

眞空度測定

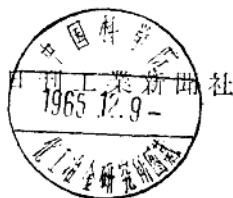
新
平
和
船
機

PDC

真空技術講座 3

真空度測定

石 井 博 著
中 山 勝 矢



真空技術講座 3

真空度測定

NDC 501.22

昭和39年7月15日 初版発行

◎ 著 者 石 井 博 矢
中 山 勝 矢
発 行 者 増 田 顯 邦
発 行 所 日 刊 工 業 新 聞 社
東京都千代田区飯田町1の1
電話 東京 (262) 3111 (大代表)
振替口座 東京 186076

印刷所 新日本印刷株式会社
製本所 三 和 製 本 所

真空技術講座編集委員会

編集委員長	東京芝浦電気	浅尾 莊一郎
編集幹事	東京大学	富永 五郎
編集委員	電気試験所	石井 博
"	日本酸素	中川 洋
"	日本真空技術	林 主税

執筆者略歴

いし い ひろし
石井 博 昭和 22 年東京帝国大学工学部応用化学科卒業。
昭和 22 年 4 月工業技術院電気試験所入所。昭和 37 年 4 月材料部真空技術研究室長。真空ポンプ油・真空ポンプ・真空度測定・真空蒸着の研究に当る。工学博士。

勤務先所在地：東京都北多摩郡田無町上向台

なか やま かつ へ
中山 勝矢 昭和 29 年東京大学理学部化学科卒業。昭和 29 年 4 月工業技術院電気試験所入所。現在材料部勤務。

勤務先所在地：東京都北多摩郡田無町上向台

序 文

真空の応用は近年ますます広範囲にわたり、真空技術を専門にしているわれわれでも気のつかないような場合が多い。真空度測定はこれらの広い応用に対しては必ず必要となるが、果してどのような真空計が最適か、また測定に当ってはどのような注意が必要か、さらに測定される量は何を意味するのかという点になると、誇張なしにたいへんにむづかしいものである。

真空計は定義のうえでは気体の圧力を測定するものであるが、手段としては圧力そのものを測定する計器は大部分が1 mmHg (Torr) 以上の圧力範囲に限られ、それより低圧になると熱伝導とか気体のイオン化などの圧力に関係する二次的な物理量を測定して測圧の具とするものになり、これらは気体の種類や圧力以外の物理的条件にも支配されるので、これらの条件を充分考慮しないと測定値の信頼性や価値判断をあやまることになる。

本書では各種真空計の特徴や欠点は各論で述べ、さらに第9章の測定法で真空計の選択や種々の測定条件における対策について記述してあるが、実際の測定に当っては条件は必ずしも単純ではなく、理想的に行かないのが普通と思ってよい。真空度測定は電圧や電流あるいは温度の測定などよりも、もう一段上の不明確さと困難さを含んでいるのである。これは真空工学がいまだ歴史が浅く発展途上にあるということと、対象が空気の圧力だけというように限定されていないということからきているわけである。

正確な真空度測定をしようと望む人は、願わくば一般的技術を充分身につけると同時に真空の基礎科学についても充分に勉強していただきたい。要するに真空度測定とは単に計器をつけて読むだけでは不十分で、多くの場合は計器をつける前にいろいろと考えて適切な手をうつ必要があるということである。これは真空を使う立場の人々にはまことにめんどろなことのようであろうが、真空度測定は真空装置や非気系、さらにその反応や操作と切り離して考えるほうが不自然なのであると割り切り、総合的な真空技術の一部として受け取っていただきたいものである。

昭和39年7月

石 井 博
中 山 勝 夫

08233

目 次

序 文

1. 序 論

1.1 真空と真空度	1
1.2 単 位	4
1.3 圧力範囲の分け	6

2. 液柱を利用する真空計

2.1 U字管マノメータ	9
2.1.1 概 説	9
2.1.2 水銀マノメータ	11
2.1.3 油マノメータ	17
2.2 マクラウド真空計	19
2.2.1 原 理	19
2.2.2 形 式 と 性 能	21
2.2.3 高精度マクラウド真空計	26

