

平成28年度

戦略的基盤技術高度化・連携支援事業

戦略的基盤技術高度化支援事業

「液体を検査媒体とすることで高圧工程を安全・  
低コストに実現する量産対応高圧漏れ検査装置の開発」

研究開発成果等報告書

平成29年3月

担当局 関東経済産業局

補助事業者 公益財団法人やまなし産業支援機構

# 目次

第1章 研究開発の概要	P1
1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標	P 1
1-2 研究体制	P 4
1-3 成果概要	P 6
1-4 当該研究開発の連絡窓口	P 6
第2章 本論	P7
2-1. 【1】 液体の微量漏れ基礎技術の確立	P 7
2-2. 【2】 高い検査圧力で稼働可能な液体蒸気ガス分析計の開発	P 9
2-3. 【3】 液体漏れ量校正技術の開発	P11
2-4. 【4】 量産ラインに投入可能な高圧部品用漏れ検査システムの開発	P13
第3章 全体総括	P15
3-1 研究開発成果	P15
3-2 研究成果の効果と事業化展開	P16

# 第1章 研究開発の概要

## 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

### 【研究開発の背景】

低炭素で高効率なエネルギー創出のため、各種エネルギー産業では、気体燃料の超高压容器貯蔵や液体燃料の超高压噴射など、300 MPa (3000 気圧) に及ぶ燃料の超高压化利用が進んでいる (図 1-1)。種々のエネルギー部品 (蓄圧容器・燃料供給部品など) には「漏れ (リーク) 検査」が不可欠である。高压を印加しない一般部品では、リーク判定値以下の製品を合格とする高信頼な定量漏れ検査が行われている。これら定量漏れ検査では主にヘリウムリークテスト法が用いられるが、検査媒体はヘリウムガス (気体) である。

ところが、図 1-2 の従来技術に示すように、ヘリウムガスで高压部品を漏れ検査する場合、300 MPa に及ぶ超高压ガスを被試験体に導入した時に突発的な破れが発生すると、検査媒体である気体が莫大に体積膨張し装置大破裂の「危険」がある。このことから、高压の定量漏れ検査装置の製造現場への導入が極めて困難な状況にある。

さらに、気体を検査媒体とした漏れ検査技術には、①大型気体圧縮機の連続運転によるエネルギー消費が大きいこと、②大型圧縮機や防壁の建設などが高コストになってしまうこと、③気体の圧縮工程や検査員の移動などに時間がかかることから検査サイクル時間が長時間となり量産に不向きである、という問題も抱えており、高压ヘリウムガスを用いた漏れ検査装置は実用化されていない。

エネルギー関連メーカーは、厳しい国際競争に打ち勝つために、高压部品に対して上記の状況を打破し「安全な製造環境」を確保し、且つ「低コスト」・「高生産性」な定量漏れ検査を実現することにより、高压部品の高信頼な品質管理を行うことを切望している。

### 次世代エネルギー源の高圧化の動向

- エネルギー産業**
  - ▶ 定置燃料電池
    - ※水素の高圧貯蔵(70MPa)
  - ▶ 天然ガス発電
    - ※貯蔵・圧縮・タービン発電(25MPa)
  - ▶ ヒートポンプ
    - ※媒体圧縮・熱交換
- 航空・宇宙産業**
  - ▶ エンジン高効率化
    - ※燃料の高圧供給
      - 現状: 4MPa (将来さらに高圧化)
  - ▶ 液体水素利用
    - ※水素の貯蔵・圧縮
- 自動車産業**
  - ▶ 水素燃料電池, 圧縮天然ガス
    - ※気体燃料の高圧貯蔵
      - 例: 水素蓄圧 70MPa
  - ▶ ガソリン・クリーンディーゼル
    - ※液体燃料の高圧供給
      - 例: クリーンディーゼル 300MPa

図 1-1 次世代エネルギー源の高圧化の動向。

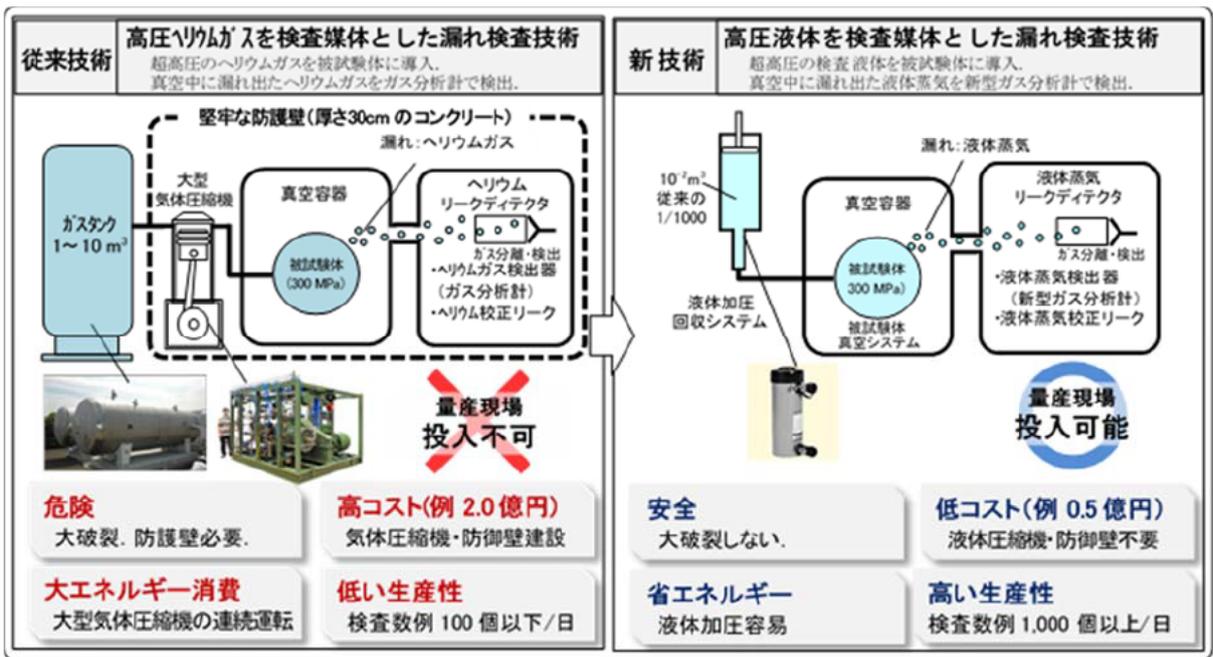


図 1-2 従来技術「高压ヘリウムガスを検査媒体とした漏れ検査技術」と新技術「高压液体を検査媒体とした漏れ検査

## 【研究共同体におけるこれまでの研究経過】

研究共同体2者は、検査媒体をヘリウムガス（気体）に替えて液体を利用した新概念の漏れ検査技術を発案した（以降、高圧液体漏れ検査技術と呼ぶ）。この技術は高圧の液体を被試験体に導入し、真空中に漏れ出した液体蒸気をガス分析計で検出するものである。高圧力下でも体積変化の小さい液体を超高圧の漏れ検査に利用することから、高圧液体を導入した被試験体に突発的な破れが発生しても大破裂しないので「安全」とできる。また、液体加圧が容易であることから省エネルギーとでき、装置コストも安価とできる。サポイン研究着手までに基礎的な研究開発を行い、液体を用いて漏れ検査が可能であることなどその実現可能性を実証してきた。一方、量産対応の高圧液体漏れ検査装置を具現化するには、①高い生産性を確保するためのガス分析計と②液体漏れ量を定量化するための液体漏れ量校正器に課題があった。

