

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7535059号
(P7535059)

(45)発行日 令和6年8月15日(2024.8.15)

(24)登録日 令和6年8月6日(2024.8.6)

(51)国際特許分類 F I
G 0 1 M 3/02 (2006.01) G 0 1 M 3/02 Z
G 0 1 M 3/32 (2006.01) G 0 1 M 3/32 A

請求項の数 15 (全12頁)

(21)出願番号	特願2021-559388(P2021-559388)	(73)特許権者	500469855
(86)(22)出願日	令和2年7月22日(2020.7.22)		インフィコン ゲゼルシャフト ミット
(65)公表番号	特表2022-544885(P2022-544885 A)		ベシュレンクテル ハフツング
(43)公表日	令和4年10月24日(2022.10.24)		I n f i c o n G m b H
(86)国際出願番号	PCT/EP2020/070661		ドイツ連邦共和国 ケルン ボンナー シ
(87)国際公開番号	WO2021/023513		ユトラーセ 4 9 8
(87)国際公開日	令和3年2月11日(2021.2.11)		B o n n e r S t r a s s e 4 9 8 ,
審査請求日	令和5年5月12日(2023.5.12)		D - 5 0 9 6 8 K o e l n , G e r m
(31)優先権主張番号	102019121462.9	(74)代理人	100087941
(32)優先日	令和1年8月8日(2019.8.8)		弁理士 杉本 修司
(33)優先権主張国・地域又は機関	ドイツ(DE)	(74)代理人	100112829
			弁理士 堤 健郎
		(74)代理人	100142608
			弁理士 小林 由佳

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 液体封入被験体の気密性試験

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

液体(12)が封入された被験体(14)の気密性試験を行う方法であって、
前記被験体は大気圧未満の内圧を有し、
前記方法は、
前記被験体(14)を試験チャンバ(16)に挿入するステップと、
前記試験チャンバ(16)を、前記被験体(14)の内圧未満の圧力まで排気するス
テップと、
外部から前記試験チャンバにキャリアガスを送ることなく、前記試験チャンバの壁か
ら脱着されたガス成分および前記被験体におけるリークを介して前記被験体から漏洩する
前記液体の部分と共に、残留ガス成分を前記試験チャンバから吸引するステップと、
前記被験体から漏洩した前記液体の前記部分と共に吸引された前記残留ガス成分を検
出器(28)に搬送するステップと、
前記被験体(14)におけるリークを介して漏洩した前記液体(12)の部分、検
出器(28)により検出するステップと、
を含む方法。

【請求項 2】

請求項 1 に記載の方法において、前記液体(12)の搬送される前記部分は、蒸発した
状態の分子粒子であることを特徴とする方法。

【請求項 3】

請求項 1 または 2 に記載の方法において、前記液体 (1 2) は、室温において 5 0 0 m b a r 未満の蒸気圧を有することを特徴とする方法。

【請求項 4】

請求項 1 から 3 のいずれか一項に記載の方法において、前記被験体 (1 4) はバッテリーであり、前記液体は電解液であることを特徴とする方法。

【請求項 5】

請求項 1 から 4 のいずれか一項に記載の方法において、前記試験チャンバ (1 6) は、剛性の試験チャンバまたはフィルムチャンバであることを特徴とする方法。

【請求項 6】

請求項 1 から 5 のいずれか一項に記載の方法において、前記検出器 (2 8) は、前記液体の検出される前記部分に対する選択性を有する選択性センサを備えることを特徴とする方法。

10

【請求項 7】

請求項 6 に記載の方法において、前記検出器 (2 8) は、ガス検出器、ガスクロマトグラフ、赤外線吸収検出器、または化学センサもしくは半導体センサを備える検出器であることを特徴とする方法。

【請求項 8】

請求項 1 から 7 のいずれか一項に記載の方法において、前記検出器 (2 8) は、前記試験チャンバ (1 6) 内の前記圧力よりも低い圧力を有する真空システムで動作することを特徴とする方法。

20

【請求項 9】

請求項 1 から 8 のいずれか一項に記載の方法において、前記ガス成分および前記液体の検出される前記部分は、前記試験チャンバにおいて所定の圧力限界値に達した場合にのみ、前記検出器 (2 8) に送られることを特徴とする方法。

【請求項 10】

請求項 9 に記載の方法において、前記圧力限界値は、2 m b a r から 1 0 0 m b a r の範囲内にあることを特徴とする方法。

【請求項 11】

請求項 9 または 10 に記載の方法において、前記検出器は、バルブ (V 2) を介して前記試験チャンバ (1 6) に接続されており、前記バルブは、前記試験チャンバの排気開始時に閉止され、前記圧力限界値に達したときにのみ開放されることを特徴とする方法。

