

2004年度卒業研究

ファイファー真空ゲージを用いた真空リーク試験

クオーク核物理研究室

00310053

岩切 浩世

目次

1 . 目的	2
2 . ファイファー真空ゲージの測定原理	2
2.1 真空度測定の原理	2
2.2 コールドカソード測定システムの原理	3
2.3 ピラニー測定システムの原理	5
3. 実験方法	
3.1 リークの有無の検査	6
3.2 リーク発生箇所の調査方法	7
4. 実験結果、考察	7
5. まとめ	13
参考文献	13

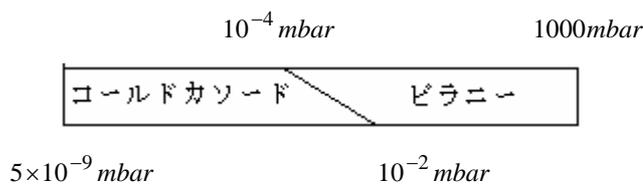
1 目的

よい真空を得るためには、吸着気体の離脱ばかりでなく、部品間のつなぎ目などから漏れてくる大気を抑えなければならない。この漏れを捜す検査をリーク試験という。よい真空状態を得るためにリーク試験を行う。今回はファイファー真空ゲージ PKR 2 5 1 を用いて、真空放置法によりリーク試験を行う。また、ガイスラー管法でリーク箇所の特定を行う。

2 ファイファー真空ゲージの測定原理

PKR 2 5 1 ゲージは、2つの独立した測定システム（ピラニー、および逆マグネトロン原理によるコールドカソードシステム）から構成されている。この2つのシステムが組み合わされ、ユーザーから見ると1つの測定システムのようにになっている。

測定を行う特定の圧力範囲で最適になるように、測定に関する設定が行われる。



- ・ピラニー測定回路は常時 ON になっている。
- ・コールドカソード測定回路はピラニー回路により制御され
圧力 $< 1 \times 10^{-2} \text{ mbar}$ の範囲でのみ ON になる。

<PKR251 の技術データ>

圧力測定範囲(空気、 N_2) ; $5 \times 10^{-9} \sim 1000 \text{ mbar}$

精度 ; $1 \times 10^{-8} \sim 100 \text{ mbar}$ の範囲で約 $\pm 30\%$

許容温度 保管時 ; $-40 \sim +65$

使用時 ; $+5 \sim +55$

外部磁場からの影響については、偏極標的用電磁石（電流 6 0 0 A で 2 . 5 T）の周辺部で 1 0 0 A ~ 6 0 0 A の場合に、PKR251 を使い真空度の変化を調べてみたが、影響はなかった。

2.1 真空度測定の原理

真空容器内に温度 T で熱平衡状態にある気体は、 $3/2 k T$ の運動エネルギーをもって飛び回り、平均 5 0 0 m/s の速度で壁に衝突し跳ね返される。壁は常に気体分子を受け止め跳ね返しているため、反動として「力」を受ける。これが圧力であり、単位面積あたりの力として表わされる。まず、真空度測定の基本は「単位面積当りに及ぼされる力」を直接測定することである。

また、十分に低い圧力(希薄気体)で、気体の液化点よりも十分高い温度で完全に熱的平衡状態にある気体は、理想気体として扱えるので気体の分子密度を n 、絶対温度を T 、モル数 N とすれば、理想気体の状態方程式より圧力 P は、

$$P = \frac{N}{V} RT = \frac{N \cdot N_0}{V} \times \frac{R}{N_0} T = nkT$$

と表わされる。ここで、 N_0 はアボガドロ数、 k はボルツマン定数である。この式から圧力を測定するためには、「気体分子密度 n を測る」とよいことになる。これに加えて、気体の性質（熱伝導や粘性など）が密度によって変化することを利用し、圧力に依存するこれらの物理量を測ることによって間接的に圧力を求める方法がある。真空計は測定原理から分類すると以下の3つに大別される。

