

高濃度オゾンガスを用いた微小漏洩検知の検討

齊藤 勝美*

Katumi Saito

高濃度のオゾンガスを用いることで、フロンガス漏洩試験やヘリウムガス漏洩試験に準ずる高速で高精度なオゾン漏洩検知システムの検討を行っている。本システムは、被検査体に高濃度のオゾンガスを封入し、検知容器内に設置後に検知容器内の平均オゾンガス濃度を監視するもので、検知容器内のオゾンガス濃度変化に及ぼす影響因子を検討し、オゾンガス濃度変化より漏洩量をほぼ推定できることを確認した。なお、オゾンガスの大気中のバックグラウンドが 1.0×10^{-2} ppm(10 ppb)とヘリウムガスの5.24 ppmに比べてもはるかに低く、大気中においても高精度の漏洩検知できる特長がある。

キーワード：オゾン、漏れ、漏洩試験、検査装置、加圧試験、水没試験

1. はじめに

当社では、オゾンガスを漏洩検知に活用することを提案し、水没試験に変わる乾式の漏洩検知システムを開発し、報告している⁽¹⁾⁽²⁾。このときのシステム構成は、ドラム缶などの品質管理に要求される $\phi 60 \sim \phi 100 \mu\text{m}$ 程度のきずからの漏洩を確実に検知する目的より、700 ppm程度の比較的濃度の普及型オゾン発生装置を用いている。また水を用いない乾式の漏洩検知システムであり、水の乾燥などの後工程の省略などが期待された。

一方、近年品質に対する要求がますます厳しくなると共に、激化する国際競争に対抗するためのコスト低減の要望もますます高くなっている。また、地球温暖化防止のための、フロンガス抑制や資源の再利用が求められてきている。

このため、高濃度のオゾンガスを用いることで、

フロンガス漏洩試験やヘリウムガス漏洩試験に準ずる高速で高精度なオゾン漏洩検知システムの開発を行っている。本システムは、大気を取り込んで、一時的に高濃度のオゾンガスを発生させ、使用後のオゾンガスは回収して、低濃度化して大気に戻すシステムであり、原則的に不要な廃棄物を発生せずに地球環境に優しいシステムである。あわせて、維持管理費の低減が期待される。

2. オゾン漏洩検知システム

ドラム缶用に開発したオゾン漏洩検知システムは、図1に概念を示すように、あらかじめ内部にオゾンガスを封入したドラム缶を検知容器内に設置し、被検査体内外の圧力差をつけるために、検知容器の圧力を所定の圧力まで減圧させる。容器の下部に設けた吸引口より容器内空気を吸引すると共に、吸引されたガスを容器の上部から再び容

* 技術研究所

器内に排出させ、ガスを循環させる。吸引口近傍に配置したオゾンセンサで吸引中のガスのオゾンガス濃度を監視し、漏洩を検知するものである。

すなわち、漏洩したガスは、吸引されるガスの流路に乗って吸引口に運ばれ、オゾンセンサで検知される。このときに、吸引されるガス濃度がオゾンセンサの検知能力に達すると漏洩を検知したことになる。

ガスセンサの検知能力は、単にセンサの持つ検知能力以外にも、雰囲気ガスに存在するバックグラウンドとしてのガス濃度にも影響される。例えば、ヘリウムガスの場合、大気中のヘリウムガス濃度は5.24 ppm程度あり、ヘリウムガスを用いた漏洩検知を大気中で行うには、センサ周辺のヘリウムガス濃度が5.24 ppmを超える高い濃度に達する必要がある。このため、ヘリウムガスを用いて微小漏洩を検知する場合には、真空中で行い、ヘリウムガスのバックグラウンドを極力低く保つ必要がある。

一方、オゾンガスの大気中のバックグラウンドは、 1.0×10^{-2} ppm (10 ppb) とヘリウムガスに比べてもはるかに低く、 3.0×10^{-2} ppm (30 ppb) 程度のオゾンガス濃度を十分に検知する能力がある。従って、大気中においても微小漏洩を検知する能力を十分に持っていると考えられる。

図1に示した、漏洩検知システムは、ドラム缶などの大型容器を対象にしており、被検査物を納入する容器も大型となっている。 $\phi 60 \sim 100 \mu\text{m}$ 程度のきずからの比較的大きな漏洩を、循環するガスの初期段階で検知するように設計されている。初期の段階で漏洩を検知するには、循環するガスの流量を比較的小さくして、循環するガスの濃度を高めるようにしている。

