

差動式抵抗真空計を用いた真空漏洩発見器

山本 徳太郎*

Differential Pirani Gauges for Vacuum Leakage Detection

By Tokutarō Yamamoto
Mobara Works, Hitachi, Ltd.

Abstract

In this paper is dealt with a differential Pirani gauge method newly developed for the purpose of leakage detecting in vacuum engineering.

In the course of the research, Several types of differential Pirani gauges were designed and built for the experimentation and comparison purpose, and, as the result, it was ascertained that the sensitivity (which is given by way of the size of the smallest detectable leak) of the differential Pirani gauges is about $3 \times 10^{-7} \frac{\text{mm Hg} \cdot l}{\text{sec}}$, the value which is practically satisfactory for the detecting purpose.

[I] 緒 言

我々真空工業に従事するものにとつて、排気装置や真空管等の僅かな真空漏洩を如何にして正確且つ迅速に見出すかは重要な問題である。このために多大の努力が払われ、且つこれまで種々の方法が考案され試みられてきた。例えば

- (1) 石鹼水の気泡による方法
- (2) 装置にアンモニアガスをつめて漏洩箇所からガスが洩つて来た場合に、これによる硝酸第一水銀の黒化反応を利用する方法
- (3) 漏洩のあると思われる箇所にアルコール、エーテル、アセトン等をぬつて、これらのガスによるガラス管の変色を見る方法
- (4) テスラーコイル(小型感応コイル)による方法
- (5) 漏洩のあると思われる場所にコンパウンド、ピセイン、グリプタール等の接着剤を逐次ぬつて洩りを停めて行く方法

等である。これらの方法にはそれぞれ特質もあるが、反面次に述べるような大きな欠陥が見出されている。

- (a) 感度が悪い(小さな漏洩は検出出来ない)
- (b) 検出までに相当の時間を要する
- (c) 眼で色を見別ける方法を使用しているため、判

定が適確に行かない。

- (d) ガラスの装置以外には使用出来ない。

一方最近の真空工業は飛躍的な発展をとげ、真空管工業のみならず、ペニシリン、細菌、血漿の凍結乾燥、ビタミンその他油脂類の分子蒸溜、光学ガラスの反射防止被膜の製作、食品の真空乾燥等々の広範囲に応用されるに至つた^{(1),(2)}。

従つて真空技術の進歩発展は実に目覚ましいものがあるが^{(1),(3)~(5)}、これに伴い漏洩の検出にも種々の新しい高感度法が考案、実施されつつある現況である。即ち次の如きものがある。

- (6) 漏洩のあると思われる部分に、水素、アルコール、エーテル等をぬつて、これらのガスによる流量計の指度の変化を読む方法⁽⁶⁾
- (7) 装置にハロゲン化合物(例えばフレオン、四塩化炭素、クロロフォルム等)をつめて、洩つてきた場合に加熱白金面からの陽イオン放射が急増することを利用する方法^{(8)~(10)}
- (8) (6)と同様の方法であるが、ガスの検出に真空計を用いる方法⁽¹⁴⁾
- (9) 同じく検出に差動式抵抗真空計を用いる方法⁽¹¹⁾
- (10) 同じく質量分析計を用いる方法^{(12),(13)}

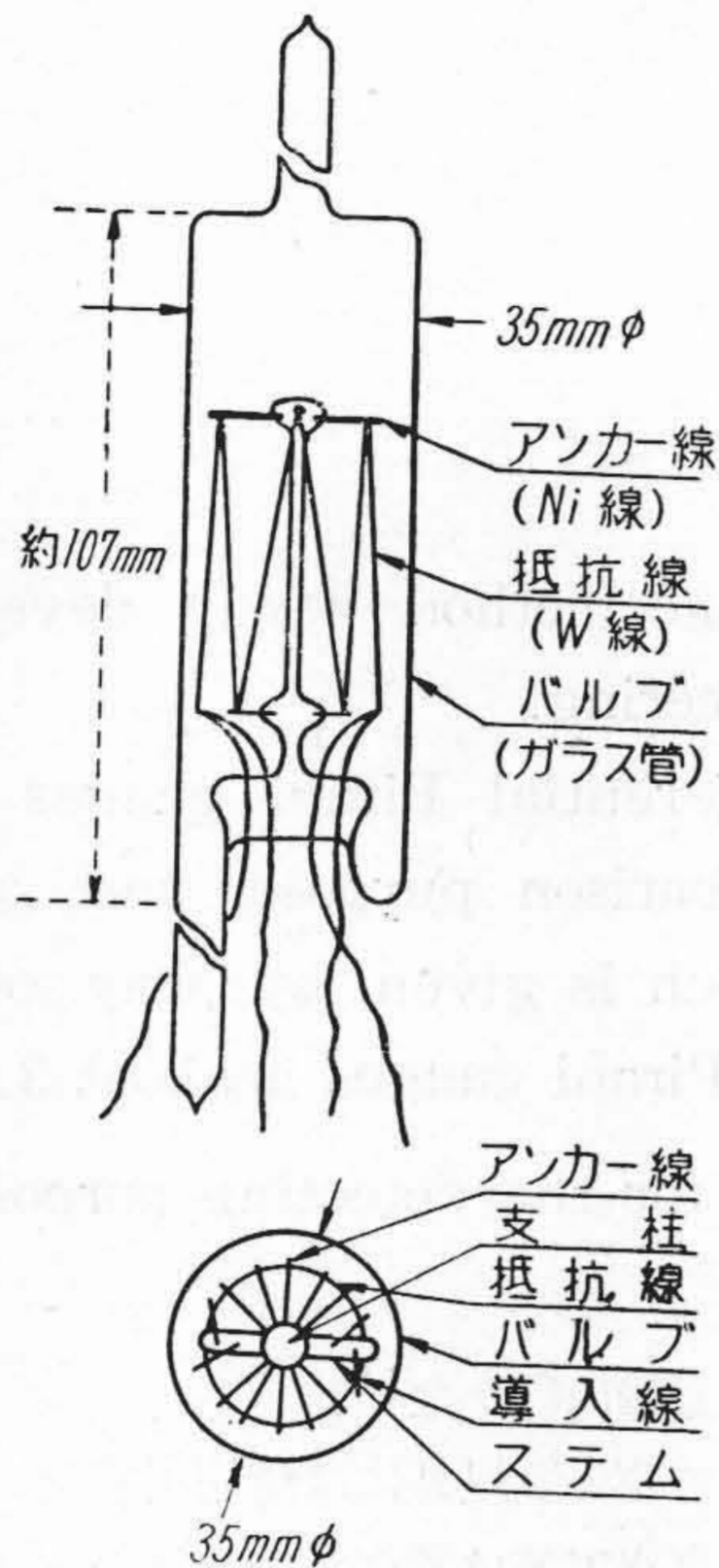
この内最も手近な方法であり、且つ比較的感度良好のものとして筆者のところでは試作研究したのは、(9)の