- 力を測定する真空計
- 気体の分子密度を測定する真空計
- 圧力に依存する物理量を測定する真空計

2.2 コールドカソード測定システムの原理

コールドカソード測定システムは、「気体の分子密度を測定する」ことによって圧力を測定する真空計で、電離真空計と呼ばれる種類に属するものである。実際には気体分子数を直接測定するのではなく、電子などを用いて気体分子を電離（イオン化）し、そのイオンの個数をイオン電流（ I_i ）として測定し、生ずるイオンの個数が分子密度、つまり圧力に比例することを利用する。イオンの個数は電離作用を持つ電子の個数や電子の走行距離および気体分子のイオン化効率（イオンのできやすさ）に関係することが考えられる。

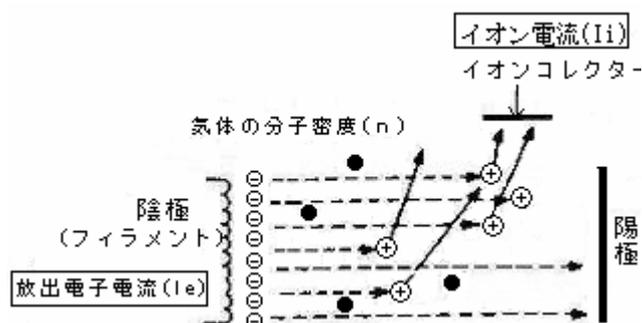


図1：電離真空計の原理

図1のように気体の分子密度が n の状態である空間に置かれた陰極から、電子が毎秒 N_e 個発生し、陽極に向かって放出されているとする。この電子が陽極に到達するまでに距離 L を走行し、電子が気体分子と衝突せずに陽極まで到達する確率は、

$$= \exp(-nL)$$

となる。ここで、 σ は陰極から放出された電子が気体分子と衝突したときの断面積で、イオンのできやすさである。電子が気体分子と衝突し、電離に関与する確率 $1 - \exp(-\sigma nL)$ は、

$$1 - \exp(-\sigma nL) \sim 1 - (1 - \sigma nL) = \sigma nL$$

上記の計算の近似が成立する条件は、 $\sigma nL \ll 1$ のときである。

この式から、 β が大きく、気体分子が多く、電子の走行距離が長いほど気体分子を電離することがわかる。 β は電子のエネルギーに大きく依存する。電離に関与する電子の状態は、気体分子の種類によって異なるから、 β は気体の種類によっても異なる。ここで、電子が気体分子に衝突してもイオン化しない場合もあると考えられる。このような場合を減らすため、気体分子をイオン化しやすい状態を作る。それは、 β が最大となるようなエネルギーを持つ電子を与える電圧をかけた状態である。電子のエネルギーが高すぎると、1つの電子が2回電離に関わることや、全く電離に影響を与えない可能性がある。エネルギーが低すぎると、気体分子から電離させることができない。 β は、電子のエネルギーがほぼ 100 ~ 150eV のときに最大値を持つ。よって、イオン化しない場合は微少なため無視できる。電子のエネルギーは、陽極に達するまで気体分子と衝突しながら絶えず変化するので、 β も変化する。そこで、 β の平均値を $\langle \beta \rangle$ とすると、 N_e 個の電子によってイオン化されたイオン数 N は、

$$N = N_e (1 - \langle \beta \rangle) = N_e \cdot \langle \beta \rangle nL$$

となる。生成されたイオンがすべて1価のイオンとし、イオンコレクター（イオンを集める電極）に集められるイオンの割合（集イオン効率）を η とすると（イオンの一部は陰極にも流れる）実測されるイオン電流 I_i は、

$$I_i = N \cdot e \cdot \beta = N_e \cdot \langle \beta \rangle nL \cdot e \cdot \beta = \langle \beta \rangle nL \cdot I_e \cdot \beta = \frac{\langle \beta \rangle L}{kT} \cdot \beta \cdot I_e \cdot P$$

となる。放出電子電流 I_e を一定にすると、 I_i は P (圧力) に比例する。

コールドカソード測定システムは、電場電子放出による電子や2次電子などを用いた冷陰極放電により気体を電離する方法を用いた真空計である。磁場を用いて電子の走行距離を長くし、気体の電離効率を上げている。

