

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(10) 国際公開番号

W O 2012/005199 A 1

(43) 国際公開日

2012年1月12日(12.01.2012)

PCT

- (51) 国際特許分類 : G01M 3/20 (2006.01)
- (21) 国際出願番号 : PCT/JP20 11/065222
- (22) 国際出願日 : 2011年7月1日(01.07.2011)
- (25) 国際出願の言語 : 日本語
- (26) 国際公開の言語 : 日本語
- (30) 優先権データ : 特願 2010-153217 2010年7月5日(05.07.2010) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について) : 国立大学法人山口大学 (Yamaguchi University) [JP/JP]; 〒75385 11 山口県山口市吉田1677-1 Yamaguchi (JP). 株式会社マルナカ (Marunaka Co., Ltd.) [JP/JP]; 〒4740001 愛知県大府市北崎町遠山224-1 Aichi (JP).
- (72) 発明者 ;および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ) : 山本 節夫 (YAMAMOTO, Setsuo) [JP/JP]; 〒755861 1 山口県宇部市常盤台2丁目16-1 国立大学法人山

口大学工学部内 Yamaguchi (JP). 栗巢 普揮 (KURISU, Hiroki) [JP/JP]; 〒755861 1 山口県宇部市常盤台2丁目16-1 国立大学法人山口大学工学部内 Yamaguchi (JP). ▲高▼田 直己 (TAKADA, Naoki) [JP/JP]; 〒755861 1 山口県宇部市常盤台2丁目16-1 国立大学法人山口大学工学部内 Yamaguchi (JP). 中川 - 貢 (AKAGAWA, Mitsugu) [JP/JP]; 〒4740001 愛知県大府市北崎町遠山224-1 株式会社マルナカ内 Aichi (JP). 柘植 勝司 (TSUGE, Katsushi) [JP/JP]; 〒4740001 愛知県大府市北崎町遠山224-1 株式会社マルナカ内 Aichi (JP). 石川 享寛 (ISHIKAWA, Yukihiro) [JP/JP]; 〒4740001 愛知県大府市北崎町遠山224-1 株式会社マルナカ内 Aichi (JP).

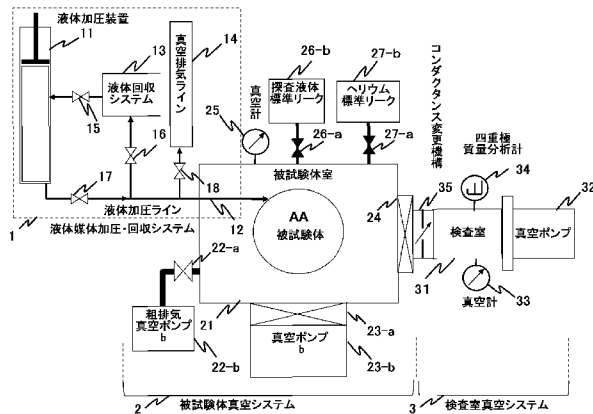
(74) 代理人 : 富崎 元成, 外 (TOMISAKI, Motonari et al); 〒1050003 東京都港区西新橋1丁目6番13号 虎ノ門吉荒ビル2階 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO,

[続葉有]

- (54) Title: LEAKAGE INSPECTION DEVICE AND LEAKAGE INSPECTION METHOD
- (54) 発明の名称 : 漏れ検査装置及び漏れ検査方法

[図1]



- 11 LIQUID PRESSURIZING DEVICE
- 13 LIQUID COLLECTION SYSTEM
- 14 VACUUM EXHAUST LINE
- 12 LIQUID PRESSURIZING LINE
- 1 LIQUID MEDIUM PRESSURIZING/COLLECTING SYSTEM
- 25, 33 VACUUM INDICATOR
- 26-b PROBE LIQUID STANDARD LEAKAGE
- 27-b HELIUM STANDARD LEAKAGE
- 21 TESTED-BODY CHAMBER
- AA TESTED BODY
- 35 CONDUCTANCE CHANGE MECHANISM
- 34 QUADRUPOLE MASS SPECTROMETER
- 31 TEST CHAMBER
- 32, 23-b VACUUM PUMP
- 22-b ROUGH EXHAUSTING VACUUM PUMP
- 2 TESTED BODY VACUUM SYSTEM
- 3 TEST CHAMBER VACUUM SYSTEM

(57) Abstract: Provided are a leakage inspection device and a leakage inspection method for inspecting the flow rate of leakage from a tested body disposed in a tested-body chamber (21). The leakage inspection device comprises a liquid supplying and pressurizing means (11) for supplying a probe liquid to the inside of the tested-body chamber (21) and pressurizing the probe liquid to a high pressure of 0.1 MPa or more, a vacuum exhausting means (22-b, 23-b), and a quadrupole mass spectrometer (34). The tested-body chamber (21) is evacuated, a probe liquid is supplied to the inside of the tested body and is pressurized to a pressure of 0.1 MPa or more, and the concentration of a probe medium leaking from the tested body and evaporating in a vacuum is measured by the quadrupole mass spectrometer (34), thereby measuring the flow rate of leakage from the tested body. It is possible to determine the flow rate of leakage using a liquid as a probe medium and simultaneously it is possible to perform a withstanding pressure test especially at high pressures ranging from 1 MPa up to 1 GPa under an atmospheric pressure of 0.1 MPa or more.

(57) 要約 :

[続葉有]



W 20 2 05199 A1



CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護力(何卒)):ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア

(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類 :

- 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

被試験体室 2 1 内に配置された被試験体の漏れ流量を検査する漏れ検査装置及び漏れ検査方法であつて、被試験体室 2 1 の内部に探査液体を供し 0 . 1 MP a 以上の高圧に加圧する液体供給加圧手段 1 1 と、真空排気手段 2 2 - b , 2 3 - b と、四重極質量分析計 3 4 と、を具備し、被試験体室 2 1 を真空とし、被試験体の内部に探査液体を供給して 0 . 1 MP a 以上に加圧し、被試験体から漏れ出し真空中で気化した探査媒体の濃度を四重極質量分析計 3 4 により測定することにより、被試験体からの漏れ流量を測定する。探査媒体として液体を用いて漏れ流量が定量でき、かつ 0 . 1 MP a の大気圧以上で特に 1 MP a 以上から 1 GP a に及ぶ高圧力の耐圧検査も同時に可能となる。

明 細 書

発明の名称 : 漏れ検査装置及び漏れ検査方法

技術分野

[0001] 本発明は、自動車部品、航空機部品など各種民生用及び産業用の部品や容器において、これらの構造体自体や溶接などの接合部及びシール部の欠陥から発生する漏れを定量検査する漏れ検査装置及び漏れ検査方法に関する。

背景技術

[0002] 自動車や航空機の各種部品をはじめガス施設や水道施設を構成する各種部品そして食品・医薬品などの容器等では、これらの構造体自体や溶接などの接合部及びシール部の欠陥から発生する漏れを検査する必要があるが、表 1 に示す漏れ検査法、すなわち「加圧発泡法」、「水中発泡法」、「カラーチェック法」、「超音波法」、「差圧法」、「ガスリークテスト法」などが利用されている。

[表 1]

漏れ検査方法の検出原理と定量性

名称	検出原理	定量性
加圧発泡法	試験体外部に石鹼水を塗布し、内部をガス(空気)加圧する。リーク箇所から発生する泡を検出する。	×
水中発泡法	試験体を水没させ、試験体内部をガス(空気)加圧する。リーク箇所から発生する気泡を検出する。	×
カラーチェック法	カラー溶剤を試験体に塗布する。リーク箇所では溶剤が吸収され斑点として現れ、これを検出する。	×
超音波法	連続した漏れがあると、超音波が発生する。これを超音波センサーで検出する。	×
差圧法	試験体と標準体(マスター)を空気加圧し、漏れのないマスターとの差圧を検出する。	○
ガスリークテスト法	試験体を真空容器に入れ、試験体内部を探索ガスで加圧し、漏れ出た探索ガスを検出する。探索ガスとしてヘリウムガスを用いることが多い。	○

[0003] 各種部品、容器の生産現場では、許容漏れ流量以下を合格とする漏れ検査が主流となっていることから、漏れ流量を定量できる「差圧法」と「ガスリ

ークテスト法」の2つが多用されている。

[0004] 例えば、特許文献1には、差圧法の漏れ検査装置が開示されており、特許文献2には、ガスリークテスト法のヘリウムガス漏れ検出装置が開示されている。

[0005] 従来技術である差圧法による漏れ検査の模式図を図3に示す。差圧法は、被試験体と漏れの無いマスターをガス加圧し、加圧ラインのバルブを閉じた後、一定時間 Δt (s)後に被試験体とマスターの圧力差 ΔP (Pa)を差圧センサで測定する。被試験体内部の体積を V (m^3)とすると、漏れ流量 Q ($Pa m^3 s^{-1}$)は $Q = V (\Delta P / \Delta t)$ で見積もることができる。この差圧法を用いた漏れ検査装置の検出分解能(検出下限)は $10^{-4} Pa m^3 s^{-1}$ 程度であることから、主に $10^{-3} Pa m^3 s^{-1}$ 以上の許容漏れ流量の部品の検査で利用されている。

[0006] もう一つの従来技術であるガスリークテスト法の模式図を図4に示す。被試験体に $0.5 MPa$ 程度の高圧探査ガスを充填する。被試験体は真空容器の中にあり、漏れがある場合に探査ガスが真空容器内に漏れ出し、これをガス検知装置で検出する仕組みとなっている。ここでガス検知装置は既知の漏れ流量を持つ校正リークが内蔵されており、漏れ流量 ($Pa m^3 s^{-1}$)が測定できる。

[0007] 探査ガスとしては、主にヘリウムガスが用いられ、そのヘリウム検知装置(ヘリウムリークディテクター)の検出分解能は $10^{-10} Pa m^3 s^{-1}$ 程度であることから、主に $10^{-3} Pa m^3 s^{-1}$ 以下の微小な許容漏れ流量の部品検査ではガスリークテスト法が利用されている。なお、ヘリウムガスを探査ガスとしたガスリークテスト法はヘリウムリークテスト法と呼ばれている。

先行技術文献

特許文献

[0008] 特許文献1 :特開平5—296871号公報

特許文献2 :特開2005_140504号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0009] 民生用及び産業用の種々の部品や容器では、高精度且つ高耐圧化が進んでいるものもあり、高耐圧検査を兼ねた微小漏れ検査法の確立が喫緊の課題となっている。
- [001 0] 気体を探査媒体とする「差圧法」と「ガスリークテスト法」において、探査媒体の圧力が1 MPa以上を必要とする場合、漏れ検査装置は安全確保のために高圧ガス保安法に基づき防破裂仕様とするため保安設備を完備する必要が生じ、装置コストが従来よりも大幅に増大してしまうという問題があるとともに、装置自体の規制や、周囲、環境の規制が加わり非常に扱い難くなるという問題がある。
- [001 1] 差圧法では被試験体とマスターの内部に高圧ガスを供給した後にバルブを閉じて検査する。一方で、液体を探査媒体に用いた漏れ検査方法も考えられるが、この場合、バルブ閉による圧力変動が大きいことと、ダイヤフラムの変形による電気容量変化を測定する仕組みである差圧センサの感度特性が、液体を用いることで大きく変更されてしまう。このため、漏れ検査において液体を探査媒体に用いることは難しい。
- [001 2] 本発明は、上記の従来法の問題点に鑑みてなされ、探査媒体として液体を用いて漏れ流量が定量でき、且つ0.1 MPaの大気圧以上で特に1 MPa以上から1 GPaに及ぶ高圧力の耐圧検査も同時に可能とする、漏れ検査装置及び漏れ検査方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

