研究

漏れ試験のエアー・テスト法について*

(サイクロトン真空試験 IV)

植村 吉明**・小 亀 淳**

(昭和35年9月7日受理)

Experimental Studies on the Air Test Method for Leak Detection

Yoshiaki UEMURA and Jun KOKAME

(Keage Laboratory of Nuclear Science, Institute for Chemical Research, Kyoto University)

The method of air-test for leak detection was studied in an idealized model using glass capillaries submerged in ethyl-alcohol, water, and water solution of soap respectively.

With various inlet-pressure (P_1), we measured the total volume (Q) and the number (N) of rising bubbles to the surface of the liquid from the tip of a capillary in unit time. The relation between Q and P_1 was found to be expressed empirically like a viscous flow, $Q = \alpha (P_1^2 - 1^2)$, where α gives an intrinsic constant for each leak and α for the air was proved to be equal to the value for the leakage from atmosphere to vacuum assuming the leakage was pure viscous flow.

In order that Q is independent on the kind of liquid, the range of α sets limit to the lowest value of P_1 . At the pressure P_1 over 3.5 kg cm^{-2} , α indicated a sensitivity of detectable leakage in this method was experienced to be about $4 \times 10^{-7} \text{ mmHg} \cdot \text{l} \cdot \text{sec}^{-1}$ which was one hundredth of estimated value in other reference. The value of N in soap solution was found to be (2-3) times it in water, and that in alcohol to be (3-8) times it in water at the pressure was higher than a certain limited one.

However, in order to obtain stably this highest sensitivity by this method, we had to take care of the following points.

- 1), Before the system was submerged into the liquid, the compressed air was charged in the system up to the testing pressure which has been determined to be the highest value of allowed charging pressure.
- 2), The gas used to the test was also dissolved in the liquid up to saturation fully.

In an industrial field, the air test would be used to perform smoothly leak detection with a crystal water solution of the soap.

1. まえがき

京都大学のサイクロトロンを製作する過程において、真空について経験したことがらは真空技術、その他の誌上に記述してきた⁽¹⁾。この報告中、第1次総合真空排気

試験において、部品の漏れ試験に減圧法を適用することが困難である銅の冷却管などは、圧縮空気(ゲージ圧力 $7.5 \sim 3.0 \text{ kg cm}^{-2}$)・ワンドフル水溶液(0.5%)、3分間監視の条件によるエアー・テストと称する加圧法で行い、この加圧法で十分であることが確かめられた。この試験法の条件はここに記述する実験結果にもとづいて決定した。

1953年11月に真空排気装置、加速函などの部品の漏れ検査を終ったが、真空装置は回転ポンプを除いて株式会社

* 昭和33年5月10日 応用物理学会、真空技術研究会、真空機器協会、合同関西支部講演会にて講演

** 京都大学化学研究所

社神戸製鋼所に製作を依頼した。その漏洩試験の方法は、製鋼所は加圧法、大学は減圧法（真空法）により、2つの異なる方法を併用して行った。加圧法はエアー・テストといわれている高压空気を被試験体の内部にみだし、これを水漬または石鹼水を塗布して気泡の発生を検する方法であり、減圧法は被試験体を拡散ポンプを用いて真空とし、外部に探知ガスを吹きつけて単一電離真空計で検出する方法であった。

探知ガスとしては初期にブタン・ガス、中期以後にプロパン・ガスを使用した。部品の合格の判定は減圧法によって行い、この試験によって漏れを検出した部品は再び加圧法によって試験を行なった。

この試験法の併用の結果は、加圧法は、記述されている評価値⁽⁹⁾ $0.8 \times 10^{-4} \text{ mmHg} \cdot \text{l} \cdot \text{sec}^{-1}$ 以下の小さな漏れを見出し得る感度をもっており、なお気泡が連続して浮き上るので減圧法では難行する漏れの個所がただちにわかる、などのことを指摘し、減圧法の不利とするところを十分に補った。

この加圧法は、すでによく知られているように、容器の内部に高压空気をみだし、外部に漏れてくる空気を検出するので、その内容積には関係しない検出感度をもつ試験法であり、装置が大型となり、その内容積が大きくなると減圧法に比べて有利になることがしばしばある。また水圧試験とともにエアー・テストといわれて広く一般に設備されている試験法である。このエアー・テストによって検知出来る最小値を確かめることは、サイクロトロンで未検査の部品である同軸共振管の外筒は1つの容積が約 1000 l あるが、この試験のためにも必要であった。

いづれにしても、エアー・テストは減圧法に比べて簡単であるので、工場の作業工程に容易に組み入れることが出来る検査法であり、研究室などで容易に実行出来る

一つの方法である。なお、その行った作業を覚えているうちに簡単に検査を行うことが出来れば、熔接、鐵付け作業などの要領を会得するのが容易である。この技術の確立からもこの検知可能量を確めることは重要なことである。

この報告は断面円形の模型についてエアー・テストを行い、その検出可能量を測定した結果について述べ、次報においてその気泡の発達過程の数値計算および気泡の浮上する機構を考察した結果について述べようと思う。