30

【請求項 12】

請求項 1 から 11 のいずれか一項に記載の方法において、前記被験体 (1 4) は、前記試験チャンバ (1 6) に挿入された後、フラッシングガスでフラッシングされることを特徴とする方法。

【請求項 13】

請求項 1 から 12 のいずれか一項に記載の方法において、前記被験体 (1 4) から漏洩した前記液体 (1 2) の前記部分は、前記部分が前記検出器 (2 8) により検出される前の期間に、前記試験チャンバ (1 6) または前記試験チャンバ (1 6) と前記検出器 (2 8) とを接続する接続ラインに蓄積することを特徴とする方法。

40

【請求項 14】

請求項 1 から 13 のいずれか一項に記載の方法において、前記被験体 (1 4) が前記試験チャンバ (1 6) に挿入される前に、試験用液体を入れた試験用リークを前記試験チャンバに挿入し、前記試験チャンバを排気し、前記試験用リークを介して漏洩する前記液体の部分を前記検出器 (2 8) により検出することによって、前記試験用リークを用いて前記検出器が校正されることを特徴とする方法。

【請求項 15】

請求項 1 から 14 のいずれか一項に記載の方法において、前記被験体が前記試験チャンバ (1 6) に挿入されるときに既に前記被験体 (1 4) に含まれているガスであって、漏洩検出のための試験ガスとして用いられるガスは存在しないことを特徴とする方法。

50

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、液体封入被験体に対する漏洩検出方法に関する。

【背景技術】

【0002】

産業上の気密性試験のための様々な方法が知られており、これらの方法においては、試験チャンバを排気することにより、試験ガスが封入された被験体に対して、試験チャンバ内で負圧が加えられる。その結果生じる圧力差により、試験ガスは、この被験体に存在し得るリークを介して試験チャンバへと移動し、試験ガスを検出するセンサに送られる。例えば、漏洩試験を行うために、食品用パッケージに試験ガス（ヘリウムなど）を積極的に封入し、その後、食品用パッケージを試験チャンバに挿入する。あるいは、被験体

10

が試験チャンバに挿入されたときに既に当該被験体に含まれているガスを試験ガスとして用いる方法が知られている。この場合、被験体に試験ガスを積極的に封入する必要はない。

【0003】

このような方法は、例えば、独国特許出願公開第102014224799号（特許文献1）に記載されている。被験体がフィルムチャンバに挿入されたときに既に当該被験体に含まれているガスは、空気の成分（例えば、窒素、酸素、または二酸化炭素）であってもよい。さらに、被験体の中に入っている製品の芳香性物質を含む又はこれらの物質を構成するそうしたガス（例えば、コーヒーの場合、コーヒーの芳香性物質など）を、試験ガスとして用いることもできる。他にも、被験体の中に入っている製品（食品など）により発生するそうしたガスを、試験ガスとして用いることもできる。コーヒーの場合、このガスは、数時間のうちにコーヒーパッケージ内で発生するCO₂とすることができる。

20

【0004】

一方で、本発明は、被験体の中に試験ガスとして使用されるガスが存在せず、かつ別の試験ガスを積極的に封入すべきではない、または封入することができない液体封入被験体に対する漏洩検出に関する。これには、例えば、電解液が封入されたバッテリー（電解液として炭酸ジメチルが封入されたりチウムイオンバッテリーなど）が該当する。

【0005】

被験体の内部から外部へと流れるガスを検出するという原則に基づく上記の方法においては、多くの場合、漏洩ガスはガス検出器により検出される。本発明においては、被験体の気密性について、真空法を用いて試験が行われる。気密性試験を行うために、被験体が真空チャンバに挿入される。被験体におけるリークを介して真空チャンバに漏洩するガスは、真空システムにより、この真空チャンバから連続的に排出される。漏洩ガスは、真空システムにおいて適切なセンサを用いて選択的に検出される。圧力が十分に低いとき、漏洩ガスは、拡散により又は分子的に、このセンサへと十分な速度で移動する。

30

【0006】

被験体の内部から外部へと流れるガスを検出するという原則に基づく上記の方法に対する代替的な方法として、キャリアガスを用いて漏洩ガスをガス検出器へと送る方法が知られている。キャリアガス法は、特に、真空チャンバ内における動作圧力が1 mbarよりもはるかに高い場合に適用される。このような場合、真空チャンバにおいて検出される漏洩ガスの拡散速度は極めて遅い。こうしたキャリアガス法は、例えば、国際公開第2005/054806号（特許文献2）に記載されており、キャリアガス流が、被験体を収容した試験チャンバを通過する。この試験チャンバは、キャリアガスによりフラッシングされる。被験体から漏洩する試験ガスは、キャリアガス流により試験チャンバから運ばれ、試験ガスセンサへと送られる。

