

# 低圧流量計による真空漏洩測定法

近藤 彌太郎\*

## Leak Detection and Measurement by Gas Flowmeter

By Yatarō Kondō

Central Research Laboratory, Hitachi, Ltd.

### Abstract

In an application where the vacuum equipment is to keep a rated degree of vacuum, the installing of the leakage detection system should precede every other arrangement such as the selection of the fitted vacuum pump, the designing of suitable exhaust system, etc. And for the detection of leakage there have been several methods including the mass spectrometer type leak detector with high grade of sensitiveness. These are, however, open to the charge of complicated operation.

To add to their simplification the writer has contrived out a system of leakage detection using low pressure flow meter, and it has proved itself very satisfactory in practical use in spite of its simplicity. The description is given concerning its application, by way of example, to the vacuum testing for the parts of dynamic vacuum equipment such as the electron microscope and the diffraction camera. This system may be applied in three types of methods, i.e. (1) pressure method, (2) trap method, and (3) varied gas method.

### 〔I〕 緒 言

真空技術は研究のみならず広く大規模に種々の工業に応用されている現状である。真空装置を所要の真空度に保持するには適切な真空ポンプの選定、排気系の設計と相俟つて装置の漏洩の発見も重要な事である。

漏洩発見法については最高感度を有する質量分析計型漏洩発見器を始め種々の方法<sup>(1)(2)</sup>が発表されているが、筆者は低圧流量計を用い操作の簡易な漏洩測定法を研究し、組立式真空装置の部品の真空検査に好結果を得た。

本測定法には (1) 加圧、減圧法 (2) トラップ法 (3) 異種気体法の 3 方法があり、これ等について述べる。

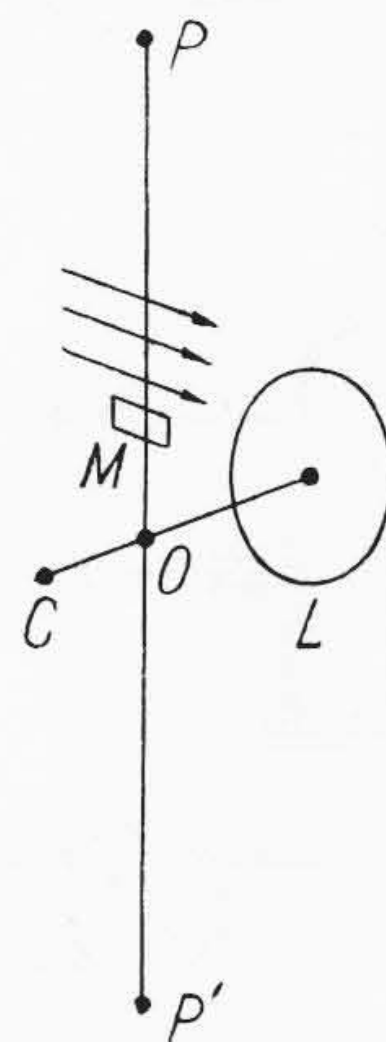
### 〔II〕 加 圧、減 圧 法

#### (1) 低 圧 流 量 計 の 原 理

低圧流量計の原理<sup>(3)(4)</sup>は低圧の気流中に置かれた板に働く力から低圧気体の流量を測定するものである。簡単にこの計器の機構を説明すれば第1図に示す如く、 $P, P'$ は垂直に吊るされた細い糸にして  $L$  は雲母等の薄板で

気流中の力を受ける板である。 $C$  は  $L$  のバランスウェイトにして  $L$  が受けた力を糸の振れから測定する為めに  $PP'$  に反射鏡  $M$  をつけランプアンドスケールで振れ角を測定する。

低圧気流中に置かれた第1図の円板  $L$  の受ける力  $F$



第1図 低圧流量計原理図

Fig. 1. Schematic Diagram of Gas Flowmeter

\* 日立製作所中央研究所



は分子の平均自由行程  $\lambda$  が円管の半径  $a$  に比べて十分大きい場合、即ち分子流の場合は ( $\lambda \gg a$ )

$$F = 2.35r \sqrt{\frac{2M}{\pi RT_0}} Q \frac{r^2}{a^2} \dots\dots\dots(1)$$

ここに

- $r$ : 円板の表面に於ける反射に関する常数
- $M$ : 気体の分子量
- $R$ : 気体常数
- $T_0$ : 気体の絶対温度
- $Q$ : 気体の流量
- $r$ : 円板の半径
- $a$ : 円管の半径

