

# ニチアス 技術時報

# No. 403

2023年 4号

## CONTENTS

### 【寄稿】

液体水素実験施設の構築と最近の研究成果

### 【製品紹介】

金属キャスク用金属ガスケット  
TOMBO™ No.NU1855「ナフシル®」

### 【共同研究】

繊維系防音材の吸音特性に関する温度依存性を  
考慮した繊維度の最適設計に関する研究

### 【技術レポート】

「断つ・保つ」® 技術を支える分析  
～ ニチアスの保有する分析技術の概要 ～

## 目次

### 【寄稿】

- ◆液体水素実験施設の構築と最近の研究成果 ..... 1  
神戸大学大学院海事科学研究科 教授 武田 実

### 【製品紹介】

- ◆金属キャスク用金属ガスケット  
TOMBO™ No.NU1855 「ナフシル®」 ..... 6  
工業製品事業本部 配管・機器部品技術開発部

### 【共同研究】

- ◆繊維系防音材の吸音特性に関する温度依存性を考慮した繊維度の最適設計に関する研究 ..... 11  
日本大学 生産工学部 数理情報工学科 特任教授 見坐地一人

### 【技術レポート】

- ◆「断つ・保つ」® 技術を支える分析  
～ニチアスの保有する分析技術の概要～ ..... 16  
研究開発本部 分析解析室

### 【トピックス】

- ◆COMNEXT（第1回 [次世代] 通信技術 & ソリューション展）に出展 ..... 20

送り先ご住所の変更，送付の停止などにつきましては，下に記載のフォームよりご連絡ください。  
なおその際は，宛て名シールに記載されている7桁のお客さま番号を必ずお知らせくださいますよう，お願いいたします。

〈技術時報定期購読の宛先変更・停止 申し込みフォーム〉



ニチアス 技術時報 宛先

検索

本誌の内容は当社のホームページでもご紹介しております。  
<https://www.nichias.co.jp/>

〈連絡先および本誌に関するお問い合わせ先〉

ニチアス株式会社 経営企画部広報課

TEL：03-4413-1194

FAX：03-3552-6149

E-mail：info@nichias.co.jp

# 液体水素実験施設の構築と最近の研究成果

神戸大学大学院海事科学研究科 教授 武田 実

カーボンニュートラルへの意識の高まりに伴い、水素エネルギーへの関心が高まっています。当社においても関連する技術として、水素関連技術の研究開発を開始しています。今回、神戸大学武田教授に専門分野での研究成果についてご執筆いただきました。

なお、本稿は公益社団法人 低温工学・超電導学会より発行された低温工学（2020年55巻1号）にて掲載の“水素エネルギー海上輸送のための基盤技術の研究開発－液体水素実験施設の構築－”をもとに執筆されたものです。

## 1. はじめに

カーボンニュートラル社会構築およびエネルギーセキュリティ確保の観点から、国際的な水素サプライチェーンの開発を目指して、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）は、効率的な水素の輸送・貯蔵を可能とするエネルギーキャリア（液体水素、有機ヒドライド、アンモニア）の技術開発を開始した。これは海外の未利用エネルギーを活用して、水素を製造・貯蔵し、海上輸送を通じて日本国内で大規模に水素エネルギーを利用するものである。特に、CO<sub>2</sub>フリー水素製造および高効率大規模輸送の観点から、オーストラリアの褐炭（石炭の一種、水分を多く含む）をガス化することにより水素を製造し、液体水素（LH<sub>2</sub>：沸点20K）の状態、液化天然ガス（LNG：沸点111K）と同様に海上輸送する技術開発プロジェクトが脚光を浴びている。

一方、筆者らの研究室では、神戸大学深江キャンパス内の極低温実験棟において液体ヘリウム（LHe：沸点4.2K）を用いた超伝導応用（超伝導電磁推進船、海流MHD発電など）に関する研究を行うとともに、水素エネルギー海上輸送基盤技術の開発を目指し、2004年頃から、岩谷瓦斯株お

よび国立研究開発法人物質・材料研究機構（NIMS）などとの共同研究として、液体水素用超伝導液面計に関する基礎研究を始めていた。液体水素用の特殊実験施設は、国立研究開発法人宇宙航空研究開発機構（JAXA）および一般財団法人日本自動車研究所（JARI）などを除いて、国内には無かったため、筆者らは約4年の歳月を要して、深江キャンパス内に液体水素実験施設（以後、学内呼称である「水素実験棟」と略す）を構築した。本稿では、高圧ガス保安対策、液体水素実験装置、設備配置、安全・防爆対策などを含めて、水素実験棟設置の経緯とその概要、および最近の研究成果の概要について述べる。

## 2. 水素実験棟設置の経緯

2011年頃より、水素実験棟設置に向けて資料・情報収集および高圧ガス担当部署の兵庫県企画県民部災害対策局産業保安課（以後、兵庫県産業保安課と略す。現在は神戸市消防局が担当している）との相談を開始した。

1回目の相談は、2011年7月に行った。別の研究で使用されていた古い実験棟（原子炉熱流動実験棟）を改修整備して、液体水素専用の実験施設

「水素実験棟」を構築する旨相談した。設計・製作した液体水素実験装置（LH<sub>2</sub>槽内容積20L，設計圧力0.5MPaG）を用いて，水素実験棟にて実験を行うにあたり，高圧ガス保安対策・必要書類・手続きなどについて照会したところ，本装置を用いた実験は，中型LH<sub>2</sub>タンクにて業者から購入したLH<sub>2</sub>を移送して行われるが，処理量ゼロの製造行為とみなされることがわかった。その後3回の相談を繰り返し，2014年2月に高圧ガス（水素）の製造が許可（兵庫県指令産保第20-G161号）された。この設備は液化水素製造施設であり，1日の処理量は0.0Nm<sup>3</sup>/dayである。

そして，2015年3月に神戸大学大学院海事科学研究科高圧ガス危害予防規程，同高圧ガス保安教育計画，同南海トラフ地震に係る防災対策に関する内規を施行した。最終的に，2015年6月に水素ガス放出配管の取付け，チェーンブロック（1ton，手動）2台の取付けなどを終了し，水素実験棟が完成した。水素実験棟設置の経緯の詳細は，こちらの文献<sup>1)</sup>に記載されている。

### 3. 水素実験棟の概要

#### 3.1 液体水素実験上の注意

LH<sub>2</sub>を取扱う実験では，LN<sub>2</sub>やLHeと同様に極低温液化ガスとして，慎重に取扱わなければならない。特に，蒸発した水素ガスは可燃性ガスであり，燃焼・爆発・爆轟の危険性がある。室温・大気圧下での空気中における水素の爆発範囲は広く，4～75vol%であることが知られている。従って，ガスの漏洩に対して細心の注意を払わなければならない。水素の物理・化学的特徴を含めて，主なものを以下にまとめる。

- (1) 水素ガスは，無色・透明である。
- (2) 室温で水素ガスは空気より軽く，上昇する。
- (3) 水素ガスに毒性はないが，充満すると酸素濃度が下がるので窒息の原因となる。
- (4) 空気中での点火エネルギーは非常に小さく，ガソリン-空気混合物の約1/10である。
- (5) 水素の焰は，無色である。
- (6) LH<sub>2</sub>は，無色・透明である。

(7) LH<sub>2</sub>の密度は，水の約1/14である。

これらの特徴および安全に対する基本原則（「適切な排気」，「漏洩の防止」，「着火源の排除」）を考慮した上で，安全にLH<sub>2</sub>実験を遂行するための注意事項を以下に示す。ここでは，兵庫県産業保安課から指導された保安技術内容も含める。

- (1) 実験装置から水素ガスが漏れないように，気密性を上げる。
- (2) 実験室内の水素濃度をモニターする。
- (3) 実験室内の換気をよくする。
- (4) 建物の屋上から安全に水素ガスを放出する。
- (5) 水素を真空ポンプで排気する場合，そのアウトガスを安全に室外へ放出する。
- (6) 実験室内で電気・火気を使用しない。
- (7) 静電気の帯電に伴う火花の発生を防ぐために，アースラインを設ける。

#### 3.2 設備配置および液体水素実験装置

深江キャンパスにおける水素実験棟の外観写真を図1に示す。水素実験棟の正面扉（横開き）には，「水素実験棟」と「液化水素実験用クライオスタット置場（火気厳禁）」（朱書き）のプレートが貼られている。また，写真右側に見えるのは，水素ガス放出ラインと真空ポンプ小屋である。

図2に水素実験棟におけるLH<sub>2</sub>実験装置などのレイアウト図を示す。水素実験棟には，実験室，測定室，水素ガス放出ライン，真空排気ライン，保安・防爆機器，LH<sub>2</sub>実験装置などが設置されている。実験室と測定室の間は，網入りの強化ガラ



図1 水素実験棟の写真



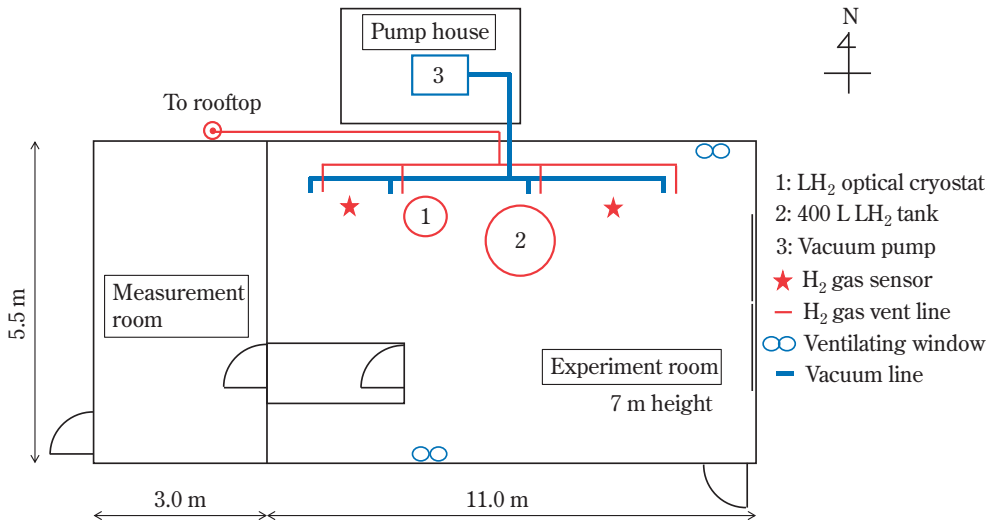


図2 水素実験棟のレイアウト図

スで隔てられ、二重扉から行き来できる。なお、計測用配線は、実験室のピットおよび測定室の壁下穴を通してしている。

水素ガス放出ライン (SUS304, 40A: 外径 48.6mm) は、屋根より1m高い所に設置された水素逆火防止装置 (PROTEGO, LH/AD型) に繋がっている。これは、落雷による着火事故を防ぐためである。また、真空排気ライン (SUS304, 50A: 外径 60.5mm および 80A: 外径 89.1mm) は、水素実験棟横の真空ポンプ小屋内にある大型真空ポンプ (大亜真空, KRP-1500) に繋がっている。

