超流動ヘリウムⅡでの気密シール

石 丸 肇, 吉 城 肇

高エネルギー物理学研究所 305 筑波郡大穂町上原1-1

(1982年3月25日受理)

Sealing with Gasket and Flanges of Superfluid Helium Ⅱ

Hajime ISHIMARU and Hajime YOSHIKI

National Laboratory for High Energy Physics, Oho-machi, Tsukuba-gun, Ibaraki-ken 305, Japan

(Received March 25, 1982)

Synopsis:

A series of tests on the sealing characteristics of a number of gaskets and flanges against the superfluid helium below 2.17°K has been made. Commercially available aluminum Helicoflex with stainless steel and aluminum alloy flanges is tight to the normal liquid helium but leaks at the superfluid temperatures. However copper, silver and indium coated aluminum Helicoflex and Sureket (a gasket made of stainless steel tubing with silver coating) with stainless steel and aluminum alloy flanges are found to be tight to the superfluid helium.

1 はじめに

高エネルギー物理学研究所ブースタービーム利用施設の超冷中性子 (UCN) 実験計画¹⁾の実験装置に極低温技術が必要になった。UCN 蓄積用容器には超流動液体ヘリウムを満たす。UCN を効率よく検出するため容器は水素の含有がなるべく少ない金属が望ましくアルミニウム合金を選択した。窓は出来るだけ薄いアルミニウムが望ましい。実験遂行には信頼性の高い取扱いの容易な気密シールと窓が必要になるので、要求を満足する可能性のある気密シール材料のいくつかの組み合わせをテストした。テストの結果、満足出来る組み合わせが確認出来、UCN 蓄積容器に応用し現在製作を完了し組み立てテストを進めている。極低温気密シールは普遍的なもので他へも応用出来るので紹介する。

2 気密シール

極低温の気密シールとしてこれまで利用されていたものとしてステンレス鋼フランジとインジウムワイヤーの組み合わせがある。しかしながらこれには1)締め付け用ボルトには熱伸縮を考慮したアルミボルトが好ましい。2)ボルトの数が多。3)均一締め付けとなるよう充分注意が必要である。4)インジウムの活性化とすばやくリングにまとめるのが繁雑である。5)インジウムとステンレス鋼フランジの接着が起り、剥ぎ取るのが繁雑であるという問題がある。また UCN 容器の材料として望ましいアルミニウム合金のフランジとの組合せでの実績が無いので、最近入手出来るようになった第2世代の弾性を利用したメタルガasket²⁾を利用することとした。アルミ合金の超高真空装置の開発でアルミ合金 (2219-T87) フランジとヘリコ

Table 1 Various combination between the flange and the gasket, and the test results of cryogenic seals.

Flange	Gasket	Helicoflex				Sureket
		Aluminum Covering	Aluminum Covering Indium Coating	Copper Covering	Silver Covering	Stainless Steel Tube Silver Coating
Stainless Steel Flange SUS-304		△	○	○	○	○
Aluminum Alloy Flange A2219-T87		△	○	○	○	○
Stainless Steel Quick Coupling		—	—	—	○	○
Aluminum Alloy Quick Coupling		—	—	—	○	—
Aluminum Foil Window		△	○	○	○	○

○: sealable below 2.17 K, △: sealable to 4.2 K but unsealable below 2.17 K, and —: no testing.

フレックス³⁾ (汎用はインコネルコイル スプリング内蔵のアルミ被覆ガスケット) の組み合わせで常温から200°Cの高温までのくり返しの気密シールについてのデータ⁴⁾があったので極低温領域まで拡張出来るかどうか興味の対象であった。テストに選択した組み合わせはTable 1に示される。気密シールの構造はFig. 1に示される。フランジはこれまで極低温で実績のあるインジウムシールのステンレス鋼フランジを基本とした。アルミ合金フランジもステンレス鋼フランジと同一形状とした。ボルト・ナットはステンレス鋼とした。第2世代のガスケットと組み合わせる場合ガスケットの圧縮量を一定とするため、リテーナを入れ

た。

ボルト・ナットによる締め付けの他クイックカプリング (スイス・EVAC 社)⁵⁾による締め付けもテストした。この場合のガスケットはリテーナ付の銀被覆ヘリコフレックスとした。フランジの材質はステンレス鋼およびアルミ合金とした。クイックカプリングによる気密シールの構造をFig. 2に示す。

窓は80 μmのアルミニウム箔とし、ステンレス鋼およびアルミ合金フランジに対しヘリコフレックスおよびジュアケット⁶⁾の組み合わせをテストした。窓の構造をFig. 3に示す。

Fig. 1 Sealing structure. 1. flange (SUS-304 or A-2219-T87), 2. gasket (Helicoflex or Sureket), 3. retainer (A-6063-T6), bolt, nut and washer (SUS-304).