又粘性流の場合は ( $\lambda \ll a$ )

$$F = 16\eta\mu r \dots\dots\dots(2)$$

ここに

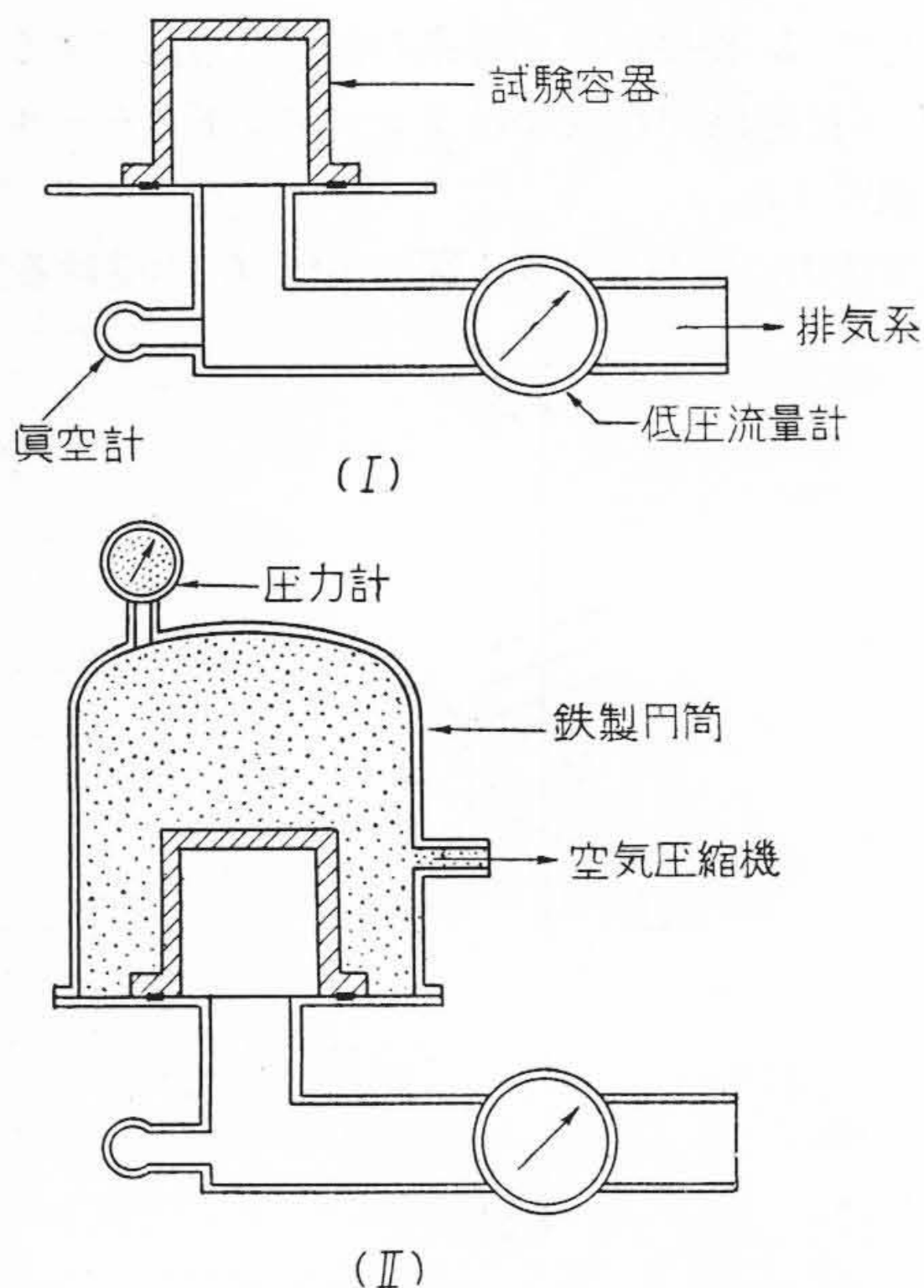
- $\eta$ : 気体の粘性係数
- $\mu$ : 気体の流速
- $r$ : 円管の半径