40

【0007】

冷蔵/空調産業においては、液冷媒が封入された物体（例えば、熱交換器）の気密性を確認することが知られている。このような被験体の特徴としては、被験体の内部の液冷媒は、液相の冷媒とするために負圧下にあるという点である。このような液冷媒が封入され

50

た被験体の気密性試験を行うために、嗅気プローブを、この被験体において気密性について試験される領域に沿って通過させる。この嗅気プローブは、リークを介して外気に漏れ出して蒸発する冷媒を吸引し、ガス検出器へと送る。この嗅気プローブは、被験体の環境から空気を吸引し、その際、漏れ出した漏洩ガスを吸着する。この漏洩ガスは、適宜のセンサにより選択的に検出され、吸引された空気成分から区別される。

【0008】

この嗅気式漏洩検出方法は、被験体の外部環境における大気圧よりも低い内圧（例えば、約50～500mbarの範囲の内圧）を有する液体封入被験体には適用できない。このような被験体では、漏洩箇所があっても漏洩ガスが外部に漏洩しないからである。例えば、蒸気圧が低く、負圧が存在する液体電解質封入バッテリーの場合、リークが存在すると、この被験体の外部環境からこの被験体の内部へと空気が進入する。こうしたリークは、嗅気プローブでは検出できない。

10

【0009】

被験体の中に含まれる試験ガスを用いる上記漏洩検出方法は、この被験体の外部環境が排気されたとき、リークの開口またはチャンネルに被験体内部の液体が入り込み、試験ガスの漏洩を阻害し、または少なくともこれに顕著な影響を与えるので、利用可能でないか、少なくとも正確ではない。このとき、被験体の外部で検出される試験ガスの量は、被験体におけるリークの存在またはその大きさを表していない。

【0010】

欧州特許第1522838号（特許文献3）には、電解液が封入された被験体が、被験体の内部の圧力よりも内圧が低い試験チャンバに入れられる方法が記載されている。キャリアガス法に従って、被験体から漏洩する液体の成分を検出器に供給するために、クリーンエアまたは周囲の空気がキャリアガスとして試験チャンバへと送られる。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0011】

【文献】独国特許出願公開第102014224799号

【文献】国際公開第2005/054806号

【文献】欧州特許第1522838号

【発明の概要】

30

【発明が解決しようとする課題】

【0012】

上記の背景技術に対して、本発明の目的は、大気圧以下の内圧を有する液体封入被験体に対する漏洩検出方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0013】

本発明に係る方法は、請求項1の構成により定められる。

【0014】

よって、液体封入被験体を試験チャンバに挿入する。この液体は、前記被験体の内部に收容されている。前記被験体の内圧は、大気圧以下である。前記被験体を前記試験チャンバに挿入した後、前記被験体の内圧未満かつ大気圧未満の圧力まで、前記試験チャンバを排気する。前記試験チャンバ内に含まれる残留ガス成分は、少なくとも1つの試験チャンバ壁から脱着されたガス成分および前記被験体におけるリークを介して前記試験チャンバに移動する前記液体の任意の部分と共に吸引され、前記試験チャンバにキャリアガスを送らずとも、検出器へと送られる。前記被験体から漏洩する前記液体の部分または粒子は、検出器により選択的に検出される。

40

【0015】

本発明において特に重要となるのは、キャリアガスが、前記試験チャンバに接続されたキャリアガス源から供給されて、または前記試験チャンバの環境から取り込まれて、前記試験チャンバに外部から供給されることはないという点である。ここで、前記被験体の表

50

面に沿って通過するガス流は特に存在しない。むしろ、前記被験体から漏洩する前記液体の部分または粒子は、前記残留ガス成分と共に前記試験チャンバから吸引され、前記検出器へと送られる。キャリアガスは不要である。

【0016】

前記リークを介して漏洩する前記液体の前記部分は、蒸発した状態の分子粒子であってもよい。蒸発は、前記被験体から前記部分が漏洩するとき起こり得る。通常、前記液体は、前記被験体における漏洩性の壁を通過して延びるリークチャンネルの出口で蒸発する。前記液体は、室温（約15 ~ 25）において500mbar未満の蒸気圧を有していてもよい。特に、前記被験体は、バッテリー（例えば、リチウムイオンバッテリーなど）であってもよく、前記液体は、電解液（例えば、炭酸ジメチルなど）であってもよい。

10

【0017】

前記試験チャンバは、剛性の壁を有する剛性の試験チャンバとして構成してもよい。代替的に、前記試験チャンバは、少なくとも1つのフレキシブルな壁領域を備えることを特徴とするフィルムチャンバとして構成してもよく、排気時に、前記壁領域が前記被験体に引き付けられることにより、当該フィルムチャンバの体積を小さくするものであってもよい。さらに、特に、完全にフレキシブルなフィルムからなる壁を有するフィルムチャンバは、被験体に引き付けられた壁が当該被験体を支持するという利点を有し、このことは、フレキシブルな被験体の場合に特に有利である。

