

JAERI - M
90-137

ポリイミドフィルム KAPTON のヘリウムガス透過度

1990年8月

牧田 知子・小西 啓之・長崎 正雅

JAERI-Mレポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の間合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費領布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division
Department of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-
mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

©Japan Atomic Energy Research Institute, 1990

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 榎高野高速印刷

ポリイミドフィルム KAPTON のヘリウムガス透過度

日本原子力研究所大型放射光施設計画推進室

牧田 知子・小西 啓之・長崎 正雅⁺

(1990年7月30日受理)

大型放射光施設に放射性試料用ビームラインを設置するには、測定器側で真空破断事故が起きてもストレージング側が汚染しないような安全対策が必要である。この目的のために、現在ポリイミドフィルム Kapton でリングと測定器側を仕切り、かつ、この仕切り窓を2枚にしてその間にヘリウムガスを注入し、その外側でガスのリーク量をモニターすることにより、常時または事故発生時に窓に破損等の異常があるか否かを調べる方法が提案されている。この方法の有効性を検討するために、膜厚が 25, 12.5, および 7.9 μm の Kapton についてヘリウムガス透過度を測定した。その結果、透過係数は $7 \sim 8 \times 10^{-16} \text{ mol} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ であった。これはヘリウムガスの透過が多過ぎ、窓に破損がある場合のリーク量との差異が少ない、したがって、Kapton を窓材とするときには他の破損検査方法を考案することが必要であると結論された。

Helium Gas Permeability of KAPTON Polyimide Film

Tomoko MAKITA, Hiroyuki KONISHI and Takanori NAGASAKI⁺

Office of Synchrotron Radiation Facility Project

Japan Atomic Energy Research Institute

Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken

(Received July 30, 1990)

In a beam line for radioactive samples of a large-scale synchrotron radiation facility, it is necessary to protect the storage ring from contamination in a case of accident in a measurement chamber. For the purpose it has been proposed to separate the beam line from the storage ring using two sheets of polyimide film (Kapton), between which helium gas is introduced; the damage in the sheets could be detected by continuous helium gas leak monitoring. To examine whether this method is effective or not, helium permeation rate was measured for Kapton sheets of 25, 12.5 and 7.9 μm thickness at room temperatures. The obtained permeability was $(7\sim 8)\times 10^{-16}$ $\text{mol}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$, which is so high that the small defects in the sheets cannot be detected. Accordingly another detection method should be considered when Kapton is used as the separator.

Keywords: Polyimide Film, Kapton, Permeability, Helium Gas

⁺ Department of Fuels and Materials Research, Tokai Research Establishment

目 次

1. はじめに	-----	1
2. 実験方法	-----	1
3. 実験結果	-----	2
4. 議 論	-----	3
5. ま と め	-----	4
謝 辞	-----	4
参 考 文 献	-----	4

Contents

1. Introduction	-----	1
2. Experimental procedures	-----	1
3. Experimental results	-----	2
4. Discussion	-----	3
5. Summary	-----	4
Acknowledgements	-----	4
References	-----	4

1. はじめに

日本原子力研究所と理化学研究所の共同チームで研究開発を進めている大型放射光施設 (Spring-8)¹⁻⁴⁾には、広い研究範囲をカバーするための汎用性のあるビームラインだけでなく、特殊な実験を行なう個々の利用者のために最適化されたビームラインも建設される。特に非密封の放射性物質が利用可能なビームラインの設置を求める声は、アクチノイド化合物等の f 電子系の物性に視点を合わせた電子分光実験やトレーサーを用いる生物照射実験など、原研の放射光利用系を含めて全国的に極めて多い。しかし現在、世界のいずれの放射光施設においても非密封放射性試料用ビームラインの例は見られない。これは万一真空破断事故等により試料が拡散した場合、汚染領域を最小限に押えることと、特にストレージリング自体の汚染を防ぐために高度の安全対策が必要だからである。