2. 予備実験並びに結果

(イ) 表面張力の異なる液体について

エアー・テストといわれている加圧法については、R. Loevinger, A. Gothrie⁽²⁾ も記述しているが、その最小検出可能量は発生する気泡の内圧力、すなわち使用液体の表面張力に関係するものと考えられるので、予備的な実験として Table 1 に示す表面張力の異なる二、三の液体について定性的な観測を行った。

漏れの模型は内径約 0.16mm の肉厚ガラス毛细管（水銀温度計の毛细管）を細工用バーナーで引きのばし、これを切断し、Fig. 1 に示すようにガラス円筒の下端にゴム栓で固定した。高压空気は通常のコンプレッサーを使用し、毛细管との接続はコンダクタンスの大きな、内径約 8mm、長さ約 40cm のゴム管を使用した。毛细管に高压空気を通じてのち、外筒のガラス容器に Table 1 の液体を満たすと小さな気泡が浮上してくる。この気泡の発生状態を目視によって観察した。空気の圧力はコンプレッサーに附属している Bourdon 型圧力計によって測定した。

この予備的な実験で得られた定性的な結果は次のようであった。

1) 毛细管の開口の直径が小さいものは小さな気泡が

Table 1. Liquid for air test.

Substance	Surface tension *** (dynes cm ⁻¹ at 20°C)	Viscosity*** (Centipoises at 20°C)	Absorption coefficient*** for gas at 20°C (0°C-76cmHg volume)
1. Water*			
2. Water* (boiled)	72.7	1.002	0.01704 (air)
3. Ethyl alcohol	22.3	1.19	0.1204 (nitrogen)
4. Ethyl ether	17.0	0.243	—
5. Soap water solution**	—	—	—

The main study ; 1, 3, and 5

* is Kyoto—City service.

** is the neutral washing material, “Soap less soap” of high class alcohol.

*** Forsythe ; Smithsonian Physical Tables (1954)

Fig. 1. Schematic diagram of the air-test system.

3) 気泡が発生しない限界圧力を測定することを試みたが、いずれの液体の場合も、その空気圧力を下げて流量を零にすると、圧力を復元しても、その気泡の大きさ、数などが不規則になり、可逆性が失しなわれる。短い時間に前と同数程度の気泡を発生させるためには、より高い圧力が必要である。特にアルコールはこの性質が強く現われる。

4) 空気圧力を上げるとその気泡の数も増加する。しかし、圧力の上昇と同時に気泡の数の増加が見られない。時間の遅れがあり、アルコールは水より遅れの時間が長い。煮沸して空気を追い出した水は空気を吹き込んで十分に溶解させた水より遅れる。アルコールも空気を十分に溶解させると、溶解させた水と比べても、その遅れは短時間になり遅れの差は目視では認められない。

5) 空気圧力を下げて行くと、気泡の大きさはある圧力以下になると降下とともに小さくなり、微小となり、最後に消える。エーテルは特に微小な大きさの圧力範囲が広く現われる。

以上いずれの場合も液体に空気を十分に溶解させておくと、気泡の発生がその大きさ、時間間隔ともに揃い規則的になる。なお、その気泡の個立性が強く、水の場合でも、気泡はガラス面に接着し、多くの気泡が密集してもよくその個々の形をたもっている。

以上の現象は、エーテルを除いて、表面張力の差異、空気の液体への溶解率の差異などを考えると定性的に理解出来る。Table 1 にそれらの数値を常数表から引用して記入しておいた。

エーテルは空気を吹き込む操作において蒸発が多く、

浮上してくる。

2) 表面張力の異なる液体、アルコール、石鹼水、水の順序にその浮上する気泡の直径が小さく、単位時間に浮上する気泡の数も多い。ただし、エーテルは気泡の大きさがアルコールより大きい。

次の本実験には採用しなかった。しかし、5)号に述べたように圧力を下げて行ったとき、他の液体に比べて微少な気泡の発生する圧力の範囲が広いので、研究室などでは密封した容器中で空気を溶解し、これを使用することが有効である場合がしばしばあると考えられる。

石鹼水は安価で多量に使用出来る液体であって、気泡の数もアルコールと水との中間である。

この実験で得られた最も重要なことがらは

a) 使用液体に使用カス、ここでは空気を十分に溶解させる。

b) 試験容器に十分に高いガス圧を加えてから試験液に漬ける。

などである。これらのことがらは後の実験において必ず実行した。

(ロ) 中性洗剤水溶液の濃度について

石鹼水はその性質の均一性を考えて、多量製造方式によって製造された中性洗剤水溶液を採用した。この実験を行った 1953 年当時にはモノゲン（ゲンブ・マルセル石鹼本舗製品）、ワンダフル（花王石鹼株式会社製品）の 2 種類の中性洗剤が市販されていたので、この水溶液の濃度の異なるものについて少しく詳細な測定を行った。中性洗剤水溶液濃度 1 は洗濯に使用する製造会社の処方濃度 0.5% 水溶液であって、これを経済的濃度と考えて基本の母液とし、対数的濃度になるように 2 倍づつ水で薄めて行った。これらの測定結果を Fig. 2 に示す。

この試験における空気の圧力は、予備実験（イ）において、その液体の種類によって気泡の浮上数の差異が大

Fig. 2. Floating rate of air bubbles for liquid at the preliminary study.