【0018】

前記検出器は、前記液体の検出される前記部分または粒子を選択的に検出することで、前記部分または粒子を他の部分またはガスから区別することができるセンサを備える。漏洩した前記液体の前記部分は、液状であってもよく、この状態で前記検出器へと送られる。前記検出器は、液体を分析し、前記被験体に収容された前記液体を選択的に検出できるものである必要がある。漏洩した前記液体は、例えば、ミスト状またはエアロゾル状で前記検出器へと送られてもよい。

20

【0019】

代替的に、前記液体は、前記被験体のリークを介して漏洩するときに蒸発し、前記液体の漏洩した部分が、蒸発した状態（つまり、気相）で前記検出器に送られる構成としてもよい。この場合、前記検出器は、ガス検出器として構成する必要があり、かつ、ガスを分析し、前記被験体内部の気相の前記液体を他のガスから選択的に区別できるものである必要がある。ここで、前記被験体に収容された前記液体が、前記被験体を出るときのみ、つまり、前記被験体の外部または前記リークの開口またはチャンネルにおいてのみ、液相から気相へ変化するという点が極めて重要である。よって、前記液体がリークを介して漏洩し蒸発する場合であっても、前記被験体内部の前記液体は液状であるので、前記被験体の内部には、試験ガスとして使用されるガスは存在しない。

30

【0020】

前記液体の検出される前記部分に用いられる前記検出器は、例えば質量分析計などのガス検出器、ガスクロマトグラフ、赤外線吸収検出器、または化学センサもしくは半導体センサを備える検出器とすることができる。

【0021】

前記試験チャンバにキャリアガスは供給されない。特に、ガスリーク検出に用いられる従来のキャリアガス法で、前記試験チャンバに一定のキャリアガス流が供給されることはない。むしろ、前記被験体のリークを介して前記試験チャンバへと移動する前記液体の部分および粒子を前記検出器に移動させるために、前記試験チャンバ内の残留ガス成分および試験チャンバ壁から脱着したガス成分が用いられる。よって、前記試験チャンバ内部および試験チャンバ壁からのガス成分と、前記被験体に収容された前記液体の部分または粒子との混合物が前記検出器へと送られ、前記検出器により分析されて、前記ガスにより搬送された前記液体の部分が検出される。

40

【0022】

好ましくは、前記液体の部分を搬送する前記ガス流は、前記試験チャンバ、または前記

50

試験チャンバと前記試験チャンバを排気する前記真空ポンプとの間の接続ラインにおける圧力限界値に達したときにのみ、前記検出器へと供給される。この圧力限界値は、約2 mbarから50 mbarの範囲とすることができ、好ましくは20 mbar未満である。好ましくはメンブレンポンプである前記真空ポンプは、前記試験チャンバ、および/またはバルブを介して前記真空ポンプと前記試験チャンバとを接続するガスラインに接続することができる。前記試験チャンバの排気開始時には、前記バルブは閉止されている。前記圧力限界値に達すると、前記バルブが開放され、部分流が前記検出器へと移動し、残りの主ガス流が、前記メンブレンポンプによって続けて吸引される。ここで、特に、メンブレンポンプとして構成された真空ポンプが用いられる場合、従来のキャリアガス法とは対照に、リークから漏洩する液体部分を蓄積させる。前記圧力限界値に達すると、それまでに蓄積した前記液体の部分が前記検出器へと送られる。

10

【0023】

好ましくは、前記試験チャンバ内の前記被験体は、前記被験体に付着している前記液体の部分を除去するフラッシングガスでフラッシングされる。好ましくは、前記被験体は、実際のリーク検出が行われる前に、つまり、前記試験チャンバの排気前に、フラッシングガスでフラッシングされる。

【0024】

リークを介して漏洩する前記液体の部分または残留ガスと前記液体の部分との混合物が分析のために前記検出器に送られる前の期間に、前記試験チャンバ内または前記接続ラインに前記液体の部分が蓄積する構成とすることも可能である。

20

【0025】

試験用液体を封入した試験用リークを用いて校正を行うことも可能である。前記試験用リークは、前記試験用液体が、既知の寸法を有する試験用リークの壁に形成された細管を介して漏洩する細管リークとして構成することができる。代替的に、前記試験用リークは、当該試験用リークの壁の領域が前記試験用液体に対して既知の浸透特性を有するメンブレンとして構成された浸透液体リークとすることもできる。このような校正を用いることにより、前記液体の検出された部分の量と前記リークのサイズとの間の相関を特定し、記憶・保存することで、実際のリーク検出時に、リークの存在だけでなく、そのサイズも特定することができる。