高エネルギー (数keV以上) のX線を利用するビームラインでは、ベリリウムやアルミニウム等の金属をリング側と測定器側の真空を仕切る窓材として用いることが可能で、この点リング汚染の危険性は極めて少ない。一方VUV～軟X線領域では吸収の少ない有効な窓材が見つかっておらず、現在どの施設のビームラインもリングと測定器は真空的にもつながっている。しかし先の安全上の理由から放射性試料を用いるためには多少の放射光強度の減少があっても、何らかの窓材を用いる必要があると思われる。

このように実験の目的に合わせて最も適切な窓を設計するとともに、常時または事故発生時にその窓に破損等の異常があるか否かを調べる方法も検討しなければならない。現在、VUV～軟X線領域用として提案されているのは、真空系を2枚のポリイミドフィルム"カプトン(Kapton)"で仕切り、その仕切板の間にヘリウムガスを入れて真空系へのリークをモニターする方法である。これは、機械的強度⁵⁾が大きいこと (窓を薄くできるのでビームの吸収を少なくできる)、また耐熱性⁵⁾や耐放射線性^{5,6)}が高いことなど、Kaptonが窓材として優れた特性を持っているからである。しかし、前述の破損検出方法が有効であるためには、Kaptonのヘリウム透過速度が、安全上問題となるようなリーク量に比べて十分小さくなければならない。この点に関しては、Kaptonのヘリウムガス透過度の測定値も少なく、十分に検討されているとはいえない。

そこで本研究では3種の膜厚のポリイミドフィルムKaptonのヘリウムガス透過率を測定することを目的とし、これを窓材とした時の上記のモニタリングの有効性を調べ、放射性試料用ビームライン建設の可能性を探るものである。

2. 実験方法

Fig. 1 に、実験装置の構成を示す。サンプルホルダーは両端がナイフエッジで中央に直径 9.95mm (断面積 0.777cm²) の貫通孔があるフランジである。ポリイミドフィルム試料 (東レ・

1. はじめに

日本原子力研究所と理化学研究所の共同チームで研究開発を進めている大型放射光施設 (Spring-8)¹⁻⁴⁾には、広い研究範囲をカバーするための汎用性のあるビームラインだけでなく、特殊な実験を行なう個々の利用者のために最適化されたビームラインも建設される。特に非密封の放射性物質が利用可能なビームラインの設置を求める声は、アクチノイド化合物等の f 電子系の物性に視点を合わせた電子分光実験やトレーサーを用いる生物照射実験など、原研の放射光利用系を含めて全国的に極めて多い。しかし現在、世界のいずれの放射光施設においても非密封放射性試料用ビームラインの例は見られない。これは万一真空破断事故等により試料が拡散した場合、汚染領域を最小限に押えることと、特にストレージリング自体の汚染を防ぐために高度の安全対策が必要だからである。

高エネルギー (数keV以上) のX線を利用するビームラインでは、ベリリウムやアルミニウム等の金属をリング側と測定器側の真空を仕切る窓材として用いることが可能で、この点リング汚染の危険性は極めて少ない。一方VUV～軟X線領域では吸収の少ない有効な窓材が見つかっておらず、現在どの施設のビームラインもリングと測定器は真空的にもつながっている。しかし先の安全上の理由から放射性試料を用いるためには多少の放射光強度の減少があっても、何らかの窓材を用いる必要があると思われる。

このように実験の目的に合わせて最も適切な窓を設計するとともに、常時または事故発生時にその窓に破損等の異常があるか否かを調べる方法も検討しなければならない。現在、VUV～軟X線領域用として提案されているのは、真空系を2枚のポリイミドフィルム"カプトン(Kapton)"で仕切り、その仕切板の間にヘリウムガスを入れて真空系へのリークをモニターする方法である。これは、機械的強度⁵⁾が大きいこと(窓を薄くできるのでビームの吸収を少なくできる)、また耐熱性⁵⁾や耐放射線性^{5,6)}が高いことなど、Kaptonが窓材として優れた特性を持っているからである。しかし、前述の破損検出方法が有効であるためには、Kaptonのヘリウム透過速度が、安全上問題となるようなリーク量に比べて十分小さくなければならない。この点に関しては、Kaptonのヘリウムガス透過度の測定値も少なく、十分に検討されているとはいえない。

