

真空漏れ探し

河江, 達也
九州大学大学院工学研究院エネルギー量子工学部門

<https://doi.org/10.15017/11049>

出版情報 : 九州大学極低温実験室だより. 1, pp.29-35, 2000-10. Cryogenic Laboratory, Faculty of Science, Kyushu University

バージョン :

権利関係 :

真空漏れ探し

大学院工学研究院エネルギー量子工学部門 河江 達也

1. はじめに

現在実験系研究室においてその到達真空度の違いはあるにしろ、大気圧より低い圧力状態（この状態を真空と呼ぶことにします）を使用しない研究室は皆無ではないか、と思われるほど真空技術は重要な基盤技術になっています。その真空状態を生成する場合必ず直面する技術的問題が真空漏れです。もちろん、許容範囲内の真空漏れ（リーク）ならば良いのですが、その漏れが許容を越えるものであれば、許容範囲内に修理する必要があります。特に極低温実験を行う上で断熱真空槽の真空漏れは実験を行う上で致命傷になります。

極低温実験室ではこの真空漏れ探しを行う上で強力な武器になる装置、ヘリウム・リークディテクターを昨年度の予算にて購入しました。この技術ノートでは、より多くの低温施設ユーザーにヘリウム・リークディテクターを利用してもらうことを目的に、装置の簡単な原理、特徴及び使用環境を説明したいと思います。またロータリーポンプで生成する真空領域の真空漏れならば、リークディテクターを使わなくて場所の特定が出来ることが多々あります。そのような簡単な漏れ探し法も紹介したいと思います。文末に真空技術に関する参考文献をあげていますので、さらに詳しく調べたい場合はそちらを参照して下さい。

2. 真空漏れとは

我々が真空漏れを実感するのは、これまで正常に使っていた容器、あるいは新しく購入した装置に対して必要な真空が得られなかった場合です。この原因が本当に真空漏れによるものか、あるいは他の原因によるものかをチェックする必要があります。特に注意を要するのが、真空容器等の表面に吸着した水蒸気他の気体が排気の際に徐々に表面から放出される場合です。このような場合は真空漏れがないにもかかわらず到達圧力が良くなりません。金属製の容器の場合は温度を100度以上に上げベーキングを行うことも可能ですが、一般的にはそのような構造になっていません。まずは排気をする前に表面をふき取るなどして水分等の残留を防ぐことが重要です。また、高真空を必要とする際は表面積の大きい真空ゴム管を排気ラインの一部に使用することは避けなければいけません。ただし油拡散ポンプ等の補助排気などでは問題はありません。

また、多くの低温寒剤ユーザーがヘリウムガスを使うと思います。このヘリウムガスはガラスや高分子材料を透過します。特に温度が高い場合は指数的に透過が進みます。これによって真空度が悪くなり、真空漏れと同様の症状を示すことがあるので注意を要します。

これら二つの例は真空漏れとしては扱いません。これらに対して真空漏れは検査したい容器を加圧あるいは減圧した場合、実際にガスが噴出あるいは侵入している状況です。この漏れの箇所を発見するた

めに種々な漏れ探し法があり、その1つがヘリウム・リークディテクターと呼ばれる専用機器を用いる方法です。ところでこのヘリウム・リークディテクターは、プローブガスとして用いるヘリウム4 (^4He) ガスにのみ高感度であり、他のガスに対しての感度は非常に低いという理想的な漏れ検出器です。これにより超高感度の漏れ探しが可能になります。しかしながら、上にも書きましたように比較的大きな真空漏れに対してはこの装置を使用しなくても特定可能な場合もありますし、さらには装置が高感度過ぎその特定が難しい場合も出てきます。本ノートではまず、各研究室で簡単に行える真空漏れ有無のチェック方法、比較的大きな真空漏れの検出法を紹介したいと思います。その後ヘリウム・リークディテクターの簡単な原理、特徴を述べた上で装置の使用方法を説明して行きたいと思います。