きかった圧力 $P_1 = 2.25 \text{ kg cm}^{-2}$ を採用した。この鋭敏な圧力値は使用する毛細管によって異なるものである。

気泡の浮上する数は両中性洗剤水溶液ともに同程度であったので、工業的に多量に使用することを考慮して安価なワンドフル水溶液を本実験に採用することにした。

なお、アルコール、水についてはその気泡の全体積を測定することが出来たので、Fig. 2 に Q 値として記入しておいた。流量、および気泡の数はともにアルコール、水との差異ははなはだしく、本実験の後になって理解することが出来た。いづれにしても洗剤水溶液濃度 1 のものの検出感度は水よりも高く、アルコールと水との中間が期待出来る。

3. 測定器具並びに測定方法

毛細管の先端より浮上してくる微小な気泡の体積を測定することは困難なことであって、特に洗剤水溶液のときの気泡はその個立性が強く、気泡が集団となっても機械的振動、攪拌によっては 1 つの気泡とすることが出来ないことが多かった。一端を封じた毛細管のメス・シリンダーに液を満し、液中に逆に立てて気泡を受けると、開口の小さい毛細管よりの気泡は、多くの場合シリンダーの内径より小さいので、封じた上端に浮び上り、上端に集り、精度の良い体積の測定は不可能であった。

いろいろ試みた結果、次の方法によった。アルコール温度計の両端を開放し、アルコール球の薄肉の部分に気泡受けとし、上端より供試液を流下させ、この流れを適当な速さにすると気泡は回転しつつ球部に留どまる。気泡が集団となってシリンダーの内径を十分に覆うようになると、その流れを止めても気泡はその溜りに集められる。所要時間に達すると、この溜りを気泡の浮き上る位置より外し、供試液の渦流で攪拌して 1 つの気泡とし、流水を止めるために上端のゴム管に挿入したガラス栓を引き上げ、この 1 つになった気泡をシリンダーの中央部に吸い上げ、シリンダーを水平に保ってその体積を測定した。

渦流は注射針を用い、針の先端を曲げて下端より液中に挿入してつくった。洗剤水溶液の場合は、空気を溶解させた母水を使用して気泡の洗剤を洗い流さなければならなかった。いづれの場合も注射器に空気が混入しないように十分に注意した。

体積測定用開放型メス・シリンダーとして使用したアルコール温度計の毛細管は水銀 120mg を用いて校正した。この毛細管の水銀の占める長さは 43.3 乃至 44.0 mm であって、室温 22°C 、水銀の比重 13.54 とすると、単位長さの体積は $2.03 \times 10^{-3} \text{ cc} \cdot \text{cm}^{-1} \pm 1\%$ であって、予想した以上に毛細管の直径は一様であった。

体積の測定時間はメス・シリンダーの長さの測定精度を考慮して、体積が $4 \sim 18 \times 10^{-3} \text{ cc}$ 範囲になるように決定した。気泡が小さく、その流量が少ないものは 1800 sec を要することもあった。なお体積の測定は、所定の空気圧力に調整し、気泡の浮上する時間間隔が規則的になってから気泡の計数と同時に行った。気泡の数が少ないときは、体積測定の前後の時間に計数時間を延長した。

いづれも測定の方法としては簡単なものであって、その精度を低下させないことに注意した。圧力計も Bourdon 型であるので、指で振動を与えつつその指示値を読んだ。

4. 本実験並びに結果

本実験は、0.5% ワンドフル中性洗剤水溶液に予備実験 (ロ) と同じく毛細管の気泡発生機構を理解するために、エチル・アルコール、市水道水を加えた 3 種について行った。いづれの液も注射針で空気を十分に吹き込んで、微小な直径の気泡が液中に存在する状態に至ったのち、その気泡が浮上してから使用した。

漏れの模型は予備実験と同様に肉厚毛細管を数多く引きのばし、それを切断し、実験の目的に適合したもの、すなわち流量のパラメーター α が 1 項に述べた評価値 $0.8 \times 10^{-4} \text{ mmHg} \cdot \text{l} \cdot \text{sec}^{-1}$ に近い $\sim 1 \times 10^{-4} \text{ cc} \cdot \text{sec}^{-1}$ (気圧) より始め、逐次流量の少ないものを選び、 $\sim 1 \times 10^{-5}$ に至ってもその気泡の発生が検出されるので、 $4 \times 10^{-6} \text{ cc} \cdot \text{sec}^{-1}$ (気圧) 以下を主として対象とした。

$\alpha = \sim 5 \times 10^{-7} \text{ cc} \cdot \text{sec}^{-1}$ (気圧) に至ると、特にその毛細管は気泡の発生状態が不規則になり、なお微小な気泡の集団はその体積の測定をますます困難にするので、適当な下限である毛細管 No. 9 で測定を打ち切った。

この毛細管の先端より浮上してくる気泡の体積を測定することは困難であったので、特に前項に述べて置いた。毛細管を通して単位時間に流れる平均流量 Q はこの気泡の全体積を所要時間で除して算出した。