作用する力と振れ角とは比例するから分子流の範囲内では振れ角が流量と、粘性流の範囲内では流速と、それぞれ圧力に無関係に比例する特性がある。

本漏洩測定法はすべて本器の分子流特性を応用するもので振れ角から直ちに流量を知る事が出来る。

### (2) 漏洩量測定法

第2図は低圧流量計を用いた漏洩量測定法の説明図である。図(I)は油拡散ポンプ及び油回転ポンプ等から構成



第2図 加圧法説明図  
Fig. 2. Explanatory Diagram of Pressure Method

成されている排気系により試験容器との間に低圧流量計を挿入している状態を示す。この場合の流量計の指示する流量を  $Q$  とすれば

$$Q = Q_L + Q_g \dots\dots\dots(3)$$

ここに  $Q_L$  は試験容器からの漏洩による流量、 $Q_g$  は器壁から出る気体の流量を示す。

今我々は  $Q_L$  を定量的に測定するのが目的であるが、 $Q_g \approx 0$  の状態になれば  $Q \approx Q_L$  となり、試験容器の漏洩総量を知る事が出来る。然し一般に  $Q_g$  は器壁の表面状態、温度、圧力、排気経歴等によつて変化する量で  $Q_g \approx 0$  を満足する状態にするには大きな排気時間を費やさねばならない。従つて定量的には測定出来るが試験には長時間を要する方法である。

今試験容器に  $n$  箇の孔があり、これ等の孔を通して  $Q_L$  の漏洩量があると考えれば、

$$Q_L = \sum_1^n G_n(P - P_{atm}) \dots\dots\dots(4)$$

ここに

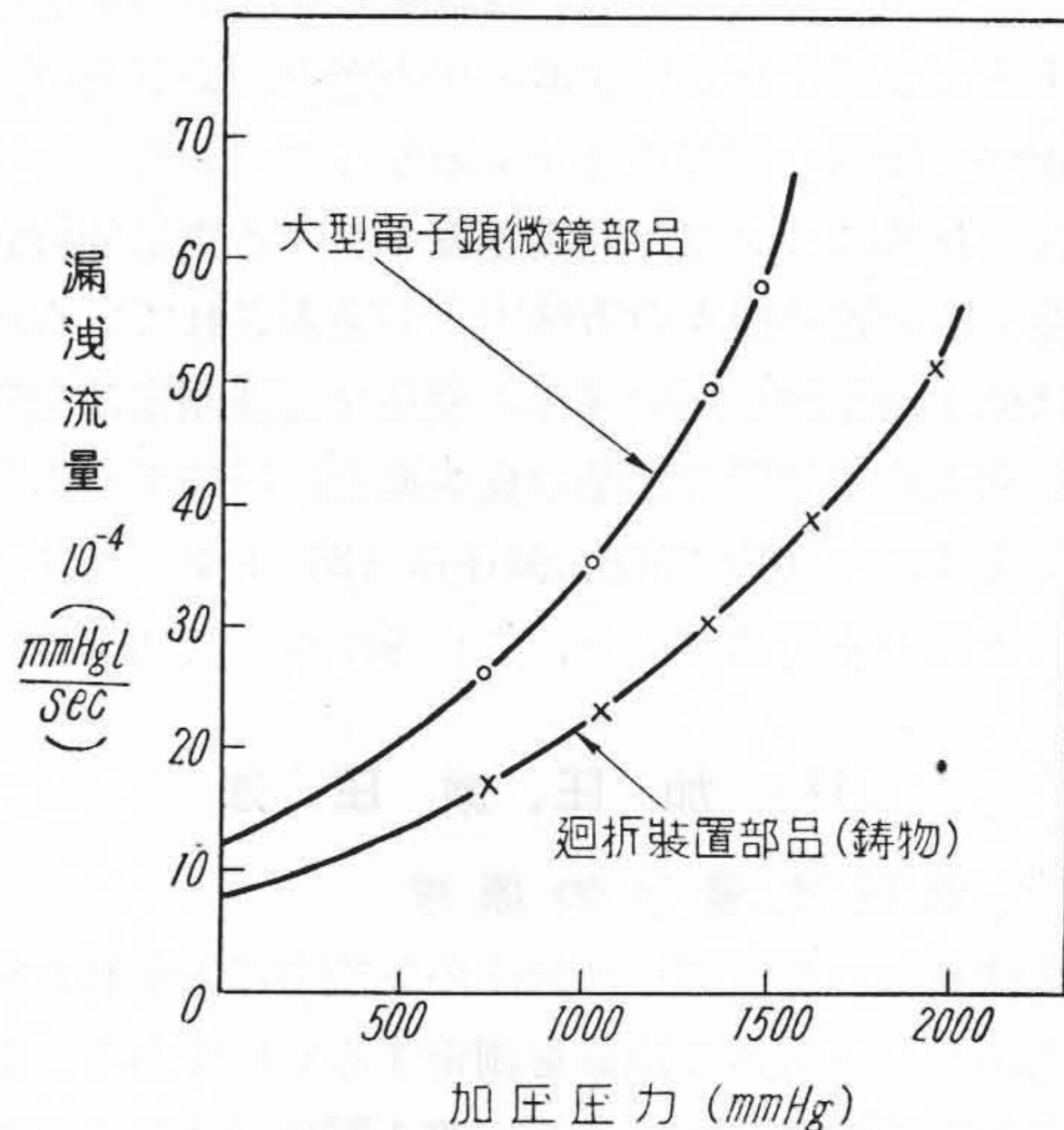
- $G_n$ : それぞれの孔のコンダクタンス
- $P$ : 試験容器内の圧力
- $P_{atm}$ : 試験容器外の圧力 (1 atm)

