真空度標準に関する研究 (オI報)
標準マクラウド真空計の試作

電気試験所 石 井 博
中 山 勝 矢

On High Vacuum Standard (1st Report)
Design and Construction of a Large Standard McLeod Gauge

Hiroshi ISHII, Katsuya NAKAYAMA
(Electrotechnical Laboratory, Agency of Industrial
Science and Technology, Chiyoda-ku, TOKYO)

Recently, it becomes very important to measure low pressure with fine accuracy. But the conventional vacuum gauges have much errors: usually several tens and sometimes several hundreds per cent. And many confusions have occurred from this inaccuracy.

To eliminate these confusions, we have started to make the standard gauge and to establish standard calibration method three years ago. The standard gauge capable of the calibration of ionization gauges in the range of 10^{-5} ~ 10^{-2} mm of mercury is a large McLeod gauge whose volume is $1,000 \text{ cm}^3$ and whose capillary diameter about 1mm. Calculated error of this gauge is about one per cent at pressure of 10^{-5} mm of mercury, but the experimentally obtained error is increased to 2 per cent at 10^{-4} mm of mercury. This reason is considered mainly due to the

sticking property of mercury thread to clean glass surface in the high vacuum.

(a) は し が き

真空度の測定は真空技術の基礎的問題であるにも拘わらず現在各処でまちまちの方法で較正された真空計を使用している状態である。従つて、その信頼度も低く、真空計相互の値の不一致も大きく、昨今の真空技術の発展の上で多大の障害となつてゐる。詳細な実験によれば、絶対値に対して数10%から多い時は数100%の誤差のあることが普通である。

そこで電気試験所では、高真空即ち低圧における絶対圧の標準測定装置を設置して真空度測定の信頼度向上をはかり各界の要望に応えることになつた。約3年に亘る基礎的研究と種々の検討の結果、今回装置の一応の完成を見たので、標準真空計及びその附属装置につき報告する。

(b) 設 計

感度の安定性、測定範囲の広範さ、使用の簡便さ、利用状況などの点から、先ず電離真空計を較正することとし、これを念頭に置いて圧力を絶対測定出来るような真空計或いは較正法を種々検討した。その結果 10^{-2} 乃至 10^{-5} mm Hg の範囲で2桁の精度をもつこと、充分脱ガス出来ること、かなり長期間標準とし反覆使用出来ることなどの条件があげられた。そして最初にとりあげられるべき標準真空計として、その幾何学的寸法を正確に求めるならばボイルの法則から信頼出来る絶対圧を示すだろうと考えられるところのマクラウド真空計を試作することとなつた。

充分脱ガスするため、材料は硬質ガラスを使用し、電気炉を用いて12～15時間位約300℃に加熱しなければならないが、それに伴つて容積の経熱変化、熱膨脹の問題、有機物蒸気による汚染、水銀蒸気による腐蝕などの材料の問題、ガラス面に於ける気体の脱吸着の問題等が考えられた。

ところで、マクラウド真空計の基本式はボイルの法則

$$PV = pv$$

を変形して次のように書かれている。

$$h = p - P = P \frac{V - v}{v}$$

ここでPは系の圧力(mm Hg), Vはガラス球及び毛細管部の容積(mm³), p, vは圧力P・体積Vなる気体が毛細管内に圧縮された時の圧力(mm Hg), 及び体積(mm³), hはその時の水銀の頭差(mm)を示す。今, 毛細管内の断面積が一様でS(mm²)である時,
 $v = h S$ に合わせる最も誤差の少ない測定法を用いれば,

$$P = \frac{S}{V'} h^2 \quad (V' = V - v)$$

と書き換えられる。なお, この時の相対誤差の式は次の通りである。

$$\left| \frac{\Delta P}{P} \right| = \left| \frac{\Delta V'}{V'} \right| + \left| \frac{\Delta S}{S} \right| + 2 \left| \frac{\Delta h}{h} \right|$$

これらの式に従つて, 上述の測定範囲と精度を有するように, 種々の検討を加えて設計した結果は表1表の通りである。

表1 標準マククラウド真空計の仕様

	設 計	表1回の試作	表2回の試作
V (20°C)	1000.0cc	1000.0cc	999.8cc
球部のガラスの厚み	約 3 mm	約 3 mm	約 3 mm
毛細管の長さ	約 120 mm	約 120 mm	約 120 mm
毛細管の内径	1.000±0.001mm	1.001~1.003mm	1.108~1.112mm
“ の外径	約 9 mm	約 9 mm	約 9 mm
断 面 積	0.785±0.0015	0.787~0.790	0.962~0.971
一様性(全長に亘つて)	< 3/1000	3/1000	8/1000
“ (上半分に亘つて)	< 3/1000	< 3/1000	< 3/1000
毛細管内面	加工せず	加工せず	加工した