本システムを、更に微小な漏洩の被検査物に適用しようとする、初期の循環ガスのオゾンガス濃度がセンサの検知限界に達せず、結果として容器内の平均オゾンガス濃度が、オゾンセンサの検

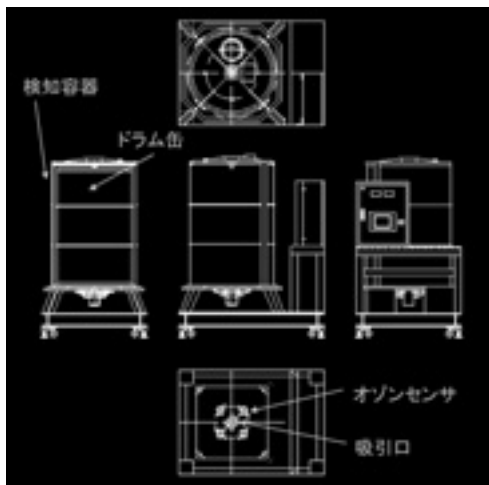


図1 ドラム缶用オゾン漏洩検知システムの概要

知限界に達するまで検知できない恐れがある。比較的大型の容器を用い、循環ガス流量を小さくしている本システムでは、全体のガス濃度が上がり、検知するまでに極めて長時間を要する恐れがある。

このため、微小漏洩を短時間で検知する目的に対して、新たなシステムを検討する必要がある。この目的に対しては、微小きずからの漏洩するオゾンガスの濃度を高くするために、被検査体内のオゾンガス濃度を高めることや、被検査物の内部圧力を高くすることなどが必要であり、また容器内の平均濃度をより迅速に高くするには、被検査体を挿入後の容器内容量を極力小さくし、かつ循環流量を増大して、より迅速にガス濃度を均一化する必要がある。

被検査体から漏洩する漏洩量は次式によって定義される。

$$Q = P_0 \frac{\Delta V_l}{\Delta t} \dots\dots\dots (1)$$

ここで、

- P_0 : 外界圧力
- $\frac{\Delta V_l}{\Delta t}$: 時間 Δt の間に漏洩した圧力 P_0 の下での気体体積

被検査体からの漏洩量が Q 、検知容器内のオゾンガス濃度変化量を $\frac{\Delta\alpha_x}{\Delta t}$ のとき、理論式(2)の関係がある。

$$\frac{\Delta\alpha_x}{\Delta t} = \frac{Q \cdot \alpha_G}{P_1 \cdot V_V} \dots\dots\dots (2)$$

ここで、

P_1 : 検知容器内圧力

V_V : 検知容器の内容積

(被検査体の体積を除く)

α_G : 被検査体内オゾンガス濃度

α_x : 検知容器内オゾンガス濃度

$\frac{\Delta\alpha_x}{\Delta t}$: 時間 Δt の間の検知容器内オゾンガス濃度変化率

なお、ここでは、系は全体として温度平衡状態にあり、漏洩した気体の拡散は十分に速く、外容器内に漏洩した気体による外容器内の圧力変化は、初期圧力に対して十分に小さいと仮定している。また、これより、オゾンガス濃度の変化量を高くして、オゾンセンサの検知限界に早く到達させるには、被検査体内に封入するオゾンガス濃度を高くすることや、検知容器の内容積を小さくすることが重要であることがわかる。一方、検知容器内圧力を減圧することも、検知容器内のオゾン濃度変化率を高めるには有効であるが、検知容器内のオゾン分子数は変化しないので、検知に至る時間の短縮に有効であるとは一概には言えない。

(2) 式を変形して、未知量である漏洩量 Q は次式で与えられる。

$$Q = P_1 \frac{V_V}{\alpha_G} \frac{\Delta\alpha_x}{\Delta t} \dots\dots\dots (3)$$

すなわち、検知容器内の平均オゾンガス濃度の変化を求めることで、漏洩量を推定できることを示唆している。

3. 試験及び検討

図2に試験に用いた装置の概要を示している。検知容器は内径560 mm ϕ で高さ225 mmの内容積0.056 m³の容器である。被検査体には、周囲に曲率を持つ円筒状の試験体を用い、円筒の両端面にフランジを設けて内部を加圧できるようにした。被検査体を入れた後の検知容器の内容積は、約0.043 m³である。

