5. 結言

本研究では、極小管内面を高精度かつ高能率に仕上げる加工法の確立を目的として、化学液や砥粒を用いた研磨法につき検討し、以下の結論を得た。

- (1) 塩酸、硫酸、硝酸、過酸化水素系液の4種類によるケミカル研磨をし、エッチング速度と表面粗さを評価した結果、この中では過酸化水素系液が最適であり、流動ケミカル研磨実験の加工液として採用することにした。
- (2) 溶液の濃度が高くなるにつれエッチング速度は速くなるが表面粗さは劣化し、高能率化と高性能化は両立しにくいことが分かった。
- (3) ケミカル研磨による加工時間と供試材の質量変化の関係について常微分方程式の初期値問題を誘導し、その解を求め、実験と比較した結果、多少の差異は認められるものの、両者は近い値を示した。
- (4) 平均エッチング速度はレイノルズ数および砥

粒の粒径が大なるほど増加している。他方、最大粗さはレイノルズ数の増加と共に向上する傾向にあるが、粒径については明確な傾向は示さなかった。

参考文献

- 1) 杉森 博, 黒部利次: 放電加工された微細穴内面の高速旋回流動研磨, 砥粒加工学会誌, 45, 2 (2001) 591
- 2) 杉森 博: 小径穴の仕上げ加工, 2005年精密工学会春季大会学術講演会講演論文集 (2005) J21
- 3) 株式会社フジミインコーポレーテッドカタログ A & WA & PWA (2004)
- 4) 例 え ば R. L. Ketter etc; Modern Method of Engineering Computation, McGraw-Hill book Company, 1969