

低露点環境におけるダクト用ガスケットのアウトガス評価

小 澤 凌（新菱冷熱工業） 三 上 秀 人（新菱冷熱工業）
佐 原 亮（新菱冷熱工業）

リチウムイオン二次電池の製造工場では低露点の環境（ドライルーム）が必要である。ドライルーム用ダクトのフランジ接合面には、使用箇所や用途などを考慮して多種多様のガスケットが用いられる。ガスケットから水分や化学物質のガス放出（アウトガス）があると、ドライルーム内の露点温度や、露点計の測定精度に影響を与える可能性がある。そのため、ドライルームで用いられるダクト用ガスケットは、気密性に加えて水分や化学物質のアウトガス量が重要である。

本報では、ドライルームの構築に適したガスケットを選定することを目的とし、4 種類のダクト用ガスケット（ニトリルゴム、ブチルゴム、クロロプレンゴム、エチレンプロピレンジエンゴム（EPDM））について水分及び化学物質のアウトガス量を測定した結果について報告した。水分のアウトガスについては、アウトガス発生速度がゼロになるまでの時間は EPDM が最も短かった。化学物質のアウトガスについては、クロロプレンゴム、ブチルゴムで高沸点成分のアウトガスが確認され、鏡面冷却式露点計の測定に影響を与えた。

1. はじめに

電気自動車やスマートフォンなどに使用されるリチウムイオン二次電池の製造環境では、低露点の環境（以降、ドライルーム）が必要とされている。低露点の空気は、除湿機からダクトを介してドライルーム内に供給される。

ダクトの接続部であるフランジの接合面には、使用箇所や用途などを考慮して多種多様のガスケットが用いられる。ドライルームで用いられるダクト用ガスケットは、気密性に加えて水分や化学物質のガス放出（以降、アウトガス）量が重要である。ガスケットの吸湿性が高いと、吸着した水分がドライルーム稼働時にアウトガスし、露点温度が低下するまでに時間を要する。また、ドライルームの露点温度は、一般的にダクトに設置された鏡面冷却式または静電容量式露点計で計測されるが、ガスケットからの化学物質のアウトガスにより、露点計の故障や精度劣化の原因になる恐れがある。

本稿では、ドライルームの構築に適したガスケットを選定することを目的とし、材質の異なるガスケットについて、水分および化学物質のアウトガス量を測定した結果について述べる。

2. 実験概要

2.1 供試体

本実験で使用したダクト用ガスケットの仕様を表-1 に示す。ガスケットの材質は、ブチルゴム、エチレンプロピレンジエンゴム（EPDM）、ニトリルゴム、クロロプレンゴムの 4 種類とした。ガスケットのサイズは、厚さは全て 5 mm とし、巾は EPDM が 10 mm、それ以外のガスケットは 15 mm とした。また、EPDM、ニトリルゴム、クロロプレンゴムは接着面にアクリル粘着物が使用されているが、ブチルゴムはそれ自体に粘着性があるため、接着剤は使用されていない。

各ガスケットを 200 mmW×200 mmH×1 mm のステンレス製の板に、ガスケットが約 150 mm×150 mm の正方形になるよう中央部に貼り付けた（写真-1）。なお、ガスケットの長辺は、空気の流れと平行になるようにした。

表-1 ダクト用ガスケットの仕様

No.	材質	サイズ (巾×厚み)	接着剤
1	ブチルゴム	15 mm×5 mm	なし
2	EPDM	10 mm×5 mm	アクリル粘着物
3	ニトリルゴム	15 mm×5 mm	アクリル粘着物
4	クロロプレンゴム	15 mm×5 mm	アクリル粘着物

