

電解研磨技術資料

Technical Data of Electrolytic Polishing

日章アステック株式会社
Nissho Astec Co., Ltd.

この技術資料は、当社が永年培ってきたステンレス鋼の電解研磨技術について、電解研磨の理論、電解研磨の具備すべき条件、電解研磨仕上げ・バフ仕上げなどの表面仕上状態による表面状態・表面積・洗浄性・発塵性・耐食性の違い、設備の設置上の留意点さらには表面粗さの測定方法等に関してまとめたものである。今後ともより良い製品を送り届けるために電解研磨の技術開発に取り組む所存である。

These technical data concern the electropolishing technology of stainless steel which have been accumulated by the Company for a number of years. In particular, they include theoretical discussions and requirements of electrolytic polishing, distinctive differences in surface conditions / surface area / washing efficiency / dust raising property / corrosion resistance by each type of surface finish such as electropolishing and buffing, special remarks regarding installation of equipment, and, finally, measuring methods of surface roughness. We are fully determined to continue our efforts toward further development of electropolishing technology so as to ensure supply of excellent products.

目次 CONTENTS

- I. テンレス鋼の表面状態
Surface Conditions of Various Stainless Steels
- II. 電解研磨の理論
Electropolishing Theory
- III. 電解研磨の具備すべき条件
Electropolishing Prerequisites
- IV. 各種仕上による表面積
Surface Areas of Various Finishes
- V. 各種仕上による洗浄性
Washing Efficiency Among Various Finishes
- VI. 各種仕上による発塵性
Dust Raising Property by Various Finishes
- VII. 各種仕上による耐食性
Corrosion Resistance by Various Finishes
- VIII. 電解研磨を施す設備上の留意点
Special Remarks Concerning Equipment Used in Electropolishing
- IX. 表面粗さの測定
Measuring Surface Roughness

I 各種ステンレス鋼の表面状態

Surface Conditions of Various Stainless Steels

1. No 1 材の表面

No 1 材の立体表面写真を写真-1 に示す。

表面写真を写真-2 に示す。実線および点線は 表面の凹凸を示すもので、この例では中央付近のまっすぐな実線上の凹凸を示したものがプロフィールとして波状に描かれている。上下の点線はプロフィールの一番高い山と一番深い谷の高低差を示し、この例では $13.56\mu\text{m}$ であることが下段右の「DEPTH」に表示されている。

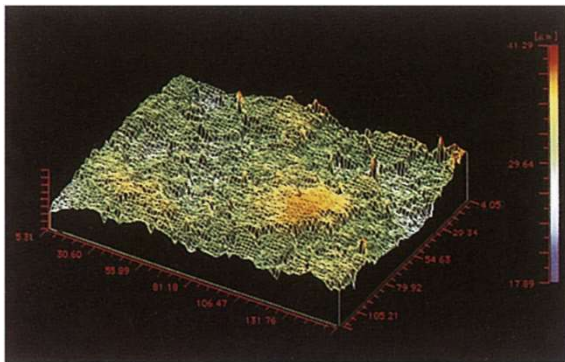
断面を写真-3 に示す。写真-2 と写真-3 の倍率は同一である。

1. Surface Conditions of No.1 Materials Photo

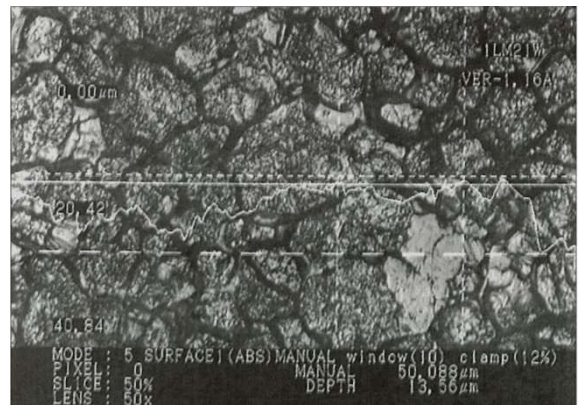
Photo-1 shows a surface stereography of No1 material.

Photo-2 shows its surface picture. The solid and dotted lines indicate surface roughness, where, in this case, unevenness on the straight solid line near the center is drawn in a wavy line as its profile. The upper and lower dotted lines indicate the vertical interval between the highest peak and the deepest dip of the profile. In this example, it is equal to $13.56\mu\text{m}$ as shown in the lower right "DEPTH" column. Photo-3 shows the cross section. Photos 2 and 3 were taken with the same magnification.

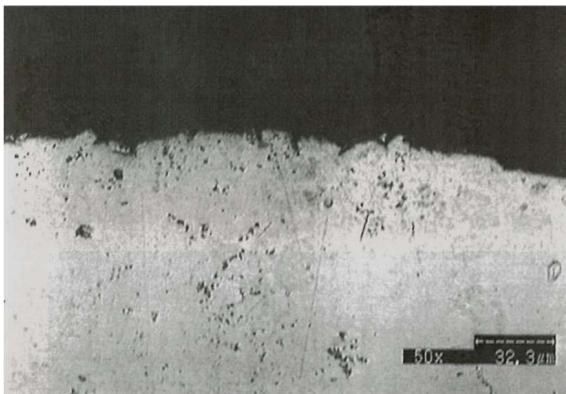
【写真-1 Photo-1】



【写真-2 Photo-2】



【写真-3 Photo-3】



2. 2 B材の表面

2 B材の立体表面写真を写真-4 に示す。

表面写真を写真-5 に示す。

写真-6から写真-9までは断面を示す。2 B材の表面には洗浄が困難なくぼみや、オーバーラップが見うけられる。これは2 B材の製法が最終熱処理後、表面に板厚が変わらない程度の軽いロールをかけ、酸洗で生じた凹凸をならす工程があり、このため押しつぶされた山が平らになるときにオーバーラップやくぼみが形成され则认为られる。

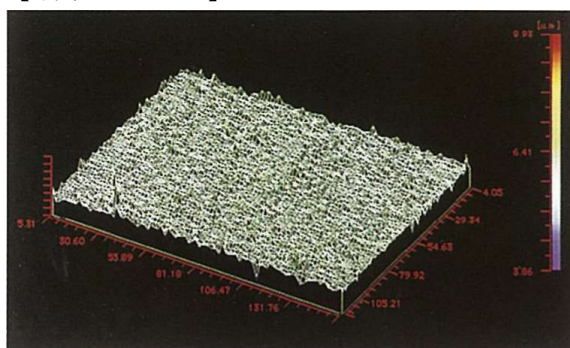
2. Surface Conditions of 2B Materials

Photo-4 shows a surface stereography of 2B material.

Photo-5 shows its surface picture.

Photos-6 to 9 show its cross sections. There are dents and over laps that hinder washing seen on the surface of 2B material. These over laps and dents are considered to be formed during a certain manufacturing process of 2B materials following the final heat treatment process, where surface unevenness created during pickling is leveled by being rolled lightly so as not to cause any change in plate thickness, but the high points, when thus flattened, are crushed into over laps and dents.

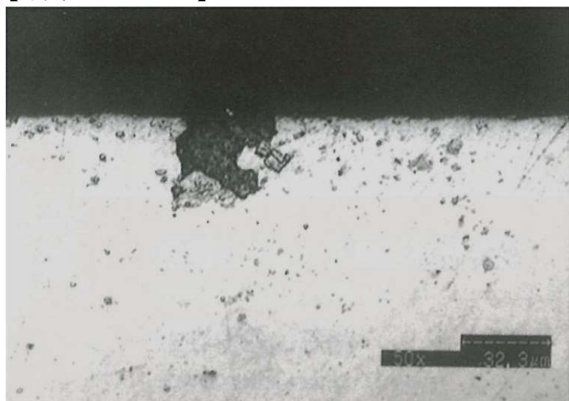
【写真-4 Photo-4】



【写真-5 Photo-5】



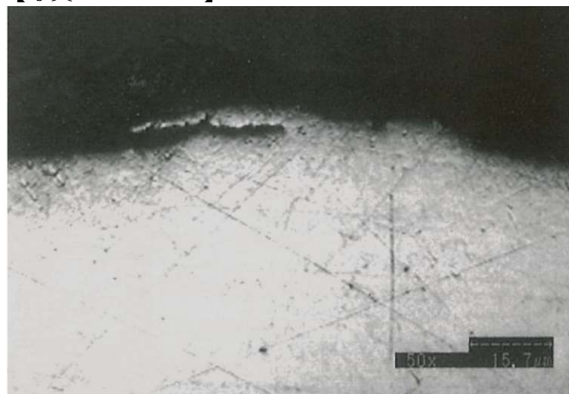
【写真-6 Photo-6】



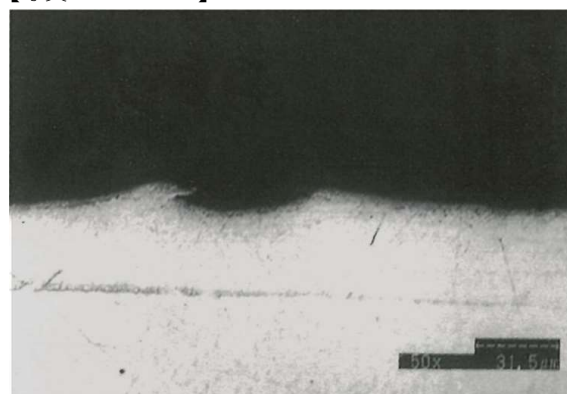
【写真-7 Photo-7】



【写真-8 Photo-8】



【写真-9 Photo-9】

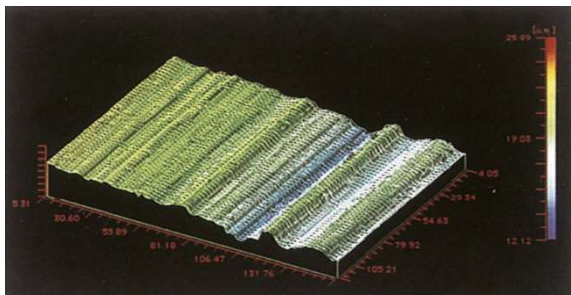


3. サニタリー材の表面 Surface Conditions of Sanitary Materials

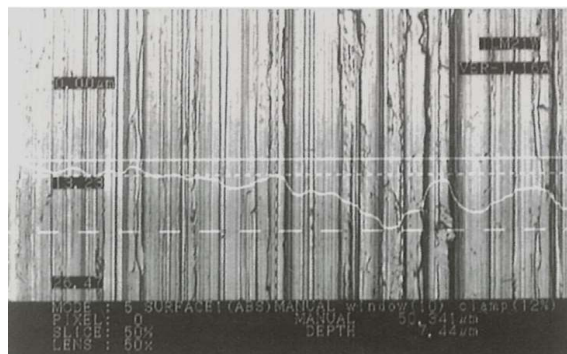
サニタリー管の立体表面写真を写真-10 に示す。
写真-11 は表面を示し、写真-12 写真-13 は断面を示す。

Photo-10 shows a surface stereography of a pipe for sanitary use.
Photo-11 shows the surface, while Photo-12 and 13 indicate the cross sections.

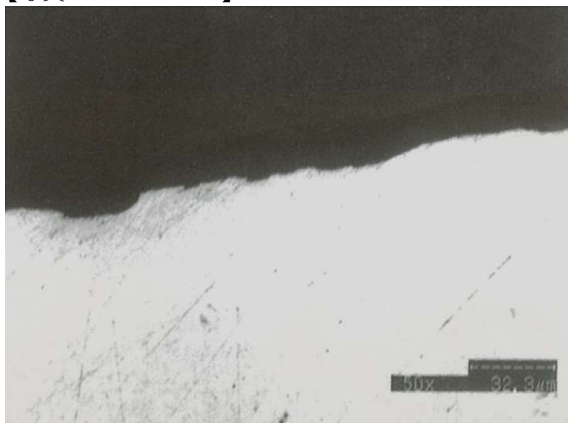
【写真-10 Photo-10】



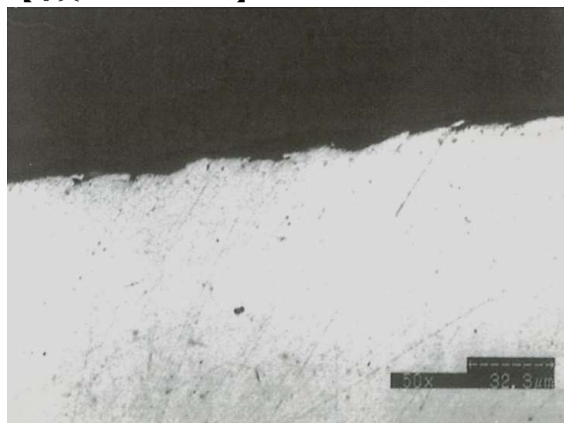
【写真-11 Photo-11】



【写真-12 Photo-12】



【写真-13 Photo-13】



4. 電解研磨材の表面 Surface Conditions of Electropolished Materials

電解研磨材の立体表面写真を写真-14 に示す。

表面写真を写真-15 に示す。このサンプルの場合、一番高い山と低い谷との高低差が $0.03\mu\text{m}$ であることを示しているが、実用的にはこれほどきれいではなく、大きくなだらかな凹凸で $0.5\sim 1.5\mu\text{m}$ の高低差がある。

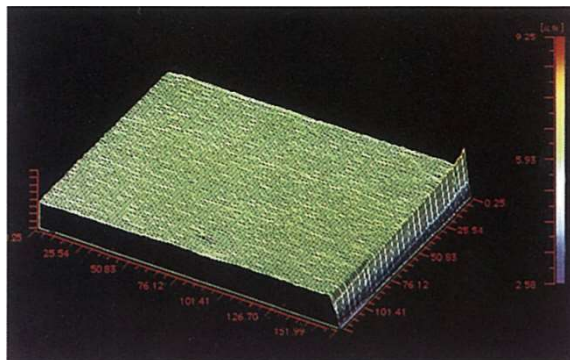
断面を写真-16 に示す。

Photo-14 shows a surface stereography of an electropolished material.

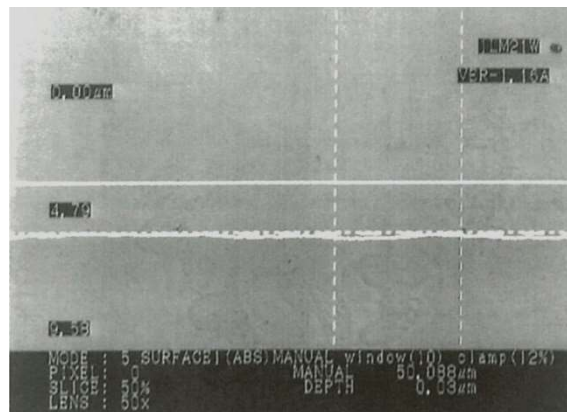
Photo-15 shows its surface picture. In this sample, the vertical interval between the highest peak and the deepest dip is equal to $0.03\mu\text{m}$. However in actual practice, a vertical interval as clear as this seldom appears, which is mostly larger in size and gentler, being equal to 0.5 to $1.5\mu\text{m}$.

Photo-16 shows the cross section.

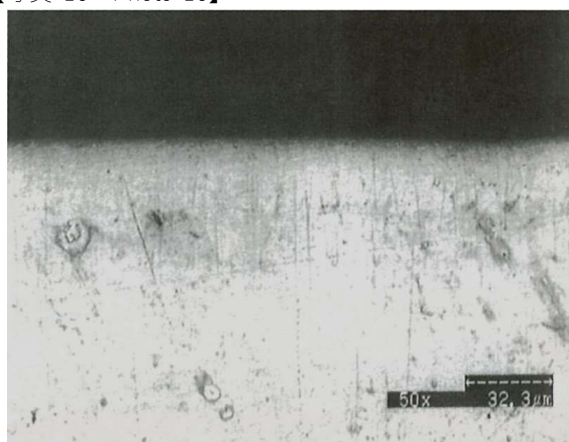
【写真-14 Photo-14】



【写真-15 Photo-15】



【写真-16 Photo-16】

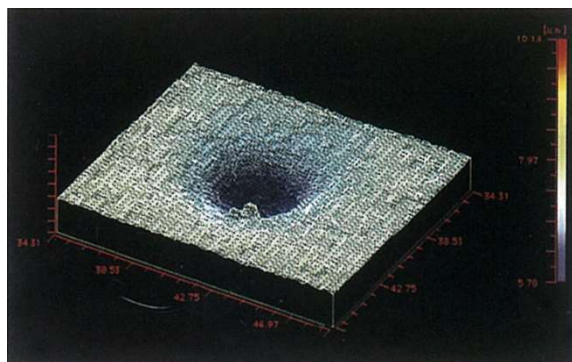


5. 丸棒の切断面を電解研磨した場合に見られる凹凸（梨地肌） Unevenness Seen on Cut Section of Round Bar Electropolished (Mat Finished Surface)

丸棒断面の電解研磨面の立体表面写真を写真-17 に示す。
表面写真を写真-18 に示す。黒い斑点はそのプロフィールから $2.29\mu\text{m}$ の凹みであることが分かる。
断面を写真-19 と写真-20 に示す。

Photo-17 shows a surface stereography of an electropolished surface of a round bar section.
Photo-18 shows its surface picture. The black spot, as being judged from the corresponding profile, is a dent of $2.29\mu\text{m}$ m.
Photos-19 and 20 show the cross sections.

