ヘリウム圧縮機の不純物測定

山村 秀政, 柏原晋一郎, 渡辺 幸夫, 多田 栄吾
 福定 克明*, 下田 利正*, 増田 薫**
 青木 守**, 隅田修一郎***

神戸製鋼所エネルギー化学本部 神戸市灘区岩屋中町 4-2-8

* 神戸製鋼所産業機械本部 高砂市荒井町新浜 2-3-1

** 神戸製鋼所化学高分子研究所 神戸市西区高塚台 1-5-5

*** 神戸コベルコ科研 神戸市中央区脇浜町 1-2-8

(1993年8月30日受理)

Measurements of Impurity Concentration for a Helium Compressor

Hidemasa YAMAMURA, Shinichiro KASHIHARA, Yukio WATANABE, Eigo TADA,
 Katsuaki FUKUSADA,* Toshimasa SHIMODA,* Kaoru MASUDA,**
 Mamoru AOKI** and Syuichiro SUDA***

Energy and Chemical Plant Group, Kobe Steel Co. Ltd., 4-2-8 Iwayanaka-cho, Nada-ku, Kobe 657

* Industrial Machinery Group, Kobe Steel Co. Ltd., 2-3-1 Shinham, Arai-cho, Takasago 676

** Polymer and Chemical Technology Laboratory, Kobe Steel Co. Ltd., 1-5-5 Takatsukadai, Nishi-ku, Kobe 651-22

*** Kobelco Research Institute, inc., 1-2-8 Wakinocho, Chuo-ku, Kobe 651

(Received August 30, 1993)

Synopsis:

Lubricant for a helium compressor requires not only lubrication but also few evolving rate of impurities, because helium refrigerators should be operated stably and continuously for a long time. In this investigation, evolving gases of different types of lubricant were measured to pay attention to heatproof and evolving gases at present operating compressors. It was found that specially refined mineral oil was suitable at the point of heatproof and economy as lubricant for a helium compressor.

Keywords: screw compressor, lubricant, impurities, heatproof, helium liquefier / refrigerator

1. はじめに

近年、核融合装置、電力貯蔵、磁気浮上列車等超電導技術を利用する設備の開発が盛んであり、商業化に向けて高信頼性と大型化が求められている。このような要求に伴い、上記設備に使用されるヘリウム液化冷凍機用圧縮機に対しても高度な信頼性つまり長期連続運転並びに不純物発生が少ないことが要求されるようになってきている。特に、不純物発生に関しては、ヘリウム液化冷凍装置が極低温（約4.5 K）で運転されるためにヘリウム以外の全ての不純物は凝固し、それが誘因となって性能劣化あるいは連続運転不能等に至

る可能性があり、装置全体として最も重要な監視項目である。

ところで、ヘリウム圧縮機は従来より長期連続運転可能、据付面積が小さい及び流量の無段調整可能等の利点から往復式よりスクリュウ式圧縮機が多く採用されている。しかし、スクリュウ圧縮機の場合、潤滑及びガス冷却用として油を直接ヘリウムガスに吹き付けるための飛沫あるいは潤滑油に混入している水分が問題となる。さらに、ヘリウムガスは単原子分子である為、空気等の二原子分子と比べて比熱比が高く、同じ圧力比で圧縮した場合でも理論断熱圧縮による吐出ガス温度はかなり高くなる。そのために潤滑油が局部的

Fig.1 Amount of cracking gas evolved at 445 °C for different types of oil.

Fig.2 Relation of evolving amount of C₂H₄ vs. temperature.

に加熱され熱分解を起こし不純ガスを発生する可能性がある。従って、潤滑油の選定に関しては、単に潤滑性だけでなく、耐熱性、低蒸気圧性、水分の混入の少ないもの、経済性等を考慮している。

圧縮機の不純物発生に関する報告^{1,2)}はあるが、上記耐熱性に関する報告はないので、本報告では、この点に着目し数種類の油について熱分解で発生するガスを測定し、さらに稼働中のヘリウム液化冷凍装置の圧縮機の不純物測定を行い比較検討した。

2. 潤滑油の熱分解試験

2.1 試験方法

熱分解試験に用いた潤滑油は、粘度並びに沸点範囲

のほぼ同一な市販されているグリコール系、パラフィン系及び芳香族系合成油並びに当社圧縮機に使用しているパラフィン系鉱物油の4種類である。ただし、鉱物油は、水分等の発生を少なくするための特殊精製を行ったものを使用した。

熱分解装置としては、試料の加熱速度の速いパルス加熱法を採用しているキューリポイントパイロライザを使用した。この装置に約 0.4 mg の潤滑油を入れヘリウムガス雰囲気中で瞬時（約 0.2 秒）に所定の温度まで加熱し熱分解させ、その分解ガスを接続しているガスクロマトグラフまたは質量分析装置に導き組成分析を行った。熱分解温度は、225 °C ~ 445 °C の間で 20 ~ 30 °C きざみで設定した。本試験において測定した

Fig. 3 Evolving amount of H₂ and CO₂ at 423 °C for different types of oil.