3. 真空漏れ探し

(1) 真空放置法

試験容器を真空状態に保ち、真空度の時間変化より漏れの有無を確認します。最も基本的な方法で、真空度の上昇具合が悪い場合などのチェックに非常に有効です。ただし上で述べたようにガス放出との区別が重要です。真空度の悪化が時間の関数として悪化するのであれば漏れと考えて良いと思われれます。漏れの大きさに対して試験体の容積が非常に大きい場合は、長時間を要しあまり有効ではありません。

真空放置法とは逆に加圧した状態で放置する方法もあります。

(2) 加圧発泡法

試験容器を窒素ガスなどで加圧しリークの疑われる箇所に石鹼水（市販の中性洗剤を水で～10倍程度に薄める）を塗布していきます。漏れがあればその箇所では泡が立ちます。ロータリーポンプで排気した際、100Pa以上の真空度しか得られない場合この方法が有効です。もちろん、圧力値を大きくすればより小さな漏れも検出可能になります。しかし真空装置は内から外への力に対して丈夫でない構造のものが多いので、加圧のしすぎにはくれぐれも注意しなければいけません。例えば金属製の真空配管（1インチ程度）をチェックするのであれば筆者は0.1～0.2気圧を最大圧にしています。最大圧は試験体の材質、構造、体積に大きく依存するので各自判断して下さい。

(3) エタノールと真空計を使用する方法

リークの疑われる箇所にエタノールをかけていき、その侵入による真空計の変化を見ていきます。この方法は使用する真空計の感度領域に大きく依存しますが、使用する真空計を上手く選べば、大気圧に近いかなり悪い真空度しか得られない場合から、1 Pa 程度あるいはそれ以下の真空度は得られるが小さなリークがある場合など、非常に広範な圧力域の漏れテストにおいて有効です。加圧発泡法では見つからない漏れも見つかる場合があります。真空計としてガイスラー管を使用した場合が最も変化を捉えやすく、プローブガスであるアルコール分子が侵入するとガイスラー管のグロー放電の色が青白く変色していきます。しかしながら現在はガイスラー管はそれほど多く使用されていません。低真空から使用可能なピラニー真空計やサーモカップル真空計でもエタノールの侵入による真空度の悪化を見分けることが可能です。ただし、漏れの箇所と真空計の取り付け位置などが離れている場合、反応が鈍くなり変化を見分けにくい場合があります。また高真空領域で熱電極電離真空計（イオンゲージ真空計）を使った同様なテストも可能ですが、大量のエタノールの侵入によってフィラメントを焼き切ってしまう場合も

あるので注意が必要です。このような高真空領域での漏れテストでは、次に紹介するヘリウム・リークディテクターを使用する方法が有効です。

(4) ヘリウム・リークディテクターを用いる方法

・原理

プローブガスとして ^4He ガスを用い、質量分析器の動作領域をその ^4He ガスに合わせることによって超高感度の漏れ検出をする方法が、ヘリウム・リークディテクター法の原理です。 ^4He ガスをプローブガスとして用いるのは識別が容易、侵入しやすい、毒性がない、吸着エネルギーが少ない、大気中のバックグラウンドが少ない等多くの利点があるからです。

次にヘリウム・リークディテクターの構成を説明したいと思います。主要部分は質量分析器と真空排気系からなっています。質量分析器はイオン化された気体分子を電場によって加速した後、磁場によって運動方向を変え、質量数4を持つ粒子を捕捉出来るようにしておき、そのイオンによる電流を計測します。つまり真空状態を作りだしリーク箇所から飛来してくる ^4He ガスを捕獲し、その変化よりリークの有無を確認するわけです。

