

この事業は、競争の補助を受けて実施しました。

(1) 実施内容

テーマの概要：申請者がこれまで開発してきた広視野レーザ顕微鏡を用いて、ガスケット全面の接触状態を観察することで、従来は難しいとされてきた微細な漏れ経路を特定し、それに基づいた気体の漏れ速度予測手法を確立する。さらに、実験を行うことで、新しく組み立てた予測手法を評価する。

○メタルガスケットによるシール概要

フランジとガスケットの概略を図1に示す。ガスケットに接触するフランジ端面は旋盤で仕上げられている。1枚のガスケットを2枚のフランジで挟むことにより気体や流体を密封する。

このとき、フランジ旋削面に形成された渦巻き状の旋削凸部（尾根部）がガスケットに食い込むことが重要である。

従来このようなガスケットからの漏れ量を予測する手法は、シール面すなわちガスケット表面とフランジ表面間の平均すきまを基に組み立てられてきた。フランジとガスケットの粗面で挟まれた空間体積を見かけの接触面積で除した平均すきまが、粗さのない理想的な平面を持つフランジとガスケットに存在すると仮定して漏れ流量が予測されてきた。この手法は、シール面に作用する加圧力が増加すると漏れ量が少なくなる事実を定性的には予測できたが、いわゆる平均隙間の考え方が実態とかけ離れているために漏れ量を定量的に予測することはできない。結局のところ、正確な漏れ量を求めるためには実験を行うしか手がなかった。

この原因は、ガスケットーフランジ面間の漏れ流路は2次元的な分布を持つものであるが、それらを無理矢理に平均すきまという次元の問題に変換しているからである。シール面全体の漏れ流路を特定するためには、ガスケット表面全体を観察し、漏れ流路の2次元分布を特定しなければならない。しかしながら、これまでは広い領域を観察する装置がないために、シール面全体の漏れ流路を観察することは非常に難しいこととされていた。本研究では旋削仕上げされた鋼フランジと銅ガスケットの間の漏れ流路を、広視野レーザ顕微鏡を用いて観察することを目的とする。その後、観察した漏れ流路に基づき数値計算をすることで、漏れ量を実験によらずに高精度に予測できることを実証することが本研究の概要である。

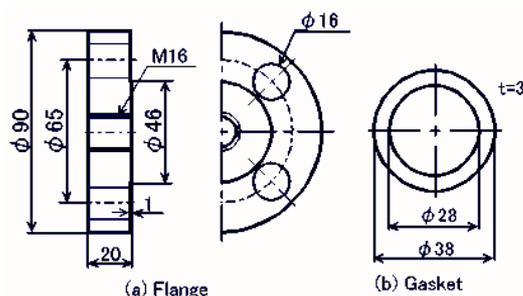


図1 鋼フランジと銅ガスケット

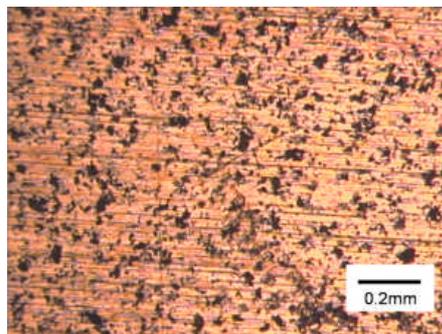


図2 銅ガスケット表面

○メタルガスケットの表面仕上げ（ガスケット研磨技術の確立と金スパッタ膜作成技術）

実際に使用されている銅ガスケットの表面を図 2 に示す。表面は研磨されているが、深い傷が残っていることが分かる。この傷はフランジとの接触痕を観察する際に、誤って接触痕として観察される可能性があるため、取り除く必要がある。エメリーパーで研磨すると、表面の深い傷は取り除けるが、ガスケットの角部が丸まってしまうために、十分な研磨ができなかった。そこで、従来は電解研磨を用いて銅ガスケットを鏡面にする手法を採用していたが、場所により電解の速度が異なり全面を均一に鏡面にすることができないでいた。図 3 はフランジと接触させた後のガスケット（電解研磨処理）表面の一部を拡大したものである。黒い線はフランジ面との接触痕であり、黒い線に囲まれた部分を気体を通ることになる。写真左下に電解研磨され過ぎた領域が確認できる。