* 日立製作所茂原工場

差動式抵抗真空計法である。以下主としてこれについての実験結果をのべ、併せて他の方法と比較対照してみることとする。

[II] 抵抗線管の構造並びに測定回路

試作した抵抗線管の構造は第 1 図の如きもので、同一



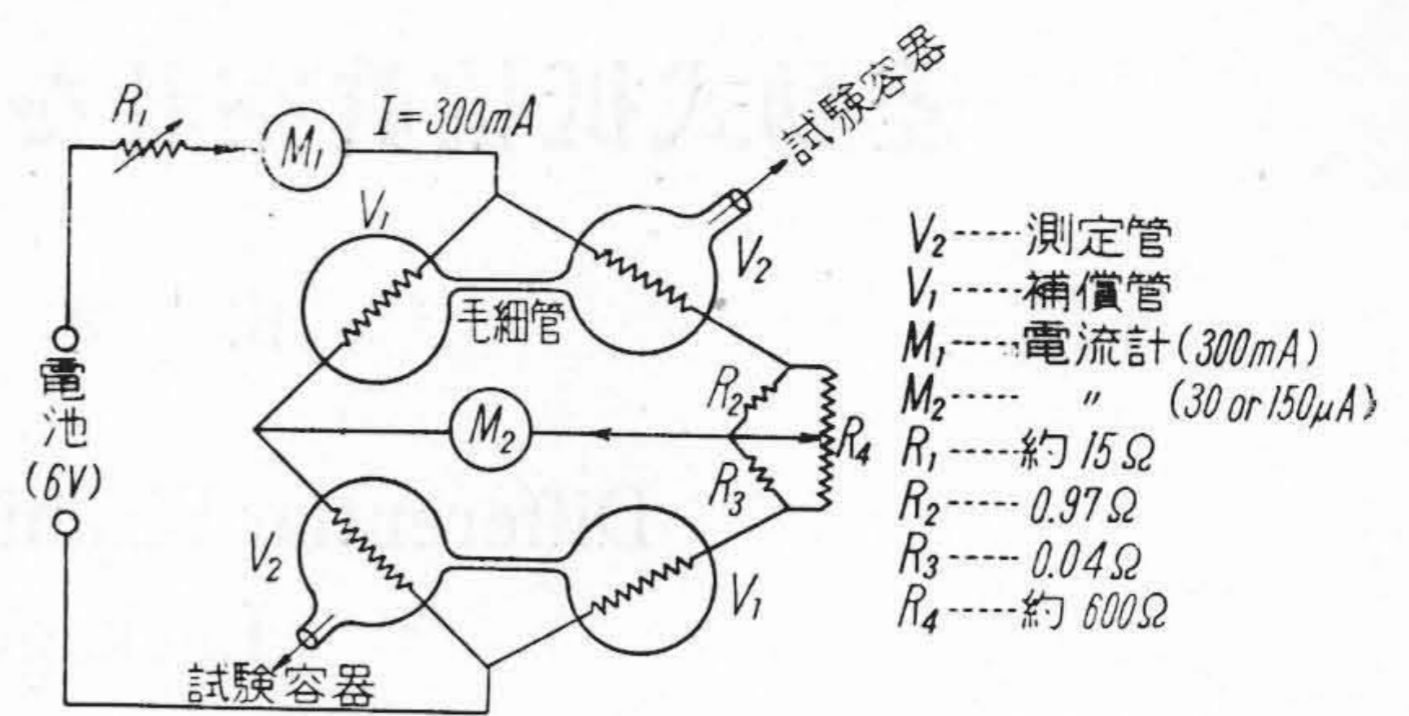
第 1 図 抵抗線管の構造
Fig. 1. Construction of Pirani Gauge

管内に 2 本の抵抗線が並列にはられている。本器は抵抗線よりの熱伝導度差を利用するものであるから、製作上特に留意した点は抵抗線がアンカーワイヤー (Anchor Wire) と接触している箇処に、熱伝導度の変化が起きないようにしたことである。このためニッケルのアンカーを用いて、抵抗線をこれに溶接するようにした。