- [001 3] 本発明の漏れ検査装置は、被試験体の漏れ流量を検査する漏れ検査装置であって、前記被試験体を配置する密閉可能な被試験体室と、前記被試験体室内に配置された被試験体に接続可能であつて前記被試験体の内部に探査液体を供給し加圧する液体供給加圧手段と、真空排気手段と、前記被試験体室に接続された質量分析計と、を具備し、前記被試験体室を密閉した状態で前記真空排気手段により真空とし、前記液体供給加圧手段に接続され密閉された前記被試験体の内部に探査液体を供給して0.1 MPa以上に加圧し、前記

被試験体から漏れ出し真空中で気化した探査媒体の濃度を前記質量分析計により測定することにより、前記被試験体からの漏れ流量を測定することを特徴とする。

[0014] 本発明の漏れ検査装置は、更に、前記被試験体室に既知の漏れ流量の探査液体を供給する探査液体標準リークを具備することを特徴とする。

[0015] 本発明の漏れ検査装置は、更に、前記被試験体室に真空バルブを介した真空排気手段を2系統以上接続していることを特徴とする。

[0016] 本発明の漏れ検査装置は、更に、前記被試験体室には、被試験体室の真空度（圧力）を測定するための真空計と前記真空排気手段を接続し、真空バルブを介して検査室を接続しており、さらに、探査媒体の濃度を測定するための質量分析計と真空排気手段を前記検査室に接続していることを特徴とする。

[0017] 本発明の漏れ検査装置は、更に、前記探査液体として、分子量が500以下、そして室温における固化圧力が1MPa以上、飽和蒸気圧が100Pa以上、蒸発潜熱が $80\text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 以下の液体を用いることを特徴とする。

[0018] 本発明の漏れ検査装置は、更に、前記探査液体として、分子量が500以下、そして室温における固化圧力が1MPa以上、飽和蒸気圧が100Pa以上の液体に気体を溶解させた探査媒体を用いることを特徴とする。

[0019] 本発明の漏れ検査方法は、密閉可能で真空排気手段により真空排気可能な被試験体室内に配置された被試験体の漏れ流量を検査する漏れ検査方法であつて、前記被試験体に液体供給加圧手段を接続して密閉した状態で前記被試験体室内に配置することと、前記被試験体室を密閉した状態で前記真空排気手段により前記被試験体室内を真空とすることと、前記液体供給加圧手段により前記被試験体室内に配置された被試験体内に探査液体を供給して0.1MPa以上に加圧することと、前記被試験体から漏れ出し真空中で気化した探査媒体の濃度を質量分析計により測定することにより前記被試験体からの漏れ流量を測定することと、からなることを特徴とする。

- [0020] 本発明の漏れ検査方法は、更に、探査液体標準リークにより前記被試験体室に既知の漏れ流量の探査液体を供給することを特徴とする。
- [0021] 本発明の漏れ検査方法は、更に、前記被試験体室に真空バルブを介した真空排気手段を2系統以上接続して用いることを特徴とする。
- [0022] 本発明の漏れ検査方法は、更に、前記被試験体室には、試験体室の真空度(圧力)を測定するための真空計と前記真空排気手段を接続し、さらに、真空バルブを介して検査室を接続し、探査媒体の濃度を測定するための質量分析計と真空排気手段を検査室に接続して用いることを特徴とする。
- [0023] 本発明の漏れ検査方法は、更に、前記探査液体として、分子量が500以下、そして室温における固化圧力が1MPa以上、飽和蒸気圧が100Pa以上、蒸発潜熱が $80\text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 以下の液体を用いることを特徴とする。
- [0024] 本発明の漏れ検査方法は、更に、前記探査液体として、分子量が500以下、そして室温における固化圧力が1MPa以上、飽和蒸気圧が100Pa以上の液体に気体を溶解させた探査媒体を用いることを特徴とする。

発明の効果

- [0025] 本発明の探査媒体を液体とする漏れ検査装置及び漏れ検査方法によれば、真空排気された被試験体室内に配置された被試験体に対して、高圧の探査液体を密閉された状態の被試験体内部に供給し、真空中に漏れ出し気化した探査媒体の濃度を質量分析計により測定することで、微小漏れ流量検査と高耐圧検査を短時間で同時に実施することが可能となる。また、気体の探査媒体を用いた漏れ検査のような高圧ガスに対する保安設備を要することもない。

図面の簡単な説明

- [0026] [図1] 図1は、本発明の実施例による漏れ検査装置の構成を示す図である。
- [図2] 図2は、真空容器壁に吸着した気体の脱離の活性化エネルギーと平均滞在時間の関係を示す図である。
- [図3] 図3は、従来技術である差圧法による漏れ検査の模式図である。
- [図4] 図4は、従来技術であるヘリウムリークテスト法による漏れ検査の模式

図である。

発明を実施するための形態

[0027] 以下、本発明の液体を探索媒体とする漏れ検査装置及びそれを用いた漏れ検査方法の実施の形態の一例について図面を参照して説明する。図1は、本実施形態の液体を探索媒体とする漏れ検査を行うための漏れ検査装置の構成を示す図である。当該装置は、液体媒体加圧・回収システム1と被試験体真空システム2と検査室真空システム3から構成される。

[0028] 液体媒体加圧・回収システム1は、液体供給加圧装置11により、液体加圧ライン12を介して探索液体を被試験体内部に供給し且つ0.1MPa(大気圧)から1GPaまで加圧するための装置である。このシステムは、液体供給加圧装置11と、加圧された液体を被試験体内部に供給するための液体加圧ライン12と、検査終了後に被試験体及び液体加圧ライン12に残された探索液体を回収する回収システム13と、回収後に残存した探索液体と回収のために導入した空気を排除するための真空排気ライン14、そしてバルブ15〜バルブ18から構成する。

[0029] 被試験体真空システム2は、漏れ検査を行うための真空を短時間に到達させるための装置である。このシステムは、被試験体を導入する被試験体室21と、大気圧から中真空に到達させるための粗排気真空ポンプ22_b、中真空から高真空に到達させるための真空ポンプ23_b、そして被試験体室と各種真空ポンプを接続する真空バルブ22_a、23_a、及び被試験体室と検査室31を接続するための真空バルブ24、被試験体室の真空度(圧力)を調べるための真空計25、さらに真空バルブ26_aを介して漏れを定量するための探索液体標準リーク26_b、真空バルブ27_aを介して質量分析計の経時変化による感度変更の校正を行うためのヘリウム標準リーク27_bから構成する。液体媒体加圧・回収システム1の液体加圧ライン12は被試験体室21に配置された被試験体に接続され内部に加圧された液体を供給する。なお、粗排気真空ポンプ22_bを設置することで、真空排気時間の大幅な短縮を図ることができる。

[0030] 検査室真空システム 3 は、被試験体からの漏れを検査するための装置である。このシステムは、検査室 3 1 と、検査室を高真空に保つための真空ポンプ 3 2 と、真空度 (圧力) を調べるための真空計 3 3 と、漏れを検出するための質量分析計としての四重極質量分析計 3 4 と、コンダクタンス変更機構 3 5 とから構成する。

[0031] 本実施形態における漏れ検査は、次のように行われる。被試験体を液体加圧ライン 1 2 に接続し被試験体を密閉状態にして、被試験体を被試験体真空システム 2 の被試験体室 2 1 に導入する。被試験体となる容器等が密閉形状でないものの場合、これを密閉する蓋体を用意し、蓋体に液体加圧ライン 1 2 を接続しておき、被試験体に蓋体を取り付けて密閉状態にする。なお、この場合の蓋体及び液体加圧ラインへの接続部、被試験体への取り付け部においては漏れがないものとする。その後、真空バルブ 2 2 _ a のみを開け粗排気真空ポンプ 2 2 _ b で被試験体室を真空排気し、10 Pa 程度の中真空に到達させる。次に真空バルブ 2 2 _ a を閉じて粗排気を終了し、真空バルブ 2 3 _ a のみを開け真空ポンプ 2 3 _ b で被試験体室の真空排気を開始する。

[0032] 被試験体室 2 1 を真空排気し、真空計 2 5 の真空度 (圧力) が所定の真空度 (例 : 10^{-2} Pa) に到達したら真空バルブ 2 3 _ a を閉じ、液体媒体加圧・回収システム 1 のバルブ 1 8 のみを開け真空排気ライン 1 4 を用いて被試験体内部の空気を真空排気し、その後バルブ 1 8 を閉じ、バルブ 1 7 のみを開け液体加圧装置 1 1 により、探査液体を被試験体内部に供給し且つ所望の圧力まで加圧する。被試験体に漏れがある場合、被試験体内部に供給した探査液体は一定流量で気化して被試験体室に漏れ出る。

[0033] 被試験体室の真空排気について、真空バルブ 2 3 _ a を閉じ真空ポンプ 2 3 _ b による排気を終了した後、真空バルブ 2 4 を開けて真空ポンプ 3 2 により真空排気する。この時、被試験体から一定流量の気体で漏れ出した探査媒体は検査室 3 1 に導かれる。この探査媒体は、空間中を自由に飛びまわるので四重極質量分析計 3 4 に有効に入射する。

- [0034] 四重極質量分析計 3 4 は、真空空間中に存在する気体を質量電荷比毎に、すなわち不可避に残存する気体（主に水（ H_2O ）、その他、窒素（ N_2 ）、酸素（ O_2 ）など）と探査媒体を個別に計測できることから、漏れ出た探査媒体のみの濃度（分圧）を測定する。
- [0035] 被試験体から大きな漏れが発生している場合には、検査室 3 1 の真空計 3 3 の真空度（圧力）は $10^{-2} Pa$ 台よりも高くなり、四重極質量分析計の稼働上限圧力に近くなる。この場合、コンダクタンス変更機構 3 5 によりコンダクタンスを小さくし、且つ真空バルブ 2 3 _ a を開けて真空ポンプ 2 3 _ b による真空排気も行うことで、検査室 3 1 の真空度（圧力）を $10^{-2} Pa$ 以下に低下させて、被試験体から漏れ出す気体の大量の漏れ流量を測定することが可能となる。
- [0036] 被試験体の漏れ検査の終了後は探査液体の加圧をリリースし、液体加圧・回収システム 1 のバルブ 1 6 のみを開け液体回収システム 1 3 を用いて被試験体と液体加圧ライン 1 2 に残された探査液体を回収し、その後にバルブ 1 6 を閉じる。最後に被試験体室 2 1 を大気に戻し、液体加圧ライン 1 2 との接続を解除して、被試験体室から被試験体を取り出す。
- [0037] 次に液体加圧ライン 1 2 を封止して前記真空排気手順を実行し、真空バルブ 2 6 _ a を開けて探査液体標準リーク 2 6 _ b から既知の漏れ流量の探査液体を被試験体室 2 1 に供給し、四重極質量分析計 3 4 で測定する。この標準リークの測定データを用いて被試験体から漏れ出た探査媒体の測定データを校正し、漏れ流量を見積もる。また、ヘリウム標準リーク 2 7 _ b を用いて既知の漏れ流量のヘリウムガスを供給し、四重極質量分析計 3 4 の経時による感度変化を校正することもできる。なお、漏れ流量が小さい場合、探査液体標準リーク 2 6 _ b、ヘリウム標準リーク 2 7 _ b は、被試験体室に接続する代わりに、それぞれ真空バルブ 2 6 _ a、真空バルブ 2 7 _ a を介して検査室 3 1 に接続する形態としても良い。
- [0038] 本発明の漏れ検査装置では液体を探査媒体として用いるが、探査媒体の液体として、分子量が 500 以下、室温における固化圧力が $1 MPa$ 以上、飽

和蒸気圧が 100 Pa 以上、蒸発潜熱が $80 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 以下の条件を満足するものとし、例えば、表 2 に示すように、メタノール、エタノール等のアルコール類、アセトン等のケトン類、*n*-ペンタン等のパラフィン類、ベンゼン等の芳香族類などの分子量 114 までの有機溶媒そして水が挙げられる。なお、これらの液体を混合した溶液を用いてもよい。混合溶液の例として、自動車、航空機の燃料であるガソリン、軽油、などの石油類が挙げられる。

[表2]

探査液体候補物質の25℃における物性f (分子量114までの物質を記載.)

