

標準リークの校正に関する調査研究

新井 健太*
(平成16年6月2日受理)

Survey of calibration method on standard leaks

Kenta ARAI

Abstract

Leak of gas into various pressure vessels is a subject to be controlled in frontier technologies and industries. A standard leak is important as a reference to measure the leak rate of the gas quantitatively using a leak detector. For the calibration of the standard leak, establishment of technologies to generate a primary flow and to compare the standard leak with the flow are essential. A flowmeter to generate the primary flow is categorized into three types; constant-pressure type, constant-volume type, and conductance type. Each type flowmeter has an effective range of flow rate due to its principle. By means of a combination of the constant-pressure type and the conductance type in a flowmeter, it is estimated that the primary flow in the range of 10^{-3} - 10^{-10} Pa·m³·s⁻¹ can be generated with a relative uncertainty of 0.06-0.59 %. It is also calculated that standard leak is calibrated with a relative uncertainty of 1.4-1.5 % in that range by comparison method with the primary flow.

1. はじめに

半導体、原子力、自動車、食品等の各産業では様々な気密容器が使用されていて、これらの製品の安全性、品質及び経済性の向上のためにリークの定量的管理が必要となる。リーク量を測定する装置としてヘリウムリークディテクターが市販されている。

ヘリウムリークディテクターの校正は基準となる標準リークが必要になる。図1に示すように、検出範囲 10^{-3} ~ 5×10^{-13} Pa·m³·s⁻¹のヘリウムリークディテクターに対し標準リークは 10^{-4} ~ 10^{-10} Pa·m³·s⁻¹の流量範囲で市販されている。通常の標準リークは試験気体容器のリザーバーとキャピラリーもしくは拡散現象でヘリウムを透過する膜から構成されている。キャピラリータイプは気体種を選ばないが、キャピラリーが詰まると標準リークの流量が変化する。透過タイプは、使用できる気体種がヘリウムに限られ、温度に対する流量の依存性が大きい¹⁾。両タイプともリザーバーへの気体の供給は通常は無いため、時間とともにリザーバーの圧力が下がって流量が減少する。以上のことから、標準リークは定期的な校正が必須である。

標準リークを校正する方法として、標準リークからの流量を絶対測定する方法と、既知の流量(基準流量)と比較する

方法がある²⁾⁻⁴⁾。前者の例として、米国真空協会規格 AVS Standard 2.2-1968に昇圧法による 10^{-4} ~ 10^{-6} Pa·m³·s⁻¹の流量範囲での校正方法が述べられている⁵⁾。しかし、この方法では真空計の分解能、試験チェンバーの内壁からのガス放出等の制約により、 10^{-7} Pa·m³·s⁻¹以下の標準リークを校正することは難しい。本調査研究では、 10^{-10} Pa·m³·s⁻¹までの校正を目標として後者の方法を詳しく調べた。

第一節では、リークの定量的管理の必要性を示し、リーク

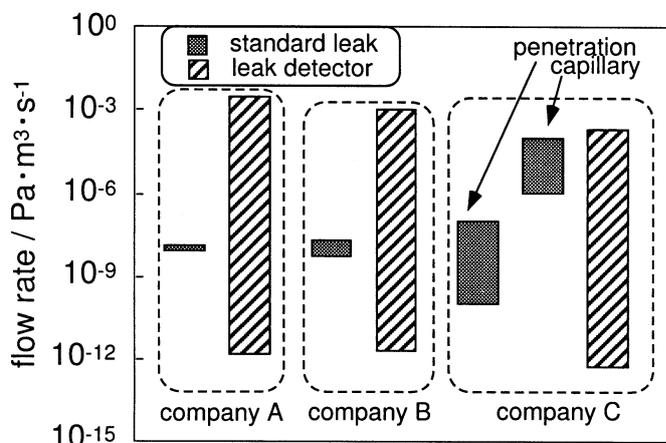


図1 市販されているヘリウムリークディテクターのリークの検出範囲と標準リークの流量範囲。

*計測標準研究部門 力学計測科

ディテクターの校正の基準となる標準リークの校正の必要性とその校正方法を概観した。第二節では、基準流量の発生方法と発生した流量の不確かさについて述べる。第三節では、基準流量を用いた標準リークの比較校正方法について述べる。第四節で、本調査研究をまとめる。

2. 基準流量の発生方法

2.1 流量の測定

コンダクタンスが $C[\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}]$ のパイプまたはオリフィスを介して気体が流れるとき、気体流量 $Q[\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}]$ はパイプの上流側圧力 $P_1[\text{Pa}]$ と下流側圧力 $P_2[\text{Pa}]$ から

$$Q = C(P_1 - P_2) \quad (1)$$

と表される⁶⁾。

モル流量 $Q_{mol}[\text{mol} \cdot \text{s}^{-1}]$ は、気体の流れの上流側チャンバー内の気体のモル量 $n[\text{mol}]$ の時間変化として、

$$Q_{mol} = dn/dt = d(PV/RT)/dt \quad (2)$$

と表される。気体流量 Q とモル流量 Q_{mol} との間には、

$$Q = RTQ_{mol} \quad (3)$$

の関係があり、圧力 P 、容積 V 、及び温度 T を使って、温度 T の変化が容積 V に影響しないとして気体流量 Q は、

$$Q = RT \cdot d(PV/RT)/dt \quad (4)$$

$$= PdV/dt + VdP/dt - (PV/T)dT/dt \quad (5)$$

で表される。R は気体定数 ($8.314\text{J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) である。

温度が一定で、圧力も変化させない場合、すなわち、気体流出しただけ容器の容積を小さくするときに式(5)は、

$$Q = PdV/dt \quad (6)$$

となり、この式に基づく流量計を定圧流量計と呼ぶ。

温度が一定で、容積も変化させない場合、すなわち、気体が流出しただけ容器の圧力が低くなるときに式(5)は、

$$Q = VdP/dt \quad (7)$$

となり、この式に基づく流量計を定容流量計と呼ぶ。

これらの方法とは別に、パイプまたはオリフィスのコンダクタンスが定圧流量計や定容流量計により予め求められているならば、このコンダクタンスの上流と下流の圧力を精密に測定することで、流量は式(1)から求められる。この原理に基づく流量計をコンダクタンス流量計と呼ぶ。

2.2 定圧流量計

2.2.1 装置構成

代表的な定圧流量計と標準リーク比較校正装置の概略を図2に示す。図中の点線で囲まれた流量計本体は、真空計(G_2)と気体の流入用のバルブ(V_1)が設けられた参照チャンバー(図

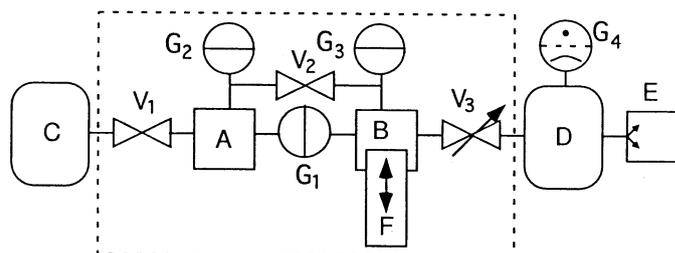


図2 代表的な定圧流量計の概念図。A：参照チャンバー，B：容積可変チャンバー，C：リザーバー，D：外部チャンバー，E：真空ポンプ，F：ピストン， V_1 及び V_2 ：バルブ， V_3 ：バリアブルリークバルブ， G_1 ：差圧型隔膜真空計， G_2 及び G_3 ：隔膜真空計， G_4 ：熱陰極電離真空計。点線内が、流量計本体である。

中 A)，真空計(G_3)と容積可変用のピストン(F)と気体の流出用のバルブ(V_3)が設けられた容積可変チャンバー(B)，及びそれらを結ぶバルブ(V_2)と差圧型隔膜真空計(G_1)から構成される。 V_3 の下流側に標準リークの比較校正のための真空計(G_4)と真空ポンプ(E)が設けられた外部チャンバー(D)が接続される。 V_3 は流量を調節用にバリアブルリークバルブが用いられる。 V_1 の上流側に気体の供給源となるリザーバー(C)が接続される。 G_2 及び G_3 には、全圧の正確な測定が可能な隔膜真空計を用いる。 G_4 には、超高真空まで圧力測定が可能な熱陰極電離真空計を用いる。