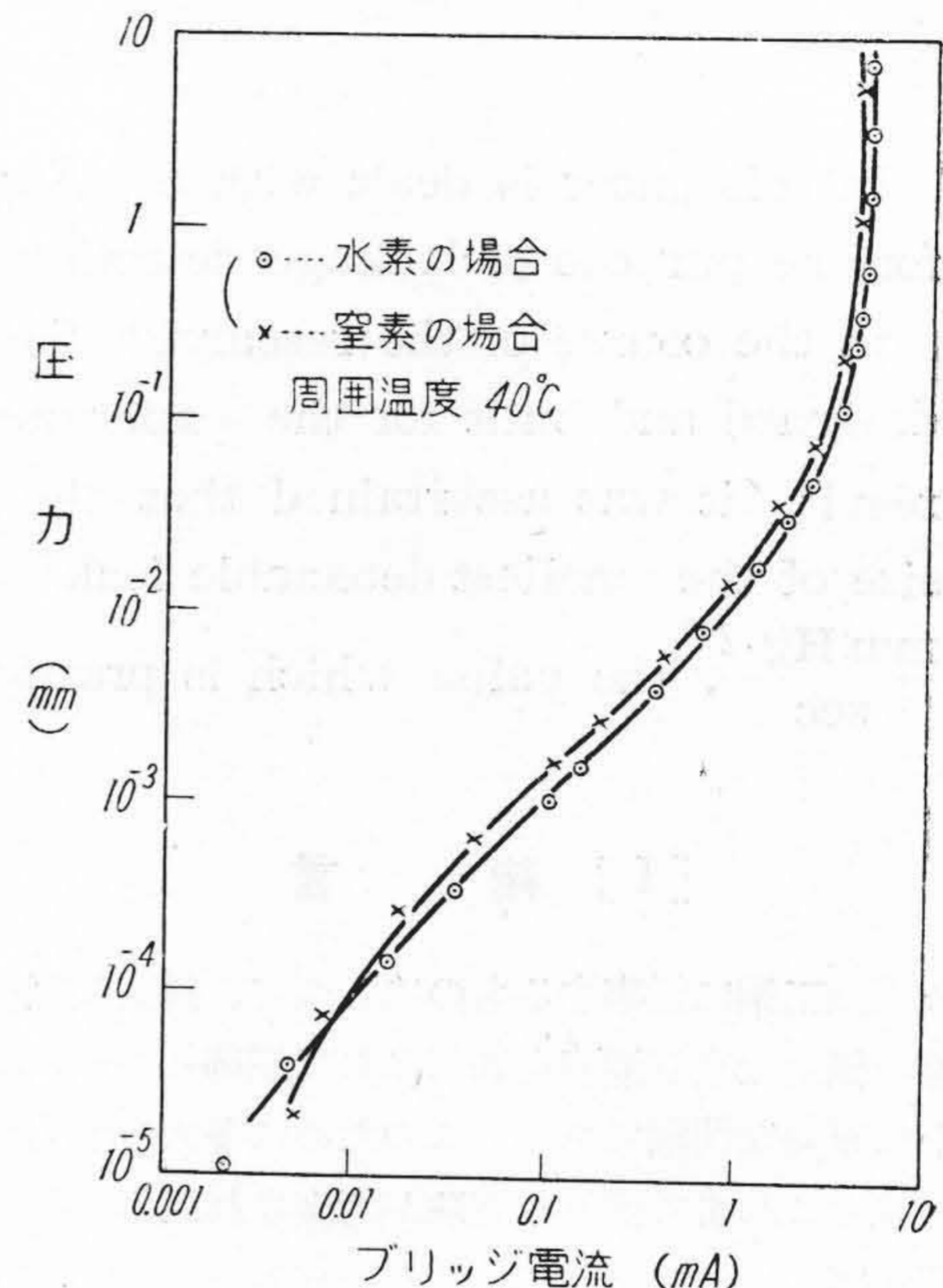
このような抵抗線管 2 個を毛細管 [1.2 mm (内径) × 140 mm (長)] で連結したものを、漏洩を検出しようとする装置或は容器につなぎ [後出の第 4 図参照]。管内に張られた 4 本の抵抗線によつて第 2 図の如きブリッジを形成し、測定回路とした。

[III] 測定の原理と方法

一般に抵抗真空計は或圧力範囲内における気体の熱伝導度と圧力との関係を利用するものであるから、その圧力曲線は気体の種類によつてそれぞれ異なる。例えば水素と窒素とでは、同じ真空計を用いた場合にも第 3 図の如く違ってくる⁽¹¹⁾。



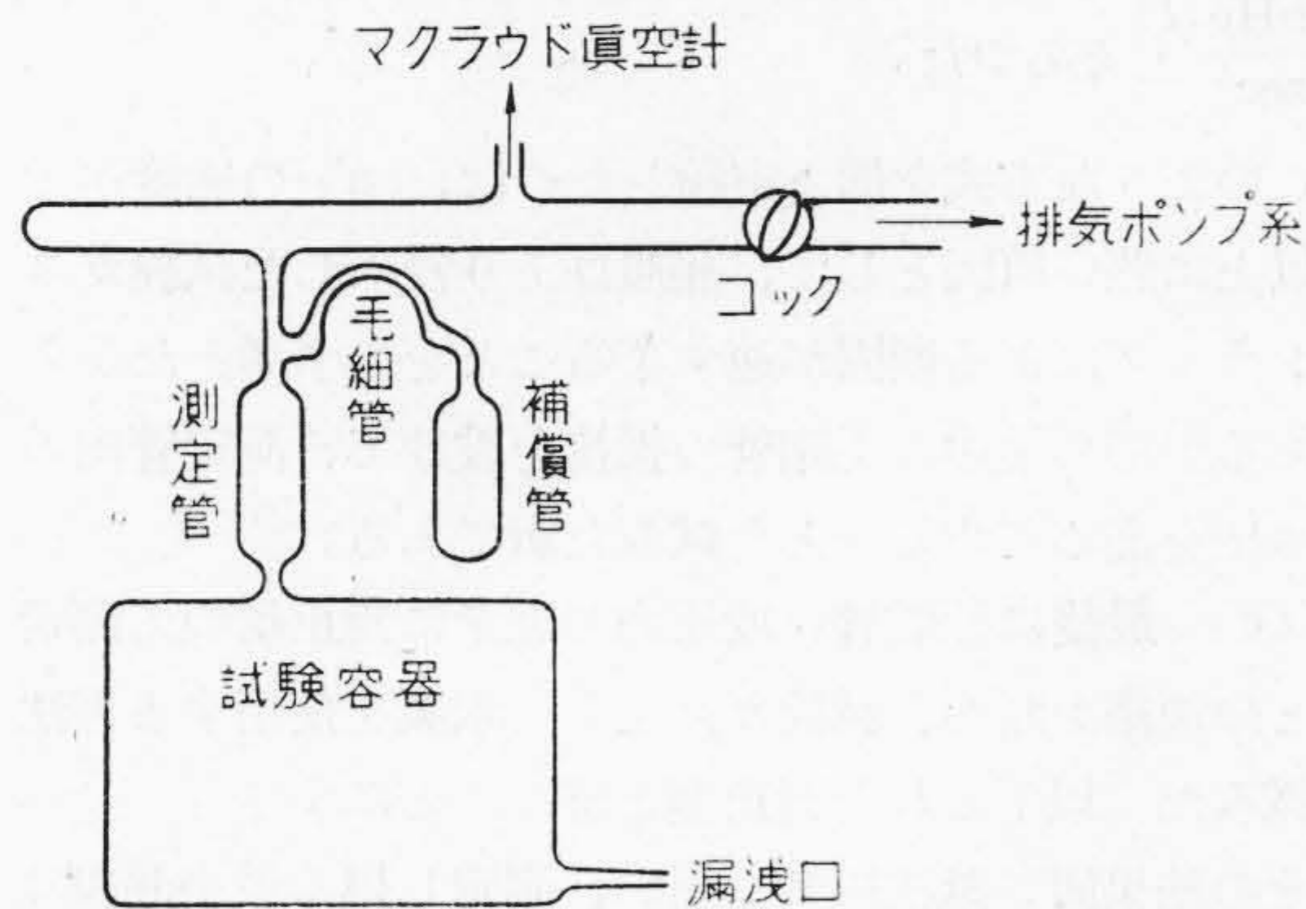
第 2 図 測定回路
Fig. 2. Electrical Circuit for Pirani Gauge