【写真-17 Photo-17】



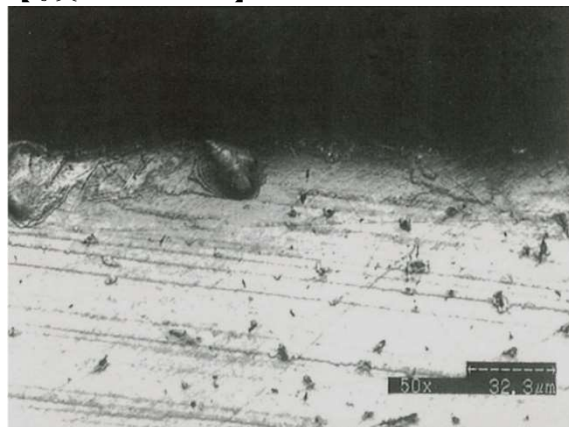
【写真-18 Photo-18】



【写真-19 Photo-19】



【写真-20 Photo-20】



II. 電解研磨の理論 Electropolishing Theory

およそ 70 年前に Spitalsky に与えられたドイツ特許の中に、金属表面の研磨に陽極溶解を用いる記録が初めて開示されている。その後 1935 年になって P.A. Jacquet がこの問題に関する詳細な論文をいくつか発表し、今日でも用いられている電解溶液を開発した。

Jacquet は、電解研磨の理論を次のように説明している。

被研磨面が電解研磨液の中で陽極になると、電解研磨液との反応によって表面に粘性のある初期酸化層ができる。被研磨面と初期酸化層との界面は、被研磨面の凹凸に沿っているが、初期酸化層と電解研磨液の界面はほぼ平面になる。このため初期酸化層の厚さは被研磨面の凹凸に逆比例して凸部が薄く、凹部が厚くなる。

このことを図-1 で説明すると、図中の距離 A と B の関係になる。初期酸化層の電気抵抗は、電解研磨液の抵抗に比べて 1 桁ぐらい大きいので、被研磨面からみると初期酸化層と電解研磨液の界面がほぼ等電位となり、陰極は $50,000\mu\text{m}$ 離れているにもかかわらずあたかも $10\mu\text{m}$ のところにあるのと等価になり、距離 A と B の関係が生じる。もちろん、電解電流は電気抵抗の少ない A の方が B に比べて距離に反比例して多く流れるので、A の部分が B に比べて早く溶解する。そのため平滑化の現象が生じる。

電解研磨が進行するにつれ、被研磨面には電解研磨によって生じた強固な酸化層（不動態被膜）ができるが、この酸化層の厚さは電解電流の量に比例するので凸部に厚く、凹部に薄く生成する。ところが、この酸化層の電気抵抗は金属に比べて非常に大きいので、電解研磨開始当初は距離 A、B が律速段階（注 1）となっていた電流値が、やがて電解によって生じた酸化層の厚さが律速となり、距離 A、B に関係なく平均的に電流が流れるようになり、この時点で電解研磨の平滑化作用がなくなる。以上のことを図で説明すると図-2 となる。

The first record concerning use of anodic dissolution for polishing metal surfaces is found in a German patent which was granted to Spitalsky nearly 70 years ago. After that, in 1935, P. A. Jacquet wrote several detailed articles on this issue, developing the electrolyte used to this day.

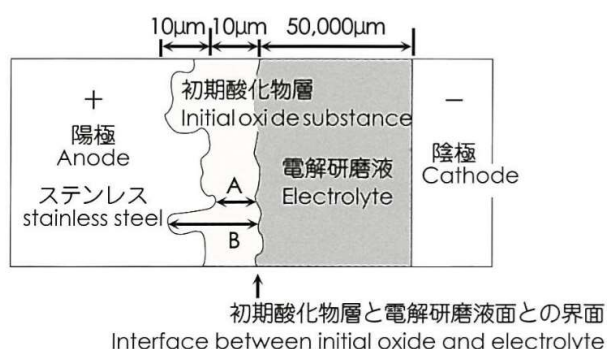
Jacquet explained his electropolishing theory as follows:

When a polished surface becomes an anode in electrolyte, it creates, through reacting to the electrolyte, an initial oxidizing zone with a viscous surface. While the interface formed between the polished surface and the initial oxidizing zone traces exactly the irregularities of the polished surface, the one formed between the initial oxidizing zone and the electrolyte becomes almost a flat surface. In other words, thickness of the initial oxidizing zone is in inverse proportion to unevenness of the polished surface, being thinner for convex parts and thicker for concave parts.

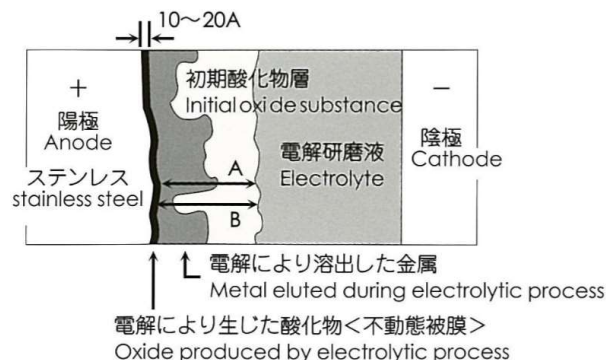
This relation is explained in Fig.-1 by distances A and B. As electrical resistance of the initial oxidizing zone is larger by almost a digit than that of electrolyte, the interface between the initial oxidizing zone and electrolyte, when viewed from the side of a polished surface, becomes equipotential. The cathode which is $50,000\mu\text{m}$ apart, therefore, shows the same equivalency as it were only $10\mu\text{m}$ apart, bearing the above-indicated A-B relationship. As volume of electrolytic current running in A, naturally, is larger than that in B where it is inversely proportional to the distance, the A part is dissolved faster than the B part. Leveling thus takes place.

In progress of electropolishing, a rigid oxide layer (passive state film) is formed on a polished surface through electropolishing. Thickness of this oxide layer, being in proportion to volume of electrolytic current, is larger in convex parts and smaller for concave parts. At the same time, however, this oxide layer is considerably larger in electrical resistance than metals. Therefore, the rate-determining step (note 1) for a current value at the beginning of electropolishing concerns distances A and B, which is eventually shifted to thickness of the oxide layer thus formed by electrolytic, causing an electric current evenly to flow irrespective of distances A and B and finally ceasing leveling of electropolishing. This process is explained in Fig.-2 below:

【図-1 Fig.-1】



【図-2 Fig.-2】



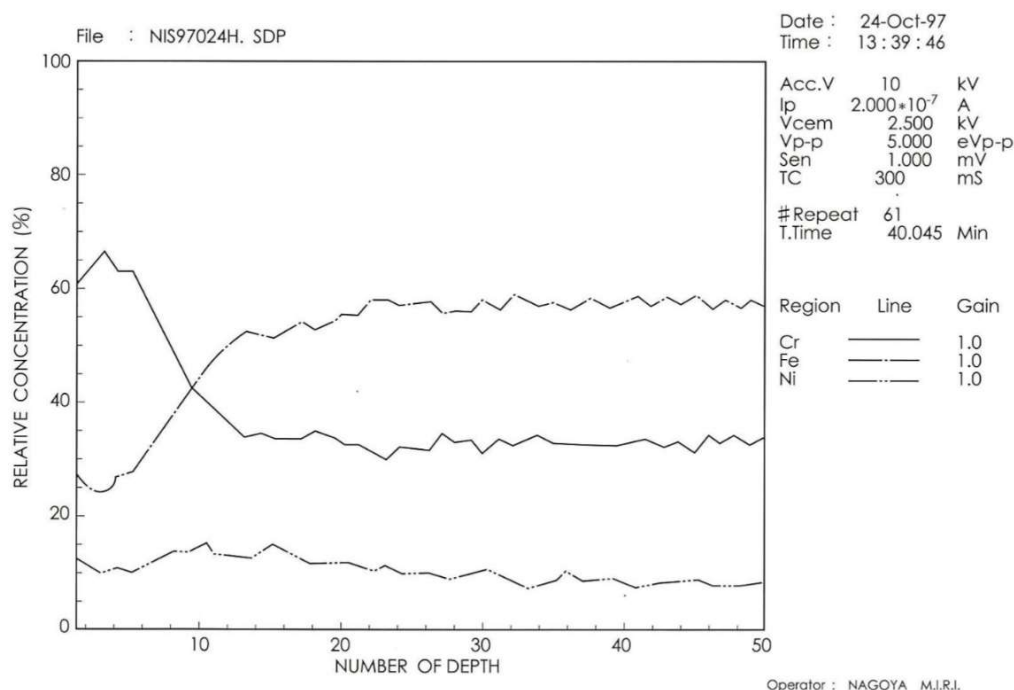
もうひとつ重要なことは、不動態被膜の質の問題である。前記のようにステンレス鋼を機械的に研磨すると不動態被膜も完全に取れてしまうため、通常は機械研磨後に硝酸浸漬法等で強制的に酸化させて不動態被膜を形成させる。この場合の酸化はステンレスと硝酸の確率的接触による酸化にすぎない。電解研磨の最終工程では、電解電流は不動態被膜の厚さが律速になるので、もし不動態被膜の薄いところや未形成の部分があると、優先的に電流が流れ、非常に緻密で平均した不動態被膜が形成される。

さらに重要なことは、電解研磨による不動態被膜の元素分析を行うとクロムの濃度が60%、鉄の濃度が30%ぐらいとなっている。通常のSUS316ステンレスは、クロムの含有が18%程度なので、クロムが大幅に豊富な表面が形成され、それだけ耐食性が優れているといえる。図-3にSUS316L材での電解研磨面の元素分析結果の一例を示す。

Another important factor concerns quality of a passive state film. As a passive state film is completely removed through mechanical polishing of stainless steel mentioned above, it is, therefore, usually formed after mechanical polishing by forced oxidation through use of the nitric acid dip method. Oxidation in this case is nothing but a product of random contact of stainless steel and nitric acid. As thickness of a passive state film acts as the rate-determining step for electrolytic current in the final stage of electropolishing, current flow becomes larger where the film remains thin or unformed, thus building a very dense and uniform passive state film.

It should be further noted that elemental analyses had revealed concentrations of chromium and iron as being 60% and 30% respectively. Comparing with ordinary SUS316 stainless steel whose chromium content is about 18%, the surface thus formed is far higher in chromium content and is outstanding in corrosion resistance. Fig.-3 shows an example of elemental analysis results for electropolished surfaces using SUS316L material.

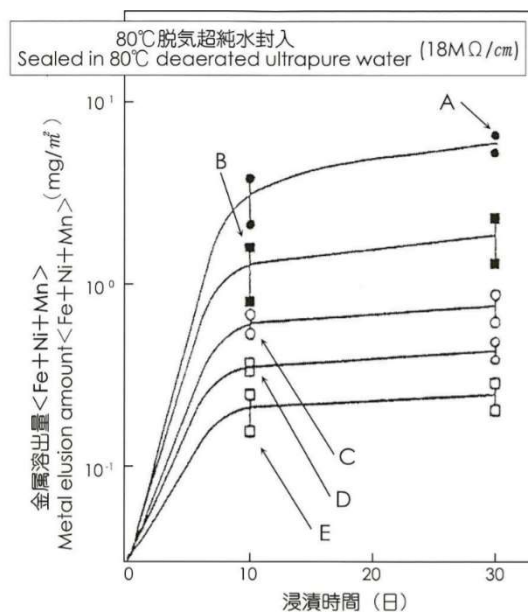
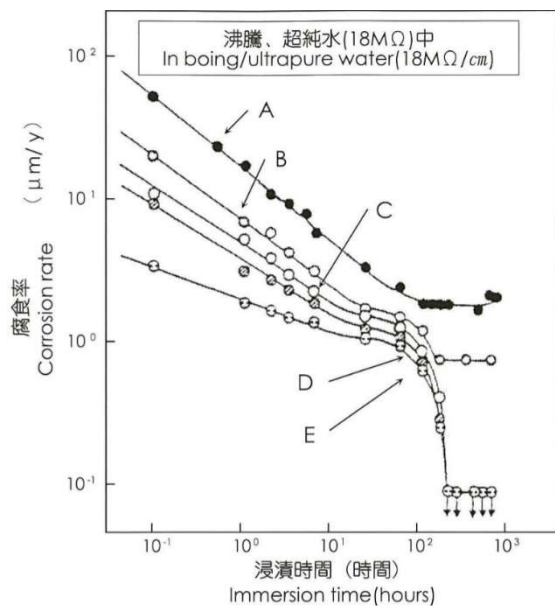
【図-3 Fig.-3】



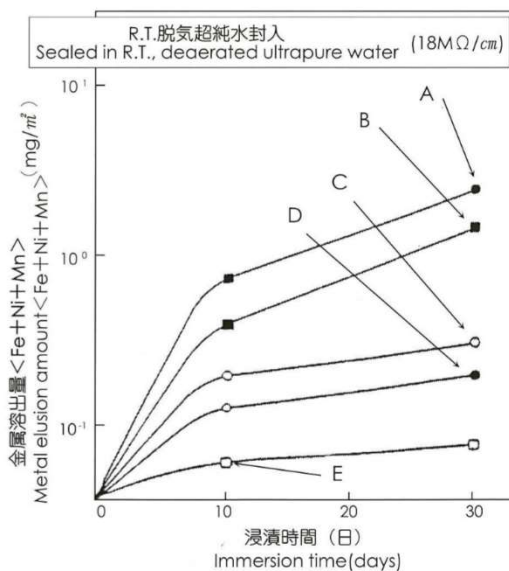
すでに説明したとおり、電解研磨によって生じる不動態被膜は他の方法に比べて緻密でクロムが豊富な独特の膜として生成する。沸騰超純水中で腐食率を測定した結果を図-4に示す。機械研磨では年間約1.2μmの腐食が起こるが、電解研磨では年間約0.1μm以下で、分極抵抗法による腐食率測定では検出限界以下になる。なお、室温80°Cの超純水中における金属イオン溶出量の測定結果を図-5と図-6に示す。

As it has been explained before, a passive state film produced by electropolishing is characterized by its denseness and high chromium content. Fig.-4 shows corrosion rates measured in boiling ultrapure water. While mechanical polishing brings about annual corrosion of approximately 1.2μm, electropolishing produces annual corrosion of not greater than 0.1μm which is below the detection limit in corrosion rate measurement by the polarization resistance method. Fig.-5 and 6 show measurement results of metal ion amounts eluted into ultrapure water at room temperature of 80°C

【図-4 Fig.-4】 【図-5 Fig.-5】



【図-6 Fig.-6】



凡例 Introductory

- A 機械研磨(# 600) Mechanical polish(# 600)
- B 光輝焼鈍 Bright annealing
- C 電解研磨 Electropolishing
- D 電解研磨 + 硝酸浸漬
Electropolishing + Immersion in nitric acid
- E 電解研磨 + 加熱酸化
Electropolishing + Heat oxidation

参考文献 Reference data

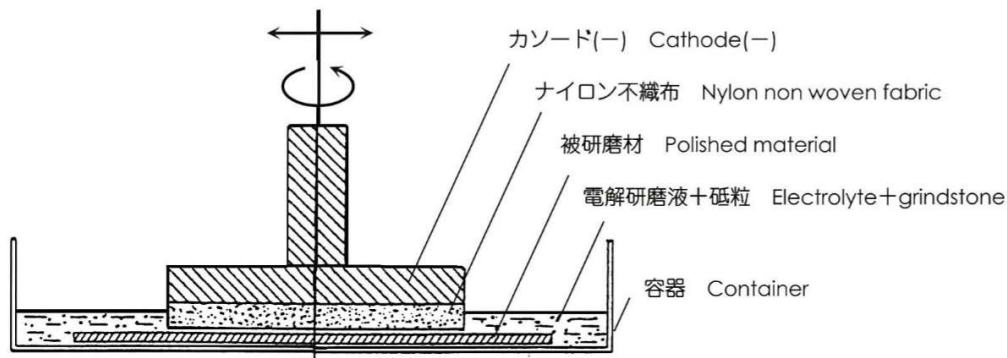
半導体基礎技術研究所発行
「電解研磨ステンレス鋼管」
Semiconductor Basic Technology Workshop
"ELECTROPOLISHED STAINLESS STEEL PIPES"

このように電解研磨による平滑化には限界があり、通常、電解研磨前の粗さの 1/2 から 1/3 ぐらいまで平滑化したところで、平滑化作用が失われるようである。

したがって、非常に平滑な面を要求する場合は、それなりの平滑度まで機械的に研磨する必要がある。この欠点を補う方法として、電解複合研磨法があり、その概念図を図-7 に示す。

Leveling by electropolishing, thus, has its limit, which is usually lost as the original roughness of pre-polished state has been reduced to 1/2 ~ 1/3. When a very smooth surface is required, therefore, it is necessary to use mechanical polishing until certain smoothness is obtained. Combined electropolishing method has been developed to supplement this disadvantage, whose conceptual diagram is shown in Fig.-7.