3. 隔膜型真空計

3.1 概 説	35
3.2 ブルドン管真空計	36
3.3 ペローズ真空計	37
3.4 隔 膜 真 空 計	39

4. 熱伝導を利用する真空計

4.1 原 理	43
4.2 熱電対真空計	49
4.3 ビラニ真空計	51

4.4 その他の真空計	58
-------------	----

5. 放電・電離を利用する真空計

5.1 熱陰極電離真空計	63
5.1.1 原理と性能	63
5.1.2 電離真空計の管球	69
5.1.3 測定回路	79
5.2 放射能電離真空計	85
5.2.1 原理と構成	85
5.2.2 性能と特徴	87
5.3 放電真空計	89
5.3.1 ガイストラ管	89
5.3.2 ペニング真空計	96
5.3.3 マグネトロン型真空計	101
5.3.4 その他の真空計	104

6. 粘性真空計

6.1 現 状	107
6.2 原 理	107
6.3 形式と性能	109
6.3.1 同 転 型	109
6.3.2 半減期型	110
6.3.3 強制振動による定振幅型	111

7. クヌーセン真空計

7.1 歴史と現状	113
7.2 原 理	113
7.3 形式と性能	115
7.3.1 形 式	115
7.3.2 測定範囲	117

7-3-3 適 応 係 数	118
7-3-4 その他の注意事項	119

8. 真 空 分 圧 計

8-1 概 説	121
8-2 形 式 と 性 能	123
8-2-1 磁場偏向型(セクター型)	124
8-2-2 トロコイド型	125
8-2-3 オメガトロン	127
8-2-4 ベネット型分析計	129
8-2-5 マスフィルタ	131
8-2-6 ファビトロソ	134
8-2-7 タイムオブフライト型(飛行時間型)	135

9. 真 空 度 測 定 法

9-1 選 定 法	137
9-1-1 選定の主眼点	137
9-1-2 気体の種類と真空計	139
9-2 管 理	141
9-2-1 検 査	141
9-2-2 校 正	143
9-3 測 定 法	149
9-3-1 真空計の取付け	149
9-3-2 測 定 の 手 順	153
9-3-3 誤 差	156

10. 法真空計によるもれ探し

10-1 もれの表示法と単位	167
10-2 もれの許容量	168
10-3 もれの有無の判定——ビルドアップ法——	169

10.4	プローブ法	171
10.5	プローブ法の限界	172
付	録	177
索	引	211

1. 序 論

1.1 真空と真空度

ごく一般に使われている「真空」という言葉の意味は、少しあいまいのようである。混乱を避けるために、はじめに考え方を整理しておきたい。

真空に相当する代表的な欧州語、すなわち英語の Vacuum、ドイツ語の Vakuum、フランス語の Vide など、いずれも語源的に「何もない状態」を指している。その訳語の「真空」という言葉にも、本来の仏教哲学的な「何もない状態」という語感が漂うようである。本当に「何もない状態」、つまり文字通りの「真空」は物理的に存在するのだろうか。

現代の物理学の成果から考えると、そのような状態は、議論の途上、絶対真空の名で想定される場合のほか、現実には存在しないといったほうが正しいようである。しいて探せば、そのような物質密度が零という空間は、原子内の原子核と電子との間のきわめてミクロな世界に見出せるかも知れないが、われわれの生活環境からかけ離れ過ぎている。これまでにわれわれが作り得た絶対真空にもっとも近い状態でさえも、なお1 l中に 10^8 個程度あるいはそれ以上の気体分子が残っているのである*。単に「気体の希薄状態」にすぎない。

ところが一般にいわれている真空は、このような「真空」だけではないようである。「気体の希薄状態」や、あるときは「気体の低圧状態」をも指している。このことは真空計や到達真空度という言葉からも明らかである。絶対真空であれば、その度合など考えることは無意味だし、第一、測ることもできないだろう。その真空という言葉も、意味する範囲が、人によって異なっているのである。

たとえば、物理学関係の人びとは、真空という状態を、何かを行なうにあたり容器内の気体があまり邪魔しない程度に希薄であって、絶対真空に近い状態だと考えるらしい。他方、機械工学関係の人びとは、容器内圧力が大気圧より低くて吸引されるような状態、つまり減圧状態を真空というようである。そこでは、真空は低圧のことになる(彼らの概念での低圧とは大気圧より少しばかり高い圧力のことであるから、真空は負圧というべきか