第 3 図 圧力曲線 (水素、窒素の場合)
Fig. 3 Calibration Curve (for Hydrogen and Nitrogen)

従つて前記の漏洩発見器を第 4 図の如き試験装置に用いて、漏洩箇処から空気もつている時にブリッジがバランスし、検流計 (M_2) が零点をさすよう抵抗 $R_2 \sim R_4$ を予め調整する。次いで漏洩箇処に水素をあてれば、水素は先ず測定管に入り、引続き拡散によつて補償管内に入るが途中毛細管があるため時間的遅れを生ずる。この間ブリッジの平衡は一時破れて、検流計に電流が流れる。この電流は両管内の空気と水素の混合割合が等しくなるに従い漸次減少し、再び指針は零点にもどる筈である。漏洩部分より水素をとりはずした場合は、同じ理由からブリッジ電流は逆に流れる。従つて検流計を見ながら試験容器の各部に順次水素をあてて行けば、漏洩のある箇処が発見出来るわけである。

上記の原理即ちガス体による熱伝導度の相異によつて



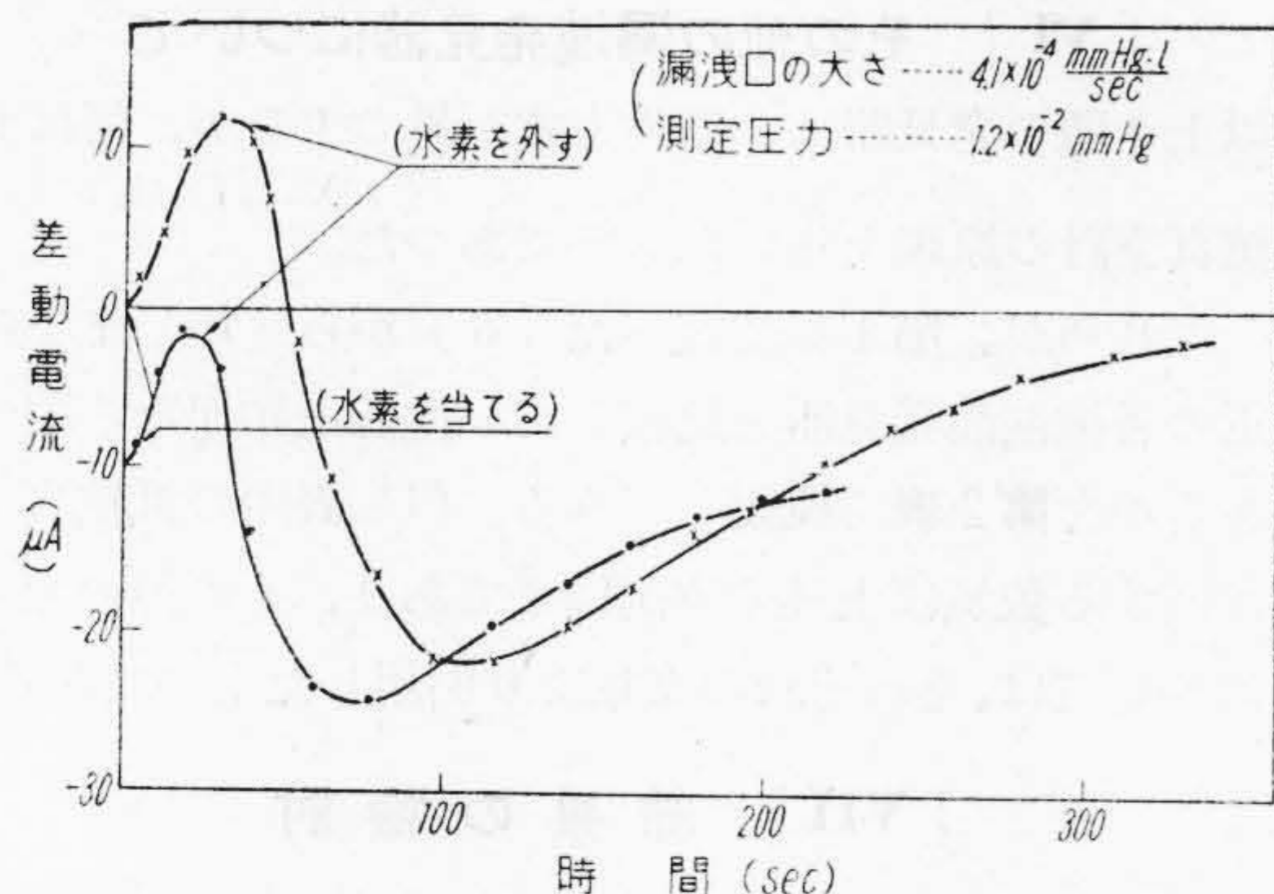
第4図 試験装置略図 (毛細管方式の場合)
Fig. 4. Skeleton Diagram of Testing Equipment (for Capillary Tube Type)

