

JAERI-M
93-067

放射線照射されたポリイミド製Oリングの
放出ガス特性およびシール特性

1993年3月

寺門 拓也・柴沼 清・大川 慶直・瀬口 忠雄

JAERI-Mレポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の間合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）
あて、お申しこしください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11茨城
県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.
Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division, Department
of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun,
Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1993

編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 日立高速印刷株式会社

放射線照射されたポリイミド製Oリングの
放出ガス特性およびシール特性

日本原子力研究所那珂研究所核融合工学部
寺門 拓也・柴沼 清・大川 慶直⁺・瀬口 忠雄⁺⁺

(1993年2月24日受理)

核融合実験炉における高分子材料の適用性調査として、ポリイミドに放射線を照射し、放出ガス特性およびシール特性について試験を行った。本試験では、結晶化处理されたポリイミドを削り出し加工によりJIS真空フランジ25A用OリングV40相当に加工した試料を用いた。吸収線量は、未照射の試料、および実験炉の運転停止後における炉内の誘導放射線量である $1 \times 10^5 \text{Sv/h}$ の50時間及び100時間に相当する10MGyと5MGyの試料の3種類を用いた。また温度条件は、室温及び実験炉の真空容器ベーキング温度の180℃、炉内構造物であるダイバータおよび第1壁ベーキング温度の350℃とした。

放出ガス特性については、放出ガス量と放出ガスの成分の変化を測定した。シール特性についてはヘリウムリークテストと圧縮率の測定およびシール線荷重を算出した。この試験により3種類の試料を比較し、吸収線量の違うポリイミド製Oリングの放出ガス特性とシール特性を明らかにした。

Outgas and Vacuum Seal Characteristics of Irradiated
Polyimide O-ring

Takuya TERAKADO, Kiyoshi SHIBANUMA, Yoshinao OHKAWA⁺
and Tadao SEGUCHI⁺⁺

Department of Fusion Engineering Research
Naka Fusion Research Establishment
Japan Atomic Energy Research Institute
Naka-machi, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received February 24, 1993)

In application of polymeric materials to the fusion experimental reactor, outgas and vacuum seal characteristics of irradiated polyimide were studied. Crystalline polyimide is used as a test specimen, which is cut into the equivalent of O-ring V40 for JIS vacuum flange 25A. Irradiation conditions of the test specimen are three, i.e., absorbed dose 0, 5 and 10 MGy corresponding to 0, 50 and 100 hours of irradiation, respectively, under the induced dose rate of 10^5 Sv/h in the vacuum vessel after shutdown of the experimental reactor, and temperature conditions of the test specimen are room temperature, 180°C, baking temperature of the vacuum vessel, and 350°C, baking temperature of plasma facing components, such as the divertor and the first wall. In outgas characteristic, outgassing rate and outgas mass spectra were measured, and in vacuum seal characteristic, the relation between helium leak rate and compression ratio of the test specimen was evaluated. By comparing the test results, outgassing and vacuum seal characteristics of irradiated polyimide O-ring were clarified.

Keywords : Fusion Reactor, Polyimide, O-ring, Vacuum Seal, Outgas,
Radiation Damage

+ Department of ITER Project

++ Department of Material Development, Takasaki Radiation Chemistry
Research Establishment

目 次

1. はじめに	1
2. 実 験	2
2.1 実験装置および実験方法	2
2.1.1 放出ガス特性	2
2.1.2 シール特性	3
3. 実験結果	8
3.1 放出ガス特性	8
3.1.1 放出ガス量測定結果	8
3.1.2 放出ガス成分測定結果	9
3.2 シール特性試験	29
3.2.1 ヘリウムリークテスト	29
3.2.2 ポリイミド製Oリングの圧縮率	29
3.2.3 ポリイミド製Oリングに対する線荷重	31
4. まとめ	38
謝 辞	39
参考文献	39
付 録	40

Contents

1. Introduction	1
2. Experiment	2
2.1 Experimental Apparatus and Experimental Procedure	2
2.1.1 Outgas Characteristics	2
2.1.2 Vacuum Seal Characteristics	3
3. Experimental Results	8
3.1 Outgas Characteristics	8
3.1.1 Experimental Results of Outgassing Rate	8
3.1.2 Experimental Results of Outgas Mass Spectra	9
3.2 Vacuum Seal Characteristics	29
3.2.1 Helium Leak Test	29
3.2.2 Compression Ratio of Polyimide O-ring	29
3.2.3 Line Load of Polyimide O-ring	31
4. Summary	38
Acknowledgements	39
References	39
Appendix	40

1. はじめに

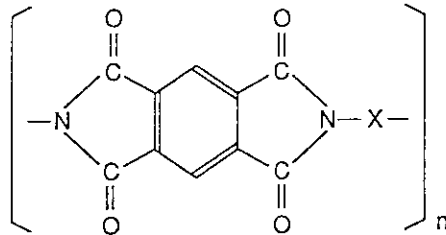
燃料として重水素とトリチウムを使用する核融合実験炉の運転停止後における炉内構造物の分解保守時には、 γ 線として $1 \times 10^5 \text{Sv/h}$ という極めて高い誘導放射線環境下での作業が要求される。

放射線環境下において、高分子材料の主要機器への使用は信頼性に問題があるが、分解保守に使用する二重シール扉⁽¹⁾のように、繰り返し着脱する部分のシール材や炉外に設置されている配管継手のシール材および電気絶縁材としては注目すべき材料である。そこで、核融合実験炉での適用性を調査することを目的とし、汎用品のなかで耐放射線性や耐熱性および電気絶縁性の優れた高分子材料として知られるポリイミドへ放射線を照射し、放出ガス特性とシール特性試験を行うことにより吸収線量による影響を比較した。今回用いたポリイミドは、結晶化処理された材料を削り出し加工により、JIS真空フランジ用のV40に相当する規格のOリングとして製作されたものであり、吸収線量が核融合実験炉の分解保守時の50倍および100倍に相当する5MGy、10MGyの試料と、未照射の3種類を用いた。また、温度条件は、核融合実験炉の真空容器ベーキング温度の180℃、炉内構造物であるダイバータおよび第1壁ベーキング温度の350℃、そして室温とした。

なお、試験に使用したポリイミド製Oリングへの放射線照射は、日本原子力研究所高崎研究所の高崎1号加速器により行われた。照射条件は、電子線照射処理(2MeV, 2mA, 真空中)において、照射時間30分で5MGyおよび60分で10MGyの吸収線量であった。

2. 実 験

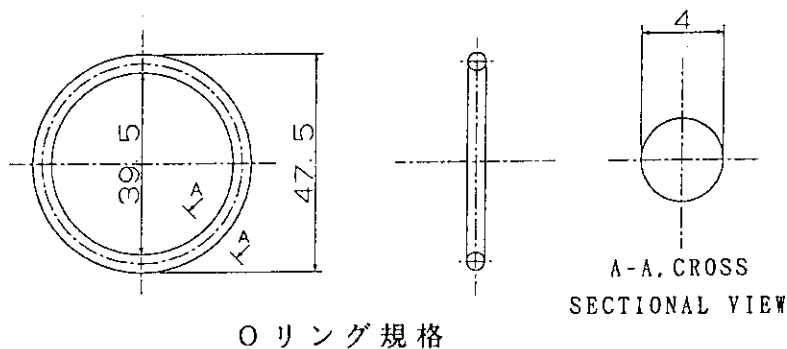
基本的なポリイミドの構造式と物性およびJIS真空フランジ25A用OリングV40相当に加工し放出ガス測定とシール特性試験に使用したポリイミド製Oリングを図1に示す。



Melting Point : 390 °C
 Molding Temperature : 400 °C
 Glass Transition Point : 245 °C
 Material : Polyimide

* New TPI, 三井東圧(株)製 *

ポリイミドの構造式と物性値



Oリング規格

図1 ポリイミド製Oリングの外観および物性値

2.1 実験装置および実験方法

2.1.1 放出ガス特性

真空排気の時間経過にともなう放出ガス量と放出ガス成分を測定することにより、未照射、5MGy、10MGyの放出ガス特性を比較した。放出ガス特性測定装置外観を図2に示す。直径40mm、長さ450mm、内容積約550mlの石英管へ、ポリイミド製Oリングを1/4に切断し、そのうち1個を試料として挿入した。試料はアルコールにて洗浄しデシケーターに24時間以上保管されたものである。放出ガスは、コンダクタンス ($C = 9.25 \times 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$) を有するオリフィス板を介して真空ポンプにより排気され、放出ガス量はオリフィス板の上流および下流側に生ずる差圧を測定することにより求められた。圧力は、あらかじめ窒素により校正された電離真空計, P_1 ,

P₂により測定された。

放出ガスの成分は、オリフィス板より下流側に設置した四重極質量分析計（QMS）により測定された。使用した機器は、日電アネルバ製AQA-100で測定質量数（AMU）は1～100である。

更に、石英管内の試料は外部から赤外線ヒーターにより、180℃または350℃に加熱することができ、石英管内部に挿入されたアルメル・クロメル熱電対により試料の温度が測定された。なお、今回の測定では、昇温速度を5℃/分とした。また、測定装置は試料を交換する度に500℃で全体の加熱焼き出しができるよう恒温槽構造に設計されている。放出ガス測定方法について、操作フローを図3に示す。温度条件3種類、未照射の試料と、 γ 線吸収線量5MGy、10MGyの3種類の試料により、1条件で80時間の測定を行った。ただし、加熱をする場合は、24時間排気したのち8時間加熱を行い、さらに排気を継続し合計約80時間の測定を行った。

2.1.2 シール特性

ヘリウムリークテストと圧縮率の測定およびシール線荷重を算出することにより、未照射、5MGy、10MGyのポリイミド製Oリングのシール特性を比較した。ヘリウムリークテストの装置外観を図4に示す。最少検出感度 $\sim \times 10^{-12} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ を有するヘリウムークディテクタ（日本真空製：DLMS-33）にヘリウムの標準リーク（ $5.05 \times 10^{-9} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ ）と25Aのフレキシブルホース2mを取り付け、フレキシブルホースのJIS真空フランジ25AへV40相当に製作されたポリイミド製Oリングを装着し閉止フランジを取り付け測定を行なった。フランジを固定する4箇所のM8ボルトにおける締め付けのトルク管理は、10kg \cdot cmより図5に示す操作フローに従いトルクレンチにより行われた。

温度条件としては、室温より行い、許容リーク量を $1.33 \times 10^{-9} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 以下とし、フード法によるヘリウムリークテストの結果が許容リーク量を満足した場合にのみ、350℃までの昇温試験に移行することとした。昇温試験は、あらかじめヘリウムガスにより置換された恒温槽中にフランジ全体を挿入して、約10℃/分の速度により昇温し、その間のヘリウムリークディテクタの指示を記録した。昇温中の温度はアルメル・クロメル熱電対T1、T2、T3により測定された。

また、圧縮率の測定はトルクレンチでポリイミド製Oリングの装着されたフランジの4本のボルトを締め付けた後、2枚のフランジの面間寸法をマイクロメーターで測定することによりフランジ間のギャップ（ ΔL ）を求め、ポリイミドOリングの圧縮率（ δ ）を調べた。

さらに、室温において許容リーク量を満足した場合のボルトの締め付トルクにおける、ポリイミド製Oリングに対する線荷重を算出した。

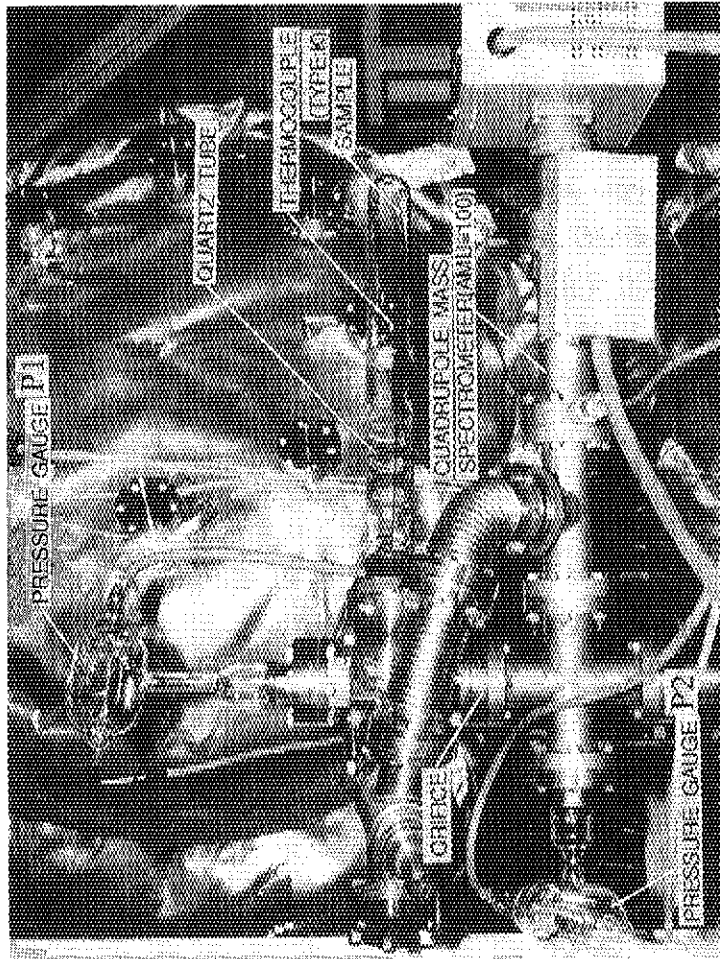
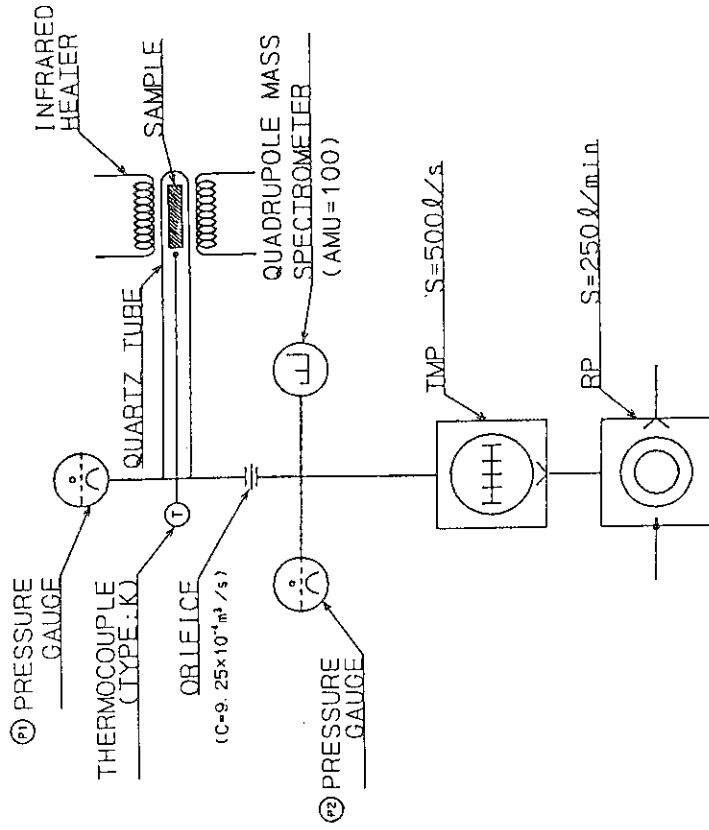


図2 放出ガス特性測定装置外観図

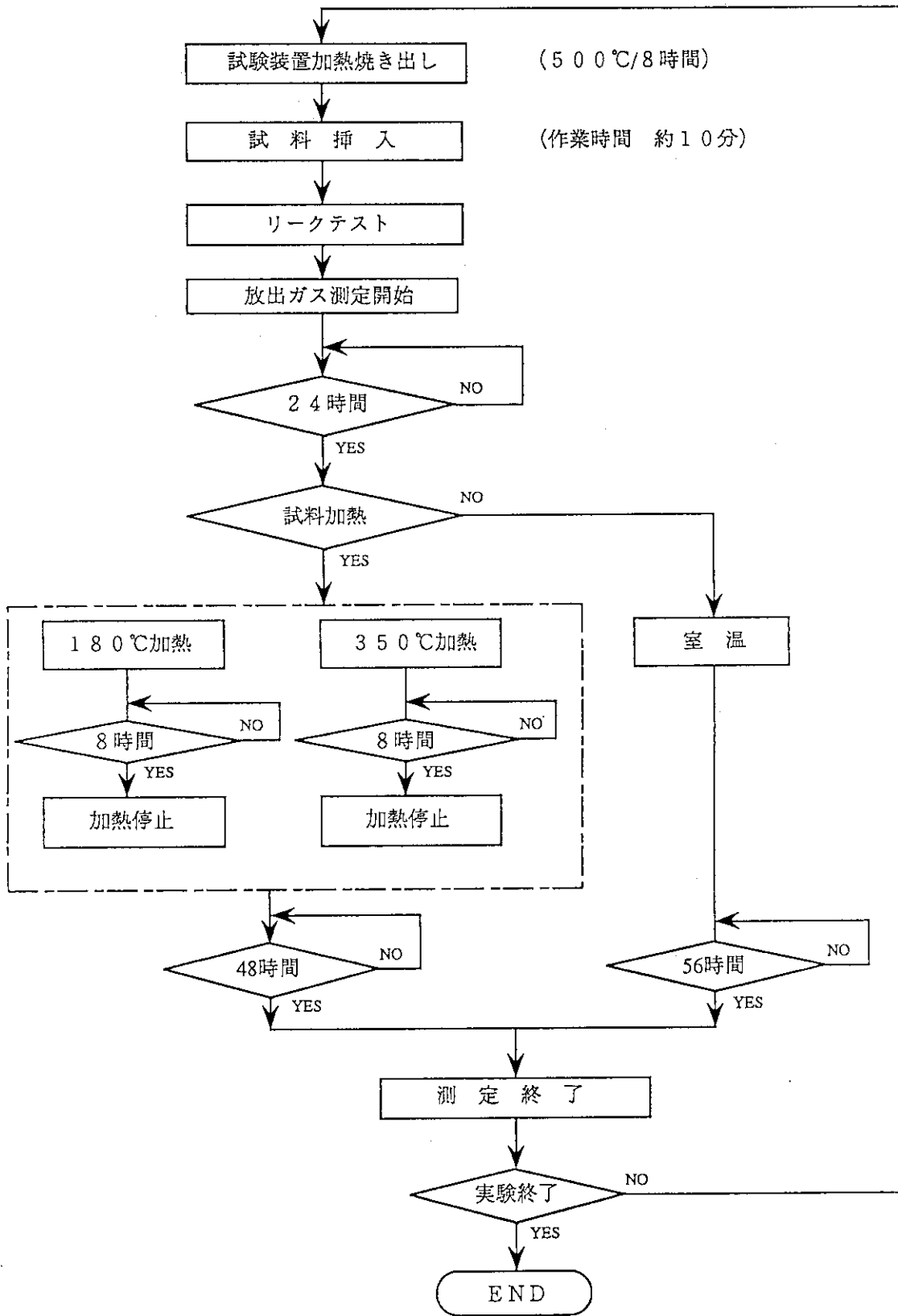
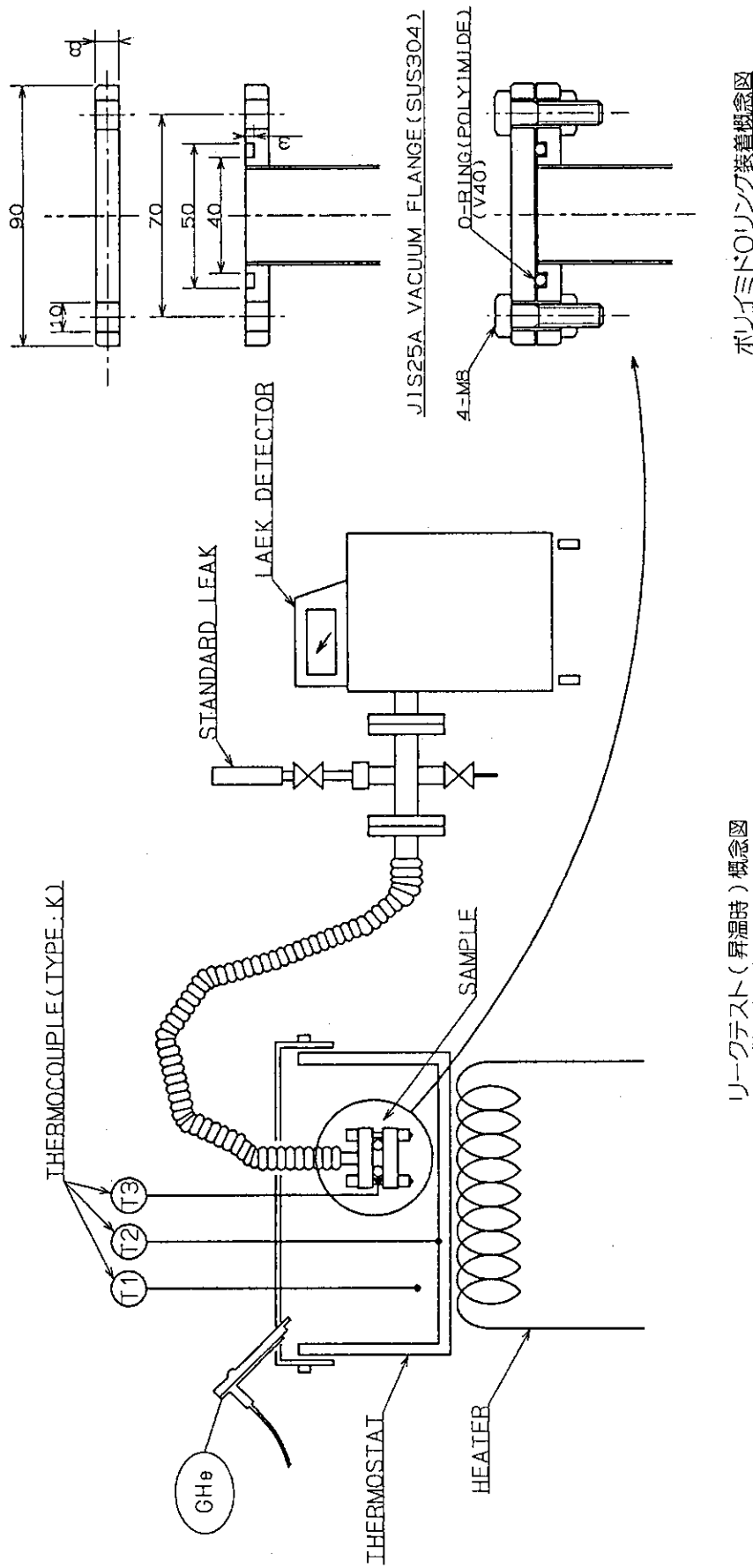