Fig. 4 Relation of heatproof vs. cost for different types of oil.

ガスは、炭化水素 (CnHm), 水素及び二酸化炭素である。発生量は、ガスクロマトグラフで定量した発生ガス量を試料量で除した値 (μg/g) として求めた。

2.2 試験結果

Fig. 1 に、445 °C における炭化水素系熱分解ガスの発生量を示す。この図より同一条件での潤滑油の熱分解ガス発生量は、グリコール系合成油が一番多く、パラフィン系合成油、鉱物油、芳香族系合成油の順で少なくなっていることがわかった。次に、各潤滑油に対する熱分解温度をエチレン発生量より推定した。ここで、熱分解温度とは、発生ガスが検出される最も低い温度とした。Fig. 2 は、エチレン発生量と熱分解温度の関係を示す。これより、グリコール系及びパラフィン系合成油は 360 °C で、鉱物油は、385 °C で、芳香族系合成油は、400 °C で熱分解し始めていることが判明した。

一方、Fig. 3 に、423 °C における水素及び二酸化炭素の発生量を各潤滑油に対して測定した結果を示す。この図よりグリコール系合成油のみ二酸化炭素が顕著に発生しており、さらに、水素に関しても他に比べてかなり多いことがわかった。また、芳香族系合成油は、水素及び二酸化炭素は検出されなかった。

2.3 考察

上記実験結果に対して、以下に推定原因を考察する。各潤滑油の分子の構成を考えると、グリコール系の場合エーテル結合 (-C-O-C-) を有し、その他のものは、炭素単結合を有する。文献³⁾によれば、結合エネルギーは、炭素単結合のほうが大きい。又、炭素単結合の中でも、パラフィン系より芳香族系の結合エネルギーが大きい。これより、グリコール系、パラフィン系、芳香族系の順で熱分解し易くなることが容易に推定される。また、グリコール系合成油のみ二酸化炭

Fig.5 Schematic flow diagram of a screw compressor.

素が検出されたのはエーテル結合を有し、これが分解したことによると推定される。パラフィン系の合成油と鉱物油の相違は、鉱物油にはナフテン環構造のものを若干含んでおり、その含有率の差あるいは脂肪族鎖の分岐度などの違いによるものと考えられる⁴⁾。

以上の結果より、芳香族系合成油が耐熱性の観点より一番優れていることになるが、最初に述べたように潤滑油に関しては、メンテナンス等で交換することを考えると経済性も重要な要因である。Fig.4は、潤滑油の耐熱性と価格の関係を示す。これより、鉱物油がかなり安価で、芳香族系合成油が一番高価であることがわかる。

さらに、潤滑油の一般性状について言及すると、吸湿性に関してはグリコール系合成油は、他の潤滑油と比べて劣るが³⁾、他のものは、同程度で吸湿性は、ほとんどない。また、油の蒸気圧については、分子量の大きいグリコール系合成油は多少低い、残りは、同程度である。

以上より、総合的に判断すると、特に耐熱性と経済性の観点から、鉱物油が最も優れた潤滑油であると言える。

3. 稼働中のヘリウム圧縮機における不純物測定

3.1 装置概要

ヘリウム圧縮機の概略系統図を Fig.5 に示す。この圧縮機は、圧縮機本体と油分離機器及び冷却機器より構成されている。圧縮機本体では、導入ガスを所定圧力まで昇圧する。その際に発生する熱量を去除く為に冷却機器を使用する。又、潤滑及び冷却用油を分離する為に油分離機器を使用する。本システムの特徴としては、液化冷凍システムに影響を及ぼさないように油分離機器を多段化している。

今回試験した稼働中のヘリウム圧縮機の概略仕様を Table 1 に示す。これらは、いずれも鉱物油を使用しており、約 700～2,400 時間運転しているものである。また、100～250 l/h 液化冷凍機用であるため起動停止は頻繁に行われている。頻度については、ばらつきはあるが数百回以上である。

3.2 試験方法

不純物測定に際しては、外乱を少なくするために、圧縮機を液化冷凍機本体より切り離し単独閉ループを作った。そこで、定格負荷及び常温単独循環運転を行い、Fig.5 に示すように圧縮機吐出よりガスを連続サンプリングし、ガスクロマトグラフ (HID を検出器としてもちいた。) 及び露点計にて分析した。分析対

Table 1 Specifications of compressors.