研究共同体1者は従来よりも高い圧力（中真空）で稼働可能で高耐久な新型のガス分析計の研究開発を続けてきた。この新型ガス分析計を高圧液体漏れ検査装置のガス分析計に適用すると高い生産性が確保できると考えた。

研究共同体1者は、多孔質体（標準コンダクタメント）を用いた基準ガス流量導入技術の研究を行い、従来よりも安定性、信頼性に優れ、任意気体の一定流量のガス導入ができる基準ガス流量導入素子の開発を行ってきた。この基準ガス流量導入素子を高圧液体漏れ検査装置の液体蒸気の基準ガス導入に適用できると考えた。

## 【研究目的及び目標】

本研究では、研究共同体4者の独自技術を統合して漏れ検査媒体を従来のヘリウムガス（気体）から高圧下でも体積変化の小さい液体に替えることで『製造現場の安全』を確保し、さらに『省エネルギーで低コスト』・『高い生産性』を実現した量産現場に投入できる高圧部品用の定量漏れ検査装置を開発することを目的とした。

## 研究目標（開発装置の目標仕様）

本研究で開発する高圧液体漏れ検査装置の目標仕様は、川下のエネルギー関連メーカーの要請から以下のように決定した。

- ①検査媒体：液体（有機溶媒・合成燃料など）、②印加圧力：300 MPa（高圧部品の圧力上限に対応）
- ③検出漏れ量： $10^{-7} \sim 10^{-3}$  Pam<sup>3</sup>/sec（エネルギー部品の漏れ判定値に対応）
- ④検査サイクル時間：60 sec 以下（検査数：1000 個/日）、⑤フェイルセーフ・誤り率 0.1%未満

## 【研究開発項目と研究目標】

図 1-3 に高圧液体漏れ検査装置の開発に係る研究開発の全体像を示す。開発装置の目標仕様を達成するために、以下の4つの開発項目を実施した。

### 【1】液体の微量漏れ基礎技術の確立

従来の気体と液体の漏れ流量の関係や液体固有の漏れ特性を明らかにするなど、液体微量漏れ基礎技術を確立する。

- ▶ 液体／気体漏れ流量の圧力依存性の検証。
- ▶ 液体固有の漏れ特性の調査。

### 【2】高い検査圧力で稼働可能な液体蒸気ガス分析計の開発

量産検査に耐える耐久性と高い漏れ検出感度を備えた液体蒸気ガス分析計を開発する。また、液体蒸気リークディテクタの開発も行う。

- 最大稼働圧力 50 Pa。(量産対応の 60sec の検査サイクル時間に対応するため)
- 測定分圧下限  $10^{-6}$  Pa オーダー。(最小検出漏れ量： $10^{-7}$  Pam<sup>3</sup>/sec に対応するため)

### 【3】 液体漏れ量校正技術の開発

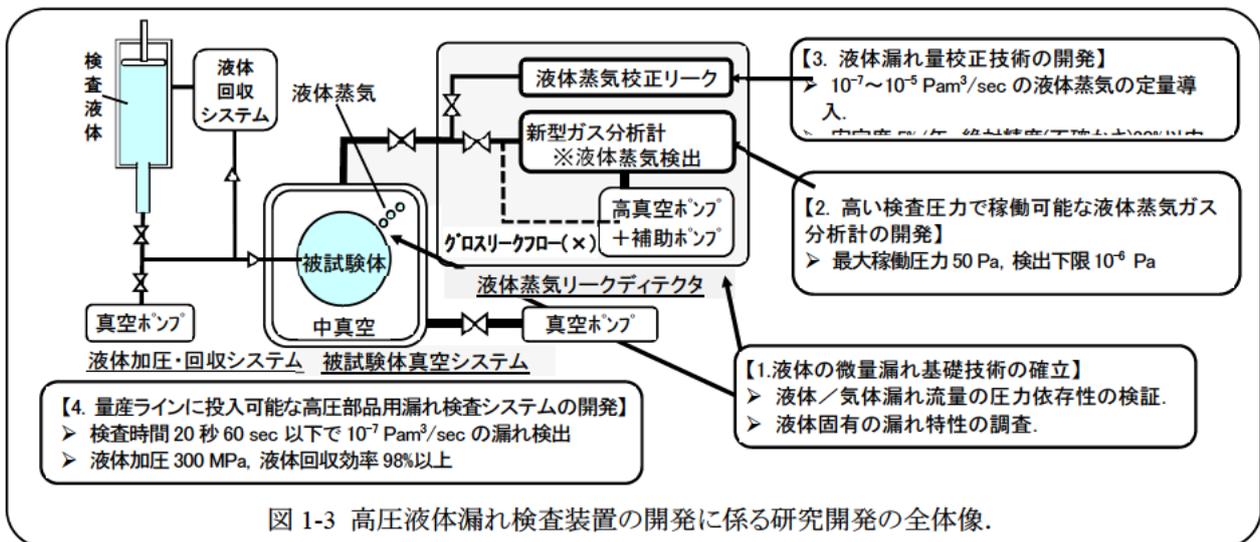
従来に無い液体蒸気の漏れ量を定量するための液体蒸気校正リークを開発する。

- 流量範囲： $10^{-7}$ ~ $10^{-5}$  Pam<sup>3</sup>/sec の液体蒸気が定量導入。
- 安定度 5%/年以上，絶対精度(不確かさ)20%以内。

### 【4】 量産ラインに投入可能な高圧部品用漏れ検査システムの開発

短時間の真空排気可能な真空システムと液体加圧・回収システムを開発し、液体蒸気ガス分析計と校正リークを搭載した、高圧液体漏れ検査装置を開発する。

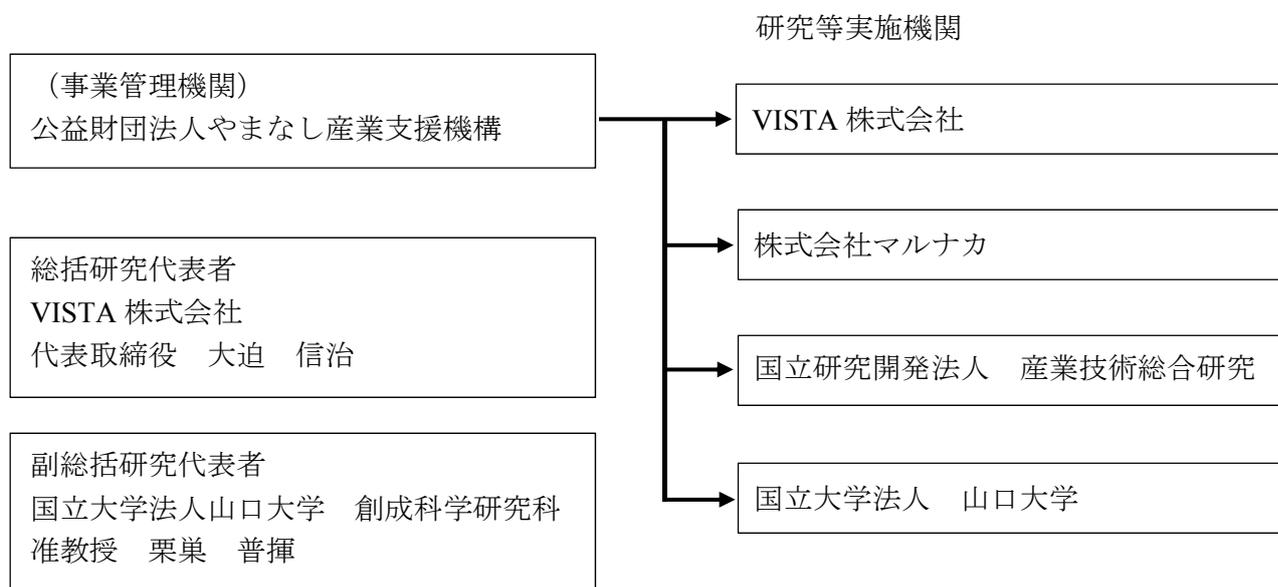
- 漏れ検査真空システム 検査サイクル時間 60 sec 以下で  $10^{-7}$  Pam<sup>3</sup>/sec の漏れ検出。
- 液体加圧・回収システム 液体導入加圧：圧力 300 MPa，液体回収：回収効率 98%以上。