(a) ペニング型

(b) マグネトロン型

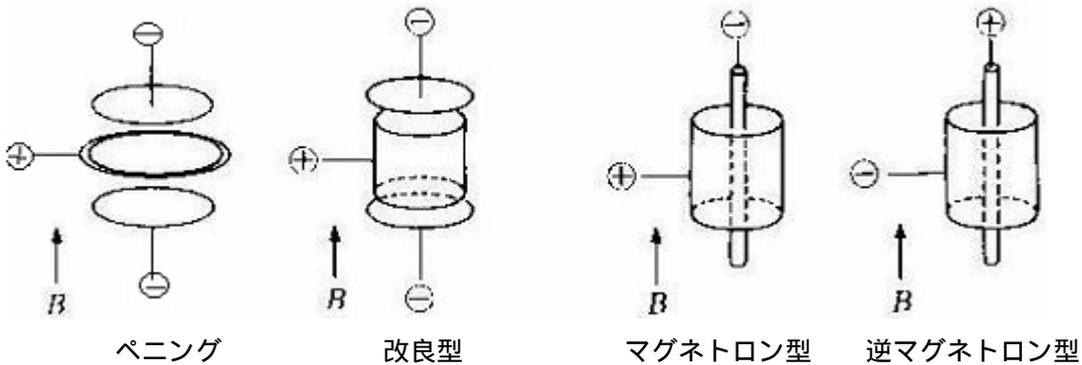


図2：コールドカソード測定システムの概略

図2に示すように磁場 (B) と電場 (E) の関係から、コールドカソード測定システムは2種類に分類でき、B と E が平行になっているペニング型真空計と、B と E が直交してい

るマグネトロン型真空計がある。ファイファー真空ゲージは逆マグネトロン型である。陰極から出た電子は電気力線に沿って陽極に向かうが、Bのためにローレンツ力Fの力を受け、速度vの方向と垂直な方向に曲げられる。

$$F = -e[v \times B]$$

ここで、vは電子の平均速度[m/s]、Fはローレンツ力[N]、eは電子の電荷[c]、Bは磁場[Wb/m²]である。電子はローレンツ力を受けてらせん運動をし、その走行距離を延ばすことになる。マグネトロン型、逆マグネトロン型の真空計は、電場と磁場の組合せにより、電子が陽極に達するまでにきわめて長い距離を運動するような構造になっていて、気体分子を有効にイオン化する。そのため、超高真空の測定に用いられ、測定下限は10⁻¹¹ Paといわれている。しかし、磁場を用いた放電には複雑な現象がからみやすく、また圧力とイオン電流との比例関係も充分ではないが、 I_i と p との間には、 I

$$I_i \propto p^n \quad (1.1 < n < 1.4)$$

のような関係があることが実験的に知られている。

2.3 ピラニー測定システムの原理

ピラニー測定システムの真空計は、「圧力に依存する物理量を測定する」ことによって圧力を測定する真空計である。圧力に依存する物理量として、熱伝導特性を利用している。熱エネルギーの輸送現象である熱伝導は、気体分子どうしの衝突が無視できるような領域では圧力に依存して変化するので、この性質の変化を利用して低い圧力を測ることができる。図4に示すような分子密度がnの気体中に張られた熱線に電流を流し、熱的に平衡に達している場合を考える。単位時間あたりに発生するジュール熱Qは、以下のように与えられる。

$$Q = Q_R + Q_L + Q_C$$

ここで、 Q_R ：単位時間あたりに熱輻射によって失われる熱量

Q_L ：単位時間あたりにリード線による熱伝導で失われる熱量

Q_C ：単位時間あたりに気体分子の熱伝導によって失われる熱量

Q_R と Q_L は壁の温度や線の形状、材質に依存するが、圧力には依存しない熱損失である。 Q_C は圧力によって変化する。これは、冷たい気体分子が温度の高い熱線の表面に衝突すると、分子はエネルギーを得て飛び去り、熱線はエネルギーを失うからである。このことから、 Q_C は気体分子の熱線への衝突頻度、つまり圧力に比例することがわかる。

しかし、圧力の低いところでは圧力と Q_C は比例するが、圧力の高いところでは圧力に関係なく Q_C は一定となる。これは、圧力が増すと熱エネルギーを運ぶ分子数は増加するが、同時に分子の自由行程が短くなり、1個の分子の運ぶ熱エネルギーの量が少なくなるからである。圧力が低くなると、熱線に衝突した分子は他の気体分子に衝突することなく壁に到達する。よって、熱線への衝突頻度は圧力に比例するから、 Q_C も圧力に比例する。