そこで、最近導入した自動研磨装置メタサーブ 250（ビューラー）を使い、銅ガスケットの研磨方法を改善した。また、金スパッタコーティングを施すことによりさらに良い表面状態となるようにした。

図 4 と図 5 は、それぞれメタサーブで自動研磨した表面と、その後さらに金コーティングを施した表面である。どちらもフランジと接触させた後のものである。図 4 の自動研磨表面は図 3 の電解研磨面に比べて、表面が均一であることが分かる。さらに、金コーティングを施した図 5 では、金コーティングを広い面にわたり均一に施すことができなかったことが分かる。この金コーティングムラが観察をしにくくしている。

したがって、当初予定の金コーティングは施さずに自動研磨を行う方法が良いことが分かった。

○広視野レーザー顕微鏡による観察

広視野レーザー顕微鏡は、従来のレーザー顕微鏡に比べて数百倍広い視野を有する顕微鏡である。図 6 に、広視野レーザー顕微鏡を使用したガスケット観察の様子を示す。銅ガスケット（メタルガスケ

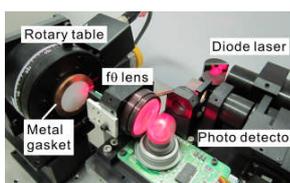


図6 広視野レーザー顕微鏡

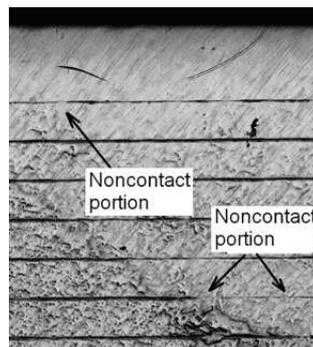


図3 電解研磨した表面



図4 自動研磨表面

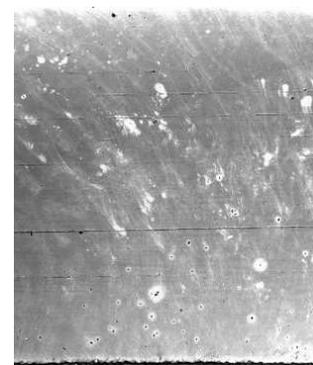


図5 金コーティング表面

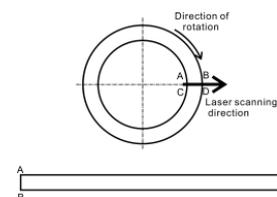


図7 円筒形ガスケット表面を効率的に観察する方法

ット)は回転ステージに取り付けられており、回転ステージが一回転するとガスケット全体の観察が終了するので、従来の顕微鏡での観察時間に比べて極めて短時間の観察である。図7は、ガスケットが回転している様子を示している。図中の横方向の矢印はレーザ顕微鏡のレーザ走査方向を示している。円盤のABから観察が始まって、CDで観察が終了する。ガスケットは円盤状であるが、レーザ顕微鏡の観察画像は、その下に示したように矩形状になる。これにより、内周は実際の長さより長くなり、外周は実際の長さより短くなる。すなわち、画像がゆがむことになるが、気体の漏れを考えるとときには却って好都合である。この一枚の画像はデジタル画像であり、画像サイズは330MBもあるので、通常の画像(1MB)に比べて取り扱いに時間が掛かる。本研究では、プログラムを改善することにより、広視野レーザ顕微鏡からパソコンへの画像取り込み速度を改善した。