そこで本研究では3種の膜厚のポリイミドフィルムKaptonのヘリウムガス透過率を測定することを目的とし、これを窓材とした時の上記のモニタリングの有効性を調べ、放射性試料用ビームライン建設の可能性を探るものである。

2. 実験方法

Fig. 1 に、実験装置の構成を示す。サンプルホルダーは両端がナイフエッジで中央に直径 9.95mm (断面積 0.777cm²) の貫通孔があるフランジである。ポリイミドフィルム試料 (東レ・

デュポン(株)；"Kapton" Hタイプ)を、予め、エポキシ樹脂系接着剤でサンプルホルダーに張り付け、約15時間空気中に放置した。ガス導入側およびガス透過側の容器を充分排気し、ガス導入側容器にヘリウムガスを充填した。ガス透過側容器の圧力の時間変化を隔膜式圧力計(バラトロン)で測定し、ヘリウムガスの試料透過速度 Q を求め、次式(1)より透過係数 K_p を求めた。

$$Q = \frac{K_p \cdot A \cdot \Delta P}{d} \quad (1)$$

ここで、

- Q ; 透過速度
- K_p ; 透過係数
- A ; 断面積
- ΔP ; 圧力差
- d ; 厚さ

である。試料の厚さ d は、 $25\mu\text{m}$ (品番100H)、 $12.5\mu\text{m}$ (品番50H)、および $7.9\mu\text{m}$ (品番30H)の3種類である。各試料についてガス導入側容器の圧力を、 $1 \times 10^5 \text{Pa}$ 、 $5 \times 10^4 \text{Pa}$ 、 $2 \times 10^4 \text{Pa}$ 、および $1 \times 10^4 \text{Pa}$ とした。ガス導入側、およびガス透過側の容器の容積はそれぞれ 185cm^3 および 12.8cm^3 であり、この比が大きいためヘリウムガス透過によるガス導入側容器の圧力の降下は無視できる。測定はすべて室温で行った。

3. 実験結果

Fig. 2 に、ポリイミドフィルム試料 Kapton 100H (膜厚 $25\mu\text{m}$) についてヘリウムガスの透過による透過側容器の圧力の時間変化を示す。ガス導入側容器の圧力は 100kPa 、 52.0kPa 、 20.0kPa 、および 10.0kPa であり、図中に示した。透過側容器の圧力は、時間の経過に対して直線的に増加した。Fig. 3 および Fig. 4 に同様にそれぞれ Kapton 50H (膜厚 $12.5\mu\text{m}$) および Kapton 30H (膜厚 $7.9\mu\text{m}$) の結果を示す。ガス導入側容器の圧力は図中に示した。透過側容器の圧力は時間の経過に対してほぼ直線的に増加した。ただし、膜厚が薄くなるほどまたガス導入側容器の圧力が大きくなるほど、時間が経過すると圧力の増加は直線からずれて遅くなっている。

Fig. 2, Fig. 3, および Fig. 4 の各グラフの最大傾斜から求めた、ガス導入側容器と透過側容器の圧力差に対するKaptonの単位面積あたりのヘリウムガスの透過速度を Fig. 5 に示す。また、Fig. 5 に示した各点および平均としてグラフの傾きから、式(1)より求めたヘリウムガスの透過係数をTable 1 に示す。

デュポン(株)；"Kapton" Hタイプ)を、予め、エポキシ樹脂系接着剤でサンプルホルダーに張り付け、約15時間空気中に放置した。ガス導入側およびガス透過側の容器を充分排気し、ガス導入側容器にヘリウムガスを充填した。ガス透過側容器の圧力の時間変化を隔膜式圧力計(バラトロン)で測定し、ヘリウムガスの試料透過速度 Q を求め、次式(1)より透過係数 K_p を求めた。

$$Q = \frac{K_p \cdot A \cdot \Delta P}{d} \quad (1)$$

ここで、

- Q ; 透過速度
- K_p ; 透過係数
- A ; 断面積
- ΔP ; 圧力差
- d ; 厚さ

である。試料の厚さ d は、 $25\mu\text{m}$ (品番100H)、 $12.5\mu\text{m}$ (品番50H)、および $7.9\mu\text{m}$ (品番30H)の3種類である。各試料についてガス導入側容器の圧力を、 $1 \times 10^5\text{Pa}$ 、 $5 \times 10^4\text{Pa}$ 、 $2 \times 10^4\text{Pa}$ 、および $1 \times 10^4\text{Pa}$ とした。ガス導入側、およびガス透過側の容器の容積はそれぞれ 185cm^3 および 12.8cm^3 であり、この比が大きいためヘリウムガス透過によるガス導入側容器の圧力の降下は無視できる。測定はすべて室温で行った。