## 1-2 研究体制

(研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)

### 1) 研究組織・管理体制



### 2) 研究者氏名

#### 【事業管理機関】

公益財団法人やまなし産業支援機構

区分	氏名	所属・役職	担当業務（実施項目）
管理員	野本 大貴	中小企業振興部 経営支援課・課長	
管理員	矢野 貴士	新産業創造部 新事業創造課・課長	
管理員	中込 克哉	新産業創造部 新事業創造課・課長補佐	
管理員	金子 政一	中小企業振興部 経営支援課・主査	

#### 【研究等実施機関】

VISTA 株式会社

区分	氏名	所属・役職	担当業務（実施項目）
研究員	大迫 信治 (PL)	代表取締役	【2】
研究員	大迫 岳志	技術員	【2】
研究員	森本 勝直	技術部長	【2】
研究員	筒石 賢央	技術員	【2】

## 株式会社マルナカ

区分	氏名	所属・役職	担当業務（実施項目）
研究員	中川 貢	専務取締役	【4】
研究員	榎本 和巳	開発セクション・研究員	【4】
研究員	小島 敬二	開発セクション・研究員	【4】
研究員	森部 弘隆	機械部 製作課・主任	【4】
研究員	小田 宏	機械部 設計課・技術員	【4】

## 国立研究開発法人 産業技術総合研究所

区分	氏名	所属・役職	担当業務（実施項目）
研究員	吉田 肇	工学計測標準研究部門・主任研究員	【3】
研究員 管理員	新井 健太	工学計測標準研究部門・主任研究員	【3】
研究員	梶川 宏明	工学計測標準研究部門・主任研究員	【3】
研究員	飯泉 英昭	工学計測標準研究部門・研究員	【3】
研究員 管理員	小島 時彦	工学計測標準研究部門・副部門長	【3】
研究員	竹内 真弓	工学計測標準研究部門・派遣職員	【3】

## 国立大学法人 山口大学

区分	氏名	所属・役職	担当業務（実施項目）
研究員	栗巢 普揮 (SL)	大学院創成科学研究科・准教授	【1】
研究員	山本 節夫	大学院創成科学研究科・教授	【1】
研究員	勝田 直	大学院創成科学研究科・学術研究員	【1】

### 1-3 成果概要

サポイン研究開発を行った結果、目標の装置仕様に近い量産対応の高圧液体漏れ検査装置が開発できた。達成した装置仕様について以下に示す。

- ① 検査媒体：液体（有機溶媒・合成燃料など），② 印加圧力：300 MPa（目標：300 MPa）
- ③ 検出漏れ量： $10^{-6} \sim 10^{-3}$  Pam<sup>3</sup>/sec（目標： $10^{-7} \sim 10^{-3}$  Pam<sup>3</sup>/sec）
- ④ 検査サイクル時間：60 sec 以下（目標：60 sec 以下）
- ⑤ フェイルセーフ・誤り率 0.1%未満 について実施中。

### 1-4 当該研究開発の連絡窓口

連絡先・連絡担当者	連絡先
VISTA 株式会社 代表取締役 大迫 信治	〒403-0005 山梨県富士吉田市上吉田 6-9-2 TEL：0555-23-0501 FAX：0555-72-8581 E-mail：ohsakon@vista-vac.com
株式会社マルナカ 専務取締役 中川 貢	〒474-0001 愛知県大府市北崎町遠山 224-1 TEL：0562-47-1125 FAX：0562-47-0934 E-mail：mpk-0002@ma.medias.ne.jp
国立研究開発法人産業技術総合研究所 イノベーション推進本部 主査 船越 翠	〒305-8563 茨城県つくば市梅園 1-1-1 産業技術総合研究所 つくば中央第1 本部・情報棟 TEL：029-861-2000 FAX：029-862-6151 E-mail：project3-ml@aist.go.jp
国立大学法人山口大学 大学院創成科学研究科 准教授 栗巢 普揮	〒755-8611 山口県宇部市常盤台 2-16-1 TEL：0836-85-9621 FAX：0836-85-9401 E-mail：kurisu@yamaguchi-u.ac.jp
公益財団法人やまなし産業支援機構 新産業創造部新事業創造課 課長補佐 中込 克哉	〒400-0055 山梨県甲府市大津町 2 1 9 2 - 8 TEL：055-243-1888 FAX：055-243-1890 E-mail：nakagomi@yiso.or.jp

## 第2章 本論

### 2-1. 【1】液体の微量漏れ基礎技術の確立

従来の気体と液体の漏れ流量の関係や液体固有の漏れ特性を明らかにするなど、液体微量漏れ基礎技術を確認することを目的とした。具体的には、以下を実施した。

- ▶ 液体／気体漏れ流量の圧力依存性の検証。
- ▶ 液体固有の漏れ特性の調査。

「液体／気体漏れ流量の圧力依存性の検証」と「液体固有の漏れ特性の調査」を実施した。

液体-気体漏れ量比較検証装置（図 2-1-1）を構築した。漏れ孔試料として、形状既知の管状細管と高圧部品の漏れ孔の形状を模したガラス細管(以降、疑似漏れ孔と呼ぶ)そして材料の「鬆(す)」を模した多狭小欠陥の集合体（標準コンダクタンスエレメント）の3種類の漏れ孔を準備した。検査液体は分子量 350 までの液体 5 種類を選定し準備した。