* これより 10^{-13} Torr の領域に相当する。

も知れない、このことは真空度の表示法にも表われて混乱を起こす)。

解決の方法は2つあると思う。1つは気体の希薄状態にすぎない真空を「低圧」と呼んで、「真空」は絶対真空、あるいは絶対真空とみなせるときにのみ使うことにする行き方であり、他は、「真空」の意味を拡げて、新しく低圧状態まで含めてしまうことである。いろいろの議論があった末、実際のな面を重視して、「真空」の意味をできるだけ広くとってゆこうというのが世界的傾向になった。

この本でも、そのような流れを汲んで、「真空」という意味を「大気圧より低い圧力になっている特定の空間の状態」と決めておきたい。国の内外を問わず、真空工学にたずさわる大多数の人びとをとる立場は、これと同じであって、日本工業規格(JIS)でも採用している。

ここで大気圧とは、特に1気圧を意味しないことに注意されたい。人間の活動が宇宙空間にまで拡張されるときには、非常な低圧も、それが大気圧であるゆえに真空といえないことが起こるかも知れない。また容器内圧力が1気圧より少し低いときには、平地では真空と呼ばれ、高地では真空とはいえなくなるかも知れない。そのような不満足な点を、この定義はもっているのだが、一応目をつぶることにしよう。単なる低圧と違う点は、「特定の空間の状態」となっている点である。単なる圧力そのものをいうのではない。

つぎに、真空度という言葉について説明を加えよう。簡単に考えると、真空度とは真空の度合であるということになる。だから大気圧に等しいときの真空度が零で、圧力が低くなって絶対真空に近づくにつれ、真空度を表わす数値が増すのが正しいように思われる。実際に、機械工学の分野では、大気圧に等しいときに真空度0%、あるいは0 mmHgといい、絶対真空を真空度100%、あるいは760 mmHgと呼ぶのである。ところが、この方法は、気体の量、流量、分子数、密度、衝突頻度などと結びつけるのに不便であるばかりでなく、気体の非常に希薄な状態を表示するのに適していない。それで、物理学その他の分野では、古くから、残留気体の絶対圧、つまり絶対真空を圧力零とした圧力表示法をもって真空の度合を示してきた。

これら2つの表示法は、まえに述べた真空そのものの概念の差からきているのであってかなり根強いものがある。両方とも現在なお使われていて、真空度400 mmHgとは、大気圧からの減圧400 mmHgなのか、絶対圧で400 mmHgなのか判断に苦しむことがある。真空工学では、他の物理量と結びつけたり、高真空を表示したりするのに便利な絶対圧による圧力表示法を使うことにしている。つまり

「真空度とは、大気圧以下の圧力を絶対圧で表わしたもの」というわけである。この定義

では、真空度は圧力と同意だと決めたことになるが、真空度という言葉がよく使われるのは日本だけのようで、英語においても、ドイツ語においても、定量的に真空の度合をあらわすときは、ほとんど、「圧力が……mmHgの真空」といい、「真空度……mmHg」とはいわない。それで、今後国際的に用語を統一するためにも、できるだけ真空度という言葉をやめて、圧力といいかえてゆくほうがよいと思う。たとえば、到達真空度ではなく、到達圧力というわけである。これらはJISの真空用語にも採用されるはずである。

ここで、圧力の高低を定性的に述べる言葉について、少し書いておこう。これも混乱のもとになるからである。

まず、「圧力」についていうならば、「圧力がよい」という表現は全く使われないのであって、もっぱら、「高圧」「高い圧力」「圧力が高い」と高低でのみ程度を表わし、その意味するところは明瞭である。「真空」の程度については、「よい」「悪い」が多く、「高真空」および「低い真空」というときに高低を使うようである。ここで問題になるのは、図1-1に示したように、高低の関係が、「圧力」と「真空」とで逆になっていることである。「真