3. 実験結果

Fig. 2 に、ポリイミドフィルム試料 Kapton 100H (膜厚 $25\mu\text{m}$) についてヘリウムガスの透過による透過側容器の圧力の時間変化を示す。ガス導入側容器の圧力は 100kPa 、 52.0kPa 、 20.0kPa 、および 10.0kPa であり、図中に示した。透過側容器の圧力は、時間の経過に対して直線的に増加した。Fig. 3 および Fig. 4 に同様にそれぞれ Kapton 50H (膜厚 $12.5\mu\text{m}$) および Kapton 30H (膜厚 $7.9\mu\text{m}$) の結果を示す。ガス導入側容器の圧力は図中に示した。透過側容器の圧力は時間の経過に対してほぼ直線的に増加した。ただし、膜厚が薄くなるほどまたガス導入側容器の圧力が大きくなるほど、時間が経過すると圧力の増加は直線からずれて遅くなっている。

Fig. 2, Fig. 3, および Fig. 4 の各グラフの最大傾斜から求めた、ガス導入側容器と透過側容器の圧力差に対するKaptonの単位面積あたりのヘリウムガスの透過速度を Fig. 5 に示す。また、Fig. 5 に示した各点および平均としてグラフの傾きから、式(1)より求めたヘリウムガスの透過係数をTable 1 に示す。

4. 議 論

Fig. 3 および Fig. 4 に見られる透過側容器の圧力の時間変化の直線からのずれについて考える。ヘリウムガスはガス導入側容器から透過側容器へ両者の圧力が平衡に達するまで移動するのであるから、本研究の実験方法では原理的には時間の経過につれ透過側容器の圧力増加率は減少することになるが、本実験の測定時間内では両容器の圧力差の減少は1%に過ぎず無視できる量である。湿気を含んだ空気を透過させると9時間後の透過率は1時間後の1%にまで減少している⁷⁾ことや、Kapton試料をとりつけてから両容器の排気が不十分である場合には圧力の時間変化の直線からのずれが大きくなることから、透過側容器の圧力の時間変化の直線からのずれの原因は、Kaptonフィルムがそのイミド基に基づく親水性のため吸湿した^{5, 8)}ことであると思われる。このため、ヘリウムガスの透過速度は透過初期のグラフの最大傾斜から求めるのが最も信頼できる。Kaptonフィルムが吸湿する水の供給源としては、容器壁やヘリウムガス中の不純物が考えられる。これらの場合、水分子が徐々にフィルムの分子間に充填されガスの透過を妨げていると思われる。どれが支配的であるかを知るためには、容器のベーキングや試料の加熱を行ってガスの透過度を測定することが必要で、今後の課題として残されている。

これまでに Kapton のヘリウムガス透過係数については、膜厚が25 μm のKapton (100H)⁵⁾が、 $7.69 \times 10^{-16} \text{mol} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ (23°C) であるという値しか報告されていなかったので、この値は本実験の結果 (室温, $7.80 \times 10^{-16} \text{mol} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$) とよく一致しているが、ヘリウムガスの透過度の膜厚依存性については知見がなかった。本研究で3種の膜厚のKaptonフィルムについてヘリウムガスの透過度の膜厚依存性を調べ、Fig. 5 に示したようにフィルム透過速度は試料の厚さに反比例していること、したがって Table 1 に示したように各試料の透過係数は膜厚によらず一定であることがわかった。Kapton と同じ成分の板状のVespel SP-1⁹⁾について、厚さ1mmの試料のヘリウムガス透過係数の報告があり、その値は $1.07 \times 10^{-16} \text{mol} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ (常温) で本実験とオーダーが一致している。