図3 放出ガス量測定操作フロー図



リークテスト (昇温時) 概念図

ポリイミドOリング装着概念図

図4 ヘリウムリークテスト装置概念図

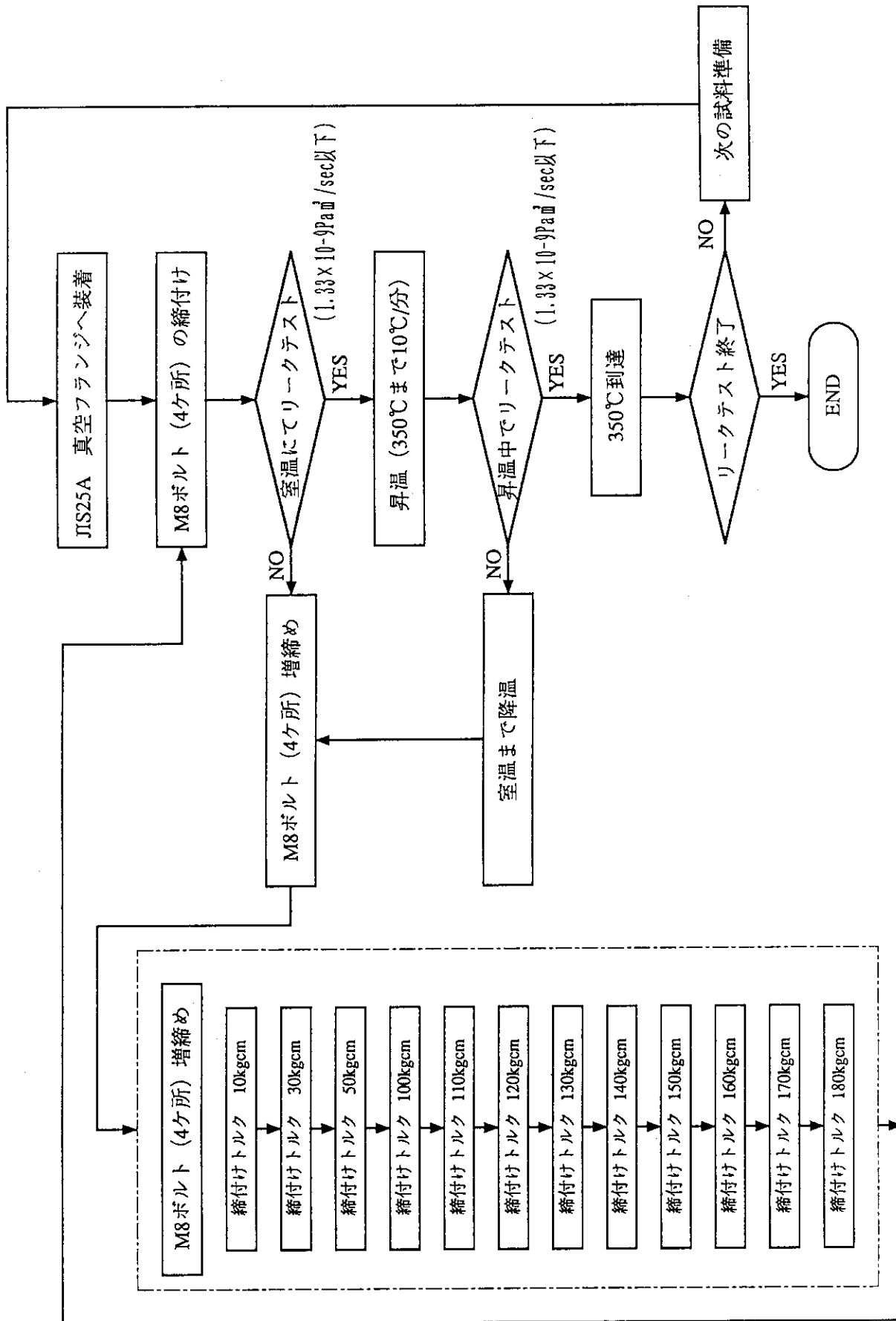


図5 ヘリウムリークテスト操作フロー図

3. 実験結果

3.1 放出ガステ性

3.1.1 放出ガス量測定結果

試料からの放出ガス量を Q_s ($\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$), 測定装置からの放出ガス量を Q_r ($\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$), とすると測定装置 (石英管内) に試料挿入, 未挿入時において, 以下の関係が成り立つ⁽²⁾。

$$Q_s + Q_r = C \cdot (P_{sr} - P_b) \quad (1)$$

$$Q_r = C \cdot (P_r - P_b) \quad (2)$$

ここで, C : オリフィス板のコンダクタンス (m^3/s), P_{sr} : 試料挿入時の P_1 の圧力 (Pa), P_r : 試料未挿入時の P_1 の圧力 (Pa), P_b : 排気側 P_2 の気力 (Pa), である。

従って, Q_s は, (1), (2) 式により求められる。なお, 結果は各試料の表面積 1m^2 当たりの放出ガスとしてまとめた。

図6に室温における, 未照射, 5MGy, 10MGyの放出ガス測定結果を示す。未照射の場合, 排気0.1時間で $3.06 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ ~ 排気80時間で $2.97 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ の放出ガスが測定された。5MGyの場合, 排気0.1時間で $1.44 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ ~ 排気80時間で $3.30 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ の放出ガスが測定された。10MGyの場合, 排気0.1時間で $1.89 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ ~ 排気80時間で $3.62 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ の放出ガスが測定された。

図7に180℃で8時間加熱を実施した, 未照射, 5MGy, 10MGyの放出ガス測定結果を示す。図8に180℃で8時間加熱状態における放出ガス測定結果を示す。未照射の場合, 排気0.3時間で $1.14 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ ~ 排気80時間で $1.3 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ であった。加熱時の最大放出ガス量を示したのは180℃に到達した時点で, $5.51 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ であり, 加熱終了時で $3.75 \times 10^{-3} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ であった。5MGyの場合, 排気0.3時間で $1.21 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ ~ 排気80時間で $1.50 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ の放出ガスが測定された。加熱時の最大放出ガス量を示したのは180℃に到達した時点で, $6.91 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ であり, 加熱終了時で $4.92 \times 10^{-3} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ であった。10MGyの場合, 排気0.3時間で $1.25 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ ~ 排気80時間で $1.63 \times 10^{-5} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ の放出ガスが測定された。加熱時の最大放出ガス量を示したのは180℃に到達した時点で, $1.30 \times 10^{-1} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ であり, 加熱終了時で $7.58 \times 10^{-3} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ であった。

図9に350℃で8時間加熱を実施した, 未照射, 5MGy, 10MGyの放出ガス測定結果を示す。図10に350℃で8時間加熱状態における放出ガス測定結果を示す。未照射の場合, 排気0.1時間で $1.10 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ ~ 排気60時間で $5.17 \times 10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s} \cdot \text{m}^2$ の放出ガスが測定された。加熱時の最大放出ガス量を示したのは350℃に到達した時点で, $3.52 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3$

／s・m²であり、加熱終了時で $7.67 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ であった。5MGyの場合、排気0.1時間で $1.50 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ ～排気40時間で $1.45 \times 10^{-5} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ の放出ガスが測定された。加熱時の最大放出ガスを示したのは350℃に到達した時点で、 $4.93 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ であり、加熱終了時で $9.66 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ であった。10MGyの場合、排気0.1時間で $1.35 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ ～排気50時間で $3.26 \times 10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ の放出ガスが測定された。加熱時の最大放出ガスを示したのは350℃に到達した時点で、 $6.32 \times 10^{-2} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ であり、加熱終了時で $1.09 \times 10^{-3} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ であった。180℃のポリイミドの放出ガス量と比較すれば、350℃における加熱8時間後と排気80時間後の放出ガス量は180℃に加熱した場合の放出ガス量に対して加熱8時間後では約1桁、排気80時間後では1桁以上低い結果となった。この結果は単に温度差だけではなくポリイミドのガラス転移点 ($T_g = 245^\circ\text{C}$) の要因があり、ポリイミドの分子鎖セグメントの熱運動の影響が考えられる。

最後に試料未挿入時における放出ガスの測定結果について、室温の場合を図11に、180℃加熱の場合を図12に、180℃加熱中の場合を図13に、350℃加熱の場合を図14に、350℃加熱中の場合を図15に示す。

3.1.2 放出ガス成分測定結果

放出ガス成分の測定を四重極質量分析計 (QMS) により行った。測定結果としては、室温における放出ガス量測定中の四重極質量分析計 (QMS) の指示値で、未照射の24時間後および80時間後における質量数 (AMU) 1～100までの開裂パターンを図16に示す。同様に、5MGyの24時間後および80時間後における開裂パターンを図17に、そして10MGyの24時間後および80時間後における開裂パターンを図18に示す。各試料とも一般的なポリイミドと同様に、水素 (AMU = 2)、水 (AMU = 18)、一酸化炭素と窒素 (AMU = 28)、二酸化炭素 (AMU = 44) が放出ガスの90%以上であった⁽³⁾。室温での測定において、未照射、5MGy、10MGyの排気24時間後での測定結果と約80時間後での測定結果とを比較すると大きく減少している成分は、水 (AMU = 18) のピークであった。

次に、180℃にて8時間加熱した場合、排気時間として25時間後、加熱時間として1時間後および8時間の加熱終了後、排気時間として80時間後の開裂パターンとして、未照射の結果を図19に、5MGyの結果を図20に、10MGyの結果を図21に示す。各試料とも水素 (AMU = 2)、水 (AMU = 18)、一酸化炭素と窒素 (AMU = 28)、二酸化炭素 (AMU = 44) が放出ガスの90%以上であった。排気25時間後での測定結果と80時間後での測定結果とを比較すると、未照射と5MGyの場合、水 (AMU = 18) の減少に対して一酸化炭素と窒素 (AMU = 28) が排気時間とともに増加する傾向にあり80時間後には、水 (AMU = 18) のピークに対して一酸化炭素と窒素 (AMU = 28) のピークの高さが逆転した。10MGyの場合、排気時間の経過とともに水 (AMU = 18) の減少に対して一酸化炭素と窒素 (AMU = 28) は少し増加したが、80時間後においてもピークの高さの逆転はなかった。

そして、350℃にて8時間加熱した場合、排気時間として25時間、加熱時間として1時間後および8時間の加熱終了後、排気時間として80時間後の開裂パターンとして、未照射の結果を図22に、5MGyの結果を図23に、10MGyの結果を図24に示す。各試料とも水素 (AMU =

2), 水 (AMU = 18), 一酸化炭素と窒素 (AMU = 28), 二酸化炭素 (AMU = 44) が放出ガスの95%以上であった。排気25時間後での測定結果と80時間後での測定結果とを比較すると、未照射の場合、排気25時間後では水 (AMU = 18) のピークに対して一酸化炭素と窒素 (AMU = 28) のピークが高い状態であったが排気80時間後では放出ガス量の減少にともないピークの高さが逆転した。5MGyと10MGyの場合、排気時間の経過にともなう水 (AMU = 18) の減少に対して一酸化炭素と窒素 (AMU = 28) もほぼ同じ割合で減少した。

最後に、試料未挿入時における放出ガス測定中の四重極質量分析計 (QMS) の質量数 (AMU) 1~100までの開裂パターンについて、室温での場合の指示値を図25に、加熱した場合の指示値で、排気時間として25時間後、加熱時間として1時間後および8時間の加熱終了後、排気時間として80時間後の開裂パターンとして、180℃による加熱の場合を図26に、350℃による加熱の場合を図27に示す。

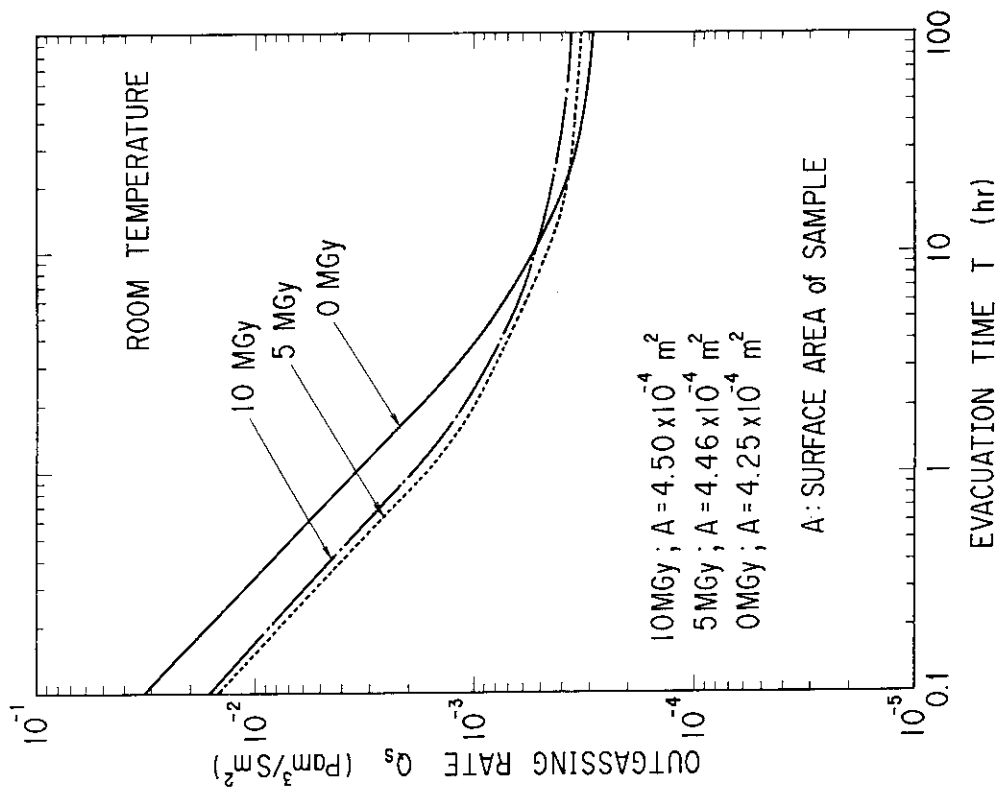


図6 ポリイミド製リングの放出ガス量測定結果 (室温)

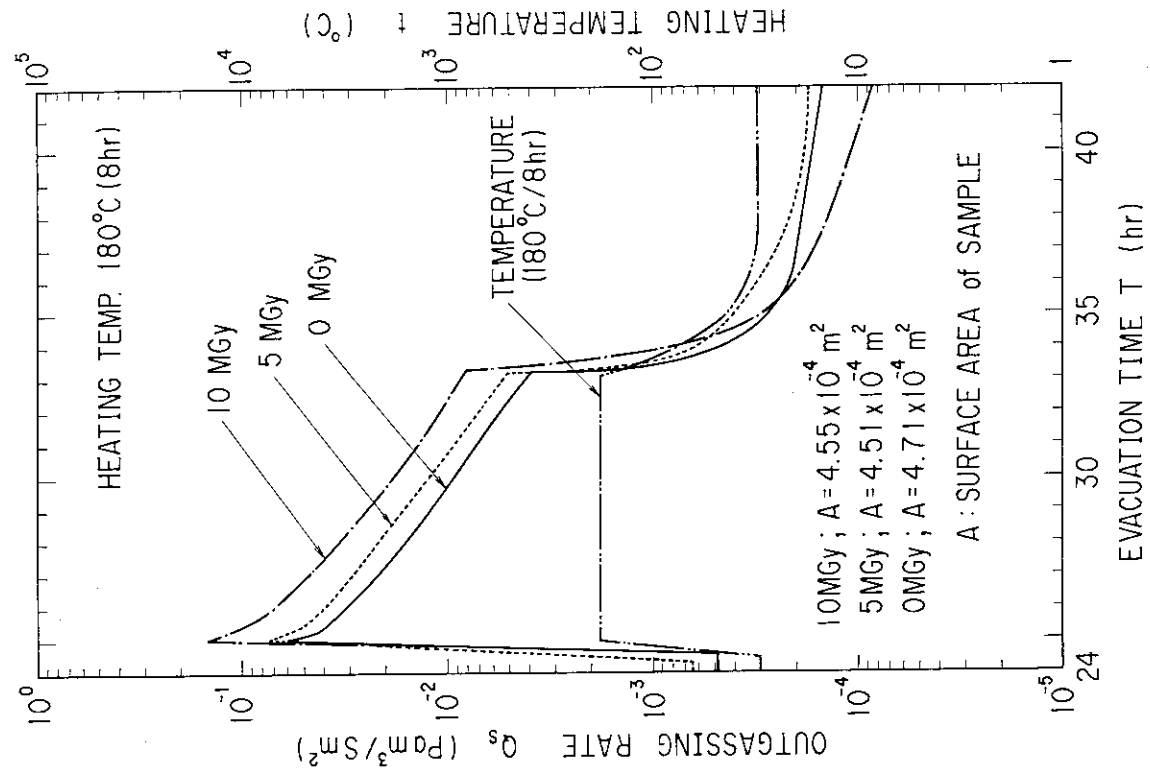


図8 ポリイミド製リングの180°Cで8時間加熱状態における放出ガス量測定結果

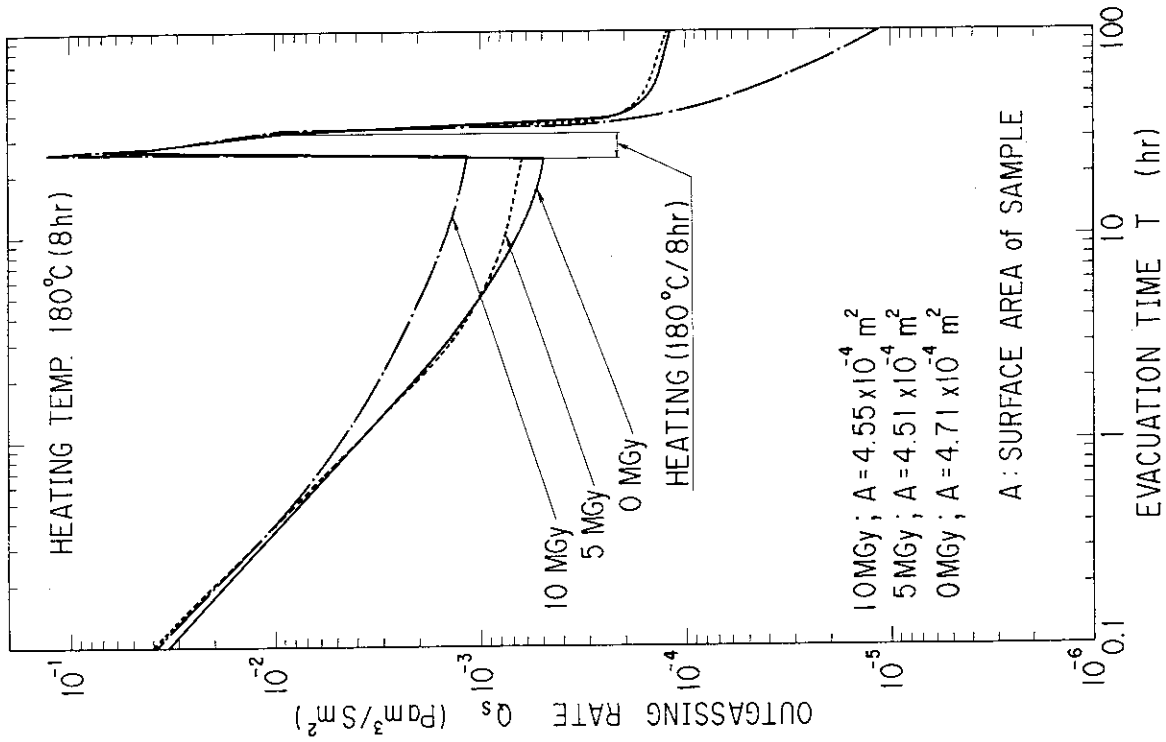


図7 ポリイミド製リングの放出ガス量測定結果 (180°C・8時間加熱)