(イ) 内圧力 P_1 と平均流量 Q との関係について

空気圧力 P_1 、すなわち圧力計の指示圧力 P_0 に大気圧を加えた内圧力と単位時間の平均流量 Q との関係を求め、その結果を Fig. 3 に示した。

断面円形の長い管を通しての空気の流れは、一般によく知られているように、直径を D 、長さを L 、内圧、外圧をそれぞれ P_1 、 P_0 とすると次式の Knudsen の式で与えられている。

$$Q = 68.2 (D^4/L) (P_1^2 - P_0^2) + 1.213 \times 10^4 (D^3/L) (P_1 - P_0)(k_u) \dots (1) \\ (15^\circ\text{C}, \text{CGS 単位})$$

流量 Q , 圧力 P_1 , P_0 を $\text{kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ 単位に換算すると
 $Q = 6.69 \times 10^{-7} (D^4/L) (P_1^2 - P_0^2)$
 $+ 1.213 \times 10^4 (D^3/L) (P_1 - P_0) (k_u) \dots\dots (2)$
 (15°C, $\text{kg} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{cm} \cdot \text{sec}$ 単位)

Fig. 3. Results on average rate of flow versus pressure of air in the capillary tube assumed as pure viscous flow.

となる。 $\text{kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ と気圧単位との差は約 2% であるので大気圧を $1 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ とすると、この実験結果は (2) 式で表わされるものと考えられる。

この式の第 1 項を $Q\eta$, 第 2 項を Q_m として比を求めると

$$\frac{Q\eta}{Q_m} = 5.51 \times 10^3 \cdot D (P_1 + P_0) \frac{1}{(k_u)} \dots\dots (3)$$

が得られる。 (k_u) は D , $(P_1 + P_0)/2$ により決定される補正係数であって 1~0.84 範囲と算出される。

いま、 $(k_u) = 1$, $D = 1.82 \times 10^{-4} \text{ cm}$ とすると、
 $(P_1 + P_0) = 2 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ において $Q_m = 0.5 Q\eta$ と算出される。この実験において (2) 式を用いて D を求めてみると 10^{-4} cm 単位になるので、コンダクタンス $Q/(P_1 - P_0)$ を算出し、 $(P_1 + P_0)$ との関係の求めたが、 Q_m の値はほぼ 0 であり、Knudsen の式の第 1 項のみで表わされる結果を得た。Fig. 3 はこの結果にもとづいて整理したものであり、次の (4) 式で示される。

$$Q = \alpha (P_1^2 - P_0^2) = \alpha (P_1^2 - 1) \dots\dots (4)$$

$(P_1, P_0 ; \text{kg} \cdot \text{cm}^{-2})$

なお Fig. 3 の測定点を結び、得られた実験式を Table 2 に示し、毛細管の最小直径の平行部長さ L を目視により測定し、流量が直径 D の 4 乗に比例することを考慮して評価し、これを同表毛細管 No. の欄内に記入してある。有効直径 D はこの L の値を (2) 式に代入して算出し、これを実験式の下に記入し、その信頼度の高い値を最右の欄に記入した。

Fig. 3, Table 2 の毛細管 No. は毛細管の種別の番号を表わし、ダッシュの付いたものは毛細管は同じものであるが、測定中に気泡の発生状態が変わり、ふたたび前の状態に近く回復したものについて測定を行ったものである。毛細管 No. 3 程度の流量の場合は、比較的に線

Table 2. Results of calculation of α , P_0^2 , and D values.

※ No. of capillary		Water (Kyoto-city)	“Wonderful” 0.5% water solution	Ethyl alcohol	Inner dia of capillary (D cm.)
		$Q = \alpha (P_1^2 - P_0^2)$	$Q = \alpha (P_1^2 - P_0^2)$	$Q = \alpha (P_1^2 - P_0^2)$	
#2	$L = 0.02 \text{ cm}$ 23.2°C	$7.41 \times 10^{-5} (P_1^2 - 4.9)$ $D = 1.87 \times 10^{-4} \text{ cm}$	—	—	1.8×10^{-4}
#3	$L = 1.8 \text{ cm}$ 22.7°C	$7.89 \times 10^{-5} (P_1^2 - 1.19)$ $D = 1.20_5 \times 10^{-4} \text{ cm}$	$6.96 \times 10^{-5} (P_1^2 - 0.87)$ $D = 1.16_8 \times 10^{-4} \text{ cm}$	$7.86 \times 10^{-5} (P_1^2 - 1.01)$ $D = 1.20 \times 10^{-4} \text{ cm}$	1.2×10^{-3}
#4, 4'	$L = 1.0 \text{ cm}$ 22.0°C	$3.79 \times 10^{-7} (P_1^2 - 1.0)$ $D = 4.8_7 \times 10^{-4} \text{ cm}$	—	$3.18 \times 10^{-6} (P_1^2 - 1.8)$ $D = 4.6_8 \times 10^{-4} \text{ cm}$	4.8×10^{-4}
#5, 5'	$L = 1.2 \text{ cm}$ 21.5°C	$9.12 \times 10^{-7} (P_1^2 - 1.2)$ $D = 3.5_7 \times 10^{-4} \text{ cm}$	$9.44 \times 10^{-7} (P_1^2 - 1.0)$ $D = 3.6_0 \times 10^{-4} \text{ cm}$	—	3.6×10^{-4}
#7, 7'	$L = 0.07 \text{ cm}$ 21.5°C	$1.66 \times 10^{-7} (P_1^2 - 2.9)$ $D = 7.0_4 \times 10^{-4} \text{ cm}$	$1.46 \times 10^{-6} (P_1^2 - 1.2)$ $D = 1.97_3 \times 10^{-4} \text{ cm}$	—	2.0×10^{-4}
#9, 9'	$L = 3.5 \text{ cm}$ 19.5°C ~ 21.5°C	$7.14 \times 10^{-7} (P_1^2 - 1.8)$ $D = 4.2_9 \times 10^{-4} \text{ cm}$	$4.97 \times 10^{-7} (P_1^2 - 5.7)$ $D = 4.0_1 \times 10^{-4} \text{ cm}$	$6.47 \times 10^{-7} (P_1^2 - 0.20)$ $D = 4.2_8 \times 10^{-4} \text{ cm}$	4.3×10^{-4}