気体流量測定のプロセスは以下の通りである。装置内部は予め十分に排気されている。

1. バルブ V_1 及び V_2 を開き、 V_3 を閉じた状態で、リザーバーから気体(例えばヘリウム)を装置内に導入する。
2. バルブ V_3 の開度を調節して、外部チャンバーに気体を流し、真空計 G_4 の指示値が安定するまで待つ。このときの G_3 の示す圧力が、定圧流量計の動作圧力になる。
3. バルブ V_1 及び V_2 を閉じることににより、参照チャンバーの圧力は一定であるが、 V_3 を通った気体の流出により、容積可変チャンバーの圧力は低くなる。この圧力差を G_1 で読み取り、圧力差が常に零になるように容積可変チャンバーの容積を ΔV 変化させる。

時間 Δt の間に ΔV だけ変化したとき、式(6)は

$$Q = P \cdot \Delta V / \Delta t \quad (8)$$

と変形される。

2.2.2 容積の可変方法

定圧流量計では流れ出す流量に従って、容積を変化させる必要がある。現在までに種々の方式が実現されている中で図3に示す「ピストンをチャンバーに直接挿入することで容積を変化させる方法」、「ピストンの容積変化をペローズを介して伝える方法」、及び「ペローズの容積を直接変化させる方法」について原理と特徴を述べる。

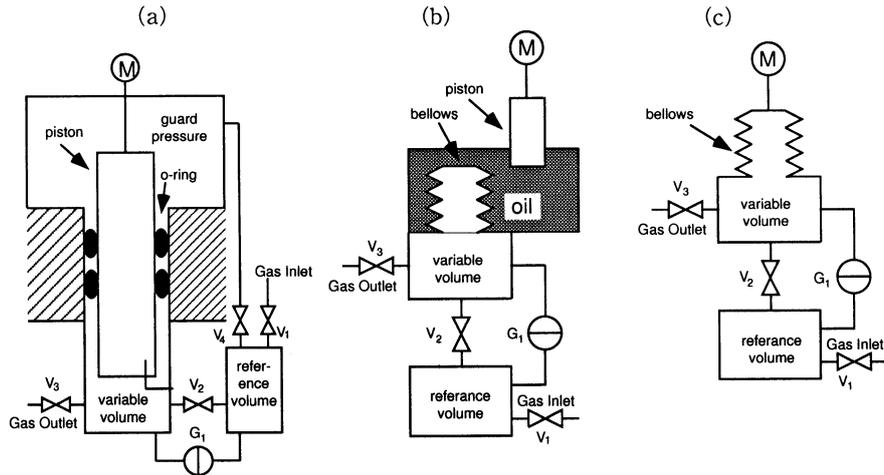


図3 様々な可変容積の実現方法. M はモーターを表す. (a)O-リングでシールする方法⁷⁾, (b)ピストンの変位を油で伝える方法⁷⁾, (c)ベローズで直接容積を変位させる方法¹⁰⁾.

(a)ピストンをチャンバーに直接挿入することで容積を変化させる方法：図3(a)にその概略を示す. 容積の変化量 ΔV は、ピストンの断面積が既知であるとき、ピストンの移動量から計算できる. この方法ではピストンとシリンダとの隙間における気体の漏れが問題となる. 図3(a)では、真空シールにO-リングを用い、さらにO-リングの両側の圧力が同じになるようにすることで、気体の漏れを防いでいる. しかし、摩擦によるO-リングからのガス放出が測定流量の下限を決定する主要因となっている. McCulloh 等はこの方法により $2 \times 10^{-6} \sim 2 \times 10^{-8} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ の流量測定を実現した⁷⁾.

(b)ピストンの容積変化をベローズと油を介して伝える方法：図3(b)にその概略を示す. 気体はチャンバーやベローズとのみ接する. 液体には油が使われる. 油は金属とのなじみが良いためにベローズの細かい所にも充填できる. 典型的な油の圧縮率は 0.4GPa^{-1} と小さいために⁸⁾, ピストンの挿入量はそのままチャンバーの容積変化に変換されるが、油の充填は気泡が残らないようにする必要がある. 油中に気泡があると、気体の等温圧縮率 $\kappa_g = 1/P$ は大気圧でも油の圧縮率の約 2×10^4 倍の $\sim 10^4 \text{GPa}^{-1}$ であるため、ピストンの容積変化がチャンバーの容積変化に正確に伝わらない. さらに、チャンバー内壁からのガス放出速度を小さくするためには加熱脱ガス処理が有効であるが、装置内に油があるために加熱温度を上げられなくて、効果的な脱ガス処理ができないという欠点もある. Hojo 等はこの方法により $10^{-3} \sim 10^{-8} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ の流量測定を実現した⁹⁾.

(c)ベローズの容積を直接変化させる方法：図3(c)にその概略を示す. 全金属で構成できるため、高温での加熱脱ガス処理が可能となる. ベローズの収縮量から容積変化量を直接見積もることができない点、この方法の解決課題である. Jousten 等は、ベローズを水で満たし、秤量法でベローズの変形量と容積の変化量の相関を予めもとめた¹⁰⁾.

2.2.3 測定量の不確かさ

(a) $u(P)/P$ ：動作圧力測定に関する不確かさ $u(P)$ に寄与する項として、圧力測定値のばらつき(標準偏差)による $u_1(P)$ と真空計の精度による $u_2(P)$ があることから、圧力測定の相対不確かさ $u(P)/P$ は、

$$u(P)/P = \sqrt{\{u_1(P)/P\}^2 + \{u_2(P)/P\}^2} \quad (9)$$

と表される.

圧力測定にフルスケールが 133Pa 、ばらつきがフルスケールの 10^{-6} の隔膜真空計を用いたとき、 $u_1(P)$ は $1.33 \times 10^{-4} \text{Pa}$ になる. 表1に示すように、圧力範囲が $0.1 \sim 150 \text{Pa}$ の $u_2(P)/P$ は、当所の膨張法の装置で校正すれば $1.42 \sim 0.09\%$ になる¹¹⁾.

(b) $u(\Delta V)/\Delta V$ ：容積の変化分 ΔV はピストンの直径を d 、ピストンの変位を ΔL とおくと、

$$\Delta V = \pi (d/2)^2 \Delta L \quad (10)$$

と表される. 従って、相対不確かさは、

$$u(\Delta V)/\Delta V = \sqrt{2\{u(d)/d\}^2 + \{u(\Delta L)/\Delta L\}^2} \quad (11)$$

と表される. 不確かさ $2 \times 10^{-6} \text{m}$ のマイクロメーターを用いた長さ測定が可能とすれば、 $u(d)$ は $2 \times 10^{-6} \text{m}$ 、 $u(\Delta L)$ は $3 \times 10^{-6} \text{m}$ となる.

(c) $u(\Delta t)/\Delta t$ ： $u(\Delta t)$ は、真空計の時間応答を考慮して 0.05s とおく.

表1 当所の膨張法の装置で校正された隔膜真空計の校正不確かさ¹¹⁾.

| pressure range [Pa] | uncertainty [%] |
|--------------------------|--------------------|
| $0.1 \leq P < 1.0$ | 1.42 |
| $1.0 \leq P < 10.0$ | 0.18 |
| $10.0 \leq P \leq 150.0$ | 0.09 |

(d) $u(T)/T$: 温度 T に $u(T)$ の不確かさがあるとき、流量 Q の不確かさ $u(Q)$ は、式(3)から、

$$u(Q) = (Q/T)u(T) \quad (12)$$

と表される。 $u(T)$ は、白金測温抵抗体の温度応答を考慮して 0.05K とおく。

2.2.4 装置に起因する不確かさ

実際に流れる流量 Q_{actual} は式(5)で表される流量にチェンバー内壁からの放出ガス Q_g やリーク Q_L を加えた流量である。一方、測定される流量 Q_{measured} は式(8)で表される。 Q_{actual} と Q_{measured} の比は、

$$\frac{Q_{\text{actual}}}{Q_{\text{measured}}} = \frac{P\Delta V/\Delta t + V\Delta P/\Delta t - (PV/T)\Delta T/\Delta t + Q_g + Q_L}{P\Delta V/\Delta t} \quad (13)$$

$$= 1 + \frac{V}{\Delta V} \frac{\Delta P}{P} - \frac{V}{\Delta V} \frac{\Delta T}{T} + \frac{Q_g}{Q_{\text{measured}}} + \frac{Q_L}{Q_{\text{measured}}} \quad (14)$$

で表される。

(e) $(V/\Delta V)(\Delta P/P)$: 式(14)のこの項は、流量測定中の参照チェンバーと容積可変チェンバーとの圧力差の変動量 ΔP が、相対合成不確かさに与える影響を表す。 ΔP は常に零になるようにピストンを制御するが、制御の遅れなどの問題により完全に零にすることは難しい。そのような場合、 ΔP が $V/\Delta V$ 倍に増幅される。