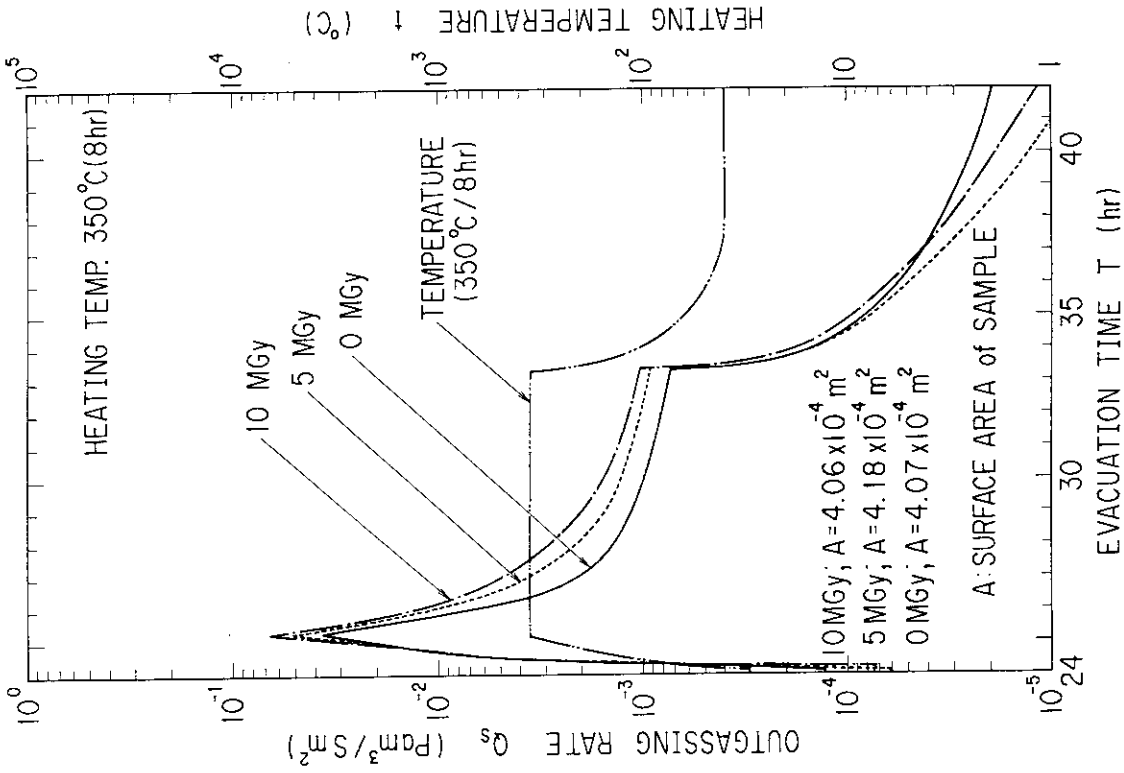


図10 ポリイミド製オリングの350°Cで8時間加熱状態における放出ガス量測定結果

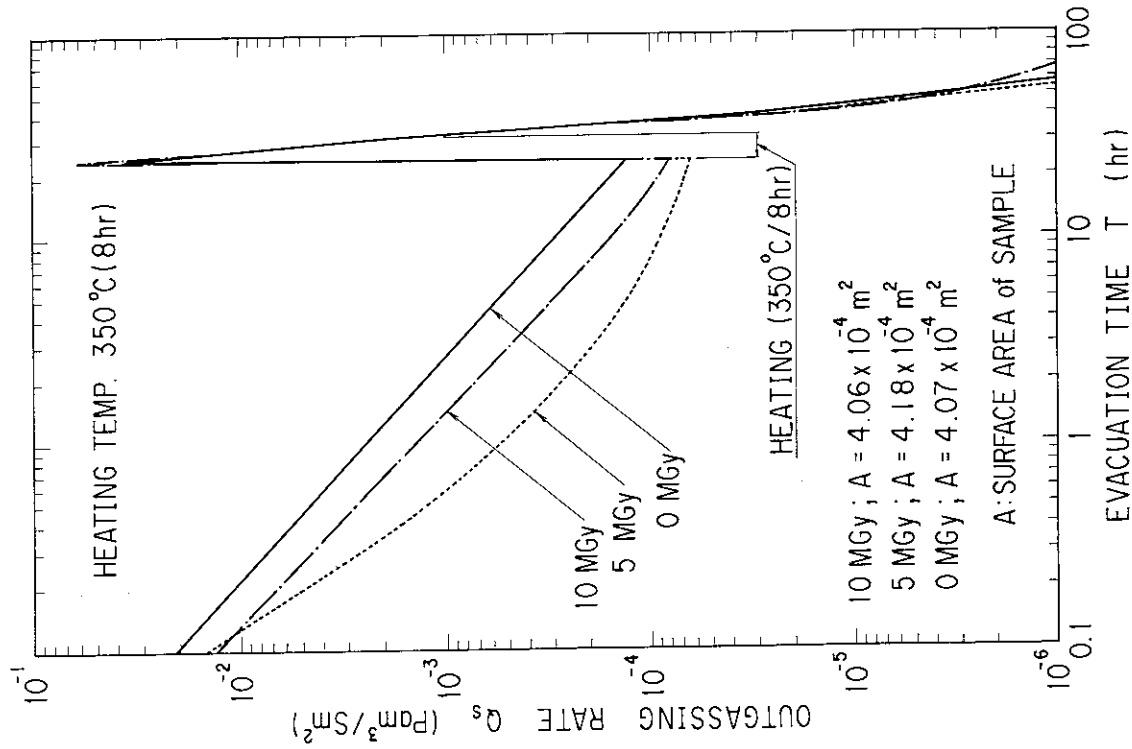


図9 ポリイミド製オリングの放出ガス量測定結果 (350°C・8時間加熱)

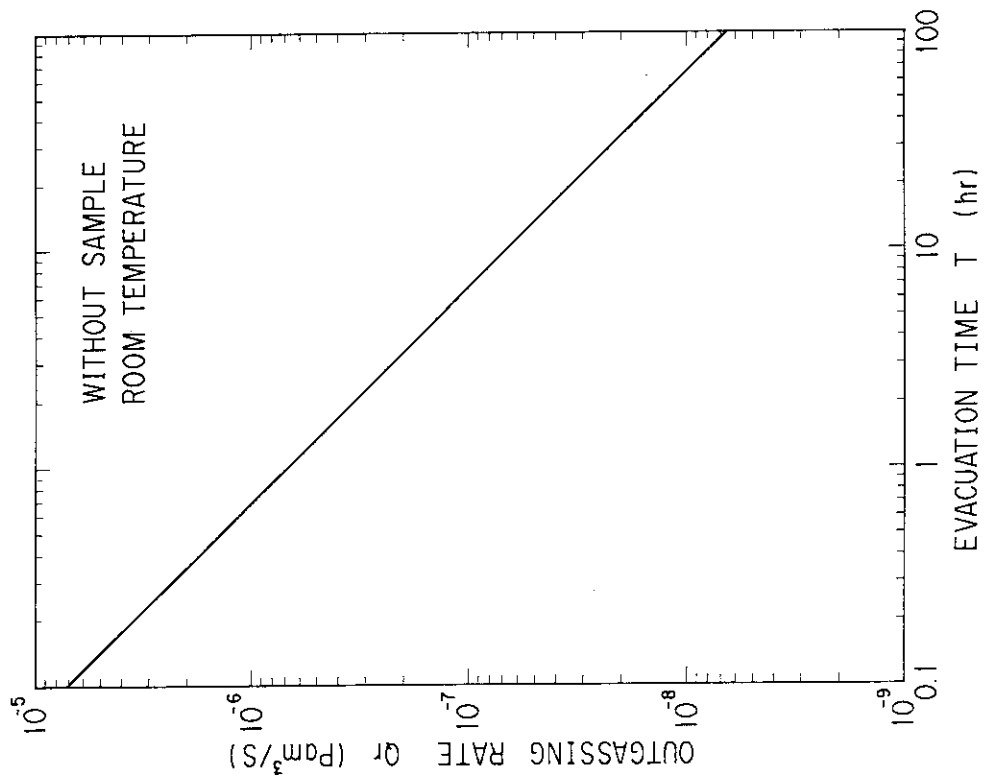


図11 試料未挿入時の放出ガス量測定結果 (室温)

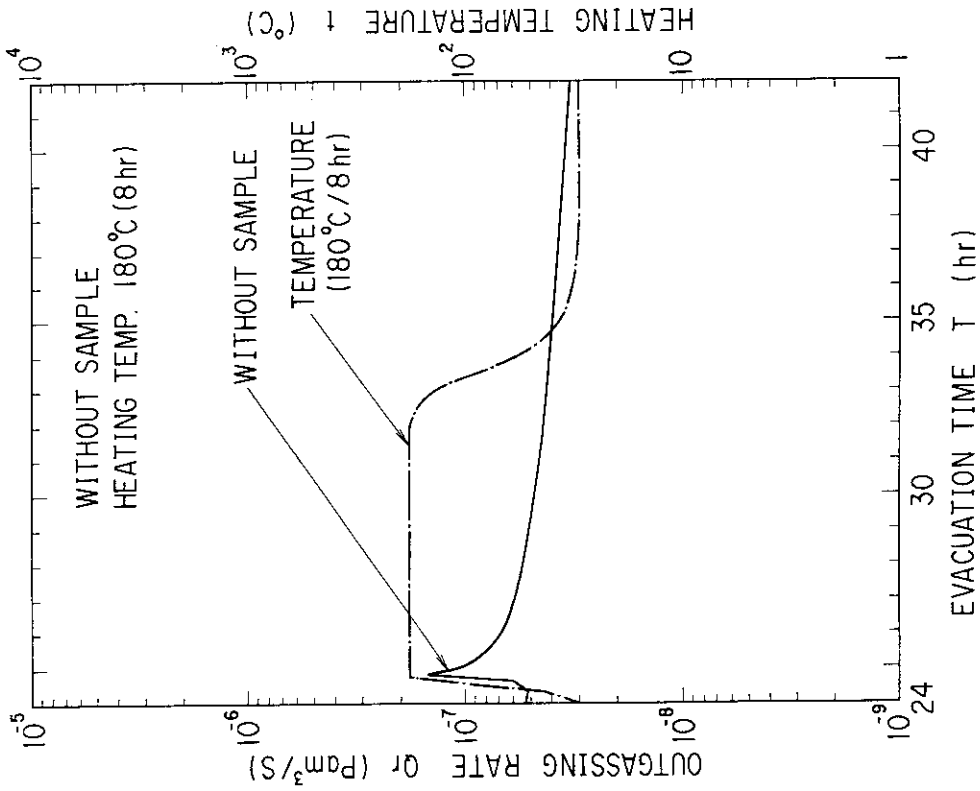


図13 試料挿入時180°Cで8時間加熱状態における放出ガ
 量測定結果

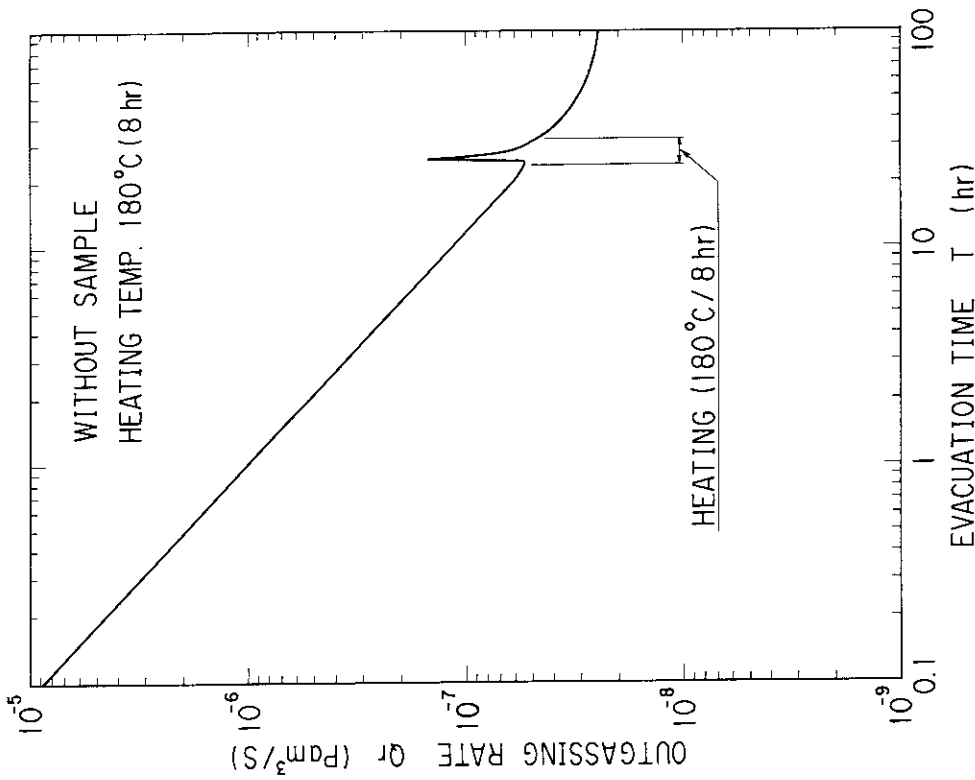


図12 試料未挿入時の放出ガ量測定結果
 (180°C・8時間加熱)

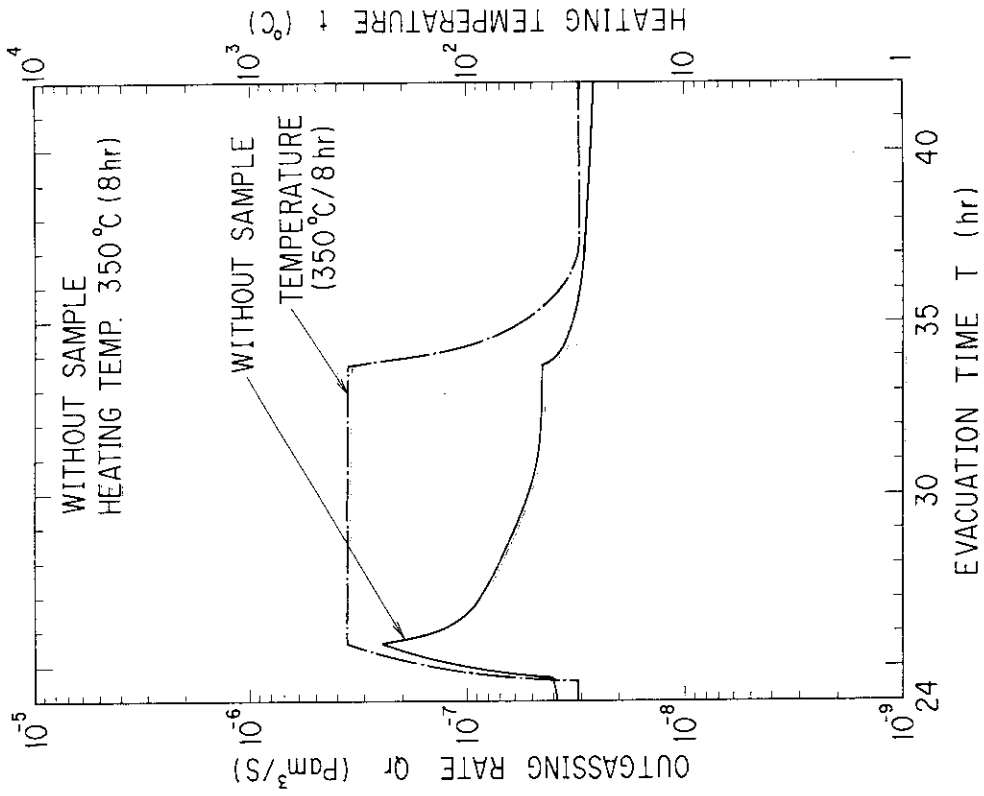


図15 試料未挿入時350°Cで8時間加熱状態における放出ガス量測定結果

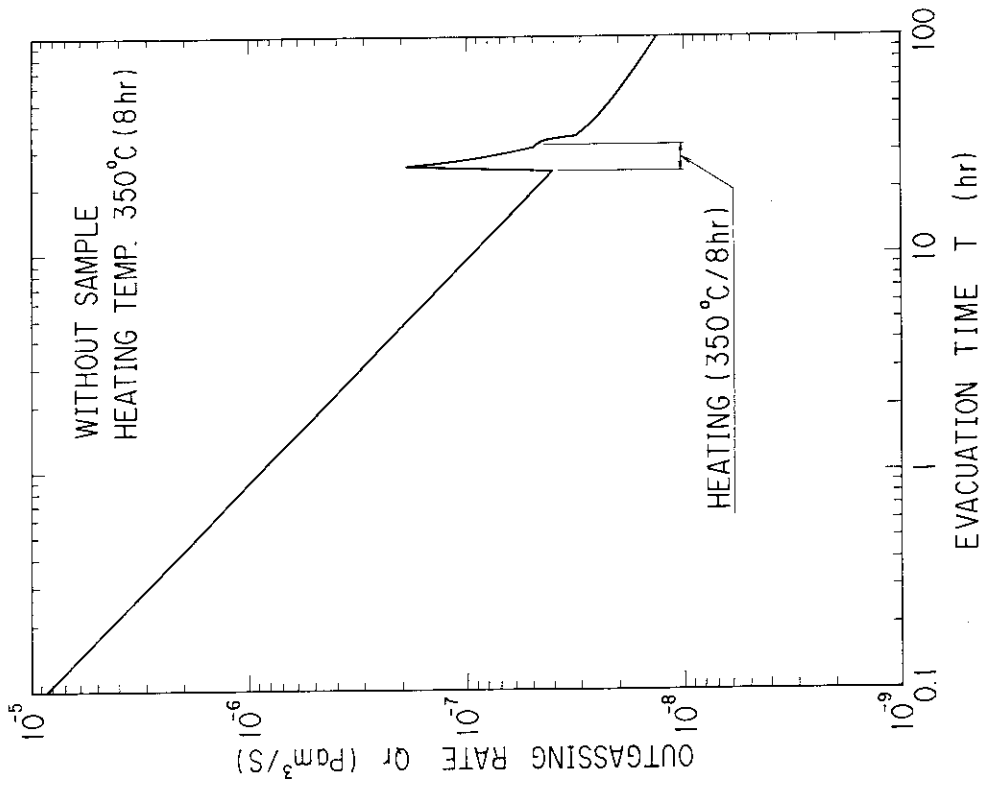


図14 試料未挿入時の放出ガス量測定結果
(350°C・8時間加熱)

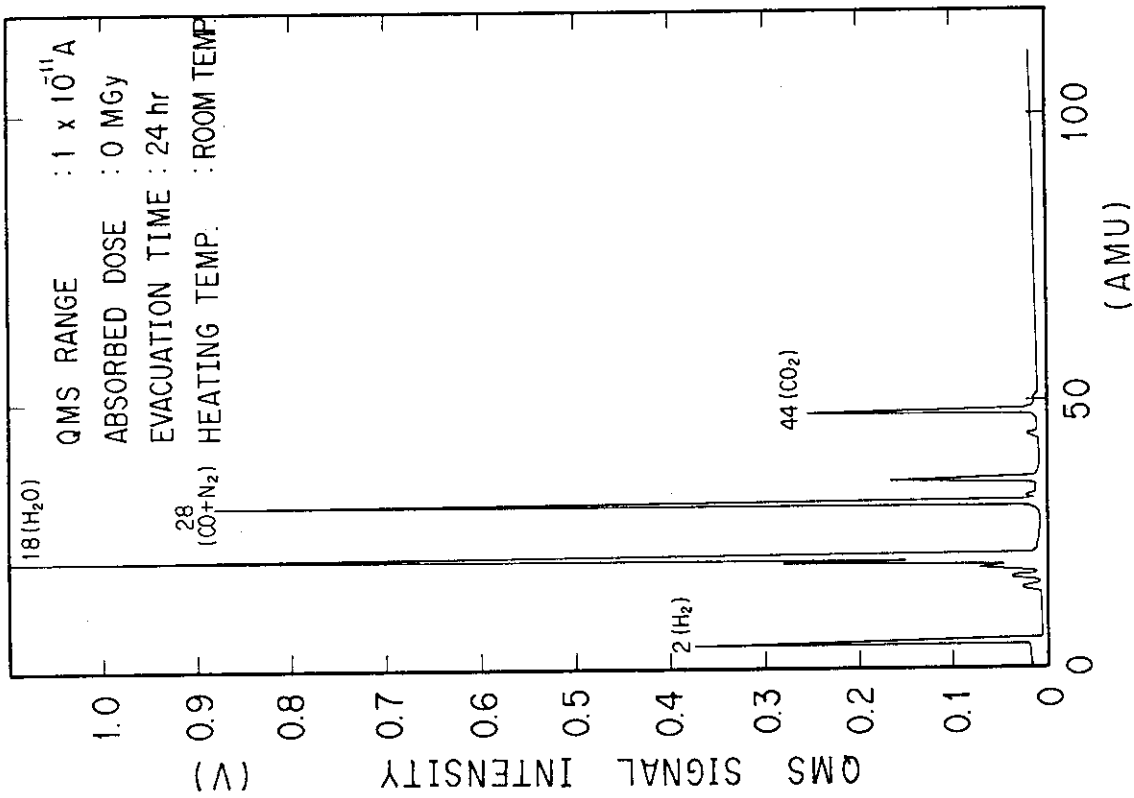
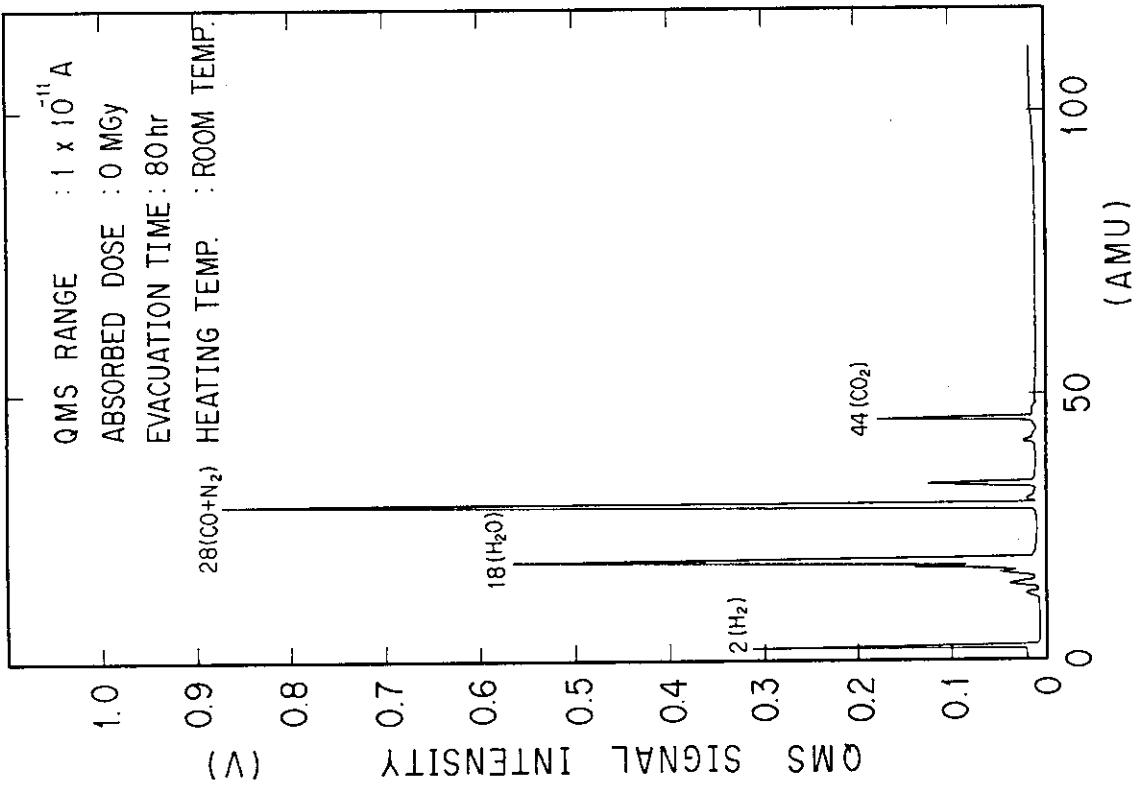


