

# 接着剤による真空リーク対策部分の再対策のための接着剤の除去方法

安本 勝

東京大学原子力研究総合センター

## 概要

接着剤による真空リーク対策部分の接着剤を除去し、接着剤による再対策を可能にした。この過程で以下の点が分かった。 アラルダイトは塩化メチレンで膨潤して剥離し除去できる<sup>(1)</sup>。 トールシールは塩化メチレンで膨潤しないが剥離し除去できる。 塩化メチレンに浸すことができない場合は保水機能を持たせ覆いを設け蒸発を防ぐようにすることで剥離させることができる。 真空中に使用する接着剤アラルダイトとトールシールは、容易に除去できることが分かり、真空関連の仮対策用としても使いやすいものになった。

## 1 はじめに

高温質量分析計の高温加熱のための冷却水と大電流導入フィードスルーから真空リークがあった。その対策をしなければならなくなったが、この部分は約 5 年前、アラルダイトにより対策を施した個所であった。その上にアラルダイトを塗布処置してもリークは止めることはできず、その不良フィードスルーを交換するか、アラルダイト接着剤を除去して再度対策をするかの選択に迫られたが、前者は費用(約 25 万円/本)・手間と対策日数(2 ヶ月以上(納期 40 日))が掛かることから、費用がかからず短日数で対策できる後者による対策をとった。劣化した不良個所のアラルダイトをきれいに除去し、再対策することでリークを止めることができた。また、別にリーク対策によく使用するトールシールについて剥離性を調べた結果、除去できることも分かった。これらにより、アラルダイトやトールシールは、リークの本対策のみではなく、固定やリークの仮対策用、またリーク個所の探知確認用など、広範囲に使用しやすいものになった。

## 2 リーク対策した高温質量分析計とそのリーク部分

### 2.1 高温質量分析計<sup>(2)(3)</sup>

図 1 がリーク対策をした高温質量分析計の模式図である。高温質量分析計は加熱試料の蒸気圧を求める装置である。クヌーセンセル内に被測定試料を納め加熱することで、セル内は過熱温度、 $T_{KC}$  の試料に起因する各ガス種平衡蒸気圧になる。この蒸気をオリフィスから取り出し、各蒸気種分子ビームに比例するイオン電流、 $I^+$  を質量分析により求め、加熱温度での試料の各種平衡蒸気圧、 $P_{KC}$  は、 $P_{KC} = K \cdot I^+ \cdot T_{KC}$  から求めることができる。K は比例定数である。

クヌーセンセルの加熱はバイフィラヒータによるラディエーション加熱により最高 2,500 まで加熱可能である。ヒータ加熱電源の最大電流は 250A である。クヌーセンセルとヒータは熱シールドカン内にある、その全体が冷却されたハウジング内にある。