	分子量M	密度ρ (kg・m ⁻³)	粘性係数μ _{liq} (10 ⁻³ Pa・s)	飽和蒸気圧P _{eq} (10 ³ Pa)	表面張力S (10 ⁻³ N・m ⁻¹)	蒸発潜熱E _{ev} (10 ³ J・mol ⁻¹)	(μ _{liq} M)/ρ	α ^{*1}	β ^{*2}	
アルコール類	メタノール	791	0.54	16.9	22.5	38.3	2.18×10 ⁻⁵	2.78×10 ⁸	8.88	
	エタノール	789	1.05	7.89	22.6	42.6	6.12×10 ⁻⁵	1.19×10 ⁸	15.8	
	イソプロパノール	786	2.00	6.03	25.5	44.8	1.53×10 ⁻⁴	4.99×10 ⁷	16.5	
	n-プロパノール	805	2.00	2.70	23.8	49.0	1.49×10 ⁻⁴	5.43×10 ⁷	40.3	
	n-ブタノール	810	2.60	0.99	23.8	56.0	2.38×10 ⁻⁴	3.80×10 ⁷	99.9	
	第3-ブタノール	779	3.20	5.60	20.7	45.0	3.48×10 ⁻⁴	2.65×10 ⁷	40.3	
	2-メチル-1-ブタノール	88	816	5.10	0.42	25.5	38.0	5.50×10 ⁻⁴	1.72×10 ⁷	208.8
	第3アミルアルコール	88	815	3.70	2.20	22.8	39.0	4.00×10 ⁻⁴	2.55×10 ⁷	42.9
	アセトン	58	790	0.30	30.6	22.0	31.1	2.20×10 ⁻⁵	3.76×10 ⁸	3.69
	メチルエチルケトン	72	805	0.38	12.1	24.6	34.0	3.40×10 ⁻⁵	2.55×10 ⁸	8.02
ケトン類	ジエチルケトン	815	0.48	2.40	24.7	48.0	5.07×10 ⁻⁵	1.88×10 ⁸	37.7	
	メチル-n-ブチルケトン	86	806	0.47	2.10	25.2	5.01×10 ⁻⁵	1.86×10 ⁸	41.7	
	メチルイソブチルケトン	100	800	0.55	2.90	25.4	6.88×10 ⁻⁵	1.45×10 ⁸	27.5	
	メチル-n-ペンチルケトン	100	820	0.58	0.50	25.2	39.0	7.07×10 ⁻⁵	1.44×10 ⁸	167.2
	n-ペンタン	72	626	0.24	67.0	16.0	27.0	2.76×10 ⁻⁵	3.54×10 ⁸	1.21
	n-ヘキサン	86	659	0.31	20.0	18.4	32.0	4.05×10 ⁻⁵	2.49×10 ⁸	3.86
パラフィン類	n-ヘプタン	100	684	0.42	6.1	20.3	6.14×10 ⁻⁵	1.70×10 ⁸	11.7	
	n-オクタン	114	702	0.54	1.9	21.8	8.77×10 ⁻⁵	1.23×10 ⁸	35.0	
	ペンゼン	78	873	0.60	13.0	28.9	34	5.36×10 ⁻⁵	1.60×10 ⁸	7.38
	トルエン	92	866	0.59	3.80	28.5	38	6.27×10 ⁻⁵	1.49×10 ⁸	23.1
芳香族	o-キシレン	106	880	0.81	0.90	30.0	9.76×10 ⁻⁵	1.00×10 ⁸	90.3	
	水	18	1000	0.89	3.2	72.8	1.60×10 ⁻⁵	1.52×10 ⁸	42.3	

*1 $\alpha = \frac{\rho}{\mu_{liq} \sqrt{M} \times \left(\frac{S}{\rho}\right)^2}$, *2 $\beta = \frac{\rho}{P_{eq} \sqrt{M} \times \left(\frac{S}{\rho}\right)^2}$

[0039] また、分子量が500以下、そして室温における固化圧力が1MPa以上、飽和蒸気圧が100Pa以上の液体に気体を溶解させたものを探査媒体として用いることができ、その例として、炭酸水、過酸化水素水、アンモニア水が挙げられる。

[0040] 以降では、本発明の検査原理について検討することで、探査液体の物性値の範囲について決定した。

[0041] (1) 加圧条件

まず本発明では、液体を0.1MPaの大気圧以上に加圧するが、1MPa以上の高圧力の印加を特徴とすることから、探査液体は1MPa以上の圧力下で液体状態である必要がある。

[0042] (2) 最小の漏れ孔サイズの見積り

次に被試験体内部に供給された探査液体は、被試験体の漏れ孔を通過する必要がある。ここでは、従来のヘリウムリークテスト法を用いて高圧で微小漏れ検査を行った場合の漏れ孔のサイズについて以下のように見積もった。

[0043] 探査媒体が気体の場合の漏れ流量 Q_{gas} ($Pa \cdot m^3 \cdot s^{-1}$) は20℃の常温において

[数1]

$$Q_{gas} = \left[\frac{\pi d^3}{128 \mu_{gas}} \frac{\langle P \rangle}{\Delta L} \right] \chi \Delta P \quad (\text{Panes}^{-1}) \quad (1)$$

で表すことができる。ここで、 d は漏れ孔の直径(m)、 μ_{gas} は気体の粘性係数($Pa \cdot s$)、 $\langle P \rangle$ は漏れ孔を通過する気体の平均圧力で、概ね $\langle P \rangle = \Delta P / 2$ であり、 ΔP は気体に対する印加圧力(Pa)であり、 ΔL は漏れ孔の長さ(m)である。

[0044] 現状の自動車や航空機部品のガスリークテストによる漏れ検査の許容漏れ流量は $10^{-5} \sim 10^{-6} Pa \cdot m^3 \cdot s^{-1}$ 程度であることから、最小の漏れ孔サイズを見積もるために、漏れ流量を従来よりも2桁低い $Q_{gas} = 1 \times 10^{-8} Pa \cdot m^3 \cdot s^{-1}$ とし、印加圧力 ΔP を $\Delta P = 1 GPa$ と高く設定し、漏れ孔の長さ ΔL を $\Delta L = 1 \times 10^{-3} m$ と短く設定し、そして探査気体としてヘリウムを設

定しヘリウムガスの粘性係数 $\mu_{\text{He}} = 1.94 \times 10^{-4} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ を (1) 式に代入して計算すると、漏れ孔の直径 d は $d = 11.2 \text{ nm}$ と見積もることができる。

[0045] 一方、本発明で使用する探査液体を有機溶媒とし、その分子量を最大 500 とすると、液体分子を構成する炭素元素の数は 30 程度であり、その原子間距離は概ね 0.15 nm 程度であることから液体分子の長さは 5 nm 以下と見積もられる。したがって、探査液体は、漏れ孔を通過すると言える。

[0046] (3) 最小の検知漏れ流量の見積り

次に被試験体内部に供給された探査液体は、被試験体の漏れ孔を通過し、被試験体室 21 及び検査室 31 の真空中に気体となって一定の漏れ流量 Q ($\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$) で排出され、四重極質量分析計 34 で検出される必要がある。以下では、媒体が液体の場合と気体の場合の漏れ流量を比較し、本発明における探査液体を用いた場合の最小検知漏れ流量について見積り、これが気体を用いた従来法の最小検知漏れ流量と同程度であることを示し、さらに本発明における探査液体の物性値の範囲を見積もつた。

[0047] 探査媒体が液体の場合の漏れ流量 $Q_{l,q}$ ($\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$) は 20℃ の常温において

[数2]

$$Q_{l,q} = \left[\frac{\pi d^4}{128 \mu_{l,q}} \times \frac{\Delta P}{\Delta L} \right] \times 1000 \frac{1}{M} \times [R \times 293] \quad (\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}) \quad (2)$$

で表すことができる。ここで、 d は漏れ孔の直径 (m)、 $\mu_{l,q}$ は液体の粘性係数 ($\text{Pa} \cdot \text{s}$)、 ΔP は液体に対する印加圧力 (Pa)、 ΔL は漏れ孔の長さ (m)、 ρ は液体の密度 ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$)、 M は液体の分子量、 R は気体定数である。

[0048] 一方、探査媒体が気体の場合の漏れ流量 $Q_{g,as}$ ($\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$) は (1) 式で表すことができるので、(1) と (2) 式より

[数3]

$$Q_{g,as} = Q_{l,q} \frac{1}{\rho} \times \left(\frac{\mu_{g,as}}{\mu_{l,q}} \right) \times 1000 \frac{\rho}{M} \times [R \times 293] \quad (\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}) \quad (3)$$

と表すことができる。

[0049] ここで、液体の漏れ流量と気体の漏れ流量を比較するために、気体として従来のヘリウムリークテスト法で使用されているヘリウムガスを選択し、その粘性係数 $\mu_{\text{He}} = 1.94 \times 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ を (3) 式に代入して整理すると、液体の漏れ流量 Q_{liq} は、

[数4]

$$Q_{\text{liq}} = 47.4 \times Q_{\text{He}} \frac{1}{\langle P \rangle} \times \frac{\rho}{\mu_{\text{liq}} M} \quad (\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}) \quad (4)$$

と表すことができる。

[0050] この (4) 式は、液体の漏れ流量 Q_{liq} がヘリウムガスの漏れ流量 Q_{He} の $1 / \langle P \rangle$ 倍になることを意味している。表2から $(\mu_{\text{liq}} M) / \rho$ の値の代表値として、 $(\mu_{\text{liq}} M) / \rho = 1 \times 10^{-4}$ と設定し、その逆数を (4) 式に代入して整理すると、探査液体の漏れ流量は