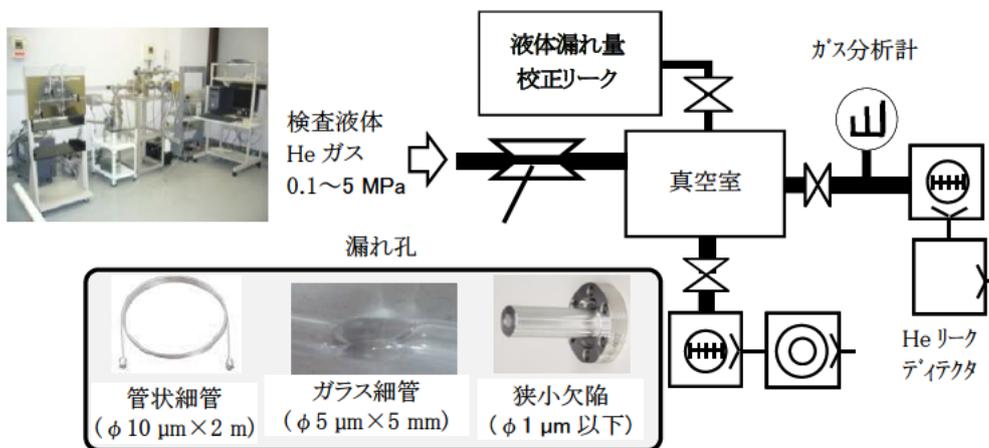


図 2-1-1 液体-気体漏れ量比較検証装置。

#### 【1-1】液体／気体漏れ流量の圧力依存性の検証

検査液体としてトリメチルペンタン(分子量 114, ガソリン成分)を気体としてヘリウムガスを用いた場合の液体／気体漏れ流量の圧力依存性の実験結果を図 2-1-2 に示す。(a)が石英細管、(b)が疑似漏れ孔、(c)が多狭小欠陥の結果である。液体の漏れ流量は、3種類の被試験体いずれについても漏れ流量は印加圧力の1乗で増大した。これは、液体が漏れ孔内を通過する時に粘性流で流れ且つ圧力印加により液体密度がほとんど変化しないという液体の特徴を反映する。一方、気体について(a)の石英細管と(b)の疑似漏れ孔では、気体漏れ流量は印加圧力の2乗に従うという結果になった。一方、(c)の狭小欠陥では、印加圧力が 0.1 MPa~1.0 MPa の低圧において漏れ流量は印加圧力の1乗で増大し、1.0 MPa 以上の高圧において漏れ流量は印加圧力の2乗に漸近するように増大した。気体は漏れ孔内を通過する時に、高圧では粘性流で流れるが低圧では分子流で流れるという性質を持つ。特に漏れ孔径が小さい漏れ孔では、分子流で流れる領域が拡大する。分子流で流れる場合は、気体漏れ流量は印加圧力に対し1乗で増大することが理論解析からわかっているが、狭小欠陥の低圧ではそれが観測されていると判断できる。一方、粘性流で流れる場合気体漏れ流量は印加圧力に対し2乗で増大することが理論解析からわかっているが、石英細管及び疑似漏れ孔そして狭小欠陥の高圧領域ではこれが観測されていると判断できる。なお、実験結果は、漏れ孔を通過する液体または気体の流れ解析から得た漏れ流量の解析結果とよい一致を示すこともわかった。他の液体についても同様の結果を得た。以上より、液体／気体漏れ流量の圧力依存性が比較でき且つ液体漏れ流量が液体の流れで説明できることがわかった。この結果は液体の漏れ判定値の決定に寄与するものである。

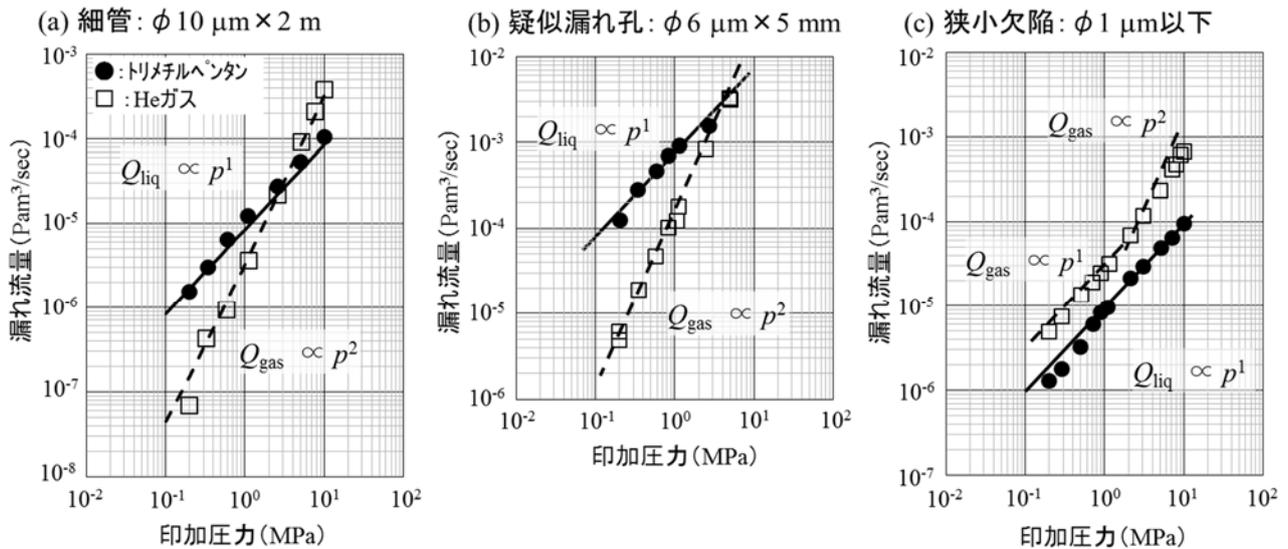


図 2-1-2 液体—気体漏れ量の印加圧力依存性の結果. (a)石英細管, (b)疑似漏れ孔, (c)多狭小欠陥.

### 【 1 - 2 】 液体固有の漏れ特性の調査

液体固有の漏れ特性として「液滴落下」と「液体の漏れ孔通過時間」について検討した。

#### 液滴落下の検討

高圧液体漏れ検査装置において、液体は漏れ孔出口で液滴を作り蒸発気化するが、漏れ流量が多量の場合、液滴のまま落下しその後蒸発するので、断続的な蒸発が生じてしまう。この場合、気化した液体蒸気を検出するガス分析計のシグナルが擾乱されてしまい漏れ流量の定量測定が困難となることが想定される。

そこで、液滴落下が発生する漏れ流量について理論解析した結果、長さ 5.0 mm の漏れ孔、液体としてトリメチルペンタンを用いた場合、液滴落下する漏れ流量は  $10^{-1}$  Pam<sup>3</sup>/sec 以上であることがわかった。また平衡蒸気圧 100 Pa 以上の液体を用いた場合、同様の解析結果であった。実際、液体漏れ量の圧力依存性の測定においても液滴落下に伴うようなガス分析計のシグナルの擾乱は測定されていない。高圧液体漏れ検査装置の測定上限は  $10^{-3}$  Pam<sup>3</sup>/sec であることから、開発装置の液体漏れ量測定において、高い平衡蒸気圧を持つ液体を選択すれば液滴落下が発現しないことがわかった。

#### 液体の漏れ孔通過時間の検討

高圧部品の量産現場では短時間の漏れ検査が要請されることから、高圧液体漏れ検査においても液体を被試験体に導入してから漏れ検出するまでの所要時間は 10 sec 以下とする必要がある。液体は気体と比較して粘性が 1 桁程度高いことから、液体は漏れ孔内を通過するのに時間を要することが懸念される。

そこで、液体の漏れ孔通過時間を理論解析・実験の両面から検討した結果、典型的な漏れ孔径  $\phi 5 \mu\text{m}$  を持つ漏れ孔、液体としてトリメチルペンタンを用いた場合、漏れ孔長さ 5 mm では漏れ孔通過時間は圧力 10 MPa を印加した時に  $1.6 \times 10^{-3}$  sec と非常に短いことがわかった。他の液体やさらに小さな漏れ孔径を用いた場合についても理論解析を実施したが、 $10^{-3}$  Pasec オーダーの低い粘性係数を持つ液体の漏れ孔通過時間は 1 sec 未満と見積もられた。このことから、開発装置の液体漏れ量測定において、低い粘性係数を持つ液体を選択すれば液体の漏れ孔通過時間は漏れ検査の時間に影響しないと考えられる。

以上、液体／気体漏れ流量の圧力依存性の検証と液体固有の漏れ特性の調査を行った結果、適切な液体を選択することで、高圧下の漏れ検査が可能であることを実証した。

## 2-2. 【2】高い検査圧力で稼働可能な液体蒸気ガス分析計の開発

量産検査に耐える耐久性と高い漏れ検出感度を備えた液体蒸気ガス分析計を開発し、これを搭載した液体蒸気リークディテクタの開発を行うことを目的とした。数値目標を以下に示す。

- 最大稼働圧力 50 Pa。(量産対応の 60sec の検査サイクル時間に対応するため)
- 検出分圧下限  $10^{-6}$  Pa オーダー。(最小検出漏れ量： $10^{-7}$  Pa $m^3$ /sec に対応するため)