○観察画像からの2次元漏れ流路抽出技術

図8は、ガスケットの観察例として、接触圧力6.7MPa、24.5MPaおよび49.0MPaで加圧した後の画像を示す。これら画像の下側はガスケット外周に対応し、画像の上側はガスケット内周に対応する。図7で示すように円形のガスケット表面は矩形に歪んでいることになるが、フランジ面の旋削により形成された尾根(表面微小突起)で押し込まれた接触痕が直線上になるので、漏れ流路の観察には都合がよい。この画像は全体を示すためにかなり縮小しているため、細部は明瞭ではないが、接触圧力49.0MPaでは接触痕が直線上に繋がっていることが分かる。

図9(a)は、接触圧力6.7MPaのガスケット画像を拡大したものである。上下の真ん中に接触痕(contact marks)が横方向(ガスケット円周方向)に走っているのが確認できる。もしもこの接触痕が切れずに繋がっていれば、気体はガスケット円周方向にしか流れることができない。気体の漏れは円周方向にのみ流れることになる。一方、この接触痕が途切れていれば、その部分からガスケットの半径方向に気体流れることになる。この場合、気体は円周方向にしか流れない場合に比べて、漏れ流路をショートカットしたことになり、ガスケットを通した漏れ量は多くなる。図9(b)は、図9(a)の矢視部(A-A)の表面形状を示したものである。矢印で示すように、表面のくぼみから接触痕として認識できるのは一部に限られることが分かる。図9(a)と図9(b)を比較して見ると、接触痕は画像として観察した図9(a)の場合の方が明瞭に判別できることが確認できた。したがって、すべての漏れ流路を特定

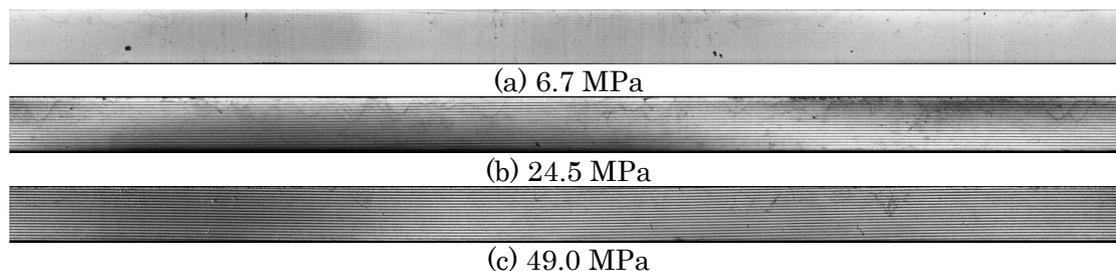
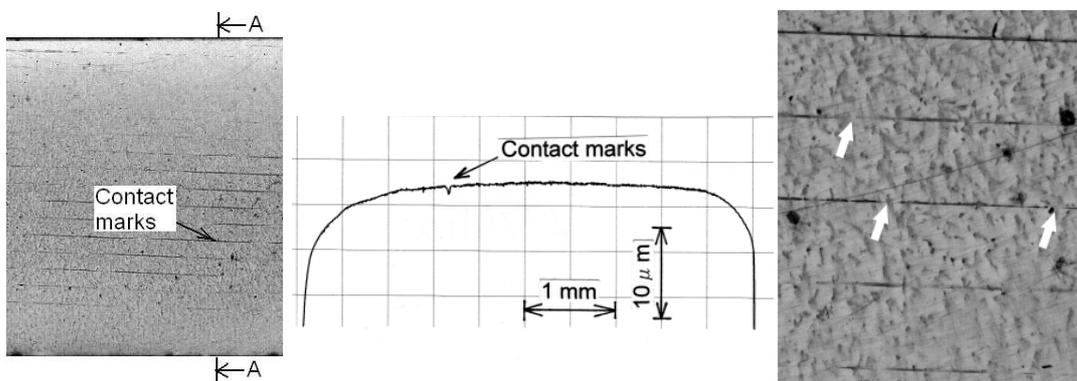