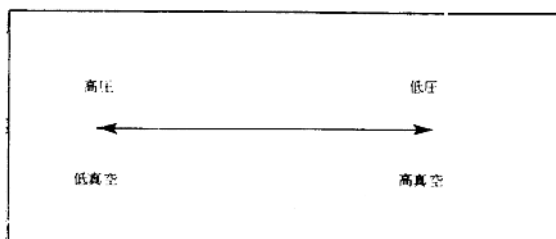


図 1-1 圧力と真空における高低の関係

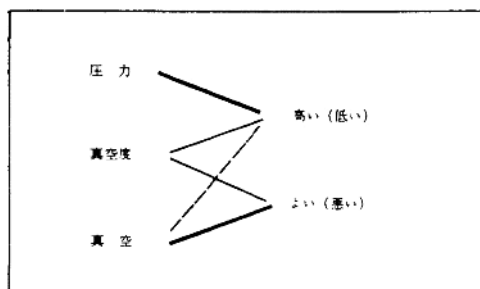


図 1-2 圧力、真空度、真空の間の関係。点線は、高真空といわれる場合にだけ使われることを示す

空がよい」「高真空」などが表わす内容は、その状態が絶対真空に近づく、つまり残留ガス圧が低いことなのである。

一番困るのは、「真空度」である。「真空度」という概念は、真空の程度を漠然と表わすようでもあり、また圧力と同じだとも定義されている関係もあって、その高低関係を表現するのに、図1-2のように「高い、低い」「よい、悪い」が入り混じって使用されている。そのために、しばしば意味のとり違えが起こる。つまり、「真空度が高い」といった場合に、圧力が高いのか低いのか理解に苦しむことになるのである。ある人は「高真空」の意味にとり、他の人は、真空度は圧力と同じだからと思って「圧力が高い」と解釈する。たとえば「この真空計は高い真空度まで使えます」といわれたとき困ってしまう。そこで、「真空度」という言葉はだんだん使わないことにしてゆき、「圧力」のときは「高低」で、「真空」のときは「よい」「悪い」で表現するように心掛けて、無用の混乱をなくしたいと思う。

最後に「真空度測定」とか「真空度測定法」という言葉はどうしたらよいかという疑問が残る。これを「低圧測定」といったのでは真空なのか1～5気圧ぐらいのことなのかはっきりしないし、「真空測定」というと、圧力測定のみでなく、真空中の種々の現象についての測定というように広くとられるおそれがある。正しくは「(高)真空における圧力測定」とすべきであるが、日本語の表現としてはまだるっこい感じがする。表題などには「真空度測定」という言葉が使いたいところで、JISでも、ついに止めるまでにいたらなかったいきさつがある。この用語は一般的表現として残ることになろう。

1-2 単 位

真空技術の分野で、古くから用いられてきた圧力の単位は、水銀柱の底面に及ぼす圧力を基準にしたmmHg(ミリメートル水銀柱)である。そのほかに、cgs単位系、工学的なMKS単位系、気圧を単位とする系、フートポンド系、あるいは重力単位系などあって、複雑である。

圧力は、その定義から明らかなおと、[力/面積]の次元をもっているから、cgs絶対単位系では dyne/cm^2 が基本になる。この系には

$$10^6 \text{ dyne/cm}^2 = 1 \text{ bar (バール)} \quad (1-1)$$

とする圧力単位があるので、 1 dyne/cm^2 のかわりに $1 \mu\text{b}$ (マイクロバール)が使われることがある。

MKS 単位系は、長さに m, 質量に kg を用いたもので、

$$1 \text{ Newton/m}^2 = 1 \text{ kg/m} \cdot \text{sec}^2 = 10 \text{ dyne/cm}^2 \quad (1.2)$$

に相当するが、高真空の分野では一般的でない。

工業用圧力計に使用される単位はほとんど重力単位であって、重量 kg/cm^2 が普通だが、これも高真空ではあまり用いられない。

現在でも真空技術の分野で親しまれているのは、やはりミリメートル水銀柱の単位系である。このシステムは、他の絶対単位系と関連がつけにくいこと、実用単位であることなどの理由から、近年、これらの単位系を早く cgs 単位系もしくは MKS 単位系に切りかえるべきだとの議論がなされているが¹⁾、いまのところそうなる気配はみえない。むしろ、米、独、英などでは、やはり水銀柱を基礎にした実用単位を使い続けてゆくことに決めている。これは、ほとんどの真空計の校正の基礎が水銀柱によっている現状からきていると思う。

ただし、最近の新しい傾向は、読むにも書くにも複雑な mmHg をやめて、Torr (トール) を採用しだしたことである。もともと、この表記法はドイツで行なわれていたもので、トリチェリの真空で有名な Torricelli (1608~1647) を記念している。世界の流れに応じ、わが国でも Torr で表示することが年ごとに増えてゆく傾向にあり、この講座でも採用することを決めた。

しかし、計量の単位および表記は、適正な計量の実施を目的として、公的には計量法やそれに関連した法令によって定められている。それによると、圧力の計量単位はパール、重量キログラム毎平方センチメートル、水銀柱メートル、水柱メートル、気圧およびそれらの補助単位であって²⁾、まだ Torr という表記法は加えられていない。それで計器の検定、あるいは公的な検査や試験では使えないが、それに関係のない技術的の分野では大いに用いるのがよいと思う。