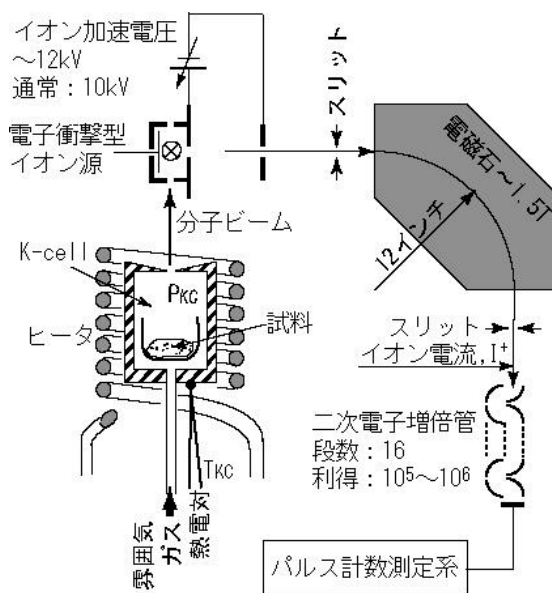


図 1 高温質量分析計の模式図  
K-cell内の試料蒸気圧  $P_{KC} \propto I^+ \cdot T_{KC}$

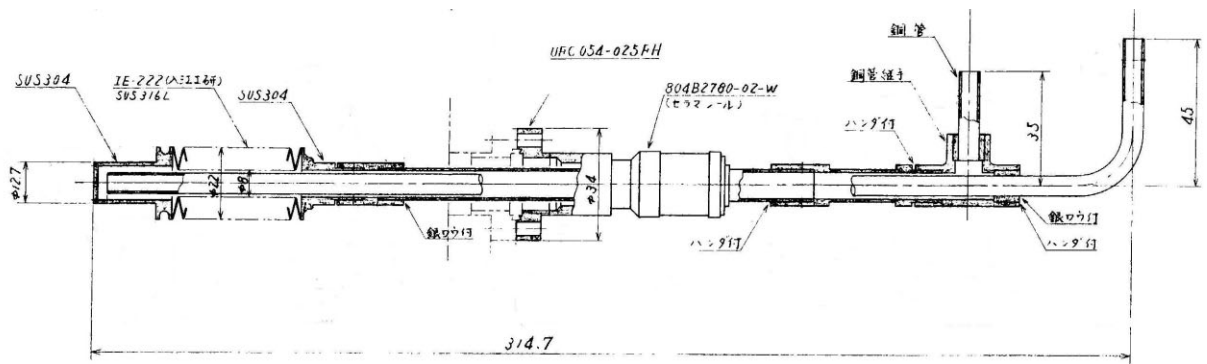


図2 大電流・冷却水フィードスルー

## 2.2 問題のリーク対策部分

リーク部分は、ヒータ加熱用大電流と加熱ヒータのステム取り付け部分を冷却する冷却水との両方を真空系内に導入するフィードスルーの絶縁碍子との溶接部分である。図2はそのフィードスルーの全体図である。左が上、右が下になる。リーク量はアルコールを吹きかけることで、内部に入ったアルコールが気化することで急激な真空度の低下がクヌーセンセル部排気系の真空計により観測されるほどで、リークとしては比較的大きかった。この部分にアラルダイトを塗布することでシールさせることができたが、この接着部の劣化によりリークが発生した。このリークした接着部の上からのアラルダイトの塗布ではこのリークは止めることができなかった。アラルダイトに多数のひびができてリークパスは塗布アラルダイト全体にわたったために止めにくなくなったものと考えられる。

## 3 リーク部分の接着剤の除去方法

リーク対策対象の管部品のリーク箇所と最下部までが長くなるため、塩化メチレンに浸すにはそれが収まる深い容器と塩化メチレンを多量に必要とし、その準備と塩化メチレン使用量抑制を考えると実際のでない。そのため、浸す代わりに塩化メチレンをキヌワイプ（紙の一種）に濡らし保水性を確保して周りにそれを置いた。但し、塩化メチレンは、沸点が低く従って揮発性が高く直ぐに蒸発してしまうため、塩化メチレンに安定なテフロンシートで覆い気密性を保てるようにして蒸発を防ぐようにした（図3）。覆いは、対策するフィードスルー管を収まるように長方形のテフロンシートの一対辺両端を重ね三重に折り抑えてシールし筒状にし、それから先ず、フィードスルー管と下部をシールした。その筒の中に塩化メチレンで濡らしたキヌワイプを納め、フィードスルー管と上部をシールした。

以上の状態で一晩置き、この間にアラルダイトは膨潤しきれいに除去できた。この後、再度アラルダイトでリーク部分を覆うようにして塗布することで再度リーク対策ができた。

なお、テフロンシート（PTFE：M.P. 327）は、シート間により融点が高い配管シール用テフロンテープ（PCTFE：M.P. 220）を入れその融点を超える温度のハンダゴテで押し加熱することで接着できる。シール性は十分確保できるが、接着力は弱いので剥離力を加えないようにすることが必要である。

## 4 塩化メチレンによるシール用接着剤の剥離性の調査

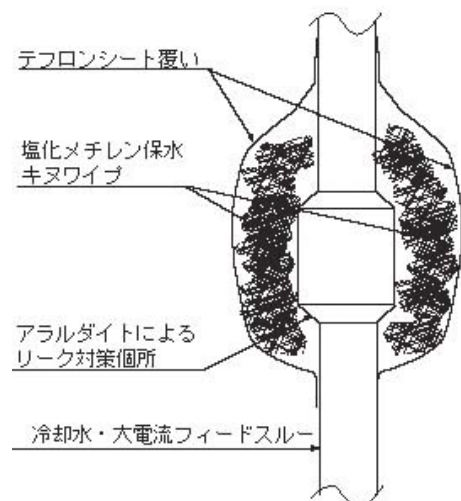


図3 アラルダイトの除去方法

#### 4.1 塩化メチレン

塩化メチレンはジクロロルメタンともいい、化学記号は、 $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ である。アクリル材の接着、塗料の剥離剤、有機化合物抽出の溶剤、アセチルセルロースの溶媒などに利用されている。