LH<sub>2</sub>実験装置 (光学クライオスタット) の詳細図を図3に示す。本装置は、観測窓 (低温部有効

直径 60mm, 室温部有効直径 80mm) 5個を有した光学クライオスタット<sup>2)</sup>であり、断熱真空槽、LN<sub>2</sub>槽 (15L)、LH<sub>2</sub>槽 (20L) で構成されている。LN<sub>2</sub>槽より下には、77Kアルミシールドが取付けられており、LH<sub>2</sub>槽を取囲む形状になっている。このクライオスタットの主な材質はSUS304であり、高さは1327mm、外径は350mmである。観測窓の材質はテンパックス強化ガラスであり、その厚みは低温部が8mm、室温部が10mmである。この観測窓を圧力および真空タイトにするために、低温部はインジウム線を、また室温部はO-リングを用いてボルトで締め付けている。これによりLH<sub>2</sub>槽は、0.5MPaG (設計圧力) まで耐えられる。

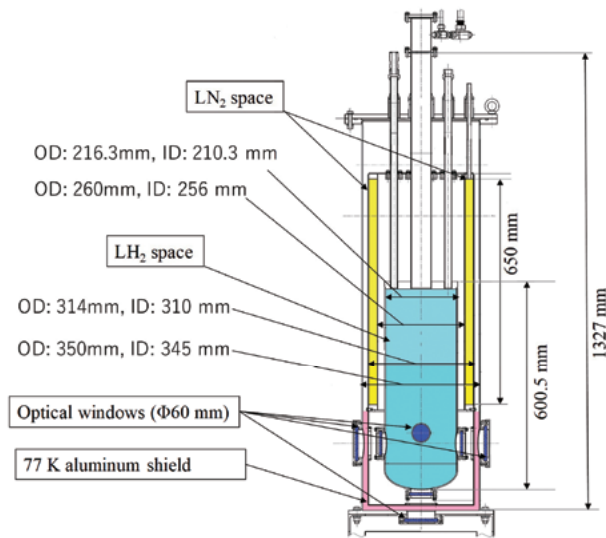


図3 光学クライオスタットの詳細図

### 3.3 安全対策

実験室の上部2か所には、水素ガス検知警報装置の拡散式ガス検知部 (新コスモス電機, KD-5A-N) が設置されている。検知部から、測定室にある指示警報器 (新コスモス電機, NV-100H) へ信号が送られ、水素濃度が200ppmを超えると警報が鳴る仕組みになっている。この警報装置は、実験室内の水素濃度を常時モニターしている。なお、ハンディータイプの水素ガス検知器 (新コスモス電機, XP-316) も併用している。実験室には防爆型換気扇がないため、LH<sub>2</sub>実験の際は、実験室の換気用窓を開けて対応している。2か所ある水素実験棟の入口には、アースハンドルが取付け

られている。また、実験室内にもアース端子が取り付けられている。

## 4. 研究成果の概要

### 4.1 液体水素用超伝導液面計に関する研究

貯蔵効率の高いLH<sub>2</sub>を海上輸送するための基盤技術のひとつとして、電気抵抗式の超伝導MgB<sub>2</sub>（二ホウ化マグネシウム）液面センサーの研究を行っている。この液面センサーは、LHe用超伝導NbTi（ニオブチタン）液面センサーと同様に、液体中（電気抵抗ゼロ）と気体中（電気抵抗発生）における熱伝達の違いを応用している。ただし、従来の超伝導液面センサーは、測定電流（励起電流）に伴うジュール発熱を利用した内部加熱型（自己加熱型）であるのに対して、筆者らの液面センサーは、その周りにヒーター線を巻いた外部加熱型を採用している。これにより、蒸発ガスによる液面センサーの冷却を防ぎ、高精度・高応答性を有するLH<sub>2</sub>用MgB<sub>2</sub>液面センサーを実現できるからである。図4は、LH<sub>2</sub>用MgB<sub>2</sub>液面センサーの液面検知特性の一例である。図中の青線と赤線は、それぞれ外部加熱に使用するヒーターの入力値が6Wと9Wのときの結果を示しており、どちらも直線性は良好であった。現在、LH<sub>2</sub>用MgB<sub>2</sub>液面センサーの長尺化に関する研究開発<sup>3)</sup>を推進している。

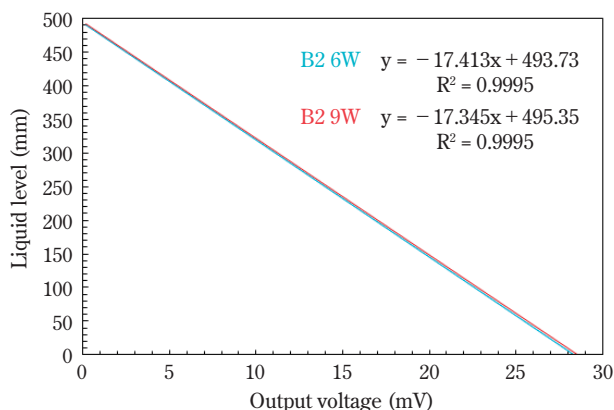


図4 LH<sub>2</sub>用MgB<sub>2</sub>液面センサーの液面検知特性

### 4.2 液体水素のスロッシングに関する研究

高速度カメラを用いて、上述の液面センサーの優れた動的液面検知特性などを明らかにすると

もに、2000L LH<sub>2</sub>タンク内部のスロッシング（液面揺動）に関するシミュレーションおよびトラック走行試験を行った。また、液面センサーを複数用いた3Dスロッシング計測にも成功した。

LH<sub>2</sub>の海上輸送に関する実測データを得るために、海事科学研究科附属練習船「深江丸」によるLH<sub>2</sub>海上輸送実験を行った<sup>2,4)</sup>。上述のクライオスタットに500mm長の液面センサー5本を挿入し、大阪湾航海中においてクライオスタット内部の温度・圧力・液面、および船体動揺・加速度等の同時計測に成功した。また、外洋における実測データの取得にも成功した。

### 4.3 GFRP管のヤング率測定に関する研究

LH<sub>2</sub>の海上輸送に関連して、陸上タンクから海上輸送タンクへ、または海上輸送タンクから陸上タンクへLH<sub>2</sub>を荷役する技術の研究開発が求められている。中でも荷役時に必要な安全かつ高精度なLH<sub>2</sub>用流量計は、まだ開発されていない。そこで筆者らは、新たな流量計として、ヘリカル型LH<sub>2</sub>用流量計を考案した。この流量計は、配管（GFRP管）とヘリカル型仕切り板とひずみゲージで構成されている。ヘリカル流を通す配管の表面にひずみゲージを取付け、流れに伴う管内の圧力変化により生じる配管のひずみを検知すれば、その大きさから流量を算出することができる。この流量計を開発するためには、配管材料の低温下における力学的特性（ヤング率）を調べることが重要である。現在、図5に示す低温加圧実験装置を用いて、GFRP管のヤング率のデータを取得中である。

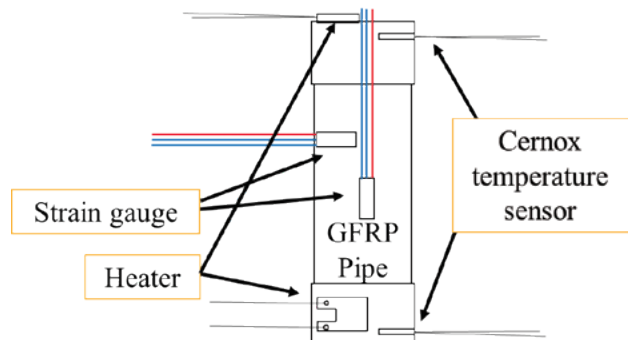


図5 低温加圧実験装置の概略図

## 5. おわりに

本稿は、水素エネルギー海上輸送基盤技術の開発を目指して、神戸大学深江キャンパス内に構築した水素実験棟設置の経緯とその概要、および最近の研究成果の概要について述べた。水素エネルギーの大規模利用が将来的に本格化しようとする中、本稿が今後LH<sub>2</sub>実験を計画するニチアス(株)をはじめ水素エネルギー分野の関係者のお役に立てば幸いである。

### 謝辞

これらの研究の一部は、兵庫県COEプログラム推進事業補助金、日本郵船・ハイエルダール記念事業助成金、造船学術研究推進機構助成金、関西エネルギー・リサイクル科学研究振興財団研究助成金、科学研究費補助金の助成を受けて行われました。

## 参考文献

- 1) 武田 実, 前川一真: 水素エネルギー海上輸送のための基盤技術の研究開発 - 液体水素実験施設の構築 -, 低温工学 55, 1, pp.14-21 (2020).
- 2) K. Maekawa, M. Takeda, Y. Miyake and H. Kumakura: Sloshing Measurements inside a Liquid Hydrogen Tank with External-Heating-Type MgB<sub>2</sub> Level Sensors during Marine Transportation by the Training Ship Fukae-Marun, Sensors, 18, 3694 (2018).
- 3) 福本祥一, 高田芳宏, 武田 実, 前川一真, 熊倉浩明: 液体水素液面センサー用長尺MgB<sub>2</sub>線材の作製とその評価, 低温工学 57, 1, pp.39-45 (2022).
- 4) K. Maekawa, M. Takeda, T. Hamaura, K. Suzuki, Y. Miyake, Y. Matsuno, S. Fujikawa and H. Kumakura: First experiment on liquid hydrogen transportation by ship inside Osaka bay, Materials Science and Engineering, 278, 012066 (2017).

## 筆者紹介



### 武田 実

神戸大学大学院海事科学研究科  
超伝導応用および極低温流体に関する研究に従事  
博士(理学)  
低温工学・超電導学会会員, 応用物理学会会員など



極低温から超高温にいたる領域で、  
独自技術を駆使したエンジニアリング  
サービスを提供しています。

### プラント向け各種工事

- 断熱(保温・保冷)工事
- 耐火工事
- 電気ヒータレース工事
- 防音工事

### 省エネ対策提案 Thermofit™

### 保温メンテナンス工事 増し保温®工法

### シール材販売

#### 各種ガスケット

- NAジョイントシート など

#### 各種グランドパッキン

- ナフロン®ファイバーパッキン-T など

### ガスケットソリューションサービス

- ガスケットLab™
- GASKET工房™
- ガスケットNAVI™
- BT Master™

※®が付されている名称はニチアス(株)の登録商標です。  
※TMが付されている名称はニチアス(株)の商標です。





# 金属キャスク用金属ガスケット

## TOMBO™ No.NU1855 「ナフシル®」

工業製品事業本部 配管・機器部品技術開発部

### 1. はじめに

わが国はエネルギー資源に乏しく、原子力発電所から発生する使用済燃料を再処理して有効活用する原子燃料サイクルの推進を基本方針としています。使用済燃料は再処理するまでの間、資源として中間貯蔵する必要があり、日本では乾式貯蔵で輸送・貯蔵兼用の金属キャスクが使用されています。金属キャスクとは、燃料プールから引き揚げた使用済燃料を収納して輸送・貯蔵する容器です。

金属キャスクの放射性物質の閉じ込め境界に使用される金属ガスケットは、今までは海外製が使用されていましたが、ニチアスでは金属ガスケット TOMBO™ No.NU1855 ナフシル®（以下、ナフシル）を開発し、国産化しました。