ここで実用単位である mmHg の国際的に採択されている定義を掲げておきたい。計量法では、水銀柱メートルで書かれているので、これを 1 mmHg になおすならば、

「1 mmHg は、 13.59510 g/cm^3 の密度を有する 1 mm の高さの液柱が、加速度の大きさが 980.665 cm/sec^2 の重力の下においてその液柱の底面に及ぼす圧力をいう。」

となる³⁾。水銀という言葉も、温度の規定もないことに注意されたい。

1) A. Bobenrieth: Le Vide 14, 271 (1959), E. Thomas, R. Servzanckx and R. Leyniers: Vacuum 9, 207 (1959).

2) 計量法 第5条。

3) ただし気象上の気圧を表示する場合はこの定義によらないことが、付記されている。すなわち「気圧に関して、国際気象機関で採択されたものによることができる」となっている。

これに対し 1 Torr は、「標準 1 気圧 ($1,013,250 \text{ dyne/cm}^2$) の $1/760$ 」と定義されている。それで Torr と mmHg とは、 $1/7,000,000$ だけ異なることになるが、実用上は問題なく、両方を同じ意味で使ってさしつかえないといえる。

そのほかに、真空技術で用いられる圧力単位は、フートポンド系の psi (Pounds per square inch) である。

$$1 \text{ psi} = 51.715 \text{ mmHg} \quad (1.3)$$

ときどき psig と書いたものを見かけるが、末尾の g はゲージ圧 (gauge 圧) の意味で、大気圧を零として測った圧力であることを示している。これに対し、絶対圧は absolute の略で、psia と書かれることがある。このように、末尾に付した g や a でゲージ圧や絶対圧を示す方法は、他の単位系の場合でも見られる。

いろいろの単位系相互の換算のために、表 1.1 を掲げた。

表 1.1 圧力単位の換算表

	Torr	μHg	μb	気 圧	kg/cm^2	psi
1 Torr (mmHg)	1	10^3	1.333×10^3	1.316×10^{-3}	1.360×10^{-3}	1.934×10^{-2}
1 μHg	10^{-3}	1	1.333	1.316×10^{-6}	1.360×10^{-6}	1.934×10^{-5}
1 μb	7.50×10^{-4}	7.50×10^{-1}	1	9.869×10^{-7}	1.020×10^{-6}	1.450×10^{-5}
1 気圧	760	7.60×10^5	1.013×10^6	1	1.033	1.470
1 kg/cm^2	735.5	7.356×10^5	9.807×10^5	9.678×10^{-1}	1	14.22
1 psi (lb/in ²)	51.72	5.172×10^4	6.895×10^4	6.805×10^{-2}	7.031×10^{-2}	1

ここで、圧力の単位に Torr が使われだして問題になってきたことを書いておきたい。従来 10^{-3} mmHg は $1 \mu\text{Hg}$ (ミクロン水銀柱) と書かれることが多かった。ところが 1 mmHg が 1 Torr になったので、 $1 \mu\text{Hg}$ は 1 m Torr (ミリトル), 10^{-6} mmHg が $1 \mu\text{Torr}$ (マイクロトル) となったのである。そこでちょっと注意を怠ると $1 \mu\text{Torr}$ を $1 \mu\text{Hg}$ と勘違いして、 10^{-3} mmHg だと誤解することが起こる。しかも、人はしばしば Hg を省略して、「ミクロン」とだけ呼称するからなおさらである。

1.3 圧力範囲の区分け

今日の真空技術が開発した領域は、その圧力範囲において、大気圧以下およそ 15 桁にもおよび、工業的規模の装置でさえ、そのうち少なくとも 12 桁を達成している。この広い領域は、物理的にも、技術的にもかなり違っており、いくつかに分けて考えたほうがよ

いと思われる。ここでは、気体の性質、真空計やポンプの作動範囲、技術的問題などから、適当に区分けしてみた。

区分けの方法としてはいろいろあるが、国際的に広く行なわれている方法は、真空の領域を圧力によって、つぎの4つにすることである。

低真空 (Low vacuum)	大気圧	— 1 Torr
中真空 (Medium vacuum)	1 Torr	— 10^{-3} Torr
高真空 (High vacuum)	10^{-3} Torr	— 10^{-7} Torr
超高真空 (Ultra-high vacuum)	10^{-7} Torr	以下