(f) $(V/\Delta V)(\Delta T/T)$: 式(14)のこの項は、流量測定中の装置の温度変動 ΔT が相対合成不確かさに与える影響を表す。

(e)と同様に、 ΔT が $V/\Delta V$ 倍に増幅される。

(g) Q_g/Q : チェンバーの構成材料は SUS304 や SUS316 等のステンレス鋼が多用される。内壁に吸着した分子(水など)や金属中の溶存水素はガス放出の原因となる。単位面積あたりのガス放出速度 Q_v は、電解研磨しさらに加熱脱ガス処理した SUS304 の表面に大気を吸着させてから 20 時間排気した後で $1.6 \times 10^{-8} \text{Pa}\cdot\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ と報告されている¹²⁾。また、蒸気脱脂しさらに化学研磨した SUS316L では 400°C の加熱脱ガス処理により $3 \times 10^{-10} \text{Pa}\cdot\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ と報告されている¹³⁾。定圧流量計の内部を十分に加熱脱ガス処理ができれば、 Q_v は $10^{-9} \text{Pa}\cdot\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ とおくことは十分妥当である。チェンバー内壁からのガス放出量 Q_g は、表面積を A とすると、

$$Q_g = 10^{-9} A [\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}] \quad (15)$$

と表される。

(h) Q_L/Q : 部品同士の接続はガスケットが銅のナイフエッジ型フランジを用いる。そのリーク量 Q_L は、注意深い組み立てによりリークディテクターの最低検出感度の 10 倍以下にできるとする。リークディテクターの最低検出感度は、機種による違いはあるが、おおよそ $5 \times 10^{-13} \text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ であるから、 Q_L は、

$$Q_L = 5 \times 10^{-12} [\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}] \quad (16)$$

と表される。

2.2.5 相対合成不確かさの試算

定圧流量計により絶対測定される流量 Q の相対合成不確かさは、上述の(a)~(h)までの項の二乗和の平方根で表される。

$$\left\{ \frac{u(Q)}{Q} \right\}^2 = \left\{ \frac{u(P)}{P} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(\Delta V)}{\Delta V} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(\Delta t)}{\Delta t} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(T)}{T} \right\}^2 + \left\{ \frac{V}{\Delta V} \frac{\Delta P}{P} \right\}^2 + \left\{ \frac{V}{\Delta V} \frac{\Delta T}{T} \right\}^2 + \left(\frac{Q_g}{Q} \right)^2 + \left(\frac{Q_L}{Q} \right)^2 \quad (17)$$

$10^{-5} \text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ の流量 Q の測定がどれくらいの不確かさでできるか試算した。 P は 100Pa 、容積変化量 ΔV は $3 \times 10^{-5} \text{m}^3$ 、測定時間 Δt は 300s とおいた。次に、ピストンコントロールの不完全さによる圧力差の変動量 ΔP は隔膜真空計の分解能の 10 倍の $1.33 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 、温度 T は室温を考えているので 300K 、装置の温度変動 ΔT は短時間の測定なので 0.05K 、装置内部の表面積 A はペローズを使用していることを考慮して 0.2m^2 、容積 V は容積可変チェンバーの配管部を含めて 10^{-4}m^3 とおいた。このときのバルブ V_3 のコンダクタンス C は、 $10^{-7} \text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$ である。表 2 の a の列に示すように、この条件での

表 2 定圧流量計における相対不確かさの要因と見積もった値、case の欄はそのときの条件を示す。a : $P=100 \text{Pa}$, $\Delta V=3 \times 10^{-5} \text{m}^3$, $\Delta t=300 \text{s}$, $\Delta P=1.33 \times 10^{-3} \text{Pa}$, $T=300 \text{K}$, $\Delta T=0.05 \text{K}$, $A=0.2 \text{m}^2$, 及び $V=10^{-4} \text{m}^3$ 。b : $P=1 \text{Pa}$ に変えた。その他のパラメータは a と同じ。c : $\Delta V=3 \times 10^{-7} \text{m}^3$ に変えた。その他のパラメータは a と同じ。d : $\Delta t=30000 \text{s}$ に変えた。それに伴い、 $\Delta T=0.5 \text{K}$ とおいた。その他のパラメータは a と同じ。

| component | type | relative uncertainty [%] | | | |
|--------------------------------------------|------|------------------------------------------------------------|-----------|-----------|-----------|
| | | flow rate [$\text{Pa}\cdot\text{m}^3\cdot\text{s}^{-1}$] | | | |
| case | | 10^{-5} | 10^{-7} | 10^{-7} | 10^{-7} |
| P [Pa] | | 100 | 1 | 100 | 100 |
| ΔV [$\times 10^{-6} \text{m}^3$] | | 30 | 30 | 0.30 | 30 |
| Δt [s] | | 300 | 300 | 300 | 30000 |
| ΔT [K] | | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.5 |
| $u_1(P)/P$ | A | 0.00 | 0.01 | 0.00 | 0.00 |
| $u_2(P)/P$ | B | 0.09 | 0.18 | 0.09 | 0.09 |
| $u(\Delta V)/\Delta V$ | B | 0.02 | 0.02 | 1.32 | 0.02 |
| $u(\Delta t)/\Delta t$ | B | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.00 |
| $u(T)/T$ | A | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 |
| $(V/\Delta V)(\Delta P/P)$ | A | 0.00 | 0.44 | 0.44 | 0.02 |
| $(V/\Delta V)(\Delta T/T)$ | A | 0.05 | 0.05 | 5.48 | 0.55 |
| Q_g/Q | B | 0.00 | 0.20 | 0.20 | 0.20 |
| Q_L/Q | B | 0.00 | 0.01 | 0.00 | 0.00 |
| combined | | 0.11 | 0.52 | 5.7 | 0.59 |

相対合成不確かさが0.11%となり、この内の最大要因は $u_2(P)/P$ となった。流量 Q を小さくするには、式(1)より、1)動作圧力 P を小さく、2)バルブ V_3 の開度を小さくしてコンダクタンス C を小さく、あるいは3)両方を併用する。いずれの場合も、相対合成不確かさに与えるガス放出 Q_g とリーク Q_L の影響が大きくなるが、例として、 P を1/100にして Q を1/100の $10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ にする場合を表2のbの列に示す。 $(V/\Delta V)$ ($\Delta P/P$)が100倍の0.44%に増大し、相対合成不確かさが0.52%になった。これは、動作圧力 P を小さくしても、圧力差の変動量 ΔP は小さくできないためである。また、 C を1/100にして Q を1/100にする場合、 Δt は同じで ΔV を1/100にする方法と、 ΔV は同じで Δt を100倍にする方法がある。前者の試算結果を表2のcの列に、後者の結果をdの列に示す。前者の場合、 $u(\Delta V)/\Delta V$ 、 $(V/\Delta V)(\Delta P/P)$ 、及び $(V/\Delta V)(\Delta T/T)$ がそれぞれ100倍の1.32%、0.44%、及び5.48%に増大し、相対合成不確かさが5.7%になった。つまり、死容積の割合 $V/\Delta V$ を大きくしてはいけないことがわかる。後者の場合、 Δt を長くする分温度変動 ΔT が10倍の0.50Kに拡大すると考えると、 $(V/\Delta V)(\Delta T/T)$ は10倍の0.55%に増大し、相対合成不確かさが0.59%になった。

相対合成不確かさ $u(Q)/Q$ と各不確かさの要因 $u(x_i)/x_i$ の流量 Q に対する依存性を図4に示す。動作圧力が150~5000Paの間でも $u_2(P)/P$ は0.09%で測定できると仮定した。この図から大流量では $u_2(P)/P$ と $(V/\Delta V)(\Delta T/T)$ とが不確かさの主要因となり、流量を小さくするにつれて $(V/\Delta V)(\Delta T/T)$ の寄与は相対的に小さくなるが、 $(V/\Delta V)(\Delta P/P)$ 、 Q_g/Q 、と $u_1(P)/P$ が大きくなることわかる。 $V/\Delta V$ は装置の設計段階で小さくする必要があるが、 V は配管の容積などで小さくするには限界がある。また、差圧計の安定性及び分解能により $\Delta P/P$ を小さくするには限界がある。従って、大流量は装置全体の保温を効果的に行い ΔT を小さくすることが、小流量は $u_1(P)$ を小さくするための隔膜真空計の使用法の探索、及び Q_g を小さくするための装置の加熱脱ガス処理の