本実験で得られたKaptonフィルムのヘリウムガス透過度をもとにKaptonを窓材として破損検査を行う方法について検討する。たとえば、Kapton 100Hの仕切板の間にヘリウムガスを1atm (760Torr, $1.0 \times 10^5 \text{Pa}$) 入れた場合、窓の断面積を17 cm^2 として、 $8 \times 10^{-5} \text{Torr} \cdot \text{l} \cdot \text{s}^{-1}$ の透過があることになる。この流量は、ガスの流れを粘性流として概算すると、半径7 μm の穴の流量に相当する。したがって、仕切板にこれより小さな穴があいていても、ヘリウム流量の増加からそれを検出することは困難である。また、この流量は、ストレージング ($1 \times 10^{-8} \text{Pa}$) やビームライン ($1 \times 10^{-7} \text{Pa}$) を超高真空に保つために許容される量をはるかに越えている。もっとも、ヘリウムガスの圧力を1Pa程度に下げれば超高真空への影響は無視できるが、安全上問題となるような大きなリークが検出できないという本質は変わらない(穴の流量は圧力の2乗に比例するので、圧力を下げると検出可能な最小の穴はむしろ大きくなると思われる)。以上から、2枚のKapton仕切板の間にヘリウムガスを入れ、真空側でヘリウム流量をモニターすることにより仕切板の破損の有無を知るという方法は、そのままでは用いることができないと結論される。今後の課題としては、たとえばKaptonの表面にアルミニウムを蒸着し透過量を減らす等の方法について検討することや、Kapton以外の適当な窓材をさがすこと、また、ガスの

種類を変えることなどがあげられる。

5. まとめ

ポリイミドフィルムKaptonの膜厚25, 12.5, および7.9 μm の試料についてヘリウムガス透過度を調べ, Kaptonを大型放射光施設の放射性試料用ビームラインの窓材としたときにヘリウムガスの透過量をモニターすることにより窓の破損検査ができるかどうか検討した。実験の結果ヘリウムガスの透過係数は膜厚によらず一定であることがわかり, その値は $7\sim 8\times 10^{-16}\text{mol}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{Pa}^{-1}\cdot\text{s}^{-1}$ であった。この値から, 窓に破損がない場合でも窓からのヘリウムガスのリーク量が多く, 破損がある場合のリークとの差を検出するのが困難であると言える。したがって, 2枚のKapton窓の間に常時ヘリウムガスを充填し, その外側でリーク量をモニターすることにより窓の破損の有無を知るという方法は利用できないと結論された。今後の課題として, Kaptonの表面処理によりガスの透過量を減らす方法の検討, 別の窓材探し, ガスの種類とそのリークモニター方法の検討等があげられる。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり協力いただきました, 物理部 岩瀬彰宏副主任研究員, 大型放射光施設計画推進室 佐々木茂美副主任研究員, 本橋治彦課長代理, 鈴木寛光氏に感謝いたします。また, 真空に関する議論をしていただきました大型放射光施設計画推進室 飯塚元昭氏に感謝いたします。

参考文献

- 1) T.Watanabe, H.Ohno, H.Iwasaki, T.Sasaki, and RIKEN-JAERI Joint Users Group: Proceedings of the 2nd International Symposium on ADVANCED NUCLEAR ENERGY RESEARCH, 267 (1990).
- 2) 上坪宏道:放射光, 2, No.4, 69 (1989).
- 3) 原 雅弘, 横溝英明:放射光, 3, 45 (1990).
- 4) 下村 理, 塩谷巨弘, 植木龍夫, 菅 滋正, 渡部 力:放射光, 3, 155 (1990).
- 5) 東レ株式会社 ポリイミドフィルム技術資料 CA-10D.