### 【2-1】液体蒸気ガス分析計の開発

従来のガス分析計は、ガスをイオン化するために熱フィラメントを使用することから  $10^{-1}$  Pa 以下の真空でしか稼働できないこと、フィラメントが損耗するため耐久性が良くないという問題点がある(図 2-2-1(a))。開発中のガス分析計は冷陰極放電の発光を分光検出する方式のため、基本的に耐久性に優れ、最大稼働圧力を高くできる特徴がある(図 2-2-1(b))。サポイン実施前の研究開発により、最大稼働圧力 1 Pa、検出下限  $10^{-4}$  Pa(気体)を達成してきた。サポイン研究開発では、最大稼働圧力 50 Pa、検出下限  $10^{-6}$  Pa の達成と汚れに強い高耐久構造及び容易メンテナンス構造そして液体蒸気検出について研究開発を行った。

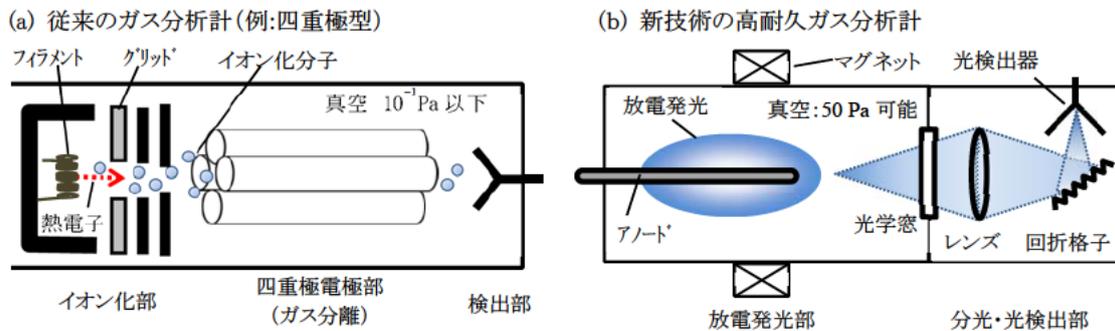


図 2-2-1 (a)従来のガス分析計と(b)新技術の高耐久ガス分析計の模式図。

実施内容は、①稼働圧力拡大のための放電発光部及び分光・光検出部の改良と②高耐久構造及び容易メンテナンス構造の実現のための真空光学部の改良を実施した。また、③測定ソフトウェアの改良として分圧変換のための感度補正とバックグラウンドノイズの補正に着目して実施した。さらに、④液体蒸気検出を実施し、分圧変換のための基礎データを取得した。これらを実施するために 1 次試作機から 4 次試作機の 4 つの試作機を設計・製造し評価した(図 2-2-2)。

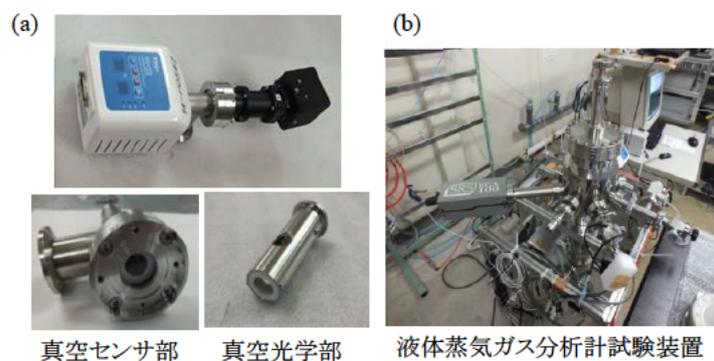


図 2-2-2 液体蒸気ガス分析計の (a)本体及び部品写真、(b)ガス分析計試験装置。

研究開発の成果として以下が得られた。

- ① 稼働圧力拡大  
最大稼働圧力 1 Pa ⇒ 50 Pa  
検出分圧下限  $10^{-4}$  Pa ⇒  $10^{-5}$  Pa
- ② 窓汚れ防止の高耐久構造を達成。
- ③ 感度補正及びバックグラウンドノイズ補正を達成。  
※バックグラウンドノイズ補正が検出下限の改善に貢献。
- ④ 液体蒸気を検出した。特定の発光を選択し、それを漏れ流量に換算するために圧力（真空度） vs 信号強度の検量線を測定した。

## 【2-2】液体蒸気リークディテクタの開発

2-1で開発中の高い検査圧力で稼働可能な液体蒸気ガス分析計を内蔵させた液体蒸気リークディテクタ（図 2-2-3(a)）の試作を行った。通常ガス分析計が 0.1 Pa 以下で稼働することから従来のリークディテクタは高真空ポンプを必要とすることに対し、このリークディテクタは、高真空ポンプ無しの低真空ポンプ（ロータリーポンプ）のみで稼働可能という特徴を有する。

種々の真空排気状態における試作装置の感度評価を典型ガス（ヘリウムガス、窒素ガス、アルゴンガス）など気体を用いて行った。その結果、試作した液体蒸気リークディテクタの検出漏れ量を評価した結果、小さな排気速度において  $1 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{sec}$  の漏れ流量が十分検出できることを確認した。（図 2-2-3(b)）

以上より、目標に近い液体蒸気ガス分析計ができ、高圧液体漏れ検査装置をはじめ種々の漏れ検査装置に適用できる液体蒸気リークディテクタが開発できた。

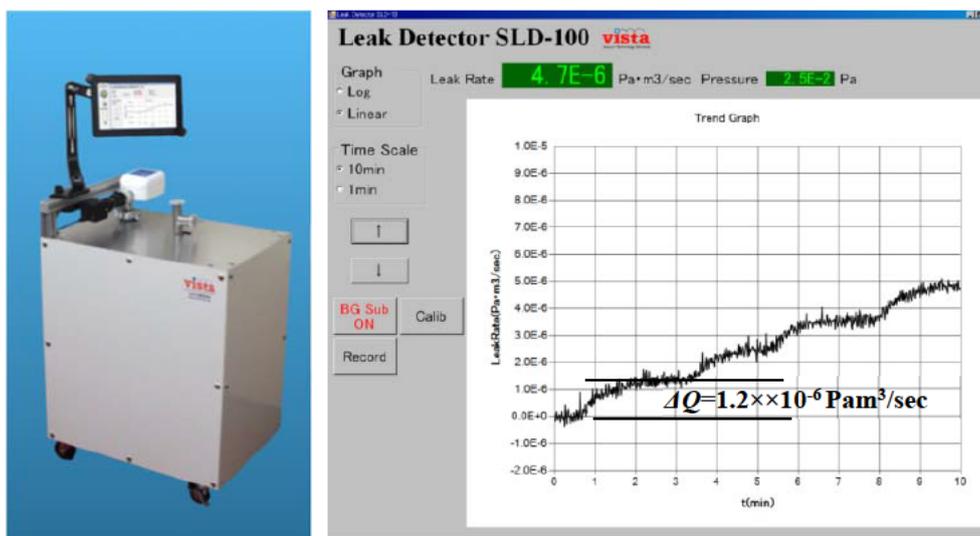


図 2-2-3 液体蒸気リークディテクタによる漏れ流量の測定結果。

### 2-3. 【3】 液体漏れ量校正技術の開発

従来に無い液体蒸気の漏れ量を定量するための液体蒸気校正リークを試作し、その基礎性能を確認し、そして定量導入の長期安定性を評価することを目的とした。数値目標を以下に示す。

- 基礎性能： $10^{-7} \sim 10^{-5} \text{ Pam}^3/\text{sec}$  の範囲の液体蒸気の定量導入。
- 長期安定性：安定度 5%/年以上，絶対精度(不確かさ)20%以内。