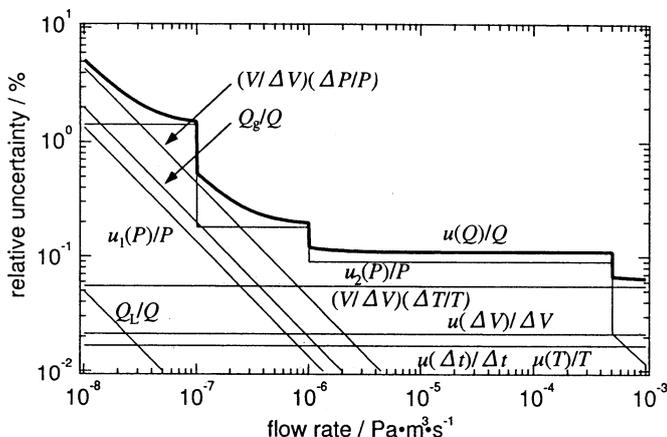


図4 定圧流量計の相対合成不確かさと各不確かさの要因の流量依存性。

徹底が重要である。

2.3 定容流量計

2.3.1 装置構成

代表的な定容流量計の概念図を図5に示す。図2の定圧流量計の装置図から容積可変用のピストン(図中F)を取り去ったものと同じである。圧力変化量 ΔP が小さく、動作圧力 P が高い場合、一つの真空計で小さな圧力変化を測定することは難しい。そのため、 P 測定用の隔膜真空計 G_3 と ΔP 測定用の差圧型隔膜真空計 G_1 を分けている。動作圧力 P が低い場合は、 G_3 を $10 \sim 10^{-4} \text{Pa}$ の圧力範囲内で膨張法により $u_2(P)/P$ が測定された¹¹⁾、気体の粘性を利用したスピニングローター真空計¹⁴⁾ を使用し、圧力変化量 ΔP と動作圧力 P を一つの真空計で測定する。

気体流量測定のプロセスは以下の通りである。装置内部は予め十分に排気されている。

1. バルブ V_1 及び V_2 を開き、 V_3 を閉じた状態で、リザーバーから気体(例えばヘリウム)を装置内に導入する。
2. バルブ V_3 の開度を調節して、外部チェンバーに気体を流し、真空計 G_4 の指示値が安定するまで待つ。このときの G_3 の示す圧力が定容流量計の動作圧力となる。
3. バルブ V_1 及び V_2 を閉じることにより、参照チェンバーの圧力は一定であるが、 V_3 を通った気体の流出により、試験チェンバーの圧力は低くなる。この圧力変化量 ΔP を動作圧力 P が高い場合 G_1 で、動作圧力 P が低い場合 G_3 で読み取る。

時間 Δt の間に ΔP だけ変化したとき、式(7)は

$$Q = V \cdot \Delta P / \Delta t \quad (18)$$

と、変形される。

2.3.2 測定量の不確かさ

(a) $u(\Delta P)/\Delta P$: 差圧型隔膜真空計 G_1 により測定される圧力変化量 ΔP の相対不確かさは、式(9)と同様にして、

$$u(\Delta P)/\Delta P = \sqrt{\{u_1(\Delta P)/\Delta P\}^2 + \{u_2(\Delta P)/\Delta P\}^2} \quad (19)$$

で表される。スピニングローター真空計を使用する場合でも

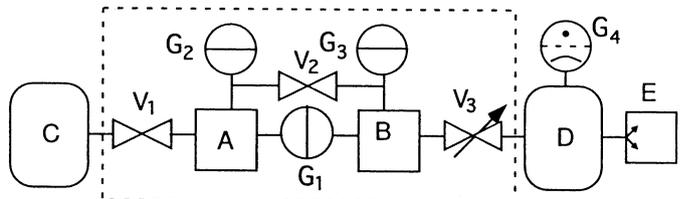


図5 代表的な定容流量計の概念図。A: 参照チェンバー, B: 容積可変チェンバー, C: リザーバー, D: 外部チェンバー, E: 真空ポンプ, V_1 及び V_2 : バルブ, V_3 : バリアブルリークバルブ, G_1 : 差圧型隔膜真空計, G_2 及び G_3 : 隔膜真空計, G_4 : 熱陰極電離真空計。点線内が、流量計本体である。

同じである。

(b) $u(V)/V$: チェンバーの容積測定には質量測定法 (gravimetric technique) と気体膨張法 (gas expansion technique) との2つの方法がある。通常の測定は両者が組み合わされる。質量測定法は、容器が小さいときに有効である。容器の質量を空の状態で測定した後、密度がよく分かった水で満たして測定すると、差が容器の容積に相当する。しかし、容器が大きいときや真空系に組み込まれた容器ではこの方法は難しい。このようなときはボイルの法則を利用する気体膨張法が有効である。まず、質量測定法により基準容器の容積 V_r を正確に求め、これを被測定容器 (容積 V) に接続する。被測定容器の気体 (圧力 P_i) を基準容器に膨張すると、そのときの圧力 P_f から容積 V は $V_r P_f / (P_i - P_f)$ となる。Levine 等はこの方法で0.002の相対不確かさ $u(V)/V$ を得ている¹⁵⁾。

(c) $u(\Delta t)/\Delta t$: $u(\Delta t)$ は、定圧流量計と同様に真空計の時間応答を考慮して0.05s とおく。

(d) $u(T)/T$: 温度測定の不確かさ $u(T)$ は、定圧流量計と同様に0.05K とおく。

2.3.3 装置に起因する不確かさ

実際に流れる流量 Q_{actual} は式(5)で表される流量にチェンバー内壁からの放出ガス Q_g やリーク Q_L を加えた流量である。一方、測定される流量 Q_{measured} は式(18)で表される。 Q_{actual} と Q_{measured} の比は、

$$\frac{Q_{\text{actual}}}{Q_{\text{measured}}} = \frac{P \Delta V / \Delta t + V \Delta P / \Delta t - (PV/T) \Delta T / \Delta t + Q_g + Q_L}{V \Delta P / \Delta t} \quad (20)$$

$$= \frac{P}{\Delta P} \frac{\Delta V}{V} + 1 - \frac{P}{\Delta P} \frac{\Delta T}{T} + \frac{Q_g}{Q_{\text{actual}}} + \frac{Q_L}{Q_{\text{actual}}} \quad (21)$$

で表される。

(e) $(P/\Delta P)(\Delta V/V)$: V は変化しないと考えるが、実際には熱膨張による変形がある。線膨張率を α 、温度変化量を ΔT_d とおくと、体積に対する熱膨張による体積変化の割合 $\Delta V/V$ は、

$$\Delta V/V = 3\alpha \Delta T_d \quad (22)$$

となる。 ΔT_d は試験チェンバーの温度変動 ΔT (0.01K) に相当する。ステンレス鋼 (18Cr, 8Ni) の室温付近における線膨張率 α は $1.6 \times 10^{-5} \text{K}^{-1}$ ⁶⁾ であり、 $\Delta V/V$ は $\sim 10^{-6}$ となる。圧力変化量 ΔP を100Pa、動作圧力 P を 10^4Pa とすると、 $(P/\Delta P)(\Delta V/V)$ は $\sim 10^{-4}$ となる。

(f) $(P/\Delta P)(\Delta T/T)$: この項は、流量測定中の温度変動 ΔT による気体のみかけの増減量となる。 ΔT が $P/\Delta P$ 倍に増幅される。

(g) Q_g/Q : 定圧流量計の場合と同様にして、 Q_g は式(15)で与えられる。

(h) Q_L/Q : 定圧流量計の場合と同様にして、 Q_L は式(16)で与えられる。

2.3.4 流量の時間に対する非線形性の影響

(i) Q_{NL}/Q : 定容流量計では流量の計測中に図5中のバルブ V_1 及び V_2 からのガスの流入は無いため、試験チェンバーの圧力は時間とともに減少する。一方、式(1)より、 V_3 を通過する気体流量はコンダクタンスの前後の圧力差に依存する。従って、定容流量計では時間の経過とともに流量 Q が減少するので、この影響を考慮する必要がある。

外部チェンバーの圧力が試験チェンバーの圧力と比較して十分に低いとき、式(1)と式(5)から、

$$-V \cdot dP/dt = CP \quad (23)$$

が導出される。 C は V_3 のコンダクタンス、 V は試験チェンバーの容積である。圧力変化量が小さくてコンダクタンスが一定とみなせる場合、式(23)は解くことができ、圧力 P 及び実際の流量 Q_{actual} は、

$$P = P_0 \exp(-Ct/V) \quad (24)$$

$$Q_{\text{actual}} = CP_0 \exp(-Ct/V) \quad (25)$$

のように表される。ここで、 P_0 は $t=0$ での圧力に相当する。 $\exp(x) = 1 + x + x^2/2! + x^3/3! + \dots$ と近似できることとコンダクタンス C は $-(V/t) \ln(1 - \Delta P/P)$ で表されることを使い、式(25)は、

$$Q_{\text{actual}} = CP_0 \{1 + (-Ct/V) + (1/2!) (-Ct/V)^2 + \dots\} \quad (26)$$

$$= CP_0 [1 + \ln(1 - \Delta P/P) + (1/2!) \{-\ln(1 - \Delta P/P)\}^2 + \dots] \quad (27)$$