本稿ではナフシルの主な特長についてご紹介いたします（図1）。



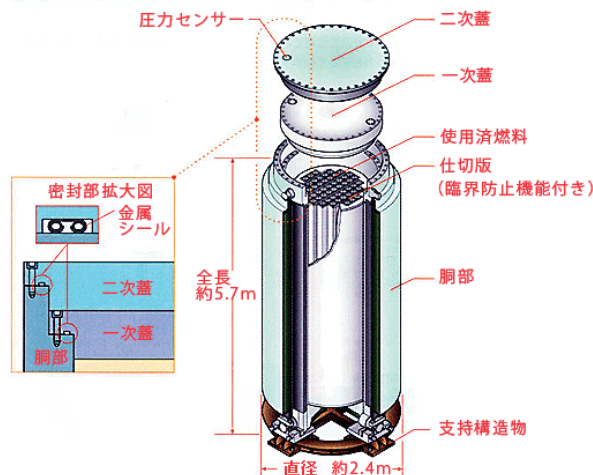
図1 NU1855 「ナフシル®」

### 2. 金属キャスク用金属ガスケットに求められる性能

原子力発電の使用済燃料を貯蔵する金属キャスクの蓋の密封境界部は、金属ガスケット、蓋、ボルトおよび本体胴フランジで構成され、蓋と本体胴フランジの間に設置した金属ガスケットをボルトで締め付けることにより、密封境界部の密封性能を確保しています（図2）。なお、図2の金属シールは金属ガスケットと同意です。

使用済燃料は、金属キャスクに装荷されたのち、最長で60年間金属キャスク内で乾式貯蔵されます。また原子力発電所から中間貯蔵施設への輸送等における落下などの事故発生時においても、金属キャスクには放射性物質の閉じ込め機能が維持されることが求められます。

そのため、金属キャスクに使用される金属ガスケットには、主に次の性能が要求されます<sup>1)</sup>。

図2 乾式貯蔵用 金属キャスク<sup>2)</sup>



①貯蔵期間の60年以上にわたり、金属ガスケットが熱による経年劣化後（貯蔵開始初期100～130℃）も、所定のリークレートを満たすこと。（長期健全性）

②金属キャスク蓋の密封境界部に外力が作用して金属ガスケットとの接触部に一時的な変位が生じて、所定のリークレートが維持されること。（動的横ずれ変位時の漏えい率）

これらの要求に対する適合性は、金属ガスケットの試験体を使用して、日本のさまざまな研究機関で評価されています<sup>3)</sup>。

### 3. シールメカニズム

現在国内で採用されている金属ガスケットは、コイルスプリング+内被+外被の三層構造（図3）となっています。長期においてばね反力の低下の少ない金属（Alloy90）を用いたコイルスプリングの反力を内被で線圧に変換し、さらに線圧により外被を機器フランジのセレーション（旋削加工面の山谷）に食い込ませるシールメカニズム（図4）となっています。金属系のガスケットでありながら、なじみやすく、コイルスプリングの反力により、復元量が比較的に大きいという特長があります。

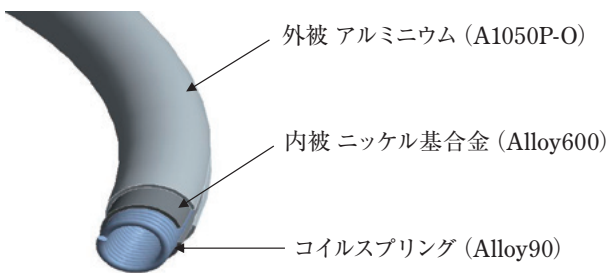


図3 構造・材質

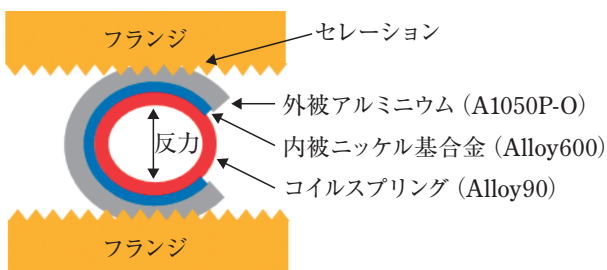


図4 シールメカニズム

## 4. ナフシルのご紹介

ナフシルは、お客さまのご要求仕様により個別に設計する製品です。以下では、本製品の一般的な仕様をご説明します。

### 4.1 構造および形状

密着したコイルスプリングの両端を溶接して輪状にし、内被で被覆した後、外被で被覆した構造です。代表的な形状は図5に示す眼鏡形、図6に示す単線形（つば付き）があります。内被は内向きに被覆した内開きと外向きに被覆した外開きがあります。図5の内リング、外リング、および図6は外開きです。

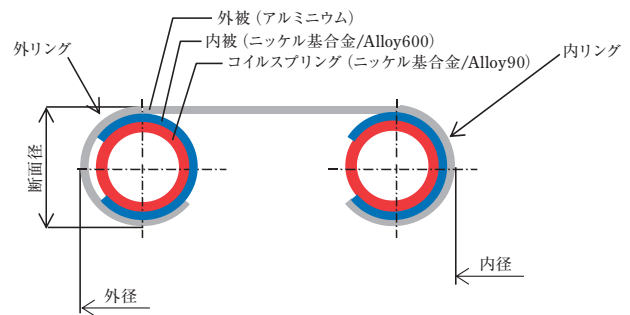


図5 眼鏡形

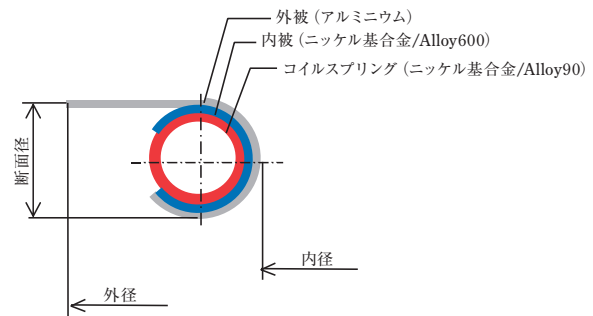


図6 単線形（つば付き）

### 4.2 構成材料

代表的な構成材料は表1のとおりです。

表1 構成材料

コイルスプリング		内被		外被	
材質	種類	材質	種類	材質	種類
ニッケル基合金 / Alloy90	UNS N07090	ニッケル基合金 / Alloy600	UNS N06600	アルミニウム	A1050P-O

### 4.3 製作寸法

代表的な製作寸法は表2のとおりです。

表2 代表的な製作寸法

形状	断面径 (mm)	最小内径 (mm)	最大外径 (mm)
眼鏡形	10.0	1000	2100
	4.0	70	150
単線形	4.0	24	70

#### 4.4 基本性能

##### 4.4.1 シール機能

ナフシルは圧縮することにより圧縮線圧が大きくなりシール開始点 (e0, Y0) に到達します。さらに圧縮して裕度をもたせた点 (e2, Y2) で基本締付量となり、基本締付量となる溝深さで締め切って(メタルタッチ)使用します。この締め切ったときの圧縮線圧を締切線圧とといいます (図7)。

復元させるとシール限界点 (e1, Y1) に到達し、リークします。ここでいうシールとはヘリウム漏れ試験で漏れ量  $1.0 \times 10^{-10} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$  以下を基準としています。うず巻き形ガスケットなどの一般的な管フランジ用ガスケットのリークレートが、 $3.0 \times 10^{-4} \sim 5 \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$  程度であるのと比較して<sup>4)</sup>、ヘリウムリークレートにおいて数十万倍以上の優れたシール特性を示します。

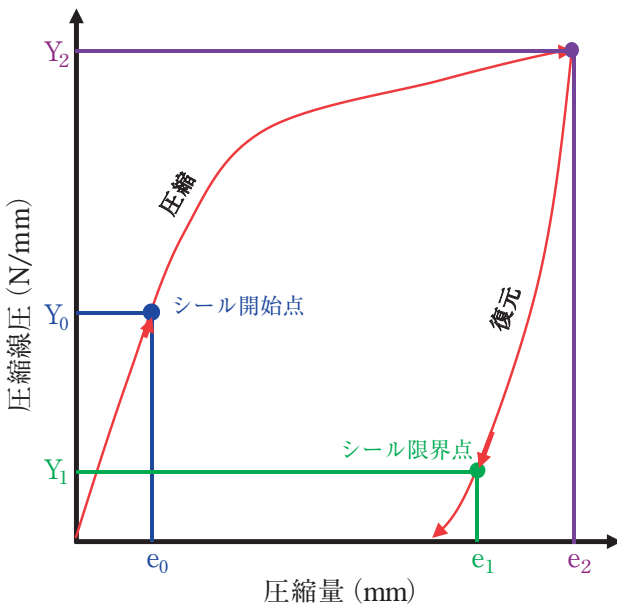


図7 シール機能

##### 4.4.2 使用温度・圧力

ナフシルの使用温度・圧力範囲を表3に示します。

「核燃料物質等の工場又は事業所の外における運搬に関する規則 (第7条四項)」では、金属キャス

クに対して、 $-40^\circ\text{C}$  から  $38^\circ\text{C}$  の範囲で、亀裂、破損等の生じるおそれがないことを要求しています。また、金属キャスクの貯蔵中の最高温度はJNES (独立行政法人原子力安全基盤機構) 殿の報告書<sup>2)</sup> に貯蔵開始初期の  $119^\circ\text{C}$  と記載されています。

ナフシルは、これらの金属キャスクに要求される温度・圧力範囲を満足しています。また、表3の温度・圧力範囲で使用可能なことを検証しています。

表3 使用温度・圧力

使用温度範囲	$-40^\circ\text{C} \sim 200^\circ\text{C}$
使用圧力範囲	F.V. $\sim 2.0\text{MPaG}$

## 5. 基本特性試験データ

代表断面径の推奨溝深さとナフシルの締切線圧を表4に示します。

締切線圧とは、溝深さ(基準)まで締め付けたときの狙いの基準となる締付線圧です。

表4 溝深さと基準締切線圧

断面径 (mm)	基本締付量 e2 (mm)	溝深さ (mm)		基準締切線圧 Y2 (N/mm)
		基準呼び	許容差 ( $\pm$ )	
10.0	1.1	8.9	0.10	350
4.0	0.9	3.1	0.10	230

代表断面径の製品の圧縮復元特性試験結果を、図8 (断面径10.0mm) と図9 (断面径4.0mm) に示します。

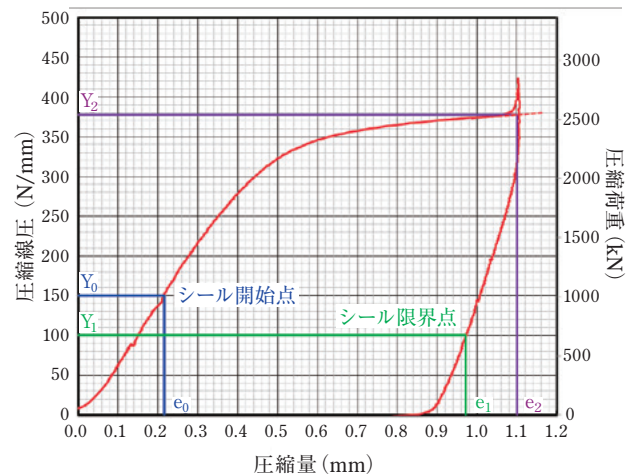


図8 圧縮復元特性試験結果 (眼鏡形二重被覆×断面径10.0mm×内径1040mm×外径1100mm)