液体蒸気校正リークに用いる基準ガス流量導入素子(標準コンダクタンスエレメントと呼ぶ)は、多孔質のステンレス鋼の焼結体で構成されたものであり、研究共同体 1 者の独自技術である。その特徴を以下に記述する。

- ① 従来よりも安定性、信頼性に優れ、原理式(図 2-3-1(a))に基づき任意気体の一定流量のガス導入ができる。なお、流量は一次側の気体圧力により調節できる。
  - 微量のガス流量が可能： $10^{-10} \sim 10^{-5} \text{ Pam}^3/\text{sec}$ ，実用上十分な安定度：3%/年。
- ② 材料からのガス放出量の定量測定や真空ポンプの性能試験において実績があり、水蒸気の定量導入も可能。

本研究では、標準コンダクタンスエレメントによる気体の定量導入を液体蒸気に拡張した。液体蒸気校正リークの 1 次試作機とこれをコンパクト化した 2 次試作機(図 2-3-1(b))について設計・試作し、その基礎性能と長期安定性について評価装置(図 2-3-1(c))を用いて評価した。

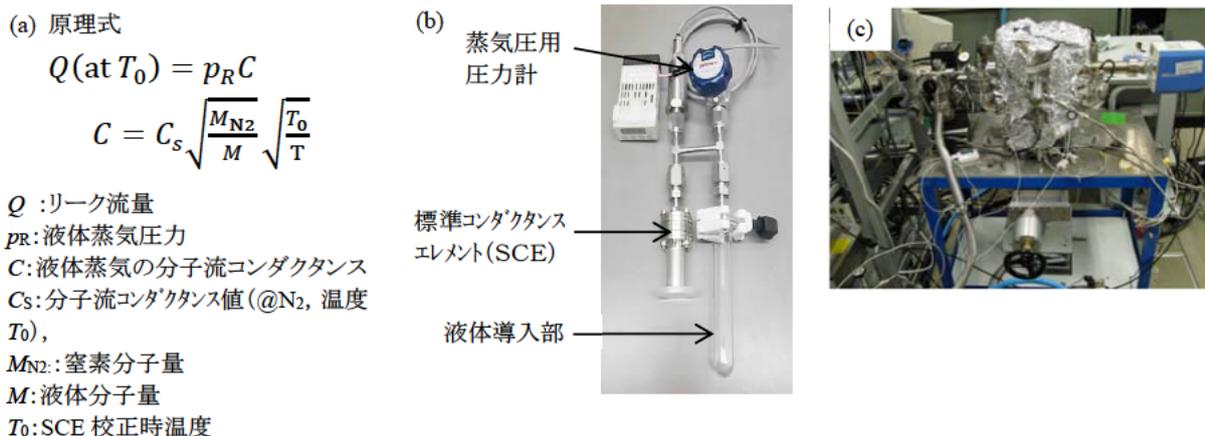


図 2-3-1 標準コンダクタンスエレメントの(a)原理式と(b)液体蒸気校正リークそして(c)評価装置。

#### 【3-1】 基礎性能評価

基礎性能評価として開発した液体蒸気校正リークを用いて、16種類の気体(窒素、酸素、アルゴン、ヘリウム、水素、二酸化炭素、クリプトン、キセノン、ネオン、メタン、エタン、エチレン、プロパン、プロピレン、SF<sub>6</sub>、CF<sub>4</sub>)及び、6種類の液体蒸気(水蒸気、エタノール、アセトン、R134a、HFC1234yf、フロリナート)の定量導入実験(流量範囲： $10^{-7} \sim 10^{-5} \text{ Pam}^3/\text{sec}$ )を行った。原理式(図 2-3-1(a))に基づく、任意液体蒸気分子流コンダクタンス  $C$  は  $1/\sqrt{M}$  ( $M$  は導入する液体蒸気分子量) に比例することがわかっている。測定では、試作した液体蒸気校正リークの圧力  $p_R$  と評価装置の測定から得られる  $Q(\text{at } T_0)$  から、液体蒸気分子流コンダクタンス  $C$  を見積り評価した。その結果、標準コンダクタンスエレメントの分子流コンダクタンスが、分子量 338 の液体(フロリナート)まで、原理式の通り分子量の-1/2乗 ( $1/\sqrt{M}$ ) に比例することを確認できた(図 2-3-2)。尚、水蒸気以外では、10分間以下の測定で、導入ガスは平衡条件に達したが、水蒸気は吸着性ガスであるため、平衡条件に達するまで30分から1時間の時間を要した。

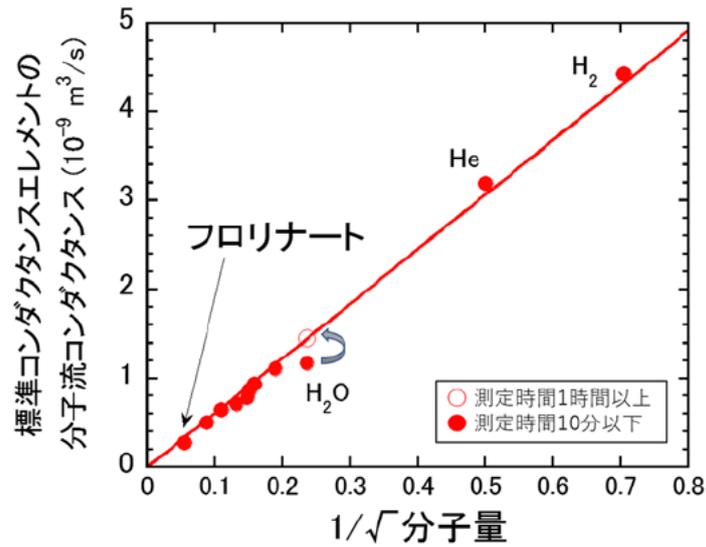


図 2-3-2 種々の気体/液体の分子流コンダクタンス測定結果.

### 【3-2】長期安定性評価

安定性評価は、液体蒸気校正リーク 4 台を対象に、検査液体としてフロリナートを用いこの液体蒸気を  $3 \times 10^{-6} \text{ Pam}^3/\text{sec}$  の漏れ流量で導入し、3 分間 1 時間毎に、計 7~8 回導入した時の漏れ流量を電離真空計で測定した。この安定性評価の測定を 1 回の測定として 11 ヶ月間で 5~6 回測定して長期安定性を評価した (図 2-3-3)。液体蒸気校正リークの長期安定性は 2%~6% ( $1\sigma$ )/11 ヶ月であり、高い安定性を示した。また、定量導入の絶対精度 (正確には、不確かさ) は約 30% であった。

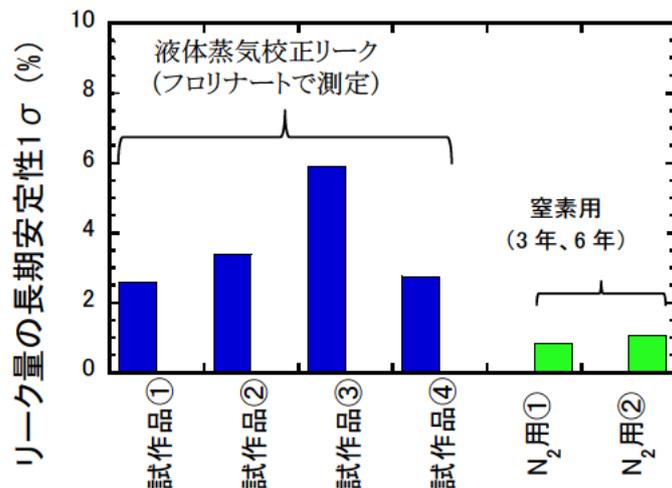


図 2-3-3 液体蒸気校正リークの長期安定性(11 ヶ月間)の結果.