と表される。式(27)中の右辺一項目と二項目の和は式(18)で表される流量 Q である。三項目以降は、時間に対して非線形に変化する成分として Q_{NL} で表す。

$\Delta P/P$ を0.01とすると、

$$Q_{NL}/Q = 10^{-4} \quad (28)$$

となるので、流量自体の時間に対する非線形性は小さくなる。従って、以下では $\Delta P/P$ は0.01に固定する。

2.3.5 相対合成不確かさの試算

定容流量計により絶対測定される気体流量 Q の相対合成不確かさは、上述の(a)~(i)までの項の二乗和の平方根で表される。

$$\left\{ \frac{u(Q)}{Q} \right\}^2 = \left\{ \frac{u(\Delta P)}{\Delta P} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(V)}{V} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(\Delta t)}{\Delta t} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(T)}{T} \right\}^2 + \left\{ \frac{P}{\Delta P} \frac{\Delta V}{V} \right\}^2 + \left\{ \frac{P}{\Delta P} \frac{\Delta T}{T} \right\}^2 + \left\{ \frac{Q_g}{Q} \right\}^2 + \left\{ \frac{Q_L}{Q} \right\}^2 + \left\{ \frac{Q_{NL}}{Q} \right\}^2 \quad (29)$$

表3 圧力測定に隔膜真空計を用いた定容流量計における相対不確かさの要因と見積もった値。caseの欄はそのときの条件を示す。a: $V = 3 \times 10^{-3} \text{m}^3$, $\Delta P = 100 \text{Pa}$, $\Delta t = 300 \text{s}$, $P = 10^4 \text{Pa}$, $T = 300 \text{K}$, $\Delta T = 0.01 \text{K}$, 及び $A = 0.3 \text{m}^2$ 。b: $\Delta P = 1 \text{Pa}$ に変えた。その他のパラメータは a と同じ。c: $\Delta t = 30000 \text{s}$ 及び $\Delta T = 0.1 \text{K}$ に変えた。その他のパラメータは a と同じ。

| component | type | relative uncertainty [%] | | |
|----------------------------|------|----------------------------------------------------------------|-----------|-----------|
| | | flow rate [$\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$] | 10^{-3} | 10^{-5} |
| case | | a | b | c |
| P [Pa] | | 10000 | 100 | 10000 |
| ΔP [Pa] | | 100 | 1 | 100 |
| Δt [s] | | 300 | 300 | 30000 |
| ΔT [K] | | 0.01 | 0.01 | 0.1 |
| $u_1(P)/P$ | A | 0.00 | 0.01 | 0.00 |
| $u_2(P)/P$ | B | 0.09 | 0.18 | 0.09 |
| $u(V)/V$ | B | 0.20 | 0.20 | 0.20 |
| $u(\Delta t)/\Delta t$ | B | 0.02 | 0.02 | 0.02 |
| $u(T)/T$ | A | 0.02 | 0.02 | 0.02 |
| $(P/\Delta P)(\Delta V/V)$ | A | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| $(P/\Delta P)(\Delta T/T)$ | A | 0.33 | 0.33 | 3.33 |
| Q_g/Q | B | 0.00 | 0.00 | 0.00 |
| Q_L/Q | B | 0.00 | 0.00 | 0.00 |
| Q_{NL}/Q | B | 0.01 | 0.01 | 0.01 |
| combined | | 0.40 | 0.43 | 3.3 |

$10^{-3} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ の流量 Q の測定がどれくらいの不確かさでできるか試算した。試験チャンバーの容積 V は $3 \times 10^{-3} \text{m}^3$ 、圧力変化量 ΔP は 100Pa 、測定時間 Δt は 300s とおいた。次に、動作圧力 P は 10^4Pa 、温度 T は室温を考えているので 300K 、装置の温度変動量 ΔT は定圧流量計と異なり稼動部が無く、かつ短時間測定なので 0.01K 、装置内部の表面積 A は 0.3m^2 とおいた。このときのバルブ V_3 のコンダクタンス C は $10^{-7} \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ である。表3のaの列に示すように、この条件での相対合成不確かさが 0.40% となり、この内の最大要因は $(P/\Delta P)(\Delta T/T)$ となった。

流量 Q を小さくするには、定圧流量計と同様に式(1)より、1)動作圧力 P を小さく、2)バルブ V_3 の開度を小さくしてコンダクタンス C を小さく、あるいは3)両方を併用する。但し、いずれの場合も、相対合成不確かさに与えるガス放出 Q_g とリーク Q_L の影響が大きくなるが、例として、 P を $1/100$ にして Q を $1/100$ にする場合の試算結果を表3のbの列に示す。 $(P/\Delta P)(\Delta T/T)$ は変化しないが、 $u_2(P)/P$ が 0.09% から 0.18% に増大し、相対合成不確かさが 0.43% になった。また、 C を $1/100$ にして Q を $1/100$ にする場合は、 V を変えることは装置の再組立を意味して現実的ではないため、 V は同じで Δt を 100 倍にする方法についてのみ試算した結果を表3のcの列に示す。測定時間が長いために温度変動 ΔT が 10 倍の 0.1K に

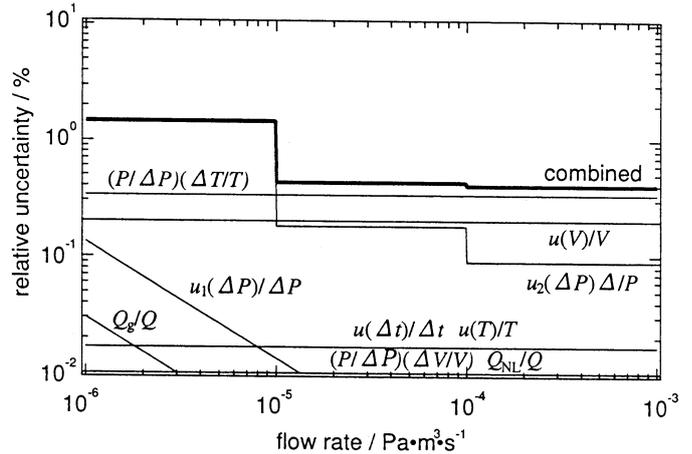


図6 圧力測定に隔膜真空計を用いたときの定容流量計の相対合成不確かさと各不確かさの要因の流量依存性。

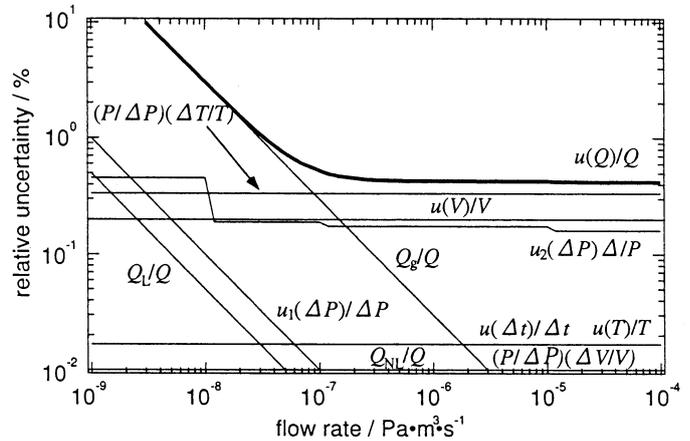


図7 圧力測定にスピニングローター真空計を用いたときの定容流量計の相対合成不確かさと各不確かさの要因の流量依存性。

拡大すると考えると、 $(P/\Delta P)(\Delta T/T)$ は 10 倍の 3.33% に増大し、相対合成不確かさが 3.3% になった。

図6と図7にそれぞれ隔膜真空計とスピニングローター真空計を用いたときの、相対合成不確かさ $u(Q)/Q$ と各不確かさの要因 $u(x_i)/x_i$ の流量 Q に対する依存性を示す。図6から、隔膜真空計を用いたとき、大流量は $(P/\Delta P)(\Delta T/T)$ が不確かさの主要因となり、流量を小さくするにつれてこれらの寄与は相対的に小さくなり、 $u_2(P)/P$ が主要因となる。図7から、スピニングローター真空計では低い圧力まで $u_2(P)/P$ を小さく出来るので、小流量で Q_g/Q が主要因となる。従って、大流量は装置全体の保温を効果的に行い ΔT を小さくすることが、小流量は Q_g を小さくするための装置の加熱脱ガス処理の徹底が重要である。