無色の液体で、融点 $-96.8$ 、沸点 $40.2$ 、比重 $1.3266$ 、相対的蒸気密度(空気 $1$ ) $2.9$ 、発火温度 $556$ 。

塩化メチレンは、毒劇法に該当していないが有害性があり、また労働安全衛生法有機溶剤中毒予防規則第二種該当品目である。このための対策としては、できるだけ揮発し難いようにして、かつ換気の良い場所で行う必要がある。使用に際して、国際化学物質安全性カード<sup>(4)</sup>を目を通すなど、あらかじめ化学的性質、取り扱い方法を知ることが、健康への害等を避ける意味でも必要である。PRTR法の第1種指定化学物質(政令番号 $145$ )である。

#### 4.2 アラルダイト、トールシール

(1) アラルダイト : 市販されている2液混合型接着剤で主成分はエポキシ樹脂である。スタンダードタイプと急速硬化タイプがある。

接着用途は、金属、ガラス、陶器、木、プラスチックである。

手軽に入手でき、真空内表面積が小さくなる外面からのリーク対策などアウトガスが問題にならない範囲で使用できる。アラルダイト(スタンダード)の剥離方法については、「専用の溶剤はありません 熱で溶かす、

水に1週間つける、焼いてはがす」となっている<sup>(5)</sup>。適切な剥離方法は一般的に知られていないようである。

(2) トールシール : 脱ガスの少ない接着剤としてバリアン社が開発した。脱ガスが少ないため、一般的な真空リークシール用接着剤として使用されている。また、真空内の脱ガスをできるだけ抑えたい場所の接着剤として使用されている。

図4 (a) ガラスとの接着は、アラルダイトとトールシール共にシャーレとの底面(左)、天井面(右)、ステンレスのリング上下をアラルダイトとトールシール接着したもの(左、右)