Fig. 2 Sealing structure using the quick coupling flanges and the Helicoflex. 1. flange (SUS-304 or A-2219-T87), 2. gasket (silver Helicoflex with retainer), 3. clamp chain (SUS-316).

Fig. 3 Window structure. 1. flange (SUS-304 or A-2219-T87), 2. gasket (Helicoflex or Sureket), 3. window (80 μ m aluminum foil), 4. bolt, nut and washer (SUS-304).

3 試験装置と試験方法

極低温気密シールの試験装置はFig. 4に示される。縦型クライオスタットにメカニカルプースターポンプとロータリーポンプを取り付け減圧してヘリウム温度を下げる事が出来る。マクレオード圧力計、ブルドン管圧力計、抵抗体を用いた温度計および液面計が取り付けられている。気密シール試験を行う真空チャンバーはステンレス鋼で作られ上部は液体窒素で冷却され接続パイプには銅のフィンがつけられ熱輻射を抑えている。上部フランジにはバルブが取り付けられ、下部フランジは極低温気密シールで実績のあるインジウムワイヤーシールのステンレス鋼フランジである。Fig. 5に試験装置の写真を示す。

試験は以下の手順で行った。Fig. 4に示される上部にバルブが取り付けられた真空チャンバーの下端のフランジにインジウムワイヤーをはさんでステンレス鋼のめくらフランジを取り付けた。常温でヘリウムリーク検出器 (Du Pont 120SSA) へ接続し最高感度で漏れの無いことを確認してからバルブを閉じ下端部を液体窒素で予冷して直ちにクライオスタットへ組み込み上部フランジを締め付ける。ヘリウム液面を確認して不足している場合補充して、試験体が充分液体ヘリウムに沈められていることを確認して上部のバルブを開きヘリウムリーク検出器を読みとる。もし気密もれが無ければ試験体の真空チャンバーはクライオポンプ作用によって圧力が降下するのでヘリウムリーク検出器の真空度表示は降下と同時にメーター出力は減少す

る。もし気密漏れがあるとメーター出力は増大する。むろん試験の前後にヘリウムリーク検出器の感度較正を行う。4.2Kで気密が保たれていることを確認した後上部のバルブを閉じて、クライオスタットを減圧しヘリウム温度を下げ圧力計を温度計とから2.17K以下の超流動ヘリウムに変化したこと、液面が試験体よりも上であることを確認した後、再び上部バルブをわずかに開く。気密漏れが無いとメーター出力は減少するので、バルブを全開するとメーター出力はさらに減少する。クライオスタットの減圧を止め、ヘリウムガスを注入し、4.2Kに戻して気密漏れの無いことを確認してクライオスタットからテストチャンバーを取り出し、常温に戻ってから気密漏れの無いことを確認する。これで合格した場合2.17K以下の超流動ヘリウムに対し気密を保つと判定する。

2.17K以下の超流動ヘリウムで気密漏れを起こす場合、圧力計と温度計が2.17Kを示すと同時にヘリウムリーク検出器のメーター出力は急激に増大する。Fig. 6に各種試験体を組み立てた写真を示す。

4 試験結果

各種組み合わせアルミ被覆の汎用ヘリコフレックスはステンレス鋼およびアルミ合金フランジのいずれに対しても4.2Kの液体ヘリウムでは気密を保つが、2.17K以下の超流動ヘリウムに対しては気密を保てない。その他の組合せは4.2Kの液体ヘリウムに対してはもちろん2.17K以下の超流動ヘリウムに対しても気密を保つ。気密を保った場合のヘリウムリーク検出器の感度は 10^{-10} atm $\cdot$ cm 3 sec $^{-1}$ 以下であった。いずれの結果も2~3回の再現性を確認したのみでそれ以上のくり返し試験は行っていない。試験結果のまとめはTable 1に示される。