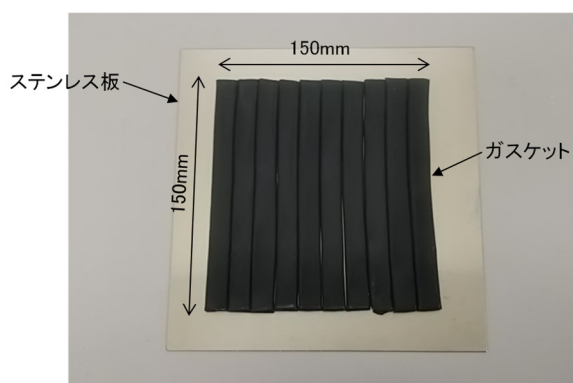


写真-1 供試体（ブチルゴム貼り付け時）の外観

2.2 実験装置

実験装置の概略を図-1 に示す。実験装置はドライルーム内に設置され、ステンレス製のチャンバーおよび樹脂製外板のブース（以降、ブラシ型ミニエン¹⁾）、窒素ガス供給ライン、鏡面冷却式露点計などから構成される。

供試体を設置するステンレス製チャンバー（容積 0.00735 m^3 ）は、供試体設置時などに人間から発生する水分が流入するのを防ぐため、水分隔離性能の高いブラシ型ミニエン（容積 0.85 m^3 ）内に設置した（写真-2）。なお、ブラシ型ミニエンへの給気風量は約 $50 \text{ m}^3/\text{h}$ であり、内部の露点温度は常時 $-60 \text{ }^{\circ}\text{CDP}$ 以下に保たれている。

供試体はチャンバー壁面に立て掛けて設置し（写真-3）、チャンバー下部に設けられた入口部から所定の露点温度に調整された低露点の空気が供給された後、チャンバー

天板に設けられた出口部から排気される構造になっている。チャンバーへ供給するガスには、窒素（純度 99.9995 %）を使用し、純水が入れてある 2 連インピンジャを介して加湿した空気を一定割合混合して露点温度を調整する。

チャンバー出入口の露点温度は、鏡面冷却式露点計（MICHELL 製 S8000 Integrale, S4000 TRS）により測定される。また、供試体からアウトガスする化学物質の測定は、ガス捕集管（TENAX TA）をチャンバー出口側に取り付け、エアポンプを用いて所定の流量でサンプリング後、加熱脱着 GC/MS（Agilent 製 7890 (GC) /5977A (MS)）で分析される。