図16 排気24時間後および排気80時間後の四重極質量分析計 (QMS) の出力値 (室温 / 未照射)

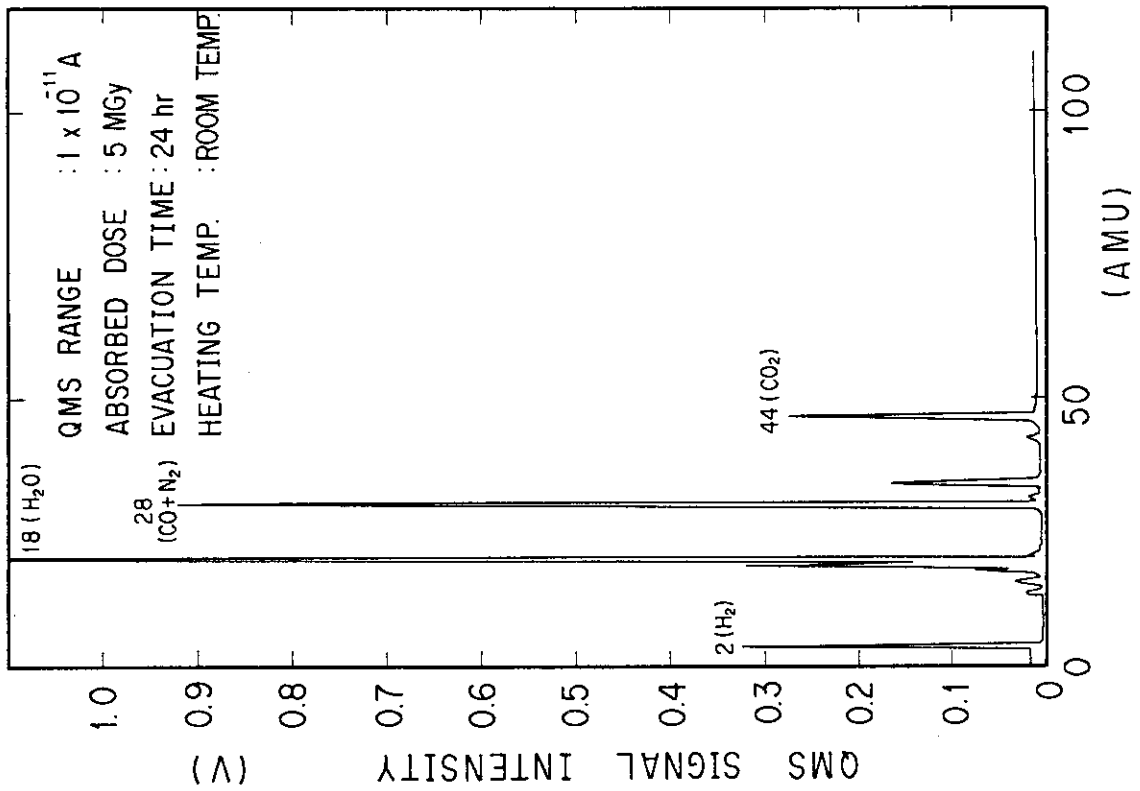
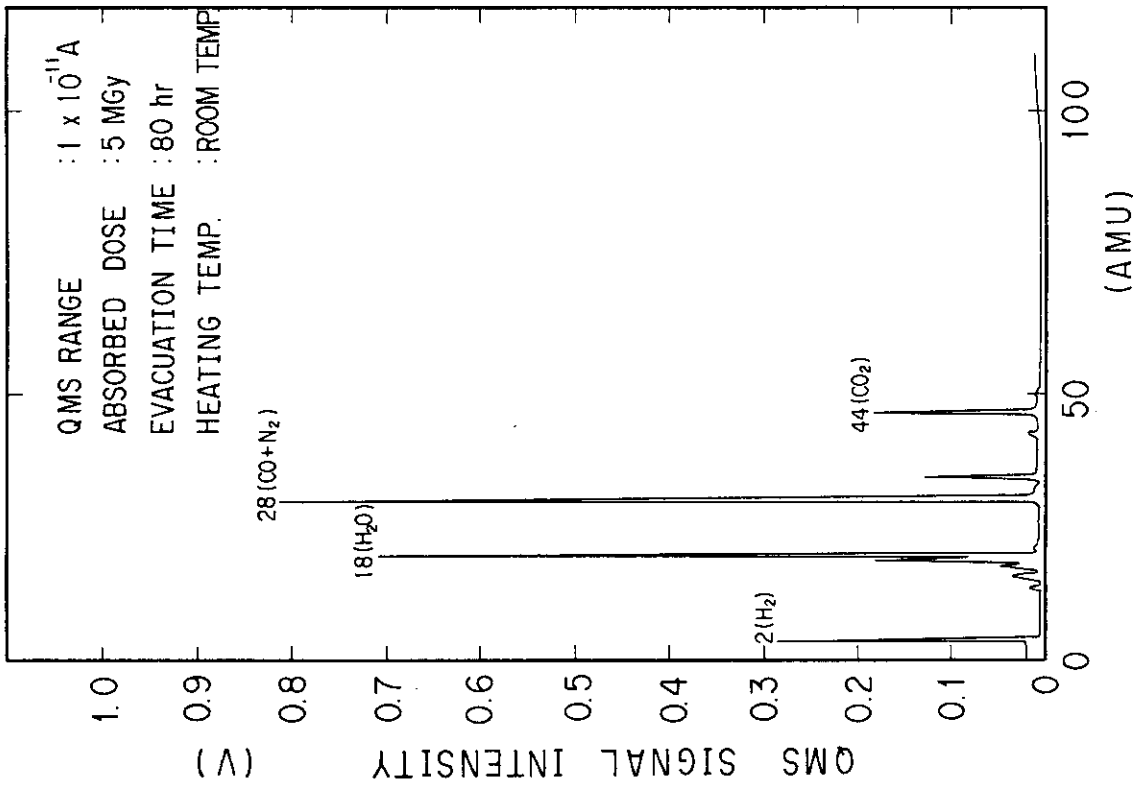


図17 排気24時間後および排気80時間後の四重極質量分析計(QMS)の出力値(室温/5MGy)

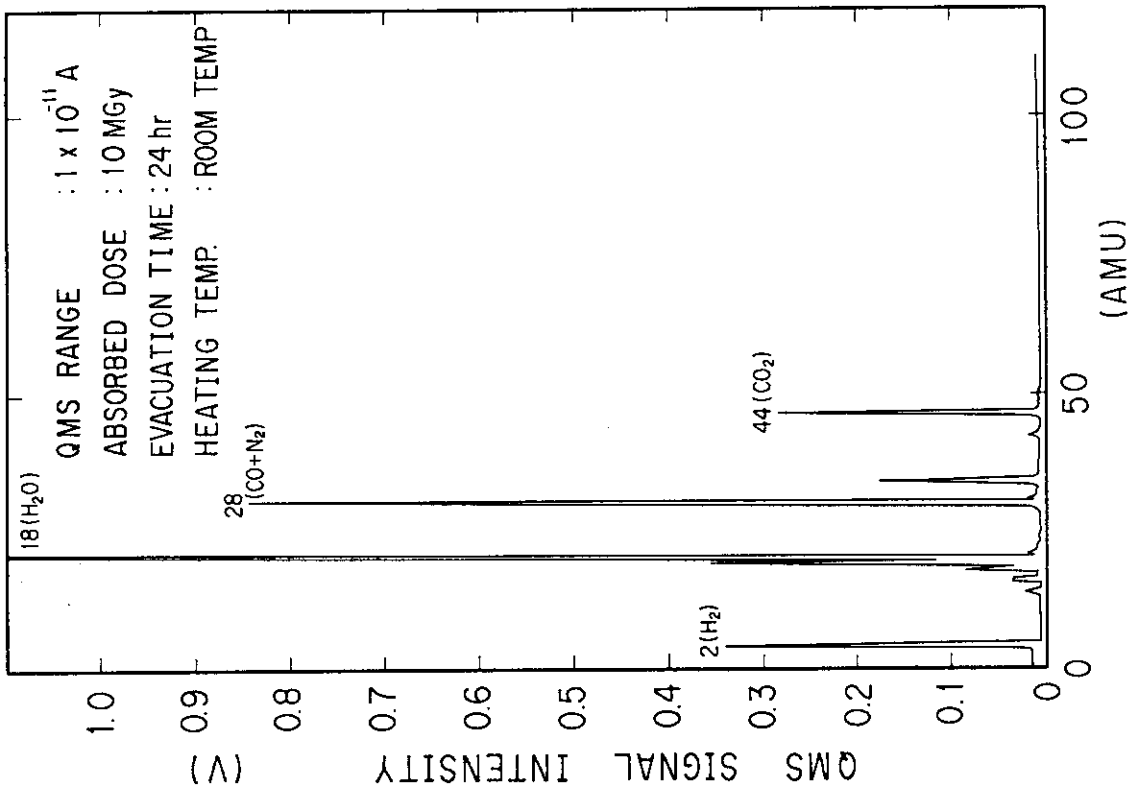
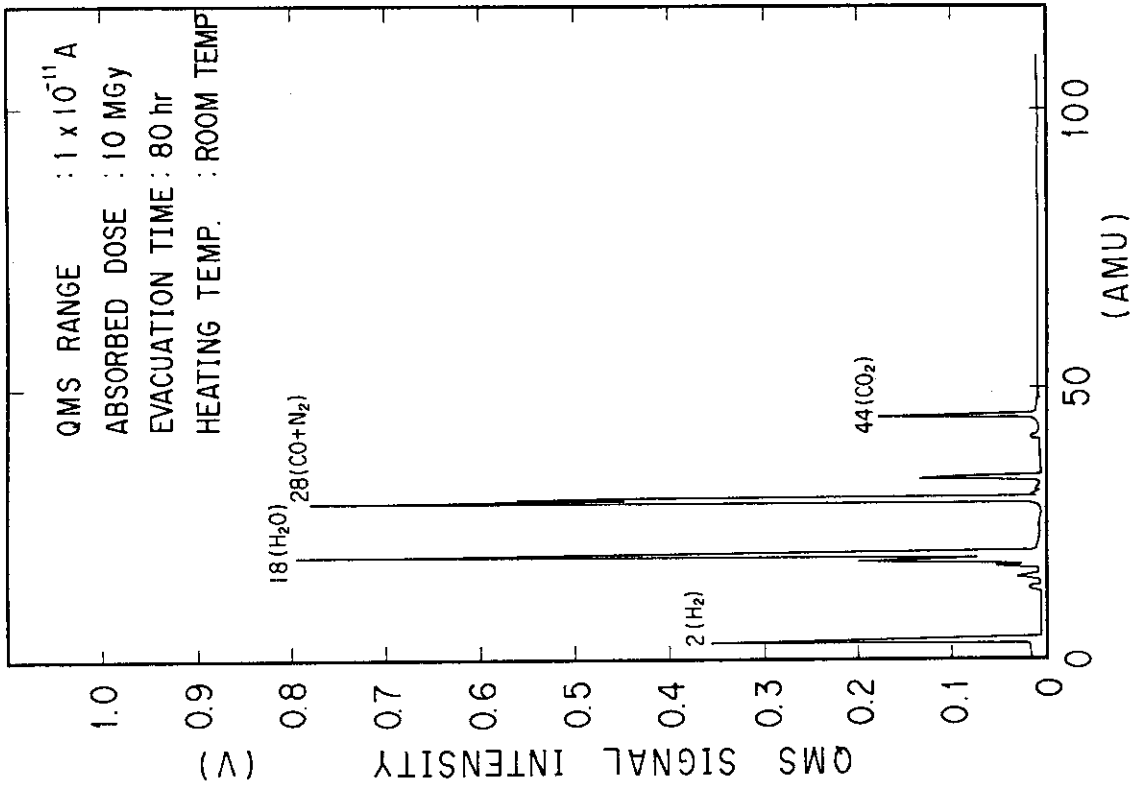


図18 排気24時間後および排気80時間後の四重極質量分析計 (QMS) の出力値 (室温/10MGy)

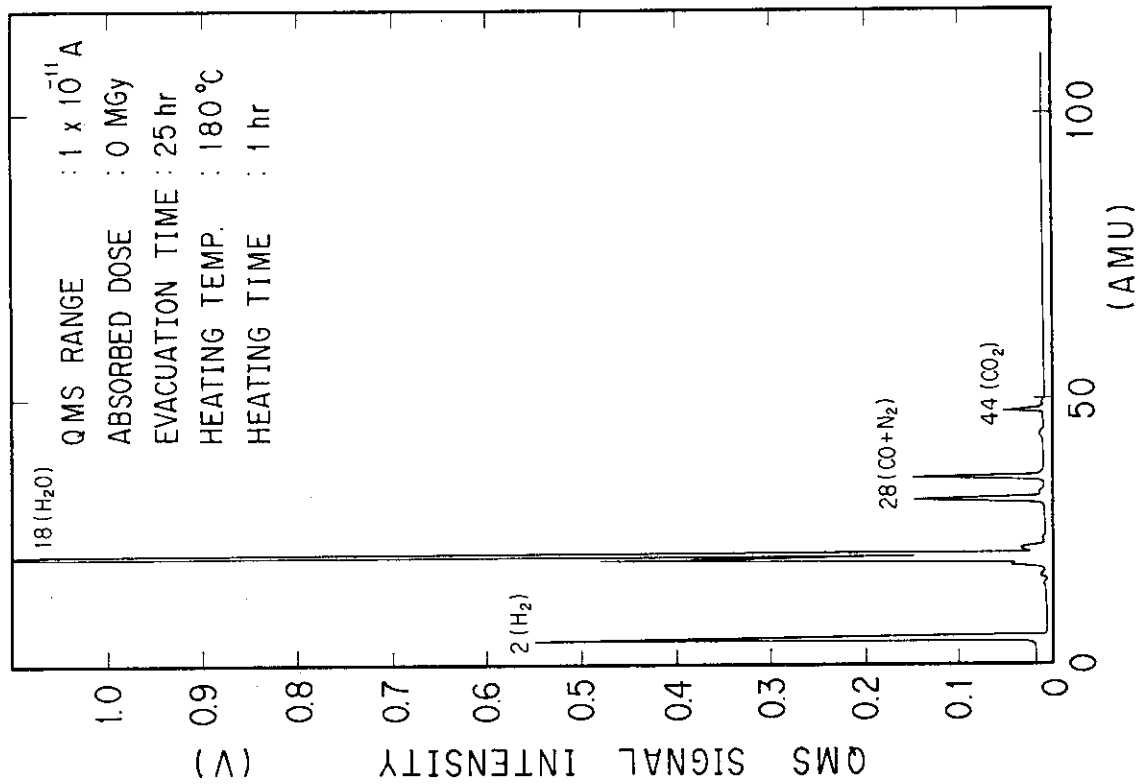
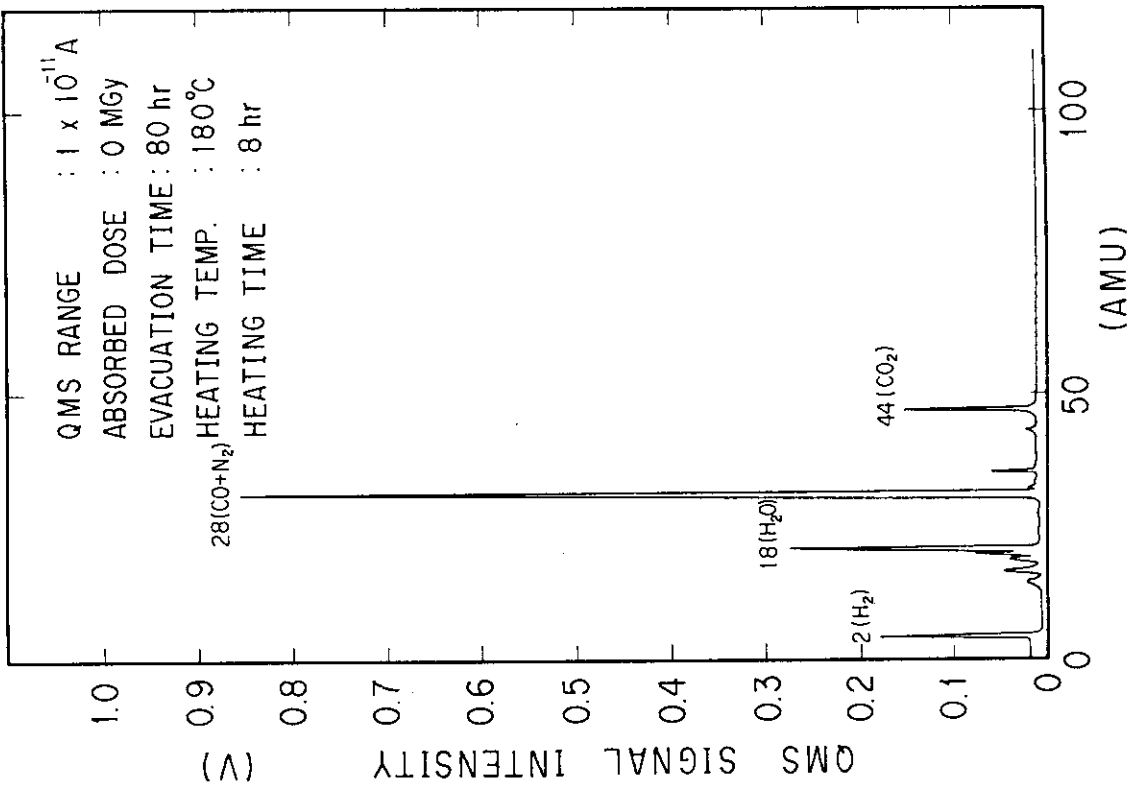


図19 排気25時間後、180°C加熱時間として1時間後および8時間の加熱終了後、排気として80時間後の四重極質量分析計 (QMS) の出力値 (未照射)

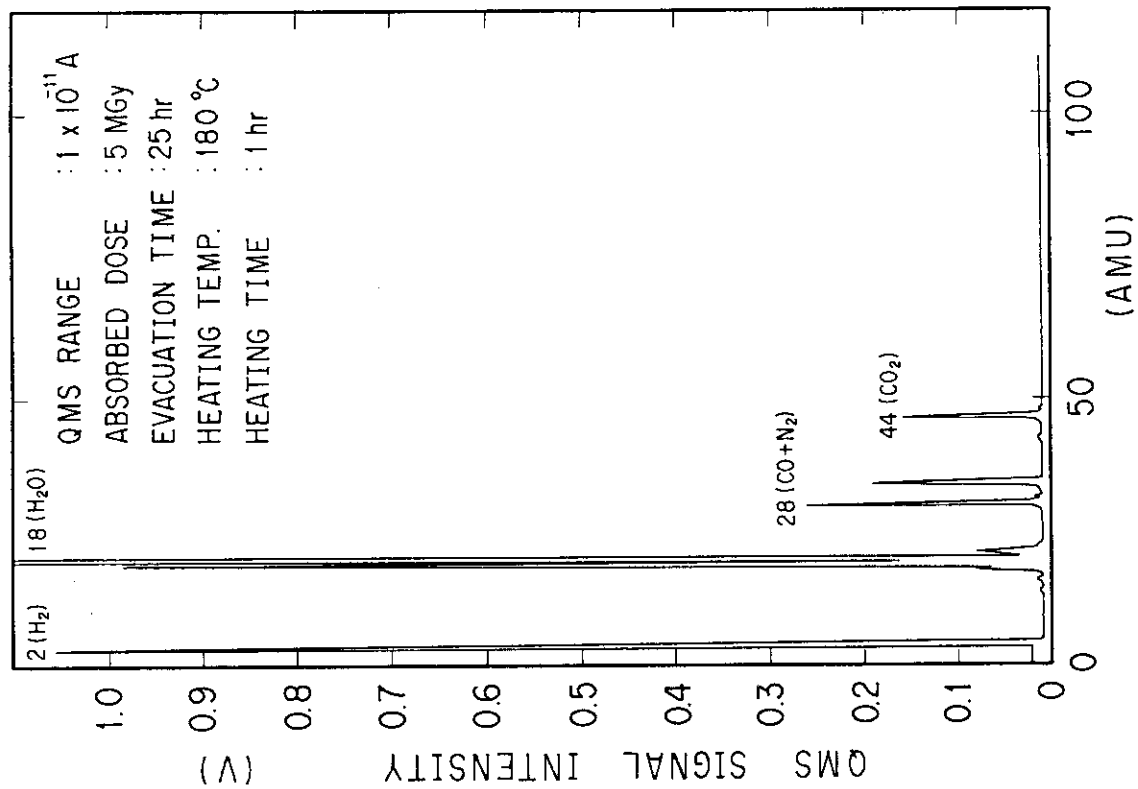
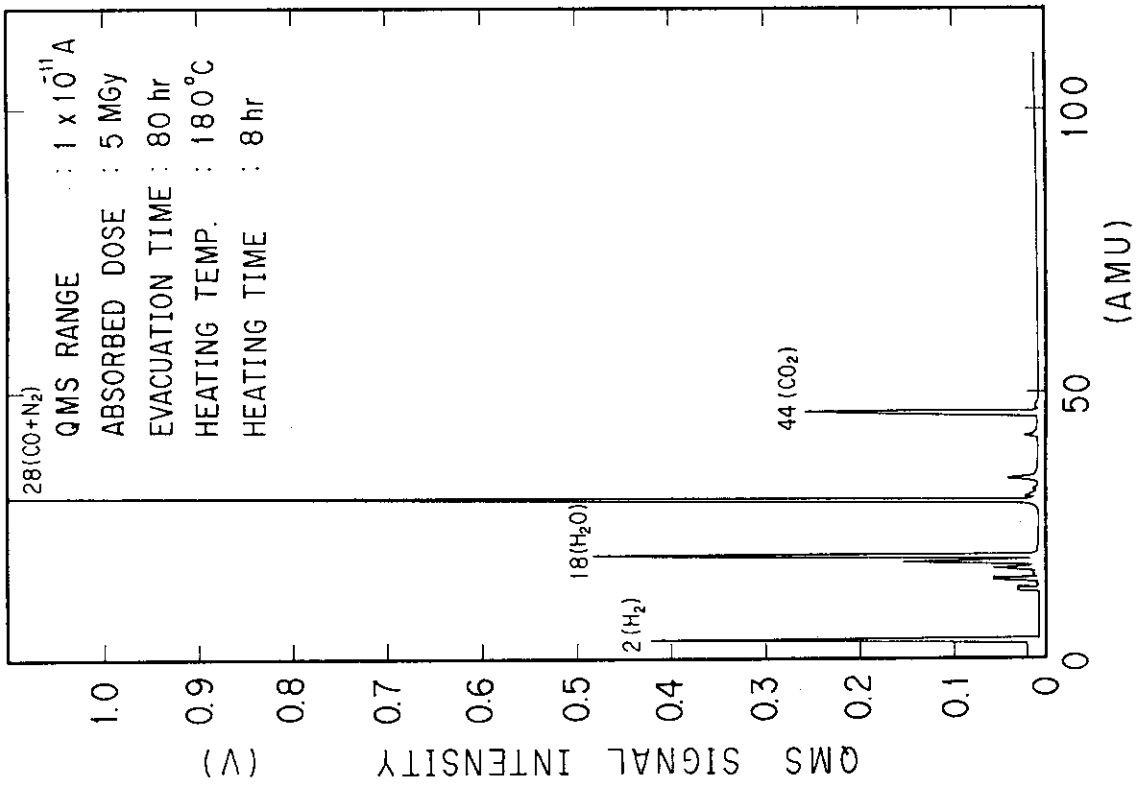