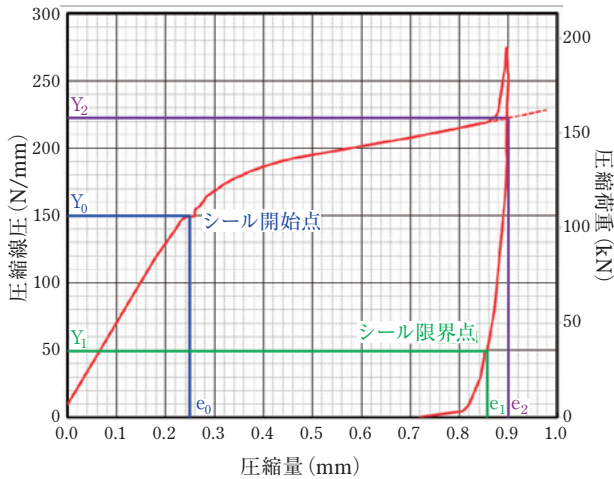


図9 圧縮復元特性試験結果 (眼鏡形二重被覆×断面径4.0mm×内径100mm×外径126mm)

## 6. 要求性能試験データ

2章の金属ガスケットに要求される性能の検証試験を実施しました。金属ガスケットを金属キャスクの蓋を模擬したフランジの溝に装填し、溝に締め切るまで締め込み、加熱による経年劣化を付与した後、キャスクの蓋に衝撃的な横ずれが起きることを想定した変位（動的横ずれ変位）を与え、その変位を付与する前後のヘリウムガスの漏れ量の変化を計測しました。

### 6.1 試験試料

眼鏡形二重被覆

断面径10mm×内径φ250mm×外径φ298mm

(蓋用金属ガスケットの内径・外径のスケールダウンサイズ)

### 6.2 経年劣化条件および横ずれ変位付与方法

加熱による経年劣化の条件は表5に示す条件で、温度・時間換算パラメータ（ラーソン・ミラー・パラメータ（以下、LMP））は、平成15年度JNES殿の報告<sup>2)</sup>に記載されている貯蔵中の使用済燃料から発生する崩壊熱の減衰を考慮した設計上限値（貯蔵初期温度120℃、60年貯蔵後70℃）に相当する値「7375」を採用しました。計算式は下式となります。

$$LMP = T \times (C + \log t)$$

T：絶対温度 (K)， C：材料定数 (= 14)，

t：保持温度 (h)

材料定数Cは、原子力安全基盤機構殿の実証試験で採用されている、14としました。

動的横ずれ変位は図10に示す錘落下式装置を用いて与えました。

表5 経年劣化条件

LMP	加熱温度 (℃)	保持時間 (h)
7375	190	85

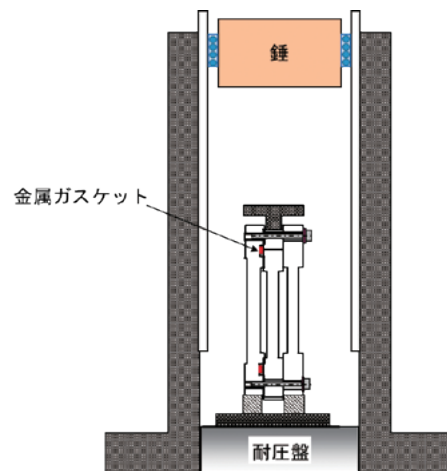
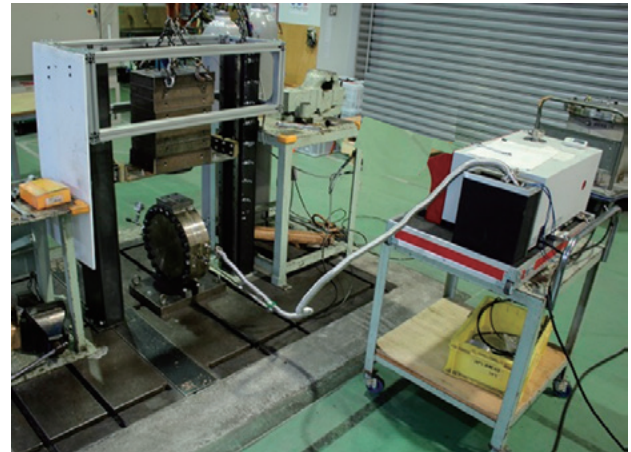


図10 動的横ずれ装置

### 6.3 試験結果

動的横ずれ変位を与えた直後の漏れ量（横ずれ量と漏洩率の関係）を図11に示します。動的横ずれ変位が金属ガスケットの最大ずれ量の3.0mmにおいて基準漏れ量以下であることを確認しました。基準漏れ量とは金属キャスク実機の60年間の使用済み燃料貯蔵における許容漏れ量を当該試験試料の寸法に換算した値です。

ナフシルは、2章で述べた金属キャスクに使用される金属ガスケットに要求される性能を満足することを確認しました。



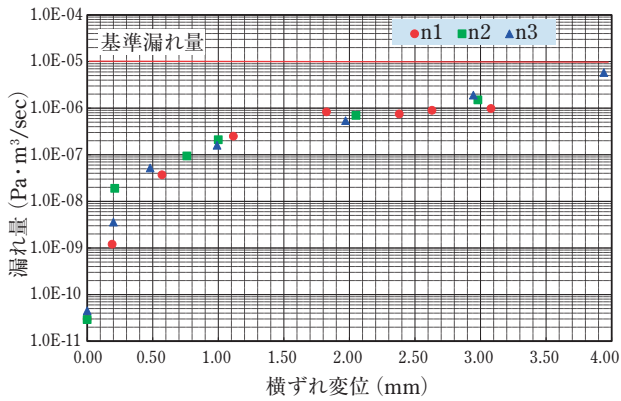


図11 動的横ずれ変位と漏れ量の関係

## 7. ナフシルの品質管理

ナフシルは、ヘリウムガス (0.05MPaG) での漏れ量が  $1.0 \times 10^{-10} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$  以下という優れたシール性能を持つガスケットです。この優れたシール性能の製品を安定してお届けするため、特に厳格な品質管理を実施しています。

材料および製造工程での最高水準のトレーサビリティを確保しています。溶接部は、溶接事業者検査の解釈6.「溶接規格等によらない場合」<sup>5)</sup> に従い、溶接部を溶接事業者検査に準拠した内容で管理しています。

また、製品の出荷にあたっては、内径φ1100mmのナフシルを試験試料として製作し、国内最大級の圧縮試験機 (10MN) (図12) を使用し、特性試験を実施して圧縮特性およびシール性能を確認しています。

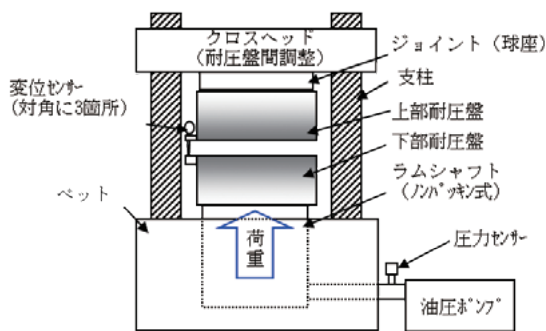


図12 10MN圧縮試験機 (載架台φ1600mm)

## 8. おわりに

本稿では、原子力発電から発生する使用済燃料を輸送・貯蔵する金属キャスクに使用される金属ガスケット TOMBO™ No.NU1855 「ナフシル®」の概要、特長についてご紹介いたしました。

今後もお客さまの安全への取り組みに貢献するよう、安定した品質の製品を供給させていただく所存です。

本製品および金属キャスク関連部材に関するお問い合わせ、ご意見・ご要望がございましたら、工業製品事業本部電力事業推進チームまでお願いいたします。

### 参考文献

- 1) 「ニチアス製キャスク用金属ガスケットの経年劣化評価 報告書」, ニチアス(株) (2013年10月)
- 2) 日本原子力発電(株)ホームページ  
<https://www.japc.co.jp/project/cycle/drycask03.html>
- 3) 「平成15年度金属キャスク貯蔵技術確証試験 報告書1/3」 独立行政法人原子力安全基盤機構 (平成16年6月)
- 4) JIS B 2490-2008 「管フランジ用ガスケットの密封特性試験方法」, 解説7項
- 5) 「核原料物質、核燃料物質及び原子炉の規制に関する法律」 溶接事業者検査 (原子力設備) の解釈 (内規) (平成21・04・28 原院第3号)

\*「ナフシル」は、ニチアス(株)の登録商標です。

\*「TOMBO」は、ニチアス(株)の登録商標または商標です。

\*本稿の測定値は参考値であり、保証値ではございません。





# 繊維系防音材の吸音特性に関する温度依存性を考慮した繊維度の最適設計に関する研究

日本大学 生産工学部 数理情報工学科 特任教授 見坐地 一人

本稿は、当社と日本大学見坐地研究室との共同研究で得られた成果の発展研究に関する内容です。なお、本稿は「2022年度 公益社団法人 自動車技術会 関東支部 学術研究講演会」(2023年3月9日)にて報告された「繊維系防音材の数理モデルを用いた透過音と放射音の最適仕様に関する研究」および参考文献5)、7)に記載の内容をもとに執筆されたものです。

## 1. はじめに

近年、自動車業界において、車外騒音規制と燃費基準の強化<sup>1)</sup>により、静粛性と低燃費化の両立が重要となっている。静粛性と低燃費化を両立する手法の一つとして、エンジンの周りを防音材で囲う技術が挙げられる<sup>2)、3)</sup>。エンジンの周りを囲うことによって、自動車全体の防音材の重量を減らすことができ、燃費の向上も期待できる。エンジンは高温になりやすいため、耐熱性能の高い繊維系防音材を用いられることが想定される。高温状態における防音性能を予測するためには、防音材で用いられる Biot パラメータが温度によってどう変わるかを検討することが重要である。また、温室効果ガスの排出が大きな問題となっており、温室効果ガスの削減を行う取り組みが行われている。日本政府は、国内販売車の電動化について、「2035年までに新車販売で電動車100%を実現する」と表明した<sup>4)</sup>。今後はエンジン車から電気自動車、水素自動車など温室効果ガスをほとんど排出しない自動車へ転換するとみられる。自動車の電動化によって動力源が変わるため、静粛性と低燃費(低電費)化の両立を実現するためには、動力源の温度に対応した繊維系防音材設計が必要になってくる。この観点から、温度環境に応じて防音性能が最適となる材料設計を検討する

必要がある。これらの背景を踏まえ、本研究では、温度依存性を考慮した吸音特性を予測する数理モデルを構築し、そのモデルと「遺伝的アルゴリズム(GA)」最適化手法により繊維度の最適設計を実施する。これにより、温度依存性を考慮した繊維素材を含めた音響設計を可能にすることを目的とする。

## 2. 音響インピーダンス

繊維系防音材の吸音特性を予測する上で必要な音響インピーダンスの求め方について説明する。まず粒子速度に関する1次元の波動方程式を式(1)、音圧に関する1次元の波動方程式を式(2)に示す。

$$\frac{\partial^2 v}{\partial t^2} - c^2 \frac{\partial^2 v}{\partial x^2} = 0 \dots\dots\dots (1)$$

$$\frac{\partial^2 p}{\partial t^2} - c^2 \frac{\partial^2 p}{\partial x^2} = 0 \dots\dots\dots (2)$$

ここで  $v$  は粒子速度、 $p$  は音圧、 $c$  は音速、 $x$  は1次元の方向、 $t$  は時間を示す。

式(1)の波動方程式を解くことにより式(3)が得られる。

$$v(x, t) = v_0 \cos \omega \left( t - \frac{x}{c} \right) \dots\dots\dots (3)$$

式(2)の波動方程式の両辺を  $x$  で積分し、式(3)を用いることにより式(4)を得ることができる。

$$p(x, t) = \rho c v_0 \cos \omega \left( t - \frac{x}{c} \right) \dots\dots\dots (4)$$