[数5]

$$Q_{\text{liq}} = 4.74 \times 10^5 \frac{1}{\langle P \rangle} Q_{\text{He}} \quad (\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}) \quad (5)$$

となる。

[0051] 漏れ流量 Q_{liq} は、例えば印加圧力 $\Delta P = 0.2 \text{ MPa}$ ($\langle P \rangle = 0.1 \text{ MPa}$) の場合 $Q_{\text{liq}} = 4.74 \times Q_{\text{He}}$ となる。このことは、大気圧程度から 1 MPa の圧力印加の下では、元々液体の方が気体よりも高密度であるために液体の漏れ流量が気体のそれよりも大きくなることを示しており、低い印加圧力では微小な漏れ流量の検査において液体を用いることが有利であると言える。

[0052] 一方、印加圧力 $\Delta P = 200 \text{ MPa}$ ($\langle P \rangle = 100 \text{ MPa}$) の場合 $Q_{\text{liq}} = 4.73 \times 10^{-3} \times Q_{\text{He}}$ となる。これは高圧印加では、気体の密度が圧力に比例して高くなるために気体の漏れ流量が液体の漏れ流量よりも大きくなることを示している。

[0053] なお、表2より $(\mu_{\text{liq}} M) / \rho$ の値として 10^{-5} 位の液体も多数あること

から、 $(\mu_{liq} M) / \rho = 10^{-5}$ を持つ液体を探索媒体に選択することで、大気圧から10 MPaまでの圧力印加の下では、液体媒体の漏れ流量が気体媒体のそれよりも大きくなることから、より高感度な漏れ流量の検査を可能とすることができる。

[0054] 探索液体の漏れ流量を従来のヘリウムガスで換算するために(4)式を、
[数6]

$$Q_{He,eq} = (\exists Q_{He,eq}) = 2.11 \times 10^{-2} \times Q_{liq} \langle P \rangle \times \frac{\mu_{liq} M}{\rho} \quad (\text{Pam}^3\text{s}^{-1}) \quad (6)$$

と表す。ここで $Q_{He,eq}$ はヘリウム換算した漏れ流量を意味する。

[0055] 質量分析計として電子増倍管を用いた高感度の四重極質量分析計の最小検知分圧は 10^{-13} Pa台であることから、本発明の漏れ検査装置における有効な検知分圧は 1×10^{-11} Paが可能である。真空ポンプ32の実効排気速度を 0.1 mss^{-1} とすると、探索液体の最小検知漏れ流量は $Q_{liq} = 1 \times 10^{-12} \text{ Pam}^3\text{s}^{-1}$ となる。

[0056] これを(6)式に代入して整理すると、探索液体の最小検知漏れ流量はヘリウムガス換算 $Q_{He,eq}$ で表現すると、

[数7]

$$Q_{He,eq} = 2.11 \times 10^{-14} \langle P \rangle \times \frac{\mu_{liq} M}{\rho} \quad (\text{Pam}^3\text{s}^{-1}) \quad (7)$$

と表すことができる。

[0057] 表2の探索液体候補物質の常温25℃における物性値より $[(\mu_{liq} M) / \rho]$ の値は 10^{-5} から 10^{-4} の範囲であるので、代表値として、 $(\mu_{liq} M) / \rho = 1 \times 10^{-4}$ とし、印加圧力 $\Delta P = 200 \text{ MPa} \ll P \gg (100 \text{ MPa})$ とすると、本発明による漏れ検査装置の探索液体の最小検知漏れ流量はヘリウムガス換算で $Q_{He,eq} = 2.11 \times 10^{-10} \text{ Pam}^3\text{s}^{-1}$ となる。この値は、高感度の漏れ検査が可能なヘリウムリークディテクターの最小検知漏れ流量とほぼ同等であることから、本発明により十分に高感度の漏れ検査ができることがわかる。

- [0058] 本発明の高圧力の耐圧検査も可能で且つ漏れ流量が定量できる漏れ検査装置は、自動車、航空機などの部品を主たる検査対象とするが、これら各種部品の許容漏れ流量は、 $10^{-5} \sim 10^{-6} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ （ヘリウムガス、室温）程度である。 $[(\mu_{liq} M) / p]$ の値を $(\mu_{liq} M) / p = 1 \times 10^{-4}$ とし、印加圧力 $\Delta P = 200 \text{ MPa}$ における本発明装置の最小検知漏れ流量 $Q_{He \cdot eq} = 2.11 \times 10^{-10} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ （ヘリウムガス換算）は、 $1 \times 10^{-6} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ と比較して4桁程度小さい。したがって、探査液体の粘性係数 μ_{liq} ($\text{Pa} \cdot \text{s}$)、密度 p (kg m^{-3})の物性値の範囲について制限を設ける必要がないことは自明である。
- [0059] 一方、分子量 M については、最小検知漏れ流量の考察から範囲を制限する必要はないが、四重極質量分析計を使用した場合、これの計測可能な最大質量数が400程度であることから、探査液体の分子量は500以下とすることが妥当である。
- [0060] 上記の本発明の漏れ検査法の最小検知漏れ流量の見積は、最小検知分圧として 10^{-13} Pa 台の高感度の四重極質量分析計を用いたが、四重極質量分析計には最小検知分圧が $1 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ のものも存在する。これを用いた場合、本発明の漏れ検査装置における有効な検知分圧を $1 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ とし、真空ポンプ32の実効排気速度を 0.1 m s^{-1} とすると、探査液体の最小検知漏れ流量は $Q_{liq} = 1 \times 10^{-7} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ となる。
- [0061] $[(\mu_{liq} M) / p]$ の値は 10^{-5} から 10^{-4} の範囲であるので、代表値を $(\mu_{liq} M) / p = 1 \times 10^{-4}$ とすると、印加圧力 $\Delta P = 200 \text{ MPa}$ の場合の最小検知漏れ流量はヘリウムガス換算で $Q_{He \cdot eq} = 2.11 \times 10^{-10} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ となり、種々の部品の漏れ検査に十分に使用することができる。
- [0062] なお、最小検知分圧が $1 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ のある種の四重極質量分析計は、その最大使用圧力が高感度タイプよりも2桁高い 1 Pa 程度のものがあり、これを用いた漏れ検査装置では、検査のための真空度（圧力）を高く設定できるので、大量の漏れ流量の検査が可能となり、さらに真空排気時間を短縮できるというメリットを持つ。

[0063] さらに探査液体の検知のために用いる質量分析計としては、四重極質量分析計の他、磁界偏向型質量分析計や高周波型質量分析計など他の質量分析計を用いても良い。

[0064] (4) 液滴落下の考察

次に被試験体内部に供給された探査液体は、被試験体の漏れ孔を通過し被試験体室 2 1 の真空中に気体となって排出されるが、この時、漏れ流量が大きすぎると漏れ孔の出口で液滴を作り、液滴のまま被試験体室 2 1 に落下しその後蒸発するので、断続的な蒸発が生じてしまう。この場合、四重極質量分析計 3 4 による測定が擾乱されてしまうことから漏れ流量の定量測定が困難となる。

[0065] そこで、漏れ流量 Q を従来のヘリウムリークテスト法の上限值である $Q_{He} = 1 \times 10^{-2} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ とし、印加圧力 ΔP を 0.1 MPa とし、液滴落下の問題について液滴の表面からの媒体分子の蒸発速度と探査液体の漏れ流量の関係より、以下のように検討した。なお、 ΔP を 0.1 MPa に設定した理由は、ヘリウムガスの漏れ流量を同一にした場合 ΔP が低い方が漏れ孔は大きくなり探査液体の漏れ流量が大きくなることから、漏れ流量と比較して液滴表面からの媒体分子の蒸発速度が相対的に小さくなり、液滴落下を起こし易いからである。

[0066] 漏れ孔を通過してきた探査液体は漏れ孔の出口で [液滴の重力] (N) = [表面張力による抗力] (N) までは液滴を作る。したがって、[液滴の重力] = [表面張力による抗力] は
[数 8]

$$P \times g = \pi d S \quad (8)$$

と表すことができる。ここで、 p は探査液体の密度 (kg m^{-3})、 r は液滴半径 (m)、 g は重力加速度 (m s^{-2})、 d は漏れ孔の直径 (m)、 S は表面張力 (N m^{-1}) である。(8) 式より液滴半径 r (m) は、

[数9]



$$r = \sqrt[3]{4\rho g} \quad (\text{m}) \quad (9)$$

と表すことができる。

[0067] ヘリウムガスの漏れ流量 Q_{He} を $1 \times 10^{-2} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ とし、印加圧力 ΔP を 0.1 MPa とし、そして漏れ孔の長さ ΔL を $1 \times 10^{-3} \text{ m}$ とした場合、漏れ孔直径 d は (1) 式より $d = 19.9 \mu\text{m}$ と求められる。この値と重力加速度 $g = 9.8 \text{ m s}^{-2}$ を (9) 式に代入して整理すると、液滴半径 r (m) は

[数10]

$$r = 1.15 \times 10^{-2} \times \sqrt[3]{\frac{S}{\rho}} \quad (\text{m}) \quad (10)$$

と表すことができる。

[0068] 液滴の蒸発速度 Γ (s^{-1}) は、[蒸発速度] (s^{-1}) = [出射頻度] ($\text{m}^{-2} \text{ s}^{-1}$) \times [液滴表面積] (m^2) であるので、

[数11]

$$\Gamma = \left(\frac{1}{4} \chi \langle v \rangle n \right) \times \frac{3}{4} r^2 \quad (\text{s}^{-1}) \quad (11)$$

と表すことができる。ここで、 $\langle v \rangle$ は蒸発気体の平均速度 (m s^{-1})、 n は蒸発気体の密度 (m^{-3}) である。

(11) 式に

[数12]

$$\langle v \rangle = 146 \sqrt{\frac{T}{VM}} \quad (\text{m s}^{-1}), \quad n = \frac{P}{kT} \quad (\text{m}^{-3}) \quad (12)$$

(ここで、 T は絶対温度 (K)、 M は探査液体の分子量、 P_{eq} は探査液体の飽和蒸気圧 (Pa)、 k はボルツマン定数) を代入し、さらに $T = 293 \text{ K}$ 、 $k = 1.38 \times 10^{-23}$ を代入して整理し、蒸発速度の単位 [s^{-1}] を [$\text{Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$] に変換すると、液滴の蒸発速度 Γ ($\text{Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$) は

[数13]

$$r = 7.85 \times 10^3 \times \left[\frac{p_{\text{eq}} \times r^2}{\sqrt{M}} \right] \quad (\text{Pam}^3\text{s}^{-1}) \quad (13)$$

と表すことができる。

[0069] (13) 式に (10) 式の液滴半径 r を代入して整理すると、液滴の蒸発速度 Γ は、

[数14]

$$\Gamma = 1.04 \times \left[\frac{p_{\text{eq}} \times \left(\sqrt[3]{\frac{S}{\rho}} \right)^2}{\sqrt{M}} \right] \quad (\text{Pam}^3\text{s}^{-1}) \quad (14)$$