備考：液体はすべて空気を飽和に溶解させた。

※欄の L は目視による有効長さ、温度は室温並びに液温。

り返しの測定に耐えたが、No. 4' 以下の流量になると、空気中の塵に原因するものと考えられるが3種の液についての一連の測定が不可能であった。No. 4' 以後の測定点が少なくなったのは毛細管に流す時間を短縮し、一連の測定を行うための試みであったが成功しなかった。

いづれにしても、Table 2 の実験式を見ると液体による差異が規則的には見られず、毛細管の不安定性に原因するものが、この実験の精度を規制しているように考えられ、Fig. 3 を通覧すると(4)式を適用することが最も正しいように考えられた。

なお、この(4)式の適用範囲においては流量 Q は液体の表面張力の差異は認められなかった。

この適用範囲は α の値によって異なるものと考えられ、 α は(2)式に示されるように D^4/L に比例する量であるので一次的には決定出来ないが、 $\alpha=1 \times 10^{-4} \text{ cc} \cdot \text{sec}^{-1}$ (気圧) 程度では $P_1=1.5 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ 以上、 $\alpha=1 \times 10^{-6}$ になると $P_1=3.5 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ 以上にあるように考えられる。

これらの圧力以下になると流量 Q は、その液体の表面張力の影響を強く受けるもので、気泡内の圧力 P_2 は次の(5)式で示され、第3項にもとづく背圧の変化量が P_1 に対して無視出来なくなる。

$$P_2 = P_0 + \rho gh + \frac{2T}{r} \dots \dots \dots (5)$$

ここで P_0 は放出の大気圧、第2項は気泡発生個所の液体の圧力、 ρ は比重、 g は加速度、 h は深さを表わし、第3項の T は表面張力、 r は気泡の半径を示す。

2. 一(四)、Fig. 2 の場合はこの影響の一例であると考えられる。このものの α の値を圧力を変えた実験より求めると $\alpha=7.4 \times 10^{-6}$ であり、 $P_1=2.25 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ の試験圧力は(4)式の適用圧力以下であったように考えられる。この臨界圧力を Table 2 の毛細管の内径より評価してみると、 $\alpha=7.4 \times 10^{-6}$ ではあるが、 $\alpha=1 \times 10^{-6}$ の実験値である $P_1=3.5 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ と同じ程度であると考えられる。

(ロ) 浮上する気泡数 N 並びに気泡の平均体積について

いままで述べて来た実験において、浮上して来た気泡の数は目視により計数したが、この結果を Table 3 に示す。これを見ると、毛細管 No. 7 を除き (Table 2 の L に注意)、すべて圧力 P_1 の増加とともに、その浮上してくる気泡の数は増加しており、その液体の表面張力の低いものほど数が多くなっている。液の相違による流量 Q の変化は、前項において述べたように認められなかったが、その浮上する気泡の数はいちじるしく液の表面張力の影響を受ける。

いま、水の場合の計数値との比を Table 3 より求め

Table 3. Counts and average volume of floating bubbles

$P_1 \text{ kg/cm}^2$	$P_0 \text{ kg/cm}^2$	Capillary	Ethyl alcohol	Water solution of 0.5% "Wonderful"	Water (Kyoto-City)
2.0	1.0	# 3	90~108 (1.5×10^{-4})	68~74 (1.9×10^{-4})	23~27 (5.3×10^{-4})
		# 4	—	—	~20 (4.4×10^{-4})
3.0	2.0	# 3	154~192 (1.9×10^{-4})	144~154 (2.3×10^{-4})	54~82 (5.3×10^{-4})
		#4, 4'	~146	—	~4.2 (4.4×10^{-4})
		# 5	—	~1.6 ($2.7_5 \times 10^{-4}$)	—
		# 7	—	~260* (2.7×10^{-6})	150~153 (4×10^{-6})
		#9, 9'	45~37 (7.6×10^{-6})	~16.5 (5.9×10^{-6})	~5.0 (6.8×10^{-5})
4.0	3.0	#4, 4'	200~196	—	24~8 (4.4×10^{-4})
		# 5	—	~3.2 ($2.7_5 \times 10^{-4}$)	—
		# 7	—	~260* (5×10^{-6})	150~153 (9×10^{-6})
		#9, 9'	85~98 (6.8×10^{-6})	24~28* (1.3×10^{-5})	~12 (2.5×10^{-5})
5.0	4.0	# 5	—	5.0~4.7 (2.7×10^{-4})	~2 (5.4×10^{-4})
4.0	3.0	# 2	120~143	—	~71
Ratio of bubbles			8~3	3~2	1
Ratio of volume			0.1~0.3	0.3~0.5	1

1) Counts per minute.