式 (3) と式 (4) から (固有) 音響インピーダンスは式 (5) より求められる。

$$\frac{p(x, t)}{v(x, t)} = \rho c \dots\dots\dots (5)$$

なお、音速  $c$  は防音材の体積弾性率  $K$  と密度  $\rho$  から式 (6) より求めることができる。

$$c = \sqrt{\frac{K}{\rho}} \dots\dots\dots (6)$$

すなわち音響インピーダンスは防音材の密度  $\rho$  とその防音材内を通る音速  $c$  または体積弾性率  $K$  が定義できれば求めることができる。

### 3. JCA (Johnson-Champoux-Allard) モデル<sup>5), 6)</sup>

本稿では繊維系防音材の音響インピーダンスを求める数理モデルとしてJCA(Johnson-Champoux-Allard) モデルを用いた。前章で示したように音響インピーダンスは解析対象とする防音材の密度  $\rho$  とその防音材内の音速  $c$  または、体積弾性率  $K$  が分かれば求めることができる。JCAモデルでは、材料中の隙間を通過する空気伝播音を、空気の粘性摩擦によるエネルギー減衰を考慮した実効密度  $\tilde{\rho}(\omega)$ 、および、空気の圧縮膨張による熱的散逸を考慮した実効体積弾性率  $\tilde{K}(\omega)$  で表現したモデルである。式 (7) に実効密度の理論式、式 (8) に実効体積弾性率の理論式を示す。

$$\tilde{\rho}(\omega) = \frac{\alpha_\infty \rho_0}{\phi} \left[ 1 + \frac{\sigma \phi}{i \omega \rho_0 \alpha_\infty} \sqrt{1 + i \frac{4 \alpha_\infty^2 \mu \rho_0 \omega}{\sigma^2 \Lambda^2 \phi^2}} \right] \dots\dots (7)$$

$$\tilde{K}(\omega) = \frac{\gamma P_0 / \phi}{\gamma - (\gamma - 1) \left[ 1 - i \frac{8 \kappa}{\Lambda^2 \omega} \sqrt{1 + i \frac{\Lambda'^2 \omega}{16 \kappa}} \right]^{-1}} \dots\dots (8)$$

ここで、 $\tilde{\rho}(\omega)$  は実効密度、 $\alpha_\infty$  は迷路度、 $\phi$  は多孔度、 $\sigma$  は流れ抵抗、 $i$  は虚数単位、 $\omega$  は角振動数 ( $\omega = 2\pi f$   $f$ : 周波数) を示す。また、 $\mu$  は空気粘度、 $\Lambda$  は粘性特性長、 $\gamma$  は比熱比、 $P_0$  は平衡時の圧力、 $\kappa$  は温度拡散率 (熱拡散率)、 $\Lambda'$  は

熱的特性長を示す。音響特性をBiotパラメータで表現することにより、周波数領域に連続的に表現された吸音率スペクトルをBiotパラメータに縮約することができる。以下の表1にBiotパラメータの一覧を示す。Biotパラメータは音響系Biotパラメータ (Acoustical Biot Parameters) と構造系Biotパラメータ (Structural Biot Parameters) の2種類に分けられる。Biotパラメータの $\rho$ は嵩密度を示し、真密度の $\rho_t$ とは以下の関係式が成り立つ。

$$\rho = \rho_t (1 - \phi) \dots\dots\dots (9)$$

Table.1 Biot Parameter

Acoustical Biot Parameters		Structural Biot Parameters	
$\sigma$	Flow resistivity [Ns/m <sup>4</sup> ]	$\rho$	Bulk density [kg/m <sup>3</sup> ]
$\phi$	Porosity [-]	$\eta$	Loss factor [-]
$\alpha_\infty$	Tortuosity [-]	$E$	Young's modulus [N/m <sup>2</sup> ]
$\Lambda$	Viscous characteristic length [m]	$\nu$	Poisson's ratio [-]
$\Lambda'$	Thermal characteristic length [m]		

### 4. 音響系Biotパラメータ推定<sup>5)</sup>

繊維系防音材の素材設計には繊維径  $D$ 、嵩密度  $\rho$ 、真密度  $\rho_t$  等の繊維特性がある。その繊維特性と各Biotパラメータを用いることによって、以下の式 (10)、(11) において熱的特性長  $\Lambda'$ 、粘性特性長  $\Lambda$  を求めることができる。

$$\Lambda' = \frac{\phi}{2(1 - \phi)} D \dots\dots\dots (10)$$

$$\Lambda = \sqrt{\frac{8 \mu \alpha_\infty}{\sigma \phi}} \frac{1}{c} \dots\dots\dots (11)$$

ここで、 $\phi$  は多孔度、 $\mu$  は空気粘度、 $\alpha_\infty$  は迷路度を示す。式 (11) の  $c$  は多孔質体の空隙形状に依存するパラメータを示し、おおむね1であることが知られている。

### 5. JCAモデルを用いた吸音特性の算出

3章で説明したJCAモデルの実効密度と実効体積弾性率を用いて、吸音特性を求めた。その算出方法を示す。算出には特性音響インピーダンスや

伝搬定数, 比音響インピーダンス, 音圧の反射率, 音響エネルギー反射率を求めることが必要である。

### 5.1 特性音響インピーダンス

インピーダンスとは吸音材量の音圧を粒子速度で割った音響抵抗であり, 特性音響インピーダンスは材料固有の音響抵抗を表している。式 (12) は, 特性音響インピーダンス  $Z_c$  の理論式を示したものである。

$$Z_c = \sqrt{\tilde{\rho}(\omega)\tilde{K}(\omega)} \quad \dots\dots\dots (12)$$

### 5.2 伝搬定数

伝搬定数とは吸音材量の音波の伝搬速度と減衰の程度を表すものである。式 (13) は, 伝搬定数  $\gamma$  の理論式を示したものである。

$$\gamma = i\omega \sqrt{\frac{\tilde{\rho}(\omega)}{\tilde{K}(\omega)}} \quad \dots\dots\dots (13)$$

### 5.3 比音響インピーダンス

比音響インピーダンスは固有の抵抗である特性音響インピーダンスに対し, 吸音材量の板厚による音響インピーダンスが得られる。以下の式 (14) は, 比音響インピーダンス  $Z$  の理論式を示したものである。

$$Z = Z_c \coth \gamma d \quad \dots\dots\dots (14)$$

式 (14) の  $\coth$  が双曲線関数,  $d$  は板厚を示している。

### 5.4 音圧の反射率・音響エネルギー反射率

音圧の反射率  $r$  は, 吸音材量の入射音圧と反射音圧の比で定義される波動特性である。また, 音響エネルギー反射率はエネルギー量であり, 音圧の反射率の絶対値の2乗で定義される。以下の式 (15) は, 音圧の反射率の理論式を示したものであり, 式 (16) は音響エネルギー反射率の式を示したものである。

$$r = \frac{Z - \rho c}{Z + \rho c} \quad \dots\dots\dots (15)$$

$$|r|^2 = \left| \frac{Z - \rho c}{Z + \rho c} \right|^2 \quad \dots\dots\dots (16)$$

ここで,  $\rho$  は空気密度,  $c$  は空気の音速を示している。

### 5.5 垂直入射吸音率

吸音率の測定は入射音の角度によって吸音率が変化する。そのため, 入射音の角度を統一する必要がある。本研究では入射音の角度を垂直とし, 吸音特性を求めた。垂直入射吸音率は式 (16) で示した音響エネルギー反射率を用いて, 以下の式 (17) で求めることができる。

$$\alpha = 1 - |r|^2 \quad \dots\dots\dots (17)$$

## 6. 流れ抵抗の温度依存性検証<sup>7)</sup>

空気粘性の変化や材料の軟化により, Biotパラメータが温度によって変化する可能性がある。そこで, 最適化解析に用いる流れ抵抗の温度依存性について検証した。流れ抵抗は空気粘性が影響することから, 空気粘性の温度変化で推定できると考えられる。そこで, 常温25℃の流れ抵抗の実測値を基準に, 各温度の空気粘性の比率を乗じて流れ抵抗の温度依存性を推定した。なお, 常温の流れ抵抗は流れ抵抗測定装置で測定したものである。図1に常温から300℃までの流れ抵抗の推定値の倍率を示す。図中の横軸が温度, 縦軸が流れ抵抗の倍率を示す。●は実験値 (Exp) を示し, ▲は推定値 (Calc) を示す。なお, 図中の実験値はニチアス(株)

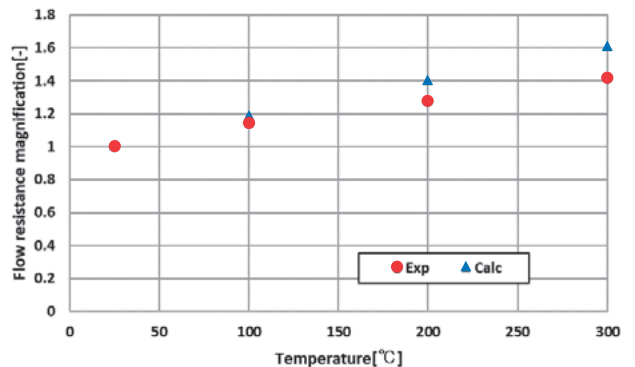


Fig.1 Temperature change of flow resistance



浜松研究所の三木氏が高温吸音率測定装置で測定した吸音率から算出したデータであり、25℃の流れ抵抗の実験値を基準としたときの倍率である。実験では、流れ抵抗を変数、実測吸音率を目的関数としたJCAモデルによる理論計算を行い、実測吸音率との誤差が最小となる値を逆解析し求めた。

図1より、温度が上昇するにつれて、実験値と推定値ともに流れ抵抗の倍率が上がっていることが分かる。実験値と推定値の傾向はおおよそ一致することから、流れ抵抗は空気の温度依存性で説明できることが確認できた。

## 7. GAを用いた繊維特性最適化解析

### 7.1 繊維特性の最適化

3章で説明したJCAモデルと6章で示した流れ抵抗の実験値、遺伝的アルゴリズム (GA) の最適化手法を用いて繊維特性の最適設計を温度 (25℃, 100℃, 200℃, 300℃) ごとに行った。数理モデルは図2で示す測定試料の外観をもとに構築した。

#### 7.1.1 設計変数

設計変数は図2に示す繊維径と空隙部の割合で決まる高密度の2つとし、既存設計実績から設計可能な範囲を定めて解析を行った。なお、真密度に関しては温度に関係なく一定の値とした。