と導くことができる。

[0070] 一方、ヘリウムガスの漏れ流量 Q_{He} が $1 \times 10^{-2} \text{Pam}^3\text{s}^{-1}$ 、印加圧力 ΔP が 0.1MPa の場合の探査液体の漏れ流量 Q_{liq} は (4) 式より

[数15]

$$Q_{\text{liq}} = 9.48 \times 10^{-7} \times \frac{\rho}{\mu_{\text{liq}} M} \quad (\text{Pam}^{-1}) \quad (15)$$

と表すことができる。

[0071] 液滴が落下しないためには、[液滴の蒸発速度] > [漏れ流量] が必要となるので、

(14) 式と (15) 式より

[数16]

$$1.04 \times \left[\frac{p_{\text{eq}} \times \left(\sqrt[3]{\frac{S}{\rho}} \right)^2}{\sqrt{M}} \right] > 9.48 \times 10^{-7} \frac{\rho}{\mu_{\text{liq}} M} \quad (16)$$

となり、

[数 17]

$$\left[\frac{p_{eq} \times \left(\sqrt[3]{\frac{S}{\rho}} \right)^2}{\sqrt{M}} \right] > 9.11 \times 10^{-7} \frac{\rho}{\mu_{liq} M} \quad (17)$$

が導かれる。

[0072] この (17) 式は [液滴の蒸発速度] > [漏れ流量] の関係を探査液体の物性値で表現したものであることから、探査液体の物性値について評価することができる。以下では (17) 式を用いて主要な物性値である飽和蒸気圧 P_{eq} (Pa) と粘性係数 μ_{liq} (Pa·s) の範囲について検討した。なお、[液滴の蒸発速度] > [漏れ流量] の場合、探査液体は、漏れ孔の出口で落下しない程度の大きさの液滴を作り、[漏れ流量] と釣り合い蒸発するので、探査液体により漏れ流量を測定できる。

[0073] 飽和蒸気圧 P_{eq} (Pa) を評価するために、(17) 式を変形すると、

[数 18]

$$p_{eq} > 9.11 \times 10^{-7} \frac{\rho}{\mu_{liq} \sqrt{M} \times \left(\sqrt[3]{\frac{S}{\rho}} \right)^2} \quad (\text{Pa}) \quad (18)$$

と表すことができる。

[0074] ここで、

[数 19]

$$\alpha = \frac{\rho}{\mu_{liq} \sqrt{M} \times \left(\sqrt[3]{\frac{S}{\rho}} \right)^2} \quad (19)$$

とすると、 α の値は表 2 の探査媒体の候補液体において $\alpha = 10^8$ 台であることから、(18) 式の右辺は 10^2 Pa 台であり、一方、それぞれの液体の飽和蒸気圧は表 2 より 10^3 Pa 台以上であることから、(18) 式を満足していることがわかる。 α の代表値として $\alpha = 1 \times 10^8$ を (18) 式に代入すると $P_{eq} > 91.1$ Pa となることから、探査液体の飽和蒸気圧 P_{eq} は 100 Pa 以上であればよいと判断できる。

[0075] 粘性係数 μ_{liq} (Pa·s) を評価するために、(17)式を変形すると、

[数20]

$$\mu_{liq} > 9.11 \times 10^{-7} \frac{\rho}{p_{eq} \sqrt{M} \times \left(\sqrt[3]{\frac{S}{\rho}}\right)^2} \quad (\text{Pa} \cdot \text{s}) \quad (20)$$

と表すことができる。

ここで、

[数21]

$$\beta = \frac{\rho}{p_{eq} \sqrt{M} \times \left(\sqrt[3]{\frac{S}{\rho}}\right)^2} \quad (21)$$

とすると、 β の値は表2の探査媒体の候補液体において $10^{-6} \sim 10^{-1}$ 台であることから、(20)式の右辺は $10^{-6} \sim 10^{-5}$ Pa·s台であり、一方、それぞれの液体の粘性係数は 10^{-4} Pa·s台であることから、(20)式を満足していることがわかる。例えばヘリウムガスの粘性係数は $\mu_{He} = 1.94 \times 10^{-5}$ Pa·sであるように、一般に気体の粘性係数は 10^{-5} Pa·s台であることから、探査液体の粘性係数の下限値を設定する必要が無いと判断できる。

[0076] 探査液体の他の物性、すなわち分子量M、密度 ρ (kg m⁻³)、表面張力S (N m⁻¹)についても検討したところ、粘性係数と同様に、それぞれの分子量の下限値、密度の上限値、表面張力の上限値について設定する必要が無いことが判明した。

[0077] ここまでは、探査液体が漏れ孔を液体で通過すると考えてきたが、粘性係数が非常に大きく且つ飽和蒸気圧が高い場合、探査液体は漏れ孔の通過時に気化する。この場合、探査液体は漏れ孔の断面積で蒸発し、[蒸発速度]と[漏れ流量]が釣り合うので、問題無く探査液体により漏れ流量を測定できる。

[0078] (5) 脱離の活性化エネルギーの考察

漏れ孔を通過し真空空間に気体となって排出された探査媒体は、真空空間

中を飛び回り真空容器壁に衝突し、一部は反射して真空空間中を再び飛び回り、一部は真空容器壁に吸着する。この真空容器壁への気体の吸着が多い場合、漏れ流量が少ない場合には四重極質量分析計での測定の測定下限に影響し、漏れ流量が多い場合には、探査媒体が検査室に残留してしまい次の測定までに多大な時間を費やすなどの問題が生じる。これらの問題を回避するための探査媒体の条件について、以下のように検討した。

[0079] 気体分子が真空容器壁に吸着し滞在する平均滞在時間 τ (s) は

[数22]

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{E_d}{RT}\right) \quad (\text{s}) \quad (22)$$

で記述できる。

[0080] ここで、 τ_0 は吸着分子の表面垂直方向の振動周期であり、 $\tau_0 = 1 \times 10^{-13}$ s 程度である。 E_d ($\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$) は脱離の活性化エネルギーであり、気体が真空容器壁の表面から離れるのに必要なエネルギーである。

[0081] 図2に $\tau_0 = 1 \times 10^{-13}$ s の時の真空容器壁に気体が滞在する平均滞在時間と脱離の活性化エネルギーの関係を示す。室温 300 K における平均滞在時間 τ (s) は、 $E_d = 40 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$: $\tau = 10^{-6}$ s、 $E_d = 60 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$: $\tau = 10^{-3}$ s、 $E_d = 80 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$: $\tau = 10^0$ s (1 s)、 $E_d = 100 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$: $\tau = 10^4$ s 程度となることがわかる。

[0082] 一方、真空容器の壁間距離を $L = 0.1$ m とし、室温 300 K とした場合における、分子量 M の探査媒体が真空空間中に滞在する時間 (飛行時間) は、

[数23]

$$t = \frac{L}{\langle v \rangle} \quad (\text{s}) \quad (23)$$

ここで、

[数24]

$$\langle v \rangle = 146 \sqrt{\frac{T}{M}} \quad (\text{ms}^{-1}) \quad (24)$$

で表すことができる。探査媒体として分子量の小さいメタノールとすると、
 気体が真空空間中に滞在する時間は、 $t = 2.2 \times 10^{-4} \text{ s}$ と求められる。

[0083] さて、前述のように本発明法による漏れ検査装置のヘリウムガス換算での
 最小検知漏れ流量は $Q_{\text{He, eq}} = 2.11 \times 10^{-10} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ であり、現状
 の各種部品の許容漏れ流量は、 $10^{-5} \sim 10^{-6} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ (ヘリウムガス
 、室温)であった。

[0084] 本発明法において $1 \times 10^{-6} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ まで検査するとした場合、この値
 は最小漏れ検知流量 $10^{-10} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ に対して4桁大きい。したがって、
 探査媒体が真空容器壁に吸着する平均滞在時間は空間中の平均滞在時間 $2.2 \times 10^{-4} \text{ s}$ よりも4桁大きくて良い。探査媒体の脱離の活性化エネルギー
 が $80 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ の場合の真空容器壁に吸着する平均滞在時間は $t = 10.0 \text{ s}$ (1 s) であることから、探査媒体の脱離の活性化エネルギーとして、
 $80 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 以下が必要となる。

[0085] この脱離の活性化エネルギーは気化した探査媒体と吸着している壁との相
 互作用により決まる物理量であることから、探査媒体である液体固有の物理
 量ではない。この脱離の活性化エネルギーは液体固有の物理量である蒸発潜
 熱と概ね等価である。したがって、探査液体の蒸発潜熱として $80 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$
 以下を必要条件とすることが望ましい。

[0086] 一方、多数の部品を検査する漏れ検査装置では、検査時間をできるだけ短
 くすることが望まれる。多量の漏れがあった場合には、その探査媒体は速や
 かに真空排気される必要があるが、脱離の活性化エネルギーが大きい場合に
 は、真空容器壁に前の検査の探査媒体が残留してしまい検査できるようにな
 るまでに時間がかかってしまう。

[0087] これを回避するためには、探査媒体が真空容器壁に吸着する平均滞在時間
 は真空空間中の平均滞在時間 $2.2 \times 10^{-4} \text{ s}$ 以下であれば良い。図2より

この条件を満足する脱離の活性化エネルギーは $50 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 程度以下であることがわかる。したがって、探査媒体の蒸発潜熱は $50 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 以下であることが望まれる。表 2 に示した探査液体候補物質の常温 25°C における蒸発潜熱はいずれも $50 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 以下であり、この条件を満足している。

[0088] 以上の検討により本発明に用いる液体媒体として、固化圧力 1 MPa 以上、分子量 500 以下、飽和蒸気圧 100 Pa 以上、蒸発潜熱 $80 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 以下が求められた。なお、表 2 に示す探査液体候補物質は、いずれもこれらの物性値を十分満足することがわかる。

実施例 1

[0089] 本発明の実施例として、探査液体としてメタノールを選択し、図 1 に示す高圧液体漏れ検査装置を用いて漏れ検査を行い、従来法のヘリウムリークテストによる漏れ検査法と比較した。

[0090] ここで、液体加圧は最大 200 MPa までの圧力印加が可能な加圧装置を用いた。被試験体室 21 はサイズ $\phi 200 \text{ mm} \times 300 \text{ mm}$ の精密化学研磨処理されたステンレス鋼製真空容器を用い、粗排気真空ポンプ 22_b は排気速度 $1.7 \times 10^{-2} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ の油回転ポンプを用い真空バルブ 22_a を介して被試験体室に接続し、真空ポンプ 23_b は排気速度 $1.0 \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ のターボ分子ポンプを用い真空バルブ 23_a を介して被試験体室に接続した。

[0091] また検査室 31 は $\phi 100 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$ の化学研磨処理されたステンレス鋼製真空容器を用い真空バルブ 24 を介して被試験体室 21 に接続した。検査室 31 の真空ポンプ 32 は排気速度 $3.0 \times 10^{-1} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ のターボ分子ポンプを用いた。コンダクタンス値が変更できるようにコンダクタンス変更機構 35 を真空バルブ 24 と検査室 31 の間に挿入し、真空ポンプの実効排気速度が $1 \times 10^{-1} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ と $1 \times 10^{-2} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ のいずれかを選択できるようにした。