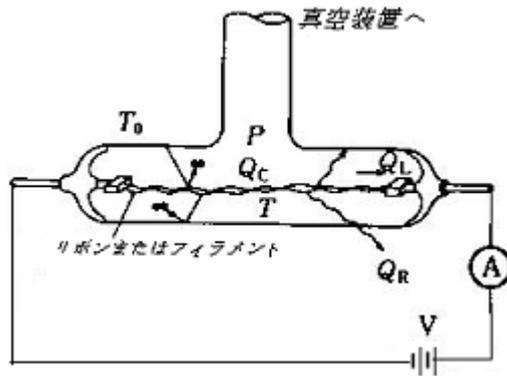


図4：熱伝導真空計の概略

ピラニー測定回路の真空計は、熱線の温度変化を電気抵抗の変化として測定する。図5に示すようにホイートストンブリッジ回路を組む。充分低い圧力でブリッジを平衡にさせる。ブリッジの平衡条件は、 $R_1 \times R_3 = R \times R_2$ であり、このときガノバルメーターには電流が全く流れない。圧力が変わると熱線の温度が変わり、測定球の熱線の抵抗 R が変わるのでブリッジの平衡が崩れる。ブリッジの平衡が崩れると、ガノバルメーターに電流が流れる。この不平衡状態を検出し、圧力を測定する。

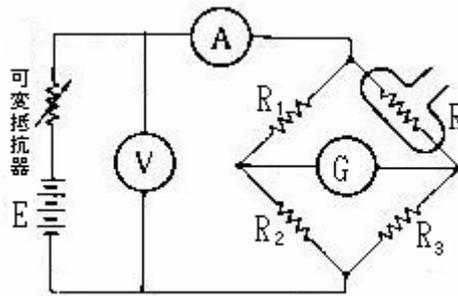


図5：ピラニー真空計の概略

3 実験方法

3.1 リークの有無の検査

容器内に存在している気体、外部から漏れてくる(リーク)気体、真空容器の壁表面や内部から放出する気体、真空ポンプから逆流する気体のすべてをポンプで排気し、真空状態で密閉する。一定時間が経過した後、圧力上昇を測定し、リークの有無を検査する。リークの有無は、以下の様な計算によって判断する。

a 扱っている気体を理想気体として考えると、理想気体の状態方程式より

$$PV=NRT \quad N=\frac{V}{RT}P$$

体積 $V(m^3)$ 、 $T=300(K)$ 、 $R=8.31441(Pa \cdot m^3/K \cdot mol)$ とし、測定した真空値 $P(Pa \quad 1Torr=133.322Pa)$ を代入して、30分毎に増加したモル数 $N(mol)$ を計算

し、単位時間あたりのリーク量(mol/s)を求める。

b 次に、文献「J.Vac.Sci.Technol.A13.520(1995)」により、ステンレス鋼の容器を大気圧から一定時間排気したとき、容器の壁表面や内部から放出する気体の放出速度は、

$$1 \text{ 時間排気した場合} \quad 5.0 \times 10^{-7} (\text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2)$$

$$2 \text{ 時間排気した場合} \quad 2.0 \times 10^{-7} (\text{Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s} \cdot \text{m}^2)$$

である。上記の気体放出速度を単位時間あたりのリーク量に換算する。排気した容器の内部表面積を $S (\text{m}^2)$ として、

$$1 \text{ 時間排気した場合} \quad 5.0 \times 10^{-7} \times \frac{1}{RT} \times S \quad (\text{mol/s})$$

$$2 \text{ 時間排気した場合} \quad 2.0 \times 10^{-7} \times \frac{1}{RT} \times S \quad (\text{mol/s})$$

a と b から得られた単位時間あたりのリーク量を比べ、リークの有無を判断する。ただし、文献「J.Vac.Sci.Technol.A13.520(1995)」によるデータは、使用しているポンプの種類や性能が不明である。また、排気した容器の体積や、内部表面積の値にはある程度の誤差が含まれている。さらに、扱っている気体を理想気体としている。このような3点から、a と b の単位時間あたりのリーク量は、差が 1, 2 桁の場合はリークがないと判断できる。よって、それ以上の場合はリークがあると判断する。