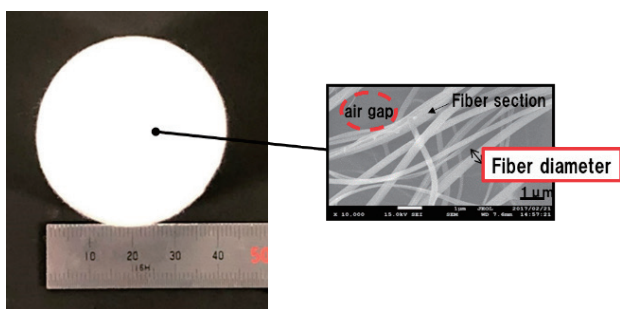


Fig.2 Measurement sample

#### 7.1.2 目的関数

目的関数は、高温吸音率測定装置で測定した吸音率 (実測吸音率) を使用し、解析値との差分が最小になるように目的関数を定めた。

#### 7.1.3 GAの世代数・個体数

GA最適化解析においてはGAの世代数・個体

数の設定を行う必要がある。今回は、GAの世代数を20、個体数を100として解析を行った。

#### 7.1.4 GA解析の流れ

GA最適化解析のフローチャートを以下の図3に示す。

図3のフローチャートは、今回行った繊維特性最適化解析における流れについて示している。GAで発生させた繊維径と高密度を実行ファイルに書き込むことで吸音特性の解析を行い、その後、吸音特性の解析結果をGAに読み込ませることで、目的関数を満たしているか、GAの世代数・個体数の上限を満たしているか判別している。図3で示した一連の動作を繰り返すことによって、繊維特性 (繊維径、高密度) の最適値を求めた。

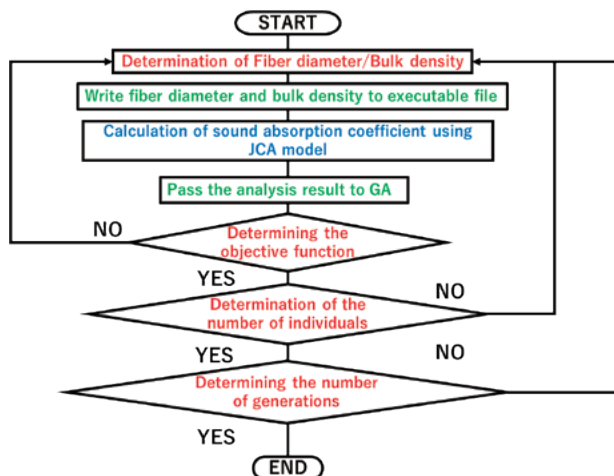


Fig.3 Optimization flowchart

### 7.2 解析結果

GA最適化解析で求めた結果を示す。はじめに解析値と実験値の差分を小さくさせる繊維特性は以下の図4、図5となった。図4は、25℃の繊維径最適値を基準としたときの温度ごとの最適値の倍率、図5は25℃の高密度最適値を基準としたときの温度ごとの最適値の倍率のグラフである。

図4、図5の横軸が温度、縦軸はそれぞれ繊維径最適値の倍率、高密度最適値の倍率を示す。図4の繊維径のグラフから見ると、およそ0.9倍～1.1倍の傾向となっていることが分かった。一方、図5の高密度のグラフから見ると、およそ0.7倍～1倍の傾向となっており、温度が上がるにつれて常温の高密度最適値よりも小さくなっていることが分



かった。繊維径・嵩密度ともに温度によって大きく変化することが分かった。

続いて、繊維径最適値、嵩密度最適値を入れたときの吸音特性最適結果を示す。ここでは、常温の吸音特性最適値を基準としたときの温度ごとの吸音特性最適値の変化のグラフを図6に示す。

図6の横軸は周波数を示し、縦軸は25℃の吸音率を基準とした(1とした)時の温度ごとの差分を示す。図6の実線が常温25℃の吸音率、点線が100℃の吸音率、破線が200℃の吸音率、一点鎖線が300℃の吸音率を示す。図6のグラフから見

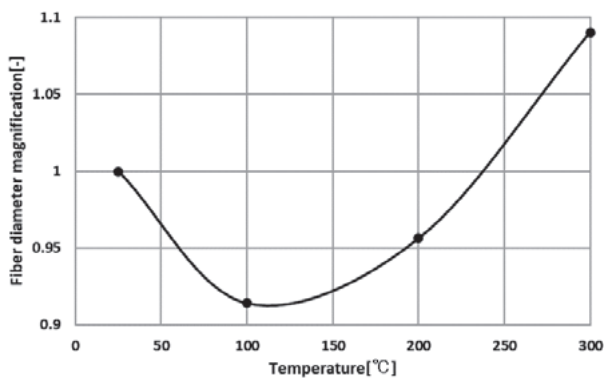


Fig.4 Temperature change of Fiber diameter

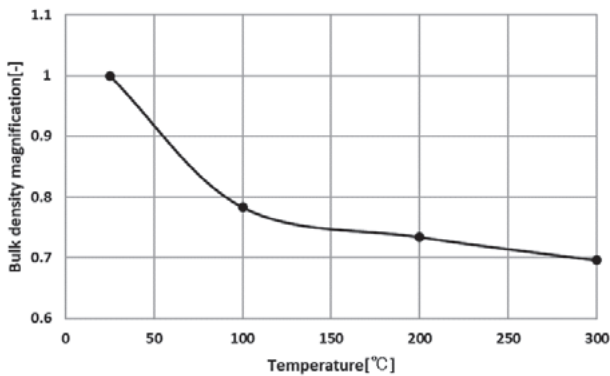


Fig.5 Temperature change of Bulk density

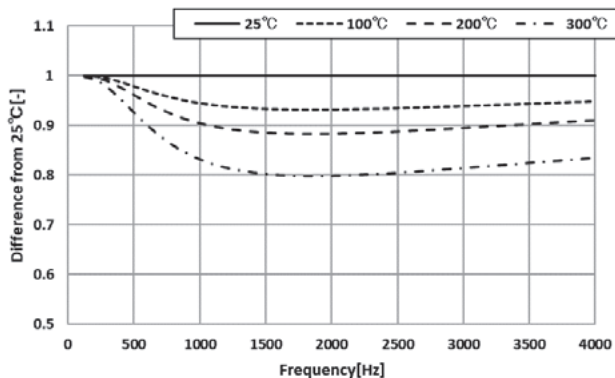


Fig.6 Sound absorption coefficient for each temperature

ると、温度が上がるにつれて、吸音率が下がっていることが分かった。つまり、高温になるにつれて吸音特性は低下することが分かった。

## 8. ま と め

- (1) 温度依存性を考慮した吸音特性を予測する数理モデルを構築し、GA最適化手法により繊維度の最適設計を行うことができた。
- (2) 繊維度の最適値は繊維径、嵩密度ともに雰囲気温度によって大きく変化することが分かった。

これにより、温度依存性を考慮した繊維素材の繊維度設計が可能になる。このことは防音材の軽量化による低燃費化と静粛性の両立の一助になると考えられる。今後は得られた繊維特性の材料を作製し、今回予測した解析結果についての精度検証を進めたい。

## 参 考 文 献

- 1) GRB Expert Group on Regulation 51 : Proposal for the 03 series of amendments to Regulation No. 51 (Noise of M and N categories of vehicles), Informal Documents for the 58th GRB session, GRB-58-04, pp. 1-74 (2013)
- 2) Drewitz, H, Stiglmaier, M, Noise reduction on Trucks of 6 to 10 t gw Through Engine Encapsulation, Noise Control Engineering Journal, 33-1, pp.5-10 (1989)
- 3) 田中 文晴：エンジンカプセル化による中型トラックの加速走行騒音の低減と熱影響について、自動車技術会論文集, 28巻, 4号 pp. 55-60 (1997)
- 4) 通常国会での施政方針演説 (2021)
- 5) 見坐地 一人, 石井 仁樹, 高橋 亜佑美, 三木 達郎, 藤澤 生磨, 安藤 大介：繊維体吸音材料のBiotパラメータの推定, 自動車技術会論文集, 49巻4号 pp. 787-792 (2018)
- 6) J. F. Allard and N. Atalla, Propagation of Sound in Porous Media, John Wiley & Sons, Inc. (2009).
- 7) 三木 達郎, 見坐地 一人, 高橋 亜佑美, 平野 洗祐, 佐々木 俊輔, 小野寺 正剛, 繊維質防音材の温度依存性を考慮した音響特性最適化に関する研究, 自動車技術会2021年秋季大会, [セッションNo.103], 2021.10.13

## 筆 者 紹 介



### 見坐地 一人

日本大学 生産工学部 数理情報工学科 特任教授  
日本合成樹脂技術協会(公社)自動車技術会 博士(工学), 自動車技術会フェロー 主として自動車用防音材の音響解析, 遮音ガラスの音響解析, 数理モデル化, シミュレーション工学, 人体数理モデルに関する研究に従事

# 「断つ・保つ」<sup>®</sup> 技術を支える分析 ～ ニチアスの保有する分析技術の概要 ～

研究開発本部 分析解析室

## 1. はじめに

当社における分析は、研究・開発部門では専門に特化したもの、製造部門では品質管理として、それぞれの技術を保有している。さらに研究開発本部に分析解析室が組織され、分析業務全般に加えて、分析技術の集約と主に半導体業界の高度化する技術に対応する分析を担っている。

分析業務の内容は、「材料解析」「発生ガス分析」「無機分析・超微量金属分析」に大別される。各分野の固有な分析・解析技術を有し、分析手法の開発にも積極的に取り組んでいる。これまで当社技術時報で紹介したこともある<sup>1)</sup>が、あらためて、それぞれの概略や保有する分析技術について述べたい。

## 2. 材料解析

製品がどのような材料でできているか、また、その材料がどのような成分なのか、などを多角的に分析し、それぞれの結果を組み合わせ最終的な答えを出す。長年の蓄積により、分析スキームを確立した製品も多く、ノウハウとして引き継がれている。当社の製品は樹脂・ゴムや添加剤などの有機物、無機繊維や充填材などの無機物といった多種・多様な材料からなっている。それら成分の元素、構造、さらに結晶性を分析する装置の使い分けを図1に、またその装置の一部を図2～5に示す。

製品開発において、界面や微小領域の分析、最近はさらに成分の分布を視覚化するイメージング分析による解析が必要となっている。当社の保有

装置による微小分析の分解能と得られる情報について図6にまとめる。当社では、顕微ラマン分光法によるふっ素樹脂加工品の結晶状態や、走査型プローブ顕微鏡（SPM）によるブレンドしたゴムの分散状態のイメージング分析の事例がある<sup>2), 3)</sup>。

変色、劣化など不具合解析では、製品中の微量の有機成分やその構造変化をとらえるため、液体クロマトグラフ質量分析計（LC/MS/MS）や熱分解ガスクロマトグラフ質量分析計（Py-GC/MS）による詳細な解析<sup>4)</sup>を実施し、データを蓄積している。

