

危険物の各試験における問題点の究明について(第2報)

—— 圧力容器試験 ——

Study on problems in Each Test of Hazardous Materials (Series 2)

—— Pressure Vessel Test ——

松原 常夫*

小川 弘行**

概 要

この研究は、危険物第5類の圧力容器試験について、適正な危険性評価を行うため、圧力容器試験による破裂板の板を固定するパッキンの違い、熱処理方法、及び適正な昇温速度設定方法による各試験データのばらつきの原因を究明した。その結果、次のような結論を得た。

- (1) パッキンは、上下銅パッキンと下部にOリングを使用するのが最適で、ゴムパッキンは不適正である。
- (2) 破裂板は、電気炉360°C以上で1時間加熱し、電気炉の蓋を閉めて焼き鈍しをしたものが、ばらつきが少ない。また破裂状況も破裂板中心から破裂している。
- (3) 電気炉内を一定温度に設定しても電圧電流レンジの調整、及び圧力容器個々によって昇温速度は異なる。

We studied why the test data scatter in the pressure vessel tests. The scattering may have been caused by the difference in the heat disposition of bursting boards, the differens in the packings that fix the bursting bords, or hte difference in the establishing of proper rise in the temperature. From our study, we got the following results.

- (1) Packing is most effective when upper and lower copper packings and an under O ling are used. A rubber packing is not effective.
- (2) When bursting boards are heated in the electric fireplace at 360 degrees C or more for 1 hour, and then cooled gradually with the fireplace lid closed, they give less sattering data. And when the bursting boards burst, the break starts from the center of the board.
- (3) When the temperature in the electric fireplace is kept at a certain level, the rise in temperature changes depending on the regulation of voltage and amperage ranges, and on each pressure vessel.

1 はじめに

圧力容器試験は、自己反応性物質の熱による分解の激しさを判断する試験であり、ステンレス製の圧力容器に試験物品を入れ、一定速度で加熱し、規定のアルミニウム破裂板と細孔径1mm、又は9mmのオリフィスを用いて破裂板が破裂する与否かの結果から分解の強さを調べるものである。破裂の有無は破裂板、破裂板を固定するパッキン及び昇温速度の影響によって異なってくる。破裂板は

$(6.0 \pm 0.5) \times 10^5 \text{ Pa}$ の圧力で破裂するアルミ板を使用するが、破裂板を固定するパッキンの種類や破裂板の加熱処理によって破裂圧力が異なるため、規定圧力外で破裂するなど、ばらつきが生じて適正な危険性評価が出来ない。このため実験は、ゴムパッキンと銅パッキンの性能比較、破裂板の処理方法の違いによる破裂板の破裂状況、及び適正な昇温速度の設定方法について実施した。

2 実験項目

- (1) 実験1 パッキンの違いによる比較検討
 - ア 銅パッキンとフッ素ゴムパッキンの比較
 - イ 銅パッキンの内径変化による破裂圧力の測定

* 第二研究室 ** 志村消防署

(2) 実験2 破裂板の処理方法の違いにおける破裂圧力の検討

- ア 加熱温度変化における破裂圧力の測定
- イ 加熱時間変化における破裂圧力の測定
- ウ 焼き鈍し方法の違いによる破裂圧力の測定

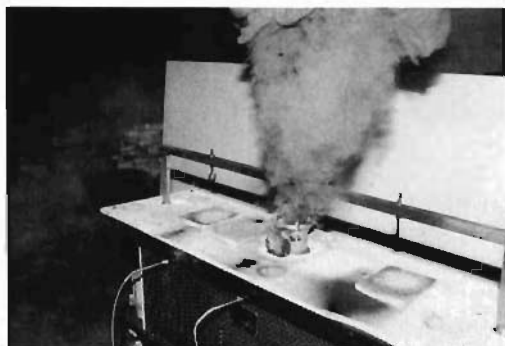


写真1 圧力容器試験装置の状況

(3) 実験3 適正な昇温速度の設定要領

- ア 電圧電流の変化による昇温速度
- イ 設定温度の変化による昇温速度

3 実験

(1) 実験1 パッキンの違いによる比較検討

ア 実験概要

パッキンは「危険物の試験及び性状に関する省令」(以下試験省令という)で「フッ素ゴム又はテフロン等の耐熱性のパッキンをはさんで破裂板を取り付ける」となっている。

パッキンによって破裂板の破裂圧力が異なったり、ネジの締めつけが均一でないため、破裂板にゆがみを生じ、破裂状態が異なってくる。このためパッキンの種類や組合せによる破裂圧力の変化や破裂状況の変化について実験した。