[0092] 四重極質量分析計 34 は、質量範囲 $1 \sim 50$ 、最小検知分圧 $1.0 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ 、最大使用真空度 (圧力) 2.0 Pa のものを用いた。被試験体室と検

査室の真空計 25 と 33 には、 $4 \times 10^{-8} \text{ Pa}$ から大気圧まで測定可能なクリスタルイオンゲージを用いた。被試験体には、サイズ $\phi 50 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$ で O リングシールのフランジを持つ容器を用い、O リングを僅かに傷つけフランジの締め込み力を変更することで漏れ流量を調節した。なお、試験体のヘリウムガスによる漏れ流量はヘリウムリークディテクターを用いて調べた。

[0093] 前記の図 1 に示す高圧液体漏れ検査装置において、先ず真空排気から検査終了までの所要時間について調べた。なお、時間短縮を図るために、3 系統の真空排気ポンプはいずれも稼動状態とした。試験体を被試験体室内に取り付け、被試験体に液体加圧ラインを接続して被試験体を密閉し、被試験体室を密閉した後、真空バルブ 22_a のみを開き、粗排気真空ポンプ 22_b による排気を行った。

[0094] 被試験体室の真空度 (圧力) は大気圧の排気開始から 5 秒後に 10^2 Pa 台前半に到達し、10 秒後に 10^0 Pa 台に達した。次に、真空バルブ 22_a を閉じて真空バルブ 23_a を開き $1.0 \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ の大排気速度を持つ真空ポンプ 23_b による排気を開始したところ、被試験体室の真空度 (圧力) は大気圧の排気開始から 4.5 秒後に 10^{-3} Pa 台以下に達した。

[0095] 探査液体の被試験体への供給と加圧は大排気速度を持つ真空ポンプ 23_b による排気開始と同時に行った。四重極質量分析計 34 の最大使用真空度 (圧力) は 2 Pa であることから、被試験体室 21 の真空度 (圧力) が大排気速度を持つ真空ポンプ 23_b の排気開始から 10 秒後に 10^{-1} Pa 台以下に到達したので、漏れ検査を開始することが可能であった。すなわち、発明装置を用いて最短で 20 秒後以降において漏れ検査ができることがわかった。

[0096] この真空排気時間は、従来法のガスリークテストの真空排気時間とほぼ同等である。また、四重極質量分析計 34 による探査媒体の測定時間は 20 秒程度であり、真空排気開始から検査終了までの所要時間は 40 秒であった。したがって、発明装置を用いて大量の部品検査をガスリークテスト法と同等

に短時間で行えると言える。

- [0097] なお、最小検知分圧 1.0×10^{-10} Pa の高感度な四重極質量分析計を用いた場合は、その最大使用真空度 (圧力) が 1.0×10^{-2} Pa であることから、大排気速度を持つ真空ポンプ 23_b による排気時間を 1 分程度にする必要があるものの、トータルの検査時間は 1 分 30 秒程度であり、ある程度の高スループットの検査時間が確保できた。
- [0098] 前記の図 1 に示す高圧液体漏れ検査装置において、先ず探査媒体としてヘリウムガスを用い、ヘリウムガスの印加圧力を $0.2 \sim 200$ MPa の範囲のいずれかの圧力とし、漏れ流量 Q_{He} を $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-2}$ Pa m³ s⁻¹ の範囲のいずれかに設定した被試験体を準備した。
- [0099] 次に、それぞれの印加圧力下で漏れ流量が調節された被試験体に、探査液体を供給し圧力印加を行って、被試験体の漏れ検査を行った。表 3 に探査液体の印加圧力を $0.2 \sim 200$ MPa の範囲で設定し、それぞれの印加圧力において被試験体の漏れ流量をヘリウムガス換算で $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-2}$ Pa m³ s⁻¹ に設定した場合の発明装置の漏れ検査の結果を示す。なお、差動排気を行わない場合の検査室 31 への実効排気速度は 1.0×10^{-1} m s⁻¹ に設定した。

[表 3]

メタノールを探索液体とした場合の漏れ検査の結果

漏れ流量 (ヘリウム換算) Q_{He} ($\text{Pa m}^3 \text{s}^{-1}$)	メタノールの印加圧力 P (MPa)			
	0.2	2	20	200
1×10^{-8}	○	○	×	/
1×10^{-7}	○	○	○	×
1×10^{-5}	○	○	○	○
1×10^{-3}	○ (差動排気)*1	○	○	○
1×10^{-2}	○ (差動排気)	○ (差動排気)	○	○

*1 差動排気：検査時に被試験体室の $1 \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ の大排気速度を持つ真空ポンプによる排気を行い且つ検査室への%効排気速度を $1.0 \times 10^{-2} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ に設定して検査を行った。

- [01 00] 探索液体への印加圧力が高圧力でヘリウム換算の漏れ流量が小さい場合を除いて、漏れ検査が可能であることがわかる。以下、表 3 の結果について説明する。
- [01 01] それぞれの印加圧力においてヘリウム換算で漏れ流量を $1 \times 10^{-8} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ とした場合には、探索液体の印加圧力が 0.2 MPa と 2 MPa の場合に探索液体を用いて漏れ検査が可能であった。
- [01 02] 一方、印加圧力を上昇させてヘリウム換算の漏れ量を $1 \times 10^{-8} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ にすることは漏れ孔を小さくすることに相当するので、探索液体の印加圧力が 20 MPa 以上の場合には、使用した四重極質量分析計の検知分圧以下の漏れ量となることから、探索液体を用いての漏れ検査は不可能であった。
- [01 03] また、漏れ流量が $1 \times 10^{-7} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ の場合には、20 MPa までは検査可能であったが、200 MPa では検査が不可能となった。なお、この実施例では最小検知分圧 $1.0 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ の四重極質量分析計を用いたために、このような結果となったが、最小検知分圧 10^{-13} Pa の高感度の四重極質量分析計を用いれば、高圧力印加下でさらに低い漏れ流量でも漏れ検査が可能となることは自明である。

[01 04] 次にそれぞれの印加圧力で漏れ流量が多い場合には、問題なく検査が可能であることが表 3 より明らかである。この中で、印加圧力が低く漏れ流量が多い場合、すなわち、印加圧力が 0.2 MPa で漏れ流量がヘリウム換算で $1 \times 10^{-3} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ 以上と印加圧力が 2 MPa で漏れ流量がヘリウム換算で $1 \times 10^{-2} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ の場合には、被試験体の漏れ孔からの探査液体の漏れ量が多くなるために、検査室 31 の真空ポンプ 32 のみの真空排気では、検査室 31 の真空度 (圧力) は $1 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ 以上を示すことから、被試験体室の $1 \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ の大排気速度を持つ真空ポンプによる排気を行い且つ検査室への実効排気速度を $1.0 \times 10^{-2} \text{ m}^3 \text{ s}^{-1}$ に設定して排気を行う、いわゆる差動排気を行って、検査室を 10^{-3} Pa 台以下の真空度 (圧力) に保持して、四重極質量分析計 34 を保護して検査することが望ましいことがわかった。

[01 05] 大量の漏れ流量を検査した後に、再び検査の手順を実施したところ、被試験体からの漏れが無いにも関わらず、直前の検査で大量に漏れたメタノールが被試験体室 21 に残留し、バックグラウンドとして測定されてしまった。許容漏れ流量が $10^{-6} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ 以上の場合には、このバックグラウンドは問題とならないが、それ以下の検査では問題となる。

[01 06] これを回避するために、被試験体交換時に被試験体室 21 を大気圧下においてメタノールの沸点付近の温度である 60℃ まで温風ベーキングにより加熱した。その後、再検査したところ、バックグラウンドは、ほとんど測定できなくなるまで低減することが可能であった。このことから、実際に多数の部品について連続的に検査を行う時に、被試験体に大量の漏れがあつた場合には、次の検査前に被試験体室を探査液体の沸点程度まで加熱する工程を設けることが望ましいと言える。

実施例 2

[01 07] 大量の漏れ査検の実施後に探査液体が残留することにより、次の検査までに時間を費やしてしまう問題を回避する方法として、小さい脱離の活性化エネルギーを持つ探査気体を溶解した液体媒体の利用がある。探査気体を溶解

した液体媒体としては、炭酸水、過酸化水素水、アンモニア水などがある。以下では探査気体を溶解した液体媒体として炭酸水を用いた場合の実施例について記述する。

- [01 08] 探査気体を溶解した液体媒体である炭酸水は、常温 (25℃) の 1 気圧下での二酸化炭素の水への溶解度が $3.9 \times 10^{-2} \text{ mol/L}$ と小さいことから、四重極質量分析計による検査を容易にするために、0.7 MPa の高圧下で水に二酸化炭素を溶解させ、濃度 $2.73 \times 10^{-1} \text{ mol/L}$ の炭酸水を準備した。
- [01 09] 漏れ検査は図 1 に示す高圧液体漏れ検査装置を用いた。ここで四重極質量分析計 34 は、水に溶解した二酸化炭素を検知するために、最小検知分圧 10^{-13} Pa の電子増倍管型の高感度四重極質量分析計を用いた。
- [01 10] 実施例 1 と同様に漏れ流量 Q_{He} を $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-2} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ の範囲のいずれかに設定した被試験体を準備し、それぞれの印加圧力下で前記の炭酸水を供給し圧力印加を行って、被試験体の漏れ検査を行った。表 4 に炭酸水の印加圧力を 1.0 ~ 200 MPa の範囲で設定し、それぞれの印加圧力において被試験体の漏れ流量をヘリウムガス換算で $1 \times 10^{-8} \sim 1 \times 10^{-2} \text{ Pa m}^3 \text{ s}^{-1}$ に設定した場合の発明装置の漏れ検査の結果を示す。

[表4]

炭酸水を採る媒体とした場合の漏れ検査の結果

漏れ流量 (ヘリウム換算) Q_{He} ($\text{Pa m}^3 \text{s}^{-1}$)	炭酸水の印加圧力 P (MPa)			
	1	2	20	200
1×10^{-8}	○	○	△*1	×
1×10^{-7}	○	○	○	△
1×10^{-5}	○ (差動排気)*2	○	○	○
1×10^{-3}	○ (差動排気)	○ (差動排気)	○	○
1×10^{-2}	○ (差動排気)	○ (差動排気)	○ (差動排気)	○

*1 △:四重極質量分析計による検査は可能であったが、検査までの真空引きに長時間を要した。

*2 差動排気:検査時に被試験体室の 1mSs^{-1} の人排気速度を持つ真空ポンプによる排気を行い且つ検査室への $\frac{1}{4}$ 効排気速度を $1.0 \times 10^{-2} \text{m}^3 \text{s}^{-1}$ に設定して検査を行った。

[01 11] 被試験体の漏れ流量 Q_{He} が $1 \times 10^{-8} \text{Pa m}^3 \text{s}^{-1}$ で炭酸水の印加圧力が 200MPa の場合を除いて、漏れ検査が可能であった。ここで、四重極質量分析計 34 で測定したのは、溶解した探査気体である二酸化炭素 (質量電荷比 44) である。なお、被試験体の漏れ流量 Q_{He} が $1 \times 10^{-8} \text{Pa m}^3 \text{s}^{-1}$ で炭酸水の印加圧力が 20MPa の場合と被試験体の漏れ流量 Q_{He} が $1 \times 10^{-7} \text{Pa m}^3 \text{s}^{-1}$ で炭酸水の印加圧力が 200MPa の場合では、検査は可能であったが、四重極質量分析計による二酸化炭素の分圧が 10^{-4}Pa 台と小さいことから、検査までの真空排気に 2 時間程度の時間を要した。