差動電流が流れることが、この発見器の主な動作原理であるが、なおこれ以外に次の附加的原因によつても差動電流が流れると考えられる。即ち異種のガス（例えば水素と空気）はそれぞれ固有の分子量と粘性係数を有するため同じ大きさの洩りに対しても、異つた速さで漏洩することである。

差動の方式としては上述の如く毛細管を用いる外、種々の方法が考えられるが、これら個々についての実験結果は後述する。又試験用ガスは水素に限つたことはなく気化性のガス体アルコール、エーテル、アセトン及びメタン等でも差支えない。但しこれらの内で水素が最も感度良好である。

[IV] 実験結果

上記の原理にもとづいて第4図の装置に、毛細管方式の発見器を用いた場合の差動電流を第5図に示した。



第5図 差動電流の一例
Fig. 5. An Example of Differential Currents

この場合に本器で測定し得る最小の漏洩口の大きさは、用いた容器 10.4 l において 40 分間に最高真空より 8.0×10^{-4} mm Hg にまで圧力が増大するようなものであつ

た。換言すれば、漏洩口の大きさは

$$\frac{10.4 \times 8.0 \times 10^{-4}}{40 \times 60} = 3.5 \times 10^{-6} \frac{\text{mmHg} \cdot l}{\text{sec}}$$

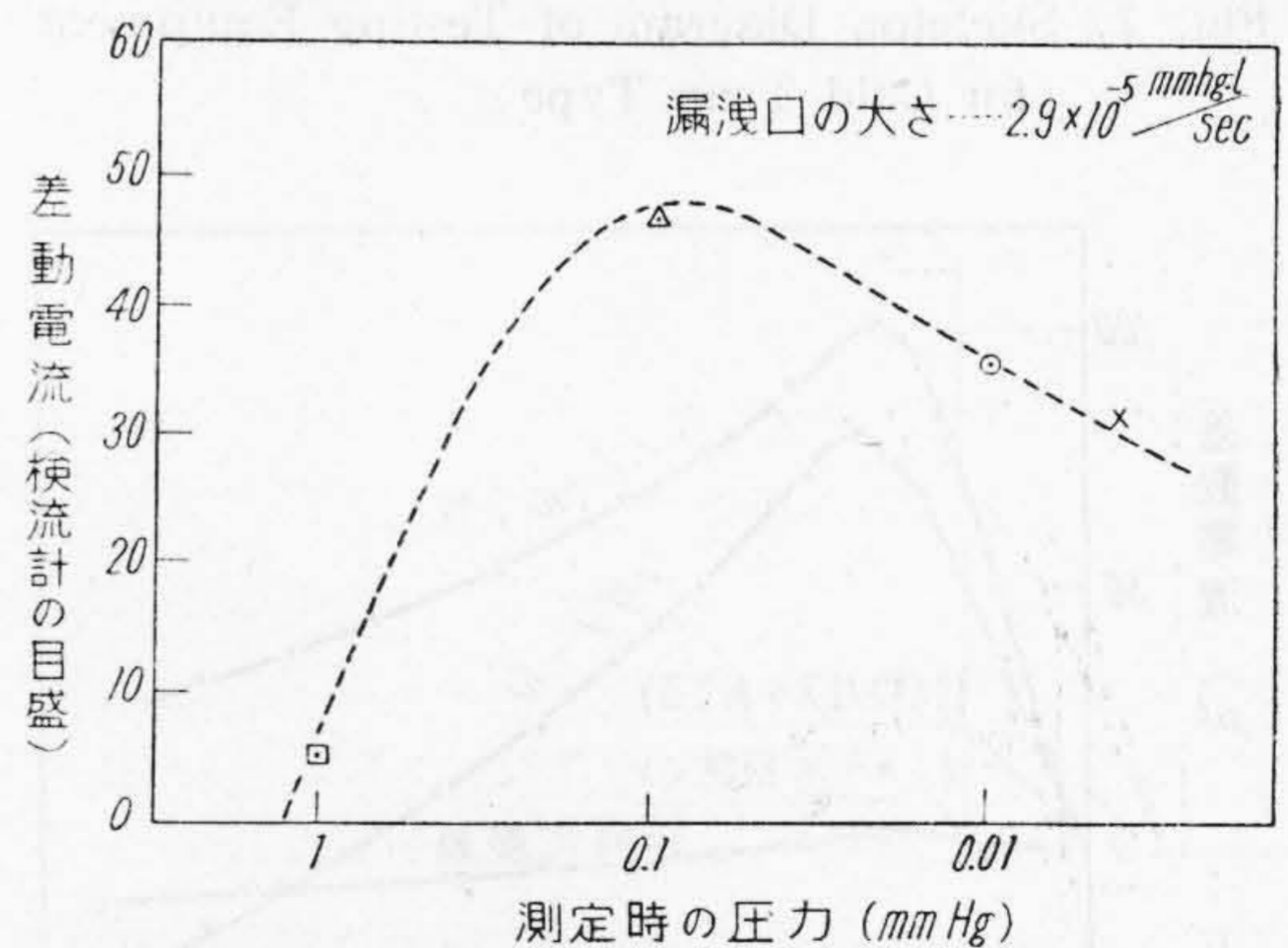
$$\left(\text{又は } 1.3 \times 10^{-2} \frac{\text{mmHg} \cdot l}{h} \right) \dots \dots \dots (1)$$

であつた。但しこの $\frac{\text{mmHg} \cdot l}{\text{sec}}$ なる単位は我々が洩りの大きさをあらわす場合に最もよく用いるもので、本報告でも以下これを用いることとする。

なお(1)式の値は試験容器の容量が上記と著しく異なる場合(例えば 100~1000 倍)には変化して来る。即ち本器は既に原理のところでのべたように異種のガス体間の熱伝導度差によつて電流が流れるものであるから、そこに存在する空気に対する試験ガス(本実験の場合は水素)の量的な割合が或る一定値を超えないと、電流は流れない。この測定にかかるために必要な試験ガスと空気の割合を実験的に求めたところ、ほぼ $\frac{1}{8,000}$ 以上であればよいことを知つた。

第3図にみられるように、異種のガス体間における熱伝導度の違いは圧力によつて変化する。又別に空気と試験ガスとの割合によつても、差動電流に増減が生ずること上記の通りである。