種類を変えることなどがあげられる。

5. まとめ

ポリイミドフィルムKaptonの膜厚25, 12.5, および7.9 μm の試料についてヘリウムガス透過度を調べ, Kaptonを大型放射光施設の放射性試料用ビームラインの窓材としたときにヘリウムガスの透過量をモニターすることにより窓の破損検査ができるかどうか検討した。実験の結果ヘリウムガスの透過係数は膜厚によらず一定であることがわかり, その値は $7\sim 8 \times 10^{-16} \text{mol} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ であった。この値から, 窓に破損がない場合でも窓からのヘリウムガスのリーク量が多く, 破損がある場合のリークとの差を検出するのが困難であると言える。したがって, 2枚のKapton窓の間に常時ヘリウムガスを充填し, その外側でリーク量をモニターすることにより窓の破損の有無を知るという方法は利用できないと結論された。今後の課題として, Kaptonの表面処理によりガスの透過量を減らす方法の検討, 別の窓材探し, ガスの種類とそのリークモニター方法の検討等があげられる。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり協力いただきました, 物理部 岩瀬彰宏副主任研究員, 大型放射光施設計画推進室 佐々木茂美副主任研究員, 本橋治彦課長代理, 鈴木寛光氏に感謝いたします。また, 真空に関する議論をしていただきました大型放射光施設計画推進室 飯塚元昭氏に感謝いたします。

参考文献

- 1) T.Watanabe, H.Ohno, H.Iwasaki, T.Sasaki, and RIKEN-JAERI Joint Users Group: Proceedings of the 2nd International Symposium on ADVANCED NUCLEAR ENERGY RESEARCH, 267 (1990).
- 2) 上坪宏道: 放射光, 2, No.4, 69 (1989).
- 3) 原 雅弘, 横溝英明: 放射光, 3, 45 (1990).
- 4) 下村 理, 塩谷巨弘, 植木龍夫, 菅 滋正, 渡部 力: 放射光, 3, 155 (1990).
- 5) 東レ株式会社 ポリイミドフィルム技術資料 CA-10D.

種類を変えることなどがあげられる。

5. まとめ

ポリイミドフィルムKaptonの膜厚25, 12.5, および7.9 μm の試料についてヘリウムガス透過度を調べ, Kaptonを大型放射光施設の放射性試料用ビームラインの窓材としたときにヘリウムガスの透過量をモニターすることにより窓の破損検査ができるかどうか検討した。実験の結果ヘリウムガスの透過係数は膜厚によらず一定であることがわかり, その値は $7\sim 8 \times 10^{-16} \text{mol} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ であった。この値から, 窓に破損がない場合でも窓からのヘリウムガスのリーク量が多く, 破損がある場合のリークとの差を検出するのが困難であると言える。したがって, 2枚のKapton窓の間に常時ヘリウムガスを充填し, その外側でリーク量をモニターすることにより窓の破損の有無を知るという方法は利用できないと結論された。今後の課題として, Kaptonの表面処理によりガスの透過量を減らす方法の検討, 別の窓材探し, ガスの種類とそのリークモニター方法の検討等があげられる。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり協力いただきました, 物理部 岩瀬彰宏副主任研究員, 大型放射光施設計画推進室 佐々木茂美副主任研究員, 本橋治彦課長代理, 鈴木寛光氏に感謝いたします。また, 真空に関する議論をしていただきました大型放射光施設計画推進室 飯塚元昭氏に感謝いたします。

参考文献

- 1) T.Watanabe, H.Ohno, H.Iwasaki, T.Sasaki, and RIKEN-JAERI Joint Users Group: Proceedings of the 2nd International Symposium on ADVANCED NUCLEAR ENERGY RESEARCH, 267 (1990).
- 2) 上坪宏道: 放射光, 2, No.4, 69 (1989).
- 3) 原 雅弘, 横溝英明: 放射光, 3, 45 (1990).
- 4) 下村 理, 塩谷巨弘, 植木龍夫, 菅 滋正, 渡部 力: 放射光, 3, 155 (1990).
- 5) 東レ株式会社 ポリイミドフィルム技術資料 CA-10D.