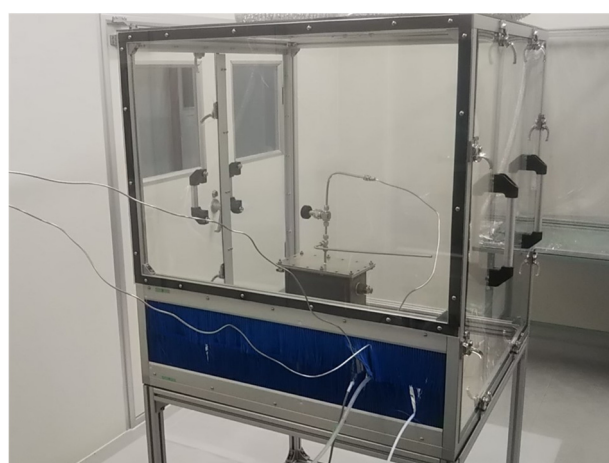


写真-2 実験装置の外観

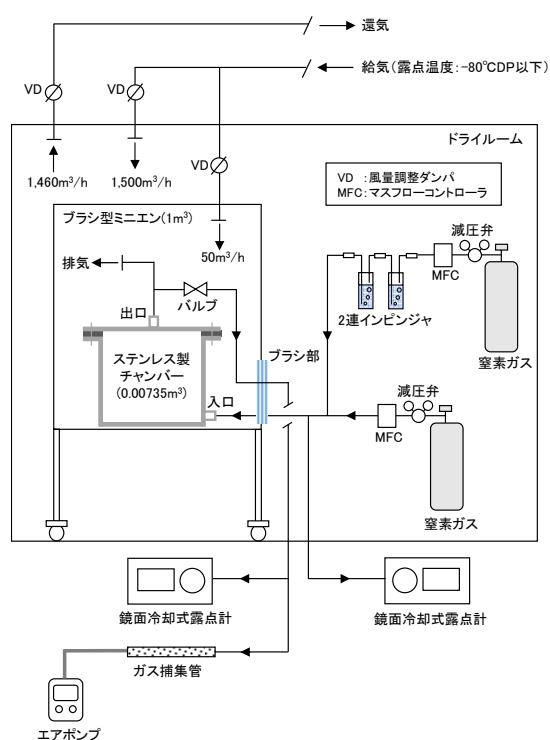


図-1 実験装置の概略

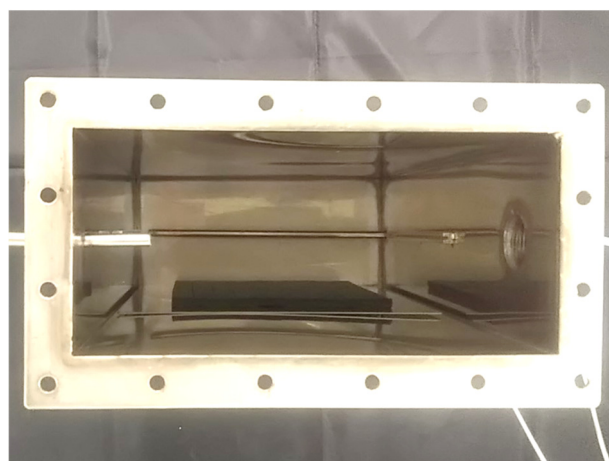


写真-3 チャンバー内供試体

2.3 実験方法

実験フローを図-2 に示す。供試体は事前に含水率が定常になるよう $23 \text{ }^{\circ}\text{CDB}$ 、 $50 \text{ \%RH}$ の雰囲気下で約 16h 静置した。また、供試体をチャンバー内に導入する前に、前述の実験装置により、露点温度を約 $-50 \text{ }^{\circ}\text{CDP}$ に調整した窒素ガスを 4.5 L/min で供給し、チャンバー出口露点温度が入口露点温度とほぼ一致するまでパージした。な

お、チャンバー内の換気回数は約 37 回/h である。

ブラシ型ミニエン内において、供試体をチャンバー内に導入した後、チャンバー出入口の露点温度を約 9 h、鏡面冷却式露点計で連続測定した。測定終了後、チャンバー出入口の露点温度から絶対湿度に換算し、水分のアウトガス量を算出した。また、供試体を導入してから 10 min 後に、チャンバー出口にガス捕集管を取り付け、エアポンプにより 0.3 L/min で 5 min 間（捕集量 1.5 L）通気した後、加熱脱着 GC/MS を用いて供試体からのアウトガスを定性および定量分析した。

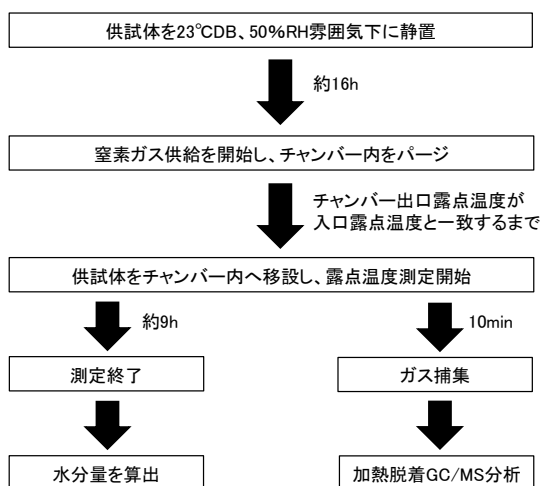


図-2 実験フロー

3. 実験結果

3.1 水分のアウトガス

供試体導入後の、チャンバー出口露点温度の経時変化を図-3 に示す。チャンバー入口露点温度は図示されていないが、 $-51\sim-52^{\circ}\text{CDP}$ で制御されていた。