以上より、基礎性能評価による原理どおりの定量導入の実証し、2~6%の長期安定性を持つ液体蒸気校正リークが開発できた。絶対精度(不確かさ)は約 30%とやや大きいかもしれないが、当面の目的においては、実用化する上で大きな障害にならないと考えられる。将来的にはさらなる精度向上 (不確かさの低減) が必要になる可能性がある。

## 2-4. 【4】 量産ラインに投入可能な高圧部品用漏れ検査システムの開発

短い検査サイクル時間で微量漏れが検出できる漏れ検査真空システムと液体加圧・回収システムを開発し、液体蒸気ガス分析計と校正リークを搭載した高圧液体漏れ検査装置を開発することを目的とした。具体的な目標を以下に示す。

- 漏れ検査真空システム 検査サイクル時間 60 sec 以下で  $10^{-7}$  Pam<sup>3</sup>/sec の漏れ検出。
- 液体加圧・回収システム 液体導入圧力：300 MPa、液体回収：回収効率 98%以上。
- 高圧液体漏れ検査装置 液体蒸気の検出など高圧液体漏れ検査装置の目標値。

### 【4-1】 漏れ検査真空システムの開発

図 2-4-1 に試作した漏れ検査真空システムの模式図と写真を示す。この装置は、被試験体を挿入する真空チャンバに 2 系統の真空排気系を接続した被試験体真空部、液体蒸気を検出する漏れ検出真空部から構成される。真空チャンバの内容積は  $48 \times 10^3 \text{m}^3$  であり、中型の被試験体（高圧部品）まで挿入できるようにした。被試験体真空部の 2 系統の排気系において、その 1 系統が大気圧から中真空への排気を担当し、もう 1 系統が中真空から高真空の排気を担当させた。

検査サイクル時間の短時間化のために、被試験体を挿入する真空チャンバにおいて大気圧から 1 Pa 以下の真空排気を行うが、この真空排気時間の短縮が課題であった。また、漏れ検出において高 S/N 比（シグナル／ノイズ比）の達成が必要となるが、これには装置においてバックグラウンドノイズの低減が課題であった。これらの課題を解決するために、真空チャンバの内表面を鏡面処理し、真空チャンバの低ガス放出化を図り、さらに高真空維持ユニットを導入した。

研究成果として以下が得られた。

#### ① 検査サイクル時間

短時間真空排気：大気圧から 10 Pa 到達 10 sec 未満，大気圧から  $10^{-1}$  Pa 到達 20 sec 未満を達成。

検査サイクル時間：真空排気 ⇒ 漏れ検査 ⇒ 大気解放について 50 sec 未満を達成。

#### ② 高 S/N による漏れ検出下限

新型ガス分析計を用いて、S/N 比 50 以上（@ $1 \times 10^{-5}$  Pam<sup>3</sup>/sec（気体））を実現し、漏れ検出下限  $10^{-6}$  Pam<sup>3</sup>/sec を確認した。

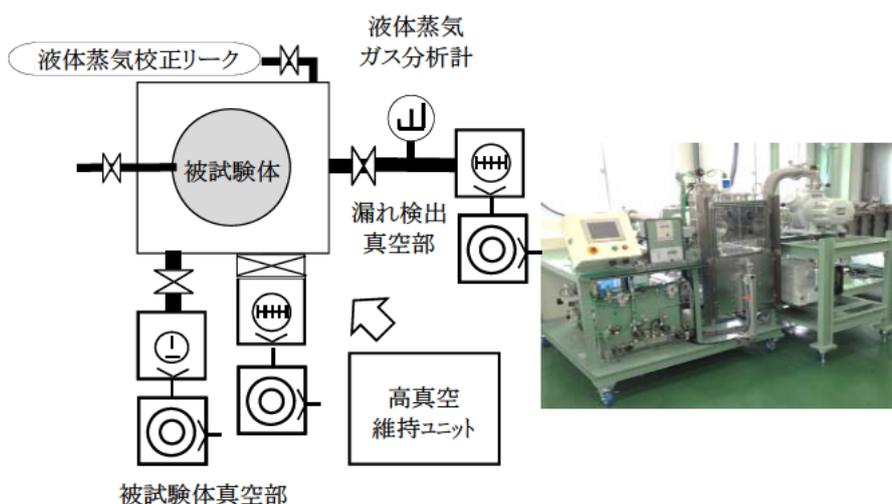


図 2-4-1 漏れ検査真空システムの模式図と写真。

#### 【4-2】液体加压・回収システムの開発

液体導入圧力 300 MPa と液体回収効率 98%以上を目標として、液体加压・回収システムの試作し、その性能を調査した。図 2-4-2 に試作した液体加压・回収システムの回路模式図と写真を示す。この装置は、被試験体に高压液体を導入し液体回収を行う加压・回収ユニットと、2次加压ユニットから構成した。ここで2次加压ユニットは液体加压・回収ユニットによる加压終了後の被試験体の圧力維持のために使用するものである。

研究成果として以下が得られた。

- ①液体加压 液体加压・回収システムにおいて 300 MPa の圧力印加を実証した。
- ②液体回収システムにおいて回収効率 90%を確認した。課題抽出を行ったところ、高い飽和蒸気圧の液体を使用することでさらに回収効率を改善させることがわかった。
- ③この他、あらかじめ高压液体を被試験体に封入し検査する高压ポンピング法について高压ポンピングユニットを試作し、液体加压を確認した。

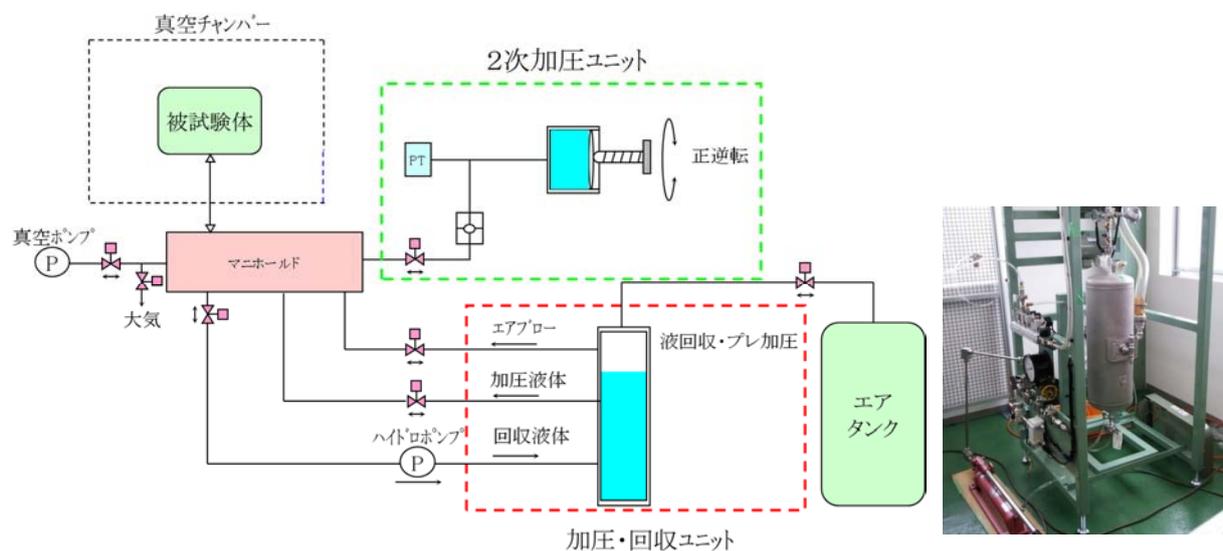


図 2-4-2 液体加压・回収システムの模式図と写真。

#### 【4-3】 高压液体漏れ検査装置の性能調査

基礎性能として前述のように S/N 比  $50(@10^{-5} \text{ Pam}^3/\text{sec}$  (気体) が多数回の連続検査においても安定して再現できることを確認した。 $2 \times 10^{-3} \text{ cc}$  のフロリナートを用いて液体漏れ検出を実施した結果、S/N=300 程度で測定できた。現在、液体蒸気を用いた漏れ検査の N 増し試験を継続して実施中である。