図8 広視野レーザ顕微鏡によるガスケット全面の観察画像

するには、ガスケット表面全面の観察が不可欠であることが分かる。図 9(c)は、図 9(a)の矢印部分をさらに拡大した画像である。図 9(a)では繋がっていたように見えた接触痕でも、さらに拡大すると接触痕が切れている部分があることが確認できた。このことは、ガスケット表面全面を見ることが大切であるが、観察倍率も重要であり、ある一定の倍率以上で観察しなければならないことを示している。

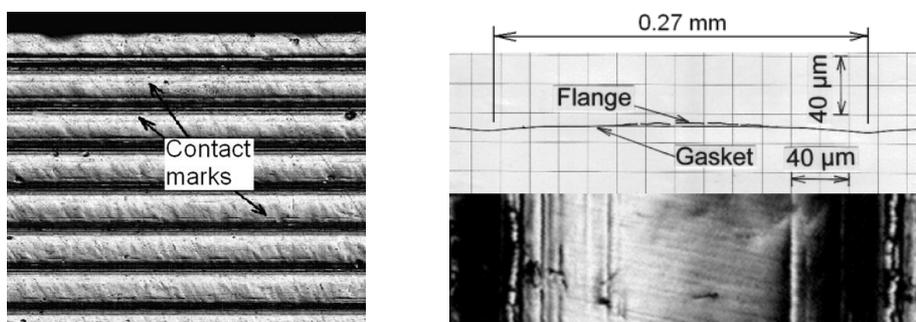
図 10(a)は、接触圧力 49.0MPa のガスケット画像を拡大したものである。初めに接触したフランジ表面の旋削尾根はさらに接触が進み、ガスケット表面に形成された接触痕は深く広がっている。この接触圧力になると、フランジ表面の旋削山の 5 合目あたりに形成された 2 番目の突起がガスケットと接触 (図中の **contact marks** で示す) するようになる。この様子は、さらに拡大した図 10(b)でより明確に知ることができる。図 10(b)は図 10(a)に比べて、画像を 90° 回転させている。図 10(b)には、フランジとガスケットの両方の表面形状も重ね合わせるようにして示している。この図より、表面形状から推定される接触の様子と、接触後の試験片表面に残された接触痕は一致しており、接触画像を使用して漏れ流路を調べることの合理性が確認できた。

接触圧力が小さいときには、ガスケットとフランジ表面旋削山は一部で接触する。この場合、気体の漏れ流路は旋削溝に沿った円周方向と、接触が途切れた所からの半径方向の 2



(a) ガスケット観察画像 (b) 表面形状 (A-A 断面) (c) (a)の矢印部分拡大図

図 9 広視野レーザ顕微鏡によるガスケット全面の観察画像, 接触圧力 6.7MPa



(a) ガスケット観察画像 (b) 1 ピッチの接触痕と表面形状の比較

図 10 広視野レーザ顕微鏡によるガスケット全面の観察画像, 接触圧力 49.0MPa

方向となる。接触圧力が高くなると、ガスケットとフランジ表面旋削山は全ての個所で接触するようになり、気体の漏れは円周方向にのみとなる。

したがって、ガスケット上の接触痕を調べることにより、気体の漏れが円周方向のみになる臨界接触圧力が分かり、それ以降の接触圧力で気体の流れを、粘性層流または分子流と仮定して漏れ速度を予測することができる。

○ガスクロマトグラフによる漏れ量の測定原理

ガスクロマトグラフは物質の定性・定量分析に有効な装置である。本研究では、新たに購入したガスクロマトグラフの定量分析の機能を利用して微量漏れ量の測定に応用した。図 11 に測定原理を示す。図 11(a)に示すようにマイクロシリンジに検出室素ガスを取り、ガスクロマトグラフに検出ガス量 q_1 (mL) を注入すると、図 11(b)に示すように注入ガス量 q_1 に応じたピーク面積 v_1 (μV) がパソコン (PC) 画面上に描かれる。 q_1 と v_1 の関係を順次求めると図 11(c)に示す絶対検量線図が描かれ、これを図 11(d)に示すガスケットの漏れ特性評価実験に適用すれば、出力 V (μV) から漏れ量が算出される。図 12 に絶対検量線を示す。