供試体導入直後の露点温度は EPDM>ニトリルゴム>クロロプレンゴム>ブチルゴムの順で高く、EPDM では

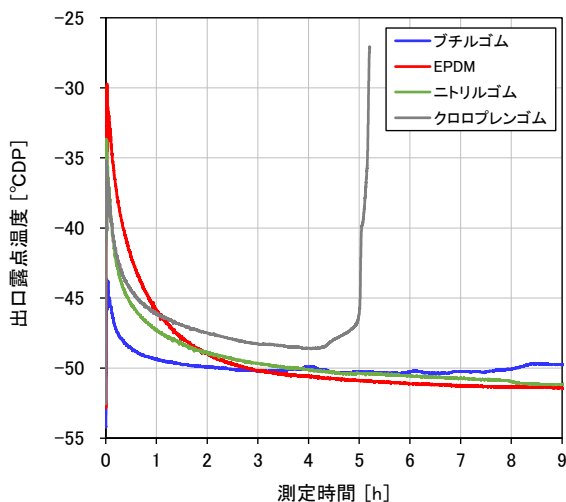


図-3 チャンバー出口露点温度の経時変化

-29.7°CDP まで上昇した。EPDM およびニトリルゴムは導入直後から露点温度が減衰し続け、測定開始 9 h 後にはチャンバー入口の露点温度とほぼ同値となった。一方、クロロプレンゴムはチャンバー導入後、約 4.2 h を経過したところで露点温度が急激に上昇し始めたため、測定を中止した。また、ブチルゴムはチャンバー導入後、約 3.5 h を経過後したところで露点温度のわずかな上昇が見られ始め、測定終了後まで緩やかに上昇し続けた。

3.2 化学物質のアウトガス

加熱脱着 GC/MS で分析したチャンバー出口空気のパターンイオンクロマトグラムを図-4 に示す。ブチルゴ

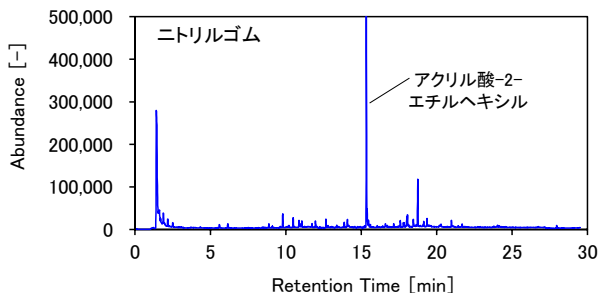
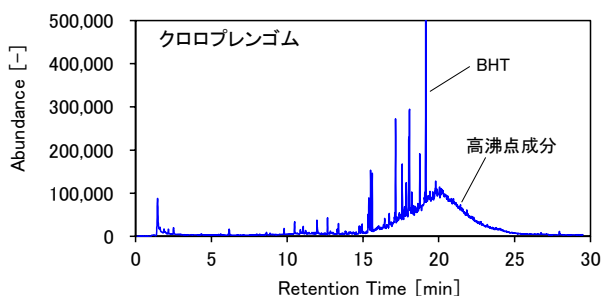
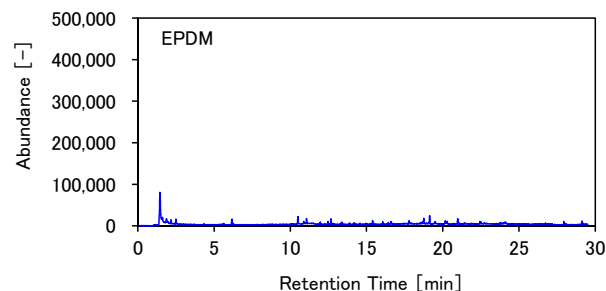
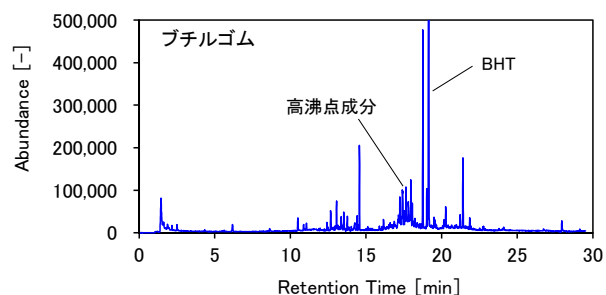


図-4 各供試体のパターンイオンクロマトグラム

ムとクロロプレンゴムでは、リテンションタイム 15 min ~25 min で高沸点成分のピークが検出された。ピーク面積の大きさはクロロプレンゴム>ブチルゴムの順である。高沸点成分の総量は、クロロプレンゴムが 5.6 mg/h/m² (トルエン換算)、ブチルゴムが 1.2 mg/h/m² (トルエン換算) であり、クロロプレンゴムはブチルゴムの約 5 倍であった。