今  $P$  を略一定に保ち、 $P_{atm}$  を  $P_1, P_2, \dots, P_n$  と変化すれば、これに対応して漏洩量  $Q_L$  も変化する。

即ち

$$Q_n = Q_{Ln} + Q_g \dots\dots\dots(5)$$

で表わされる。(5) 式に於て  $Q_L$  の変化によつて容器内の圧力が若干変化し、これに影響される  $Q_g$  も変化すると思われるが排気速度  $S$  が大きければ容器内の圧力変化は微小で従つて  $Q_g$  は一定と仮定している。もし漏洩



第3図 加圧法による漏洩試験例  
Fig. 3. Example of Leak Test by Pressure Method



がなければ容器の外側の圧力を種々変化させても  $Q=Q_g$  で  $P_n$  に無関係である。

試験容器の漏洩量  $q$  は次式で与えられる。

即ち

$$q = Q_{atm} - Q_{vacuum} \dots \dots \dots (6)$$

ここに

$Q_{atm}$ :  $P_n$  が 1 気圧時の流量

$Q_{vacuum}$ :  $P_n$  が  $10^{-1} \sim 10^{-2}$  mmHg 程度に減圧した時の流量

実験に当つて鉄製円筒は内径 40 cm, 高さ 50 cm にして、加圧口や圧力計接続部は簡単に真空排気口、真空計と交換出来る。加圧に際してはベピコンで  $4 \text{ kg/cm}^2$  まで加圧し、減圧に際しては  $40 \text{ l/min}$  の油回転ポンプで排気した。

第3図は本方法による試験の結果の一例である。尙この結果から大体加圧力の2乗に比例して漏洩量が増加している点から一般に真空容器の漏洩は粘性流的なものであることが判る<sup>(5)</sup>。

〔III〕 ト ラ ッ プ 法<sup>(6)</sup>

本方法は前節に述べた加圧、減圧法に反し、(3)式に於ける  $Q_g \approx 0$  の状態にし、漏洩量  $Q_L$  を直接に定量的に測定する方法である。

放出ガス  $Q_g$  は大部分が水蒸気であるから、排気系に適当な冷却トラップを用いれば  $Q_g$  を凝縮させ、短時間で流量計に流れる放出ガス  $Q_g \approx 0$  の状態にし得る。

第1表は水蒸気、水銀、炭酸ガスの各温度の蒸気圧を示すもので、第2表は数種の寒剤の表である。

第1, 2表から寒剤としてドライアイスでは不十分であるが、液体酸素を用いれば水蒸気もトラップされ、大部分の放出ガスを凝縮させ、流量計に流れる  $Q_g \approx 0$  の状態にする事が出来る。

第4図は実験装置の概略にして、寒剤としては液体酸素を用いた。第4図に於てトラップ(1), (2)は油拡散ポンプ等の排気系から逆流する油蒸気をトラップするもので、(3), (4)は試験容器からの放出ガスをトラップするものである。流量計の左右からの空気以外のガスを完全にトラップするために直列に2箇所それぞれ用いた。真空バルブBは試験容器交換の際、寒剤の消耗を防ぐためのもので、バルブCは試験容器交換後の予備排気用のものである。

約 5 l 以下の容器について実験の結果、大体1分前後で  $Q \approx 0$  の状態となり、漏洩がなければ流量計の振れ角は殆ど零である。もし漏洩があればその流量に比例した振れ角を示す。

又容器の周囲の空気をトラップで凝縮される如き気体

第1表 水蒸気、水銀、炭酸ガスの蒸気圧 (mmHg)