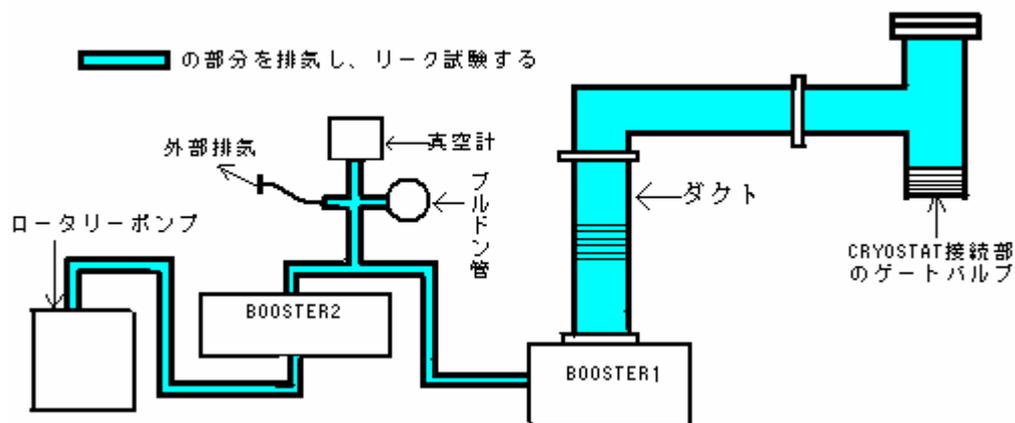
3.2 リーク発生箇所の調査方法

< ガイ斯拉ー管法 >

容器を排気し、漏れが生じる可能性のある場所にアルコールなどを塗布する。すると、ガイ斯拉ー管の放電色が変化する。アルコールを塗布した場合は、放電の色が赤みを帯びる。色の微妙な変化を見分け、読み取る方法。ガイ斯拉ー放電の色は、 $7.5 \times 10^{-3} \text{ Torr} \sim 7.5 \text{ Torr}$ の圧力範囲が見分けやすい。検出感度は、 $4.01 \times 10^{-10} \text{ mol/s} [10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 / \text{s}]$ 程度である。