【図-7 Fig.-7】



これは電解研磨液に砥粒を混入して電解研磨を行いながら同時に機械的にも研磨することで、電解研磨で生成した不動態被膜を常に取り除きながら電解研磨を施す方法である。こうすると電解電流は常に被研磨面の凹凸により生じる距離の差（図-2のA、Bに相当）が律速になるので、通常の電解研磨がもつ平滑化の限界を完全に超えることができる。しかし、不動態被膜を完全に取り除くため、改めて不動態化処理をしない限り耐食性は極端に低下する。

This method is characterized by abrasive grains being mixed in electrolyte which enable mechanical polishing simultaneously with electropolishing, thus constantly removing passive state films in the course of electropolishing. Therefore, the difference in distance produced by irregularities of a polished face (A / B of Fig.-2) can constantly remain as the rate-determining step for electrolytic current by completely exceeding the leveling limit of the ordinary electropolishing. It is however true that, unless passivation treatment is once again performed in this stage to completely remove the passive state film, corrosion resistance decreases sharply.

III. 電解研磨の具備すべき条件 Electropolishing Prerequisites

1. 電解研磨に関する書類は、少なくとも以下の項目について記載され、管理されていなければならない。
Documents concerning electropolishing should, at least, include and control the following items

a 電解研磨の目的

目的によって電解研磨の条件が異なる。例えば、表面粗さを小さくすることが目的なのか、耐食性の向上が目的なのかで電解研磨の前処理や電解研磨条件が異なる。

見た目がきれいでも表面粗さが小さい仕上げを望むならばバフ仕上げを十分に行い、ほんの少し電解研磨をかけるのが最適な電解研磨方法である。換言すれば十分な電解研磨がされていないので平滑化、異物の発生防止、耐食性の向上、洗浄性の向上については期待できない。

一方、機械研磨を条痕ができない#400程度にとどめ、電解研磨を十分にかけて耐食性や無菌性の保証性能を高め、見た目や表面粗さはそれほど気にしない考え方が一般化している。

欧米ではすでにこの二つの目的が完全に使い分けられて、例えば注射用水（WFI : Water For Injection）用タンクの機械研磨は固定砥粒によっている。

b 客先の特定

客先名、客先工事名称、物品名称、図面番号等の記録

c 電解研磨引受会社の特定

会社名、工場所在地、電話番号等の記録

d 責任体制

引受会社の会社組織図、工場内組織図、各工程ごとの責任者名

e 電解研磨設備の各設備仕様書および構造図

f 各物品ごとの電解研磨施行計画書および計算書

g 各物品ごとの電解研磨施行結果報告書および施行計画書との差異および施行結果が電解研磨の目的に合致していることを科学的に検証するために十分な技術的データ

h 検査報告書

電解研磨の前工程から電解研磨、121℃クリンスチーム洗浄および最終検査までの各工程ごとの検査結果で、最終検査では溶接線を含む粗さ試験結果、3倍以上のルーペによるピンホール検査結果、ホワイトグローブテスト結果および121℃クリンスチーム洗浄時のフィルターの汚れ観察結果を記載することが望ましい。

a Objectives of Electropolishing

Electropolishing conditions differ by intended purposes. For example, pretreatment and other conditions of electropolishing vary when it is practiced to reduce surface roughness and when it is used to improve corrosion resistance.

If you wish finishing with least surface roughness and beautiful appearance, the best electropolishing method recommended should include enough buffing and just a little electropolishing. In other words, because of insufficient electropolishing, you cannot expect, under this method, to attain leveling, to prevent occurrence of foreign substances, to increase corrosion resistance, or to improve washing efficiency.

On the other hand, a method has been widely adopted in which mechanical polish is used only up to a level of #400 enough to erase linear marks and, then, sufficient amount of electropolishing is applied to improve proof properties for corrosion resistance and sterility.

In Western countries, these two objectives are completely differentiated. For example, use of fixed abrasive grains is specified for mechanical polish of tanks for (WFI : Water For Injection)

b Customer Identification

Records including company names, customers' work names, item names, drawing numbers, etc.

c Electropolishing Subcontractor Identification Records including company names, factory addresses, telephone numbers, etc.

d Accountability

Organization charts of subcontractors/factories and names of persons in charge of each process

e Specifications and construction plans of electropolishing equipment

f Work schedules and calculation sheets by item subject to electropolishing

g Reports concerning results of electropolishing by item, and adequate technical data to scientifically verify variances with work schedules as well as conformity of the work results to the intended objective of electropolishing

h Inspection Reports

Inspection results by process covering preparatory process of electropolishing, actual practice, clean steam washing at 121°C, and final inspection process. The final inspection report should preferably include results of roughness tests of weld seams, etc., results of pinhole inspection through use of three fold magnification loupes, white glove test results, and filter contamination observation results from clean steam washing at 121°C.

2. 電解研磨液の管理 Control of Electrolyte

電解研磨液の管理は記録として社内に保管する必要がある。

ステンレスの電解研磨液は、一般的にリン酸を主体とする混酸が用いられる。この種の電解研磨液はステンレス中の鉄が優先的に溶出するため、電解研磨液中に鉄分が濃縮する。鉄濃度が一定の割合を超えると電解研磨時にステンレス表面に鉄成分が汚れとして残留し、タンクなどの極端に流速が遅い物品では蒸気滅菌作用によってルージュー発生の原因となる。

Control logs of electrolyte should be maintained as internal records.

Electrolyte for stainless steel is, in general, made of mixed acid which mainly consists of. Phosphoric acid. Electrolyte of this kind acts to first elute iron in stainless steel, causing increased iron concentration in the electrolyte. If iron concentration exceeds a certain rate, iron element remains on the surface as contamination in electropolishing, causing rouge occurrence by wet sterilization effect especially for items with very slow flow rate such as tanks.

3. 電解研磨の各種条件 Various Electropolishing Conditions

リン酸主体の電解研磨液中に常温で被電解研磨物を浸し、わずかでも電流を流せば確かに電解作用が起こっている。しかし、このような電解を電解研磨と呼ぶわけにはいかない。なぜならば十分な電解研磨によって生じた強固な不動態被膜こそが、他に類を見ない耐食性や難付着性、極限までの油分除去、パーティクル低減などが実現するからである。

本来の電解研磨の目的を達成するためには、最低限必要な電解研磨条件下で電解研磨した物を電解研磨品と呼ぶべきである。

Electrolytic action, if only very small, takes place whenever an electropolished object is immersed in electrolyte mainly composed of phosphoric acid and even a small quantity of current is supplied. Electrolytic like this, however, cannot be referred to as electropolishing. This is because only a rigid passive state film formed through adequate electropolishing can realize outstanding corrosion resistance, less adhesiveness, the maximum degree of oil elimination, reduction in the number of particles, etc.

Only those that have been electropolished, at least, under the required minimum electropolishing conditions should be called electropolished goods.

a 温度 (Temperature)

電解研磨作用が起きている表面温度 (60°Cから 90°C) で、温度が低くすぎると電解研磨の光沢が出ず、白っぽい仕上がりとなり、表面粗さも改善されないし、耐食性も向上しない。一方、温度が高すぎるとステンレスの表面が着色する。

Too low surface temperature subject to electropolishing (as compared with the standard range of 60°C~90°C) fails to attain adequate gloss, resulting in whitish finish where no improvement are seen in surface roughness or corrosion resistance. On the other hand, too high temperature causes staining on stainless steel.

b 電流密度 (Current Density)

電解研磨は 0.3A から 0.8A/cm² の範囲で施行すべきであり、例外的に 0.15A/cm² まで認められるが、一般的に電流密度が低くなるとステンレス自体の製造履歴 (非金属介在物の影響、熱履歴、圧延履歴等) が電解研磨律速になり、ピッチング等が発生する傾向にある。また、0.15A/cm² 以下では、電解研磨の光沢が得られず白っぽい仕上がりとなり、表面粗さも改善されない。

Electropolishing should be performed within a range of 0.3A~0.8A/cm² with occasional exceptions of use up to 0.15A/cm². In general, the lower current density is, the more work history elements (influences of non-metallic inclusions, heat history, rolling history, etc.) of stainless steel itself are involved in electropolishing rate-determining, causing occurrence of pitching, etc.

Further, current density, if it is below 0.15A/cm², results in whitish finish without electropolish gloss and no improvement in surface roughness.

c 電解量 (Electrolytic Volume)

加工変質層が存在する可能性がある深さまですべて取り除くことが望ましい。具体的な数値は 25 μm から 75 μm までぐらいである。

It is desirable that removal should extend to a depth where a work hardened surface layer might exist. The depth, specifically speaking, is between 25 μm to 75 μm.

d 電圧 (Voltage)

できるだけ低い電圧で施行することが望ましい。電圧が高くなるのは、どこかに電流の流れにくい部分があるため、電解研磨液の温度が低く過ぎたり、電解研磨液中の気泡が抜けにくい場合や電解研磨が均一にならないことが想定される。

Use of the lowest possible voltage is recommended. Voltage increase can indicate that current flow is blocked at some part, where too low temperature of electrolyte, bubbles caught in electrolyte, or uneven electropolishing is suspected.

IV. 各種仕上による表面積 Surface Areas of Various Finishes

表面積は当然のことながら凹凸が激しければ理論的表面積に比べて実際の表面積が大きくなる。その差がどのくらいのものか興味があるが、今回は BET 吸着等温式（注 2）でクリプトンガスを利用して電解研磨面、#320 バフ、2 B 材の実表面積を測定し、比較した。その結果を表-1 に示す。

With severe irregularities, actual surface area naturally becomes larger than the theoretical surface area. To investigate this difference, we have conducted comparative measurements, of electropolished/#320 buff finished surfaces and actual surface area of 2B material through using BET adsorption isotherm (note 2) and Kr (Krypton gas). The results are shown in Table 1 below:

【表-1 Table-1】

サンプ Sample	幾何学的表面積 Geometric surface area (cm ²)	実 表 面 積 Actual surface area (cm ²)	表 面 積 比 Surface area ratio
電解研磨 Electropolishing	15.6	15.6	1 : 1
# 320 バフ #320 buffing	15.6	20.7	1 : 1.32
2 B 材 2B material	15.6	32.8	1 : 2.10

(この実験結果は、国際標準試料を測定し、誤差 6 % 以内で一致しており、繰り返し再現性は+0.2%、n=4 である)
(The above experimental results were obtained through measurement of international standard samples within errors of 6% and with repeated reproducibility of +0.2% /n=4).

V. 各種仕上による洗浄性

Differences in Washing Efficiency Among Various Finishes

1985 年、Jorge Villafrance と Eva Monroy Zambrano がステンレス表面の洗浄性に関する論文を発表した。

この中で、同じ大きさのサンプルを同じ方法で放射性同位元素 P^{32} を含むバクテリアで汚染し、これを同じ方法で洗浄したときの残留放射能を計測し、洗浄性の優劣を比較している。その結果を表-2 で示した。

表-1 と表-2 を同列で比較することはできないが、傾向として非常に興味ある結果を示している。すなわち、2 B 材だけが特異的に表面積比も残留放射能比も大きく、サニタリーに比べて一見つややかに見える 2 B 材は実表面積も大きく、洗浄性も悪い結果を示しており、医薬品の製造プロセスや発酵を伴うプロセスには不向きである。

パイプにも 2 B 材と同様の方法で製造されたものがあり、板材と同じくパイプ内面は見た目につややかでも洗浄性が悪いパイプが市販されているので注意すべきである。

Jorge Villafrance and Eva Monroy Zambrano, in 1985, published a paper concerning washing efficiency of surfaces of stainless steel.

In the paper, samples identical in size were first contaminated in the same manner with bacteria containing radioisotope P^{32} . After they were washed in the same manner, residual radioactivity was measured so that washing efficiencies were compared. The results are shown in Table 2 below:

Although the two tables, Tables 1 and 2, cannot be compared on the same level, quite an interesting tendency is indicated here. In other words, 2B material alone shows outstandingly large results both in surface area ratio and residual radioactivity ratio. The 2B material, although it appears more lustrous at a glance when compared with the sanitary sample, is large in actual surface area and low in washing efficiency, which is therefore unfit for manufacturing processes of pharmaceuticals and other processes accompanying fermentation.

Carefully avoid pipes which are manufactured and commercially available in the same way as 2B material, as they are also low in washing efficiency despite of its lustrous appearance of the inner faces.

【表-2 Table-2】

サンプル Sample	表面粗さ Surface roughness Ro (μm)	残留放射能 Residual radioactivity (cpm)	残留放射能比 Residual radioactivity ratio
鏡面仕上 Mirror finish	0.01~0.03	71	1 : 1
電解研磨日 Electropolishing	0.18~0.22	72	1 : 1
サニタリー Sanitary	0.20~0.30	124	1 : 1.7
2 B 材 2B material	0.20~0.50	611	1 : 8.5

VI. 各種仕上による発塵性 Dust Raising Property by Various Finished

サンプルとしてイソプロピルアルコール約 500ml を容量 1,000ml のメスシリンダーに入れ、超音波洗浄槽（槽の大きさは幅 25cm、長さ 31cm、深さ 15cm）に入れて超音波（出力 400W、周波数 28KHz）を照射し、イソプロピルアルコール中の粒子数を測定した。

測定方法は、超音波の照射時間は 1 回 10 分とし、孔径 0.6 μm 、直径 25mm のポリカーボネート製のメンブランフィルター（注 3）でろ過し、染色せずに透過光で顕鏡した。なお、粒子数の測定は顕微鏡を用いる直接顕鏡法で行い、粒径 5 μm 以上は倍率 600、粒径 10 μm 以上は倍率 300、粒径 50 μm 以上は倍率 150 で観察、計測した。この結果を表-3 に示す。

As an example, isopropyl alcohol of about 500ml is placed in a 1,000ml measuring cylinder, which is then put into an ultrasonic cleansing apparatus (of size W25cm X L31cm X D15cm). After application of supersonic waves (output 400W / frequency 28KHz), the number of particles in isopropyl alcohol was subject to counting.

Time exposed to supersonic waves was 10 minutes each time and isopropyl alcohol was passed through a polycarbonate membrane filter with pore size of 0.6 μm and diameter of 25mm (note 3), which was then subject to microscopic observation without staining. Particles were counted by direct microscopic examination method and those with particle size of 5 μm or above, 10 μm or above, and 50 μm or above were observed and counted through use of magnifications of 600, 300, and 150 respectively. The results are shown in Table 3 below:

【表-3 Table-3】

		電解研磨 Electropolishing	サニタリー Sanitary	2 B 材 2B material
1 回目 1st time	5 μm 以上 5 μm or above	14,600	99,600	150,000
	10 μm 以上 10 μm or above	4,800	18,800	35,600
	50 μm 以上 50 μm or above	400	110	760
2 回目 2nd time	5 μm 以上 5 μm or above	970	89,700	27,000
	10 μm 以上 10 μm or above	220	14,800	6,200
	50 μm 以上 50 μm or above	10	140	260

また、フィルターに捕集した粒子を写真-21 から写真-38 に示した。

Further, Photos 21 to 38 show particles thus collected on the filter.