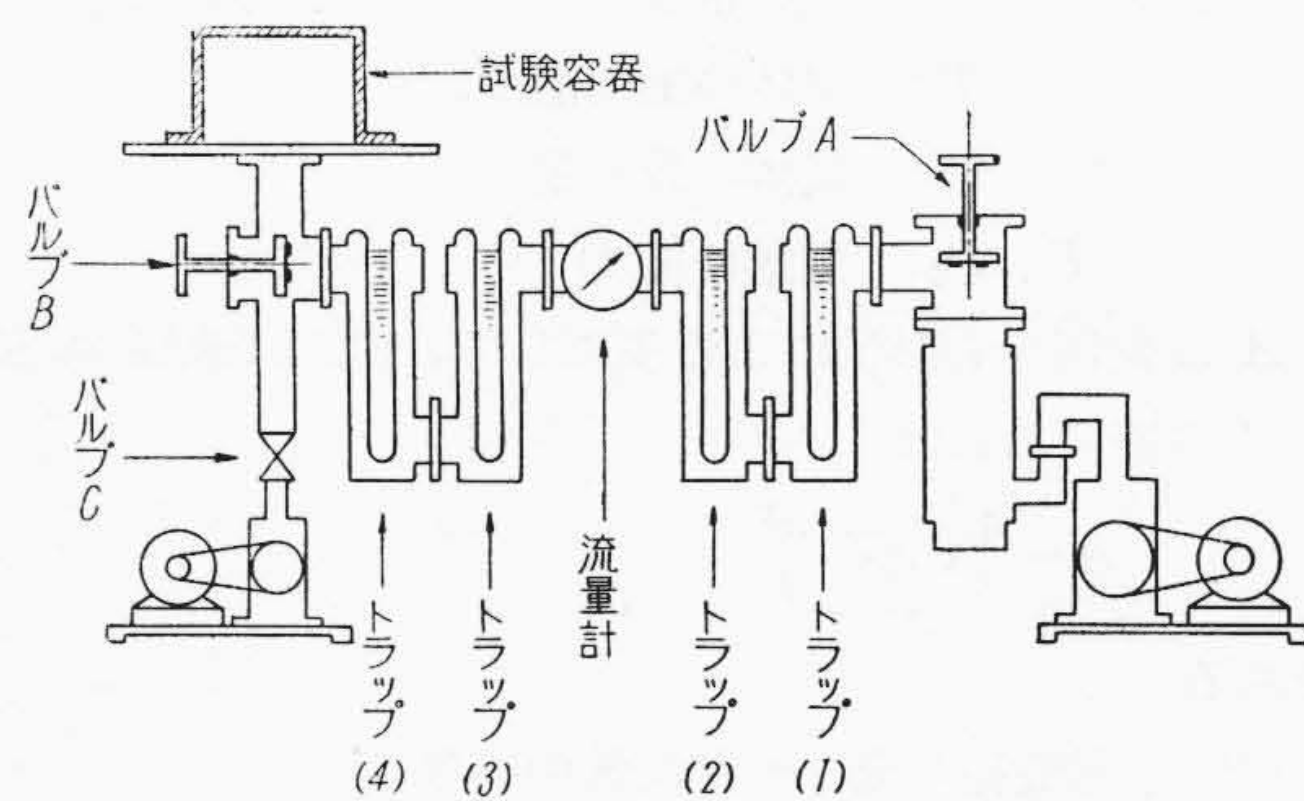
Table 1. Vapour Pressure of  $H_2O$ , Ag and  $CO_2$  (mmHg)

温度°C	水 蒸 気	水 銀	炭 酸 ガ ス
0	4.58	$1.85 \times 10^{-4}$	—
- 10	1.95	$6.06 \times 10^{-5}$	—
- 20	$7.76 \times 10^{-1}$	$1.81 \times 10^{-5}$	—
- 30	$2.86 \times 10^{-1}$	$4.78 \times 10^{-6}$	—
- 40	$9.66 \times 10^{-2}$	$1.05 \times 10^{-6}$	—
- 50	$2.99 \times 10^{-2}$	$4.94 \times 10^{-7}$	—
- 60	$8.40 \times 10^{-3}$	$9.89 \times 10^{-8}$	3.07
- 70	$1.98 \times 10^{-3}$	$1.68 \times 10^{-8}$	1.49
- 80	$4.13 \times 10^{-4}$	$2.38 \times 10^{-9}$	$6.72 \times 10^{-1}$
- 90	$7.45 \times 10^{-5}$	—	$2.80 \times 10^{-1}$
-100	$1.10 \times 10^{-5}$	$2.39 \times 10^{-11}$	$1.05 \times 10^{-1}$

第2表 種々の寒剤

Table 2. Various Cold Traps

材 料	温度°C	材 料	温度°C
液 体 空 気	-190.0	ド ラ イ ア イ ス	-78.5
液 体 窒 素	-195.8	エチルエーテル ド ラ イ ア イ ス	-77.0
液 体 酸 素	-183.0	エチルアルコール ド ラ イ ア イ ス	-72.0