漏れ特性評価に関する研究において、気体の漏れ量の測定には、メスシリンダを使用する水中置換法、浮力を利用する重量計測法、ガラス管内のせっけん膜移動計測法および電離真空計などを用いた圧力上昇法などが採用されてきた。しかし、微量漏れ量測定が困難であったり、測定時間が長いなど一長一短がある。

ガスクロマトグラフによる漏れ量測定方法は、微量漏れ量の測定が可能で、操作が簡単で測定時間が短く、連続自動記録が可能などの特徴をもっている。

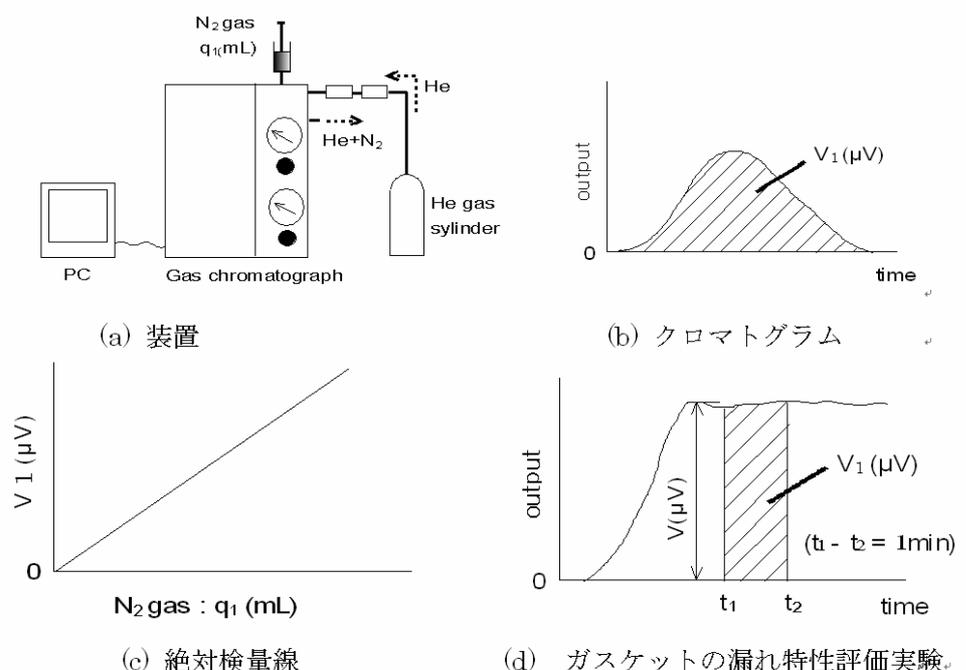


図 11 漏れ量測定へのガスクロマトグラフの応用

○ 2次元漏れ流路からの漏れ量の予測手法

広視野レーザ顕微鏡によるガスケット全面を観察した画像解析（図 9 および図 10）により，接触圧力が小さいときには，気体の漏れ流路は旋削溝に沿った円周方向および半径方向の 2 方向が存在し，接触圧力が大きくなると円周方向の 1 方向になることが判明した．そこで，旋削溝に沿った漏れ量を計算するため，図 13 に示す渦巻き状の流路断面を矩形断面の直管に置換して漏れ量計算を行った．図 13 (a)の黒い曲線はフランジとガスケットの真実接触面積を示し，漏れ流路は渦巻き状になっていることを示す．図 13 (b)はフランジ表面の旋削尾根がガスケットに食い込んでいる状態を示し，Aはすきま断面面積である．図 13 (c)は漏れ量の計算に用いる矩形断面直管のモデルを示す．