【写真-21 Photo-21】

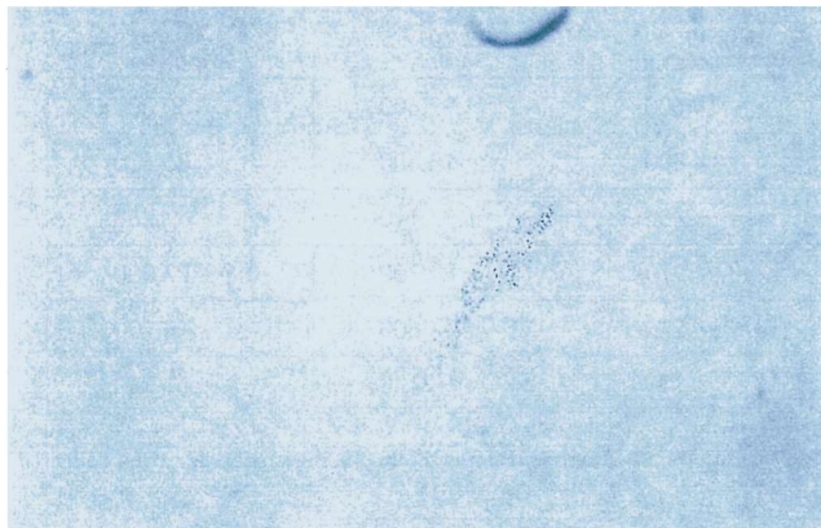


電解研磨
1回目 $> 5 \mu\text{m}$

Electropolishing
1st time $> 5 \mu\text{m}$

×350

【写真-22 Photo-22】



電解研磨
1回目 $> 10 \mu\text{m}$

Electropolishing
1st time $> 10 \mu\text{m}$

×350

【写真-23 Photo-23】

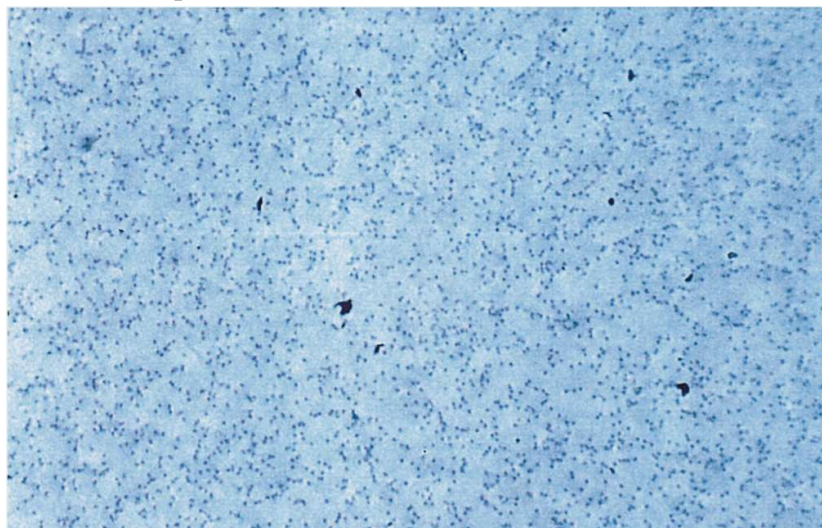


電解研磨
1回目 $> 50 \mu\text{m}$

Electropolishing
1st time $> 50 \mu\text{m}$

×350

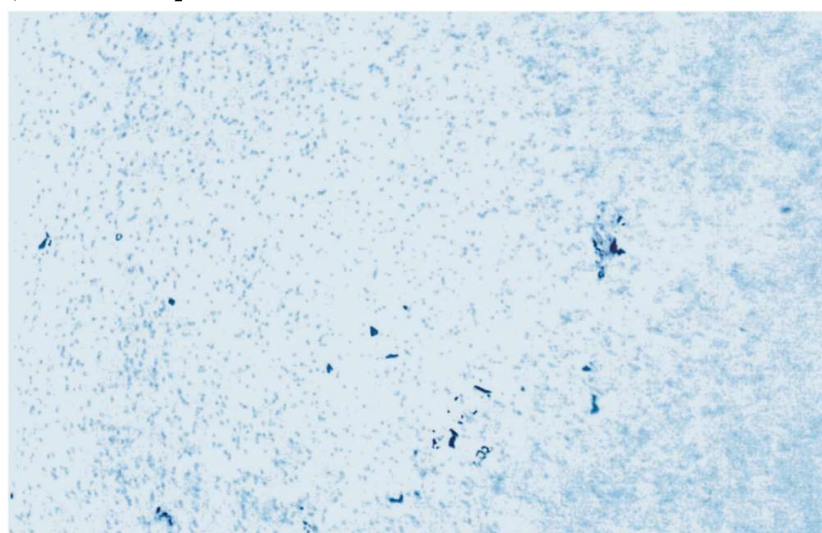
【写真-24 Photo-24】



電解研磨
2回目 $> 5 \mu\text{m}$
Electropolishing
2nd time $> 5 \mu\text{m}$

×875

【写真-25 Photo-25】



電解研磨
2回目 $> 10 \mu\text{m}$
Electropolishing
2nd time $> 10 \mu\text{m}$

×875

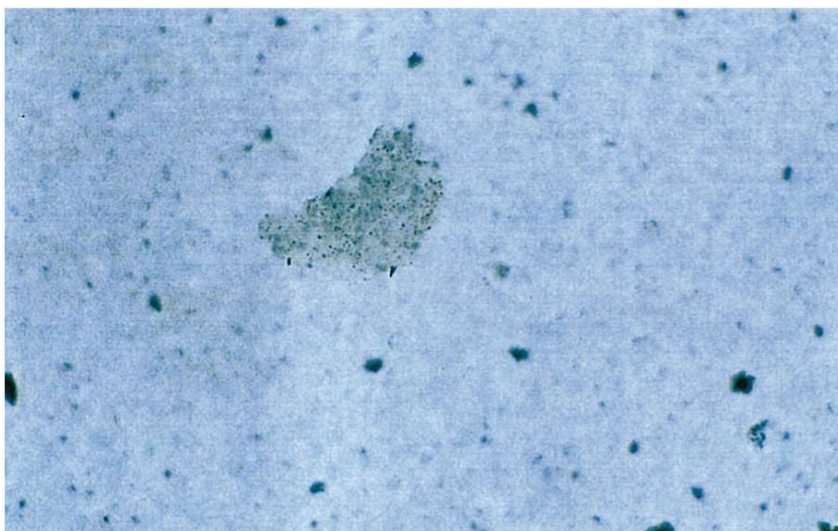
【写真-26 Photo-26】



電解研磨
2回目 $> 50 \mu\text{m}$
Electropolishing
2nd time $> 50 \mu\text{m}$

×875

【写真-27 Photo-27】

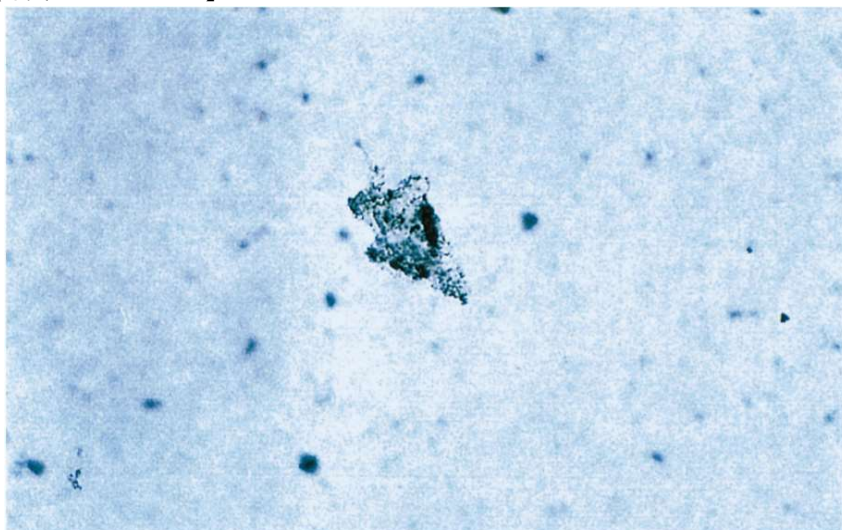


サニタリー
1回目 $> 5 \mu\text{m}$

Sanitary
1st time $> 5 \mu\text{m}$

×350

【写真-28 Photo-28】

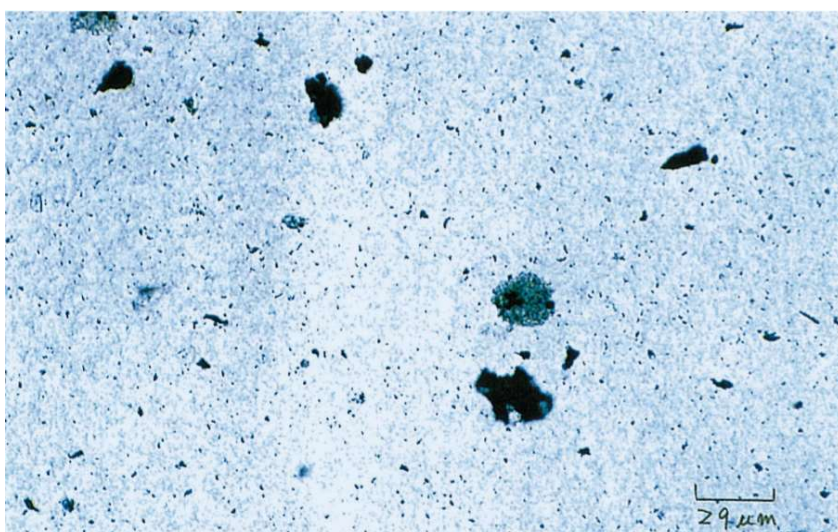


サニタリー
1回目 $> 10 \mu\text{m}$

Sanitary
1st time $> 10 \mu\text{m}$

×350

【写真-29 Photo-29】



サニタリー
1回目 $> 50 \mu\text{m}$

Sanitary
1st time $> 50 \mu\text{m}$

×350

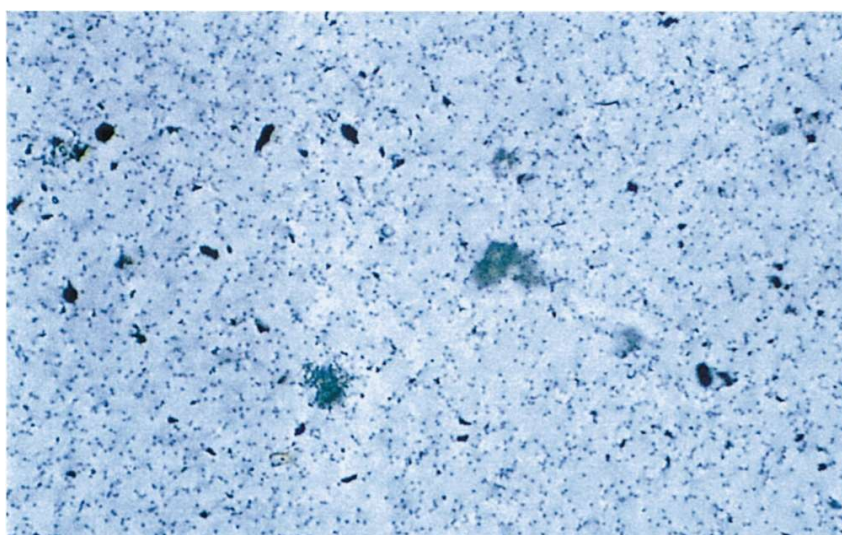
【写真-30 Photo-30】



サニタリー
2回目 $> 5 \mu\text{m}$

Sanitary
2nd time $> 5 \mu\text{m}$

×875

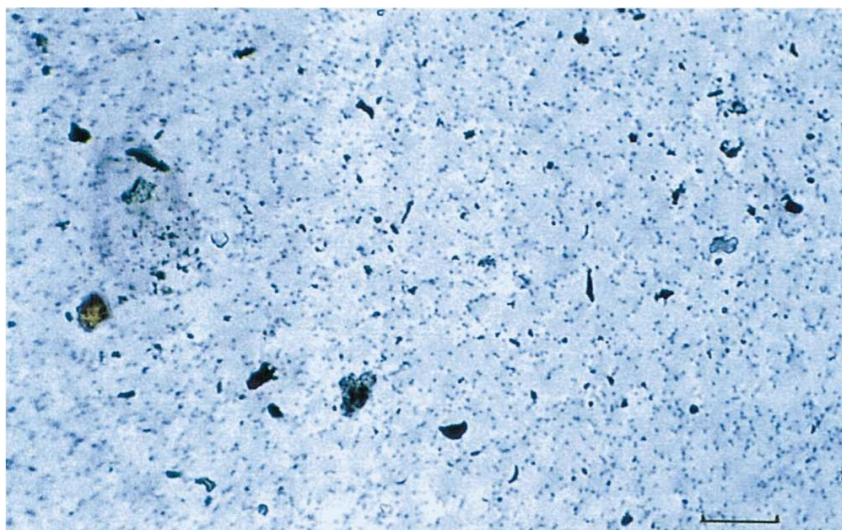


サニタリー
2回目 $> 10 \mu\text{m}$

Sanitary
2nd time $> 10 \mu\text{m}$

×875

【写真-32 Photo-32】

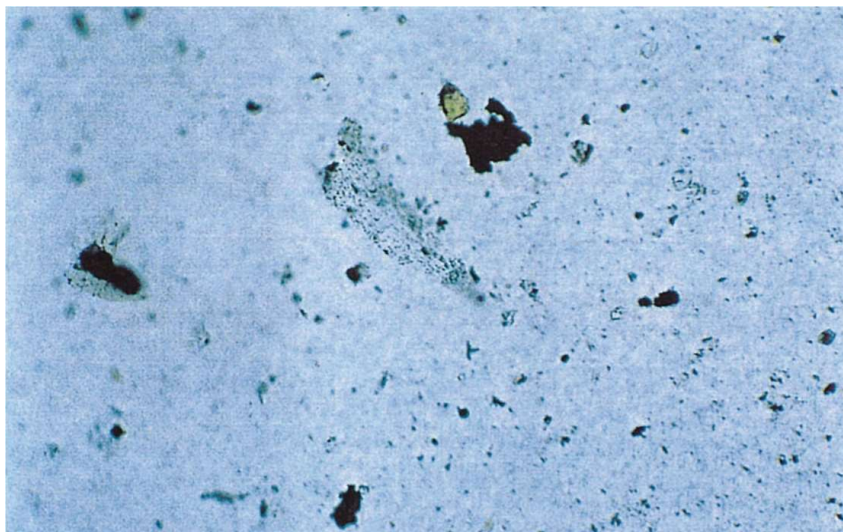


サニタリー
2回目 $> 50 \mu\text{m}$

Sanitary
2nd time $> 50 \mu\text{m}$

×875

【写真-33 Photo-33】

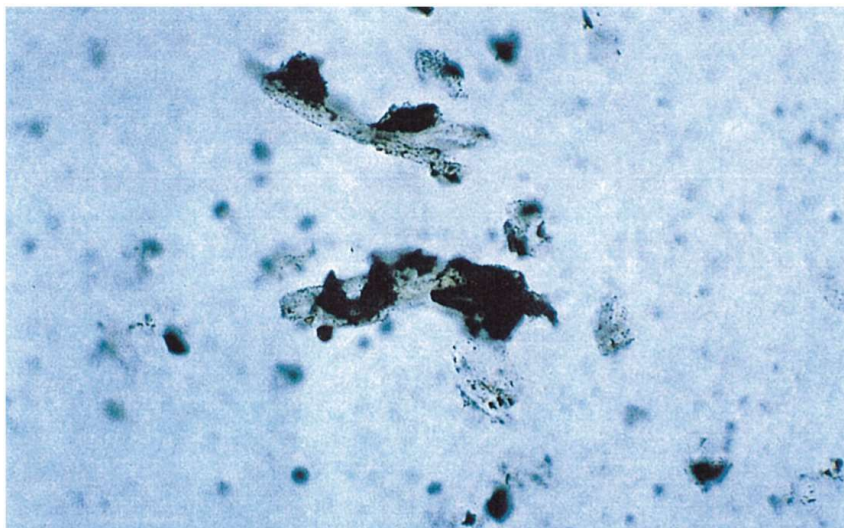


2 B材
1回目 $> 5 \mu\text{m}$

2B material
1st time $> 5 \mu\text{m}$

×350

【写真 34 Photo-34】

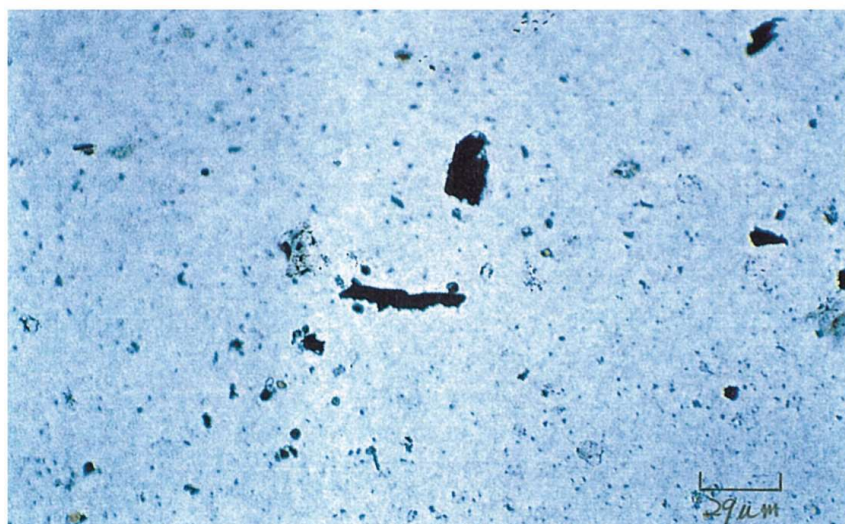


2 B材
1回目 $> 10 \mu\text{m}$

2B material
1st time $> 10 \mu\text{m}$

×350

【写真-35 Photo-35】

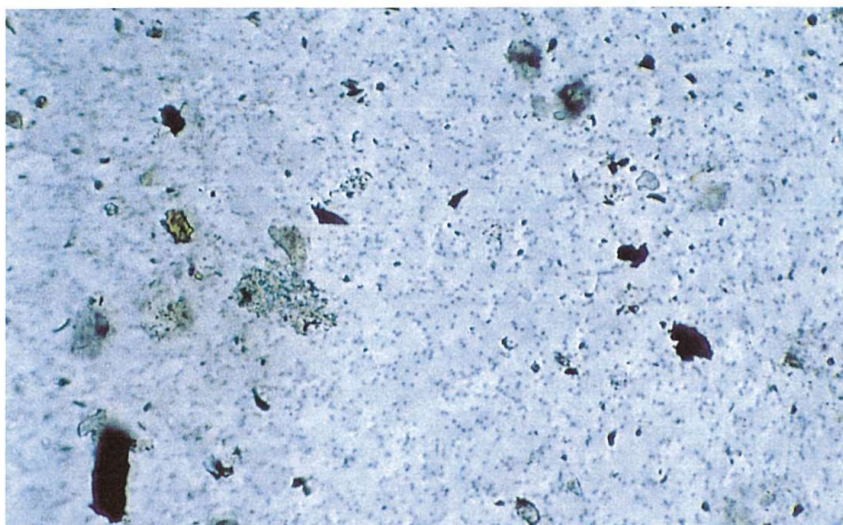


2 B材
1回目 $> 50 \mu\text{m}$

2B material
1st time $> 50 \mu\text{m}$

×350

【写真-36 Photo-36】

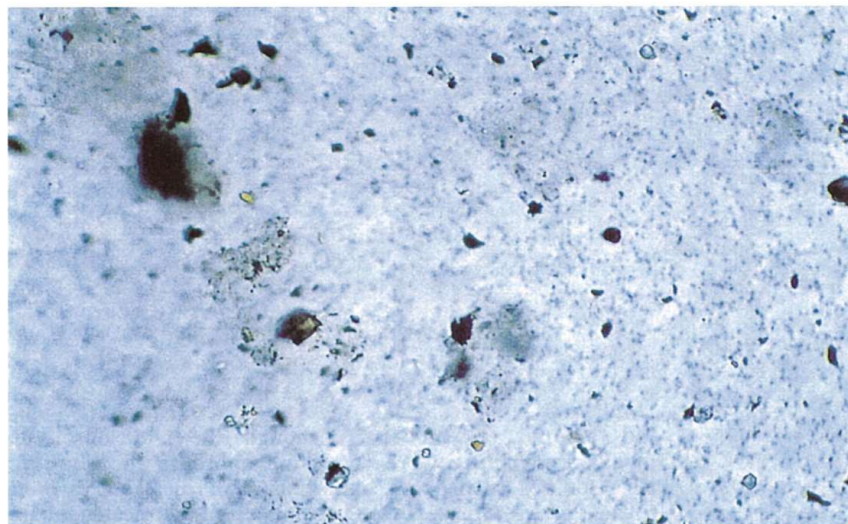


2 B材
2回目 $> 5 \mu\text{m}$

2B material
2nd time $> 5 \mu\text{m}$

$\times 875$

【写真 37 Photo-37】

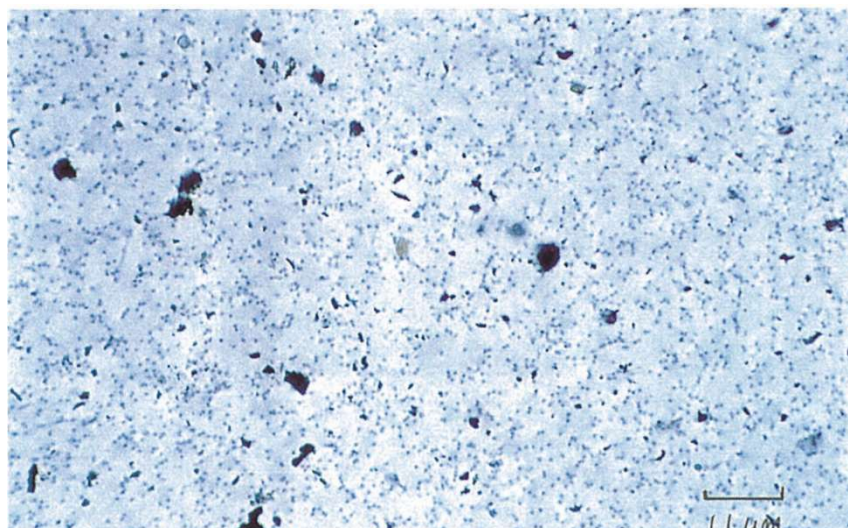


2 B材
2回目 $> 10 \mu\text{m}$

2B material
2nd time $> 10 \mu\text{m}$

$\times 875$

【写真-38 Photo-38】



2 B材
2回目 $> 50 \mu\text{m}$

2B material
2nd time $> 50 \mu\text{m}$

$\times 875$

VII. 各種仕上による耐食性 Corrosion Resistance by Various Finishes

1. 121°Cピュアスチーム暴露試験 121° C Pure Steam Exposure Test

医薬品の製造プラントに使われるステンレス鋼の表面は、主にバフ研磨面、電解複合研磨面、バフ研磨＋電解研磨面および素材の電解研磨面の4種類に大別される。

それぞれの表面を評価するため、電解研磨を除いてすべて室温で10%硝酸溶液中に4時間浸漬して不動態化処理を施したサンプルを写真-39から写真-44までに示した。なお、比較のためステンレス素材（2B材）も用意した。

写真-39は、目視による表面写真である。

写真-40は、光学顕微鏡写真である（24×35mm、視野で15倍）。

写真-41は、電子顕微鏡(SEM—Scanning Electro Microscope)写真である（89×118mm、視野で1,000倍）。

写真-42は、それぞれのサンプルをオートクレーブ中で121°Cのピュアスチームに24時間暴露したあと、オートクレーブから取り出したものの目視による表面写真である。

写真-43は、同サンプルの光学顕微鏡写真である（24×34mm、視野で15倍）。写真-44は、同サンプルのSEM写真である（89×118mm、視野で1,000倍）。

写真-39のピュアスチーム暴露前の目視では、電解複合研磨が最も美しく仕上がっており、ほぼ鏡面を呈している。

写真-40の光学顕微鏡写真では、バフ研磨面、電解複合研磨面ともに砥粒によるキズが明瞭に見える。素材面（2B材）に見えるすじは板を製造したときの圧延ロールによるものである。バフ＋EP面には縦方向にバフ時の痕跡がまだ残っている。また、点々と見える黒点は圧延時のロールキズである。2B＋EPの薄い縦すじ模様は2B材の表面がまだ完全に取りきれれていないことを示す。今回のテストでは、比較のためバフ＋EPと同一条件で電解研磨を行ったが、通常は2倍ぐらいの電解研磨をかけることによりこの縦すじ模様を消すことができる。

写真-41のSEM写真ではバフ研磨面、電解複合研磨面に砥粒によるキズが見うけられる。光学顕微鏡と併せて考慮するとキズの大きさは0.1μmから10μmまでさまざまなキズが存在する。