【0026】

本発明によれば、特に、リークを介して漏洩する液体の部分が検出されたことに基づき、前記リークのサイズを特定する構成としてもよい。

30

【0027】

以下において、図面に言及しつつ、本発明の2つの例示的な実施形態を詳細に説明する。

【図面の簡単な説明】**【0028】**

【図1】第1の例示的な実施形態を示すブロック図である。

【図2】第2の例示的な実施形態を示すブロック図である。

【発明を実施するための形態】**【0029】**

2つの例示的な実施形態において、液体12が封入された被験体14が、試験チャンバ16内に收容されている。被験体14は、液体電解質が封入されたバッテリーである。本例示的な実施形態では、試験チャンバ16は、従来の剛性試験チャンバである。

40

【0030】

試験チャンバ16には真空接続部22が設けられており、この真空接続部に、試験チャンバ16の排気に用いることができる真空ポンプ24が接続されている。このため、真空ポンプ24は、メンブレンポンプとして構成された少なくとも1つの真空ポンプを備える。試験チャンバ16と真空ポンプ24とは、接続ライン26によりガスを搬送するように互いに接続されており、真空ポンプ24は、接続ライン26を介して試験チャンバ16からガスを引き込むことができる。

50

【 0 0 3 1 】

真空ポンプ 2 4 と試験チャンバ 1 6 とを接続する接続ライン 2 6 には、液体 1 2 の部分を分析し検出する検出器 2 8 が接続されている。いずれの例示的な実施形態においても、検出器 2 8 は、質量分析計として構成された選択性ガス検出器であり、例えば、この検出器のセンサは、液体 1 2 の分子部分を選択的に検出し、これらの部分を他のガスから区別することができる。検出器 2 8 は、質量分析計 2 8 を排気するための前段真空ポンプ 1 9 と高真空ポンプ 1 8 とを備える質量分析真空システム 2 0 の一部を構成する。

【 0 0 3 2 】

検出器 2 8 は、ガス搬送検出ライン 2 1 を介して、ガスを搬送するように接続ライン 2 6 に接続されている。検出ライン 2 1 には、接続ライン 2 6 から分岐したガス流を絞るスロットル 3 8 と、検出ライン 2 1 を選択的に閉止するバルブ V 2 とが設けられている。接続ライン 2 6 内の圧力を測定するために、前記バルブは、圧力センサ 1 7 にガスを搬送するように接続されている。

10

【 0 0 3 3 】

液体 1 2 の一部分は、被験体 1 4 のリークから漏洩し、試験チャンバ 1 6 へと移動する。液体 1 2 が被験体 1 4 から漏洩した場合、この液体が蒸発し、液体 1 2 の漏洩部分が気体として存在することがある。

【 0 0 3 4 】

検出器 2 8 は、真空チャンバ 1 6 内の圧力よりも低く、かつ接続ライン 2 6 と検出ライン 2 1 との間の接続ポイント 4 0 における圧力よりも低い圧力で、真空システム 2 0 における質量分析計として動作する。しかし、メンブレンポンプ 2 4 を用いて本発明に係る試験チャンバ 1 6 を排気する場合、試験チャンバ 1 6 内において、高真空は生成されない。むしろ、メンブレンポンプ 2 4 は数ミリバールの範囲の圧力を生成する。メンブレンポンプ 2 4 は、依然として試験チャンバ 1 6 内に存在する残留ガス成分を吸引する。さらに、試験チャンバ 1 6 内において約 1 0 m b a r の範囲の圧力に到達すると、試験チャンバの壁からガス成分が脱着され、これらのガス成分もメンブレンポンプ 2 4 により吸引される。これらのガス成分、つまり、試験チャンバ 1 6 からの残留ガス成分およびその壁から脱着されたガス成分は、リークを介して被験体 1 4 から漏洩して試験チャンバ 1 6 へと移動する液体 1 2 の部分を構成する。液体 1 2 のこれらの部分は、検出器 2 8 へと送られる。

20

【 0 0 3 5 】

排気後の試験チャンバ 1 6 の真空圧力は数ミリバールである。この圧力では、被験体 1 4 から漏洩し蒸発する液体 1 2 の部分は、まだ活発に拡散しない。検出器 2 8 への液体 1 2 の漏洩部分の搬送は、外部から試験チャンバ 1 6 へと供給されるキャリアガスをいわずとも、ガス成分により加速される。