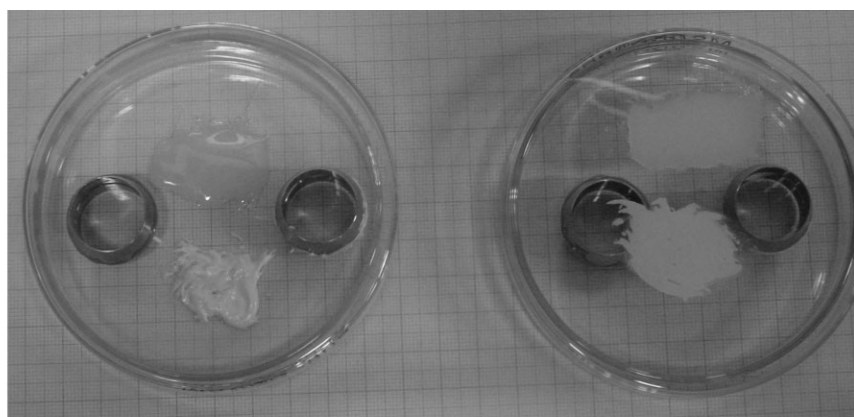


図4 (b) 塩化メチレンに浸して4時間後

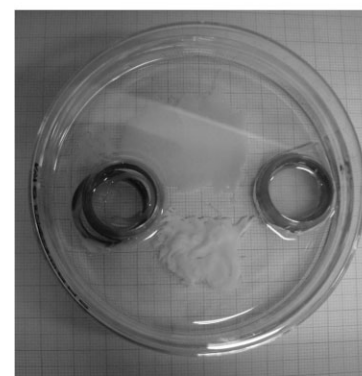


図4 (c) 塩化メチレンに濡らしたキヌワイプを詰めた雰囲気中で4時間後

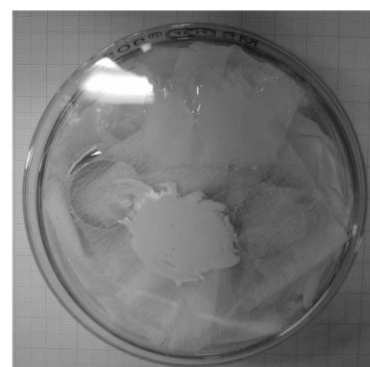


図4 (d) 剥離した接着剤



図4 (e) 剥離した接着剤

図4 (f) 剥離した接着剤

図4 (g) 剥離した接着剤

図4 (h) 剥離した接着剤

図4 (i) 剥離した接着剤

図4 (j) 剥離した接着剤

図4 (k) 剥離した接着剤

図4 (l) 剥離した接着剤

図4 (m) 剥離した接着剤

図4 (n) 剥離した接着剤

図4 (o) 剥離した接着剤

図4 (p) 剥離した接着剤

図4 (q) 剥離した接着剤

図4 (r) 剥離した接着剤

図4 塩化メチレンによるアラルダイトとトールシールの剥離性の調査

アラルダイトとトールシールについてガラスとステンレスに接着させてから二週間おいたも

のについて剥離性を調べた。塩化メチレン雰囲気は、液に浸した場合と濡らしたキヌワイブを詰めた状態とで、剥離状況の時間変化を見た(図4)。本調査で使用したアラルダイトは使用しやすい急速硬化タイプのものである。

(1) アラルダイトの場合：4時間で十分膨潤して剥離し、ガラスとステンレスいずれの場合もきれいに除去できるようになった。

(2) トールシールの場合：膨潤はしないが、ガラスとステンレスいずれの場合も時間経過によって剥離していく。接着境界から遠い中心部ほど剥離に時間がかかる。メカニズムは不明であるが塩化メチレンが接着境界に浸透し境界の接着力を弱め剥離させる作用があると推測される。30mm径ほどの接着面でも浸した状態で9時間、濡れたキヌワイブを詰めた状態で17時間かけて十分剥離できた。境界間の距離が小さい数mm幅の帯状で塗布したものは、4時間もあれば十分剥離する。

調査結果より、接着剤は接着沿面の接着境界間距離が小さいほど短時間で剥離する。従って、接着剤による仮対策や仮固定等の後で除去することを前提とする場合、接着剤はできるだけ点状あるいは線状で使用する事が好ましい。

塩化メチレンに浸せない場合の剥離は塩化メチレン蒸気によるか、あるいは濡らすことで濡れ面が広がり接着面境界を濡らすかいずれかで、接着面を周囲から剥離を進行させていくと考えられる。いずれの場合でも、その状態を持続させるため、気密性を高くすることが必要である。

## 5 おわりに

まとめると以下ようになる。

- (1) アラルダイトは塩化メチレンに浸すことで膨潤剥離し除去できる。
- (2) トールシールは膨潤しないが剥離し除去できる。
- (3) 浸すことができない場合、保水性を確保し常時濡れた状態にすることで除去できる。
- (4) 容易に取り除くことができるため、仮対策やリーク個所の探知確認用等に使用しやすい。

接着剤によるリーク対策は一般的な方法である。しかし、除去方法を知らない場合、削り取るなど適切でない対策方法のため、きれいに除去できず結局は部品の交換など大掛かりな対策になってしまう場合も多いと考えている。そうしないための参考になれば幸いである。また本報告の主要な点は、アラルダイトを除去方法の伝聞情報をたまたま覚えていたことで適切な対策が速やかにできた。しかし現状では、有用な技術であっても、個々人の中に留まり、技術の継承ができずに忘れられていくことが多いと考えている。本報告が、広く技術継承になり、多くの方々に参考にしていただければ幸いである。

## 参考文献

- [1] 尾上 美好, “伝聞情報”, 約 20 年前、アラルダイトを剥がす必要が生じて実験的に調査した結果を教えてください。文書記録は無い。
- [2] 安本勝, “高温質量分析計のイオン電流測定技術の開発”, 1997 年第 6 回東京大学原子力研究総合センター技術発表会技術報, 16-35 (1997).
- [3] 安本勝, “高温質量分析計の技術開発と今後”, 2003 年第 12 回東京大学原子力研究総合センター技術発表会技術報, 11-19 (2003).
- [4] <http://www.nihs.go.jp/ICSC/icssj-c/icss0058c.html>
- [5] <http://www.tech-jam.com/items/kn3125250.phtml>