第4図 ト ラ ッ プ 法 の 実 験 装 置 概 略 図

Fig. 4. Skeleton Diagram of Experimental Apparatus for Trap Method

—例えば炭酸ガス—で置換すれば、漏洩孔からは炭酸ガスが流入し、(3), (4)のトラップで凝縮されて流量計の振れ角は零となり、漏洩流量は確認される。

第3表(次頁参照)は本方法と前節の方法とにより同一容器を試験した結果の一例である。殆ど一致した結果が得られるが一般にトラップ法の方が漏洩量が若干多く出ているのは排気時間の不足のため、器壁からの非凝縮性ガスによる誤差と考える。



第3表 漏洩試験例 Table 3. Examples of Leak Test

試験番号	トラップ法 漏洩量	加 圧 減 圧 法					漏洩量
		1気圧時の流 量計の読み	減圧時の流 量計の読み	+1 kg/cm <sup>2</sup> 加圧 時の流量計の読み	+2 kg/cm <sup>2</sup> 加圧 時の流量計の読み	+3 kg/cm <sup>2</sup> 加圧 時の流量計の読み	
1	10.0	- 2.5	-11.5	+12.5	+23.0	+44.5	9.0
2	5.0	- 1.0	-14.5	0	+11.5	+24.0	4.5
3	51.0	+20.0	-30.0	スケールオーバー	スケールオーバー	スケールオーバー	50.0
4	44.0	+ 2.0	-40.0	スケールオーバー	スケールオーバー	スケールオーバー	42.0
5	31.5	+15.0	-15.0	スケールオーバー	スケールオーバー	スケールオーバー	30.0

(註) 漏洩量1目盛は  $4 \times 10^{-5}$  mmHg l/sec である。

〔IV〕異種気体法<sup>(7)</sup>

低圧流量計の原理の項に於て記述した如く、流量計の捻れ角  $D$  は、低圧気流中の薄板に働く力に比例し、分子流領域では(1)式が成立する。

即ち  $D \propto Q\sqrt{M}$  .....(7)

$Q$ : 気体の流量  
 $M$ : 気体の分子量

又真空容器に漏洩孔があれば、その孔を流れる流量は次の如くである。

(1) 漏洩孔の流れが分子流の場合

$$Q = A \sqrt{\frac{RT}{M}} (P_1 - P_2) \propto \frac{1}{\sqrt{M}} \text{ .....(8)}$$

ここに  $R$ : 気体常数  
 $T$ : 気体の絶対温度  
 $M$ : 気体の分子量  
 $P_1, P_2$ : 両端の圧力

$A$  は幾何学的形状による項にして、例えば直径  $a$ , 長さ  $l$  の管であれば

$$A = \frac{4}{3} \sqrt{2\pi} \frac{a^3}{l}$$

である。

(2) 漏洩孔の流れが粘性流の場合

$$Q = A' \frac{\bar{P}}{\eta} (P_1 - P_2) \propto \frac{1}{\eta} \text{ .....(9)}$$

ここに  $\eta$ : 気体の粘性係数  
 $P_1, P_2$ : 両端の圧力  
 $\bar{P}$ : 平均圧力

$A'$  は幾何学的形状による項にして、例えば直径  $a$ , 長さ  $l$  の管であれば

$$A' = \frac{\pi}{8} \cdot \frac{a^4}{l}$$

である。

即ち漏洩が分子流であれば、流量計の振れは(7), (8)式より分子量に依存せず一定であるが、粘性流であれば(7), (9)式よりその振れ  $D$  は

$$D \propto \frac{\sqrt{M}}{\eta} \text{ .....(10)}$$

で漏洩孔を流れる気体の分子量、粘性係数に依存する。従つて真空器の周囲を種々の異種気体で置換し、容器に粘性流的洩れがあれば、流量計は  $\sqrt{M}/\eta$  に比例して変化する。

第4表は水素、空気、酸素、炭酸ガスの  $M, \eta, \sqrt{M}/\eta$  を示すものである。

以上の考察より異種気体として空気以外に水素、炭酸ガスを用いて実験を行つた。

実験の結果最初は容器の放出ガスが相当あるために計算値通りの比率とはならないが、放出ガスが微少となるにつれて計算値の比率に近い値が得られた。

第4表 各種気体の分子量、粘性係数 Table 4. Molecular Weight and Coefficient of Viscosity of Various Gases