30

【 0 0 3 6 】

代替的に、被験体 1 4 から漏洩した液体の部分を検出器 2 8 に送る前に、当該漏洩した液体 1 2 の部分を、試験チャンバ 1 6 内または接続ライン 2 6 内に蓄積させることも可能である。この目的で、接続ポイント 4 0 とメンブレンポンプ 2 4 との間に、図 1 には図示されていないバルブを設け、試験チャンバ 1 6 内において十分な真空圧力に達したときに、このバルブを閉止して、検出が行われる前に、試験チャンバ 1 6 内に、または試験チャンバ 1 6 と図示されていない前記バルブとの間の接続ライン 2 6 に前記漏洩した液体部分を蓄積させることも可能である。検出を行うために、バルブ V 2 を開放することができる。蓄積フェーズの間、バルブ V 2 は開放されていてもよいし、閉止されていてもよい。

40

【 0 0 3 7 】

図 2 に示された例示的な実施形態は、図 1 の第 1 の例示的な実施形態とは、検出ライン 2 1 においてバルブ V 2 を備える部分 3 0 について、他のバルブ V 3 を備える部分 3 6 が架け渡されて、バルブ V 2 , V 3 が平行に接続されているという点で相違している。接続ライン 2 6 の部分 3 2 において、接続ライン 2 6 および部分 3 0 の接続ポイント 4 0 と、接続ライン 2 6 および部分 3 6 の接続ポイント 4 2 との間に、バルブ V 1 が設けられている。試験チャンバ 1 6 を排気するために、バルブ V 1 が開放される。その後、バルブ V 2

50

が閉止される。バルブV3についても同様である。バルブV2, V3が閉止され、バルブV1が開放されているとき、真空ポンプ24は試験チャンバ16のみを排気する。また、第2の例示的な実施形態に係る検出器28も、独立の真空システムを備える質量分析計である。この質量分析計の入口領域も、真空ポンプ24を介して排気される。この目的で、前記質量分析計の入口領域を必要な真空圧力まで排気するために、バルブV2は閉止されたままに保たれ、バルブV1が閉止され、バルブV3が開放される。排気後、測定動作のためにバルブV1が閉止され、バルブV2およびV3が開放されることで、測定媒体が、真空ポンプ24を介して試験チャンバ16から搬送され、検出器28へと通過する。

【0038】

被験体14にリークが存在する場合、被験体14に収容されている液体12の一部分が試験チャンバ16へと移動する。前記液体は、リチウムイオンバッテリーの電解液として用いられる炭酸ジメチルであってもよい。リチウムイオンバッテリーにおいては、真空圧力が存在し、この真空圧力は、試験チャンバ16の排気後の、試験チャンバ16の内部であって被験体14の外側の領域における圧力よりも高い。液体電解質はリークを介して被験体14から漏洩するときに蒸発するので、液体12の検出される部分は、気相の分子粒子の形態で存在することができる。

10

【0039】

液体12の前記部分は、試験チャンバ16を通過し、ライン26, 30, 21を介して検出器28へと移動し、さらにライン36を介してポンプ24へと送られる。このとき、試験チャンバ16の内部および/または試験チャンバ16の壁に由来するガス成分と、液体12の搬送される部分との混合物が生成される。質量分析検出器28の選択性センサは、液体12の前記部分を検出し、試験チャンバ16のガス成分から前記部分を区別することができる。被験体14におけるリークを介して漏洩した液体12の前記部分が検出されるということは、被験体にリークが存在するということである。液体12の検出された前記部分の量は、リークのサイズを示し得る。

20

【0040】

さらに、被験体14のリークを介して漏洩する液体12の前記部分は、検出が行われる前に、試験チャンバ16内に蓄積させてもよい。この目的で、蓄積フェーズの間、バルブV1, V3は閉止されている。蓄積フェーズの間、バルブV2も閉止してもよい。所定時間経過後、バルブV2が開放され、液体12の蓄積した部分が検出器28へと送られる。

30

【0041】

蓄積フェーズ後、蓄積したガスは、前記ガス成分によっても試験チャンバ16から検出器28へと移動させることができる。ここで、排気された試験チャンバ16に外部からキャリアガスは供給されない。試験チャンバ16を閉止した状態として、所定時間内に液体12の一部分が試験チャンバ16に蓄積するのを待つ。真空ポンプ18, 19を用いて、検出器28の圧力を、試験チャンバ16内の圧力よりも低圧に設定する。バルブV2が開放されると、液体12の蓄積した部分が検出器18へと搬送され検出される。

【0042】

スロットル38のコンダクタンスの値およびバルブV2が開放される箇所であるスロットル38の前方(図面の左側)における圧力の閾値は、スロットル38を介した質量分析計28のチャンバ体積へのガス導入が、 10^{-4} mbarを超える圧力増大を生じさせないように選択される。好ましくは、実験室条件下での圧力の閾値は、約5 mbarである。