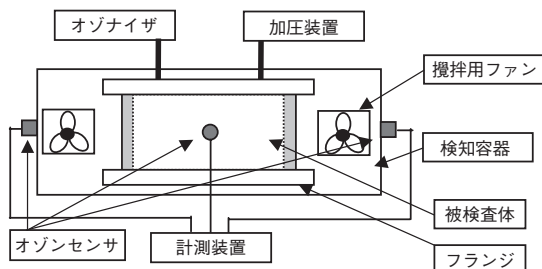


図2 試験装置の概念図

被検査体の内周面には、等間隔に4個のオゾンセンサを取り付けた。また、容器内のオゾンガス濃度の均一化を促進させるために、2個のファンを取り付けて、内部のガスを攪拌させた。

試験は、円筒状の試験体の両側にフランジを取り付けてシールした後に、検知容器内に密封した。このとき、外部から被検査体内のガス雰囲気を整えられるようにし、内部を真空中に排気した後に、10,000 ppmの高濃度オゾンガスを0.1 MPa(1気圧)になるように封入した。さらに大気を用いて、被検査体内部のガス圧が0.4 MPa(4気圧)になるまで加圧した。従って、被検査体内のオゾン濃度は2,500 ppmで0.4 MPa(4気圧)の雰囲気になった。その後ファンを回しながら、4個のオゾンセンサによりオゾンガス濃度の変化を監視した。試験の実施状況を図3に示す。

なお、被検査体としては、漏洩量の異なるきずを持つA、Bの2つの被検査体を用いた。あらか

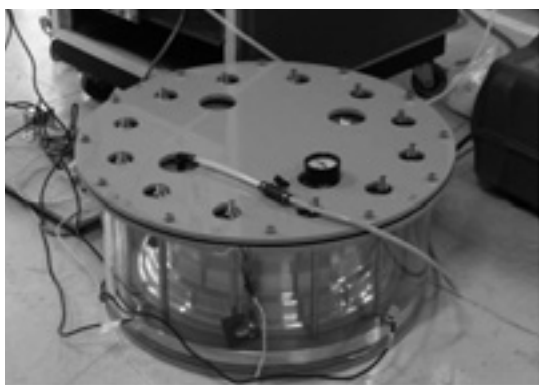


図3 試験実施状況

はじめ、被検査体の漏洩量を水没試験により求めた。このとき、オゾン漏洩試験結果と比較検討するために、あらかじめ被検査体内の圧力を0.4 MPa（4気圧）に加圧し、その後水中に被検査体を入れるとともに、発生する気泡を30分間収集して量を測定し、漏洩量を求めた。試験の結果、被検査体Aの漏洩量は $1.1 \times 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$.（6.3 cc/min.）であり、Bの被検査体の漏洩量は $0.35 \times 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$.（2.1 cc/min.）であった。

オゾン漏洩試験の結果を図4および図5に示す。それぞれ、検知容器の等間隔に設置された4つのオゾンセンサで検知されたオゾンガス濃度の変化を示している。また、図中には太線で4つのオゾ

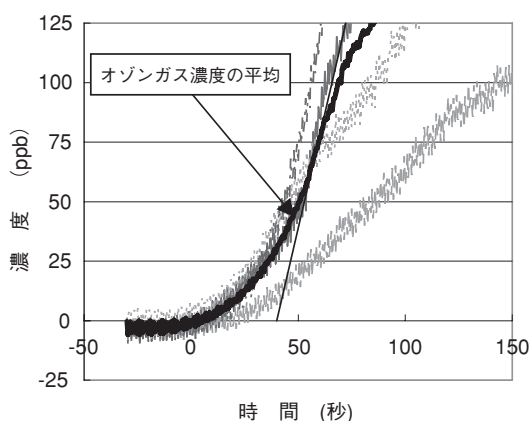


図4 被検査体A（水没試験による漏洩量 $1.1 \times 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$.）のオゾン漏洩試験結果