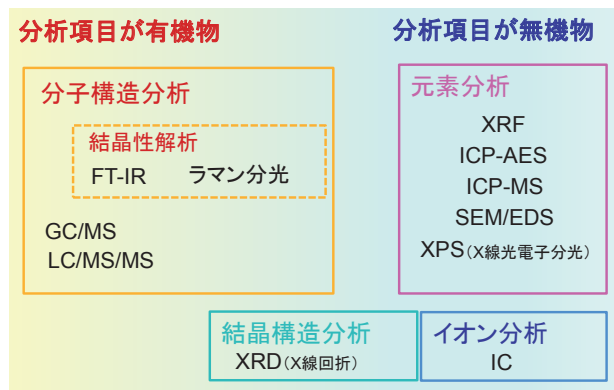


図1 分析装置の使い分け



図2 顕微ラマン分光

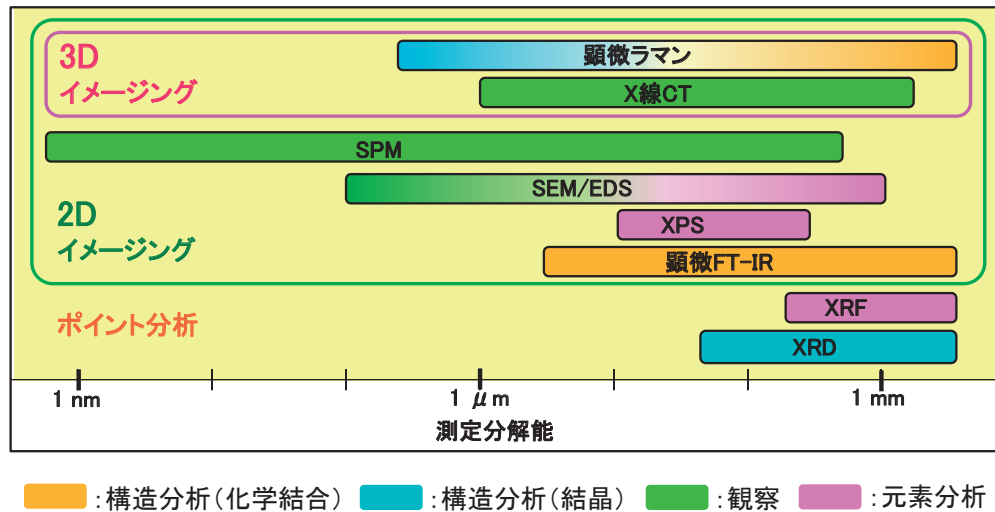


図6 各分析装置の分解能



図3 LC/MS/MS

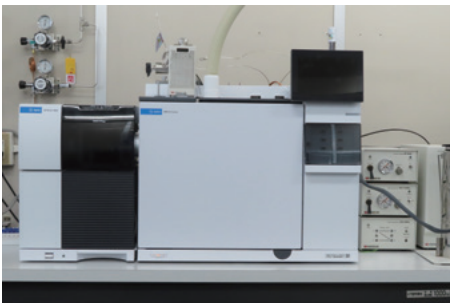


図4 Py-GC/MS : EGA-MS (発生ガス分析) も同装置



図5 FE-SEM/EDS (走査電子顕微鏡/エネルギー分散型X線分析)

### 3. 発生ガス分析

断熱材をはじめとして、当社製品は使用時や製造時に加熱され、製品や材料からガスが発生することがある。そのガスは有機ガスのほかに、腐食性のある無機ガス（イオン成分など）もある（図7）。発生したガスについて適切な捕集・前処理し、表1の装置で、定性および定量分析を行っており、その測定成分、定量範囲を示す。有機ガスは、パージ&トラップーガスクロマトグラム質量分析計（P&T-GC/MS）を用いて微量成分まで検出でき、臭気成分について官能評価との組み合わせもしている<sup>5)</sup>。また、検出器にFID（水素炎イオン化型検出器）およびTCD（熱伝導度検出器）を備えたガスクロマトグラフ（GC、図8）は、幅広いレンジで定量可能である。さらに、EGA-MSは温度変化に対するガスの発生挙動がわかる温度プロファイル測定ができる<sup>6)</sup>。

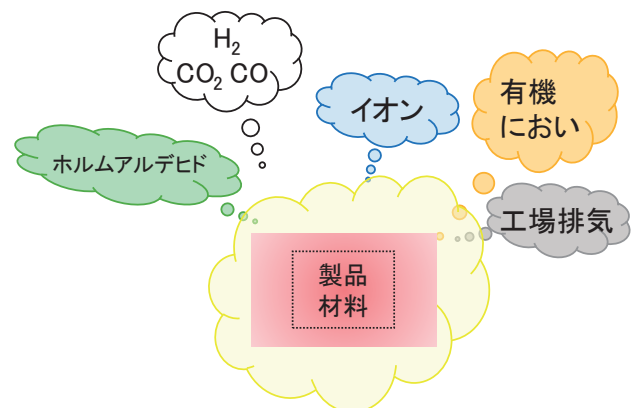


図7 発生ガス



表1 発生ガス分析の装置と概略

装置	主な測定成分	定量範囲
P&T-GC/MS	一般的な有機成分, 臭気成分	ppb ~ 0.1 wt%
GC/FID	有機成分	ppm ~ wt%
GC/TCD	H <sub>2</sub> , CO, CO <sub>2</sub> , その他ガス成分	ppm ~ wt%
FT-IR	CO, CO <sub>2</sub> , その他低分子ガス成分	定性分析のみ
燃焼IC	イオン成分	ppm ~ wt%
HPLC	アルデヒド類	ppm ~ wt%
EGA-MS	一般的なガス成分	発生挙動分析

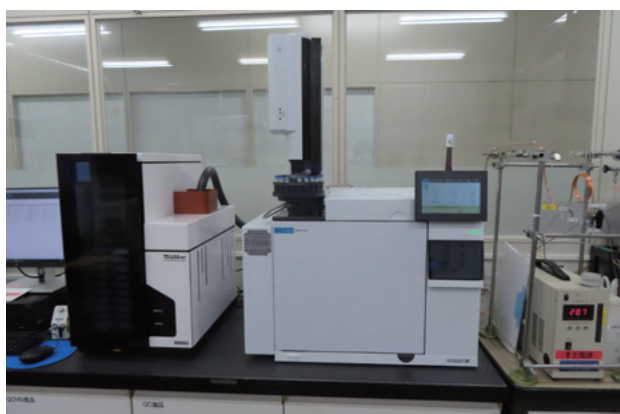


図8 加熱脱着装置付きGC (検出器: FID, TCD)

#### 4. 無機分析・超微量金属分析

製品や材料に含有している金属やハロゲンなどの定量、溶出する金属やイオンの定量分析を行っている。表2に金属分析の装置, 表3にイオン(ハロゲン含む)分析の装置とその概要をまとめる。

含有する金属成分の分析では, 含有量によって, 蛍光X線分析装置(XRF), 誘導結合プラズマ発光分析装置(ICP-AES), 誘導結合プラズマ質量分析装置(ICP-MS)を使い分けている。ICP-AESおよびICP-MSの測定に用いる試料は溶液であり, 分析サンプルを溶液化する前処理の必要がある。当社製品は多岐にわたるため, それらに合わせたさまざまな前処理技術のノウハウをもっており, 高精度な定量を目指して技術を構築している<sup>7), 8)</sup>。一例としてマイクロ波試料分解装置を用いる試料溶液化の手順を図9に示す。

超微量金属分析は, 主に半導体関連製品(ふっ素樹脂製品, ふっ素ゴム製品)からの溶出金属の分析で, クリーンルーム(ISOクラス1)内にて, 塩酸などによる溶出, ICP-MS測定までを行う体

表2 金属分析の装置

装置	XRF	ICP-AES	ICP-MS
測定成分	B ~ U	Li ~ U	Li ~ U
定量範囲	wt% オーダー	ppb ~ ppm	ppt オーダー
測定形態	固体	液体	液体
前処理	<含有> ・そのまま測定可 ・粉末ペレット法 ・ガラスビード法	<含有> ・灰化酸分解法 ・酸素フラスコ燃焼法 ・マイクロ波試料分解法 ・アルカリ融解法 <溶出> ・酸溶液もしくは超純水などで適宜実施	<含有> ・灰化酸分解法 <溶出> ・酸溶液もしくは超純水などで適宜実施

表3 イオン分析の装置

装置	IC	濃縮機能を付与したIC
測定成分	F, Cl, NO <sub>2</sub> , NO <sub>3</sub> , SO <sub>4</sub> , PO <sub>4</sub> NH <sub>4</sub> , Na, K, Ca, Mg ギ酸, 酢酸, 低級カルボン酸, 低級ジカルボン酸	F, Cl, NO <sub>3</sub> , SO <sub>4</sub> , PO <sub>4</sub> NH <sub>4</sub> , Na, K, Ca, Mg
定量範囲	ppb ~ ppm	ppb オーダー
測定形態	水溶液	水溶液
前処理	<含有ハロゲン・硫黄> ・燃焼IC <溶出> ・超純水などで実施	<溶出> ・超純水などで実施



制が整っている。検液中の定量下限は、ほとんどの金属で数pptレベルであり、超微量の評価が可能である。一例としてふっ素樹脂チューブの内面を塩酸溶出した分析手順を図10、分析結果を図11に示す。このような局所的な分析でも精度よく測定でき、製品のクリーン性を確認している。また、金属の他に液中パーティクルの評価も可能である。

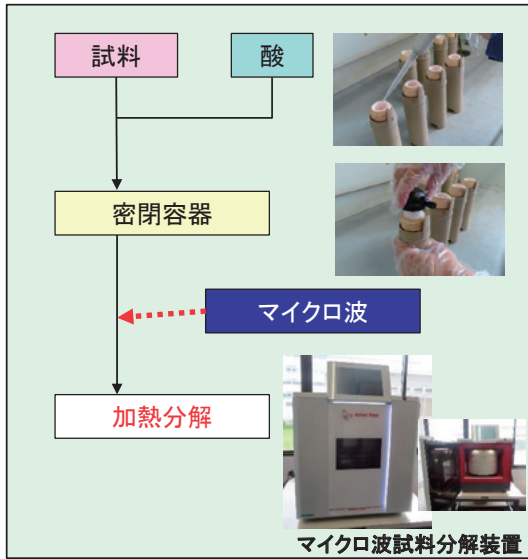


図9 試料溶液化の例（マイクロ波分解法）

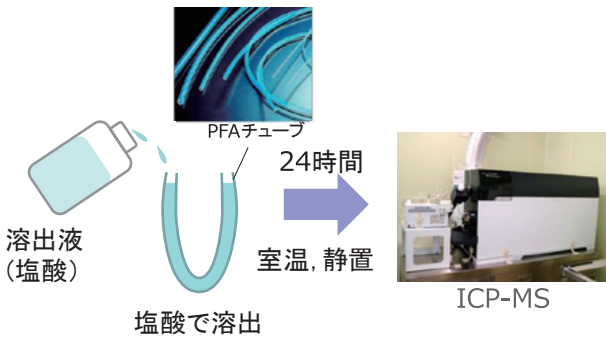


図10 ふっ素樹脂チューブの塩酸溶出分析

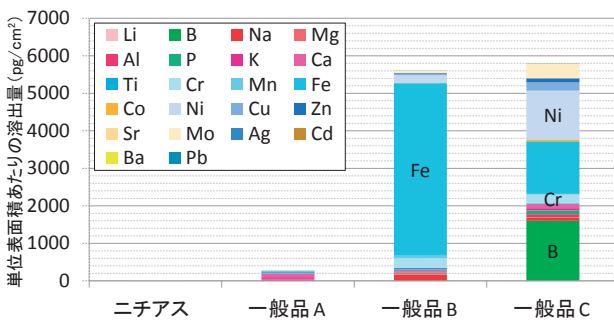


図11 ふっ素樹脂チューブの溶出金属の分析結果

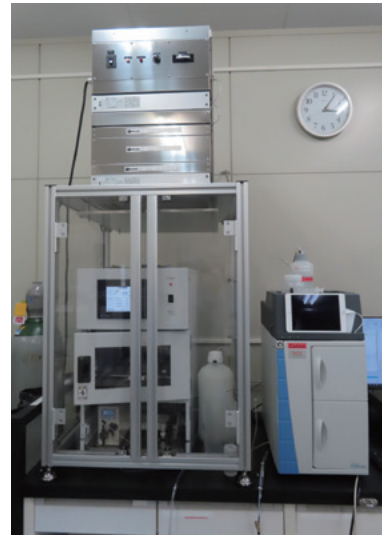


図12 濃縮機能を付与したIC

イオン分析の装置では、濃縮カラムの使用と装置の環境整備をすることで、より高感度に分析できる濃縮機能を付与したイオンクロマトグラフ(IC)があり(図12)、特に半導体関連製品の溶出イオン分析での要望に応じている。