なお、高压液体漏れ検査装置の研究開発成果については、最終章に記述する。

### 第3章 全体総括

#### 3-1 研究開発成果

表 3-1 本研究開発に係る研究項目毎の研究目標と研究成果

研究項目 研究目標	研究成果	達成度
<b>【1】液体の微量漏れ基礎技術の確立</b> 目的:液体の微量漏れ基礎技術を確立する。		
<b>【1-1】液体/気体漏れ流量の圧力依存性の検証</b>	液体/気体漏れ量の圧力依存性は、それぞれの流体の流れにより理論解析できる。	100%
<b>【1-2】液体固有の漏れ特性の調査</b>	液滴落下・漏れ孔通過時間を検証し、漏れ検査に影響しないことを実証した。	90%
<b>【2】高い検査圧力で稼働可能な液体蒸気ガス分析計の開発</b> 目的:量産検査に耐える耐久性と高い漏れ検出感度を備えた液体蒸気ガス分析計を開発する。		
<b>【2-1】液体蒸気ガス分析計の開発</b> 最大稼働圧力 50 Pa, 検出下限 $10^{-6}$ Pa 高耐久構造	最大稼働圧力 1 Pa $\Rightarrow$ 50 Pa を実現した。 検出下限 $10^{-4}$ Pa $\Rightarrow$ $10^{-5}$ Pa を実現した。 高耐久構造を実現した。	90%
<b>【2-2】液体蒸気リークディテクタの開発</b> 検出漏れ量 $10^{-7} \sim 10^{-3}$ Pam <sup>3</sup> /sec	検出漏れ量 $10^{-6} \sim 10^{-3}$ Pam <sup>3</sup> /sec のリークディテクタが開発できた。	90%
<b>【3】液体漏れ量校正技術の開発</b> 目的:従来に無い液体蒸気の漏れ量を定量するための液体蒸気校正リークを開発する。		
<b>【3-1】基礎性能評価</b> $10^{-7} \sim 10^{-5}$ Pam <sup>3</sup> /sec の定量導入	$10^{-7} \sim 10^{-5}$ Pam <sup>3</sup> /sec の液体蒸気流量が理論どおりに導入できることを実証した。	100%
<b>【3-2】長期安定性評価</b> 安定度 5%/年以内, 絶対精度 20%以内	安定度 2~6%と絶対精度 34%を確認した。	90%
<b>【4】量産ラインに投入可能な高圧部品用漏れ検査システムの開発</b> 目的:量産現場に投入可能な高圧液体漏れ検査システムを開発する。		
<b>【4-1】漏れ検査真空システムの開発</b> 検査サイクル時間 60 sec, 検出下限 $10^{-7}$ Pam <sup>3</sup> /sec	検査サイクル時間 50 sec 未満を達成した。 高 S/N により検出下限 $10^{-6}$ Pam <sup>3</sup> /sec を実現した。	100%
<b>【4-2】液体加圧・回収システムの開発</b> 印加圧力 300 MPa, 液体回収効率 98%以上	印加圧力 300 MPa, 液体回収効率 90%を実現した。	90%
<b>【4-3】高圧液体漏れ検査装置の性能調査</b>	液体蒸気検出について成功した。 ※装置性能は次に示す。	80%

サポイン研究開発を行った結果、目標の装置仕様に近い量産対応の高圧液体漏れ検査装置が開発できた。達成した装置仕様について以下に示す。

#### 【開発装置の仕様】

- ① 検査媒体：液体（有機溶媒・合成燃料など），② 印加圧力：300 MPa（目標：300 MPa）
- ③ 検出漏れ量： $10^{-6} \sim 10^{-3}$  Pam<sup>3</sup>/sec（目標： $10^{-7} \sim 10^{-3}$  Pam<sup>3</sup>/sec）
- ④ 検査サイクル時間：60 sec 以下（目標：60 sec 以下）
- ⑤ フェイルセーフ・誤り率 0.1%未満 について実施中。

### 3-2 研究成果の効果と事業化展開

本研究で開発する高圧液体漏れ検査装置は、超高圧下の定量漏れ検査が安全・低コストで量産対応とできることから、図3-1に示すように、エネルギー産業、航空機産業や自動車産業の種々のエネルギー源（燃料）の製造（加圧）・貯蔵・供給用の高圧部品の製造現場に広く普及し、これら産業のエネルギー源の開発・製造を加速し、エネルギー産業のイノベーションに多大に貢献する。具体的には、

- ① 低炭素社会の実現に向けた水素燃料電池や航空機の液体水素利用そして高効率天然ガス発電・ヒートポンプなど次世代のエネルギー革新技術開発に貢献する。
- ② 液体燃料を利用する自動車・航空機用や天然ガス火力発電用の高圧部品では、従来よりも高信頼という高付加価値化が図れることから、これら高圧製品の国際競争力強化に貢献する。

共同研究体の参画企業は、本研究で開発した高圧液体漏れ検査装置と液体蒸気リークディテクタについて製品化し販売する予定である。

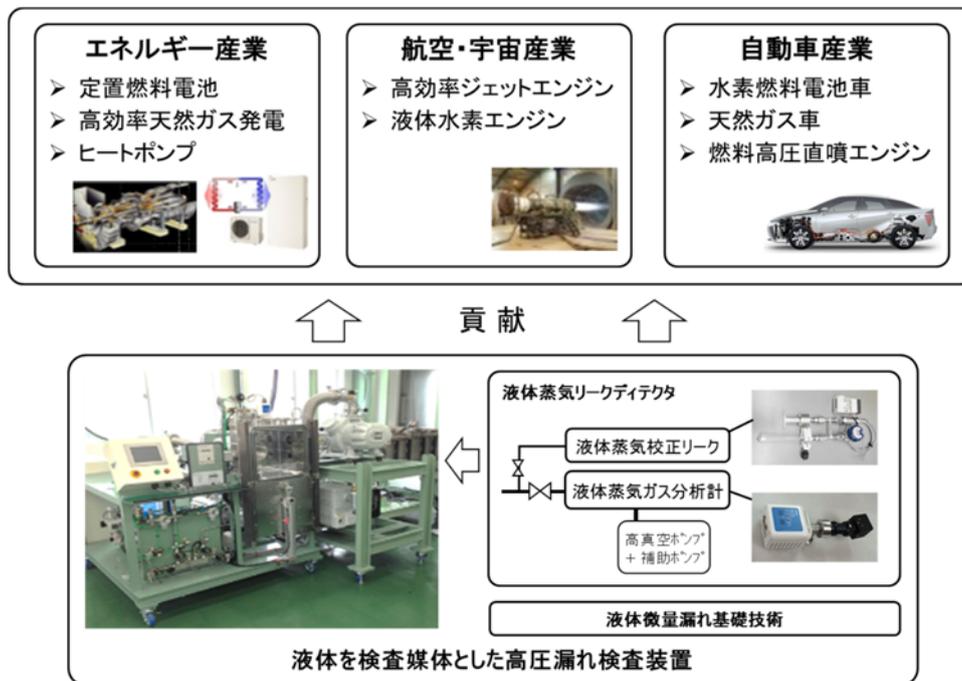


図 3-1 開発装置の産業への効果.