

水素使用質量分析計型洩り探し器

富永五郎・唐沢孝

質量分析計を利用して真空装置の洩り探しを行えば、非常に小さい洩りも簡単に正確に検出することができる。プローベガスとしてヘリウムを使うのが普通であるが、ヘリウムの代りに水素を使った洩れ探し器を実用化しようとして研究をすすめている。

装置のあらまし：分析管としてはガラス製 90° 型、半径 4 cm のもので、磁場は永久磁石を使って約 500 ガウスを得ている。イオン源は能率のよいものが必要であるから、Finkelstein 型¹⁾ を使っている。イオン源において、イオン電流は電源周波数を利用して 50 サイクルに変調される。変調用電圧を適当に選ぶことにより分析管の動作真空度 0.1 μHg 以下で一定の感度をもっている。集イオン電極に集められたイオン電流の増巾には、交流増巾を用い、出力は Phase Sensitive Detector により 100 μA 電流計を動かしている。電流増巾度は 140 db であり、回路のノイズは出力計の上で 0.5 μA であるから 5×10^{-14} A を読みとることができる。増巾度は、最大から最小まで 1/4000 に、数段の切り換えを持つている。

洩り探し器の固有

感度：洩り探し器の感度は、使用時における出力メーターのふらつきによって制限される。検出するプローベガスの圧力は、すくなくともこのふらつき以上の振れを生ずるものでなければならない。出力計のふらつきを $D_m(\mu A)$ とし、イオン源においてプローベガスの圧力が 1 μHg 変化したときの出力計の振れ、すなわち分析計の感度係数を $K(\mu A/\mu Hg)$ とし、検出するプローベガスの圧力を $4p(\mu Hg)$ とすれば、一般に次式が成立する。

$$4p \cdot K \geq D_m$$

両辺が等しいときの $4p$ を $4p_m$ とし、これが最小検出可能圧力となる。

プローベガスにヘリウムを使った場合には、洩りが無い時には質量分析計の He^+ の出力はほとんど零であり、 D_m は電気回路のノイズと考えるとよいが、水素を使った場合には、空気はもともと 1/10000 の水素を含むし、残留気体の相当部分を占める水の分子が、イオン源において熱陰極によって熱分解し H_2^+ イオンを作るため、洩りがなく従って外から水素が入らないときでも質量分析計の H_2^+ の出力は相当大きく存在し、しかもこれは変動している。そのためこの場合の D_m は、電気回路のノイズよりも上述の back ground の H_2^+ の出力のふらつきによってきめられ、小さな値ではない。したがって水素

を使った洩り探し器においては、 D_m をどこまで小にするかが感度を高くする主な問題となる。

われわれの所で現在得られているものは、 $K=1000\mu A/0.01\mu Hg$ 、 $D_m=1\mu A$ (すなわち使用状態でメーターのふらつきを 1 μA になるように増巾器を調整した時、イオン源における 0.01 μHg の水素の圧力変化によつて、出力メーターは 1000 μA ふれる) であるから、 $4p_m=10^{-5}\mu Hg$ となる。

ヘリウムの場合には $4p_m$ は、Consolidated 製のもので $5 \times 10^{-8}\mu Hg$ と推定される。イギリスの Milner もの²⁾ は $1 \times 10^{-8}\mu Hg$ である。Blears は $1 \times 10^{-8}\mu Hg$ と述べている³⁾ が、彼はこの数値をかかげた表の中で他の洩り探し器についても、すべて感度を 1 桁位良すぎる値を与えているので、上の数値は 1 桁下げて考えてよいと思う。

水素を使った場合には、ヘリウムに比べて感度は 1/10 ~ 1/100 になるから、上述の $4p_m=10^{-5}\mu Hg$ は、水素を使った場合の一般的な限界と考えられる。但しこの限界

は、水素を使った際の back ground の減少について特別の考慮を払わない時のものである。

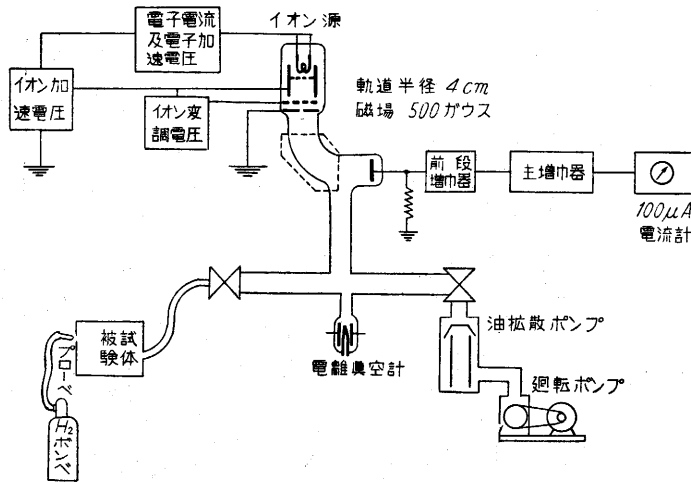
実際に洩り探しを行う時、排気速度 S (1/sec) で排気すれば、最小検出可能な洩りの流量 $4q_m$ ($\mu\text{-l}/\text{sec}$) は、 $4p_m=4q_m/S$ で与えられる。したがって S を小さくすれば、いくらかでも小さな洩りが探せることになるが S には洩り探しの理論から一定の制約があつて、むやみに小さくできない。ふつ

う S は 11/sec 程度である。そこで $4p_m=10^{-5}\mu Hg$ 、 $S=11/\text{sec}$ の時、検出し得る最小の洩りは $10^{-5}\mu\text{-l}/\text{sec}$ となる。この洩りは 1 立の容積の容器に 1 箇あつた時、容器の真空度が 1 mmHg になるのには 3 年間かかる程度のものである。

このような性能の状態で、実際に洩り探しを行つた一例を次に述べる。真鍮製の容積 2 立の容器を被試験体とした時、全体の洩りの合計はアウトガスを含めて $2\mu\text{-l}/\text{sec}$ で、動作真空度は $0.3\mu Hg$ の状態で検出した洩りは、 $5 \times 10^{-2}\mu\text{-l}/\text{sec}$ 乃至 $1 \times 10^{-4}\mu\text{-l}/\text{sec}$ のものが半田付けの部分に十数個あり、パツキングの所には $10^{-2}\mu\text{-l}/\text{sec}$ の洩りが数個あつた。(1952. 11. 12)

文 献

- 1) R. S. I. 11, 94 (1940).
- 2) Jour. of Scientific Instruments Supl. No. 1, 32 (1951).
- 3) ibid. ibid. 25



主要部の概念図