写真-42の121°Cピュアスチーム暴露後の目視では、電解複合研磨面の全面にうっすらと錆による曇りが発生した。バフ研磨面には点状に数か所はっきりした錆が発生した。

写真-43の光学顕微鏡写真では、さらにバフ研磨面、電解複合研磨面の錆の状態が明瞭に観察できる。

Stainless steels used in pharmaceutical manufacturing plants are largely divided according to their surface finish into four types including buffing, combined electropolishing, buffing + electropolishing, and electropolishing of raw material.

For surfaces valuation, all the samples except those electropolished were immersed in 10% nitric acid solution for 4 hours at room temperature to be provided with passivation treatment. They are shown in Photos 39 to 44. For comparison sake, stainless steel material (2B material) was also used in this test.

Photo 39 shows surface pictures visually inspected.

Photo 40 shows optical microscopic pictures. (24 X 35mm / 15 times in visual field)

Photo 41 shows SEM (Scanning Electro Microscopic) pictures. (89 X 118mm / 1,000 times in visual field) Photo 42 shows surface pictures of each sample visually inspected after it has been exposed to 121°C pure steam in an autoclave for 24 hours before being taken out.

Photo 43 shows an optical microscopic pictures of the samples. (24 X 34mm / 15 times in visual field)

Photo 44 shows SEM pictures of the samples. (89 X 118mm / 1,000 times in visual field)

In Photo 39 taken from the visual inspection prior to exposure to pure steam, the combined electropolishing shows the best finish that is almost like a mirror.

In the optical microscopic pictures of Photo 40, scars produced by abrasive grains are obviously seen both on the buffed and combined electropolished surfaces. Lines seen on the material surface (2B) have been produced by a roll in sheet manufacturing. There are vertical marks having been produced in buffing on the " buffing + EP " surface. Further, the black dots are roller stains having been produced in rolling. Thin vertical lines on the "2B + EP" indicate that the surface of the 2B material has not been fully treated. In this test, although the conditions applied to electropolishing were the same as those to "buffing + EP " for the purpose of comparison, it is possible to remove these vertical lines through application of electropolishing which is double in quantity.

In the SEM pictures of Photo 41, scars produced by abrasive grains are seen on the buffed and combined electropolished surfaces. Judging from these and the relevant optical microscopic pictures, various sizes of scars are identified which range from 0.1 μm to 10 μm.

A visual inspection of Photo 42 conducted after exposure to 121° C pure steam confirmed appearance of thin hazing caused by rust all over the combined electropolished surface. A few clear dots of rust were observed on the buffed surface.

In the optical microscopic pictures of Photo 43, rust on the buffed surface and the combined electropolished surface can be clearly observed.

【写真-39 Photo-39】

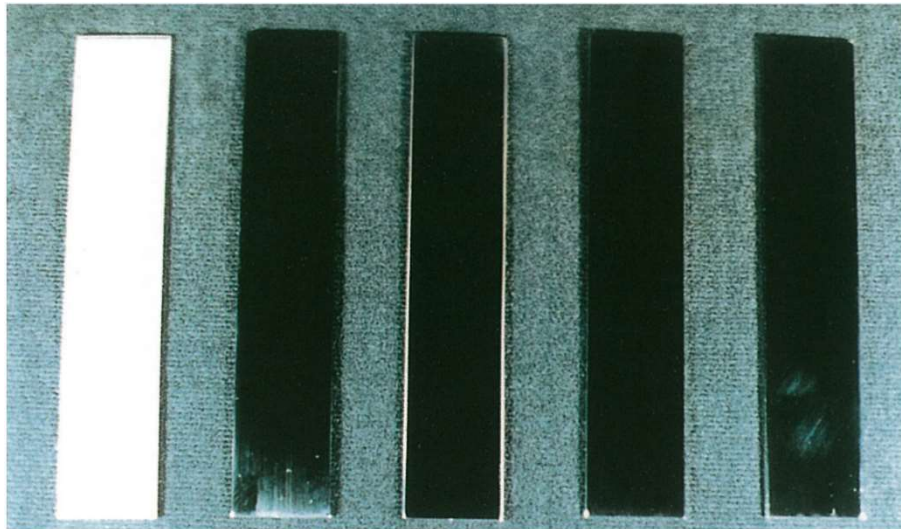
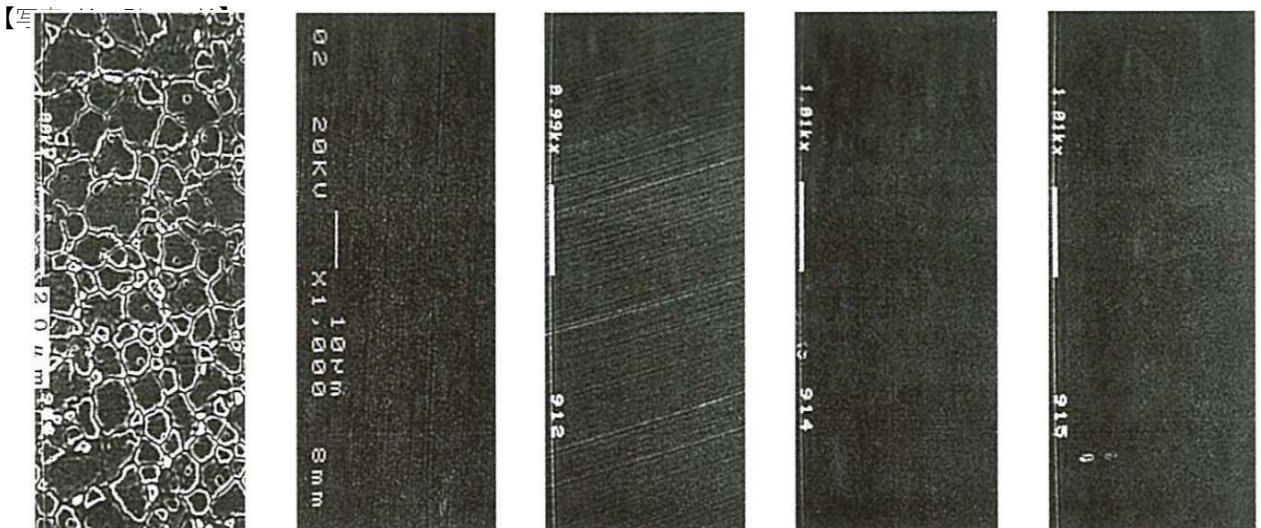
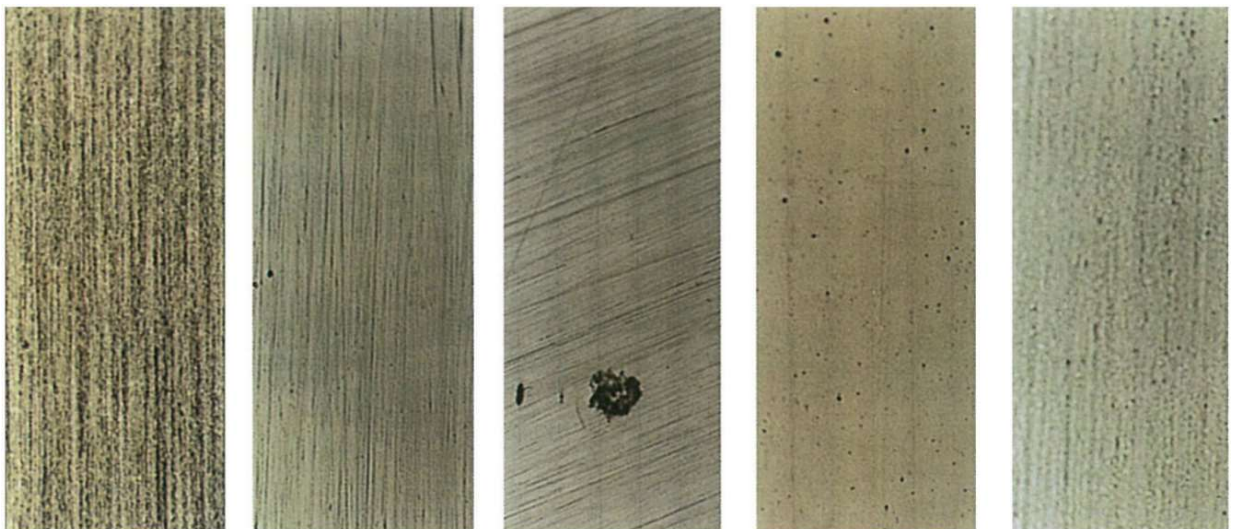


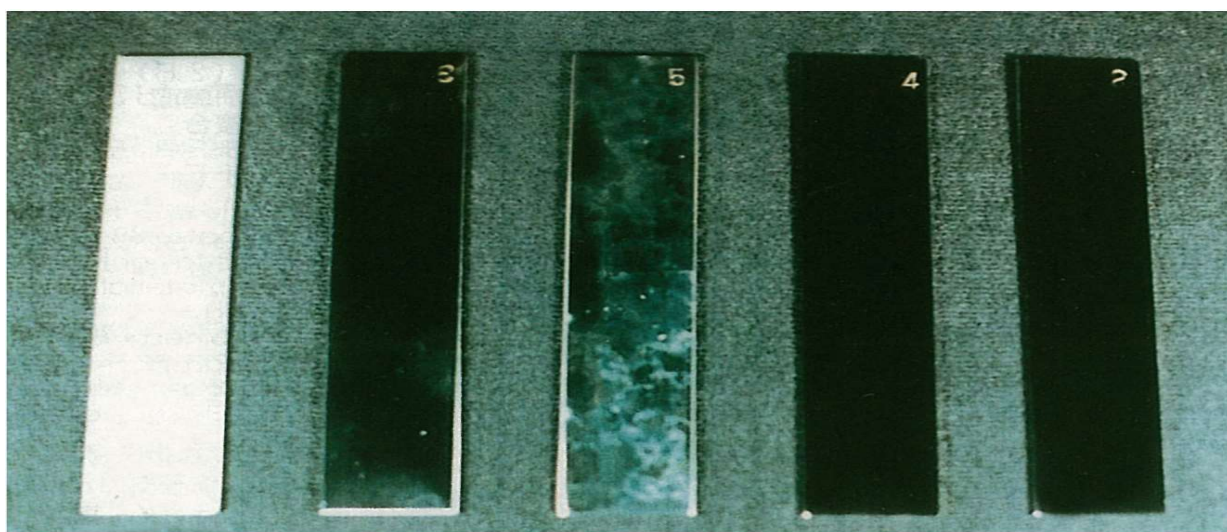
写真-39から写真-44
までは、左から
素材 (2 B)
バフ研磨面
電解複合
バフ+E P
2 B+E P

From Photos 39 to 44 are
from left to right
Base material(2B)
Buffing
Combined+EP
Buffing+EP
EP of base Material
(EP=Electropolishing)