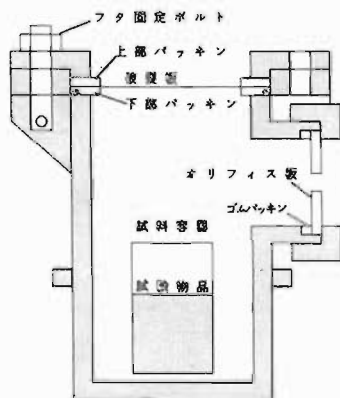


図1 圧力容器試験装置の概要図

イ 実験結果

(ア) 銅パッキンとフッ素ゴムパッキンの破裂圧力の比較

パッキンによる比較は、一般に使用されているフッ素耐熱平形ゴムパッキンと銅パッキンについて表1により行った。

表1 パッキンの組合せ

実験	上部パッキン	下部パッキン
1	銅 (内径40mm)	銅 (内径40mm) + 耐熱ゴムオリガ
2	耐熱平形ゴム	耐熱平形ゴム
3	銅 (内径40mm)	耐熱平形ゴム + 耐熱ゴムオリガ
4	耐熱平形ゴム	銅 (内径40mm)

破裂板は、電気炉360℃で1時間過熱し、炉内で放冷したものを使用した。ナットは、トルクレンチにより80~90kg/cm²で締め付けた。この結果を表2及び図2に示す。

表2 パッキンの組合せによる破裂圧力

実験 No.	試験回数	最低圧力	最高圧力	平均圧力	破裂形状
1 銅+銅	10	6.2	6.3	6.24	破れ少。中心より破裂
2 ゴム+ゴム	10	8.2	6.3	6.28	破れ大。パッキン部破裂
3 銅+ゴム	10	3.3	5.6	4.71	1と同
4 ゴム+銅	10	3.8	5.6	4.56	パッキン部破裂

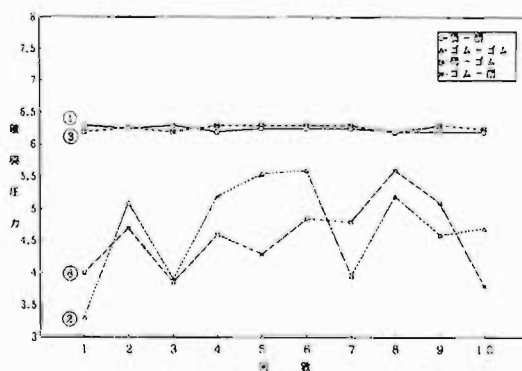


図2 パッキンの組合せによる破裂圧力

これからわかるように、No.1上下銅パッキンとNo.3上部銅、下部ゴムパッキンが他のものよりも明らかに破裂圧力によるばらつきも少なく、加圧時間の変化に対しても一定しており、安定した破裂圧力を示した。

破裂板の破裂状況については、写真2のように銅パッキンの中心から全体に破断し、パッキン部分はクリープや破裂による変形は見られない。No.2の上下ゴムパッキンの破裂圧力は、図2より基準破裂圧力に入ったのが

20%しかなくばらつきが大きく一定していない。



写真2 破裂板の破裂状況

破裂板の破裂状況も写真3のとおり同じ破裂形状ではなく、クリープができて破裂板が中心に引っ張られ、パッキンから一部ずれが生じている。No.4の上部ゴム。下部銅パッキンについては、No.2の上下ゴムパッキンよりも破裂圧力が低く、基準値に入ったのは10%であった。またNo.2の上下ゴムパッキンと同じくばらつきが大きく破裂板の破裂状況も均一でなく、クリープ破裂の引張でパッキンからはずれたものもある。