40

【0043】

質量分析計28は、液体12の特徴的成分(電解液成分)の質量的特性についての信号を生成する。この測定信号を閾値と比較し、閾値を超えた場合には、被験体14にリークが存在すると推定する。測定後、バルブV2を閉止し、試験チャンバを通気し、適当な場合には、被験体14を試験チャンバ16から取り出す。

【0044】

本発明に係る方法は、試験チャンバ16を排気するためにハイグレードの真空ポンプ(高真空ポンプなど)を必要とせず、10 mbar未満の最終圧力に到達できる簡易な真空

50

ポンプ（メンブレンポンプなど）を必要とするに過ぎない。

【0045】

2つの例示的な実施形態の間において欠くことのできない相違点は、図2の例示的な実施形態では、設定された圧力の閾値に達しない場合に、バルブV1が閉止され、バルブV2、V3が開放された後、スロットル38から質量分析計28まで移動しなければならない距離が、図1の例示的な実施形態よりも短いという点である。スロットル38と質量分析計28との間の領域において、検出ライン21内の圧力は低く、 10^{-4} mbar未満であるので、当該領域においてはガスの分子的自由運動条件が存在する。よって、ガスが質量分析計28まで拡散する時間は、無視できる程度である。

【0046】

スロットル38の質量分析計とは反対側において、つまり、図面においてスロットル38の左側において、ライン26、30、32、36内の圧力は、例えば5mbarである。この場合、粘性流条件が支配的であり、測定ガスはこの距離に沿って残留ガス中で拡散することになるので、時間的遅れにつながる。図1における接続ライン26と真空ライン21との接続ポイント40からスロットル38までの同拡散距離は、図2におけるライン30、36、21の接続ポイント44とスロットル38との間の拡散距離よりも長い。

なお、本発明は、実施の態様として以下の内容を含む。

〔態様1〕

液体(12)が封入された被験体(14)の気密性試験を行う方法であって、

前記被験体は大気圧未満の内圧を有し、

前記方法は、

前記被験体(14)を試験チャンバ(16)に挿入するステップと、

前記試験チャンバ(16)を、前記被験体(14)の内圧未満の圧力まで排気するステップと、

外部から前記試験チャンバにキャリアガスを送ることなく、前記試験チャンバの壁から脱着されたガス成分および前記被験体におけるリークを介して前記被験体から漏洩する前記液体の部分と共に、残留ガス成分を前記試験チャンバから吸引するステップと、

前記被験体から漏洩した前記液体の前記部分と共に吸引された前記残留ガス成分を検出器(28)に搬送するステップと、

前記被験体(14)におけるリークを介して漏洩した前記液体(12)の部分を、検出器(28)により検出するステップと、

を含む方法。

〔態様2〕

態様1に記載の方法において、前記液体(12)の搬送される前記部分は、蒸発した状態の分子粒子であることを特徴とする方法。

〔態様3〕

態様1または2に記載の方法において、前記液体(12)は、室温において500mbar未満の蒸気圧を有することを特徴とする方法。

〔態様4〕

態様1から3のいずれか一項に記載の方法において、前記被験体(14)はバッテリーであり、前記液体は電解液であることを特徴とする方法。

〔態様5〕

態様1から4のいずれか一項に記載の方法において、前記試験チャンバ(16)は、剛性の試験チャンバまたはフィルムチャンバであることを特徴とする方法。

〔態様6〕

態様1から5のいずれか一項に記載の方法において、前記検出器(28)は、前記液体の検出される前記部分に用いられる選択性のセンサを備えることを特徴とする方法。

〔態様7〕

態様6に記載の方法において、前記検出器(28)は、例えば質量分析計などのガス検出器、ガスクロマトグラフ、赤外線吸収検出器、または化学センサもしくは半導体センサ

10

20

30

40

50

を備える検出器であることを特徴とする方法。

[態様 8]

態様 1 から 7 のいずれか一項に記載の方法において、前記検出器 (2 8) は、前記試験チャンバ (1 6) 内の前記圧力よりも低い圧力を有する真空システムで動作することを特徴とする方法。

[態様 9]

態様 1 から 8 のいずれか一項に記載の方法において、前記ガス成分および前記液体の検出される前記部分は、前記試験チャンバにおいて所定の圧力限界値に達した場合にのみ、前記検出器 (2 8) に送られることを特徴とする方法。

[態様 1 0]

態様 9 に記載の方法において、前記圧力限界値は、2 m b a r から 1 0 0 m b a r の範囲内にあり、好ましくは 1 0 m b a r 未満であることを特徴とする方法。

[態様 1 1]

態様 9 または 1 0 に記載の方法において、前記検出器は、バルブ (V 2) を介して前記試験チャンバ (1 6) に接続されており、前記バルブは、前記試験チャンバの排気開始時に閉止され、前記圧力限界値に達したときのみ開放されることを特徴とする方法。