種類を変えることなどがあげられる。

5. まとめ

ポリイミドフィルムKaptonの膜厚25, 12.5, および7.9 μ mの試料についてヘリウムガス透過度を調べ, Kaptonを大型放射光施設の放射性試料用ビームラインの窓材としたときにヘリウムガスの透過量をモニターすることにより窓の破損検査ができるかどうか検討した。実験の結果ヘリウムガスの透過係数は膜厚によらず一定であることがわかり, その値は $7\sim 8 \times 10^{-16} \text{mol} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{Pa}^{-1} \cdot \text{s}^{-1}$ であった。この値から, 窓に破損がない場合でも窓からのヘリウムガスのリーク量が多く, 破損がある場合のリークとの差を検出するのが困難であると言える。したがって, 2枚のKapton窓の間に常時ヘリウムガスを充填し, その外側でリーク量をモニターすることにより窓の破損の有無を知るという方法は利用できないと結論された。今後の課題として, Kaptonの表面処理によりガスの透過量を減らす方法の検討, 別の窓材探し, ガスの種類とそのリークモニター方法の検討等があげられる。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり協力いただきました, 物理部 岩瀬彰宏副主任研究員, 大型放射光施設計画推進室 佐々木茂美副主任研究員, 本橋治彦課長代理, 鈴木寛光氏に感謝いたします。また, 真空に関する議論をしていただきました大型放射光施設計画推進室 飯塚元昭氏に感謝いたします。

参考文献

- 1) T.Watanabe, H.Ohno, H.Iwasaki, T.Sasaki, and RIKEN-JAERI Joint Users Group: Proceedings of the 2nd International Symposium on ADVANCED NUCLEAR ENERGY RESEARCH, 267 (1990).
- 2) 上坪宏道:放射光, 2, No.4, 69 (1989).
- 3) 原 雅弘, 横溝英明:放射光, 3, 45 (1990).
- 4) 下村 理, 塩谷巨弘, 植木龍夫, 菅 滋正, 渡部 力:放射光, 3, 155 (1990).
- 5) 東レ株式会社 ポリイミドフィルム技術資料 CA-10D.

- 6) 加藤輝男, 高村三郎: 低温工学, 13, 243 (1978).
- 7) 牧田知子: 未発表データ, 1990.
- 8) 渡邊洋八郎: 高分子, 33, 765 (1984).
- 9) 横倉賢治, 椛沢 稔: 真空, 24, 399 (1981).

Table 1 Helium gas permeability of polyimide film Kapton

Kapton (thickness)	Pressure difference [kPa]	Permeability [$10^{-16} \frac{\text{mol}}{\text{m} \cdot \text{Pa} \cdot \text{sec}}$]
100H (25 μm)	100	8.0
	52.0	7.2
	20.0	7.2
	10.0	6.9
average (l.s.m.)		7.80
50H (12.5 μm)	100	8.1
	50.6	7.0
	20.0	6.3
	9.3	6.7
average (l.s.m.)		7.84
30H (7.9 μm)	100	7.5
	50.4	7.5
	20.0	5.7
	9.86	6.0
average (l.s.m.)		7.42