写真3 破裂板の破裂状況

(イ) 銅パッキンの内径の違いによる破裂圧力の測定

銅パッキンの内径35～40mmのものを使用して破裂圧力がどう変化するかを実験した。

この結果を表3及び図3に示す。

表3 パッキンの内径変化による破裂圧力

パッキン内径	試験回	最低破裂圧力	最高破裂圧力	平均破裂圧力	備 考
35mm	10	7.15	7.26	7.19	破裂板1時間過熱、炉の蓋を開閉して炉内で放冷
37.5mm	10	6.82	6.85	6.78	
40mm	10	6.21	6.36	6.31	

これから、内径35mmパッキンの方が破裂圧力が高く40mmの方は低い圧力で破裂する。こ

のため、内径を変えて破裂圧力を調整することにより、基準破裂圧力にすることができる。

(2) 実験2 破裂板の加熱処理の違いによる破裂圧力の測定

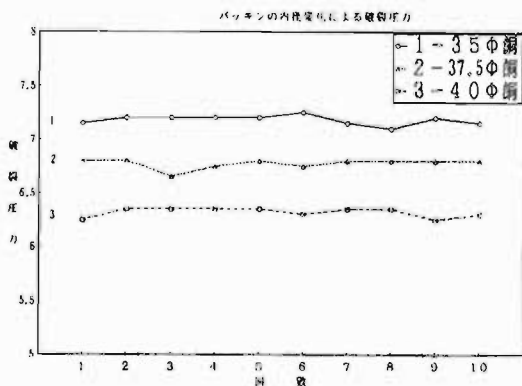


図3 パッキンの内径変化による破裂圧力

ア 実験概要

破裂板は、品質を統一するために1メーカーで同一番号の破裂板を大量購入して試験に使用している。これは、破裂板が同一JIS規格の製品であっても、製造メーカーが異なった場合、あるいは同一メーカーでもロット番号が異なった場合は、破裂圧力も違うと言われているためである。破裂板は使用する前に350℃の炉で1時間加熱し、その後放冷してから使用するよう規定されている。

ここでは、マッフル炉で加熱処理し、加熱温度及び焼き鈍し方法の違いによって破裂板の破裂圧力がどのように変化するかを実験した。



写真4 破裂板の加熱処理状況

イ 実験結果

(ア) 破裂板の加熱温度変化における破裂圧力の測定

破裂板は、①加熱未処理のもの、②200℃で1時間加熱放冷したもの、③300℃で1時間加

熱放冷したもの、④360℃で1時間加熱放冷したもの、⑤400℃で1時間加熱放冷したものの5種類について破裂圧力を測定した。その結果を表4及び図4に示す。

表4 加熱温度変化における破裂圧力

破裂板の加熱温度	実施回数	最低破裂圧力	最高破裂圧力	平均破裂圧力	備 考
① 未処理	10	4.70	5.30	4.92	○使用パッキン 上下 銅 内径40mm ○破裂板の放冷 電気炉の蓋を開放して冷却
② 200℃	10	4.50	5.40	5.04	
③ 300℃	10	6.30	6.40	6.36	
④ 360℃	10	5.90	6.10	5.99	
⑤ 400℃	10	6.40	6.40	6.40	

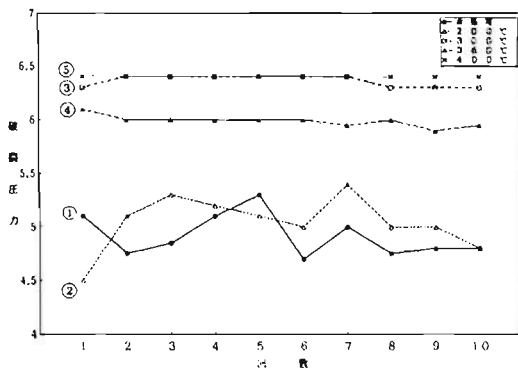


図4 パッキンの組合せによる破裂圧力

これより、試験省令基準 $(6.0 \pm 0.5) \times 10^5$ Paに最も適しているものとして、現行どおり360℃で1時間加熱放冷した破裂板がよいことが判った。ばらつきの面からみると、400℃で加熱放冷したものが全くばらつきがなく、10回とも 6.4×10^5 Paであった。未処理のものや、200℃で加熱したものは、破裂圧力が低く、パッキン付近で剪断も見られ、更にばらつきも大きかった。