[態様 1 2]

態様 1 から 1 1 のいずれか一項に記載の方法において、前記被験体 (1 4) は、前記試験チャンバ (1 6) に挿入された後、フラッシングガスでフラッシングされることを特徴とする方法。

[態様 1 3]

態様 1 から 1 2 のいずれか一項に記載の方法において、前記被験体 (1 4) から漏洩した前記液体 (1 2) の前記部分は、前記部分が前記検出器 (2 8) により検出される前の期間に、前記試験チャンバ (1 6) または接続ラインに蓄積することを特徴とする方法。

[態様 1 4]

態様 1 から 1 3 のいずれか一項に記載の方法において、前記被験体 (1 4) が前記試験チャンバ (1 6) に挿入される前に、試験用液体を入れた試験用リークを前記試験チャンバに挿入し、前記試験チャンバを排気し、前記試験用リークを介して漏洩する前記液体の部分を前記検出器 (2 8) により検出することによって、前記試験用リークを用いて前記検出器が校正されることを特徴とする方法。

[態様 1 5]

態様 1 から 1 4 のいずれか一項に記載の方法において、前記被験体が前記試験チャンバ (1 6) に挿入されるときに既に前記被験体 (1 4) に含まれているガスであって、漏洩検出のための試験ガスとして用いられるガスは存在しないことを特徴とする方法。

10

20

30

40

50

【図面】

【図 1】

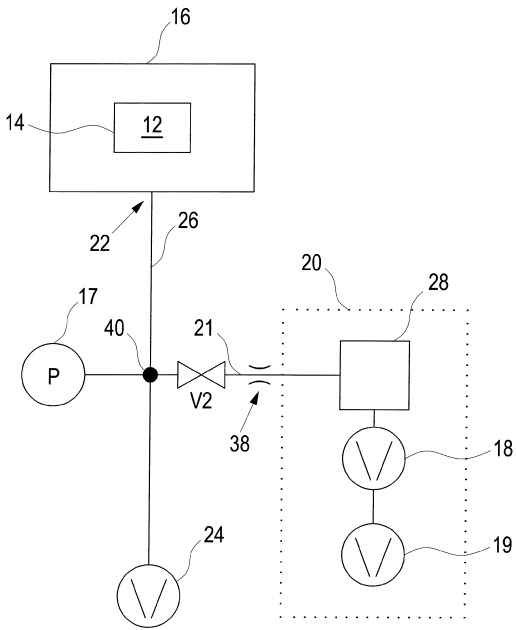


Fig. 1

【図 2】

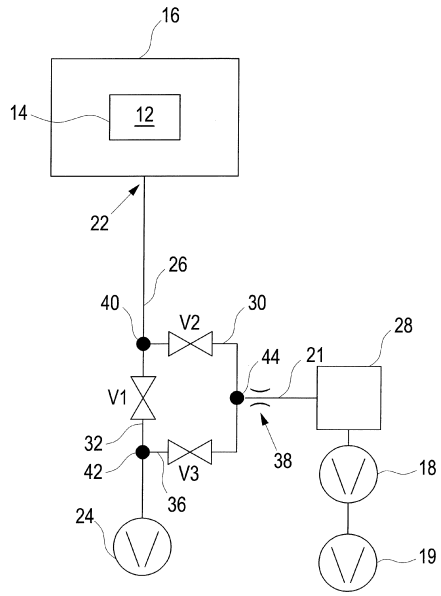


Fig. 2

10

20

30

40

50

フロントページの続き

- (74)代理人 100155963
弁理士 金子 大輔
- (74)代理人 100154771
弁理士 中田 健一
- (74)代理人 100150566
弁理士 谷口 洋樹
- (74)代理人 100213470
弁理士 中尾 真二
- (74)代理人 100220489
弁理士 笹沼 崇
- (72)発明者 ライスマン・マクシミリアン
ドイツ国, 5 0 9 6 8 ケルン, ボンナー シュトラーセ 4 9 8, インフィコン ゲゼルシャフト
ミット ベシュレンクテル ハフツング内
- (72)発明者 ヴェツィヒ・ダニエル
ドイツ国, 5 0 9 6 8 ケルン, ボンナー シュトラーセ 4 9 8, インフィコン ゲゼルシャフト
ミット ベシュレンクテル ハフツング内
- 審査官 岩永 寛道
- (56)参考文献 特開2005-134382(JP, A)
特開2001-236986(JP, A)
特開2013-182722(JP, A)
特開2016-195042(JP, A)
特表2014-533825(JP, A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
G 0 1 M 3 / 0 0 - 3 / 4 0
H 0 1 M 1 0 / 0 4