2) Volume unit cc per bubble (in brackets)

* Irregular counts, sometimes.

てみると、中性洗剤水溶液は2～3倍、アルコールは3～8倍である。これは(4)式の適用出来る範囲であって、これ以下の P_1 のときは流量の比とこの気泡数の比との積で示され、浮上してくる気泡数のみに着目すればこの比は更に大きくなる。Fig 2 に示す側定結果はこの例であり、洗剤水溶液で約20倍、アルコールで約40倍であった。

Table 3 の代表的なものを Fig 3 と同じ圧力尺度座標を用いて示すと Fig. 4 が得られる。これを見ると、No. 7 を除き、流量 Q と同じような特性を示し、気泡の1個の体積は $N=100 \text{ min}^{-1}$ 以下ではほぼ一定であることを示している。 $N=120$ 程度以上になると上述の関係はやや破れ、数は減少している。すなわち圧力の増加にともなって、浮上する気泡の平均体積は大きくなっている。平均体積の個々の算出値は Table 3 の欄内に記入しておいた。

この浮上する気泡数の増加は、気泡の浮上してくる時間間隔を短縮し、漏れ試験においてもっとも望ましいことであり、気泡の浮上体積との関連において最小検知量を決定する。

なお、いずれの場合もその毛細管の開口が小さいもの

○ (A) ; Ethyl alcohol
● (S) ; Soap water solution
+ (W) ; Water

Fig 4 Counts of floating bubbles from capillary with variation of liquid and of pressure.

はまた小さな気泡で浮上している。

5. 真空装置の漏れ試験法としてのエアー・テストの拡大率 γ 並びに検出量の検討

この加圧法(エアー・テスト)によって検出された漏れの量と、この漏れが容器を真空にしたときに与える漏れの量との関係を検討してみたい。大気圧よりの真空への漏れは多くの理論的取扱いにおいて粘性流⁽³⁾とされている。この仮定をここに採用すると、大気圧より真空への流量 Q_0 は(4)式に次の条件を入れて求め得られる。

$$P_1 = 1 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}, \quad P_0 = 0$$

$$Q_0 = \alpha (P_1^2 - P_0^2) = \alpha (1 - 0) = \alpha \dots \dots \dots (5)$$

この毛細管の漏れの模型において実測された検出可能量を示す α 値は $P_1 = 3.5 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ 以上において $\sim 5 \times 10^{-7}$ 気圧 $\cdot \text{cc} \cdot \text{sec}^{-1}$ であって、 $\text{mmHg} \cdot \text{l} \cdot \text{sec}^{-1}$ の単位に換算すると $\sim 4 \times 10^{-7}$ になる。

実際に、真空装置に生じている漏れは粘性流のみであると考えられない現象がしばしば見られる⁽¹⁻²⁾、サイクロトンの部品検査のとき検出した銀鍍付け部よりの漏れ⁽¹⁻²⁾は検知ガスの圧力を上げると Fig. 5 のような挙動を示し、標準漏洩器として使用している肉厚銅管を扁平にしたものは、その流すガスの種類をかえると、そ

(Assumed that the operational speed is constant.)

Fig. 5. A character of propane gas flow from $Q_{\text{air}} = 2.9 \times 10^{-6} \text{ mmHg} \cdot \text{l} \cdot \text{sec}^{-1}$.

の流量比は $1/\eta$ に比例せず、漏洩器の流量が $\sim 1 \times 10^{-5}$ mmHg $\cdot$ l $\cdot$ sec (空気) になると $1/\sqrt{m}$ に比例するような極限值にますます近くなる。(η は粘性率、 m は分子量を示す) この例を Fig. 6 に示した。

この試験に供した毛細管について、その流量をエヤー・テストとともに真空試験で測定すれば明らかにされることであるが、毛細管の寿命が短かく、気泡の発生状態を監視している前者の測定法では、その測定値に信頼がおけるが、その寿命の判定は後者の試験法では容易でない。

大容量の拡散ポンプの排気速度を測定するために使用している 2×10^{-1} mmHg $\cdot$ l $\cdot$ sec $^{-1}$ 程度の毛細管の漏洩器は、その安定性が確認されているので、これについて大気圧への放出実験を行った。その結果を Fig. 7 に示す。原因は明らかでないが、真空への流量は大気圧へ放出する量より少ない。

いずれにしても、真空への流れが粘性流のみでないということは、このエヤー・テストより真空への漏れの量を評価することを困難にする。一つの導管の流量は粘性流より混合流になるにしたがって減少していることはよく知られていることであるが、いま粘性流のみと仮定して、このエヤー・テストについて真空の場合の漏れに対する拡大率 γ を考えて見ると

$$\gamma = \frac{(P_1^2 - P_0^2)}{(P_0^2 - 0)} = P_1^2 - 1 \dots \dots \dots (6)$$

であって、 $P_1 = 3 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ において、 $\gamma = 8$ と算出される。(2)式の第2項で示されるような流れ、すなわち

Fig. 6. Flow ratio of probe gases to air as function of leak rate.