(イ) 破裂板の加熱時間変化における破裂圧力の測定

通常360℃の電気炉で1時間加熱しているが、360℃で①0分、②30分、③1時間、④2時間、及び⑤4時間の5種類に分けて破裂板を未加熱処理(0分)、及び加熱処理して破裂圧力を測定した。その結果を表5及び図5に示す。

表5 加熱時間の変化における破裂圧力

破裂板の加熱時間	実施回数	最低破裂圧力	最高破裂圧力	平均破裂圧力	備 考
① 0 時間	10	4.70	5.30	4.92	○使用パッキン 上下 銅 内径40mm ○破裂板の放冷 電気炉の蓋を開放して冷却
② 0.5 時間	10	6.10	6.25	6.18	
③ 1 時間	10	5.90	6.10	5.99	
④ 2 時間	10	6.15	6.40	6.27	
⑤ 4 時間	10	5.80	5.90	5.85	

これから、未加熱処理(0分)の破裂板を除いては、 $(6.0 \pm 0.5) \times 10^5$ Paの破裂圧力の範囲に入っているが、このうち 6.0×10^5 Paの破裂圧力が一番近いものは1時間加熱したものであった。

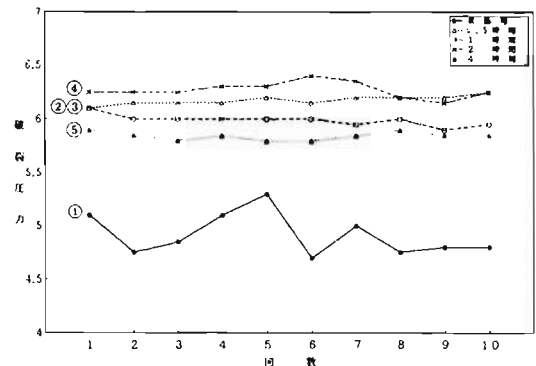


図5 加熱時間の変化における破裂圧力

時間的变化による破裂圧力は、0.5時間、及び2時間加熱処理したものが1時間のものより高い破裂圧力が得られ、時間的变化による影響が認められない。このデータからみれば0.5時間でも4時間でも加熱時間に影響はなく、むしろ放冷方法による誤差ではないかと思われる。

(ウ) 破裂板の焼き鈍し(冷却)方法の違いによる破裂圧力の測定

360℃に設定してある電気炉に破裂板を入れ、1時間加熱処理し、その後電源を切り①電気炉の蓋を開けて電気炉の中で放冷したもの、②電気炉から破裂板の入った磁性皿を炉外に取り出し、室温で放冷したもの、③蓋を閉めたまま電気炉内で放冷したものの3種類について、破裂板の破裂圧力を測定した。その結果を表6及び図6に示す。

表6 焼き鈍し方法の違いによる破裂圧力

破裂板の放冷方法	実施回数	最低破裂圧力	最高破裂圧力	平均破裂圧力	備考
① 炉蓋開放放冷	10	5.90	6.10	5.99	電気炉で360℃1時間加熱
② 炉外放冷	10	6.20	6.30	6.24	
③ 炉蓋閉放冷	10	6.00	6.10	6.03	

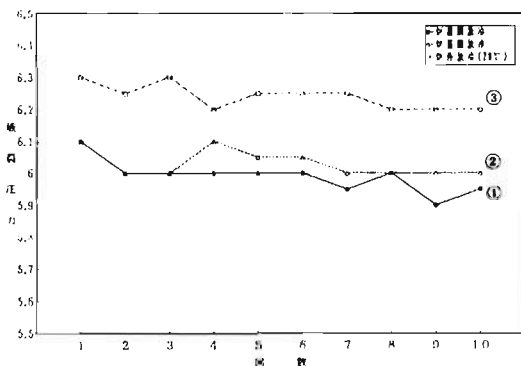


図6 焼き鈍し方法の違いによる破裂圧力

これから、ばらつきが一番少ないものは③の加熱後蓋を閉めたまま放冷したものであり、このことからゆっくりと徐々に冷却した方がよいことが判明した。また、この方法が外的要因による温度、湿度等の影響を受けないため、再現性もよいものと思われる。