漏れ量を計算するために，図 13(c)で示す矩形断面直管の粘性層流に近似して流量計算を行った．矩形直管の幅は w とし，高さ h は断面積 A を w で割った値とした．計算式を下記に示す．

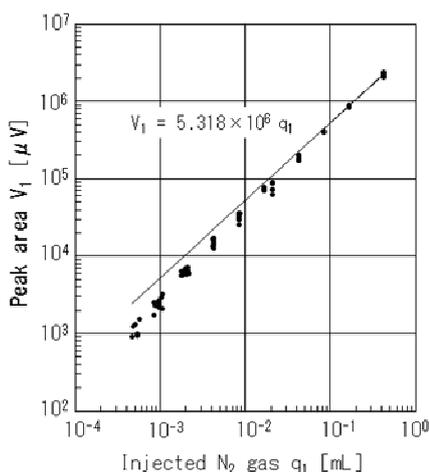
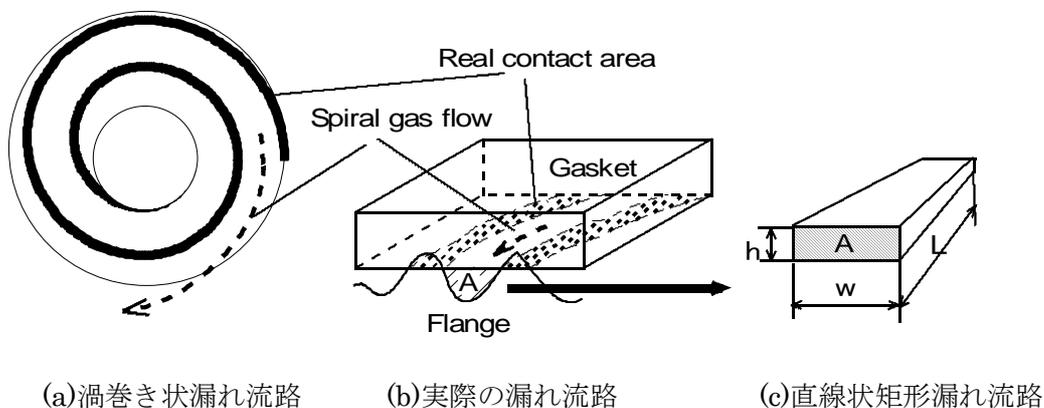


図 1 2 絶対検量線



(a)渦巻き状漏れ流路

(b)実際の漏れ流路

(c)直線状矩形漏れ流路

図 1 3 2次元漏れ流路への置換

表 1 試験片の機械的性質

material	Mechanical properties			Heat treatment
	Tensile strength σ_B (MPa)	Elongation ϵ (%)	Hardness Hv (MPa)	
Flange SS400	490	38	2290	----
Gasket C1100	212	61	420	560°C, 1hr Vacuum annealing

表 2 試験片の組合せ

material	Finishing	Finishing conditions			
		Experimental group	Feed rate (mm/rev)	Cutting speed (m/min)	Rotation frequency (rpm)
Flange SS400	CNC lathe-turning	I	0.27	220	-----
		II	0.24	-----	1020
Gasket C1100	Polishing	Grinder-polisher Buehler, Meta Serv 250 +Vector LC 250			

$$Q_0 = \frac{wh^3}{24\mu L} \frac{p_1^2 - p_2^2}{p_2} \quad (1)$$

ここで、 w ：流路幅、 h ：流路高さ、 μ ：粘性係数（窒素ガス）、 L ：流路長さ、 p_1 ：入口圧（高圧側ガス圧）、 p_2 ：出口圧（低圧側ガス圧）である。