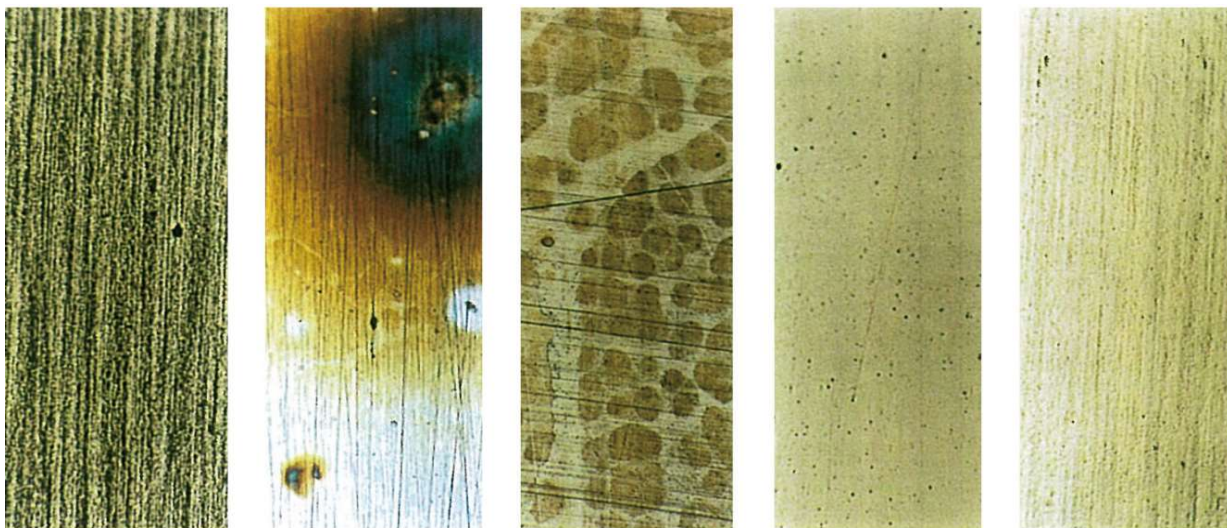
【写真 40 Photo-40】



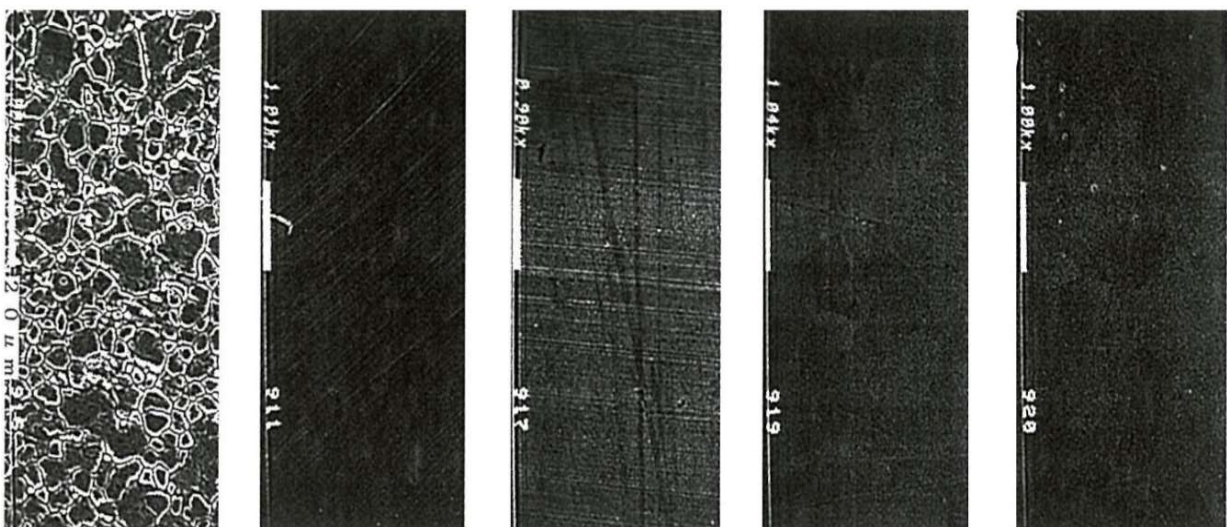
【写真-42 Photo-42】



【写真 43 Photo-43】



【写真-44 Photo-44】



次に溶接部を含む各種パイプの 121°Cピュアスチーム暴露試験の結果を写真-45 に示した。

写真は、左からサニタリー管を溶接したもの（a）、電解研磨管を溶接したもの（b）、電解研磨管を溶接後硝酸不動態化したもの（c）、サニタリー管を溶接後電解研磨したもの（d）、電界研磨管を溶接後さらに電解研磨したもの（e）である。

a は、サニタリー管も溶接部も不動態化していないため全体に黒くバフ粉と錆が付着しているが、溶接部が光っているのでバフ粉の汚れの方が大きいと思われる。

b は、溶接線の付近に錆の発生が見られる。

c は、硝酸不動態化により、b に比べ大幅に溶接線付近の錆の発生が少ない。d は、電解研磨による不動態化が行われているので、まったく錆の発生がない。

e も d と同様であるが、パイプに 2 回電解研磨をかけても支障がないことを示している。

Photo-45 shows results of the 121°C pure steam exposure tests of various pipes all having weld zones. The pictures include (a) a sanitary pipe being welded, (b) an electropolished pipe being welded, (c) an electropolished pipe being passivation treated with nitric acid after welded, (d) a sanitary pipe being electropolished after welded, and (e) an electropolished pipe being once again electropolished after welded.

In Picture (a), as neither the sanitary pipe nor the welded zone has been passivation treated, blackish buff powder and rust are attached all over the surface. Judging from the surface gloss, the welded zone indicates extensive contamination caused by buff powder.

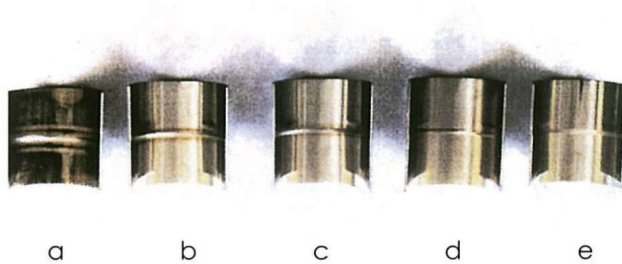
In Picture (b), occurrence of rust is observed on and around the weld seam.

For (c), occurrence of rust on and around the weld seam is much less than that of (b) because of nitric acid passivation.

For (d), due to passivation treatment, there is no occurrence of rust.

In the same way as (d), no adverse effect is observed in (e) where electropolishing has been applied twice to the sample pipe.

【写真-45 Photo-45】



2 種々条件による 800 時間暴露試験

800-Hours Exposure Test Under Various Conditions

バフ研磨材と電解研磨材を、それぞれ溶接部を含んだものと含まないものを水道水中 80°C、純水中 80°C、純水中 121°C、窒素パージした純水中（溶存酸素を含まない純水）121°Cで 0 時間、260 時間、600 時間および 800 時間後の着色を写真-46 から写真-49 に撮影した。サンプルの右側約 1/3 は、気相中に置かれているので 80°C または 121°C の蒸気暴露になっている。また、左側約 2/3 は熱水浸漬となっている。

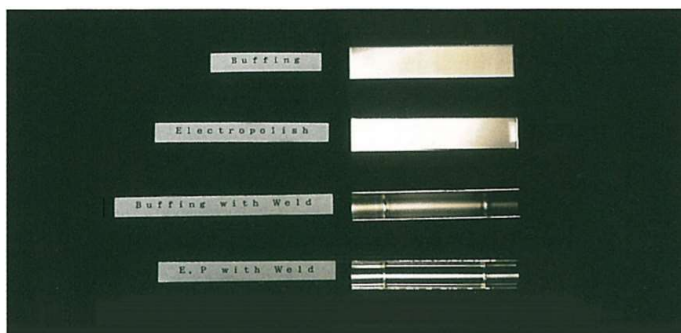
写真-46 は実験開始前のステンレス表面の状態を示し、写真-47 は実験開始後 260 時間、写真-48 は実験開始後 600 時間、写真-49 は実験開始後 800 時間後の状況を示している。

2

Samples of buffed material and electropolished material with and without a weld zone were immersed in tap water of 80°C, pure water of 80°C, and nitrogen-purged pure water (not containing dissolved oxygen) of 121°C each for 0, 260, 600, and 800 hours. States of coloring were photographed as in Photos-46 to 49. Approximately one-third on the right side of each sample, as being placed in vapor phase, was exposed to steam of 80°C or 121°C. Accordingly, the remaining two-third Oil the left side of each sample was immersed in hot water.

Photo-46 shows surfaces of stainless steel prior to start of this test. Photos-47, 48, and 49 show the states photographed in 260, 600, and 800 hours respectively from start of the test.

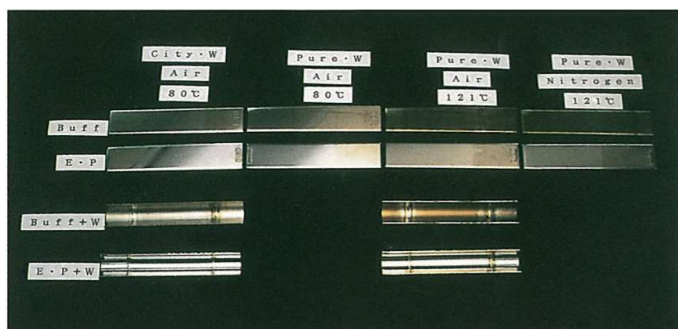
【写真-46 Photo-46】



実験開始前
上からバフ研磨の母材部
電解研磨の母材部
バフ研磨の溶接部
電解研磨の溶接部

Prior to start of this test
From top to bottom buffed (base metal)
Electropolished (base metal)
Buffed (welded metal)
Electropolished (welded metal)

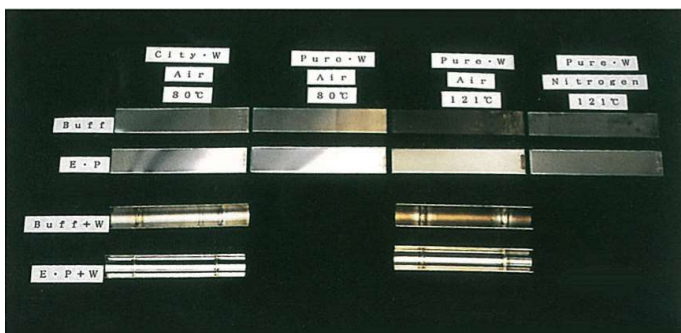
【写真-47 Photo-47】



実験開始後 260時間
左から水道水中 80℃
純水中 80℃
純水中 121℃
窒素パージの純水中 121℃

260 hours from start of this test
From left to right in tap water of 80℃
in pure water of 80℃
in pure water of 121℃
in nitrogen-purged pure water of 121℃

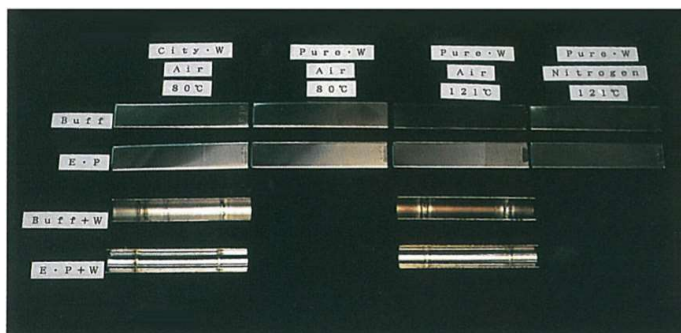
【写真-48 Photo-48】



実験開始後 600時間
左からバフ研磨の母材部
電解研磨の母材部
バフ研磨の溶接部
電解研磨の溶接部

600 hours from start of this test
From left to right in tap water of 80℃
in pure water of 80℃
in pure water of 121℃
in nitrogen-purged pure water of 121℃

【写真-49 Photo-49】



実験開始後 800時間
左からバフ研磨の母材部
電解研磨の母材部
バフ研磨の溶接部
電解研磨の溶接部

800 hours from start of this test
From left to right in tap water of 80℃
in pure water of 80℃
in pure water of 121℃
in nitrogen-purged pure water of 121℃

電解研磨を施す設備の設備上の留意点 Special Remarks Concerning Equipment Used in Electropolishing

1 材質の選定 1 Selection of Materials

一般的なステンレスは、製鋼の原料として数十パーセントの割合でステンレス・スクラップを用い、溶解して不足する成分を添加して規定の成分に合わせ、過剰な不純物、例えばそれが硫黄 (S) であればマンガン(Mn)を添加しMnS にして取り除く。しかし、MnS が完全に取りきれずに残留すると非金属介在物と呼ばれる不純物としてステンレス内に残留する。

このほか、溶鉱炉の炉壁成分やその他もろもろの非金属介在物がステンレス中に含まれており、これらはステンレスとは異なる成分であるため、電解研磨をするとステンレスと異なる挙動を示し、電解研磨の効果を妨げる。

このため、半導体産業などきわめてクリーン度の高い産業では、さらに真空中で再溶解 (VAR=Vacuum Arc Remelting)し、純度を上げて使用することが一般化している。

医薬品の製造では、現在まだそれほどのグリーン度を要求していないので通常のステンレスで十分だが、十数年の電解研磨の経験から SUS316 はあまりよくないように感じる。

SUS316L がベストだが、SUS316 を使うならむしろ SUS304 を選んだ方がよいかもしれない。

なお、同じ SUS316L でも JIS 規格内で製鋼各社 が用途によって何種類も用意しているので、できるだけ用途に応じた SUS316L を選択することが望ましい。最近では、メーカーによっては電解研磨をするというと、営業サイドから技術部門へ問い合わせをし、それなりに自社の製品群の中から適当な材料を推奨してくれる場合もある。また、メーカー間の格差も激しいのであまり安い物は避けた方がよい。

In the process of ordinary stainless steel production, stainless scrap is used at a rate of tens of percents as one of raw materials. After it is dissolved, elements still lacking are added to the specified levels. And, excessive impurity like sulfur (S), for example, is removed in the form of MnS by manganese (Mn) being added. MnS, if not completely removed and remaining behind, stays in stainless steel as impurity called non-metallic inclusion.

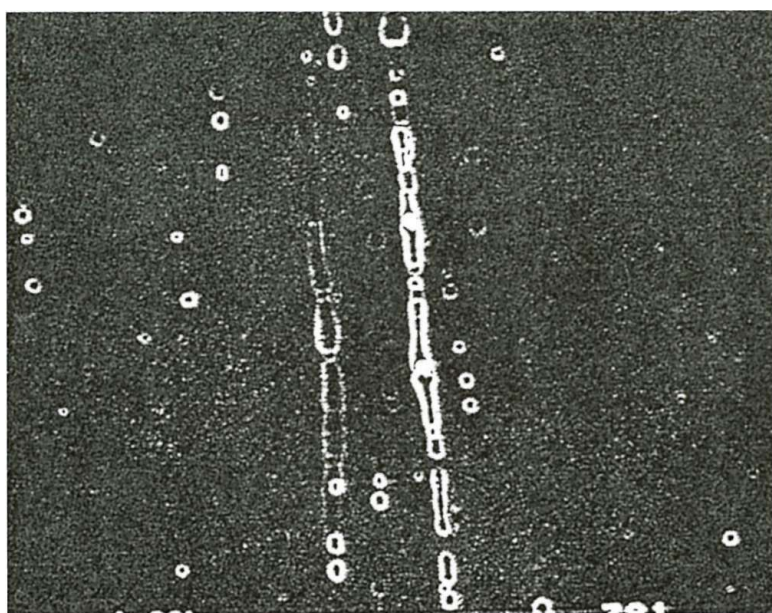
Various kinds of non-metallic inclusions are contained in stainless steel, including, for example, elements from a wall of the smelting furnace. These elements, being different from those of stainless steel, naturally show different behaviors in electropolishing and cause adverse effects.

For industrial applications such as semiconductor production where maximum cleanliness is required, it is common that further VAR (Vacuum Arc Re-melting) treatment is inserted to increase purity.

In manufacturing of pharmaceuticals, cleanliness of the above level is not required at present, where ordinary stainless steel seems to suffice for most of the applications. Based on my experience of more than 10 years, however, SUS316 is not recommendable. SUS316L should be the best choice. In this respect, rather use SUS304 instead of using SUS316.

Further, with regard to SUS316L, steel makers now supply various different kinds within the specified scope of JIS standards which are made available according to applications. It is, therefore, desirable that the most suitable kind of SUS316L be chosen in actual application. Some makers, on receipt of an inquiry of electropolishing, have their sales staff contact the engineering sections which can select appropriate materials out of their product lines. It is also recommended in view of large quality gaps among makers to avoid cheap products.

【写真-50 Photo-50】



このほか、8 ページに記したように丸棒の断面を直接電解研磨するような設計は避けるべきである。

写真-50 に非金属介在物の多い SUS316L の電解研磨面を、写真-51 に非金属介在物の少ない SUS316L VAR 材の電解研磨面の写真を示した。

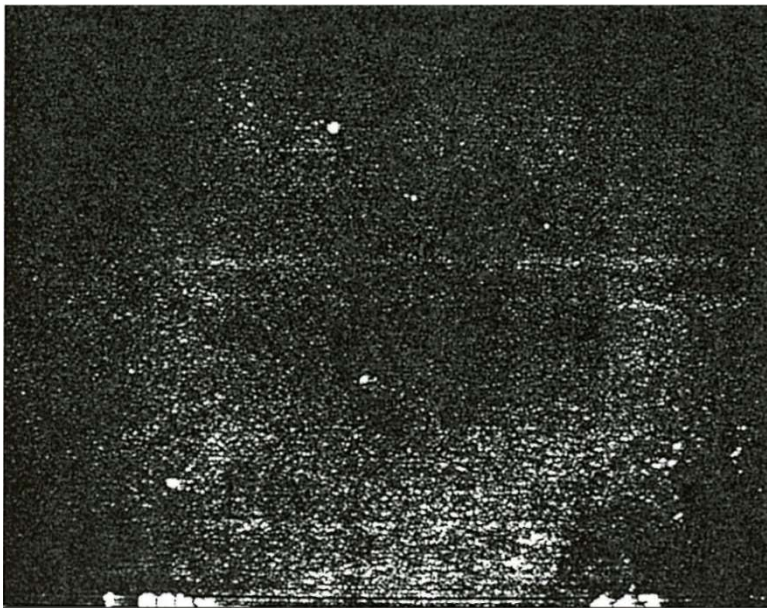
写真-50 の中央部のキズの中に白く見える球状のものが非金属介在物で、その上下に見える溝状のスジはステンレスの圧延時に非金属介在物がつけたキズと思われる。左端の薄くなった溝状のキズは右側のキズに比べて手前にあったので、すでに十分電解研磨により溶解し、中の非金属介在物も取れてしまったものと思われる。

It is also advised that any design in which a round bar section is directly subject to electropolishing as shown in page 8 be avoided.