(3) 実験3 適正な昇温速度の設定要領

ア 実験概要

試験はシリコンオイルをアルミカップに5g入れ、压力容器内で100℃から200℃まで上昇する時間を測定し、その間の昇温速度が $40 \pm 5^\circ\text{C}/\text{分}$ になるように電気炉を適正な温度に設定する。測定基準の昇温速度が $40 \pm 5^\circ\text{C}/\text{分}$ の範囲に設定することは容易にできる。しかし、この範囲を狭め、且つ再現性のある測定は非常に難しい。昇温速度は同じ設定温度であっても、電気炉の位置、外気温度、压力容器、電圧電流調整レンジ等によって異なる。このため、昇温速度のばらつきの原因と昇温範囲を更に狭めて適正な試験が実施できるよう実験を実施した。

イ 実験結果

(ア) 電圧電流の変化による昇温速度

炉内温度を750℃一定にしておき、電圧電流をレンジ60以上で変化させて压力容器の昇温時間を測定した。その結果を表7及び図7に示す。

表7 電圧・電流の変化による昇温速度

压力容器 No.	レンジ 100	レンジ 90	レンジ 80	レンジ 70	レンジ 60	備考
1	130秒	134	138	149	154	秒/100℃ ~200℃
2	140	133	141	147	160	
3	133	130	134	139	157	

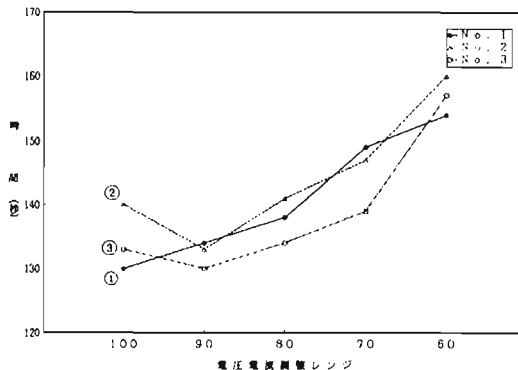


図7 電圧・電流の変化による昇温速度

これより、電圧電流が高い程、昇温速度が早くなる傾向を示しているが、電圧電流レンジが80以上の場合には、あまり変化しない。

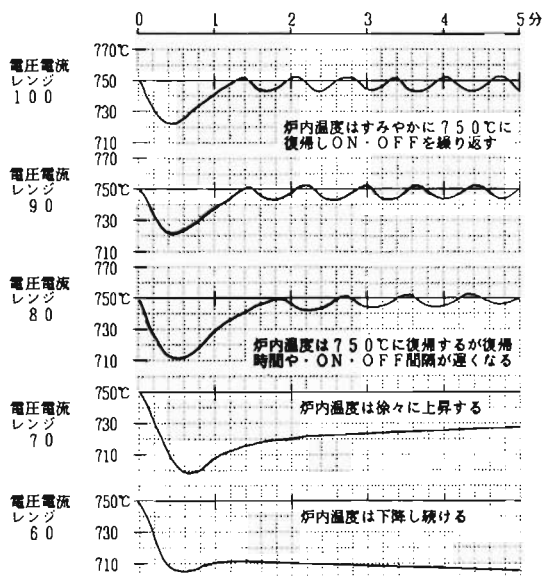


図8 電圧・電流レンジの強さによる炉内温度変化

これは図8より電圧電流のレンジが80以上の場合には、压力容器を電気炉に挿入した時いったん温度が下降するが、その後設定温度の750℃まで上昇し、それ以後はON・OFFを繰り返すためと思われる。またレンジ70以下の場合には、压力容器を挿入してから電気炉の温度が設定温度より下降して元の750℃に復帰せず、更にレン

ジが60の場合については、炉の温度は下降するばかりである。

(イ) 設定温度の違いによる昇温速度

電圧電流調整レンジを80に一定にして、設定温度を変化させた時の昇温速度の測定結果を表8及び図9に示す。

表8 設定温度変化における昇温速度

圧力容器 No.	炉 内 温 度 (℃)				
	700	720	740	760	780
1	181.7 秒	156.0 秒	139.7 秒	123.3 秒	113.0 秒
2	181.3	156.0	143.0	137.7	125.0
3	176.0	154.3	143.7	139.0	114.7