図20 排気25時間後、180°C加熱時間として1時間および8時間の加熱終了後、排気として80時間後の四重極質量分析計 (QMS) の出力値 (5MGy)

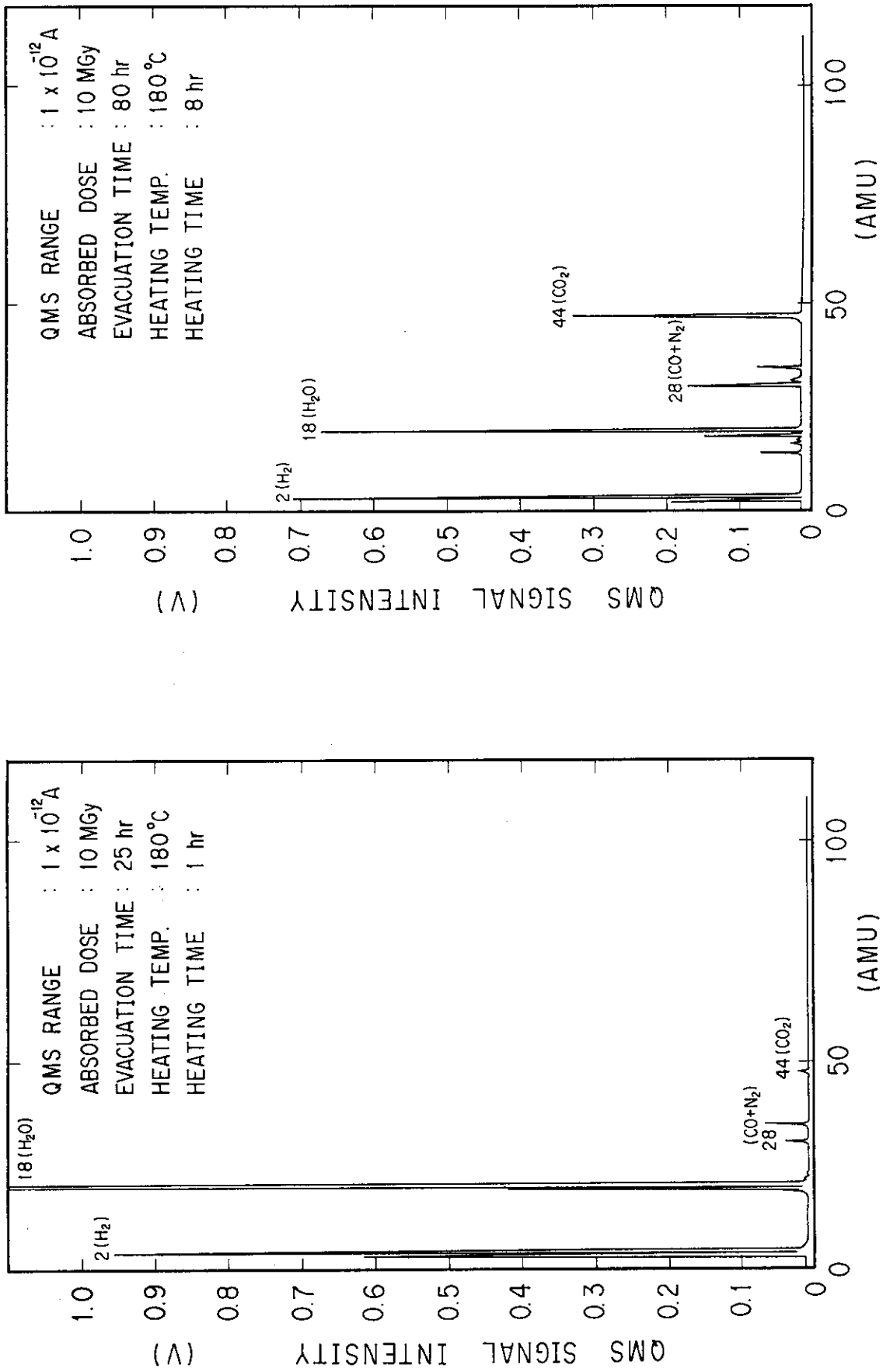


図21 排気25時間後、180°C加熱時間として1時間後および8時間の加熱終了後、排気として80時間後の四重極質量分析計 (QMS) の出力値 (10MGy)

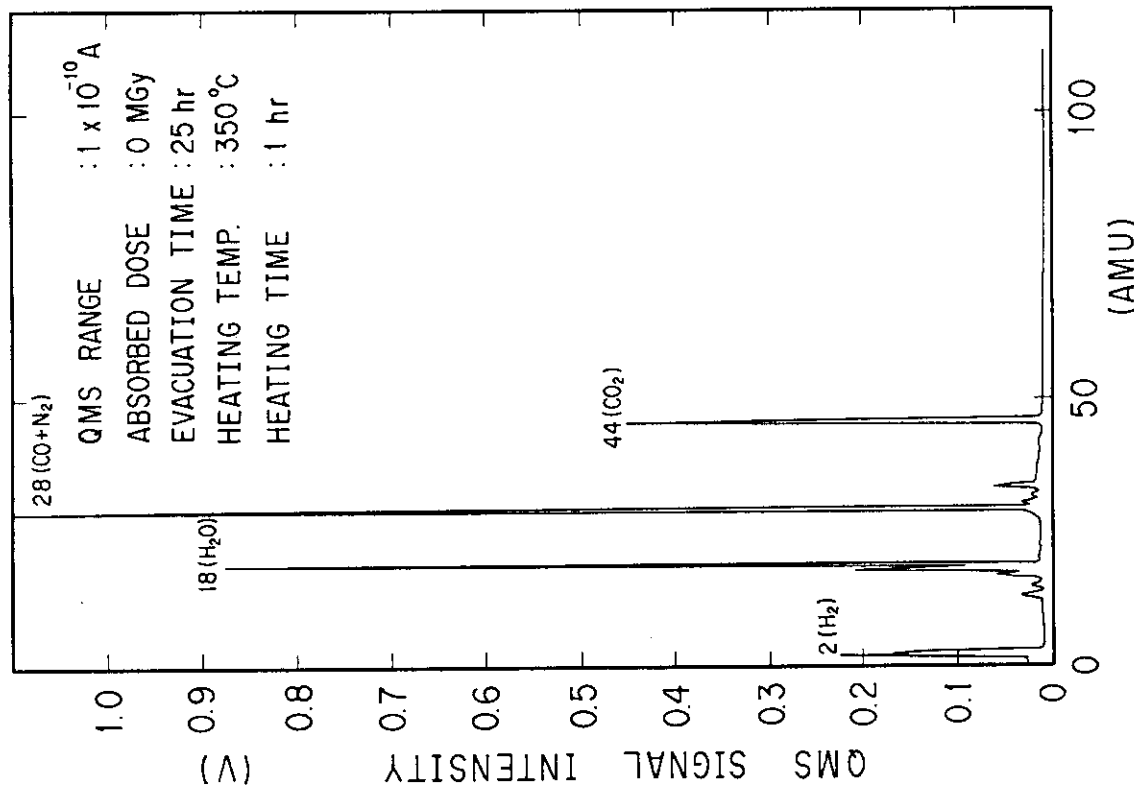
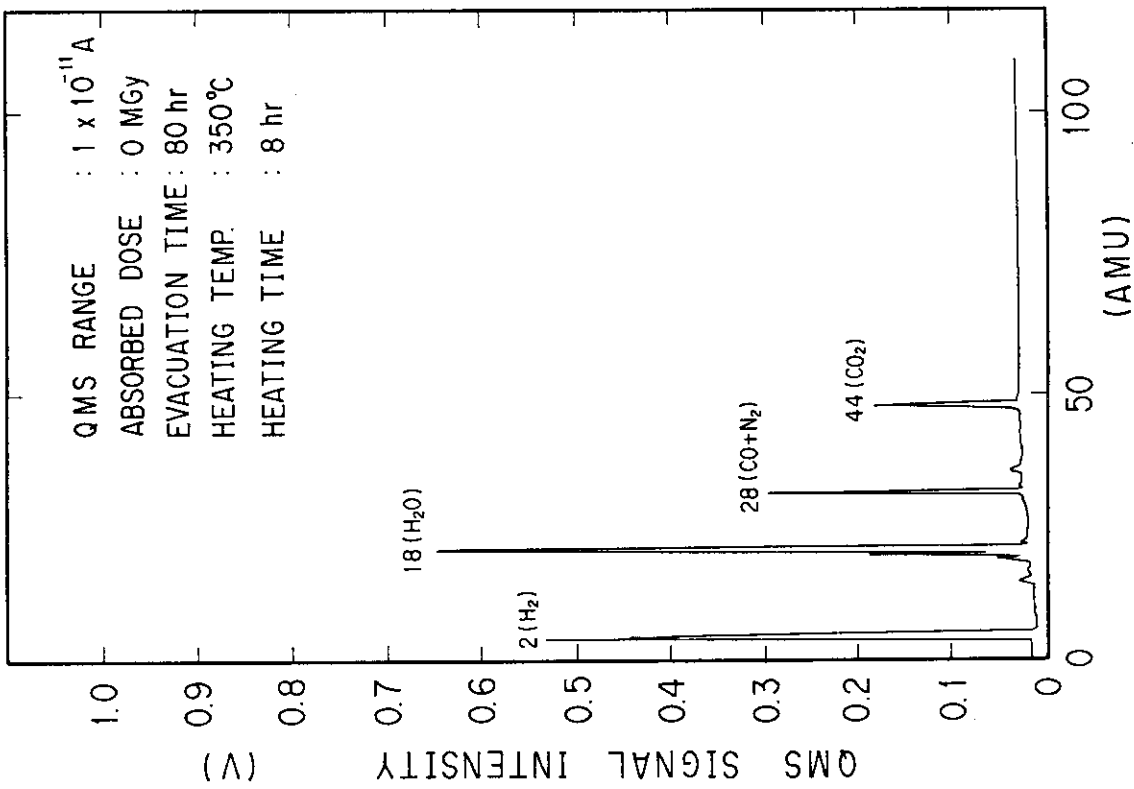


図22 排気25時間後、350°C加熱時間として1時間後および8時間の加熱終了後、排気として80時間後の四重極質量分析計 (QMS) の出力値 (未照射)

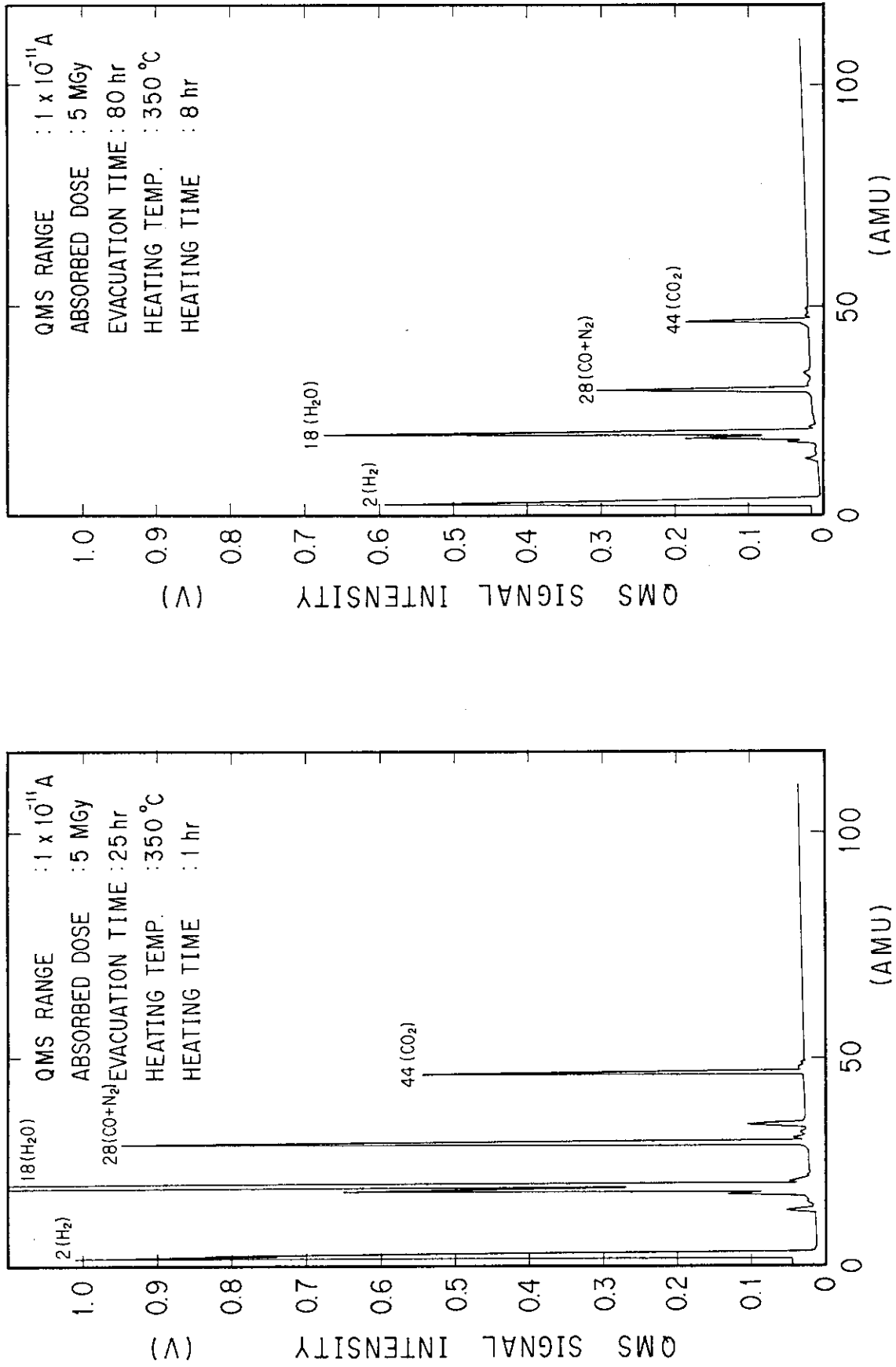


図23 排気25時間後、350 °C加熱時間として1時間後および8時間の加熱終了後、排気として80時間後の四重極質量分析計 (QMS) の出力値 (5MGy)

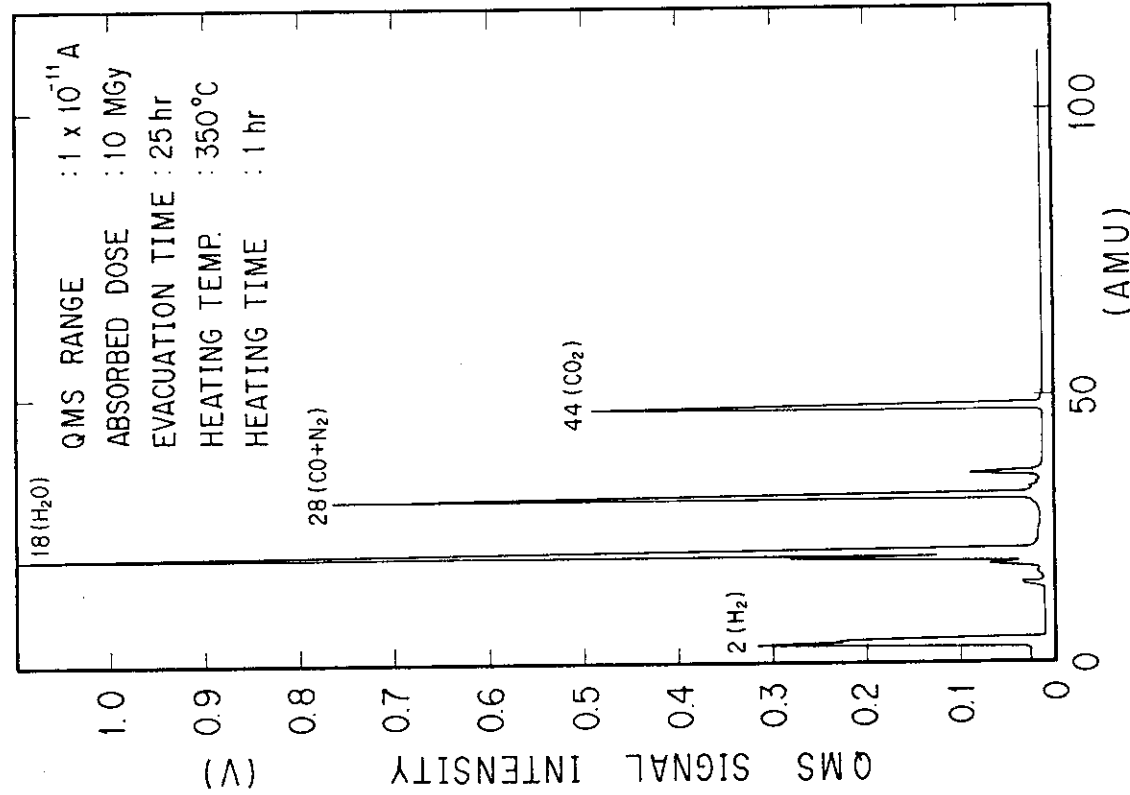
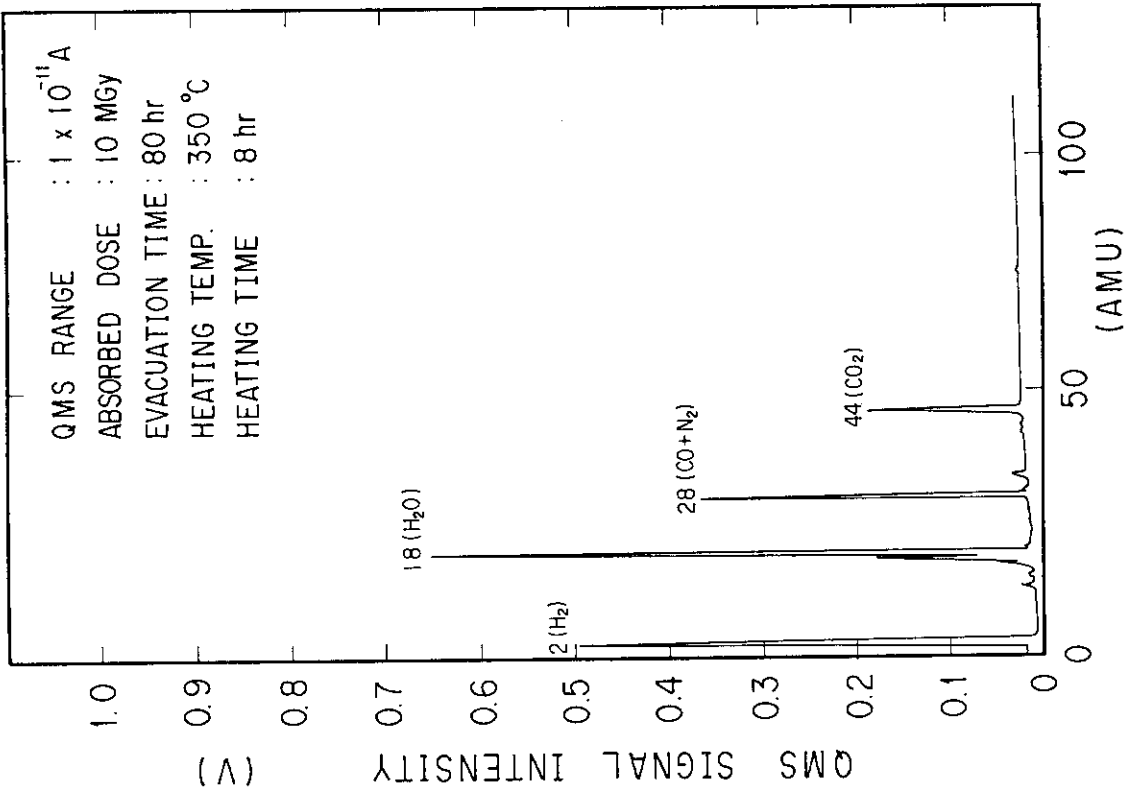


図24 排気25時間後、350°C加熱時間として1時間後および8時間の加熱終了後、排気として80時間後の四重極質量分析計 (QMS) の出力値 (10MGy)