(c) 幾何学的寸法に於ける誤差の検討

幾何学的寸法を精度高く求めることによつて, 絶対圧力計としての信頼を高めうると考えたので, その誤差を更に詳細に検討した。表2表に示したのは, その結果であるが, この程度は技術的に可能であると思われるので, これらの数値を使用して, 各真空度に於ける幾何学的寸法による誤差を算出してみた。表3表の如く圧力の高い領域では $|\Delta S/S|$ に, 高真空で

表 2 各部分の誤差の検討

V	V' を V で近似する誤差	$\left\{ \begin{array}{l} (10^{-2} \text{ mm Hg で}) \\ (10^{-4} \text{ mm Hg で}) \end{array} \right.$	$<< 1.2 \times 10^{-4}$ $< 1 \times 10^{-5}$
	水で秤量する誤差		$< 1 \times 10^{-4}$
	熱膨張の誤差 ($20^\circ \pm 10^\circ \text{C}$ で)		$< 1.1 \times 10^{-4}$
	経熱変化 (充分除歪したもので)		10^{-5} 位
	$ \Delta V/V $	$(10^{-2} \text{ mm Hg で})$ $(10^{-4} \text{ mm Hg で})$	$< 3.5 \times 10^{-4}$ $< 2.6 \times 10^{-5}$
S	20 mm の水銀糸で測定する誤差		3×10^{-3} 位
	経熱変化 (実験)		認められず
	熱膨張の誤差		$< 1 \times 10^{-4}$
	$ \Delta S/S $		$< 3 \times 10^{-3}$
h	読みとり顕微鏡による測長		
	副尺により 10μ まで読み取る		

表 3 各真空度に於ける誤差

P mm Hg	h^2	$\frac{h}{\text{mm}}$	$\left \frac{\Delta h}{h_{10\mu}} \right $	$\left \frac{\Delta S}{S} \right $	$\left \frac{\Delta V}{V} \right $	$\left \frac{\Delta P}{P} \right $	$\left \frac{\Delta P}{P} \right $ に最も 影響を及ぼすもの
10^{-2}	1.27×10^4	11.3	9×10^{-5}	3×10^{-3}	3.5×10^{-4}	$< 3.5 \times 10^{-3}$	$\left \frac{\Delta S}{S} \right $
10^{-3}	1.27×10^3	35.6	2.8×10^{-4}	3×10^{-3}	3.1×10^{-4}	$< 3.9 \times 10^{-3}$	$\left \frac{\Delta S}{S} \right $
10^{-4}	1.27×10^2	11.3	9×10^{-4}	3×10^{-3}	2.6×10^{-4}	$< 5.1 \times 10^{-3}$	
10^{-5}	1.27×10^1	3.56	2.8×10^{-3}	3×10^{-3}	2.6×10^{-4}	$< 9.0 \times 10^{-3}$	$\left \frac{\Delta h}{h} \right $
10^{-6}	1.27	1.13	9×10^{-3}	3×10^{-3}	2.5×10^{-4}	$< 2.2 \times 10^{-2}$	$\left \frac{\Delta h}{h} \right $

は $|\Delta h/h|$ に多く支配されているが、計算通りならば $1 \times 10^{-5} \text{ mm Hg}$ の圧力でも誤差 1 % の精度が得られる筈であつた。

(d) 毛細管の製作

標準真空計を試作するに当つて、最も技術的困難さを感じたのは毛細管の製作であつた。すでに述べた如く断面積の一樣性は、精度に多くの影響を与えるので、 γ 1 表の値は重要である。

設計で要求されたものを製作するため、長さ 150 cm の上記仕様毛細管を 50 本ずつ 4 回計 200 本引いて、やつと必要な長さ（約 40 cm）全体に亘つて満足すべき一樣性をもつものを得ることが出来た。クロム洗條、次いで蒸留水、エーテルで洗つて乾燥し、0.1 μg の精度で水銀 0.0500 cc をとり、これを移動して断面積を決定した。