	A	B	C	D
Type	25 LTX	25 LTX	25 LTX	20 LTX
Flow rate (Nm ³ /h)	1950	1800	2500	1100
Discharge pressure (atg)	15.5	15.5	15.5	17.0
Speed (rpm)	3550	3550	3720	3550
Operating time (hr)	700	800	2000	2400
Lubricating oil	mineral oil*	mineral oil	mineral oil	mineral oil
Application	Liquefaction	Refrigeration	Liquefaction/ Refrigeration	Liquefaction

* Specially refined oil.

Table 2 Measurement results of contamination.

	A	B	C	D
H ₂	△	△	△	△
Air	△	△	△	△
CH ₄	△	△	×	×
C ₂ H ₄	×	△	△	×
C ₂ H ₆	×	×	×	×
CO ₂	×	×	×	×
H ₂ O	△	△	△	△

△ : Not increased, × : Not detected.

象ガスは、空気成分、水素、メタン、エタン、エチレン、二酸化炭素及び水分である。また、測定に際しては、標準ガスにて検定し誤差の小さくなるよう配慮し

た。さらに、油煙あるいは油滴が、ガスクロマトグラフに入り測定値の誤差が大きくなることを防ぐため4次セパレーターの後流にてサンプリングした。ただし、吸着剤（本設備では、活性炭吸着剤を使用した。）の吸着能が測定値に与える影響は事前に測定し、全く影響のないことを確認した。この結果は、活性炭吸着剤の一般的性状と良く一致するものである。

3.3 試験結果及び考察

Table 2 に、不純物測定結果を示す。この表より4台の圧縮機いずれも二酸化炭素及びエタンは検出されなかった。その他の成分については微量検出されたが、増加傾向は全く見られなかった。検出された水素、メタン及びエチレンを各圧縮機に対してプロットすると Fig.6 のようになる。この図より、機器により

Fig. 6 Concentration of impurity for each compressor (A, B, C and D).

ばらつきはあるが、水素が最大 1 ppm, メタン及びエチレンが最大 0.3 ppm であることがわかる。これらの不純物ガスの侵入経路について、以下に考察する。

1. 空気及び水分

空気及び水分に関しては、外部からの混入あるいは機器、配管表面等から放出されたものと考ええる。

2. 炭化水素及び水素

初期充填のヘリウムガスに微量混入したものであるか、あるいは、潤滑油より出てきたガスが長時間運転にて蓄積したものと考ええる。試験時間が、これまでの運転時間に比べてかなり少ないので侵入経路を特定することは難しい。しかし、検出量から判断すると後者の可能性が高い。後者のガスの発生原因としては、初期充填潤滑油に含まれていたもの及び圧縮機起動あるいは停止時の過渡的な運転の時に冷却潤滑油が十分に分散されず局部的加熱が起こり潤滑油が2章で述べた油熱分解等を起こしたものと推定される。

ところで、起動停止回数が、数百回以上であることから1回の運転当りの不純物発生量は、10 ppb 以下であると推定される。この値は、かなり小さく、実際の設備では、ガス精製器を有しているので充分除去され運転上支障は全くないものと考ええる。

4. 結 論

今回の試験より以下の結論が得られた。

①潤滑油の耐熱性は、芳香族系合成油が一番優れており、鉱物油、パラフィン系、グリコール系合成油の順であることがわかった。さらに、熱分解により水素及び炭化水素を発生することがわかった。

②グリコール系合成油は、エーテル結合を有しているため、他の潤滑油と異なり二酸化炭素を熱分解で発生することが判明した。

③ヘリウム圧縮機用潤滑油として、特に耐熱性及び経済性の観点より鉱物油が優れていることがわかった。

④稼働中のヘリウム圧縮機の不純物測定を行い、炭化水素及び水素が微量検出された。これは、長時間運転により蓄積したものと推定され、その発生原因としては、潤滑油の熱分解等によると考えられる。

⑤ヘリウム圧縮機の不純物発生量としては、1回の運転当り 10 ppb 以下であると推定される。

以上よりヘリウム圧縮機の潤滑油の不純物発生に関して耐熱性の観点から明らかにすると共に、実機において検証することができたと考ええる。しかし、実機において測定された量は、非常に微量であるために運転上全く支障はなく、今後要求されるであろう圧縮機の長期連続運転にも充分耐えうると考える。ただし、発生量は無ではないので、その監視並びに積極的な除去対策は必要と考える。

参 考 文 献

- 1) 山田修一ら：1992年春季低温工学・超電導学会予稿集，157
- 2) A. Yasuda, et al. : Cryogenics **30** (1990) 118
- 3) 三田 達：最新耐熱高分子基礎編，総合技術センター，東京（1987），5
- 4) 日本潤滑学会：潤滑ハンドブック改訂版，養賢堂，東京（1987），250