○ガスケットの漏れ特性評価

試験片の形状と寸法は、前述した図 1 に示した。フランジとガスケット材料の機械的性質を表 1 に示す。フランジとガスケットの材質および寸法については、JIS B 2220-2004 の呼び圧力 10K に対応するものを用いた。試験片の組合せを表 2 に示す。実験はフランジ面の切削方法が異なる実験グループ I と II に分けて行った。実験グループ I では、フランジ面はノーズ半径 1.2mm の超合金バイトを用いて、送り 0.27mm、切削速度 220m/min で旋削された。実験グループ II では、送りを 0.24mm、旋盤の回転数を 1020rpm で旋削された。ガスケットは自動研磨装置メタサーブ 250 を使い研磨された。その結果、フランジおよびガスケットの表面は、図 14 に示すようになった。

図 15 に示す実験装置を用いてガスケットからの漏れを実測した。油圧ポンプで荷重を増加させながら、その都度気体の漏れを測定した。キャリアガスはヘリウムで、ディテクティングガスは窒素である。窒素ガスの漏れを新たに購入したガスクロマトグラフで測定した。

漏れ量の測定結果を図 16 に示す。各実験グループにおいて、それぞれガスケット 5 個の

データを採取した。実験グループ I の場合、実線で示す実験値の漏れ量は接触面圧の増加に伴い急減し、接触圧力が約 40MPa 以上になると理論計算値とほぼ一致する。実験グルー