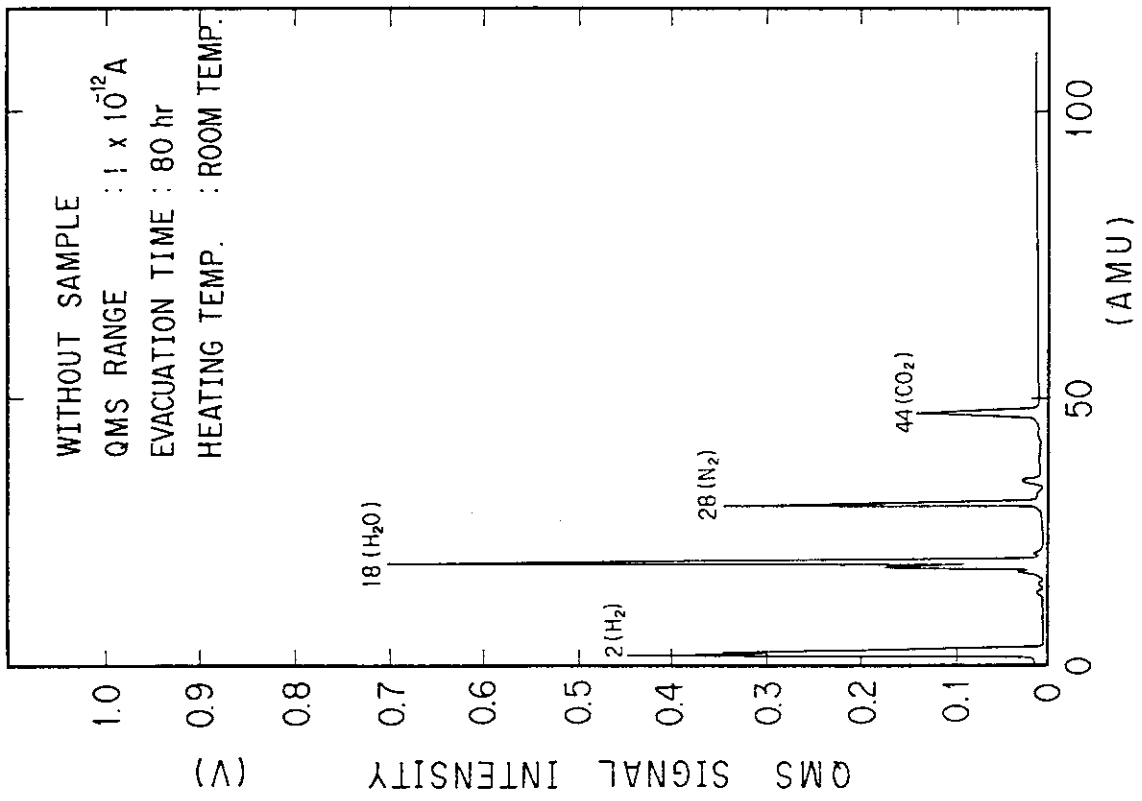


図25 室温での試料未挿入時における排気80時間後の四重極質
 分析計 (QMS) の出力値

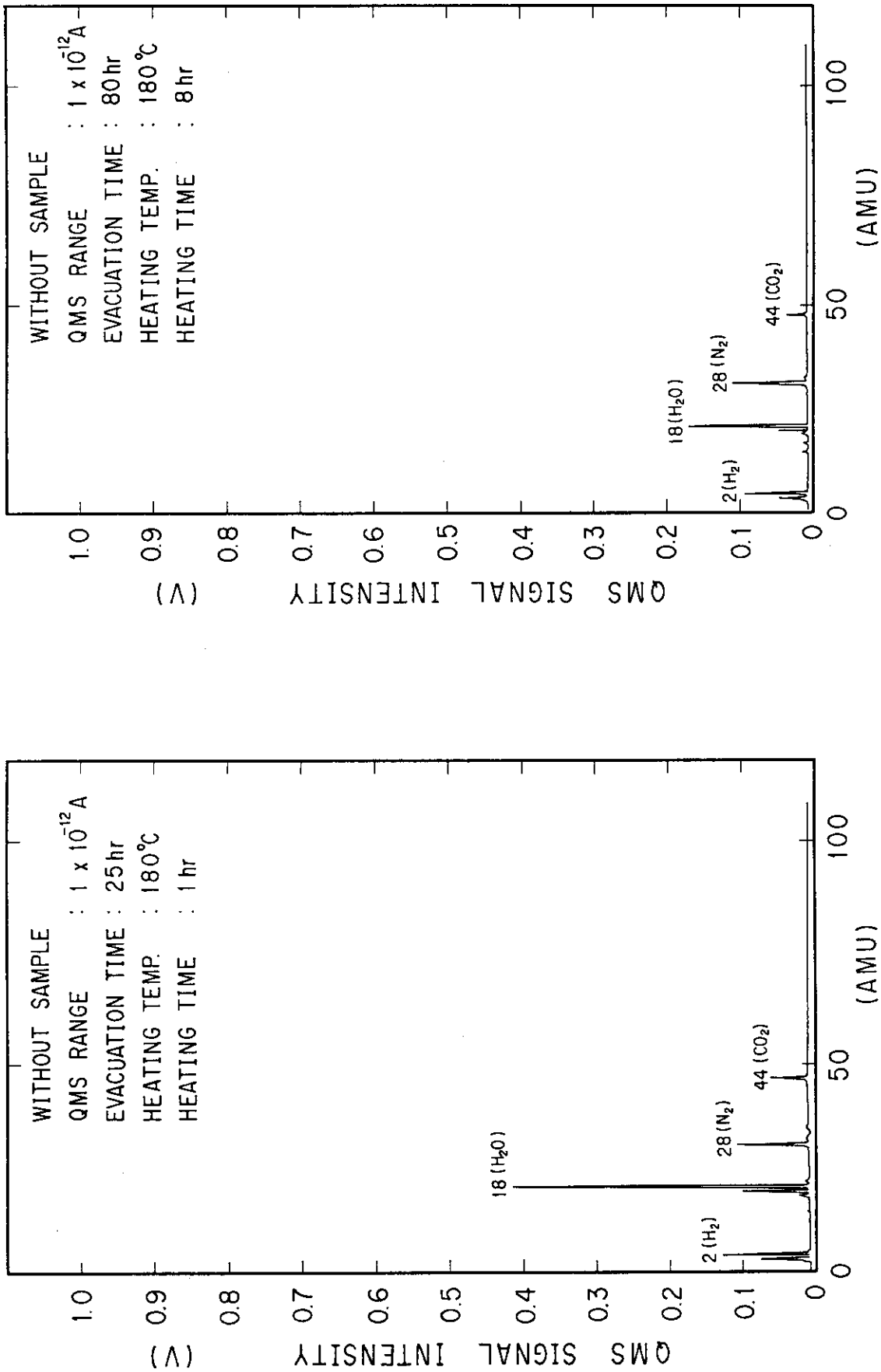


図26 試料未挿入時における排気25時間後、180°C加熱時間として1時間後および8時間の加熱終了後、排気として80時間の四重極質量分析計 (QMS) の出力値

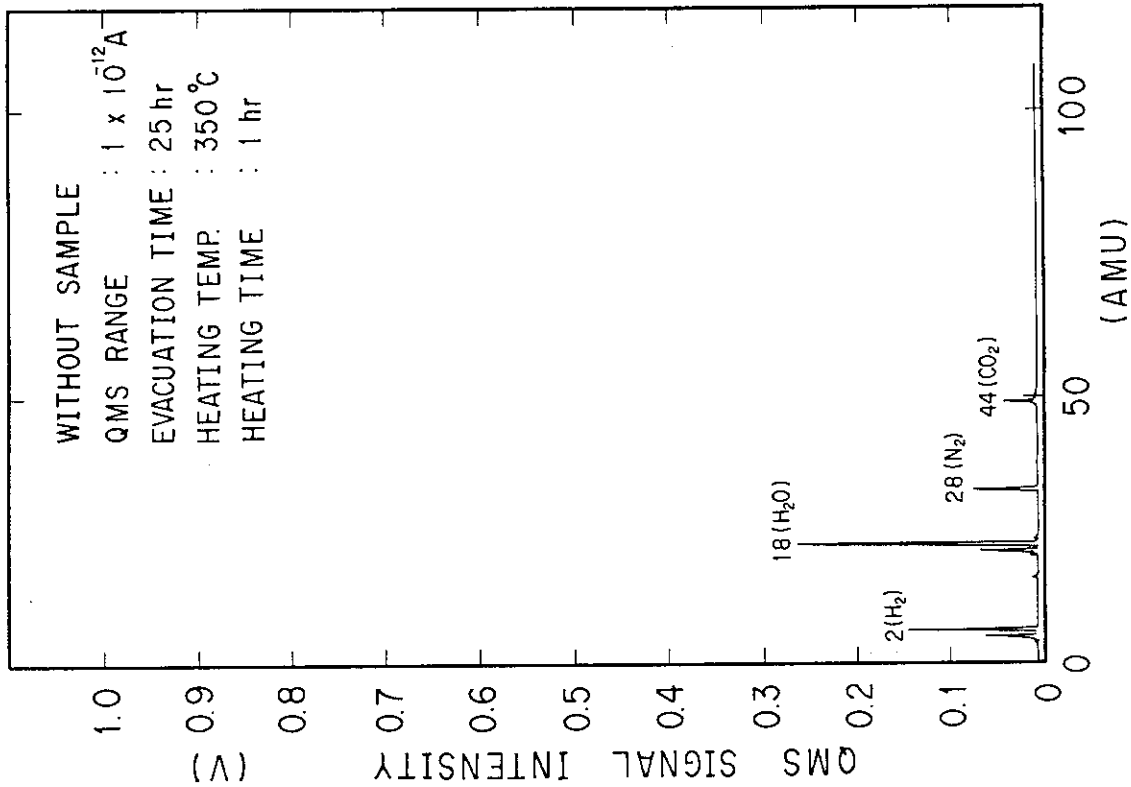
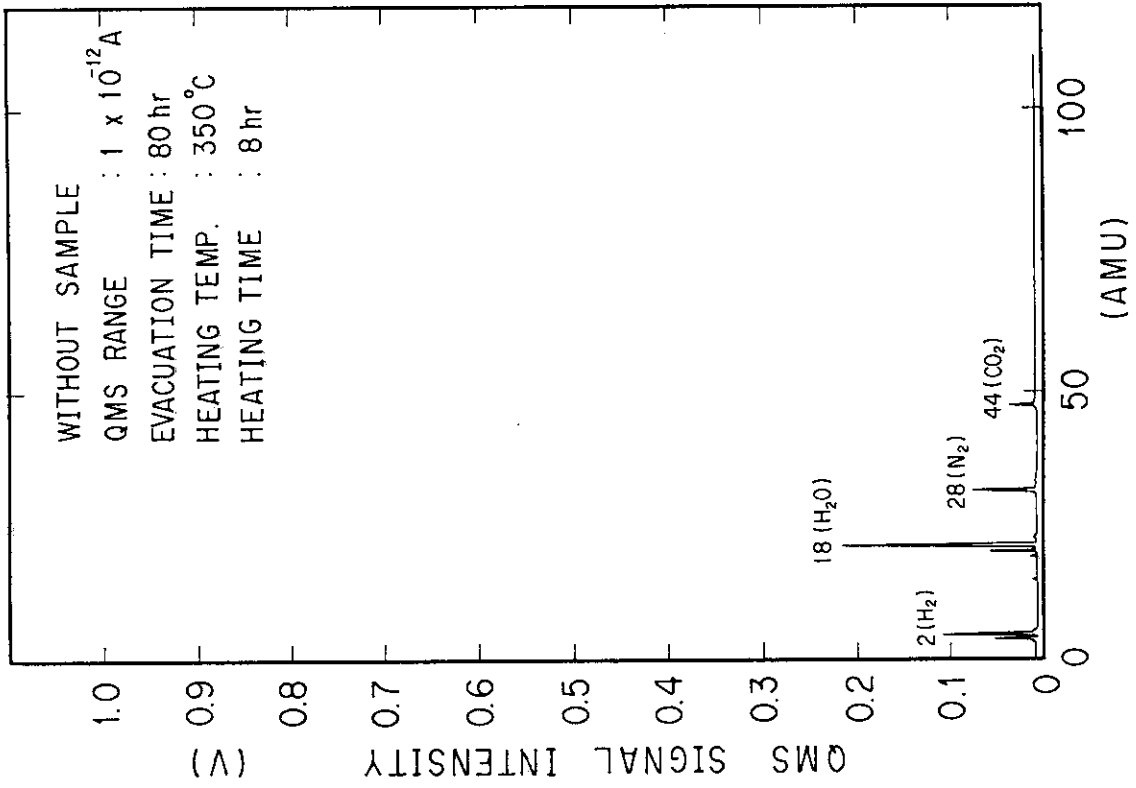


図27 試料未挿入時における排気25時間後、350 °Cの加熱時間として1時間後および8時間の加熱終了後、排気として80時間後の四重極質量分析計 (QMS) の出力値

3.2 シール特性試験

3.2.1 ヘリウムリークテスト

室温において、操作フローに従い、ポリイミド製Oリングが装着されたフランジの4本のM8ボルトを1本ごとに操作フローに従いトルクレンチにより締め付け、フード法によるヘリウムリークテストを行い許容リーク量である $1.33 \times 10^{-9} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 以下を満足した段階でこのフランジをヘリウムガスで置換された恒温槽に挿入し、350℃を目標に速度約10℃/分で昇温した。未照射の場合、1本当たりのボルトの締め付トルク110kg・cmで室温における許容リーク値を満足したが、昇温途中239℃で破断した。このときの記録を図28に示す。5MGyの場合、1本当たりのボルトの締め付トルク130kg・cmで室温における許容リーク値を満足したが、昇温途中225℃で破断した。このときの記録を図29に示す。10MGyの場合、1本当たりのボルトの締め付トルク170kg・cmで室温における許容リーク値を満足したが、昇温途中149℃で破断した。この記録を図30に示す。そして、3種類のポリイミド製Oリング破断部を図31に示す。その外観は未照射の場合、リングの外周側で広範囲で脆性破壊し分散した。5MGyの場合、未照射の場合と同様の破壊様式を示したがその範囲は小規模であった。10MGyの場合、クラックのみが発生した。

さらに、3種類のポリイミド製Oリングが室温で許容リーク量を満足したボルトの締め付トルクと破断した温度の比較を図32に示す。すなわち、ボルトの締め付トルクは、未照射、5MGy、10MGyの順で大きく、破断温度は、10MGy、5MGy、未照射の順で高くなった。

3.2.2 ポリイミド製Oリングの圧縮率

フランジに装着された、未照射、5MGy、10MGyのポリイミド製Oリングが装着されたフランジのボルトをトルクレンチにより操作フローに従って締め付ける度に、2枚のJIS真空フランジ25Aのa, b, c, d, 4箇所において、両間寸法をマイクロメータで測定することによりフランジ間のギャップ (ΔL) の変化を求め、ポリイミド製Oリングの圧縮率 (δ) を調べた。圧縮率 (δ) は、フレキホース側のフランジ溝にポリイミド製Oリングを挿入し、閉止フランジを重ね合わせ、4本のボルトにより固定する過程で双方のフランジ面が密着するところ ($\Delta L = 0$) を100%と想定した。実際の測定は、室温で許容リーク量を満足する締め付トルクまで行った。測定位置とJIS真空フランジ25A外観を図33に示す。

Oリングの圧縮率 (δ) は以下の関係とした。

$$\delta (\%) = \left[1 - \frac{\Delta L}{L_1 - L_2} \right] \times 100 \quad (3)$$

ΔL : フランジ間のギャップ (mm)

L_1 : Oリング断面の直径 (mm)

L_2 : フランジの溝の深さ (mm)

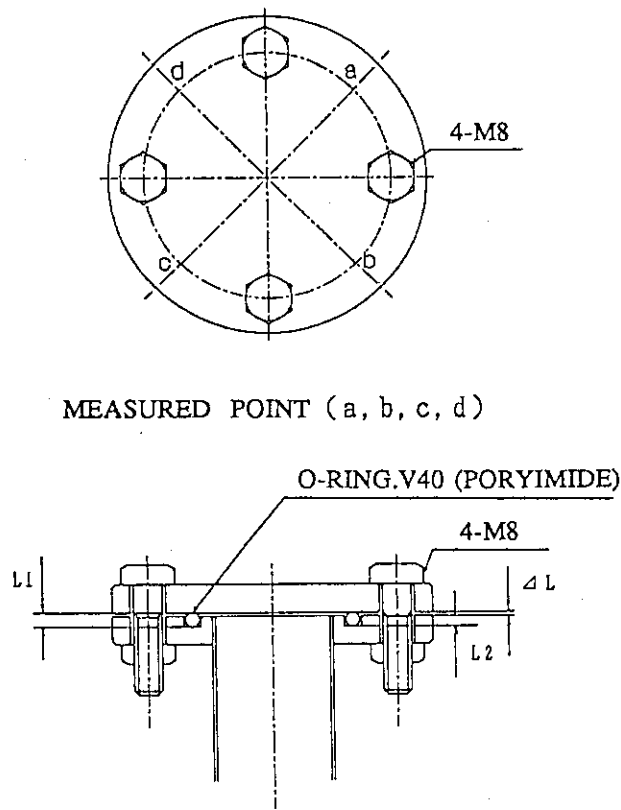


図33 圧縮率測定位置とJIS真空フランジ25A外観図

未照射の測定結果を図34に示す。5MGyの測定結果を図35に示す。10MGyの測定結果を図36に示す。未照射の場合は、室温での許容リーク量を満足したとき、4箇所の測定点において最大で47.5%、最小で43.3%であった。5MGyの場合は、室温での許容リーク量を満足したとき、4箇所の測定点において最大で62.1%、最小で51.6%であった。10MGyの場合は、室温での許容リーク量を満足したとき、4箇所の測定点において最大で55.6%、最小で49.8%であった。また、未照射と5MGyの場合、許容リーク量を満足した締付トルク近傍で圧縮率(δ)が急激に増加した。10MGyのOリングの場合、圧縮率(δ)は許容リーク量を満足した締付トルクまで、ほぼ一定に変化した。

3.2.3 ポリイミド製Oリングに対する線荷重

室温でフランジに装着された、未照射、5MGy、10MGyのポリイミド製Oリングが許容リーク量である $1.33 \times 10^{-8} \text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 以下を満足した場合、4本のM8ボルトに生ずる軸引張力により、ポリイミド製Oリング断面の中心部がフランジ全体で均等に圧縮されていると仮定した場合の、線荷重を算出した。

ボルト1本当たりの締付トルク：T (kg・mm) とボルトの軸引張力：P (kg) との関係は以下の式で示される⁽⁴⁾。

$$T = P \frac{d_2}{2} \tan(\alpha + \rho') + 1 \frac{1}{2} P \mu \frac{d + B}{2} \quad (4)$$

d : ボルトの外径 (mm), α : ボルトのつる巻き角 (deg)
 d_2 : ボルトの有効径 (mm), μ : ネジ面の摩擦係数
 B : ナットの対辺距離 (mm), ρ' : 換算摩擦角 (deg)

ここで、M8ボルトの場合、 $d = 8\text{mm}$, $d_2 = 7.188\text{mm}$, $B = 13\text{mm}$, $\alpha = 9.66\text{deg}$, $\mu = 0.2$, $\rho' = 13\text{deg}$ とすれば、(4)式は以下の関係となる

$$P = 6.95 \times 10^{-2} T \quad (5)$$

これより、M8ボルト4本分の軸引張力を求めフランジのポリイミド製Oリングに対する平均圧縮力とした。なお、ポリイミド製Oリングのシール部としての周長はJIS真空フランジ用OリングV40の公称断面の中心位置をとり136.7mmとした。

すなわち、室温で許容リーク量を満足したときの線荷重は、未照射の場合圧縮率(δ)が4箇所での測定点での平均で46%のとき2.24kg/mmであった。5MGyの場合、圧縮率(δ)が4箇所での測定点での平均で57%のとき2.64kg/mmであった。10MGyの場合、圧縮率(δ)が4箇所での測定点での平均で53%のとき3.44kg/mmであった。