Photo-50 shows an electropolished surface of SUS316L containing a large quantity of non-metallic inclusion, while Photo-51 shows that of SUS316L VAR material with less non-metallic inclusion.

A white spherical image in a scar which is seen in the center of Photo-50 indicates non-metallic inclusion. Grooved lines above and below it appears to be scars made by the non-metallic inclusion during rolling of stainless steel. The thin grooved scar at the far left indicates that non-metallic inclusion inside has already been removed by being dissolved through sufficient electropolishing as it has been located in a place nearer than the right-hand side scar.

【写真-51 Photo-51】



2. タンクの製缶 Tank Manufacturing

今までに生じたトラブルをもとに製缶上の留意点を述べる。

Regarding tank manufacturing, special remarks are mentioned as follows based on various troubles so far experienced:

a 板曲げ Plate Bending

ロール表面の半ズや砂ぼこりは、板の表面に比較的深いキズをつけて最後まで取り除くことが困難で、可能な限りキズのないロールの表面をよく拭き取って胴板を巻く。

Scars and dust attached on a roll surface cause relatively deep scars on a plate which are difficult to be removed. A roll surface should be free of scars as much as possible, which should be well wiped prior to mounting of a shell plate.

b マンホールやノズル Manholes and Nozzles

マンホール、ノズルなどのタンク本体に取り付ける部品は、タンクに取り付ける前にあらかじめ電解研磨をかけておき、タンクに取り付けてから再度タンク全体を電解研磨するときれいに仕上がる。具体的には製缶工程計画で最初にノズルなどを製作し（短管は若干長めの方が後で融通がきく）、すぐ電解研磨工場に送り、その後タンク本体の製作にかかるまでノズル取付工程までに十分間に合う。

Fittings attached to a tank such as manholes and nozzles should be first electropolished before being mounted, which are then electropolished for the second time after being mounted as the whole tank. In actual practice of a tank manufacturing schedule, nozzles should be manufactured first (with a slight allowance in length for future adjustment)and sent immediately to an electropolishing workshop before the tank body manufacturing starts. By doing so, you will be able to have the nozzles electropolished in time for its mounting process.

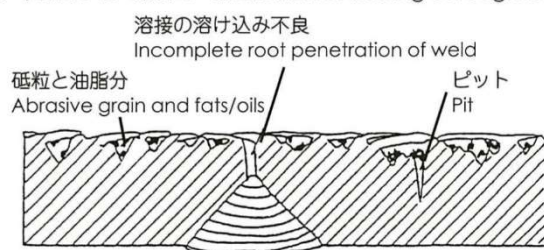
c. 機械研磨による下地仕上げ Surface Treatment by Mechanical Polish

巻いた銅板やプレスで成形した鏡板は、表面に必ず細かいクラックやしわが発生している。これは電解研磨では取り除くことができないので、銅板と鏡板はそれぞれ溶接する前に単独で 80 番、160 番、240 番、400 番程度のフラップホイール等の固定砥粒を用いて機械研磨を施す。布バフ研磨は、作業者によるばらつきが大きく、極端の例では図-8 のように荒い下地のまま布バフを強くかけると金属の表面が覆いかぶさって、一見きれいに仕上がったように見えるが、電解研磨をかけると表面部分が溶出し、下地の荒い面が出てくることがある。

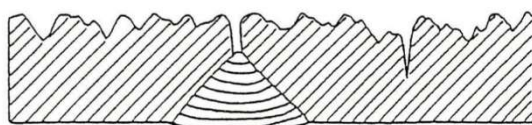
A rolled shell plate and press-molded panel board always have some fine cracks and lines on their surfaces. As they cannot be removed by electropolishing, each plate should be provided with mechanical polish before being welded through use of fixed abrasive grains such as flap wheels of Nos. #80, 160, 240, 400, and the equivalent. Cloth buffing can create large variances among workers. Fig.-8 shows one extreme case in which cloth buffing is heavily applied on a rough base. Although the finish may appear appropriate at a glance with the metal face being covered up, electropolishing which follows can elute the surface area, even exposing the rough base.

【図-8 Fig.-8】

粗い下地のバフ研磨図 Illustration of buffing of rough base



下地の粗いバフ研磨面に電解研磨をかけた場合 Buffed rough base subject to electropolishing

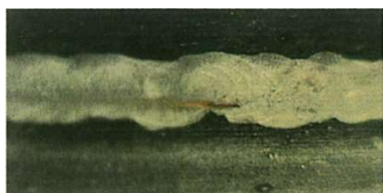


d ポンチ Punching

位置決めや目印にポンチを打つことがあるが、写真-52 のように深いキズとなって非常に目立つので、電解研磨をする面には絶対にポンチを打ってはならない。

Use of punching for positioning or marking should be avoided on a surface to be electropolished as it can produce deep conspicuous scars as shown in Photo-52.

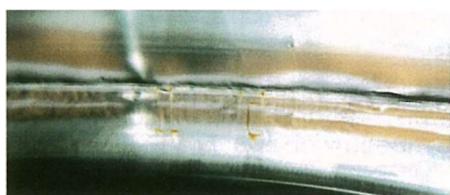
【写真-52 Photo-52】



溶け込み不良 Lack of penetration



非常に小さいピンホール Extremely small pinhole



ピンホールは連続して出やすい Pinholes are likely to occur in succession



ポンチあと Punching mark

e 溶接 Welding

X開先をとってフィラーメタルによる溶接を行うと、母材とフィラーメタルの材質が大きく違うため電解研磨で溶接部分が白くなり、粗度も悪くなることがあるので、可能な限り図-9の手順で溶接することが望ましい。

溶接は共付け溶接するが、このとき共材で同板厚のテストヒースを用意し、同一開先をとって少なくとも30cm以上の溶接を行って溶け込み不良、ブローホール、スラグ巻き込み、ピンホールなどが出にくい条件を設定して本溶接をする必要がある。

溶接条件は材料、気温、湿度、溶接士等により微妙に変化するので、毎朝テストヒースを作ることが望ましい。

また、ノズル等の取付は図-9のようにパイプの切断面をなめて溶かしておく必要がある。切断したままのパイプ端面に電解研磨がかかると無数の深さ0.5mmにも達するピンホール状の欠陥が発生し、梨地になる。

銅板は通常、製缶工場で開先を取るのでは問題はないが、鏡板はメーカーに開先指定をしないとX開先になる可能性がある。

溶接士の技能には大きな差がある。例えば高圧ガス取締法や電気事業法に従ってX線透過探傷試験を常時受けている溶接士が溶接したタンクはほとんど無欠陥の場合が多いが、X線透過探傷試験をあまり受けたことがない溶接士の溶接は欠陥が多く、今までの最高では2,000にタンクで七十数か所もピンホールや溶け込み不良等の欠陥が発見されたことがある。

これらの欠陥は、検査専門の業者に依頼したカラーチェックでも2/3ぐらいしか発見できない。

電解研磨後121°Cピュースチーム洗浄をすると、蒸気は気体として非常に小さなピンホールの中にも侵入し、その中で腹水する。ピンホールの口から出てくるときに錆を伴って出てくるので、その錆がピンホールの周りに広がり、大きく見えるので発見されやすい。しかし、あまり小さなピンホールは、液体の表面張力のため薬液が侵入できないのでカラーチェックでは発見しづらい。

なお、従来の溶接工法は溶接部の熱影響により酸化し、コンタミネーションの発生源になっていた。これを最大限防止するため光輝溶接TM(Bright weldingTM)という溶接部を不活性ガスでシールドし、空気を遮断した雰囲気内で溶接することにより溶接部が光輝化し、耐食性にも優れた高清潔な接続溶接に用いる技術が可能になっている。

Welding with X grooves through use of filler metal results in a welded zone seen as a white spot after electropolishing, which also lowers relative roughness. This is caused by large differences in properties between base metal and filler metal.

It is, therefore, recommended that the welding procedures of Fig.-9 be adopted whenever possible. Co-welding should be used, for which test pieces are first prepared through use of the same material and thickness. Prior to final welding, it is necessary to carry out welding of, at least, 30cm grooves made of the test pieces so as to establish conditions that are most suitable to prevent occurrence of incomplete penetration, porosity, slag inclusion, and pinholes.

As welding conditions change subtly by material, temperature, humidity, welder, etc., making test pieces every morning is always recommended.

Also, it is necessary in mounting of nozzles, etc. to briefly treat pipe cut surfaces to fuse them as in Fig.-9. Electropolishing, if applied to untreated pipe cut edges, can produce innumerable pinhole-type defects each even as deep as 0.5mm, resulting in a mat finished surface.

While shell plates which are normally prepared in tank manufacturing plants raise no problem, panelboards may be sometimes prepared into X grooves unless appropriately designated.

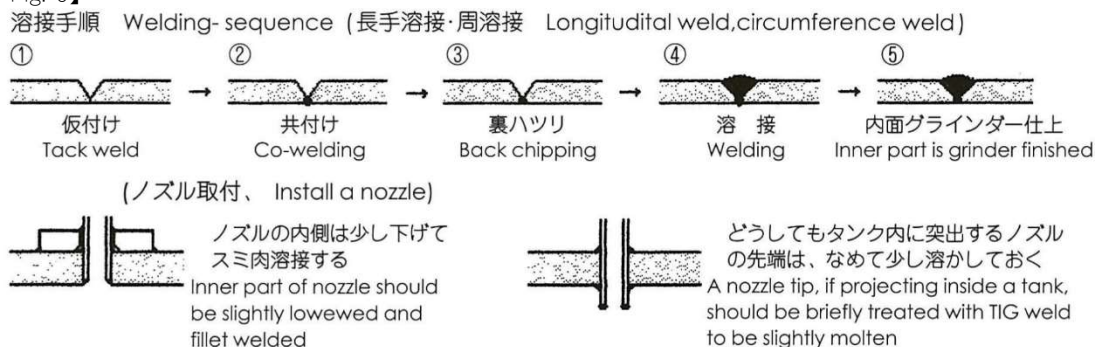
Welders' skill always varies extensively. For example, tanks welded by those with constant experience of radiograph penetration tests in conformity with the High Pressure Gas Control Law and the Electric Utility Law are almost always free of any defects. On the other hand, welds performed by welders inexperienced in radiograph penetration tests often create many defects. In one of the worst cases, 70 defects such as pinholes and incomplete penetration were found on a single 2,000-litre tank.

These defects are detectable only by about 2/3 of the total number even if liquid penetrate inspection is conducted by an outside contractor specialized in such inspection.

Steam produced from the 121°C pure steam washing conducted after electropolishing intrudes into very small pinholes, which accumulates there in the form of water. It is rather easily detectable as rust always accompanies it, runs out of the pinholes, and spreads around them. However, pinholes which are too small to penetrate chemical solution are difficult to be detected in color checking.

The conventional welding processes, by oxidizing welded zones because of thermal effects, have often created sources of contamination. A process called bright welding is now available to minimize this occurrence. Bright weldingTM is outstanding in corrosion resistance and useful in welding requiring high cleanliness in which weld zones are shielded with inert gas and welded in air-blocked atmosphere to produce bright finish.

【図-9 Fig.-9】



f ノズル位置 Nozzle Position

ノズルやピンホールは、電解研磨時に重要な意味を持つ。各電解研磨業者によって手法が違っているので、タンク設計時に十分な打ち合わせを行う必要がある。

Location of nozzles and pinholes is an important factor in electropolishing. As each electropolishing contractor adopts a different method, it should be subject to careful discussion at the time of tank design

g プレハブ配管 Prefabricated Piping

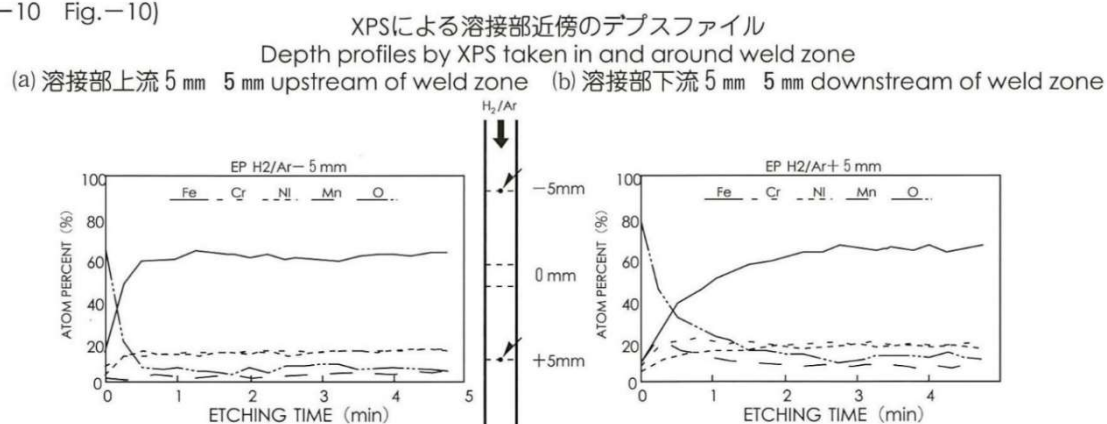
タンクなどは、溶接後に電解研磨をかけるので溶接線の錆に関してはあまり問題ないが、パイプを溶接すると錆が発生しやすくなる。バックシールドやトーチ側のカバーガスが完全であっても、溶接部にわずかな白または灰色の着色が見られる。これはステンレスが溶接で溶けるときに成分の一部が気化し、溶接部近傍に付着したものであり、この付着物を分析すると、バックシールドガスの下流側付着物には鉄よりもマンガンが多く検出される。マンガンが高濃度で残留しているステンレス表面は、錆びやすい傾向にある。このマンガンは 80°C以上の純水で洗浄することにより除去することができる。したがって、ピュアスチーム配管や常温水の配管は 80°C以上の温水を流してから使用することが望ましい。

図-10 に溶接部のバックシールドガス上流側および下流側のヒューム付着物の X線光電子分光法 (XPS) (注 4) 結果を、図日 1 に同じく 80°Cの純水洗浄後の分析結果を示す。

Not much problems should occur with tank bodies concerning rust on weld seams as they are electropolished after welding. On the other hand, problems of rust tend to occur where pipes are welded. Even with complete cover gas for the back shield and the torch side, a slight white or gray coloring is often observed on a welded zone. This consists of some elements of stainless steel which have been fused, vaporized, and eventually attached to and around the welded zone during welding. The extraneous matter especially on the downstream of back shield gas, according to analyses, contains more manganese than iron. And, surfaces of stainless steel with higher concentrations of manganese residues tend to rust more easily. These manganese residues can be removed through washing in pure water of 80°C or above. Therefore, it is desirable to run, prior to actual use, hot water of 80°C or above through pipes even if they are used for normal temperature water.

Fig.-10 shows results of XPS (X-ray Photo-electronic Spectroscopy)(note4) Of humus attachments on up / downstream sides for back shield gas of welded zones. Fig.-11 shows those taken after washing with 80°C pure water.

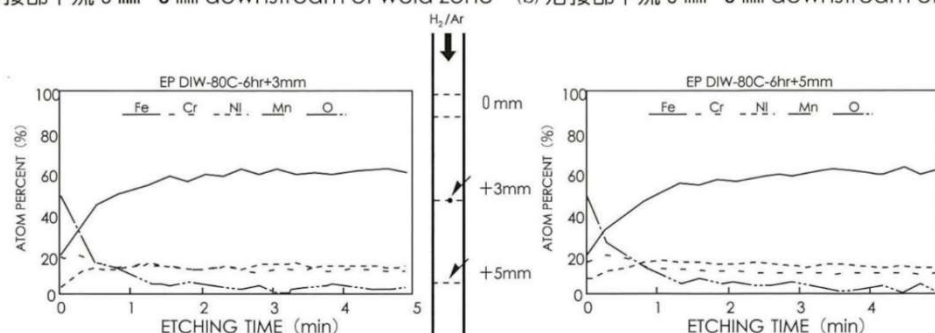
(図-10 Fig.-10)



(図-11 Fig.-11)

温超純水洗浄後の溶接部下流側におけるXPSによるデプスファイル
Depth profiles by XPS taken in downstream of weld zone after washing in warm ultrapure water

(a) 溶接部下流 3 mm 3 mm downstream of weld zone (b) 溶接部下流 5 mm 5 mm downstream of weld zone



[配管溶接後の不動態化処理 Passivation Treatment Following Pipe Welding]

電解研磨をしたパイプや継手を使用して配管工事を行っても、溶接部は電解研磨の効果なくなる。配管溶接後の不動態化処理の方法は大別して三つの方法があるが、これらを組み合わせて用いることにより完全な不動態化を行うことができる。

Even if piping construction is performed with electropolished pipes and joints, the effect of electropolishing is lost for welded parts. There are three major methods of passivation treatment performed following pipe welding, which are appropriately combined to provide perfect passivation.