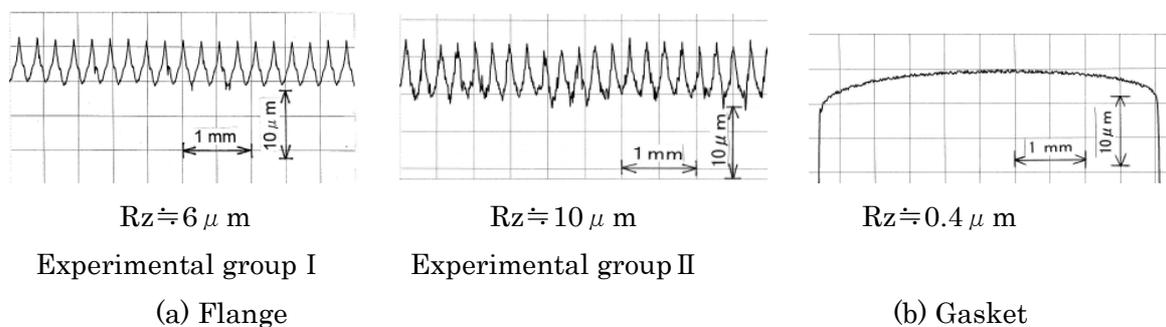


図 1.4 試験片の表面粗さ

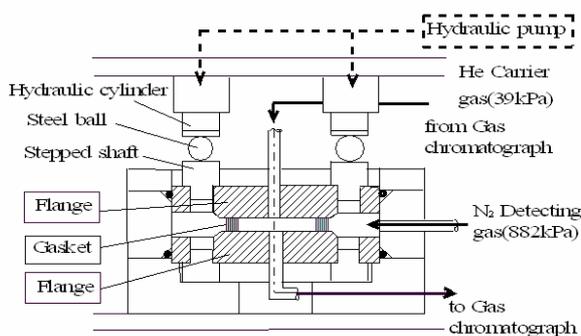


図 1.5 密封特性試験概要

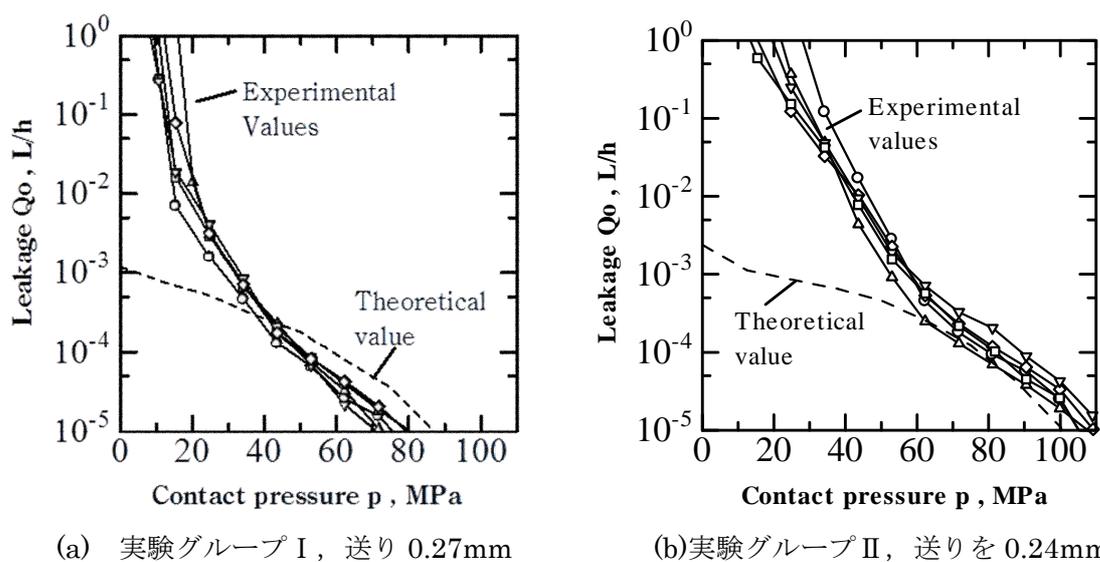


図 1.6 漏れ測定結果

プⅡの場合も、接触圧力が約 60MPa 以上では実験値と理論値はほぼ一致している。このことは、 5×10^{-4} L/h (10^{-4} L/h の漏れ量は約 1 年間で 1L の漏れ量を示す) 以下の微小漏れ量を実験によらず高精度に予測できることを実証している。なお、低い接触面圧において、実験値が理論値より高い理由は、図 9 で示した半径方向の漏れ通路が原因であり、半径方向の漏れが加わるために全体の漏れ量は多くなる。

ここで重要なことは、広視野レーザ顕微鏡で漏れ流路の特定ができたことである。図 16 (a)の実験グループ I では、接触圧力が 40MPa のときに半径方向流路が消滅することが広視野レーザ顕微鏡で特定できた。したがって、それ以上の接触圧力では式(1)により漏れ量の予測をしても良いことになる。実験結果から予測値と実験結果は良く一致しているのが分かる。このような考え方は当たり前のように思えるが、これまでシール全面を観察しようとした意欲的な研究例はなく、そのため半径方向漏れが消滅し円周方向漏れのみとなる臨界接触圧力が特定できないでいた。本研究では、広視野レーザ顕微鏡という武器を使い、臨界接触圧力を特定できるようにした。そのため、臨界接触圧力以上であれば、あいまいな確率論に頼ることなく比較的簡単に気体の漏れを正確に予測できるようになった。漏れ実験を行うことなく、接触痕の観察のみで正確に漏れ量を予測できるようになったことは、この分野においては非常に大きな技術的前進であると言える。

実験グループⅡでは臨界接触圧力は 60MPa である。実験グループ I と同様に予測値は実験値と良い一致を見せている。

○結果のまとめ

広視野レーザ顕微鏡を用いて、金属フランジと金属ガスケット全面の接触状態を観察することができた。これにより、従来は難しいとされてきた円周方向流れのみになる臨界接触圧力を特定することができた。ついで、円周方向流れに基づいた気体の漏れ速度予測手法を考案し、予測値が実験値とよく一致することを確認した。このことは、接触痕の観察を行うことで、漏れの実験を行うことなく、正確に漏れ速度を推定できることを示すものである。

今後は、臨界接触圧力以下の領域でも漏れ速度を予測する手法を確立することに挑戦する予定である。