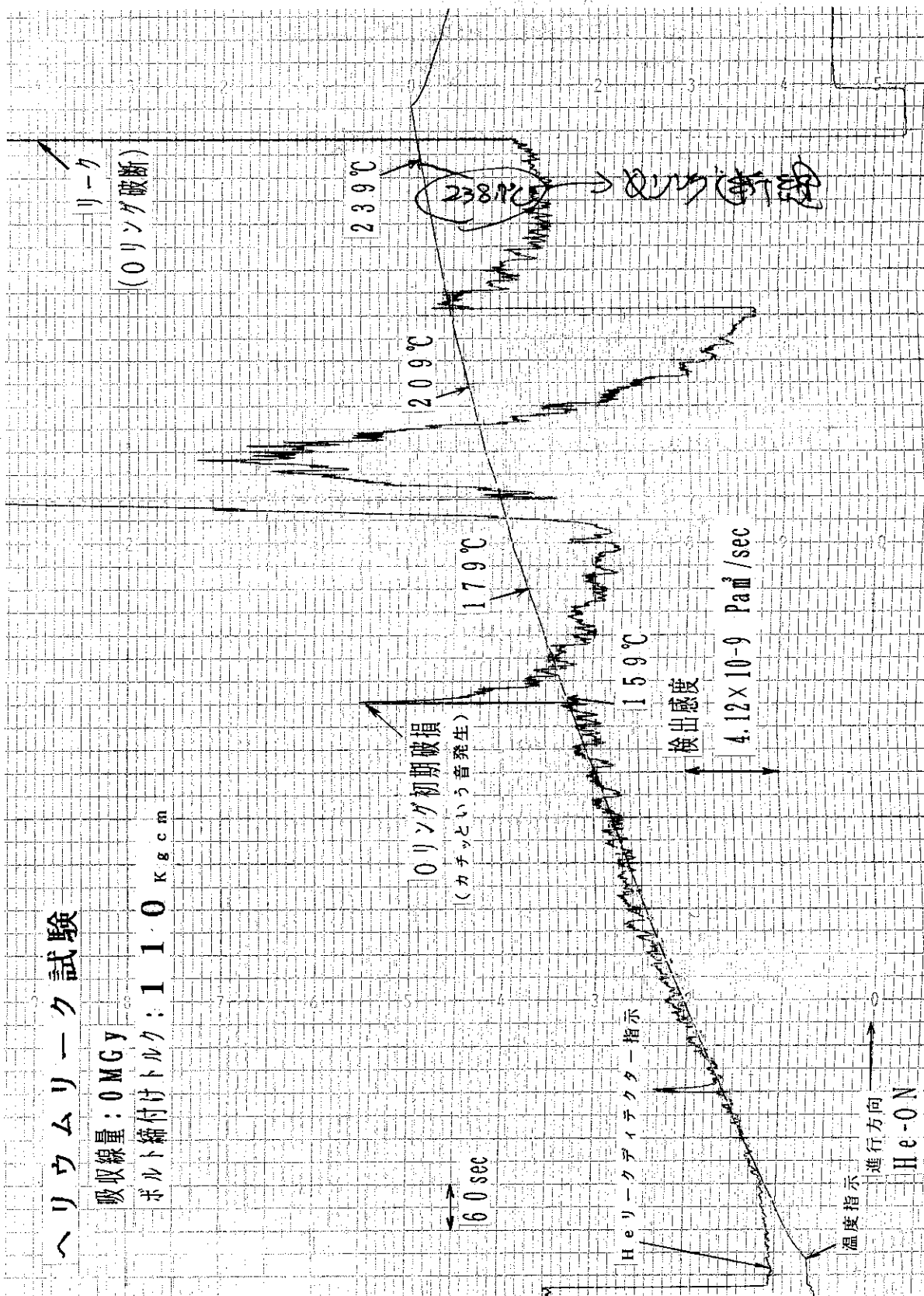


図28 未照射のポリイミド製Oリングにおけるヘリウムリーク試験記録

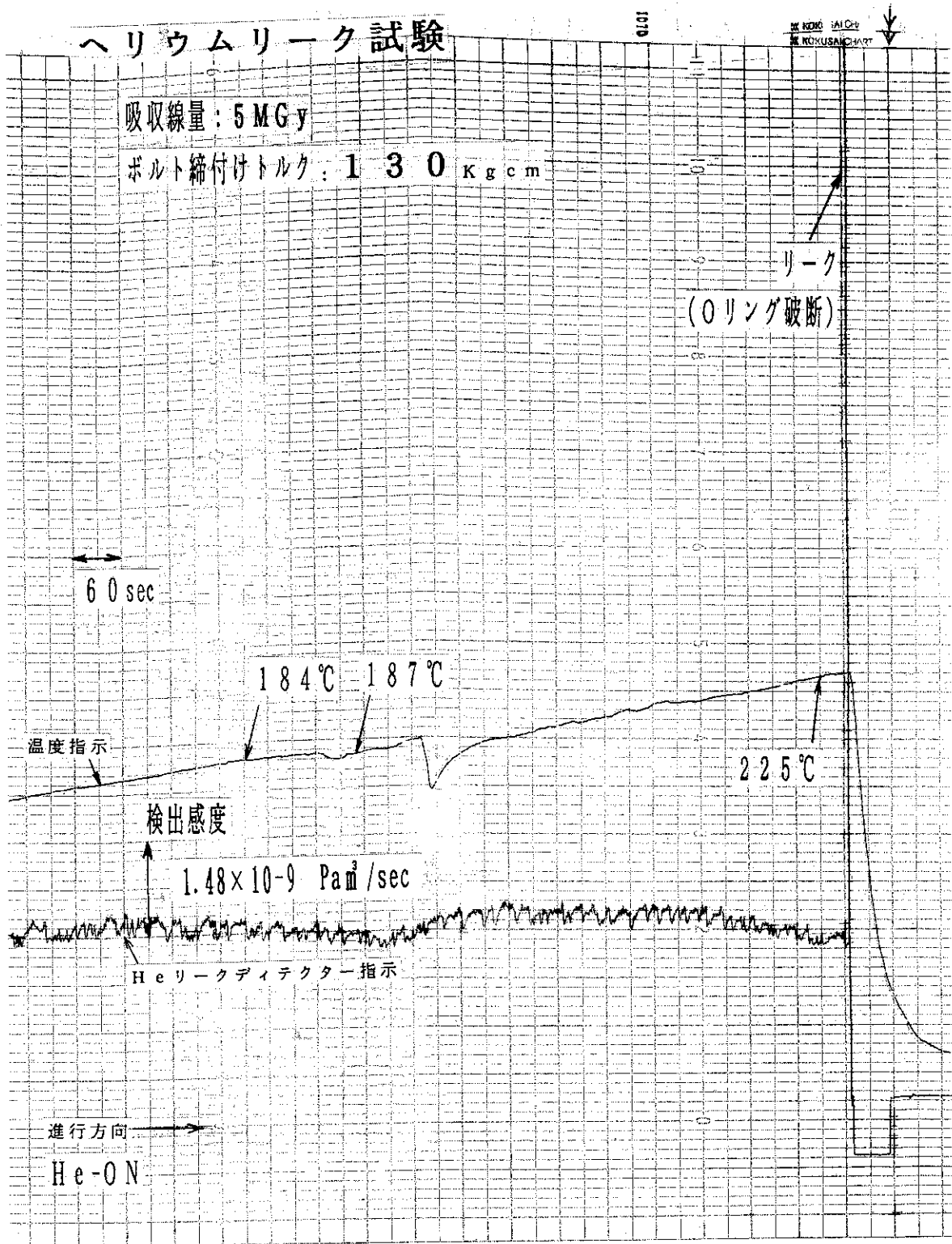


図29 5MGyのポリイミド製Oリングにおけるヘリウムリーク試験記録

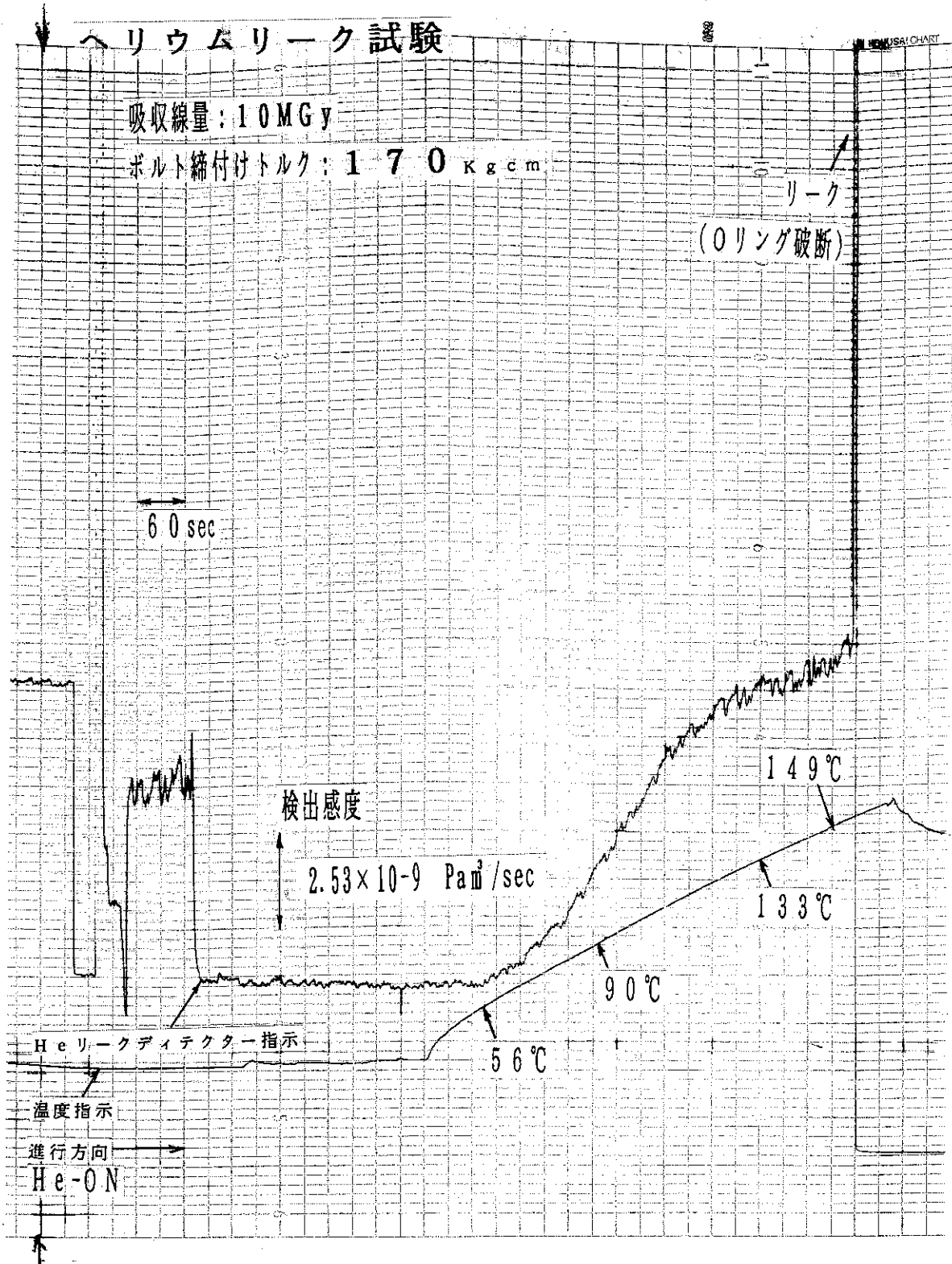
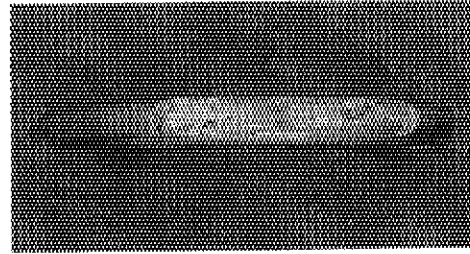
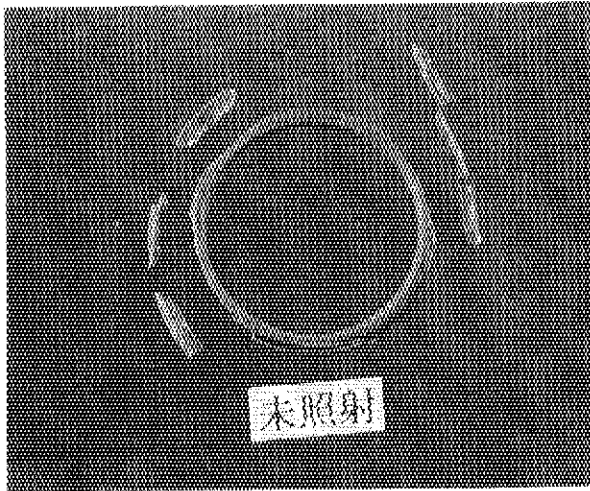
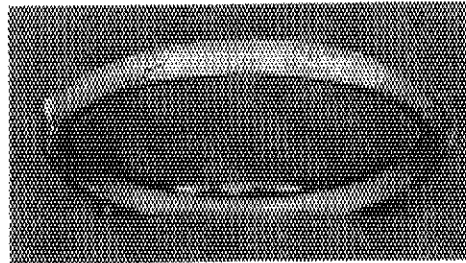
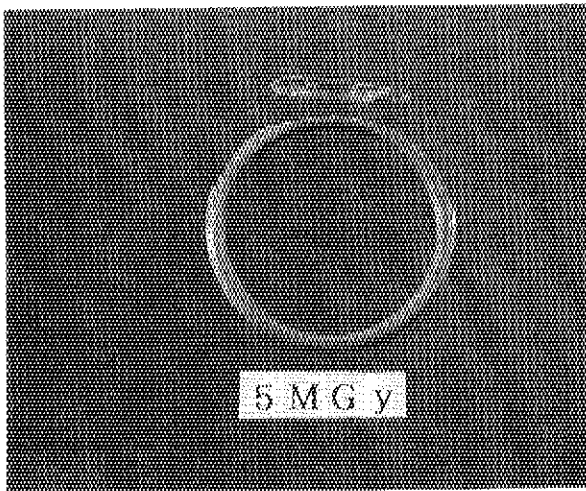


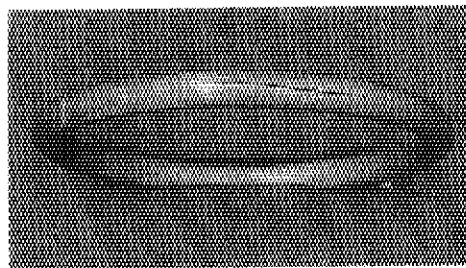
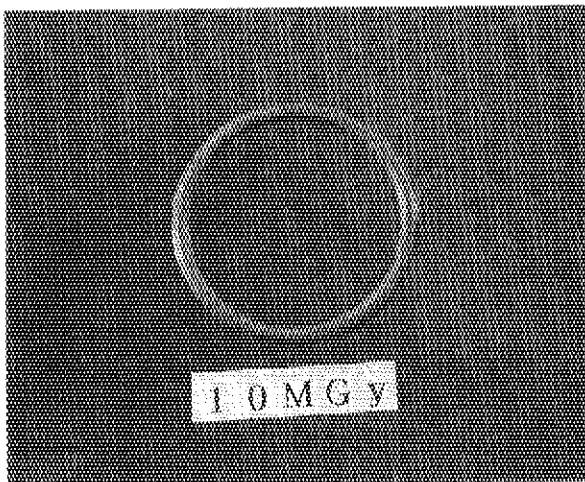
図30 10MGyのポリイミド製Oリングにおけるヘリウムリーク試験記録



吸収線量 : 未照射
ボルト締付トルク : 110 Kg · cm (1本当たり)
破断温度 : 239 °C



吸収線量 : 5 MGy
ボルト締付トルク : 130 Kg · cm (1本当たり)
破断温度 : 225 °C



吸収線量 : 10 MGy
ボルト締付トルク : 170 Kg · cm (1本当たり)
破断温度 : 149 °C

図31 ポリイミド製Oリング破断部外観図

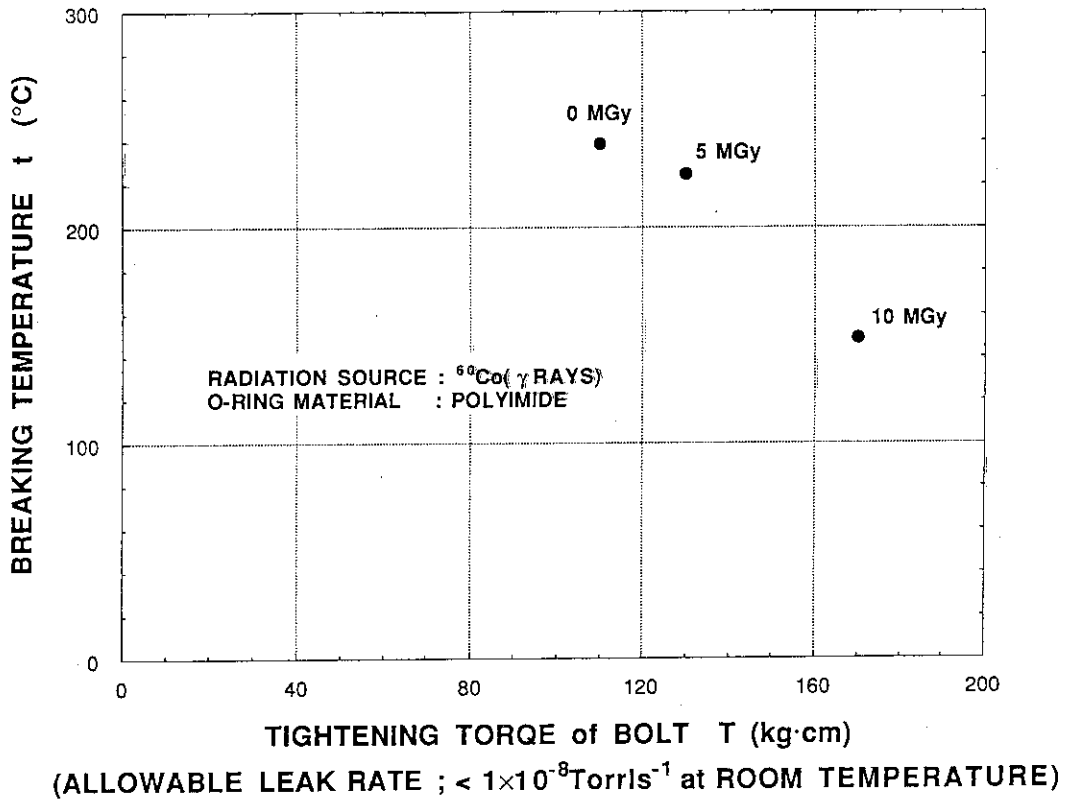


図32 M8 ボルト締め付けトルクと破断温度の関係

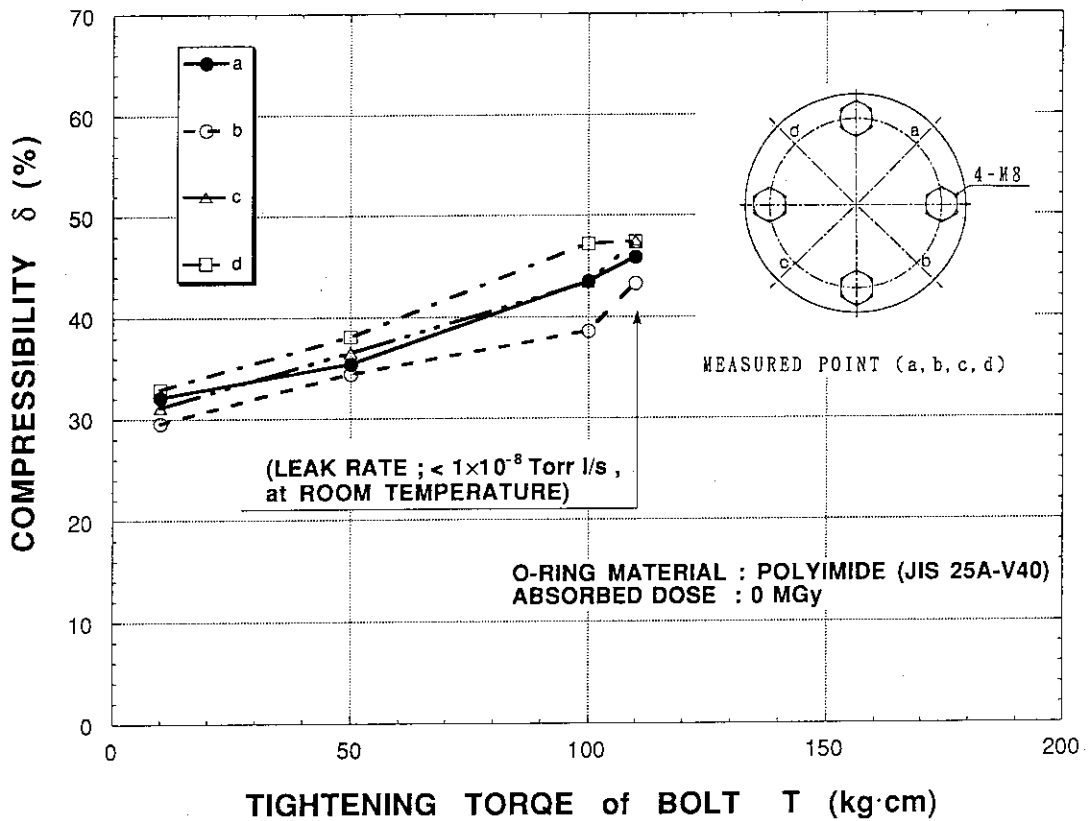


図34 圧縮率測定結果 (未照射)

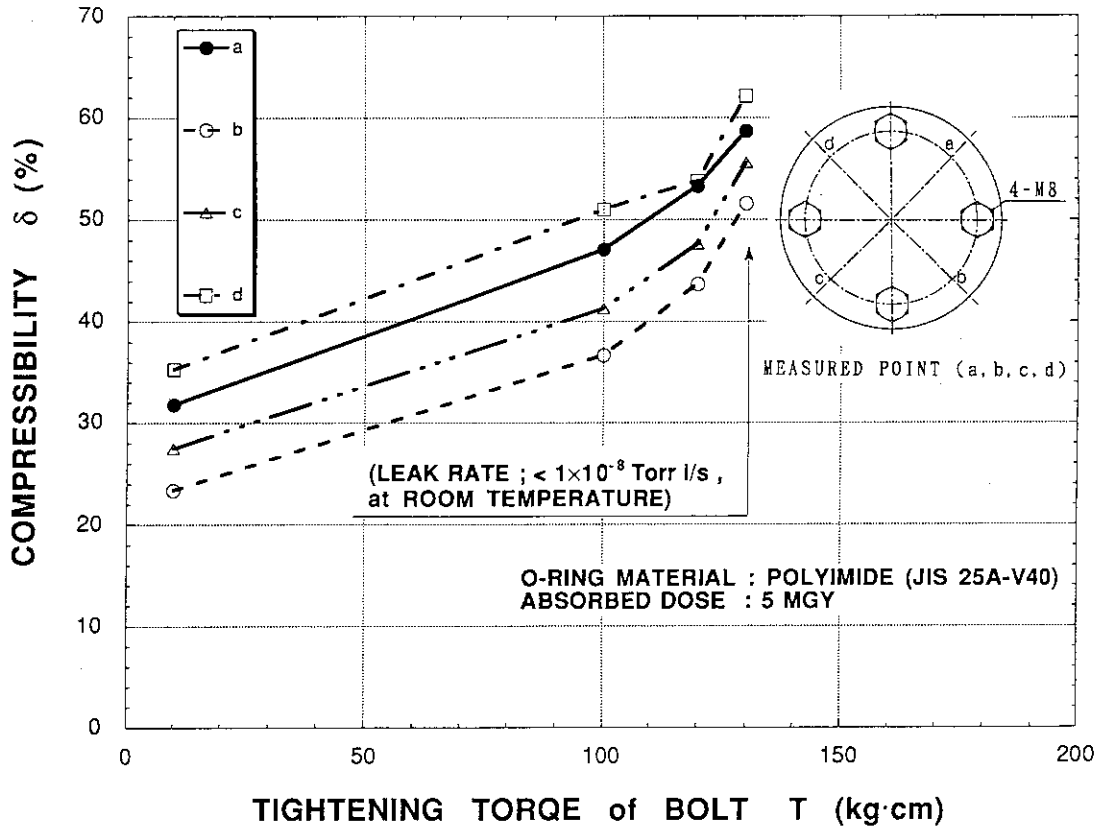


図35 圧縮率測定結果 (5MGy)