5 考察

アルミニウム被覆のヘリコフレックスは200°Cの高温 (メーカーでは300°C以上でも使えるといっている) から4.2Kの極低温で気密を保つのに2.17K以下の超流動で気密漏れを起こすのは大変興味深い。超流動状態以外の通常気密を保つ領域でも多分真空漏れを生じていると推定される。ただし真空漏れの量は漏れ検出器の感度以下である。ところが超流動状態のヘリウムではわずかの貫通孔も漏れ検出器で検知出来る程度になると考えられる。アルミニウムの表面はFig. 7の断面の電子顕微鏡写真⁷⁾ (これは押れ出し法によって作

Fig. 4 Cryostat for testing of cryogenic seals. 1. flange of the test vacuum chamber, 2. pumping port for cool down of liquid helium, 3. liquid nitrogen, 4. liquid helium, 5. test vacuum chamber, 6. sealing test samples, 7. valve, 8. liquid nitrogen, 9. resistance liquid level gauge and thermometer. 10. Macleod vacuum gauge.

Fig. 5 Photograph of cryogenic seal testing apparatus.

Fig. 6 Various seal test samples are jointed to the vacuum chamber.

られたアルミ合金真空チェンバーの表面)から推定されるが、ヘリコフレックスの表面には $\sim 1,000 \text{ \AA}$ オーダーの酸化変質層が存在していると考えられる。酸化変質層は柱状の構造を持っており例えて云うとカーペットのようなものと考えられ表面には微妙なすき間が存在する。さらにアルミニウムの酸化変質層は硬く常温または低温では相手のフランジとの締め付けによっても金属的なぬれを生じないと考えられる。

銀、銅、インジウム等の表面の酸化変質層は比較的薄く、酸化アルミニウム程硬くはなく常温や低温の締め付けによっても微妙なすき間の無いいわゆるぬれた接合面を形成すると考えられる。

従来の締めころし型のカスケットでは熱伸縮の考慮がなされているものの多分くり返しには耐えられない

Fig. 7 Surface profile of the extruded aluminum alloy by electron microscope.

と推定される。第2世代の弾性のあるメタルカスケットでは熱伸縮量はカスケットの有効復元量でカバー出来る。またフランジ、カスケットおよびボルト・ナット

トの組み合わせに異種金属を用いてもよいので気密シールの設計が容易である。クイックカプリングが使えるので取り扱いが楽である。

第2世代のヘリコフレックスとシュアケットは材質を選択すればどちらも極低温の気密シールとして利用出来るが、信頼性や使い易さ⁹⁾でヘリコフレックスの方が有利といえる。これまでの気密シールテストでのシュアケットの問題点はステンレスチューブの接合部の断面径がわずかに小さくくびれており締め付けの面圧が充分でない場合はもちろん、そうでない場合も接触面の幅が接合部で狭くなっていることがあり漏れを起こすことがあった。

謝 辞

アルミ合金のテストフランジを試作して下さった石川島播磨重工業技術研究所、入沢敏夫氏、実験に協力して下さい下さった高エネ研、山口博司氏に謝意を表します。原稿を閲読して下さい下さった高エネ研、平林洋美教授に感謝します。

参 考 文 献

1) H. Yoshiki, Proceedings on the 4-th Meeting

of International Collaboration on Advanced Neutron Source (ICANS-IV), KEK, Tsukuba Oct., 1980, p. 758

- 2) 石丸, 金属シール材の最近の話題, 日本真空協会, 9月研究例会, 昭54年
- 3) ヘリコフレックス, 臼井国際産業(株), 静岡県駿東郡清水町長沢131-2
- 4) H. Ishimaru, et al., IEEE Trans. NS-26, No.3 1979, 4000-4003. 石丸他, アルミニウムを用いた超高真空系, 真空, 第22巻, 第11号, 1979. 373-388
- 5) EVAC, フジ精機(株)が代理店, 横浜市西区中央1-18-22
- 6) シュアケット, 富士テルモ(株), 静岡県富士宮市万野原新田3675
- 7) 和田, 石丸, 真空処理によって強化したアルミ合金の微細構造, 第22回真空に関する連合講演会, 昭56年11月
- 8) 酒井, 石丸, 堀越, 玉井, アルミ超高真空系の金属ガスケットのシール機構と繰り返し使用が可能な金属ガスケットの開発, 真空, 第24巻, 第7号(1981) 409