・HELIOT 304 について

ここで今回極低温実験室で購入した、ヘリウム・リークディテクターHELIOT 304の動作について簡単に説明します。図1に本体の構成図を示しています。この装置の最大の特徴は自動でリークテストを行うこと、非常に真空度が悪い状態（ $\sim 1000\text{Pa}$ ）からリークテストが可能なことです。図2にリークディテクター内排気系統図を示しています。排気はターボ分子ポンプとそのバックのフォアポンプ（ロータリーポンプ）で行います。図2に示すように分析管（質量分析器）はターボ分子ポンプの前についており、そこに至る ^4He ガスの経路として3種類のバルブ（TV1～3）があります。漏れテストを行う際は、装置の到達真空度に応じて各バルブが順次開閉し、それに対応する感度領域でリークテストを行う仕組みになっているわけです。例えば高真空領域に到達し、ターボ分子ポンプ前のバルブTV1を開くことが出来れば、最も高感度測定が可能になります。逆に真空度が悪い場合はTV3しか開くことが出来ないのですが、分析管に入る ^4He ガスはターボポンプのうしろから回り込んでくるため微量になるので、この真空度でも分析が可能になります。もちろん圧力値に対するバルブの選択は装置が自動的に行います。

・ヘリウム・リークディテクターによる漏れテスト

ここでは実際に漏れテストを行う際の注意点を述べておきます。ヘリウム・リークディテクターの詳しい使用法は、マニュアルにゆづります。難しいものではありませんので、使用する際各自が熟読して下さい。

まず試験容器との接続方法を説明します。図3にヘリウム・リークディテクター外側の配管を示していますが、装置はリークディテクターHELIOT 304本体と粗引き用の外部ポンプからなっております。リークディテクター出口にはKF25フランジが装備されており、試験体とはそれを通して接続します。また、KF16, KF40ポートへの変換アダプター、長さ約1メートルのKF25付フレキシブルチューブも管理室の方に準備しております。もし装置を使いたいのであれば、これらと試験体を接続出来るように準備してもらえれば、いつでもリークテストが出来るわけです。粗引き用ポンプは試験体の初期排気に用

います。

次に実際のテストですが、以下のような点を特に注意して準備を進めて下さい。

・試験体内部の水分等の汚れをとっておいて下さい。汚れはリークテストの感度低下だけでなく、分析管の汚れになり装置自体の感度も低下させていきます。

・リークテスト時誤って大気開放してしまわないように、ヘリウム・リークディテクター引き口までの配管は、しっかりしたものにして下さい。真空度の急激な悪化さらには異物の混入は、分析管フィラメントの断線やターボ分子ポンプの破損を招くなど故障の最大原因となります。

リークテストはヘリウム・リークディテクターの反応を見ながら、ヘリウムガンで漏れの疑われる場所にヘリウムガスをかけながら、その特定を行っていきます。しかしリークディテクターは非常に高感度のため、リーク場所以外をテストしていてもガスがまわりこんできて、誤って漏れと判断してしまうことが多々あります。それを避けるため室内の換気は良くする、大量の ^4He ガスを使わないなどの注意が必要です。また複雑な配管や低温用クライオスタットなどのように、非常に多くの接合部分がある場合は他の場所からの ^4He ガスの回り込みの可能性があり、場所の特定が難しい場合があります。そのような場合は、図4に示すように漏れが疑われる場所をビニール袋等で覆い、他の場所からのガスの回り込みを極力少なくする、あるいは各パーツごとに分解してテストしていくなどの工夫をおこなえば、非常に正確な漏れ箇所の特特定が可能になります。多くの接合部分がある場合は、テスト時にビニール袋とテープを準備しておくことをお勧めします。

もう1つ注意する点としてとして ^4He ガスの拡散による影響です。これもリークと間違えないよう注意が必要です。長時間リークテストを行っていると必然的に ^4He ガスが室内に増えていき、これがOリング等の高分子化合物を通して拡散し、装置内へ侵入する場合があります。拡散の場合は時間とともに指数的にバックグラウンドが上昇する、温度に対して拡散速度が大きく変化するなどの特徴がありますので、レコーダー等に記録してその変化より判別します。