現在使われている真空計の測定可能範囲を、比較のために表 1-2 に示した。それぞれの使える領域はかなり狭いのであって、全領域を、ただ1種類で測定できるという真空計出現の可能性は、たぶん今後もないであろう。異なった種類の真空計をいくつか取付け、圧力に応じて切り換えて使うという不便を忍ばなければならないわけである。

表 1-2 圧力範囲の区分け

Torr	区分	流れ	使える真空計	主 な ポンプ	平均自由 行路	大気 高度
760	低 真 空	粘 性 流	液柱差真空計	油回転ポンプ	(空気・15°C) -0.5 μ	km -14 -29 -45
100			隔膜真空計			
10			(アルファatron)			
1			(ガイスラ管)			
10^{-1}	中 真 空	中間 領域	マククラウド真空計	油回転ポンプ エゼクタポンプ メカニカルブースタ	-50 μ	-63 -78 -91
10^{-2}			熱伝導真空計			
10^{-3}			(油マノメータ)			
10^{-4}			(アルファatron)			
10^{-5}	高 真 空	分 子 流	電離真空計	拡散ポンプ	-5 cm	-106 -130 -160
10^{-6}			ベニング真空計			
10^{-7}			(クヌーセン真空計)			
10^{-8}						
10^{-9}	超 高 真 空	分子(表面 移動)	B-A 真空計	トラップ付拡散ポンプ	-500 m	-220 -310
10^{-10}			(特殊型電離真空計)	ゲッタイオンポンプ (クライオポンプ)		

(a) 大気圧から 1 Torr まで (低真空)

この領域は、気体の流れが問題なく粘性流であるということで特徴づけられる。残留ガ

スの主なものは空気で、特殊な場合水蒸気が多くなる。排気には油回転ポンプなどの機械ポンプが主で、拡散ポンプを使うことはできない。真空計としては、液柱差を利用した真空計と機械的変形を利用した真空計（ブルドン管、隔膜、ペローズなどの真空計）が主役である。その他にアルファートロン、対流真空計などがあり、インディケータとしてガイスラ管が広く用いられる。

(b) 1 Torr から 10^{-3} Torr まで（中真空）

気体の分子流的性質が徐々に無視できなくなる領域で、残留ガスとしては水蒸気が多くなる。油回転ポンプの排気速度は落ちてくるが、拡散ポンプを使うには圧力が高すぎる。エゼクタポンプやルーツ式のメカニカルブースタが活躍する。電離真空計を使うことは許されない。もっとも使われる真空計はマクラウド真空計と熱伝導真空計で、その他に傾斜型油マノメータ、アルファートロン、高感度隔膜真空計、粘性真空計がある。

(c) 10^{-3} Torr から 10^{-7} Torr まで（高真空）

ほとんど完全に分子流と考えられる領域で、代表的ポンプは拡散ポンプ、代表的真空計は電離真空計である。工業的にはベニング真空計が広く使われる。クヌーセン真空計もあるが一般的でない。残留ガスとしては、水蒸気の外に有機物の蒸気が増えてくる。ポンプに対する真空もれの負担が大きくなるから、かなり厳重なもれ探しを行なう必要がある。ガスケットはネオプレンゴムのもので十分で、装置の脱ガス操作は普通行なわない、行なっても簡単である。

(d) 10^{-7} Torr 以下（超高真空）

過去 10 年間に開発された技術的にも新しい領域で、容器の壁面が大きな影響をもつようになる。たとえば、残留ガスの大部分は壁からの放出ガスあるいは脱着ガスからなり、水蒸気のほか、CO, CO₂, H₂, He, Ar, N₂, 有機物蒸気などである。また気体として移動せずに壁面上を吸着されたまま移動する（マイグレーションという）分子が物質移動として無視できなくなったりする。圧倒的に多く使われている真空計は特殊な電極配置をした B-A 真空計である。その他の超高真空測定用のものは試作の段階である。排気の方法は、トラップ付拡散ポンプのほかに、分子ポンプ、ゲッタポンプ、ゲッタイオンポンプ、クライオポンプ（超低温ポンプ）による。装置を加熱脱ガスすることが一般的特徴である。これは壁からの放出ガス量がポンプの大きな負担となり、到達圧力を決めているからである。ふつうのゴムガスケット、ゴムホースは用いられない。