かくして得た γ 1 回の試作マクラウド真空計の仕様を γ 1 表の 2 行目に併記した。

(e) その他の技術的問題

水銀を完全に上昇せしめた時の荷重約 15 kg に充分耐え、無負荷ではあるが 300 °C に長時間繰返し加熱されることを考慮して、我々は架台全体を 40 x 40 の鋼鉄製アングルを用いて溶接によつて組立てた。このアングル枠は装置全体の台も兼ね、震動から逃げるため充分な基礎の上にボルトで固定してある。マクラウド真空計は、このアングルに取付けた鋼鉄製ボックスに雲母及びアスベストをパッキングとして敷いて、その上にのせた。それでも水銀を上昇させた時、荷重のためマクラウド真空計が数 10 ミクロン下るのが認められた。

このような機械的ひずみ及び熱膨脹を逃げるため、架台に石膏でしつかりと固定された下部水銀溜との間には、テフロン製のジョイントを用いている。外径 25 mm 長さ 90 mm のテフロン管の中央約 30 mm を旋盤でペロー状に切削し、両端を摺合せにしてガラスと接合せしめた。摺合せにはグリブタールを塗つたが、二つは直接高真空とは関係ない。電気炉底板から 20 mm 程しか離れていないので、強制空冷をしないときはかなり熱くなるが別に異常は起らない。（ γ 1 図）

水銀拡散ポンプの排気口側にある主バルブより高真空側は、熱及び水銀に侵されないためと、有機物蒸気をさけるために、殆ど全部ガラスを溶接して組立て、極く一部に鉄及びテフロン、高温硬化用アラダイトを用いた外、他の有機材料は一切使わなかつた。油回転ポンプの油の逆拡散を防ぐため主バルブより下流に活性炭トラップを設けてある。

第1図 標準用マクラウド真空計構造図

水銀は極く質のよいものについて更に真空蒸溜を行い、凝縮した水銀が直ちに水銀溜に入るようにして汚染を極度に避けた。分光分析によつて純度を確めた。なお水銀の酸化を恐れて水銀の昇降には純窒素ガス(99.93%)を用いている。水銀の所要量は約20 kgである。

排気系、校正装置、電気炉、純ガス導入装置、水銀を昇降するための装置等は、別の機会にくわしく報告することにし、ここではブロックダイアグラム(オ2図)をかかげておく。

第2図 真空度標準装置

(f) 実験経過

才1回試作の標準マクラウド計について実験を行つたところ、装置全体としての到達真空度は 10^{-8} mm Hg に入つたが、その後色々わからない現象に出会つた。例えば、 10^{-3} 乃至

10^{-7} mm Hg の領域で水銀を上昇させると、二本の毛細管の間には頭差が出ない筈の処で、閉じた毛細管部の水銀が数%上昇する（即ち負圧を示す）。しかも加熱脱ガスを充分繰返しても何ら効果がなかつた。亦、水銀糸頭はスムーズに動かず、多少のひつかかりを生ずるので、正しい圧力差を示しているとは思えないなど、恐らく高真空下で充分脱ガスしたために起つたと考えられる現象（多分表面状態の変化に原因すると思われる）に出会つた。

そこで、再検討した結果（1）内面をやゝ不透明になる程度に研磨すること（2）新しく毛細管を引いて、製作後出来るだけ早く設置排気すること（3）枝分れ部分より下部に水銀の汚れ除去装置を附加することに決めた。才2回の試作マクラウド真空計の仕様を才1表の3行目に記す。毛細管内面は2～2.5ミクロンの砂を用いてすつたが、結果は一応成功で、今回はひつかかり、水銀糸の上昇がなくなつた。しかし、毛細管を叩くか、長く時間を経過すると1mm前後も水銀糸が上つたり下つたりすることが見出された。亦すつたため水銀糸頭の読みの誤差は30～50ミクロン程あり、ゆつくり注意して水銀をあげ、且つ叩くなどしてメニカスの異常を整えて、 pv 値が一定になつたことを確めても、とても理論通りには行かない。現在 1×10^{-4} mm Hg で2～3%のバラツキがある。操作及び測定の結果については将来、更に詳しく報告する積りである。

(g) あ と が き

本試作には、真空機器協会真空度標準部会の委員の方々から多くの御教示を得ていることを感謝する次第である。亦、標準マクラウド真空計の製作に当つては、日本硝子量器株式会社の小島次郎氏、青山日出夫氏の御協力に深謝するものである。