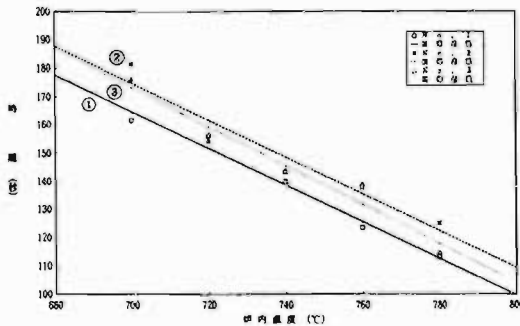


図9 設定温度変化における昇温速度

これから、ばらつきはあるものの昇温はほぼ直線的になり、昇温速度を40℃/分にする炉設定温度は計算から求めることができる。

5 考察

- (1) パッキンの違いによる破裂圧力は、銅パッキンの方がゴムパッキンに比べ安定している。

上下ゴムパッキンの場合は、ばらつきが大きく、また破裂圧力が低く基準圧力に届かないことが多い。これに比べ、銅パッキンの場合は内径を変化させることによって破裂圧力を調整することができる。

- (2) 破裂板の加熱温度は360℃とし、加熱時間は1時間、放冷は電気炉の蓋を閉めたまま、炉内でゆっくり時間をかけて放冷させたほうが、ばらつきが少なく安定する。また破裂板は、製造メーカー、ロット番号等による破裂圧力の相違よりも、焼き鈍し方法等の2次的要素による破裂圧力の違いの方が大きいと思われる。
- (3) 圧力容器3個を同時に電気炉に入れて試験し

たとき、電気炉の加熱及び設定温度を維持する電圧電流調整レンジが、60以下では、750℃の設定温度を維持できず、炉内温度は下降していく。またレンジを70以上にすれば750℃の設定温度を維持する。レンジを高くすればするほど、制御範囲が大きく、またON・OFFの間隔が遅くなる。

このレンジの位置によって、同じ750℃の設定温度でも圧力容器の昇温速度が変わってくる。レンジを高くするにつれて昇温速度は速くなり、逆にレンジを低くすれば昇温速度は遅くなる。昇温速度は、このレンジ位置によってばらつくので、レンジ位置は試験中には常に一定しておく必要がある。また逆に、レンジを変化させることによって若干の昇温速度を調整することもできる。

- (4) 圧力容器個々の昇温速度を40℃/分にするためには、ある程度の誤差はあるものの、公式

$$X = B + 1.54(A - 150)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} X: \text{炉の最適設定温度}(^{\circ}\text{C}) \\ A: \text{昇温速度(秒)} \\ B: \text{炉の設定温度}(^{\circ}\text{C}) \end{array} \right\}$$

で表される。これより、任意の設定温度(B)で昇温速度(A)を測定し、その測定値をこの式に代入することにより、40℃/分になるような炉の設定温度(X)を求めることができる。



写真5 破裂板の破裂圧力測定状況

6 まとめ

- (1) パッキンは、上下銅パッキンと下部にGリングを使用するのが最適で、ゴムパッキンは不適正である。
- (2) 破裂圧力は、パッキンの内径によって変化し内径が小さくなると、破裂圧力は高くなる。こ

れから、適正な破裂圧力は、パッキンの内径を変えることによって調整することができる。

- (3) 破裂板は、電気炉360℃で1時間加熱し、電気炉の蓋を閉めて焼き鈍しをしたものが、ばらつきが少ない。また破裂状況も破裂板の中心から破裂している。
- (4) 電気炉の設定温度は、圧力容器ごとに設定し電圧・電流レンジは80前後で固定して試験を実施したほうがよい。
- (5) 電圧電流レンジは、80以上のときは大きな変化はないが、70以下では昇温速度が遅くなる。若干の昇温速度の変更はレンジの変化で調整することができる。



写真 6 圧力容器試験状況

8 文献

- (1) 危険物第5類試験法 安全工学 vol. 27
No 4 (1988)
- (2) 反応化学物質と火工品の安全 p 208~215
- (3) 自己反応物質熱分解の危険性評価試験 安全工学 vol.127 No 5 (1988)
- (4) 有機過酸化物の圧力試験 安全工学 vol. 18
No 1 (1979)
- (5) 圧力容器試験における破裂板の破裂圧力 安全工学 vol. 29(4)257 (1990)
- (6) 有機過酸化物の熱分解 安全工学 vol. 17
No 4 (1978)