2.4 コンダクタンス流量計

2.4.1 装置構成

代表的なコンダクタンス流量計と標準リーク比較校正装置

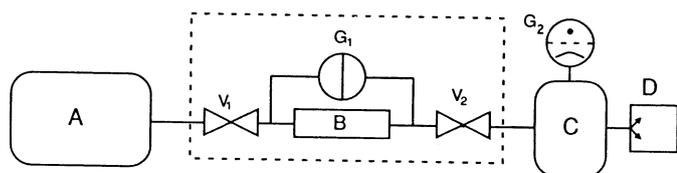


図8 コンダクタンス流量計の概念図。A：リザーバー，B：キャピラリー，C：外部チェンバー，D：真空ポンプ，V₁及びV₂：バルブ，G₁：隔膜真空計，G₂：熱陰極電離真空計。点線図が，流量計本体である。

の概略を図8に示す。図中点線で囲まれた流量計本体はコンダクタンス C が予め測定された基準のキャピラリー(図中B)，キャピラリー前後のバルブ(V₁とV₂)，キャピラリー前後の差圧を測定するための差圧型隔膜真空計(G₁)からなり，気体供給源のリザーバー(A)と，排気装置(D)，熱陰極電離真空計(G₂)及び外部チェンバー(C)からなる比較校正装置に接続される。キャピラリー(B)の上流側の圧力が低い場合は，G₁をスピニングローター真空計を使用する。

流量測定のプロセスは以下の通りである。装置内部は予め真空になっているとする。

1. バルブV₁及びV₂を開き，リザーバーの気体(例えばヘリウム)をキャピラリー(B)を通して外部チェンバー(C)に流出させる。このとき，V₁及びV₂とも全開にして，バルブ自身のコンダクタンスの影響は小さくなる。
2. G₁に隔膜真空計を用いたときは，G₁の圧力指示値 ΔP と，予め求めてあったコンダクタンス C の値から，式(1)を用いて直ちに流量 Q は求まる。G₁にスピニングローター真空計を用いたときは， ΔP の算出にはG₁とG₂との圧力指示値の差を用いる。

2.4.2 測定量の不確かさ

(a) $u(\Delta P)/\Delta P$ ：差圧型隔膜真空計G₁により測定される圧力変化量 ΔP の相対不確かさは，定容流量計と同様に式(19)で表される。スピニングローター真空計を使うときは，スピニングローター真空計の指示値を P_{SRG} ，下流の熱陰極電離真空計の指示値を P_{IG} とおくと，差圧 ΔP は $P_{SRG} - P_{IG}$ である。実際には $P_{SRG} \gg P_{IG}$ となるので $\Delta P = P_{SRG}$ となり，その相対不確かさは隔膜真空計と同じになる。

(b) $u(T)/T$ ：温度測定の不確かさ $u(T)$ は，定圧流量計と同様に0.05Kとおく。

2.4.3 装置に起因する不確かさ

(c) $u(C)/C$ ：分子流でのコンダクタンス C は温度 T に依存するので⁶⁾，コンダクタンスの測定に定圧流量計を用いたとき，キャピラリーのコンダクタンス C は基準温度 T_r を用いて式(1)より，

$$C = \sqrt{T_r/T} (Q/\Delta P) \quad (30)$$

と表されることから，コンダクタンスの相対不確かさは，

$$\{u(C)/C\}^2 = (1/2)\{u(T)/T\}^2 + \{u(Q)/Q\}^2 + \{u(\Delta P)/\Delta P\}^2 \quad (31)$$

と表される。

予めコンダクタンスの圧力依存性を調べて，上流側圧力に関わらず値が一定になれば，その圧力以下では分子流になっているとみなせ⁶⁾，その値が使える。流量 Q の不確かさの試算では，内径を 2×10^{-4} m のキャピラリーを使用すれば，窒素分子の平均自由行程が内径の35倍の 7×10^{-3} m になる1 Pa 以下では分子流の条件が成り立つと仮定した。

(d) Q_g/Q ：チェンバーからのガス放出はガス純度に影響を与えなければ問題にならない。キャピラリー自身からのガス放出は，内径 d を 2×10^{-4} m，長さ L を 5×10^{-2} m と仮定すると内表面積は 3×10^{-5} m²となり，この値は前で仮定した定圧流量計の内表面積0.2m²と比較して1/1000以下であるので，単位面積あたりのガス放出速度が同じであれば，ガス放出量も1/1000以下になり，流量の不確かさに与える影響は小さくなる。例えば，ガス放出速度を 10^{-9} Pa·m³·s⁻¹とおいても，キャピラリー自体からのガス放出 Q_g は 3×10^{-14} Pa·m³·s⁻¹となり，測定したい最小流量の1/10000以下となる。

(e) Q_D/Q ：定容流量計の試験チェンバーの圧力と同様に，リザーバーの圧力は気体流出により低下するため，それにつれて流量は減少する。その量を Q_D で表す。簡単のためキャピラリー内が分子流条件下にあるとき，リザーバーの初期圧力を P_0 ，時間 Δt 後の圧力を P とおくと， Q_D/Q は式(23)を用いて，

$$Q_D/Q = C(P_0 - P)/CP_0 = 1 - \exp(-C\Delta t/V_R) \quad (32)$$

で表される。この式で， V_R と Δt はそれぞれリザーバーの容積と測定時間である。

表4 圧力測定に隔膜真空計を用いたコンダクタンス流量計における相対不確かさの要因と見積もった値。caseの欄はそのときの条件を示す。a： $C = 10^{-8}$ m³·s⁻¹， $P = 50$ Pa， $T = 300$ K， $V_R = 0.5$ m³。b： $P = 0.5$ Paに変えた。その他のパラメータはaと同じ。

| component | type | relative uncertainty [%] | |
|------------|------|-------------------------------------------------|------------------|
| | | flow rate [Pa·m ³ ·s ⁻¹] | |
| | | 10 ⁻⁷ | 10 ⁻⁹ |
| case | | a | b |
| P [Pa] | | 50 | 0.5 |
| $u_1(P)/P$ | A | 0.00 | 0.03 |
| $u_2(P)/P$ | B | 0.09 | 1.42 |
| $u(T)/T$ | A | 0.02 | 0.02 |
| $u(C)/C$ | B | 0.11 | 0.55 |
| Q_g/Q | B | 0.00 | 0.00 |
| Q_D/Q | B | 0.00 | 0.00 |
| combined | | 0.14 | 1.5 |

2.4.4 相対合成不確かさの試算

流量 Q の測定相対合成不確かさ $u(Q)/Q$ は、上述の (a) ~ (e) の項の二乗和の平方根で表される。

$$\left\{ \frac{u(Q)}{Q} \right\}^2 = \left\{ \frac{u(P)}{P} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(T)}{T} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(C)}{C} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(Q_g)}{Q} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(Q_D)}{Q} \right\}^2 \quad (33)$$

$10^{-7} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ の流量 Q の測定がどれくらいの不確かさでできるか試算した。 C は $10^{-8} \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ 、 ΔP は 50Pa とおいた。次に、 T は 300K 、装置の温度変動量 ΔT は 0.05K 、リザーバーの容積 V_R は 0.5m^3 とおいた。 $u(C)/C$ の算出に用いる $u(Q)/Q$ と $u(P)/P$ は、表 2 の値を利用した。表 4 の a の列に示すように、この条件での相対合成不確かさが 0.14% となり、この内の最大要因は $u(C)/C$ となった。