[01 12] 探査媒体である炭酸水の漏れ量が多く且つ印加圧力が低い領域では、検査室の真空ポンプのみの真空排気では高感度四重極質量分析計の稼動上限真空度 (圧力) 10^{-3}Pa 台以上の真空度 (圧力) を示すことから、被試験体室 21 の $1 \text{m}^3 \text{s}^{-1}$ の大排気速度を持つ真空ポンプ 23_b による排気を行い且つ検査室 31 への実効排気速度を $1.0 \times 10^{-2} \text{m}^3 \text{s}^{-1}$ に設定して排気する差動排気を行った。

[01 13] 大量の漏れ流量を検査した後に、漏れの無い被試験体を用いて、再び検査

の手順を実施したところ、炭酸水の分離成分である水が測定されたが、探査気体である二酸化炭素は測定されなかった。このことから、探査気体を溶解した液体媒体を用いた場合、大量の漏れ検査の実施後に探査媒体が残留することにより次の検査までに時間を費やしてしまう問題を解決できると言える。

[0114] 以上、本発明の実施形態の一例を説明したが、本発明はこれに限定されるものではなく、特許請求の範囲に記載された技術的思想の範疇において各種の変更が可能であることは言うまでもない。

符号の説明

- [01 15]
- 1 液体媒体加圧・回収システム
 - 2 被試験体真空システム
 - 3 検査室真空システム
 - 1 1 液体供給加圧装置
 - 1 2 液体加圧ライン
 - 1 3 回収システム
 - 1 4 真空排気ライン
 - 1 5 バルブ
 - 1 6 バルブ
 - 1 7 バルブ
 - 1 8 バルブ
 - 2 1 被試験体室
 - 2 2 - a 真空バルブ
 - 2 2 - b 粗排気真空ポンプ
 - 2 3 - a 真空バルブ
 - 2 3 - b 真空ポンプ
 - 2 4 真空バルブ
 - 2 5 真空計
 - 2 6 - a 真空バルブ

- 26 - b 探査液体標準リーク
- 27 - a 真空バルブ
- 27 - b ヘリウム標準リーク
- 31 検査室
- 32 真空ポンプ
- 33 真空計
- 34 四重極質量分析計
- 35 コンダクタンス変更機構

請求の範囲

[請求項1]

被試験体の漏れ流量を検査する漏れ検査装置であつて、
前記被試験体を配置する密閉可能な被試験体室と、前記被試験体室内に配置された被試験体に接続可能であつて前記被試験体の内部に探査液体を供給し加圧する液体供給加圧手段と、真空排気手段と、前記被試験体室に接続された質量分析計と、を具備し、
前記被試験体室を密閉した状態で前記真空排気手段により真空とし、前記液体供給加圧手段に接続され密閉された前記被試験体の内部に探査液体を供給して0.1MPa以上に加圧し、前記被試験体から漏れ出し真空中で気化した探査媒体の濃度を前記質量分析計により測定することにより、前記被試験体からの漏れ流量を測定することを特徴とする漏れ検査装置。

[請求項2]

請求項1に記載の漏れ検査装置において、前記被試験体室に既知の漏れ流量の探査液体を供給する探査液体標準リークを具備することを特徴とする漏れ検査装置。

[請求項3]

請求項1または請求項2のいずれかの請求項に記載の漏れ検査装置において、前記被試験体室に真空バルブを介した真空排気手段を2系統以上接続していることを特徴とする漏れ検査装置。

[請求項4]

請求項1ないし請求項3のいずれかの請求項に記載の漏れ検査装置において、前記被試験体室には、被試験体室の真空度(圧力)を測定するための真空計と前記真空排気手段を接続し、真空バルブを介して検査室を接続しており、さらに、探査媒体の濃度を測定するための質量分析計と真空排気手段を前記検査室に接続していることを特徴とする漏れ検査装置。

[請求項5]

請求項1ないし請求項4のいずれかの請求項に記載の漏れ検査装置において、前記探査液体として、分子量が500以下、そして室温における固化圧力が1MPa以上、飽和蒸気圧が100Pa以上、蒸発潜熱が80kJ・mol⁻¹以下の液体を用いることを特徴とする漏

れ検査装置。

[請求項6]

請求項 1 ないし請求項 4 のいずれかの請求項に記載の漏れ検査装置において、前記探査液体として、分子量が 500 以下、そして室温における固化圧力が 1 MPa 以上、飽和蒸気圧が 100 Pa 以上の液体に気体を溶解させた探査媒体を用いることを特徴とする漏れ検査装置。

[請求項7]

密閉可能で真空排気手段により真空排気可能な被試験体室内に配置された被試験体の漏れ流量を検査する漏れ検査方法であつて、

前記被試験体に液体供給加圧手段を接続して密閉した状態で前記被試験体室内に配置することと、

前記被試験体室を密閉した状態で前記真空排気手段により前記被試験体室内を真空とすることと、

前記液体供給加圧手段により前記被試験体室内に配置された被試験体内に探査液体を供給して 0.1 MPa 以上に加圧することと、

前記被試験体から漏れ出し真空中で気化した探査媒体の濃度を質量分析計により測定することにより前記被試験体からの漏れ流量を測定することと、

からなることを特徴とする漏れ検査方法。

[請求項8]

請求項 7 に記載の漏れ検査方法において、探査液体標準リークにより前記被試験体室に既知の漏れ流量の探査液体を供給することを特徴とする漏れ検査方法。

[請求項9]

請求項 7 または請求項 8 のいずれかの請求項に記載の漏れ検査方法において、前記被試験体室に真空バルブを介した真空排気手段を 2 系統以上接続して用いることを特徴とする漏れ検査方法。

[請求項10]

請求項 7 ないし請求項 9 のいずれかの請求項に記載の漏れ検査方法において、前記被試験体室には、試験体室の真空度（圧力）を測定するための真空計と前記真空排気手段を接続し、さらに、真空バルブを介して検査室を接続し、探査媒体の濃度を測定するための質量分析計

と真空排気手段を検査室に接続して用いることを特徴とする漏れ検査方法。

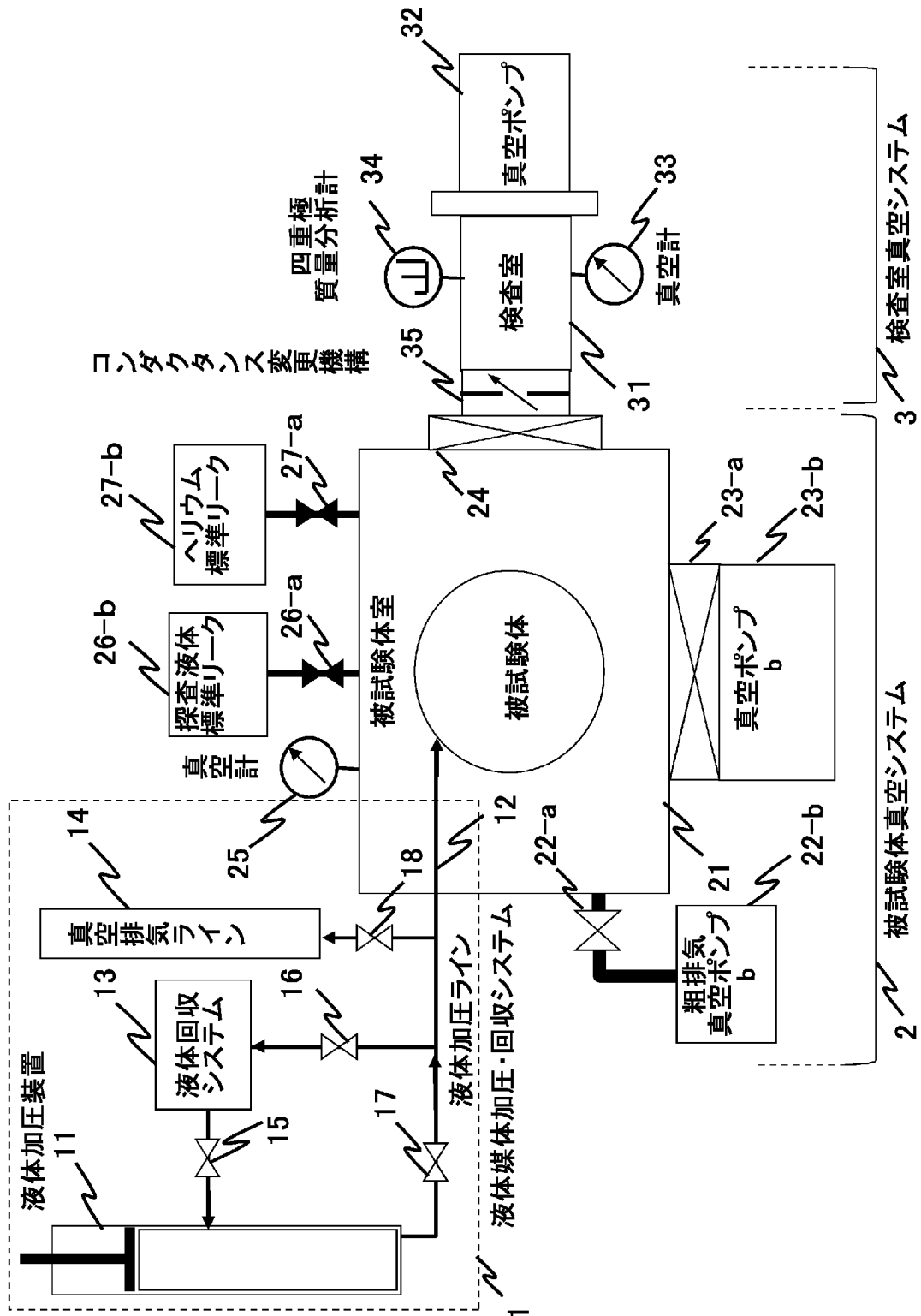
[請求項 11]

請求項 7 ないし請求項 10 のいずれかの請求項に記載の漏れ検査方法において、前記探査液体として、分子量が 500 以下、そして室温における固化圧力が 1 MPa 以上、飽和蒸気圧が 100 Pa 以上、蒸発潜熱が $80 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ 以下の液体を用いることを特徴とする漏れ検査方法。