ンセンサでの濃度の平均値をも示している。

4つのオゾンセンサのいずれかが30 ppbのオゾンガス濃度を検知した時点をも、漏洩検知時間とすれば、被検査体Aでは、内部ガス加圧を完了しての試験開始後の約30秒で漏洩を検知できたことになる。また、被検査体Bでは、約40秒であった。この検知時間は、検知容器の容量を小さくし、オゾンガス濃度や内部圧力を大きくすることで短縮は可能であり、水没試験で漏洩を監視する時間に近い検知時間を確保できると考えられる。すなわち、最適の漏洩試験条件を設定し、必要に応じて複数の検知容器を並列で設けることで、量産品に対する対応が可能であると考えられる。

オゾンガス濃度の変化率の最大（図中の実線の勾配）より、(3)式を用いて、漏洩量を求めた。得られた結果を、水没試験結果と比較して表1にまとめた。オゾン漏洩試験によって得られた値は、やや小さめの値ではあるが、ほぼ妥当な結果といえる。なお、水没試験よりもオゾン漏洩試験による測定値の方が小さく測定した理由の一つとして、半導体式のオゾンセンサを用いており、オゾンガス濃度が高くなると計測値は飽和する傾向にあることが挙げられる。

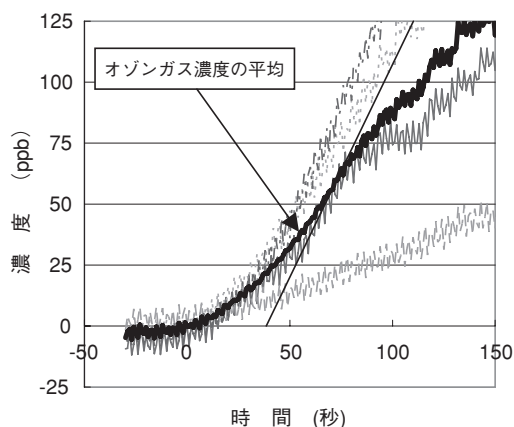


図5 被検査体B（水没試験による漏洩量 $0.35 \times 10^{-2} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$.）のオゾン漏洩試験結果

表1 オゾン漏洩検知システムで求めた漏洩量と
水没試験で求めた漏洩量の比較

試験方法	漏洩量 Pa・m ³ /sec. (cc/min.)	
	被検査体 A	被検査体 B
水没試験	1.1×10 ⁻² (6.3)	0.35×10 ⁻² (2.1)
オゾン漏洩試験	0.70×10 ⁻² (4.0)	0.30×10 ⁻² (1.8)

4. まとめ

高濃度オゾンガスを用いて、微小漏洩を検知するためのオゾン漏洩検知システムを検討した。この結果、ヘリウムガス漏洩検知やフロンガス漏洩検知にも匹敵する微小漏洩検知システムの構築が可能であると考えられる。特に、オゾンガスのバックグラウンドが 1.0×10^{-2} ppm (10 ppb) とヘリウムガスの5.24 ppmに比べてもはるかに低く、検知容器内雰囲気を減圧することなく、大気中で微小漏洩を検知できると考えられた。また、検知容器内のオゾンガス濃度の変化率より、ほぼ漏洩ガス量が予測でき、定量化が可能であることもわかった。

現在、高濃度のオゾンガスを大量に発生させるには、多数のオゾナイザーを用いる必要があり、価格も割高の感もあるが、一時的に大気よりオゾンガスを発生させ、再び大気に循環する本漏洩検知システムは、原則廃棄物を生じないシステムで、地球環境にやさしく、また装置の維持費の低減を図ることも可能と考えられる。

「正確な検査・計測サービスを広く社会に提供し、安全な社会の建設・維持に貢献できるよう、自らの検査・計測技術の向上に努めることに加えて、検査・計測に関する理論研究、新たな装置の開発などを通じての検査・計測業界ひいては社会に貢献する。」のことを経営理念とする当社にとって相応しい課題であり、今後も開発を進めてい

く所存である。

参考文献

- (1) 熱田、原田、野村、斉藤：オゾン漏洩検査装置の開発、平成16年秋季大会講演概要集 P.103 (日本非破壊検査協会)
- (2) 斉藤、原田、野村、熱田：オゾン漏洩検査装置の適用、平成17年春季大会講演概要集 P.167 (日本非破壊検査協会)



技術研究所
斉藤 勝美

TEL. 045-759-2927
FAX. 045-759-2155