・使用場所

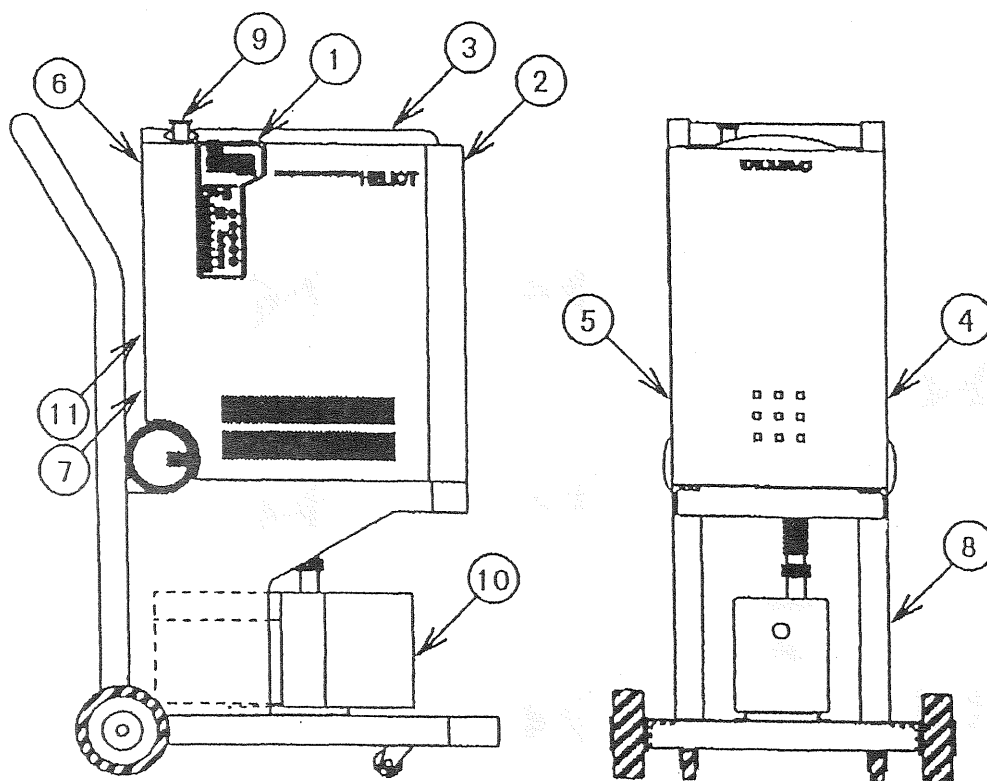
この装置は振動・衝撃に非常に弱く移動などは出来れば避けた方がよいため、使用場所は基本的には極低温実験室内としています。テストしたいものを持ってくれば、極低温棟内でやることは全く問題ありません。どうしても移動できない大型の装置の場合には貸し出しも考慮します。その際は車の荷台に乗せて移動するなどして、振動を避けるようにしてもらうことになります。

ヘリウム・リークディテクターは非常に便利な装置です。多くの方々の利用をお待ちしています。

参考文献

- ・堀越源一：物理工学実験4、真空技術第3版（東大出版会,1994）
- ・本河光博、三浦登：実験物理学講座2、基礎技術Ⅱ 実験環境技術第5章（丸善,1999）