流量 Q を小さくするためには、1) 動作圧力 P を低くする、

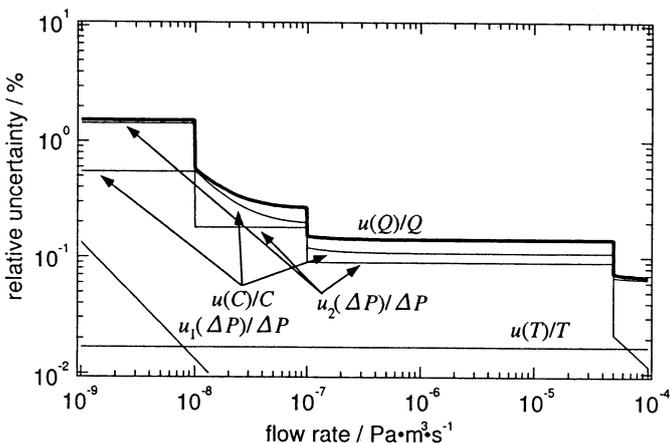


図9 圧力測定に隔膜真空計を用いたときのコンダクタンス流量計の相対合成不確かさと各不確かさの要因の流量依存性。

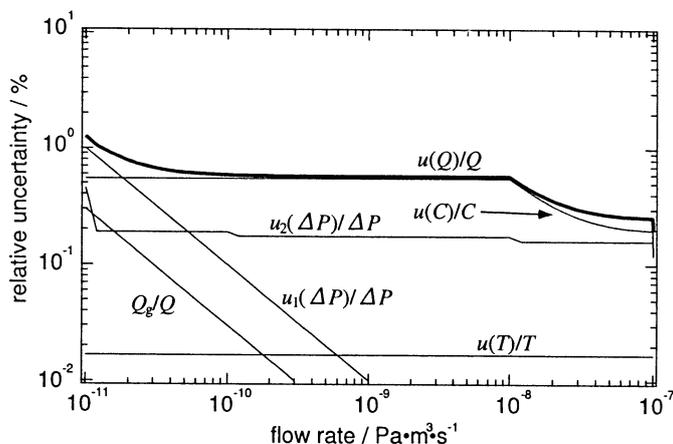


図10 圧力測定にスピニングローター真空計を用いたときのコンダクタンス流量計の相対合成不確かさと各不確かさの要因の流量依存性。

2) コンダクタンス C の小さいキャピラリーを用いる、あるいは 3) 両方を併用する。いずれの場合も、相対合成不確かさに与えるガス放出 Q_g とリーク Q_L の影響が大きくなる。 P を $1/100$ にして Q を $1/100$ の $10^{-9} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ にした場合の試算結果を表 4 の b の列に示す。隔膜真空計による圧力測定の校正不確かさ $u_2(P)/P$ が 1.42% に増大し、相対合成不確かさが 1.52% になった。この場合、 $u_2(P)/P$ の小さいスピニングローター真空計の使用が考えられる。圧力は同じでもコンダクタンス C が小さいキャピラリーを用いるのは、例えば定圧流量計で値付けする精度が悪くなるので難しい。

図 9 と図 10 にそれぞれ隔膜真空計とスピニングローター真空計を用いたときの、相対合成不確かさ $u(Q)/Q$ と各不確かさの要因 $u(x_i)/x_i$ の流量 Q に対する依存性を示す。隔膜真空計を用いたときは、 $u_2(\Delta P)$ と $u(C)/C$ が不確かさの主要因となり、スピニングローター真空計では低い圧力まで $u_2(P)/P$ を小さくできて、 $u(C)/C$ が主要因になる。

2.5 流量計の比較

図 11 に、定圧流量計 (曲線 A)、定容流量計 (B) 及びコンダクタンス流量計 (C) の流量と相対合成不確かさを示す。ここで、データはそれぞれ図 4、図 6 と図 7、及び図 9 と図 10 をもとして示している。定容流量計とコンダクタンス流量計では、圧力測定にスピニングローター真空計を用いたときの相対合成不確かさをそれぞれ点線で示した。比較のために同図には、米国の National Institute of Standards and Technology (NIST)、ドイツの Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB)、イタリアの Istituto di Metrologia 'G. Colonnetti' (IMGC) の基準流量の最小流量と最大流量における不確かさも示した。

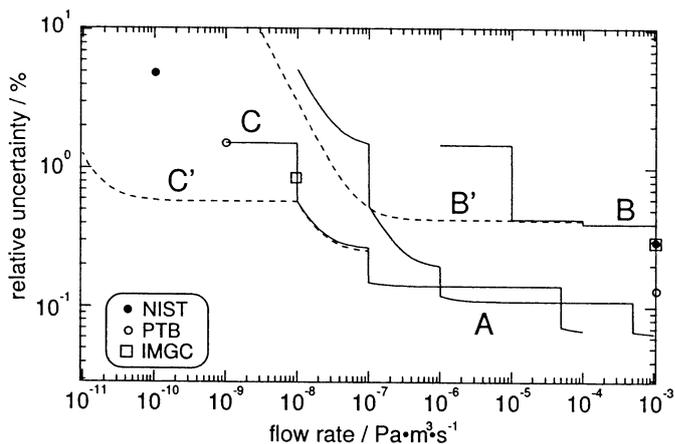


図11 各種流量計の測定流量に対する相対不確かさ。A：定圧流量計，B：定容流量計(隔膜真空計)，C：コンダクタンス流量計(隔膜真空計)，B'：定容流量計(スピニングローター真空計)，C'：コンダクタンス流量計(スピニングローター真空計)。NIST(●：米国)，PTB(○：ドイツ)及びIMGC(□：イタリア)の基準流量の最小流量と最大流量における相対不確かさ^{17),10),18)}も示した。

各曲線でステップ状に相対合成不確かさが変化しているのは、表1の $u_2(P)/(P)$ が圧力 P に対して不連続性であるためである。定圧流量計を用いてコンダクタンス流量計のキャピラリーのコンダクタンスを測定するため、コンダクタンス流量計の相対合成不確かさは定圧流量計の相対合成不確かさを上回る。しかし、小流量ではコンダクタンスの相対不確かさは上で述べたように一定になるので、定圧流量計の相対合成不確かさより小さくなる。また、コンダクタンス流量計は圧力を低くすることでより小さい流量まで対応可能となる。稼働部分のない定容流量計は構造が簡単であるが、 $\Delta T/T$ の係数で考えると、式(18)中の定圧流量計の係数 $V/\Delta V$ は3~4であり、式(30)中の定容流量計の係数 $P/\Delta P$ 100の約30倍である。そのため、定圧流量計と比較して同じ $\Delta T/T$ でも不確かさが大きくなる。

このように3種類の流量計にはそれぞれ適した流量範囲があり、1つの流量計で $10^{-3} \sim 10^{-10} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ をカバーすることは難しいことがわかる。現実的には、定圧流量計とコンダクタンス流量計とを組み合わせることで、この流量範囲内を1%以下で発生できるようにする。

NISTでは $10^{-3} \sim 10^{-10} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ の流量範囲の標準リークを直接校正している¹⁷⁾。PTBでは定圧流量計とコンダクタンス流量計の組合せにより $10^{-3} \sim 10^{-9} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ の流量範囲の基準流量を開発した¹⁰⁾。IMGCでは定圧流量計により $10^{-3} \sim 10^{-8} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ の流量範囲の基準流量を開発した¹⁸⁾。同図より、試算した基準流量の不確かさは、各国の標準研究所の値と近いことがわかる。

3. 基準流量との比較による標準リークの校正

3.1 装置構成

代表的な標準リークの比較校正装置の概念図を図12に示す。この方法は各国の標準研究所で用いられている^{2),3),4),19)}。試験チャンバー(図中D)にバルブ(V_1)を介して流量計(A)、バルブ(V_2)を介して被校正標準リーク(B)、真空計(G_1)、オリフ

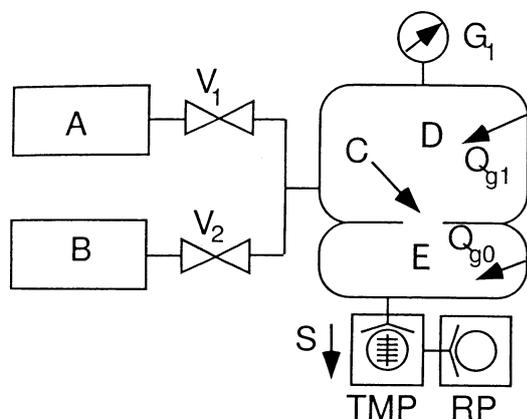


図12 標準リークの基準流量との比較校正法で用いられる装置の概念図。A：流量計，B：被校正標準リーク，C：オリフィス，D：試験チャンバー。

イス(C)及びチャンバー(E)を介して排気速度 S の真空系と接続している。

流量 Q が流れ込む真空系が分子流の状態かつ定常状態にあるとき、試験チャンバー(D)の圧力 P_1 は、オリフィス(C)のコンダクタンス $C[\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}]$ 、排気速度 $S[\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}]$ 、試験チャンバー(D)のガス放出量 $Q_{g1}[\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}]$ 、チャンバー(E)の気体放出量 $Q_{g0}[\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}]$ を使って、

$$P_1 = (1/S + 1/C)(Q + Q_{g1}) + Q_{g0}/S \quad (34)$$

で表される。校正方法は、まず基準流量 Q_{Primary} を試験チャンパーに導入したときの圧力 P_{Primary} を測定する。次に、被校正標準リークからの流量 Q_{Standard} を導入したときの圧力 P_{Standard} を測定する。式(34)を用いると、 P_{Primary} 及び P_{Standard} は

$$P_{\text{Primary}} = (Q_{\text{Primary}} + Q_{g1})(1/S + 1/C) + Q_{g0}/S \quad (35)$$

$$P_{\text{Standard}} = (Q_{\text{Standard}} + Q_{g1})(1/S + 1/C) + Q_{g0}/S \quad (36)$$