気 体	分子量 $M$	粘性係数 $\eta$ 15°C 1 atm	$\sqrt{M}/\eta$	( $\sqrt{M}/\eta$ ) 空気1としてそれぞれとの比
水 素	2.0	$87 \times 10^{-6}$	$1.63 \times 10^4$	0.55
空 気	28.7	$180 \times 10^{-6}$	$2.94 \times 10^4$	1.00
酸 素	32.0	$200 \times 10^{-6}$	$2.83 \times 10^4$	0.96
炭 酸 ガ ス	44.0	$145 \times 10^{-6}$	$4.57 \times 10^4$	1.55



本方法に於ては漏洩孔に於ける流れの状態が問題であるが、一般に我々が問題としている漏洩は粘性流的の漏洩<sup>(5)</sup>であるから本方法も十分実用され得るものである。

### 〔V〕 感 度

以上述べた、3方法により発見出来得る漏洩量の感度は、すべて使用する低圧流量計の感度に依存するが、大体  $10^{-6}$  mmHg l/sec 程度のものが実用されているから、測定感度も大体この程度が限度である。但し〔I〕の方法によれば加圧により漏洩量が増大するから更に一桁小さい漏洩の存在の有無は判る。

### 〔VI〕 特長並びに各方法の比較

次に本方法の特長について考察してみる。

(1) 漏洩量が直接測定出来る。

流量計の分子流領域に於ける特性を応用しているから漏洩測定はすべて実際の漏洩量が直読出来る。これは種々の真空計を用いたり、質量分析計を用いた方法と異なり試験容器の体積やそれを排気する排気速度等に無関係に漏洩が定量的に測定出来るもので、真空設計上許容漏洩量を規定し合理的設計並びに製作試験が出来る。

(2) 試験時間が短時間である。

加圧、減圧法では放出ガスを問題としないし、又トラップ法では速やかに放出ガスが凝縮されるから試験は短時間で出来る。

(3) 測定の確実性

流量計は破損しにくく、操作者の技倆に負う処も殆どないから、容易に確実な測定が可能である。

以上が特長の主なる点であるが、実際の応用に当つてこれ等の方法の適用について述べる。

加圧法は漏洩流量の増大が期待されるから、感度がよ

くなり、従つて金属製容器の如き堅牢なものは、この方法によるのが望ましい。たゞ加圧用円筒や、空気圧縮機の設備が必要である。又大型容器の加圧円筒は尨大となるから、一寸実現性が乏しい。これに反しトラップ法、異種気体法は特殊な設備は余り必要とせず、加圧しないからガラス製のものや、大型容器に応用したら便利であろう。又後者に於ては探傷用物質(水素、炭酸ガス、アルコール、アセトン、エーテル、ベンゾール等)によつて漏洩箇所を発見出来る特長がある。

### 〔VII〕 結 言

以上の如く低圧流量計を応用した3つの真空漏洩測定法について述べた。筆者は電子顕微鏡、電子廻折装置等の組立式真空装置の部品真空試験にこれ等の方法を応用して好結果を得ている。

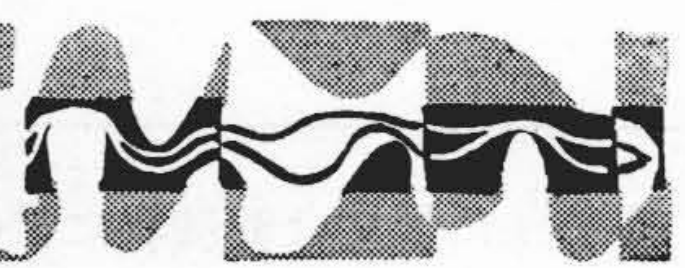
終りに臨み終始御指導を賜つた名古屋大学理学部教授上田良二博士並びに日立製作所中央研究所菊田所長、豊田副所長、主任研究員浜田、明山両博士、須藤、木村研究員及び実験に御援助を頂いた長崎研究員に厚く感謝の意を表す。

### 参 考 文 献

- (1) S. Dushman: Vacuum Technique 370 (1949)
- (2) Guthrie and Wakerling: Vacuum Equipment and Technique 190 (1949)
- (3) 上田、加藤: 応用物理 17, 370 (1948)
- (4) 杉浦義一: 真空技術 1, 7 (1950-2)
- (5) J. Blears and J.H. Leak: Vacuum Physic 20 (1951)
- (6) 上田教授の御教示による。
- (7) 本項の計算は上田教授より筆者宛の 1951, 11, 15 付私信による。