従つて本器を同一大きさの漏洩口に用い、測定圧力を変えた場合には電流に増減がみられる筈でこの間の関係を求めたものが第6図である。これより 0.1 mmHg 前



第6図 測定時の圧力と差動電流との関係
Fig. 6. Relation between Operating Pressure and Differential Currents

後の圧力で使用するとき、最大の電流が得られて漏洩の発見に便なることが判る。

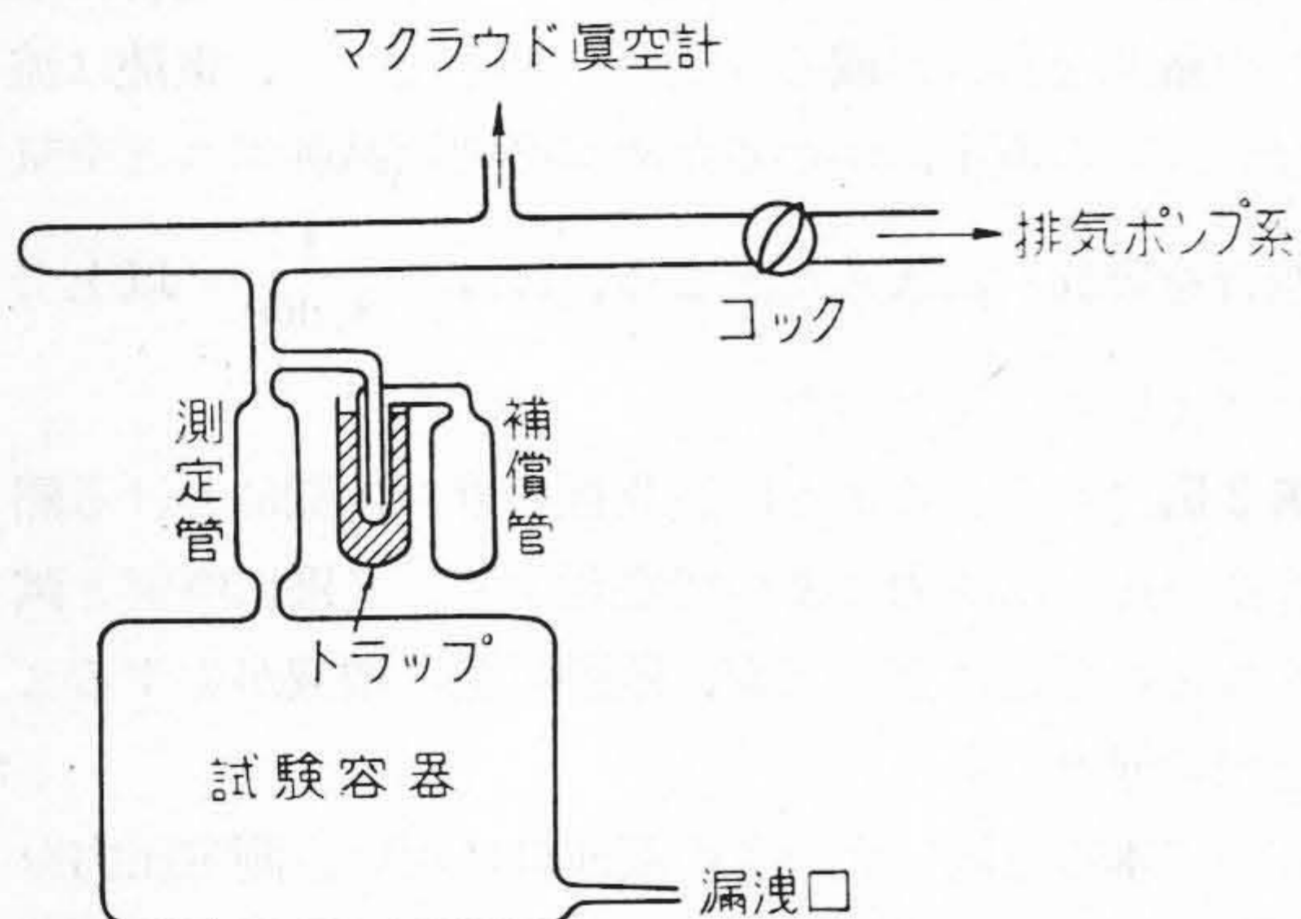
[V] 種々の差動方式を用いた漏洩発見器の比較

以上は、差動の方式として測定管と補償管の間に、毛細管による拡散抵抗を設ける型のものであつたが、この

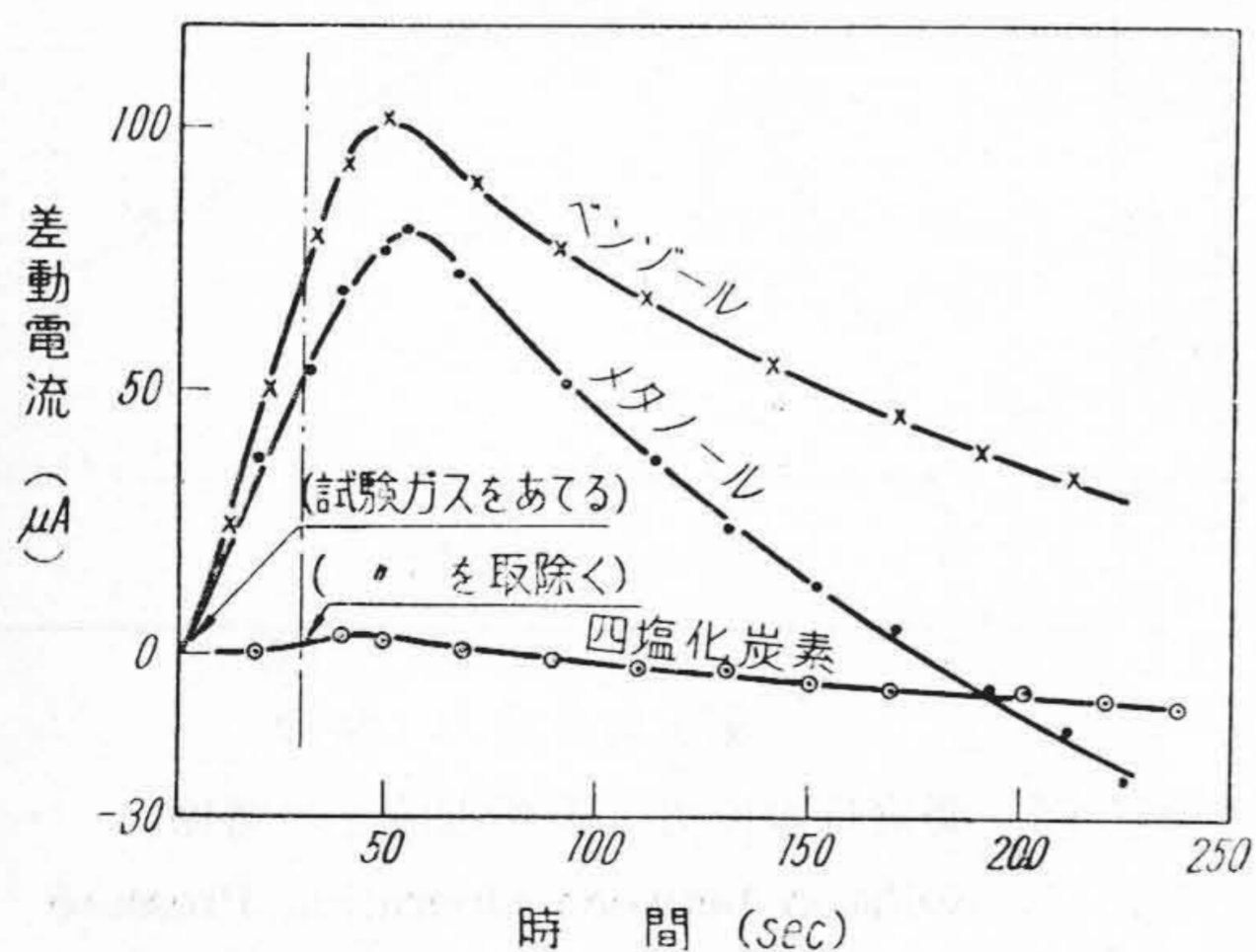
外に次の方式のものを試作実験した。

(a) 米国の文献によれば、毛細管の代りに液体空気のトラップを用い、試験ガスとしてメタノール、ベンゾール及び四塩化炭素等を使用している⁽³⁾。即ちこの場合には漏洩口から入った試験ガスは途中のトラップで凝固するため、測定管内にのみ入り補償管に達することが出来ない。従つてこのときにおける両管内のガスの熱伝導度差をブリッジ電流として読めば、検出が可能である。

上記毛細管方式の測定管、補償管をそのまま冷却トラップ方式に用い第 7 図の如く装置し測定し得る最小漏洩の大きさを求めた結果、 $7.2 \times 10^{-5} \text{ mmHg} \cdot l$ であつた。なおこの場合における差動電流の変化の様態を示したものが第 8 図である。



第 7 図 試験装置略図 (冷却トラップ方式の場合)
Fig. 7. Skeleton Diagram of Testing Equipment (for Cold Trap Type)



第 8 図 各種の試験ガスと差動電流との関係
Fig. 8. Relation between Test Gasses and Differential Currents

(b) 次に毛細管方式と冷却トラップ方式を併用し、測定管と補償管の間に毛細管とトラップを直列に挿入した場合の感度をしらべた。その結果、この方法によつて発見出来る最小の漏洩は、(a) より改善され 1.0×10^{-5}