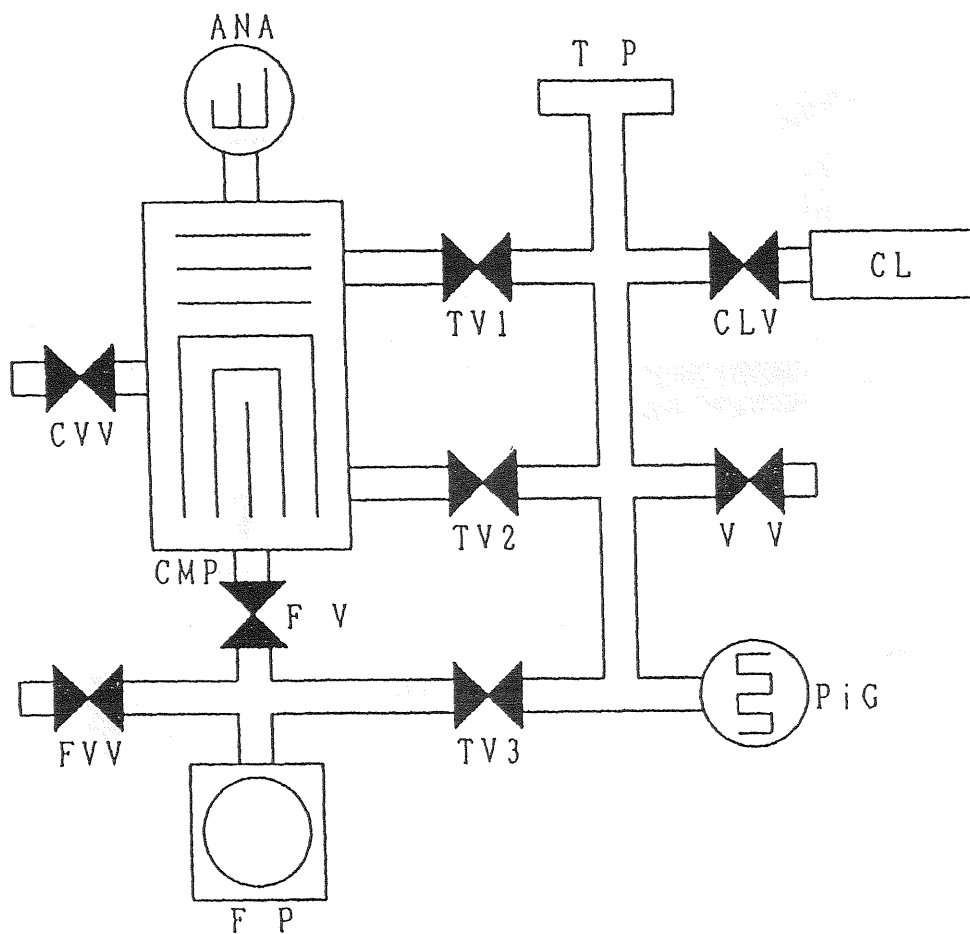
図 1



No	名称	機能
1	コントローラ	HELIOTの操作を行うコントローラ
2	前面パネル	ピラニ測定子、コントロールボード1が収納
3	上面パネル	イオンソース、複合分子ポンプが収納
4	右側面パネル	ロータリーポンプ、コントロールボード2が収納
5	左側面パネル	分析管、排気系部品、コントローラが収納
6	裏面パネル	複合分子ポンプ、ロータリーポンプのメンテナンス
7	コネクタパネル	電源、アクセサリなどの入出力
8	キャリーカート	移動に使用
9	テストポート	NW16のフランジの試験体接続ポート
10	ロータリーポンプ	粗引き兼用、補助排気ポンプ
11	バージポート	試験体を大気解放したくないときのガス導入口

※ パネルの機能欄にはそのパネルの内側に収納してある部品名称を記載してあります。
 ※ 11のバージポートはダスト吸引の可能性があるため、標準出荷状態では内部接続していません。ガスを導入しテストポートバージを行う際には、テストポートバージ方法をご参照下さい。

図 2



No	名称	機能
1	TP	テストポートです。試験体を接続します。
2	CL	校正リークです。基準ヘリウムを出力します。
3	CLV	校正リーク開閉バルブです。
4	VV	ベントバルブです。テストポートをベントします。
5	PiG	ピラニ測定子です。テストポートの圧力を測定します。
6	TV1	テストバルブです。ファインリークフローのバルブです。
7	TV2	テストバルブです。ミドルリークフローのバルブです。
8	TV3	テストバルブです。グロスリークフローのバルブです。
9	ANA	分析管です。ヘリウムをイオン化し、検出します。
10	CMP	複合分子ポンプです。
11	CVV	複合分子ポンプのベントバルブです。
12	FV	フォアラインバルブです。
13	FVV	フォアラインのベントバルブです。
14	FP	フォアポンプです。