## 5. おわりに

最近の当社の分析機器について、主要設備を取り上げて概略を紹介した。今後は、当社製品または製品分野に注目し、関連する分析、解析技術について詳細をお伝えしていく予定である。脈々と引き継がれるノウハウや知見の蓄積による解析力が、当社の分析技術力となっていることをお伝えできれば幸いである。

### 参考文献（ニチアス技術時報）

- 1) ニチアスの分析・解析技術, 365, pp. 9-11 (2014)
- 2) ふっ素樹脂の結晶性の評価～ラマン分光法の適用～, 393, pp. 6-10 (2021)
- 3) 松村：SPMを用いたゴムシール材観察例のご紹介, 399, pp. 15-18 (2022)
- 4) 橋本：熱分解GC/MSによるEPDMの劣化解析, 374, pp. 1-4 (2016)
- 5) 廣瀬：におい分析～機器分析と官能評価～, 391, pp. 1-5 (2020)
- 6) 尾上・廣瀬：前処理法を用いたGC-MSによる分析, 400, pp. 10-15 (2023)
- 7) 矢嶋：マイクロ波試料分解法によるケイ酸塩試料中のケイ素およびホウ素の定量分析, 357, pp. 2-6 (2012)
- 8) 矢嶋：燃焼フラスコ法によるふっ素系ポリマー中のリン、ホウ素の定量分析, 365, pp. 17-19 (2014)

\*「断つ・保つ」はニチアス(株)の登録商標です。

## COMNEXT（第1回 [次世代] 通信技術&ソリューション展）に出展

2023年6月28日～30日に東京ビッグサイトで開催された『COMNEXT（第1回 [次世代] 通信技術&ソリューション展）』の5G・6G材料エリアに出展しました。今回も昨年の『5G通信技術展』に引き続き、高周波基板材料として使用される『高速通信用PTFEフィルム（開発中）』を展示しました。300名以上の多数の方々にご来場いただき、大きな反響を得ました。

### 【展示品とその特徴】

#### ①純PTFEタイプ（Type-A）

PTFEフィルムの表面に独自の表面処理を行い、最表面に極薄のプライマーを塗工したもの。非常に優れた低誘電性（ $Dk = 2.07$ ,  $Df = 0.0003$ ）と低温（ $180^{\circ}\text{C}$ ）接着が特徴。

#### 〈想定用途〉

高速通信ケーブル，高速通信アンテナ，5G通信関連デバイス

#### ②低CTEタイプ（Type-B）

PTFEに無機フィラーを配合することにより，CTE（線膨張係数）を抑えながら低誘電性を維持（ $Dk = 2.63$ ,  $Df = 0.0009$ ）したものの。

#### 〈想定用途〉

低誘電FCCL/CCL用基材，低誘電パッケージ基板用基材，5G通信関連デバイス



図1 展示ブース

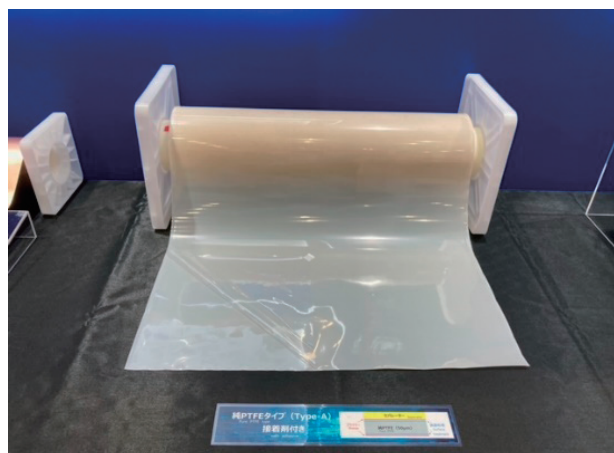


図2 純PTFEタイプ（Type-A）

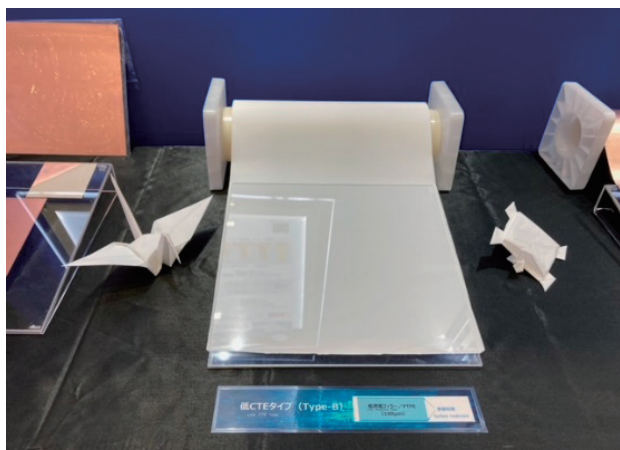


図3 低CTEタイプ（Type-B）

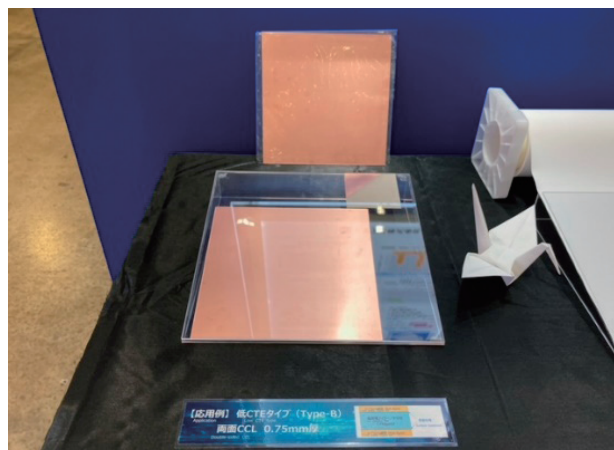


図4 低CTEタイプ応用例（CCL）

# 「ニチアス技術時報」 バックナンバー

## No.402 2023/3号



- 〈寄稿〉 低放射折板屋根の紹介  
－ 工場・倉庫内での熱中症を防ぐ遮熱屋根材 －
- 〈新製品紹介〉 産業用除湿ロータ  
TOMBO™ No.8800-EX-SG「ハニクル® EX-SG」
- 〈技術レポート〉 示差走査熱量測定法による断熱材の比熱容量測定について

## No.401 2023/2号



- 〈製品紹介〉 巻付け耐火被覆材料  
TOMBO™ No.5520「マキベエ®」
- 〈製品紹介〉 自動車用ふっ素樹脂製品  
ナフロン® 製品
- 〈製品紹介〉 カーボンニュートラルに貢献する省エネ関連製品紹介とその効果的な使用方法
- 〈技術レポート〉 プラント設備における保温保冷材の種類と特徴  
選定基準とトラブル事例

## No.400 2023/1号



- 〈巻頭言〉 新年雑感
- 〈技術レポート〉 プラント内での音源探査
- 〈技術レポート〉 ふっ素樹脂製品の樹脂流動 CAE ～ PFA 材ガスアシスト成形～
- 〈技術レポート〉 前処理方法を用いた GC-MS による分析
- 〈特別企画〉 周期加熱法による断熱材の熱拡散率試験方法の JIS 規格が発行されました

## No.399 2022/4号



- 〈寄稿〉 JAMSEC フランジ締結技能講習制度における BT Master™ の活用
- 〈製品紹介〉 自動車用ブレーキシム  
TOMBO™ No.1600「メタコート®」、TOMBO™ No.1614「メタプラス® 積層シム」
- 〈技術レポート〉 半導体製造装置用途の PFA 再生材利用
- 〈技術レポート〉 SPM を用いたゴムシール材観察例のご紹介

バックナンバーは当社のホームページ (<https://www.nichias.co.jp/>) でもご紹介しております。

次号 No.404 2024/1号は2024年1月発行予定です。

\* 本号に記載のTMおよび®を付したものはニチアス(株)の商標または登録商標です。



# ニチアス株式会社

<https://www.nichias.co.jp/>

## 【東日本地区】

札幌営業所	TEL (011) 261-3506
北海道支店	TEL (0144) 38-7550
北上営業所	TEL (0197) 72-8020
仙台支店	TEL (022) 374-7141
福島営業所	TEL (0246) 38-6173
日立営業所	TEL (0294) 22-4321
鹿島支店	TEL (0479) 46-1313
宇都宮営業所	TEL (028) 610-2820
前橋営業所	TEL (027) 224-3809
千葉支店	TEL (0436) 21-6341
東京支社	TEL (03) 4413-1191
横浜支店	TEL (045) 508-2531
神奈川支店	TEL (046) 262-5333
新潟営業所	TEL (025) 247-7710
山梨営業所	TEL (055) 260-6780

## 【西日本地区】

京滋支店	TEL (0749) 26-0618
大阪支社	TEL (06) 6252-1371
堺営業所	TEL (072) 225-5801
神戸営業所	TEL (078) 381-6001
姫路支店	TEL (079) 289-3241
岡山支店	TEL (086) 424-8011
広島支店	TEL (082) 506-2202
宇部営業所	TEL (0836) 21-0111
徳山支店	TEL (0834) 31-4411
四国営業所	TEL (0897) 34-6111
北九州営業所	TEL (093) 621-8820
九州支社	TEL (092) 739-3621
長崎支店	TEL (095) 801-8722
熊本支店	TEL (096) 292-4035
大分営業所	TEL (097) 551-0237

## 【中部地区】

富山営業所	TEL (076) 424-2688
若狭支店	TEL (0770) 24-2474
静岡支店	TEL (054) 283-7321
浜松支店	TEL (053) 450-2200
名古屋支社	TEL (052) 611-9200
豊田支店	TEL (0565) 28-0519
四日市支店	TEL (059) 347-6230

## 本 社 〒104-8555 東京都中央区八丁堀1-6-1

・基幹産業事業本部	TEL (03) 4413-1121
プラント営業部	TEL (03) 4413-1126
・工業製品事業本部	TEL (03) 4413-1131
海外営業部	TEL (03) 4413-1132
・高機能製品事業本部	TEL (03) 4413-1141
・自動車部品事業本部	TEL (03) 4413-1151
海外営業部	TEL (03) 4413-1155
・建材事業本部	TEL (03) 4413-1161

## 研 究 所

・鶴見 ・浜松

## 工 場

・鶴見 ・王寺 ・羽島 ・袋井 ・結城

## 海外拠点

・インドネシア ・マレーシア ・シンガポール ・ベトナム  
・タイ ・中国 ・インド ・ドイツ ・チェコ ・メキシコ

- ・記載の内容は予告なく変更することがありますので、当社製品をご使用の際は、カタログの最新版を入手いただき内容をご確認ください。
- ・本冊子作成にあたっては内容の正確性に最大限の注意を払っておりますが、本冊子内のすべての情報、説明、推奨事項が、何らかの保証を行うものではないことをご承知ください。
- ・本冊子に記載の使用方法等が第三者の知的財産権を侵害しないことを保証するものではありません。
- ・本冊子に記載の情報について、複写、模倣、流用、転載などの著作権法によって保護されている権利を侵害する行為は固くお断りします。