4 実験結果、考察

『He3 系ポンプから CRYOSTAT 接続部のゲートバルブまでのダクト』のリーク試験



BOOSTER 1 ポンプのオイルにオイルを入れない場合と入れた場合についてリークの有無を検査した。ロータリーポンプを使用し、約15時間排気した。

a の計算結果は下記の表のようになる。体積 $V=0.16 \text{ m}^3$ である。

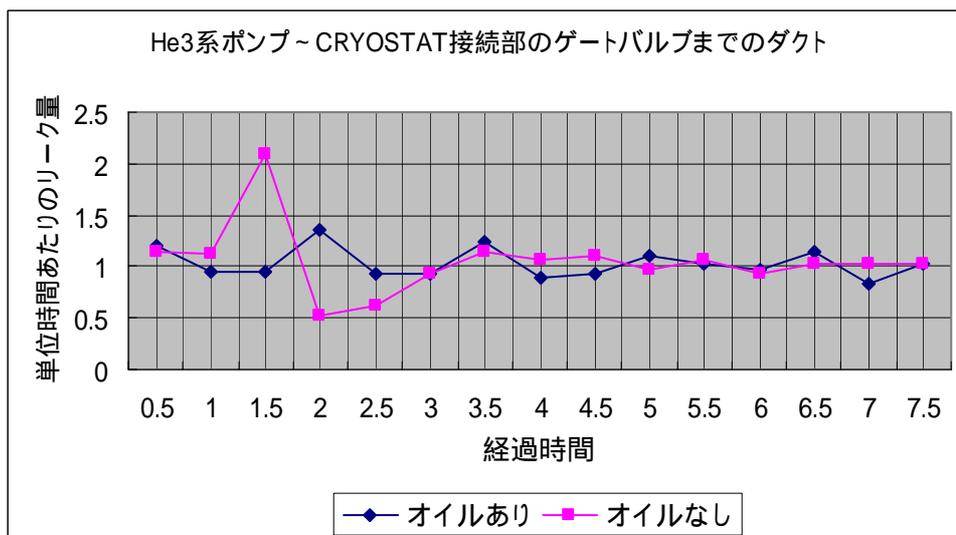
・オイルなし

経過時間	圧力 P (Torr)	0.5h ごとの増加モル数 ($\times 10^{-6} \text{ mol}$)	単位時間あたりのリーク量 ($\times 10^{-6} \text{ mol/s}$)
0.5 h	0.0263		
0.5 h	0.283	2048	1.14
1.0 h	0.535	2011	1.12
1.5 h	1.02	3770	2.10
2.0 h	1.14	958	0.53
2.5 h	1.28	1117	0.62
3.0 h	1.49	1676	0.93
3.5 h	1.75	2075	1.15
4.0 h	1.99	1915	1.06
4.5 h	2.24	1995	1.11
5.0 h	2.46	1756	0.98
5.5 h	2.70	1915	1.06
6.0 h	2.91	1676	0.93
6.5 h	3.14	1835	1.02
7.0 h	3.37	1835	1.02
7.5 h	3.60	1835	1.02

・オイルあり

経過時間	圧力 P (Torr)	0.5h ごとの増加モル数 ($\times 10^{-6}$ mol)	単位時間あたりのリーク量 ($\times 10^{-6}$ mol/s)
0.5 h	0.298	2158	1.20
1.0 h	0.512	1708	0.95
1.5 h	0.726	1708	0.95
2.0 h	1.03	2426	1.35
2.5 h	1.24	1676	0.93
3.0 h	1.45	1676	0.93
3.5 h	1.73	2234	1.24
4.0 h	1.93	1596	0.89
4.5 h	2.14	1676	0.93
5.0 h	2.39	1995	1.11
5.5 h	2.62	1835	1.02
6.0 h	2.84	1756	0.98
6.5 h	3.10	2075	1.15
7.0 h	3.29	1516	0.84
7.5 h	3.52	1835	1.02

オイルなしの場合、オイルありの場合、それぞれの経過時間(h)に対する単位時間あたりのリーク量($\times 10^{-6}$ mol/s)をグラフにすると、以下のようになる。



このグラフから、BOOSTER1 にオイルを入れない場合と入れた場合とでは単位時間あたりのリーク量に違いが見られない。また、時間が経過するとリーク量は減少し、一

定になってきた。

b の計算によって得られた、単位時間あたりのリーク量(mol/s)は以下の通りである。容器の内部表面積 $S=3.70 \text{ m}^2$ である。

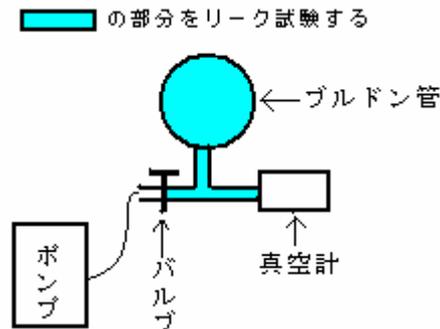
$$1 \text{ 時間排気した場合 } 5.0 \times 10^{-7} \times \frac{1}{RT} \times 3.70 = 0.74 \times 10^{-11} (\text{mol/s})$$

$$2 \text{ 時間排気した場合 } 2.0 \times 10^{-7} \times \frac{1}{RT} \times 3.70 = 0.30 \times 10^{-11} (\text{mol/s})$$

a と b の結果を比べてみると、明らかに外部から漏れてくる気体(リーク)があることがわかる。グラフからわかるように、BOOSTER1 にオイルを入れた場合と入れない場合ではリーク量に違いがみられない。よって、オイル注入部はリーク発生箇所ではない。

次に、ガイスラー管法により、リーク発生箇所の調査を行う。今回のリーク量はオイルなしの場合が、 $0.53 \sim 1.15 \times 10^{-6} \text{ mol/s}$ 、オイルありの場合が $0.84 \sim 1.35 \times 10^{-6} \text{ mol/s}$ となりどちらも十分検出できるリーク量である。ただし、リーク箇所がまだ見つかっていないので、今後さらに調べる。