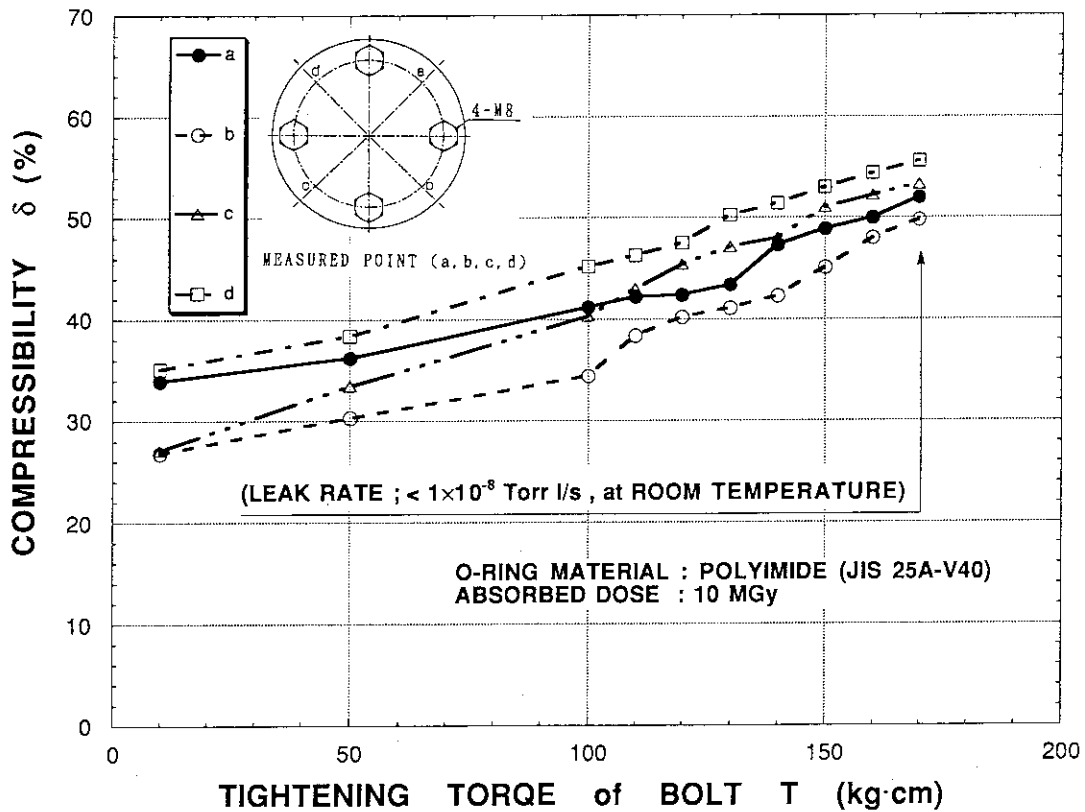


図36 圧縮率測定結果 (10MGy)

4. ま と め

吸収線量5MGy, 10MGyおよび未照射のポリイミド製Oリングを用いて, 放射線に対するポリイミドの放出ガス特性とシール特性への影響を調べた結果, 以下のことが判明した。

- (1) 放出ガス特性において, 室温の場合, 排気約10時間まで放出ガス量は未照射の場合吸収線量10MGyと5MGyの場合に比べ約2倍を示した。しかし, 排気10時間を過ぎると3種類のポリイミドの放出ガス量はほぼ同じ値を示し, $3\sim 4 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ で飽和した。この放出ガス量の減少の原因は主に水 (AMU = 18) であった。なお, ポリイミドの放出ガス量の飽和値は, バイトンの排気50時間での放出ガス量 $7.6 \times 10^{-5} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ ⁽⁵⁾ に比べ, 4~5倍高い結果となった。

180℃で加熱した場合, 8時間加熱中の放出ガス量は, 10MGy, 5MGy, 未照射の順で大きく, 加熱8時間後の3種類のポリイミドの放出ガス量は $4\sim 8 \times 10^{-3} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ の結果となった。このポリイミドの放出ガス量は, 100℃におけるバイトンの排気9時間での放出ガス量 $4.3 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ ⁽⁵⁾ に比べて1桁高い結果となった。排気80時間後の放出ガス量は未照射と5MGyでほぼ同じ値 $1\sim 1.5 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ を示したが, 10MGyでは $1.63 \times 10^{-5} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ を示した。100℃におけるバイトンの排気50時間での放出ガス量 $4 \times 10^{-5} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ ⁽⁵⁾ に比べ, 未照射と5MGyのポリイミドの放出ガス量は約1桁高い結果となり, 10MGyのポリイミドはバイトンとほぼ同一値となった。また, 排気80時間後のポリイミドからの放出ガス成分を測定した結果, 主に減少した成分は水 (AMU = 18) で, 増加した成分は一酸化炭素と窒素 (AMU = 28) であった。

350℃で加熱した場合, 8時間加熱中の放出ガス量は, 10MGy, 5MGy, 未照射の順で大きく, 加熱8時間後の3種類のポリイミドの放出ガス量は $7.7\sim 10 \times 10^{-4} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ の結果となった。また, 排気80時間後の放出ガス量は $1 \times 10^{-6} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2$ 以下であった。このポリイミドの放出ガス量に対して, 350℃におけるエストラマーの放出ガス測定実績はなく比較することはできないが, 180℃のポリイミドの放出ガス量と比較すれば, 350℃における加熱8時間後と排気80時間後の放出ガス量は180℃に加熱した場合の放出ガス量に対して加熱8時間後では約1桁, 排気80時間後では1桁以上低い結果となった。この結果は単に温度差だけではなくポリイミドのガラス転移点 ($T_g = 245$ ℃)の要因があり, ポリイミドの分子鎖セグメントの熱運動の影響が考えられる。また, ポリイミドからの放出ガス成分を測定した結果, 主な減少した成分は水 (AMU = 18) として一酸化炭素と窒素 (AMU = 28) であった。

- (2) シール特性において, 未照射のポリイミド製Oリングの場合, 室温においてボルト締め付けトルク $110 \text{kg} \cdot \text{cm}$ でヘリウムリークの許容リーク量 $1.33 \times 10^{-9} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s}$ 以下を満足でき, 加熱温度が290℃に到着した時点で破断した。5MGyのポリイミド製Oリ

ングの場合、室温においてポリイミド締付トルク $130\text{kg}\cdot\text{cm}$ でヘリウムリーク量 $1.33 \times 10^{-9}\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 以下を満足でき、加熱温度が 225°C に到達した時点で破断した。10MGy のポリイミド製Oリングの場合、室温においてボルト締付トルク $170\text{kg}\cdot\text{cm}$ でヘリウムリーク量 $1.33 \times 10^{-9}\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 以下を満足でき、加熱温度が 149°C に到達した時点で破断した。

破断部の外観は未照射の場合、リングの外周側で脆性破壊し分散した。5MGy の場合、未照射の場合と同様の破壊様式を示したが、その範囲は小規模となった。10MGy の場合、クラックのみが発生した。

謝 辞

本実験を行うに当たって、炉構造研究室とITER開発室および実験環境を提供して下さった炉心工学研究室の皆様を終始協力と有益な議論をして頂きましたことを感謝いたします。そして、本研究遂行に際し、ご指導と激励を頂いた鹿園直基 那珂研究所所長、島本進 核融合工学部部長に感謝いたします。

参 考 文 献

- (1) K.Shibanuma, et al.: 16th Symposium Fusion Techonology P1317 (1990)
- (2) 中村和幸, 他: 真空27, (1984) 410
- (3) 中山喜明, 他: 真空33, (1990) 209
- (4) 古沢武男, 他: 機械要素設計 (改訂版) (裳華房, 1975) p40
- (5) W.Beckmann: Vacuum 13 (1963) 349.
- (6) 電気学会技術報告 (II) 部, 第86号 (54-12)

ングの場合、室温においてポリイミド締付トルク $130\text{kg}\cdot\text{cm}$ でヘリウムリーク量 $1.33 \times 10^{-9}\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 以下を満足でき、加熱温度が 225°C に到達した時点で破断した。10MGy のポリイミド製Oリングの場合、室温においてボルト締付トルク $170\text{kg}\cdot\text{cm}$ でヘリウムリーク量 $1.33 \times 10^{-9}\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 以下を満足でき、加熱温度が 149°C に到達した時点で破断した。

破断部の外観は未照射の場合、リングの外周側で脆性破壊し分散した。5MGy の場合、未照射の場合と同様の破壊様式を示したが、その範囲は小規模となった。10MGy の場合、クラックのみが発生した。

謝 辞

本実験を行うに当たって、炉構造研究室とITER開発室および実験環境を提供して下さった炉心工学研究室の皆様を終始協力と有益な議論をして頂きましたことを感謝いたします。そして、本研究遂行に際し、ご指導と激励を頂いた鹿園直基 那珂研究所所長、島本進 核融合工学部部長に感謝いたします。

参 考 文 献

- (1) K.Shibanuma, et al.: 16th Symposium Fusion Techonology P1317 (1990)
- (2) 中村和幸, 他: 真空27, (1984) 410
- (3) 中山喜明, 他: 真空33, (1990) 209
- (4) 古沢武男, 他: 機械要素設計 (改訂版) (裳華房, 1975) p40
- (5) W.Beckmann: Vacuum 13 (1963) 349.
- (6) 電気学会技術報告 (II) 部, 第86号 (54-12)

ングの場合、室温においてポリイミド締付トルク $130\text{kg}\cdot\text{cm}$ でヘリウムリーク量 $1.33 \times 10^{-9}\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 以下を満足でき、加熱温度が 225°C に到達した時点で破断した。10MGy のポリイミド製Oリングの場合、室温においてボルト締付トルク $170\text{kg}\cdot\text{cm}$ でヘリウムリーク量 $1.33 \times 10^{-9}\text{Pa}\cdot\text{m}^3/\text{s}$ 以下を満足でき、加熱温度が 149°C に到達した時点で破断した。

破断部の外観は未照射の場合、リングの外周側で脆性破壊し分散した。5MGy の場合、未照射の場合と同様の破壊様式を示したが、その範囲は小規模となった。10MGy の場合、クラックのみが発生した。

謝 辞

本実験を行うに当たって、炉構造研究室とITER開発室および実験環境を提供して下さった炉心工学研究室の皆様、終始協力と有益な議論をして頂きましたことを感謝いたします。そして、本研究遂行に際し、ご指導と激励を頂いた鹿園直基 那珂研究所所長、島本進 核融合工学部部長に感謝いたします。

参 考 文 献

- (1) K.Shibanuma, et al.: 16th Symposium Fusion Technology P1317 (1990)
- (2) 中村和幸, 他: 真空 27, (1984) 410
- (3) 中山喜明, 他: 真空 33, (1990) 209
- (4) 古沢武男, 他: 機械要素設計 (改訂版) (裳華房, 1975) p40
- (5) W.Beckmann: Vacuum 13 (1963) 349.
- (6) 電気学会技術報告 (II) 部, 第86号 (54-12)

付 録

高分子材料の耐放射線性についての試料として、図37にゴムの耐放射線性⁽⁶⁾、図38にプラスチックの耐放射線性⁽⁶⁾、図39に有機絶縁材料の物理的特性に基づく耐放射線性⁽⁶⁾、の比較図を示す。

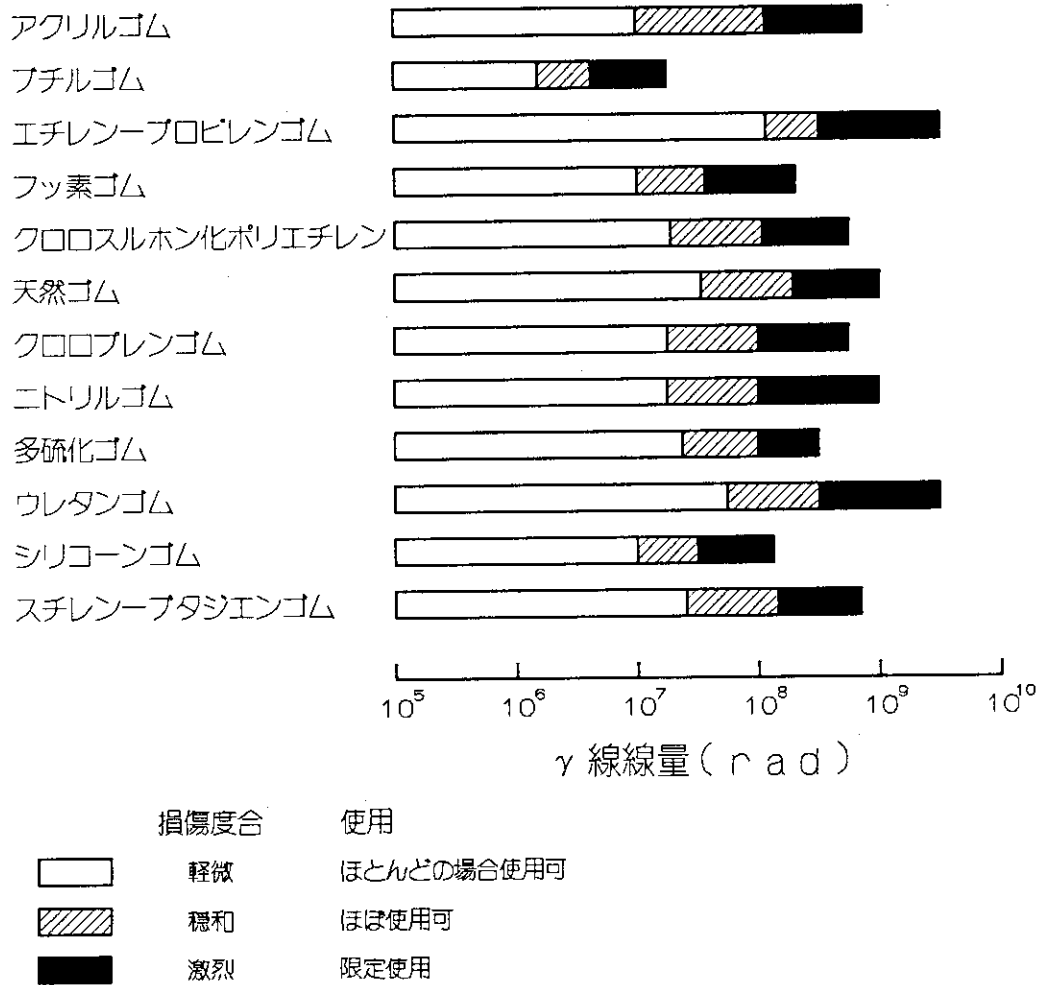


図37 ゴムの耐放射線性

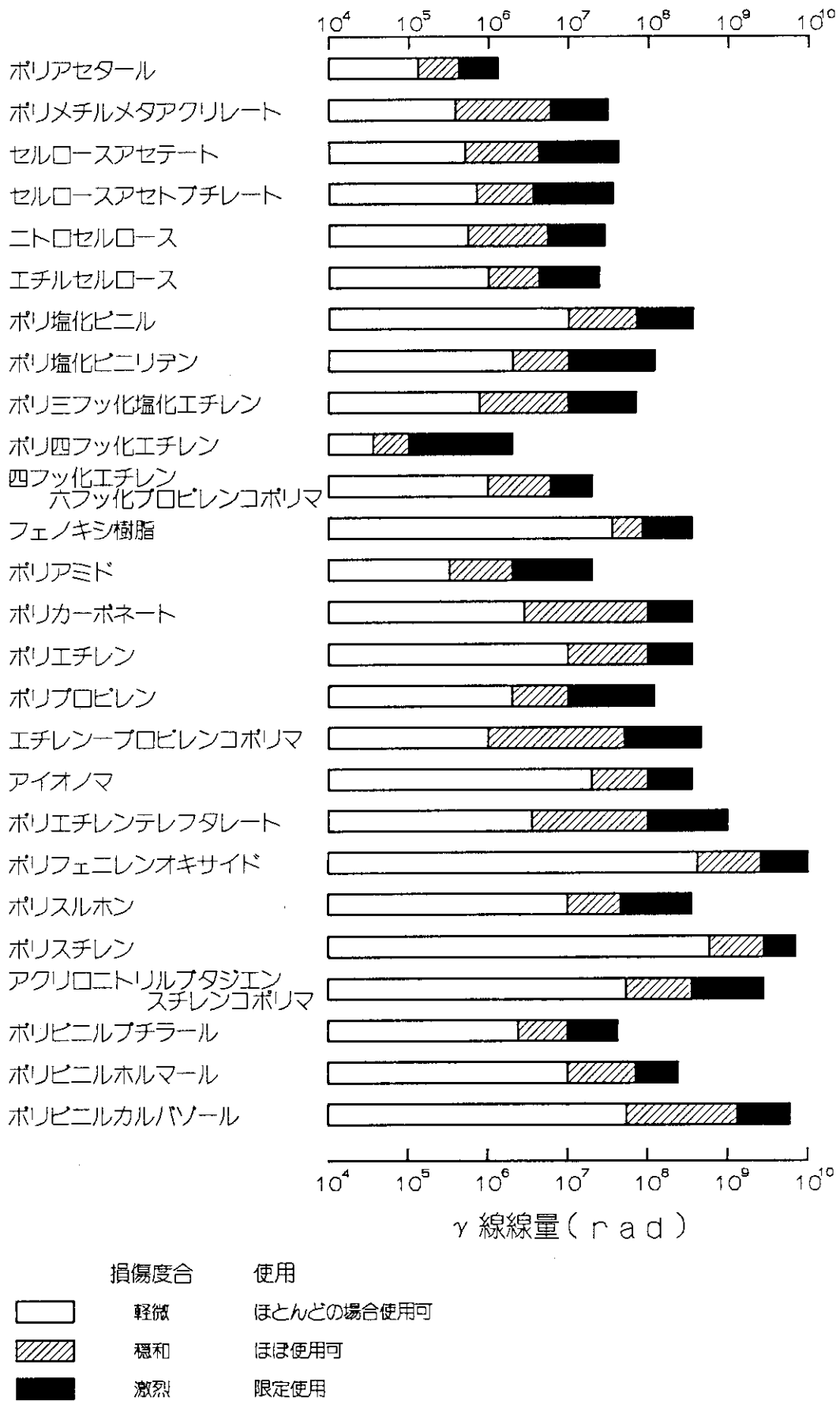


図38 プラスチックの耐放射線性

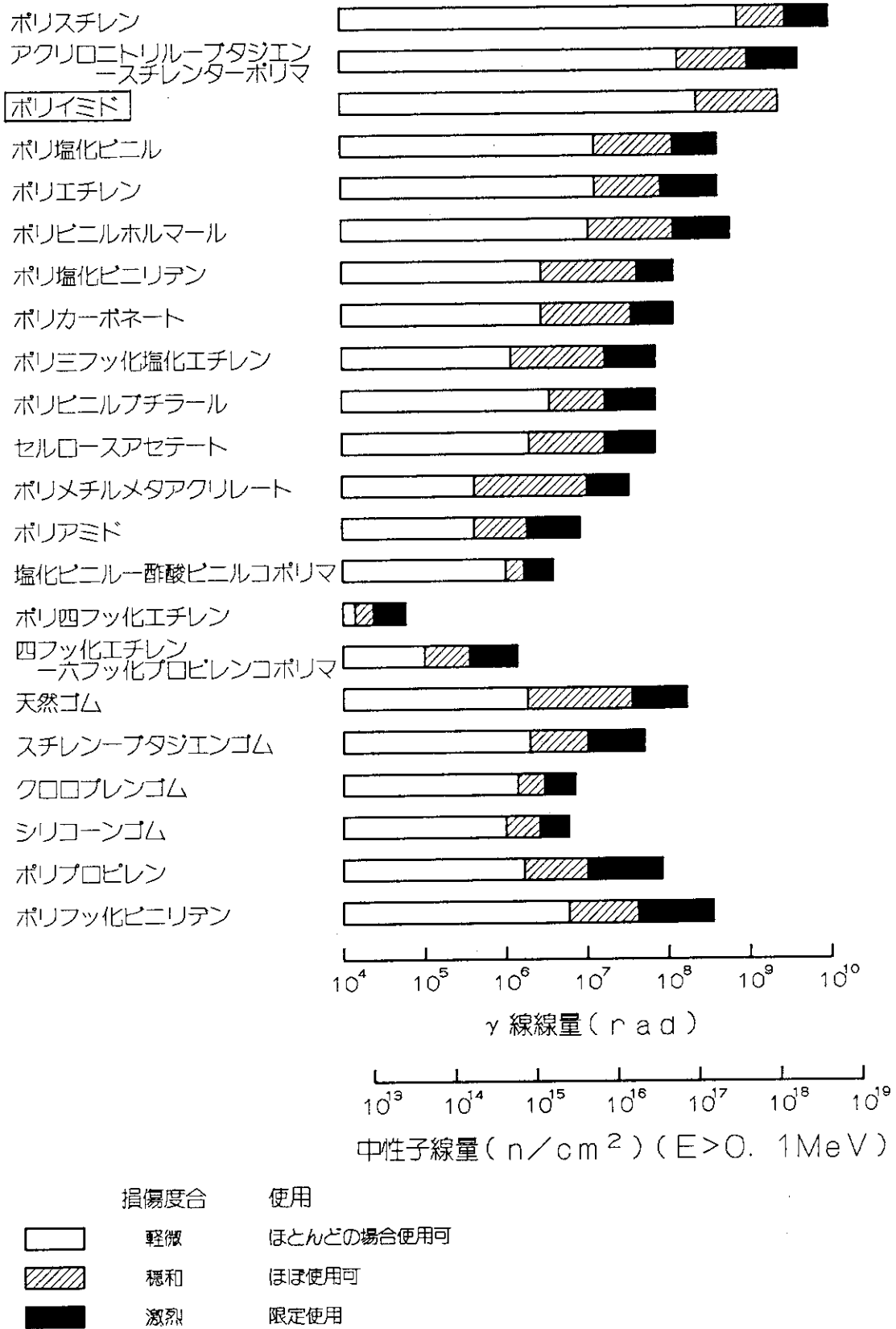


図 39 有機絶縁材料の物理的特性に基づく耐放射線性