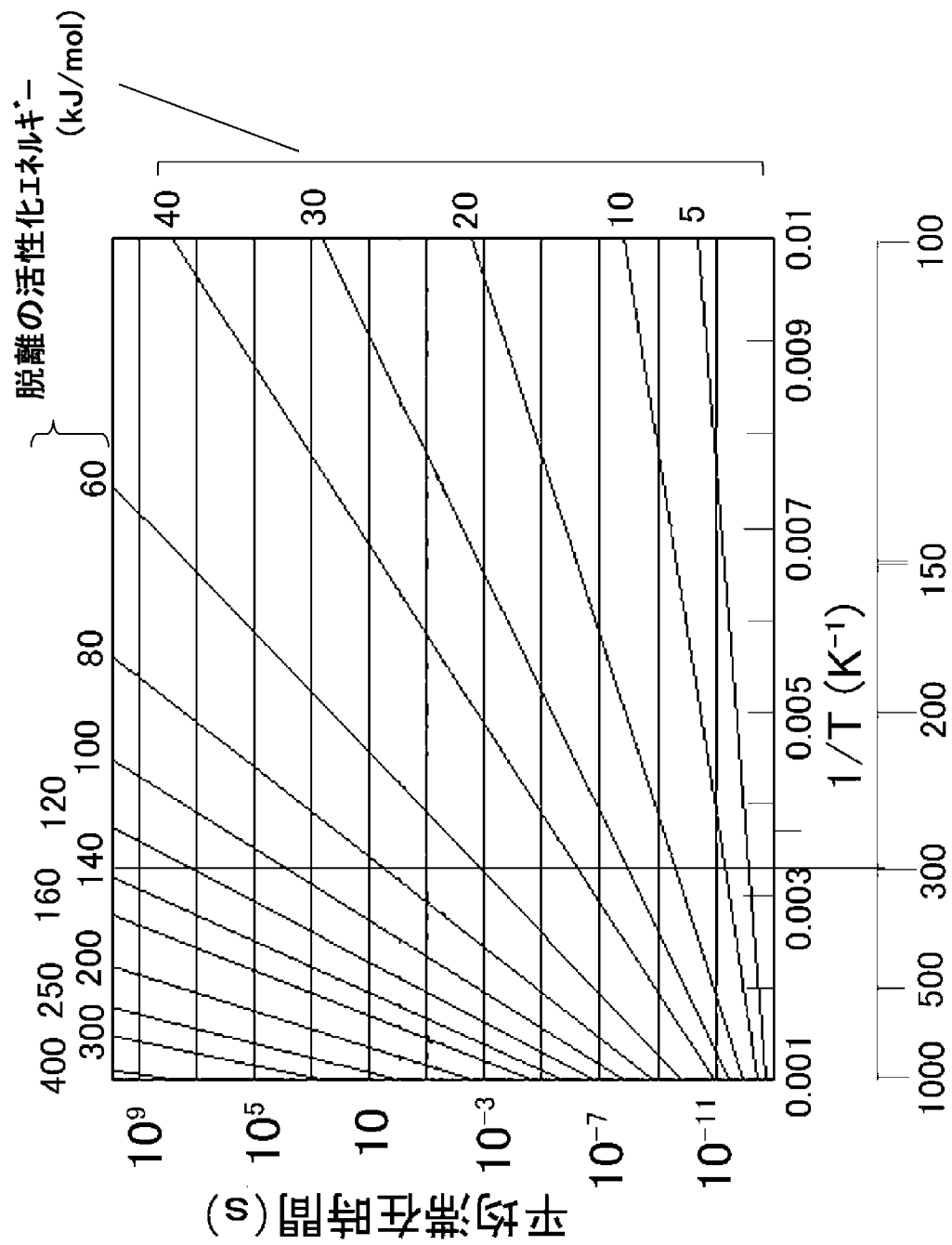
[請求項 12]

請求項 7 ないし請求項 10 のいずれかの請求項に記載の漏れ検査方法において、前記探査液体として、分子量が 500 以下、そして室温における固化圧力が 1 MPa 以上、飽和蒸気圧が 100 Pa 以上の液体に気体を溶解させた探査媒体を用いることを特徴とする漏れ検査方法。

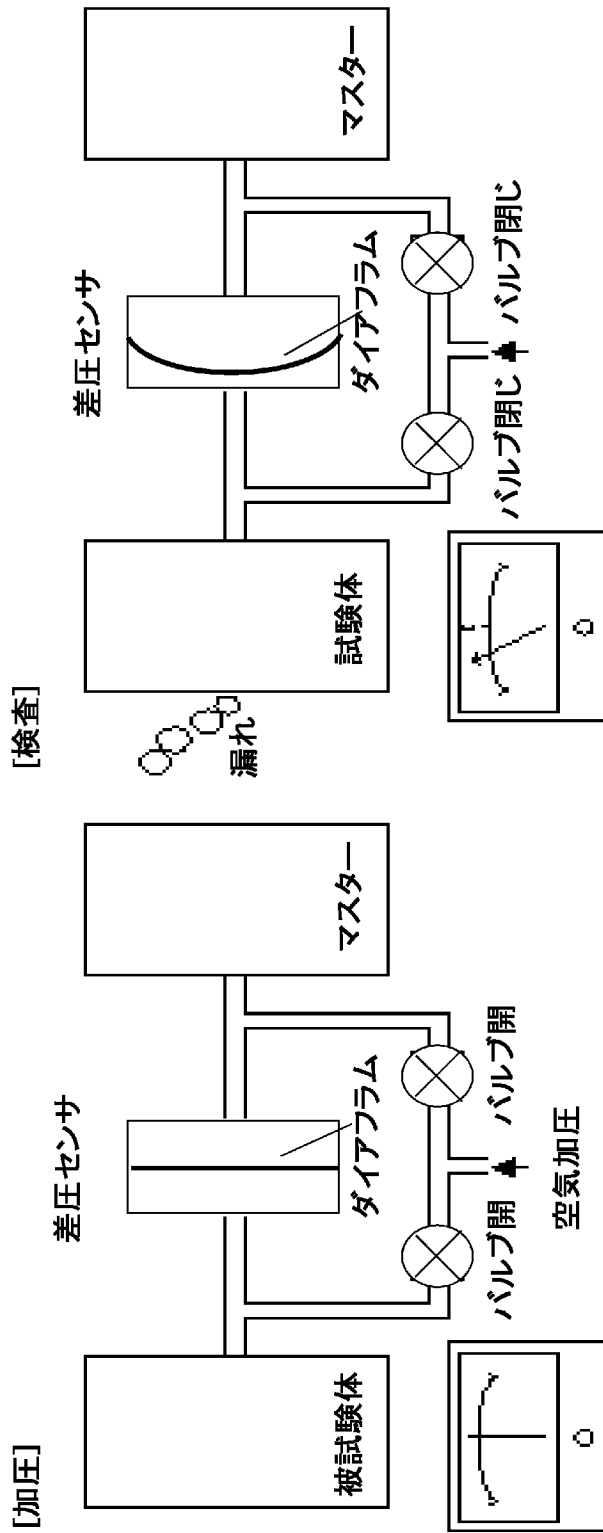
[図1]



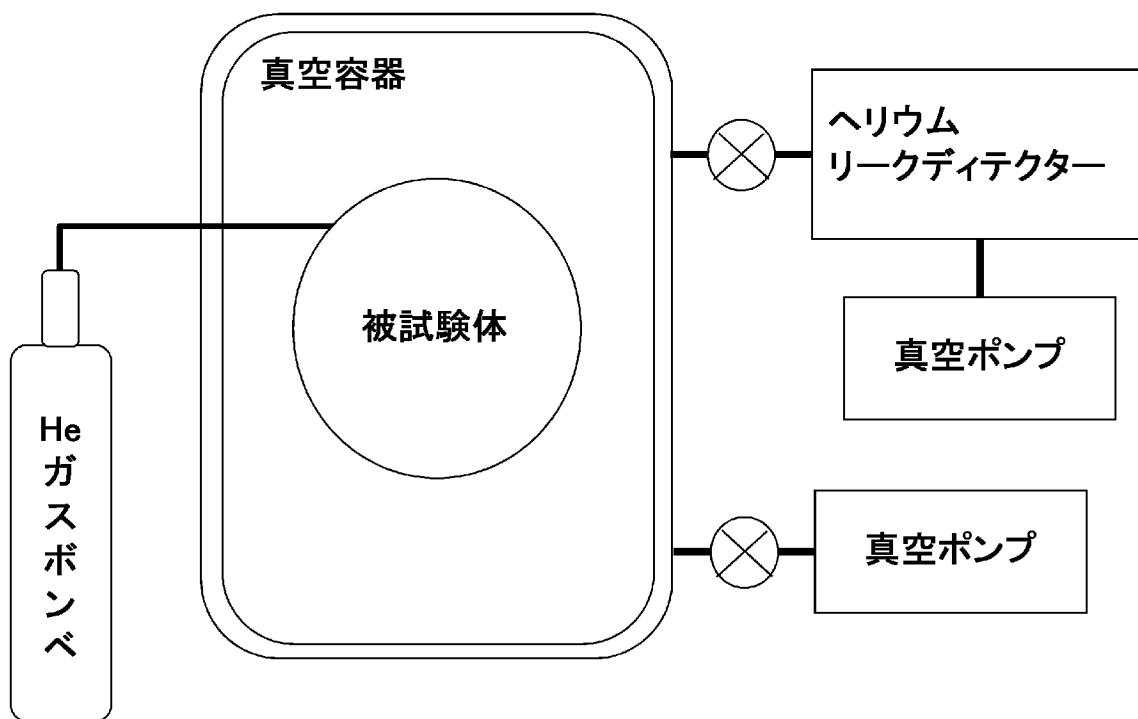
[図2]



[図3]



[図4]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT / JP2 0 1 1 / 0 6 5 2 2 2

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01M3/20 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01M3/20

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo	Shinan	Koho	1922-1	996	Jitsuyo	Shinan	Toroku	Koho	1996-2011
Kokai	Jitsuyo	Shinan	Koho	1971-2011	Toroku	Jitsuyo	Shinan	Koho	1994-2011

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2007-316084 A (Lehmann, Martin), 06 December 2007 (06.12.2007), entire text; all drawings & US 5907093 A & EP 791814 A2 & WO 1998/054560 A1	1-12
A	JP 2003-185520 A (Ishikawa Instrumentation & Instrumentation Co.), 03 July 2003 (03.07.2003), entire text; all drawings (Family: none)	1-12
A	JP 11-281515 A (Shimadzu Corp.), 15 October 1999 (15.10.1999), entire text; all drawings (Family: none)	1-12

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
01 September, 2011 (01.09.11)Date of mailing of the international search report
13 September, 2011 (13.09.11)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G01M3/20 (2006. 01) i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. G01M3/20

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1922-
 日本国公開実用新案公報 1971-2
 日本国実用新案登録公報 1996-
 日本国登録実用新案公報 1994-2

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)
 年

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2007-316084 A (レーマン, マーチン) 2007. 12. 06, 全文・全図 & US 5907093 A & EP 791814 A2 & WO 1998/054560 A1	1 - 12
A	JP 2003- 185520 A (石川島検査計測株式会社) 2003. 07. 03, 全文 - 全図 (ファミリーなし)	1 - 12
A	JP 11-281515 A (株式会社島津製作所) 1999. 10. 15, 全文・全図 (フ ファミリーなし)	1 - 12

c 欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

IA」特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの
 IE」国際出願 日前の出願または特許であるが、国際出願 日以後に公表されたもの
 I」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 Iθ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 IP」国際出願 日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

T」国際出願 日又は優先 日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 IY」特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 I&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

01. 09. 2011

国際調査報告の発送日

13. 09. 2011

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA / JP)
 郵便番号 100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

田中 秀直

電話番号 03-3581-1101 内線 3252

2 J

3409