[プレハブ配管の電解研磨 Electropolishing of Prefabricated Piping]

トラック輸送が可能な範囲でエルボ、チーズ、バルブ等を組み合わせて配管の溶接組立を完了し、電解研磨会社へ送ると曲がりや分岐、バルブ等が取り付けられたまま溶接部を電解研磨することができる。

しかし、この方法では配管設計時に十分な検討をしても 20%以上の現場溶接が必要となる。特に天井裏配管ではヘルール等の継手による接続が許されないため、天井裏の工事範囲に現場溶接が残りやすい。解決のヒントの一例として、天井板張り工事とユースポイント工事の順序を逆に、天井裏配管とユースポイントの立ち下げ、立ち上げ配管を同一工事で行うことができれば、配管のほとんどはヘルール継手による接続が可能になる。天井板張り工事はすべての配管工事が終わってから施工できるよう工事業者と検討する価値がある。

When piping, before being sent to an electropolishing workshop, is welded to be assembled with elbows, tees, valves, etc. to an extent to enable truck transportation, the welded zones can be electropolished as fitted with bends, branch pipes, valves, etc.

This method, however, still requires field welding of 20% or more even if enough discussion is carried out beforehand at the time of piping design. Especially, as no joint connection via ferrules, etc. is useable under a roof, the under-roof works tend to rely on field welding. One solution to this is to reverse the work order for ceiling board construction and work site construction, where under-roof pipes and riser/down pipes are built simultaneously. This enables almost all the piping to be performed via ferrule joints. It is worth discussing with a builder so that ceiling board construction be performed after all the piping works are completed.

[配管溶接後の硝酸不動態化 Nitric Acid Passivation Treatment After Pipe Welding]

配管の各ブロックごとに水張りテスト完了後、常温の約 10%硝酸液を注入して循環しながら 1 時間ほど不動態化処理を行う。配管の一番低い場所から注入し、一番高い所から液を抜くのは当然だが、立ち上がり分岐管等にも液が循環するよう液抜き場所を適宜増加させる。不動態化処理完了後、硝酸液を抜き取るが、配管内に付着した硝酸を除去するため同じ循環系に純水を注入し、補給しながら出口側から抜き取る。出口ではペーハー（pH）を測定し、その値が補給する純水とほぼ同一になったら純水を全部抜いて、もう一度新しい純水を注入、循環させて最後のリンスを完了する。

硝酸不動態化処理で意外に費用が発生するのは、使用した硝酸液とその約 10 倍の排水を処理する費用である。主配管が 2S（外径 50.8mm）で延べ 2,500m 程度の工事で軽く 50 トンを超える排水の費用がかかる。新設工場の場合は、排水処理設備と純水製造設備を仮にでも運転可能な状態にしておくと、不動態化処理費を安く抑えることができる。

After completing a flood test of each piping block, inject nitric acid solution of about 10% which is held at normal temperatures and, by circulating it, carry out passivation treatment for about 1 hour. Although it is natural that the solution is injected at the lowest place of the piping and drained at the highest, increase the number of drains at your own discretion so that the solution can circulate through all parts including, also, riser branch pipes. On completion of passivation treatment, drain nitric acid solution from the outlet by keeping pouring pure water into the circulation system in order to remove nitric acid attached to the pipe wall. Measure pH at the outlet and, when the value having reached almost the level of pure water supplied, drain it completely and supply once again fresh pure water for final circulation and rinsing. Unexpectedly large cost may be required in nitric acid passivation treatment, which concerns disposal of used nitric acid solution and waste water even ten times as much as this. For a single work having total pipe length of 2,500m with 2S type main pipes (50.8mm in outside diameter), the disposal volume can amount to, at least, 50tons. Therefore, it is advisable even for a newly built plant to keep both its drainage system and water purifying system ready for operation in order to minimize cost of passivation treatment.

IX. 表面粗さの測定 Measuring Surface Roughness

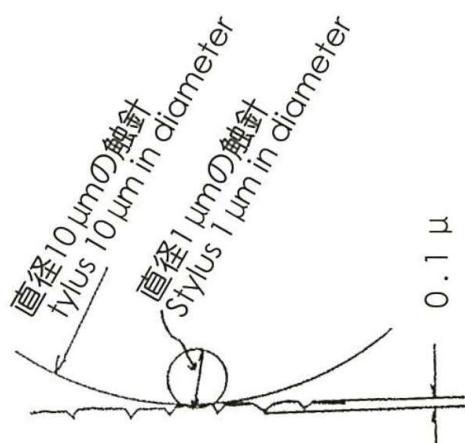
パイプやタンクの内面の粗さを評価するとき Ra, Rmax 等の測定値で表示するが、これらはほとんどすべてスタイラスと呼ばれる球状の先端がダイヤモンドの触針で金属の表面をなぞり、凹凸に応じて上下する針の動きを電氣的に増幅して出力している。このスタイラスの直径は通常 $10\mu\text{m}$ 程度で、現在入手可能な最も小さいものでも直径 $1\mu\text{m}$ である（他に、微小表面評価装置用として直径 $0.4\mu\text{m}$ のスタイラスがあるが、これは面圧が低過ぎてパイプやタンクは計れない）。

バフ研磨面や電解複合研磨面の顕微鏡写真を見ると、電解研磨面に比べてずいぶん深いキズが見えるにもかかわらず Rmax $0.1\mu\text{m}$ 以下と表示されている場合がある。これは砥粒のキズ等の細かい溝状の凹凸がスタイラスで正確に計り切れないために起こる現象である。図-12 に金属表面とスタイラスの関係を示す。

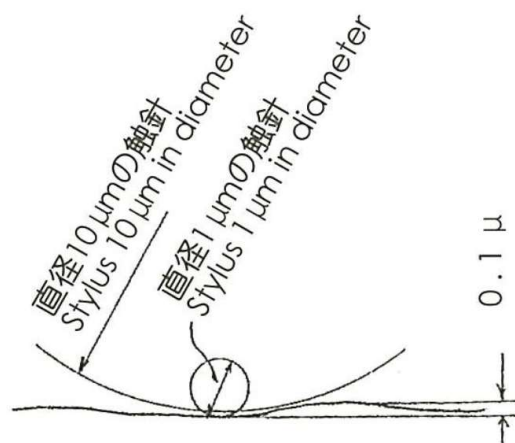
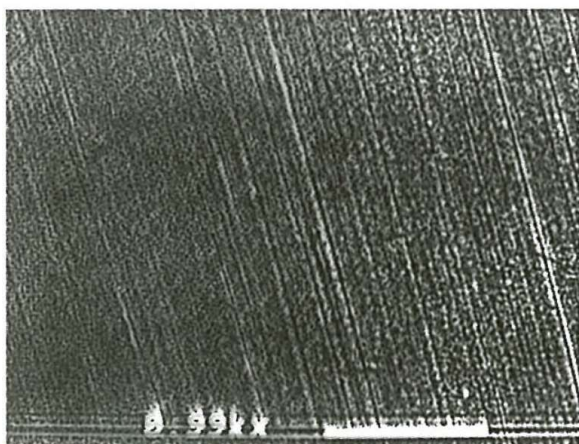
Roughness of an inner face of pipes and tanks is measured and expressed in Ra, Rmax, etc. In most of the cases, a ball-shaped unit with a diamond needle called a "stylus" traces a metal surface, whose up/down movement against surface roughness is electrically amplified to be output. The stylus is usually around $10\mu\text{m}$ in diameter. The smallest diameter now commercially available is $10\mu\text{m}$. (Although there are $0.4\mu\text{m}$ styluses especially for measurement of a micro surface, they cannot be used for measuring pipes and tanks because of their too low bearings.) Looking at a microphotography of a buffed or combined electropolished surface, you may sometimes notice that as car which is apparently deeper than any one on an electropolished surface is stated as being equal to or even smaller than Rmax. $0.1\mu\text{m}$. This takes place when small groove-type irregularities such as scars made by abrasive grains have not been correctly measured with the stylus. Fig.-12 shows relations between a metal surface and a stylus:

【図-12 Fig.-12】

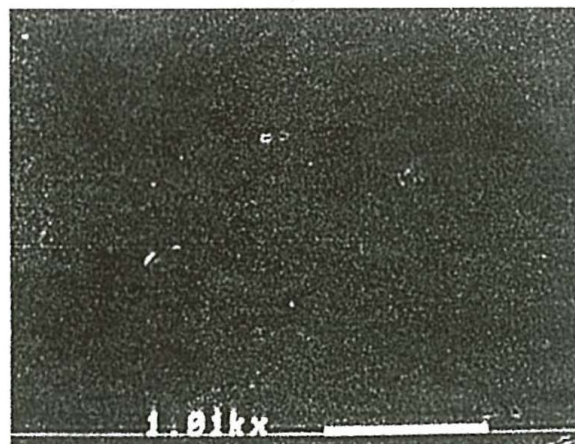
電解複合 Combined electropolishing
電解複合 Electropolishing



電解複合
Combined electropolishing



電解複合
Electropolishing



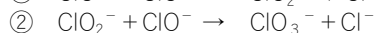
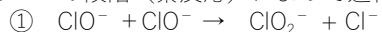
注 1 律速段階 [note 1] Rate-determining step

化学反応などの動的過程がいくつかの段階によって構成されているとき、そのうちのひとつがほかの段階に比べて非常に緩慢に進行するため、それによって全過程の進行が実際上支配されてしまうような段階を律速段階という。

たとえば、次亜塩素酸イオン ClO^- から塩素酸イオン ClO_3^- への変化



は次の二つの段階（素反応）によって進行すると考えられる。

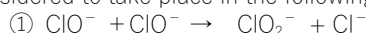


このうち②は①に比べてきわめて迅速に進むから、①が全反応の律速段階となる。このとき、律速段階以外の段階は近似的に平衡状態となる。これを部分平衡という。

When a dynamic process such as a chemical reaction consists of some stages, a stage whose progression is slower than other stages and, thus, controls progression of the whole process is called a rate-determining step. For example, change from hypochlorous acid ion ClO^- into chloric acid ion ClO_3^-



is considered to take place in the following two steps (elementary processes):



As c progresses far more faster than ①, ① becomes the rate-determining step for the whole reaction. At this point, steps other than the rate-determining step are held approximately in equilibrium. The state is called partial equilibrium.

注 2 BET 吸着等温式 [note 2] BET adsorption isotherm

固体表面に一定温度で気体が吸着される場合の吸着量について、1938 年ブルナウアー (S. Brunauer)、エメット (P. H. Emmett) およびテラー (E. Teller) が提出した一連の関係式。吸着が固体の自由表面で起こる場合、次の関係がある。

A series of relative equations submitted by S. Brunauer, P.H. Emmett, and E. Teller in 1938, which concern adsorbed amount of vapor adsorbed into a solid surface at a fixed rate: Adsorption, when occurring on a free surface, indicates the following relations:

$$\frac{p}{u(p_0 - p)} = \frac{1}{v_m C} + \frac{C-1}{v_m C} \cdot \frac{p}{p_0}$$

U は吸着された気体の体積、p は気体の圧力、 p_0 は測定温度 T における気体の蒸気圧、 v_m は全吸着面が単分子層で覆われたと仮定した場合の吸着気体の体積である。また C は近似的に $e^{(E_1 - E_L)/RT}$ に等しい。 E_1 は多分子吸着層の第 1 層における気体 1mol 当たりの吸着熱、 E_L は気体のモル液化熱である。吸着が固体内部の限定された空間（毛管空孔）でも起こる場合は、 $X = p/p_0$ として、

where: u expresses volume of vapor thus adsorbed, p pressure of the vapor, p_0 vapor pressure at measuring temperature T, and v_m volume of the adsorbed vapor assuming that the entire adsorption face is covered with a unimolecular layer. Also, C is approximately equal to $e^{(E_1 - E_L)/RT}$. E_1 expresses heat of adsorption per 1 mol of vapor in the first layer of the polymolecule adsorption layers and E_L molar liquefaction heat of vapor. When adsorption also takes place in a limited space (capillary hole) inside a solid, the following applies provided that $X = p/p_0$.

$$u = \frac{v_m C_x}{1-x} \cdot \frac{1 - (n+1)x^n + nx^{n+1}}{1 + (C-1)x - Cx^{n+1}}$$

となる。n は毛管壁につくられる多分子吸着層の層の数で、 $n = \infty$ とおけば上の自由表面の式となり、また $n=1$ とおけばラングミュアの吸着等温式と形式的に一致する関係が得られる。

これら一連の式は、物理吸着に関する実験結果をよく説明し、また複雑な表面構造や多孔性構造をもった吸着剤や触媒の吸着表面積の決定に利用される。

where n expresses the number of layers for the polymolecule adsorption layers. With $n = \infty$, a free surface is indicated by the equation. With $n = 1$, relations formally corresponding to Langmuir's adsorption isotherm can be obtained. A series of these equations can well explain the examination results concerning physical adsorption, which are used in determining affected surface areas of absorbents and catalyst shaving complex surface structures and porous constructions.

注3 メンブランフィルター [note 3] Membrane filter

きわめて微細な粒子を捕捉するのに適した薄い膜状のろ過材で、材質はニトロセルロース、セルロースエステル、ポリフッ化エチレンなどである。細孔径は比較的均一であり、 $0.02\sim 10\mu\text{m}$ 程度まで各種市販されている。粉じん、細菌、酵母、細胞などの捕集および除去に用いられる。また、細孔径が均一であることを利用して、高分子化合物の分子量分画や脱塩精製にも用いられる。

Filter medium in a thin film suitable for capturing minute particles, which is mostly made of cellulose nitrate, cellulose ester, polyethylene fluoride, etc. The pore diameters are relatively uniform, and are commercially available in various different sizes within a range of about 0.02 to $10\mu\text{m}$. They are used to capture and remove power dust, bacteria, yeast, cells, etc. Further, because of the uniformity in pore diameters, they are also utilized in molecular weight fraction and desalination refining of high polymer compounds.

注4 X線光電子分光法 [note 4] X-ray photo-electronic spectroscopy

物質にX線をあて、発生する電子の運動量分布あるいは運動エネルギー分布、さらにはその角度分布などを測定して物質の物理状態を調べる方法。照射X線源としてAlやMgのような単色性のよいものが用いられる。

A method to examine physical state of a substance by applying X-rays and measuring momentum or kinetic energy distribution as well as its angle distribution of electrons thus generated. X-ray sources used for this purpose are good in monochromaticity such as Al and Mg.

MSG-EPTM、光輝溶接TMは、日章アステック株式会社の登録商標です。

MSG-EPTM、Bright WeldingTM are registered trade mark of NISSHO ASTEC CO.,LTD.

当社ではサニタリー鋼管・継手の製造・販売のほか、半導体製造設備・原子力業界等で用いられる高純度配管材料の開発および製造・販売、MGS-E PTM（内面鏡面研磨）鋼管・継手の製造・販売、医学製造機器・ステンレス加工品の製作、パイプ・継手等の曲げ・精密洗浄・バフ研磨・電解研磨加工などステンレス鋼材のあらゆる製品を取り扱っております。それぞれに適合したパンフレット類を用意しておりますので、最寄りの営業所へご請求ください。

Company's business activities include the following:

- * Manufacturing / sale of stainless steel pipes / fittings for sanitary plumbing.
- * Development / manufacturing / sale of high purity piping materials used in semiconductor manufacturing facilities / nuclear industry, etc.
- * Manufacturing / sale of MGS-EPTM (inner mirror polish) steel pipes / fittings.
- * Manufacturing of drug manufacturing equipment / stainless steel products. Bending / precision cleaning / buffing / electrolytic polishing of pipes / fittings, etc.
- * Various other products made of stainless steel materials. Pamphlets are available for each suitable application at our sales office of your district.

おことわり

この資料は、一般的な情報を提供するもので設計用のマニュアルではありません。

この資料は細心の注意のもとに作成されていますが、その情報は必ずしも保証を意味するものではありません。この資料に記載されている情報の誤った使用、または不適切な使用等によって生じた損害につきましては、責任を負いかねますのでご承知ください。

また、内容は予告なく変更される場合がありますので、最新の内容についてはお問い合わせください。

NOTICE

This document aims solely to offer general information, which, under no circumstances, serves as a design manual.

This document, although having been prepared with the greatest circumspection, does not necessarily serve as warranty. The company, therefore, assumes no responsibility for any damage which may be resulted erroneous or inappropriate use of information contained in this document.

Further, as the contents are subject to change without any prior notice, please feel free to contact us for updated information.

2014 年 4 月

Contact Information

〒562-0035 大阪府箕面市船場東 1 丁目 8 番 16 号

TEL : 072-730-8581（代表） FAX: 072-730-8561

1-8-16 Senbahigashi, Minoh-city, Osaka JAPAN

TEL: +81-72-730-8581 FAX: +81-72-730-8561