創刊号(大正7年1月)～第34巻第12号(昭和27年12月)

621.317.782 負荷指示器

- 1) 遠方負荷指示装置  
(紹介): 日立評論 18 5 (昭 10. 5) 336
- 2) 遠方負荷指示装置(予定負荷指示装置付)  
滝貞夫: 日立評論 18 7 (昭 10. 7) 449

621.317.784 電力計

- 1) 日立総合負荷電力計  
(紹介): 日立評論 19 12 (昭 11. 12) 823
- 2) MD型直流積算電力計  
(紹介): 日立評論 20 2 (昭 12. 2) 183
- 3) MD型直流積算電力計  
木内勝造: 日立評論 20 5 (昭 12. 5) 339
- 4) 総合電力計  
(紹介): 日立評論 20 11 (昭 12. 11) 742
- 5) CR<sub>22</sub>型耐震型交流電力計及び力率計  
(紹介): 日立評論 22 6 (昭 14. 6) 405

621.317.785 積算電力計

- 1) 日立積算電力計の電流特性改良  
宗像晋介、米岡正四郎、鈴木一夫: 日立評論 31 4 (昭 24. 9) 145～150
- 2) Y-3G型屋外用積算電力計  
宗像晋介: 日立評論 34 12 (昭 27. 12) 1385～1390

621.317.789 その他の電力測定装置

- 1) プロダクションレコーダー  
(紹介): 日立評論 18 8 (昭 10. 8) 508
- 2) Q型プロダクションレコーダー  
木内勝造: 日立評論 19 2 (昭 11. 2) 167
- 3) Q型プロダクションレコーダー  
木内勝造: 日立機械評論 28 (昭 12. 4) 175

621.317.79 種々の特殊電気計器

- 1) 日立FD型回転計  
(紹介): 日立評論 19 7 (昭 11. 7) 500
- 2) FA型交流式電気回転計  
(紹介): 日立評論 19 10 (昭 11. 10) 659
- 3) 電気抵抗式流量計  
(紹介): 日立評論 20 7 (昭 12. 7) 485
- 4) 日立電気抵抗式流量計  
田村誠一: 日立評論 20 9 (昭 12. 9) 613
- 5) D型C式船舶用電気回転計  
(紹介): 日立評論 20 9 (昭 12. 9) 621

6) 日立電気回転計

永田充: 日立評論 20 11 (昭 12. 11) 725

7) 熱計器盤

(紹介): 日立評論 20 11 (昭 12. 11) 741

8) 計数管に関する二三の改良

橋本一二: 日立評論 32 10 (昭 25. 10) 889～898

621.385.832 ブラウン管

- 1) 火花間隙を用いない高速度ブラウン管回路  
秋山正: 日論集 1 1 (昭 23) 5～8
- 2) 残光性ブラウン管  
武藤寛: 日立評論 33 10 (昭 26. 10) 857～863

621.385.833 電子顕微鏡

- 1) 電子超顕微鏡の試作とこれに関する二三の実験  
只野文哉、白神毅: 日立評論 25 8 (昭 17. 8) 431～440
- 2) 電子超顕微鏡の近況と応用  
只野文哉: 日立評論 26 7 (昭 18. 7) 413～420
- 3) 電子顕微鏡によるカーボンブラックの形態的研究  
只野文哉: 日論集 1 1 (昭 23. 3) 1～5

621.385.833.087 電子顕微鏡の観測法

- 1) 電子顕微鏡に於けるレプリカ法  
土倉秀次: 日立評論 33 8 (昭 26. 8) 619～625
- 2) 電子顕微鏡に於けるシャドウイング法  
土倉秀次: 日立評論 33 8 (昭 26. 8) 663～666

621.394/.396.645 増幅器

- 1) 直結型増幅器とその応用  
今尾隆: 日立評論 19 3 (昭 11. 3) 207
- 2) 光電管の一増幅法  
佐藤千里: 日立評論 19 3 (昭 11. 3) 201

621.398.083.72 インパルス法による遠隔測定法

日立 TFP 型衝流式遠隔測定装置  
島田稔: 日立評論 32 1 (昭 25. 1) 1～5

778.31 顕微鏡写真

磁性材料の顕微鏡的考察  
遠藤義夫: 日立評論 14 8 (昭 6. 8) 505

778.37 高速度写真

- 1) 超高速度写真撮影機と工場への応用  
佐野健次: 日立評論 21 9 (昭 13. 9) 641
- 2) リング精紡機トラベラ走行姿勢の瞬間撮影  
日立評論 33 1 (昭 26. 1) 98～99

(久本方)