$\frac{\text{mmHg} \cdot l}{\text{sec}}$ であつた。

このような方式を態々実験したのは、(a) の感度が予想以上に悪い原因として、漏洩口より侵入した試験ガスのトラップによる凝固が速すぎることを先ず考えたからである。即ち途中に毛細管の抵抗を設けて、測定管内のガス圧を高めてやることを試みた訳である。

(c) 最後に補償管を或圧力で完全に封止切つて測定管との連絡を断ち、試験ガスとして水素を使用する方法を試みた。以下これを封止型と言うことにする。

その結果同じ抵抗線管を用い、測定し得る最小漏洩は $2.9 \times 10^{-7} \frac{\text{mmHg} \cdot l}{\text{sec}}$ であつた。

以上実測した各種の差動式抵抗真空計を用いた発見器の感度 (測り得る最小漏洩の大きさ) を比較対照すると、第 1 表の通りである。

第 1 表 各種の差動式抵抗真空計の感度
Table 1. Sensitivity of Various Differential Type Pirani Gauges

差動方式	試 験 ガ ス	感 度 ($\frac{\text{mmHg} \cdot l}{\text{sec}}$)
封 止 型	水素、アルコール、エーテル、アセトン、メタン等	3×10^{-7}
毛 細 管 型	〃	4×10^{-6}
毛細管、冷却トラップ併用型	メタノール、ベンゾール、四塩化炭素等	7×10^{-5}
冷却トラップ型	〃	7×10^{-5}

[VI] その他の漏洩発見器について

以上 4 種の発見器は、差動方式を異にするが、何れも抵抗真空計の原理を用いたものであつた。

今これらが、第 1 章で述べた (6) から (10) までの最近の各種漏洩発見器と比較して、性能上如何なる関係にあるかを第 2 表で概観してみる。但し表中の抵抗真空計に関する数値は上述の実測結果であり、その他の発見器については、それぞれの文献より引用したものである。

[VII] 結果の検討

以上我々は最も手近な方法として、差動式抵抗真空計を用いた発見器を試作実験したのであるが、

$10^{-7} \frac{\text{mmHg} \cdot l}{\text{sec}}$ 程度の大きさの洩りまで検出出来ることが判つた。このことは本器が従来我々が経験してきた方法に比べて、2~3 桁感度が良いことになる。換言すれば、