P_1 の1乗に比例する流れのみであっても、 $P_1 = 9 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ とすることが可能であれば、同率の拡大率が得られる。もし、この圧力を試験圧力に採用することが出来れば、このエヤー・テストの信頼度は更に高く、 4×10^{-7} mmHg $\cdot$ l $\cdot$ sec $^{-1}$ 以下の高感度が期待出来る。

先きに述べた銅管扁平型漏洩器のうち現在使用している最小流量のものは 1.2×10^{-5} mmHg $\cdot$ l $\cdot$ sec $^{-1}$ であり先きに述べた $Q\eta/Q_m$ 比を 30/70 程度と評価したが、^(1-*)この漏洩器を Fig. 1 のような配置で、中性洗剤水溶液、 $P_1 = 4 \sim 5 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ の条件でエヤー・テストを行うと、大きな1~2個の気泡が浮き上ると銅管内に液が流入して白雲のような気泡が銅管内より立ち登り、気泡が微少のため、その流量は測定出来なかったが、検出可能量の範囲に含まれていることは明らかである。この値でも先きに評価されていた値の約 1/10 である。ガスケットにアスベスト製品を誤って使用したとき、 $P_1 = 3.5 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ において同じようにアスベスト面より白雲の発生が見られたことがある。

しかし、鋳物製品について行った $\sim 1 \times 10^{-5}$ mmHg $\cdot$ l $\cdot$ sec $^{-1}$ のものは $P_1 = 8.5 \sim 9 \text{ kg} \cdot \text{cm}^{-2}$ においても検出出来なかった。

いずれにしても検出可能量は漏れの形状によって決定されるものであるが、減圧法で検出した漏れをエヤー・テストを用いて、その場所を確めてきたが、鋳物製品を除きすべて気泡の発生が見られ、その位置が確められた。

Fig. 7. A character of conductance in vacuum and atmosphere for capillary tube.

6. エヤー・テストの条件並びに基本事項

サイクロトロンの真空部に組み入れらる水冷管の鑢付け部などに適用している条件は

- 1) 内圧 $P_1=8.5\sim 9\text{ kg}\cdot\text{cm}^{-2}$ ($P_0=7.5\sim 8\text{ kg}\cdot\text{cm}^{-2}$)
- 2) 0.5% 以上のワンダフル水溶液 (空気吹き込み)
- 3) 3分以上の監視

である。この圧力は通常のコンプレッサーで使用出来る最高の圧力である。

なお中性洗剤水溶液は工業的に多量に使用出来る液体であるが、水に比較して透明度が悪い欠点を持っている。気泡発生部の位置を確認するために液面近くに被試験体を持って来る必要があり、検査時間が長引く原因となる。少し価格が高くなっても透明度の高いものを採用した方が作業時間を考慮すると有利である。近時洗剤もその目的に応じた製品が製造、市販されており、透明度の高いものをこの目的に供給されることを希望したい。

最後に重複するところもあるが、エヤー・テストの基本事項をとりまとめると次のようである。

- (1) 液体はその使用するガスを充分に溶し込んでおく。ガスを吹き込み、小さな気泡が液中に存在するようになることを目安とし、それが浮上してから使用する。
- (2) 被試験体は内部の圧力が所定の圧力まで確実に上昇したことを認めてから1分乃至2分後に液中に漬ける。圧力は装置の耐圧力を算出して、始めより高い値を採用する。真空装置は少くとも内圧 $P_0=2.5\text{ kg}\cdot\text{cm}^{-2}$ は耐え得ると考えられる。
- (3) 液体表面および被試験体表面の気泡は取り除いておく。試験体の表面が液でぬれないときは油などを除いてぬれるようにする。
- (4) 被試験体は加熱し、漏れの箇所の水、油、洗剤などを除く。
- (5) 時計、照明の準備をする。
- (6) 特に注意すべきことは気泡が浮上したとき、その漏れの箇所は面倒がらず確実に止めることである。試験は予期出来ない漏れの検出にあるので、頭で判断すべき事からではない。気泡の発生がガスケットの不良によると決めて処理することはもっともつつしむべきである。
- (7) 真空装置はやはり減圧法が最終検査となる。

以上の通りであるが、漏れの表面が直接液に濡れているときは、粘性流の流れに対して、この試験法の信頼度は高く、3分間の監視が出来れば、 $P_1=3.5\text{ kg}\cdot\text{cm}^{-2}$ において $\sim 4\times 10^{-7}\text{ mmHg}\cdot\text{l}\cdot\text{sec}^{-1}$ の検出感度をもっており、装置の設計に留意すればこの試験法の有効性を充分に利用することが出来ると考えられる。

7. 毛細管の内径測定

Table 4. Measurement with the micrometer mechanical stage under a microscope.