と表されることから、式(36)を式(35)で割って、

$$\frac{P_{\text{Standard}}}{P_{\text{Primary}}} = \frac{(Q_{\text{Standard}} + Q_{g1})(1/S + 1/C) + Q_{g0}/S}{(Q_{\text{Primary}} + Q_{g1})(1/S + 1/C) + Q_{g0}/S} \quad (37)$$

となる。 $Q_{\text{Primary}}, Q_{\text{Standard}} \gg Q_{g1}, Q_{g0}$ 及び $S \gg C$ となるように Q_{g1} と、 Q_{g0} を下げ、排気速度の大きな真空ポンプを使うと、上式は、

$$P_{\text{Standard}} = (Q_{\text{Standard}}/Q_{\text{Primary}})P_{\text{Primary}} \quad (38)$$

となる。

3.2 測定量の不確かさ

(a) $u(P_{\text{Primary}})/P_{\text{Primary}}, u(P_{\text{Standard}})/P_{\text{Standard}}$: 校正したい標準リークの流量 $10^{-3} \sim 10^{-10} \text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ である。圧力測定に電離真空計を用いるとすると、出力のイオン電流 $I_i[\text{A}]$ は、圧力 $P[\text{Pa}]$ 、感度係数 $S_e[\text{Pa}^{-1}]$ とエミッション電流 $I_e[\text{A}]$ の積に比例する²⁰⁾。感度係数 S_e は気体の種類に依存するが、 P_{Primary} が P_{Standard} に近くなるように Q_{Primary} を設定すれば、その狭い圧力範囲内ではイオン電流 I_i は圧力 P に対して良い線形性を持つ。

流量が小さいとき、バックグラウンドに対する圧力上昇値の小ささが圧力測定の不確かさに影響する。しかし、流量測定の対象となる気体が大気やバックグラウンドに微量しか含まれていないヘリウムるとき、気体の分圧が測定可能な四重極質量分析器によりバックグラウンドの影響を小さくできる。以下の不確かさの試算では、 $u(P)/P$ を1%とおいた。

(b) $u(Q_{\text{Primary}})/Q_{\text{Primary}}$: 基準流量の相対不確かさは2章で述べた値を用いた。

(c) $u(T)/T$: 温度測定の不確かさ $u(T)$ は0.05K とおく。

3.3 校正不確かさの試算

被校正標準リークの流量の校正不確かさは、上述の(a)~(c)

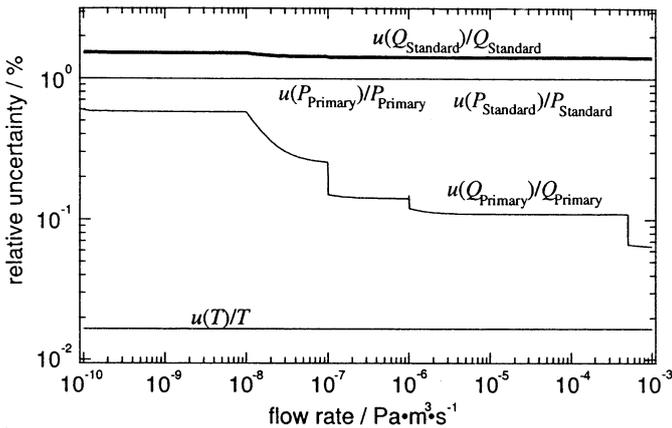


図13 基準流量との比較校正による被校正標準リークの校正の校正不確かさと各不確かさの要因の流量依存性。

の項の二乗和の平方根で表される。

$$\left\{ \frac{u(Q_{\text{Standard}})}{Q_{\text{Standard}}} \right\}^2 = \left\{ \frac{u(P_{\text{Primary}})}{P_{\text{Primary}}} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(P_{\text{Standard}})}{P_{\text{Standard}}} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(Q_{\text{Primary}})}{Q_{\text{Primary}}} \right\}^2 + \left\{ \frac{u(T)}{T} \right\}^2 \quad (39)$$

被校正標準リークの流量に対する校正不確かさを図13に示す。10⁻³~10⁻¹⁰Pa・m³・s⁻¹の流量範囲内では、校正不確かさが1.4~1.5%となり、その最大要因は $u(P_{\text{Primary}})/P_{\text{Primary}}$ と $u(P_{\text{Standard}})/P_{\text{Standard}}$ となった。そのため、不確かさを小さくするためには、圧力測定の不確かさ $u(P)/P$ を小さくする方法を探す必要がある。

4. ま と め

基準流量を発生する定圧流量計、定容流量計、コンダクタンス流量計の三種類の流量計についてその原理を調査し、流量の相対合成不確かさを試算した。不確かさの要素として、微小圧力測定の不確かさ、装置の温度安定性、装置のガス放出がある。原理的に1つの流量計でそれらすべてを小さくすることはできず、各流量計にはそれぞれ適した流量範囲があることがわかった。定圧流量計とコンダクタンス流量計を組み合わせるにより、リーク量が10⁻³Pa・m³・s⁻¹のときに相対合成不確かさは0.06%、10⁻¹⁰Pa・m³・s⁻¹のときに0.59%と試算された。技術的課題として、コンダクタンス流量計でのキャピラリーのコンダクタンスの圧力依存性の測定がある。

さらに、標準リークの校正方法である基準流量との比較校正法について、その原理と校正不確かさの観点から調査した。市販されている流量範囲が10⁻³~10⁻¹⁰Pa・m³・s⁻¹の標準リークは、相対不確かさが1.4~1.5%で基準流量との比較校正できることが試算された。

謝 辞

本文章をまとめるに当たって、様々な面で有益な助言を賜った平田正紘氏、秋道斉氏を始めとした力学計測科圧力真空標準研究室の皆様にご礼申し上げます。

参考文献

- 1) G. Grosse, G. Messer, and D. Wandrey, *J. Vac. Sci. Technol. A5* (1987) 2661.
- 2) R. W. Hyland, C. D. Ehrlich, C. R. Tilford, and S. Thornberg, *J. Vac. Sci. Technol. A4* (1986) 334.
- 3) C. D. Ehrlich, *J. Vac. Sci. Technol. A5* (1987) 125.
- 4) G. Grosse, G. Messer, and U. D. Wandrey, *J. Vac. Sci. Technol. A5* (1987) 2661.
- 5) American Vacuum Society Tentative Standard 2.2, *J. Vac. Sci. Technol. 5* (1968) 219.
- 6) 熊谷寛夫, 富永五郎編著, 真空の物理と応用 (裳華房, 1974年), p.91-101.
- 7) K. E. McCulloh, C. R. Tilford, C. D. Ehrlich, and F. G. Long, *J. Vac. Sci. Technol. A5* (1987) 376.
- 8) 株式会社松村石油研究所の技術資料による。
- 9) H. Hojo, M. Ono, and K. Nakayama, Proc. 7th Interna. Vac. Congr. & 3rd Interna. Conf. Solid Surfaces (Interna. Union for Vacuum Science, Technique and Applications, Vienna, Sep. 1977) 117.
- 10) K. Jousten, H. Menzer, and R. Niepraschk, *Metrologia* 39 (2002) 519.
- 11) 秋道斉, 平田正紘, 大岩彰, 計量技術情報「依頼試験, 9-真空, 1真空計(1.国家標準の立ち上げ)」, 2003年.
- 12) K. Saito, Y. Sato, S. Inayoshi, and S. Tsukahara, *Vacuum* 47 (1996) 749.
- 13) R. Nuvolone, *J. Vac. Sci. Technol.*, 14 (1977) 210.
- 14) 堀越源一著, 真空技術 第三版(東京大学出版会, 1994年), p.111.
- 15) P. D. Levine and J. R. Sweda, *J. Vac. Sci. Technol. A15* (1997) 747.
- 16) 東京天文台編纂, 理科年表(丸善株式会社, 1986年), p.464.
- 17) <http://ts.nist.gov/ts/htdocs/230/233/calibrations/thermodynamic/vacuumlow-pressure-leak.htm#30060S>
- 18) A. Calcatelli, G. Raiteri, and G. Rumiano, *Measurement* 34 (2003) 121.
- 19) Charles D. Ehrlich and James A. Basford, *J. Vac. Sci. Technol. A10*, (1992) 1.
- 20) A. Berman, Total Pressure Measurements in Vacuum Technology (Academic Press Inc., 1985), p.158-186.