『ブルドン管』のリーク試験



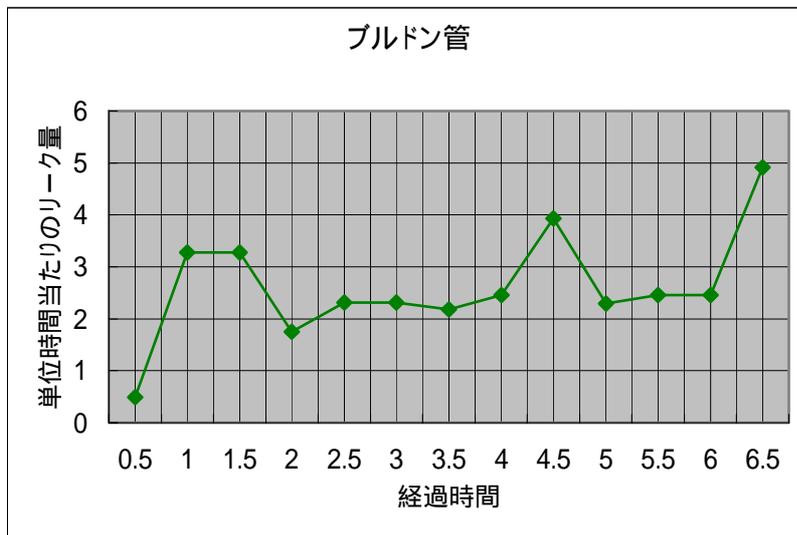
排気時間は、約 15 時間である。

a の計算結果は下記の表のようになる。体積 $V=55.2 \times 10^{-6} \text{ m}^3$ である。

	圧力 P ($\times 10^{-2}$ Torr)	0.5h ごとの増加モル数 ($\times 10^{-8}$ mol)	単位時間あたりのリーク量 ($\times 10^{-11}$ mol/s)
経過時間	0.78		
0.5 h	1.08	0.89	0.49
1.0 h	3.08	5.90	3.28
1.5 h	5.08	5.90	3.28
2.0 h	6.15	3.16	1.75
2.5 h	7.56	4.16	2.31
3.0 h	8.97	4.16	2.31
3.5 h	10.3	3.92	2.18

4.0 h	11.8	4.43	2.46
4.5 h	14.2	7.08	3.93
5.0 h	15.6	4.13	2.30
5.5 h	17.1	4.43	2.46
6.0 h	18.6	4.43	2.46
6.5 h	21.6	8.85	4.92

経過時間(h)に対する単位時間あたりのリーク量($\times 10^{-11}$ mol/s)をグラフにすると、次のようになる。



グラフより、多少のゆらぎはあるが、単位時間あたりのリーク量はほぼ一定であると考えられる。

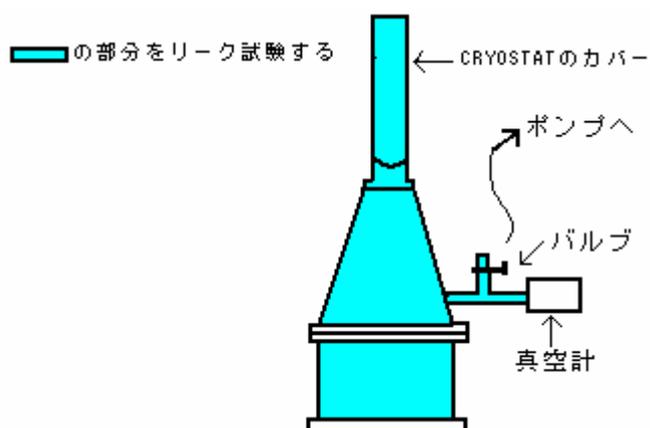
b の計算によって得られた、単位時間あたりのリーク量(mol/s)は以下の通りである。容器の内部表面積 $S=132 \times 10^{-4} \text{ m}^2$ である。

$$1 \text{ 時間排気した場合} \quad 5.0 \times 10^{-7} \times \frac{1}{RT} \times 132 \times 10^{-4} = 0.26 \times 10^{-11} \text{ mol/s}$$

$$2 \text{ 時間排気した場合} \quad 2.0 \times 10^{-7} \times \frac{1}{RT} \times 132 \times 10^{-4} = 0.11 \times 10^{-11} \text{ mol/s}$$