第2表 各種漏洩発見器の性能一覧表
Table. 2. Comparison of Several Leakage Detectors

種 別	測定に必要な試験ガス対空気の割合 (第4章参照)	感 度 ($\frac{\text{mmHg}\cdot l}{\text{sec}}$)
流 量 計 法	$\frac{1}{100}$ (推定)	1×10^{-4}
陽イオン放射法	$\frac{1}{4,000}$	1×10^{-5}
真 空 計 法	$\frac{1}{3,000}$	1×10^{-6}
差動式抵抗真空計法	$\frac{1}{10,000}$	3×10^{-7}
質 量 分 析 計 法	$\frac{1}{100,000}$	10^{-9}

通常の拡散ポンプ付排気装置において、漏洩のために排気中の圧力が 1×10^{-5} mmHg 以下にならないような場合には、その穴を適確に発見出来ることを意味している。

従つて我々が日常当面する洩りは本器によつて大体解決出来、残る問題としては、真空管のスローリーク (Slow Leak) とが X 線管ターゲット用銅板におけるガス拡散等の場合が考えられる。これらに関しては一層感度の良い質量分析計法によらねばならないと思う⁽¹²⁾、⁽¹³⁾。

このようにして漏洩は検出されるが、実際に当り特に注意しなければならないことは、試験体或は装置が必要とする気密度を予め算出して、これに応じた発見器を使用することであろう。必要以上に小さな洩りまで探そうと苦心したり、徒らに高感度法のみ求めるのは、意味のないことである。

[VIII] 結 言

上述の如く筆者の試作した抵抗真空計法は、ほぼ所期の目的を達し、 $10^{-7} \frac{\text{mmHg}\cdot l}{\text{sec}}$ 程度の洩りまで検出出来ることが判り、工場内外において有効に使用されている。そして我々真空管工場において日常当面する洩りの大部分は、解決出来ることを実証した。

しかし今後もなお使用者の利便をはかり、装置の改善に努め、若干の改良を加えたいと思う。

終りに本研究を実施するに当つて、種々の御鞭撻と指導を戴いた茂原工場久保副工場長並に中央研究所の関係者諸兄に厚く感謝する。

参 考 文 献

- (1) S. Dushman and Others : Ind. and Eng. Chem. 40, p. 778 (1948)
- (2) G. P. Brown and Others : App. Phys. 17 p. 802 (46)
- (3) R. B. Jacobs and Others : App. Phys. 18, p. 34 (47)
- (4) 富永五郎 : 自然科学, 11, p. 34 (48)
- (5) 電気学会編 : 最近の真空技術とその応用, 184 p. p. (48)
- (6) 上田良二 : 応用物理, 17, p. 136 (1948)
- (7) 山本徳太郎 : 真空技術, 1, No. 4 (1950)
- (8) W. C. White and Others : G. E. Rev. No. 10 (1949)
- (9) 林主税 : 真空技術, 1, No. 3 (1950)
- (10) 恩地勝 : // 1, No. 4 (1950)
- (11) 久保俊彦・山本徳太郎 : 電気三学会東京支部講演会, (1947, 11月)
- (12) H. A. Thomas : R. S. I. 17, p. 368 (1946)
- (13) A. O. Nier : App. Phys. 18, p. 30 (1947)
- (14) Nelson and Others : R. S. I. 16, p. 273 (1945)

高 速 度 鋼

日立製作所冶金研究所長 工学博士 小柴定雄 著

(誠文堂新光社刊)

A列5判 230頁 美装クロス箱入

販 賣 日 立 評 論 社 定 價 250 圓 十 32 圓

最近登録された日立製作所の特許及び實用新案(4)

区 分	登録番号	名 称	工場名	発 明 考 案 者	登録年月日
特 許	191585	直流定電圧発電装置	日 立	田 中 貞之助	26 年 12.15
〃	191586	定電圧発電装置	〃	田 中 貞之助	〃
〃	191587	超高速研磨機用電動機	中 研	須 藤 卓 郎	〃
實用新案	387855	ドラム型スキッチ	多 賀	大 野 馨	〃
〃	387856	耐雷変圧器	亀 戸	鬼 頭 国 忠	〃
〃	387857	歯車類鑄造用鑄型	亀 有	西 山 太喜夫	〃
〃	387858	円筒形鑄物精密鑄造装置	川 崎	関 谷 愛 三	〃
〃	387859	固定局用無線電話制御装置	戸 塚	北 条 徳	〃
〃	387860	電話用磁石発電機	〃	山 田 博 三	〃
〃	387861	超過料金電気計器	多 賀	滝 貞 夫	〃
〃	387862	吊金具	亀 有	江 安 忠 哉	〃
〃	387863	巻上機のマガジンドラム附巻胴	〃	{ 滝 本 秀 彦 五十嵐 健 二	〃
〃	387864	防雨型箱蓋	日 立	窪 木 英 夫	〃
〃	387865	可熔栓	栃 木	吉 田 稻次郎	〃
〃	387866	コールカッターのピック脱落防止装置	亀 有	青 木 勝	〃
〃	387867	有効及無効電力測定器	多 賀	滝 貞 夫	〃
〃	387868	押ボタン附電磁開閉器	亀 戸	千 原 鎮 吾	〃
〃	387869	比率計	多 賀	滝 貞 夫	〃
〃	387870	指示電気計器	〃	滝 貞 夫	〃
〃	387871	三線輸比率計	〃	滝 貞 夫	〃
〃	387872	路面電車用戸閉機械	亀 有	久 保 沢 稔	〃
〃	387873	変圧器端子引出部	亀 戸	鬼 頭 国 忠	〃
〃	387874	端子接続部	〃	川 村 信 一	〃
〃	387875	電機の給油装置	多 賀	安 島 忠 義	〃
〃	387876	電機冷却扇固定装置	〃	安 島 忠 義	〃
〃	387877	補極線輪取付装置	日 立	祭 坐 穰	〃
〃	387878	密閉型電動機の冷却装置	亀 戸	{ 小 林 良 平 今 井 哲 夫	〃
〃	387879	蓄電器電動機	〃	友 貞 睦 夫	〃
〃	387880	ホイスト用電動機	多 賀	{ 横 内 直 中 古 市 光 之	〃
〃	387881	有効及無効電力測定装置	〃	滝 貞 夫	〃
〃	387902	真空乾燥装置	日 立	前 田 繁	26 年 12.18