Capillary No. 3								
Length from tip (cm)	0.1	0.4	0.8	1.0	1.2	1.4	1.8	2.1—6.
Diameter(10^{-2} cm) (oil immersion)	1.1	1.1	1.1	1.1	1.5	1.7	2.6	1
Cross section (10^{-3} cm) (dry)	1.3							~ 15.6
objective $\times 10$ or $\times 40$								

この試験法に使用した毛細管は内圧が高いため飛ばして破損したものが多い。保存出来たのは No. 3, No. 7 のみであった。顕微鏡の整備が出来たので、この2本について詳細に測定を試みた。毛細管の先端は広い面積を持つようにバナーの焰の中で作業したので、先端面を上方向より見ると多くの開口があり、貫通したのを見つけ出すことが困難であった。毛細管の内部にツエデル油を圧入して、貫通していることが確認出来たのは No. 3 のみであった。毛細管の先端の細管をツエデル油に漬け、マイクロ・メーター・ステージ上で長軸方向に測定した結果は Table 4 のようである。

毛細管 No. 7 の最も確らしい先端開口直径は $2. \times 10^{-4}\text{ cm}$ である。Table 2 の算出値と比較してみるとそれぞれほぼ等しい値である。

あ と が き

この試験法を驗することになった端緒は株式会社神戸製鋼所大久保工場機械課において加圧法に併行して減圧法を行い得たことであり、ここに関係者の皆様に厚く御礼を申し述べます。大久保工場の自信をもった検査作業に教えられるところが多く、またサイクロトロンの真空部門を担当していた池上栄胤君の当時の討論が本研究に益するところが多かったことを申し述べ厚くお礼を申し上げます。

なお、この報告が遅れたことお詫びします。

〔文 献〕

- (1) (イ) サイクロトン真空試験Ⅰ、植村、小亀、池上二、三の金属面よりのガス放出量について 真空技術、V (1954) 199
- (ロ) サイクロトン真空試験Ⅱ、植村、小亀、池上漏洩試験時の特異現象及び感知時間の遅れについて 真空技術、V (1954) 211
- (ハ) サイクロトン真空試験Ⅲ、植村、その他京大サイクロトン第1次総合排気試験について 真空技術、VII (1956) 229

- (イ) 植村、真空工業、3 (1956) 115
(ロ) 植村、その他、質量分析 (1958) (No. 11) 100
(2) A. Guthrie and R. K. Wakerling : "Vacuum Equipment and Techniques" P. 199 (McGraw-Hill book Co. (1949))

- (3) J. Blears and J. H. Lek. : *J. Sci. Instr. Supplement No. 1* (1951) 20 上田良二 : 真空技術 P. 180 (岩波全書 204 (1955))
(4) S. K. Allison ; Soapbubble leak test 原文不明 Appendix III P. 137—140

アメリカ真空協会 (A.V.S.) の紹介

別項 Bachman 博士来日の際の話しに基づき、A.V.S. から相互協力の第一歩としてその内容紹介のパンフレットが到着しましたので、御紹介します。なお日本の会社および個人の入会を歓迎する由です。

歴史と目的

歴史 : 1953年6月18日 真空技術委員会 (Committee on Vacuum Techniques) として発足、1957年10月の総会で現名 (American Vacuum Society) と会名を変更。

目的 : 真空の技術、科学、及び工業に関心を有する人達の連絡を密にする。

事業 : シンポジウムの主催と報告集の出版、真空技術の教育、研究の促進、用語、測定技術、機器部品 (フランジ、接手等) の規格の確立。

シンポジウム : 第1回は1954年6月 307人参加して行われ、その後毎年続けられ 1959年には参加900に達した。

出版 : シンポジウム集を毎年出版。1959年版には1954年~1959年間の総合索引をつける。

連絡 : A.V.S. の会員はアメリカ大陸に限られておらず、すべての国の真空に関心ある個人及び学協会と連絡を保つ。国際真空機構とも1959年に正式に加盟した。

会員と特典

資格 : 真空科学及び工業に関心ある如何なる個人も、事務局に申込み、会費を払い幹事会で承認されれば会員 (1年) になれる。更新は会費を払込むことによって続けられる。

会費 : 1959年は5ドル、これは年度毎に変るかも知れないので事務局に問合せること。

特典 : 会則及び附則を交付される。これに書かれてあるすべての権利を取得する。現在は会員として一つの階級しかなく、学会の総会で平等に一票を投ずる権利がある。A.V.S. 主催の各種会合の会費は割引される。種々の出版物の会員割引はニュースに掲載される。

委員会の活動

委員会 : 会長によって委員会がつくられる。

内容 : 用語、規格、教育、計画、宣伝、出版調整の委員会がある。

委員 : 委員長は幹事会の指名、委員は委員長の指名による。委員は会員であることを要しない。委員は原則として任期1年、交替は委員長の指名による。

報告 : 委員長は総会前に委員会報告を出す義務がある。

申込 : 委員として活動を希望するものは事務局に申込みれば適当な委員会の委員長に連絡する。

尚、正式な名称、住所は

The American Vacuum Society Inc., P. O. Box. 1282, Boston 9, Mass., U.S.A. です。