a と b の結果を比べてみると、差はほとんどない。よって、リークはないと判断できる。

『CRYOSTAT のカバー』のリーク試験



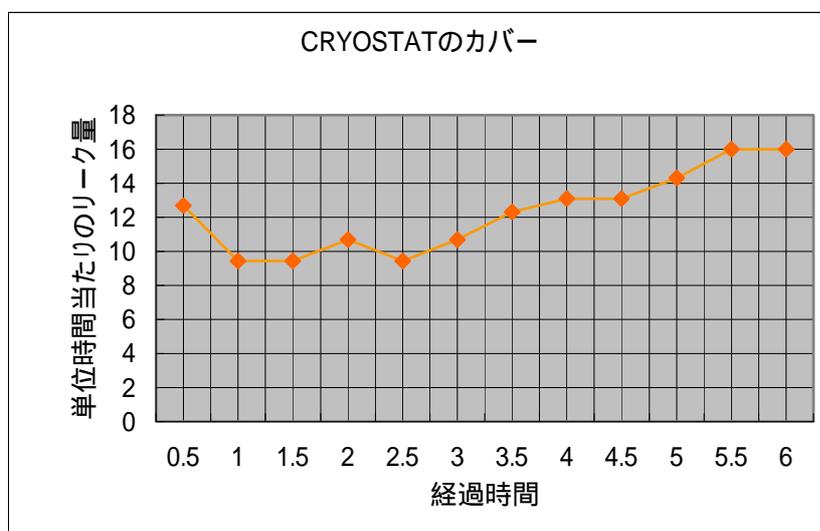
排気時間は、約 1.5 時間である。

a の計算結果は下記の表のようになる。体積 $V = 0.14 \text{ m}^3$ である。

	圧力 P ($\times 10^{-2}$ Torr)	0.5h ごとの増加モル数 ($\times 10^{-8}$ mol)	単位時間あたりのリーク量 ($\times 10^{-10}$ mol/s)
経過時間	1.60		
0.5 h	1.91	229	12.7
1.0 h	2.14	170	9.44
1.5 h	2.37	170	9.44
2.0 h	2.63	192	10.7
2.5 h	2.86	170	9.44
3.0 h	3.12	192	10.7
3.5 h	3.42	222	12.3
4.0 h	3.74	236	13.1
4.5 h	4.06	236	13.1
5.0 h	4.41	258	14.3
5.5 h	4.80	288	16.0
6.0 h	5.19	288	16.0

経過時間(h)に対する単位時間あたりのリーク量($\times 10^{-11}$ mol/s)をグラフにすると、次のよ

うになる。



グラフより、単位時間あたりのリーク量はほぼ一定であると考えられる。時間が経過するとリーク量が増えている。

b の計算によって得られた、単位時間あたりのリーク量(mol/s)は以下の通りである。容器の内部表面積 $S=0.48 \text{ m}^2$ である。

$$1 \text{ 時間排気した場合} \quad 5.0 \times 10^{-7} \times \frac{1}{RT} \times 0.48 = 9.64 \times 10^{-11} \text{ mol/s}$$

$$2 \text{ 時間排気した場合} \quad 2.0 \times 10^{-7} \times \frac{1}{RT} \times 0.48 = 3.85 \times 10^{-11} \text{ mol/s}$$

a と b の結果を比べてみると、差はほぼ 1 桁なので許容範囲の誤差である。グラフからわかるように、時間が経過するとリーク量が増えたことから、容器の壁表面や内部から放出する気体以外のリークがあると思われたが、計算からリークはないと判断できる。

5 まとめ

真空放置法によりリーク試験を行った結果、『He3 系ポンプから CRYOSTAT 接続部のゲートバルブまでのダクト』のリーク試験では、リークがあることが確認できた。『ブルドン管』のリーク試験では、リークはないと判断できた。『CRYOSTAT のカバー』のリーク試験では、リークはないと判断できた。のリーク試験で漏れがあることがわかった上で、ガイスラー管法によりリーク箇所を捜した。しかし、まだ特定できていないので今後の課題だ。

参考文献

- ・「真空工学」 山科俊郎、広畑優子 著 共立出版株式会社 (1991年)
- ・「真空技術」 堀越源一 著 東京大学出版会 (1976年)