4. 考察

水分アウトガスの実験において、クロロプレンゴムにおける露点温度の急激な上昇およびブチルゴムにおける緩やかな上昇の原因は、化学物質、特に高沸点成分のアウトガスにより、鏡面冷却式露点計が汚染され、正確な測定ができなくなったためであると考えられる。鏡面冷却式露点計の測定原理を図-5 に示す。鏡面（ミラー）上に測定気体を流しながら鏡面を冷却し、結露（霜）が発生する温度を計測して露点温度を求める方式である。高沸点成分が低温の鏡面に付着し、その付着量が大きくなることで、誤差が大きくなったと考えられる。

一方、本試験では測定結果に各ガスケットによる影響を大きくするため、風量あたりのガスケット面積を、実環境と比べ大きくしている。実環境において、ガスケットの化学物質アウトガスが鏡面冷却式露点計に与える影響は小さいと考えられるが、給気風量が小さい系では注意が必要である。

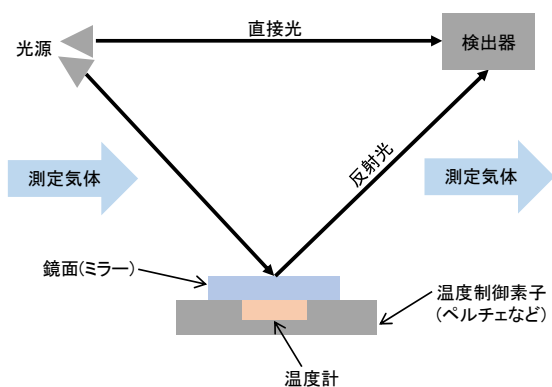


図-5 鏡面冷却式露点計の測定原理^{2),3)}

アウトガスが減衰するまでの時間が最も短かったのは EPDM であるが、9 時間にわたり減衰し続ける結果となった。この理由は、23 °CDB、50 %RH の環境に静置

していた間にガスケットに吸着した水分が、脱着するのに要したためと考えられる。一方、クロロプレンゴムではチャンバー出口露点温度は-48 °CDP までしか減衰しなかったが、その時の水分アウトガス発生速度は 0.13 g/h/m² と計算され、仮に風量 2,000 m³/h、給気露点温度 -50 °CDP の実験用ドライルームにおいて 0.1 m² のガスケットが使用された場合、露点温度の上昇は 0.002 °C に満たない。したがって、給気露点 -50 °CDP レベルのドライルームであれば、本試験で用いたガスケットは全て問題なく使用できると考えられる。

5. まとめ

本稿では、ドライルームの構築に適したガスケットを選定することを目的とし、4 種類のダクト用ガスケット（ニトリルゴム、ブチルゴム、クロロプレンゴム、EPDM）について水分アウトガス及び化学物質アウトガスの評価を行った。

水分アウトガスについて、アウトガス発生速度がゼロになるまでの時間は EPDM が最も短くなった。

化学物質アウトガスについて、クロロプレンゴム、ブチルゴムで高沸点成分のアウトガスが確認され、鏡面冷却式露点計の測定に影響を与えた。

実規模のダクト系を想定すると、本試験で用いたガスケットについて、水分アウトガス及び化学物質アウトガスがドライルームの構築に与える影響は小さいものと考えられるが、ミニエンバイロメント（局所的ドライ環境）など給気風量が少ない系統や、給気露点温度が-80 °CDP を下回るような系統で使用する場合には、ガスケットの選定は注意が必要である。

参 考 文 献

- 1) 尾形甫・佐原亮他：「低湿度環境における人体からの発湿量低減方法に関する研究（第4報）ブラシを用いたミニエンの水分隔離性能評価」空気調和・衛生工学会学術講演会論文集（2017.9、高知）
- 2) 天野みなみ：「ガス中微量水分の計測と標準に関する調査研究」産総研計量標準報告 Vol.8, No.3, 2011
- 3) 橋口幸治：「ガス中微量水分の高効率な計測技術に関する調査研究」産総研計量標準報告 Vol.9, No.2, 2014