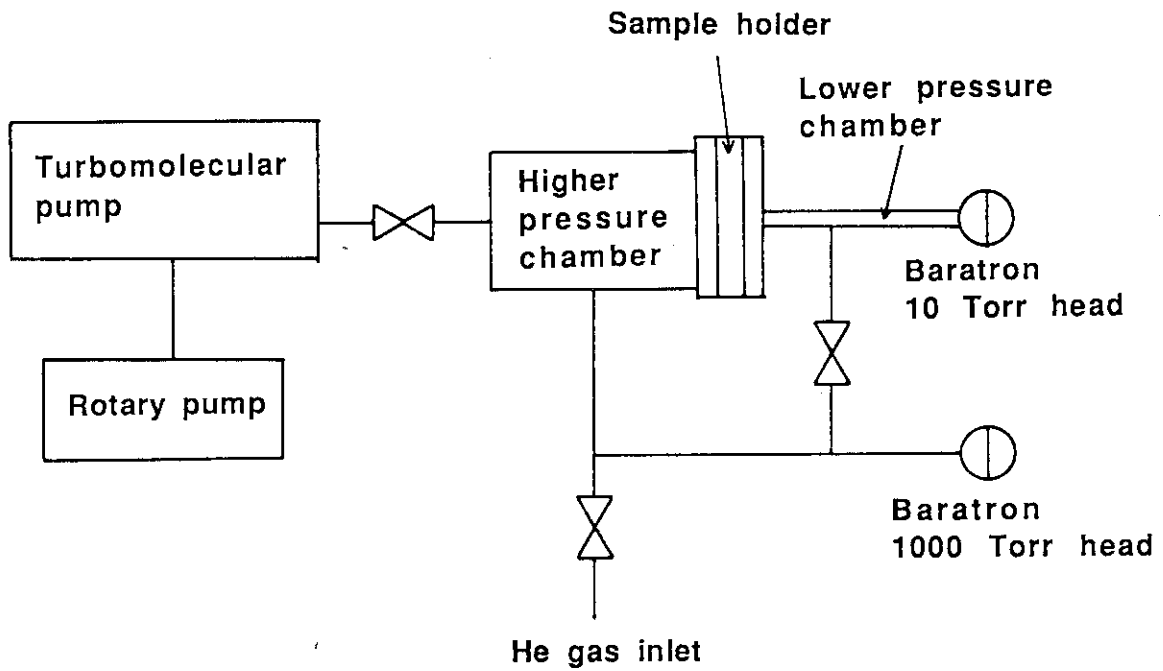


Fig. 1 Schematic diagram of the experimental apparatus for measuring the permeability of Kapton film.

KAPTON 100H

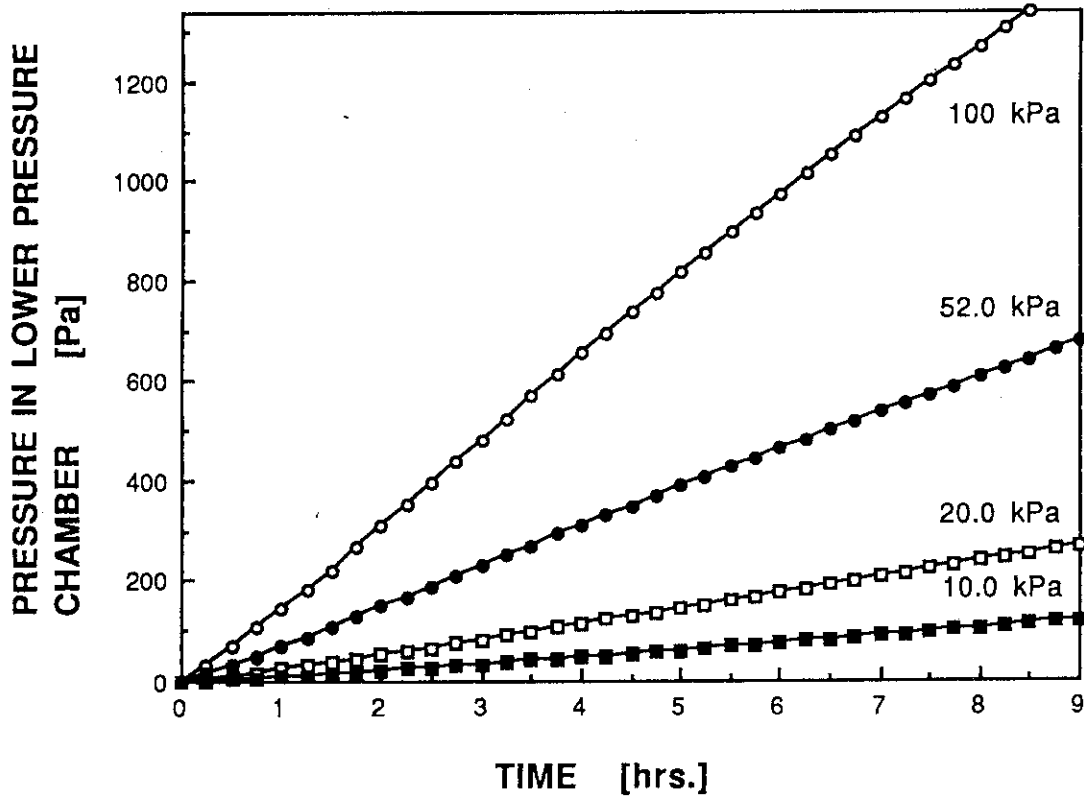


Fig.2 Pressure in the lower pressure chamber vs. time for various pressure in the higher pressure chamber. The sample is Kapton 100H(25 μm thick) film.

KAPTON 50H

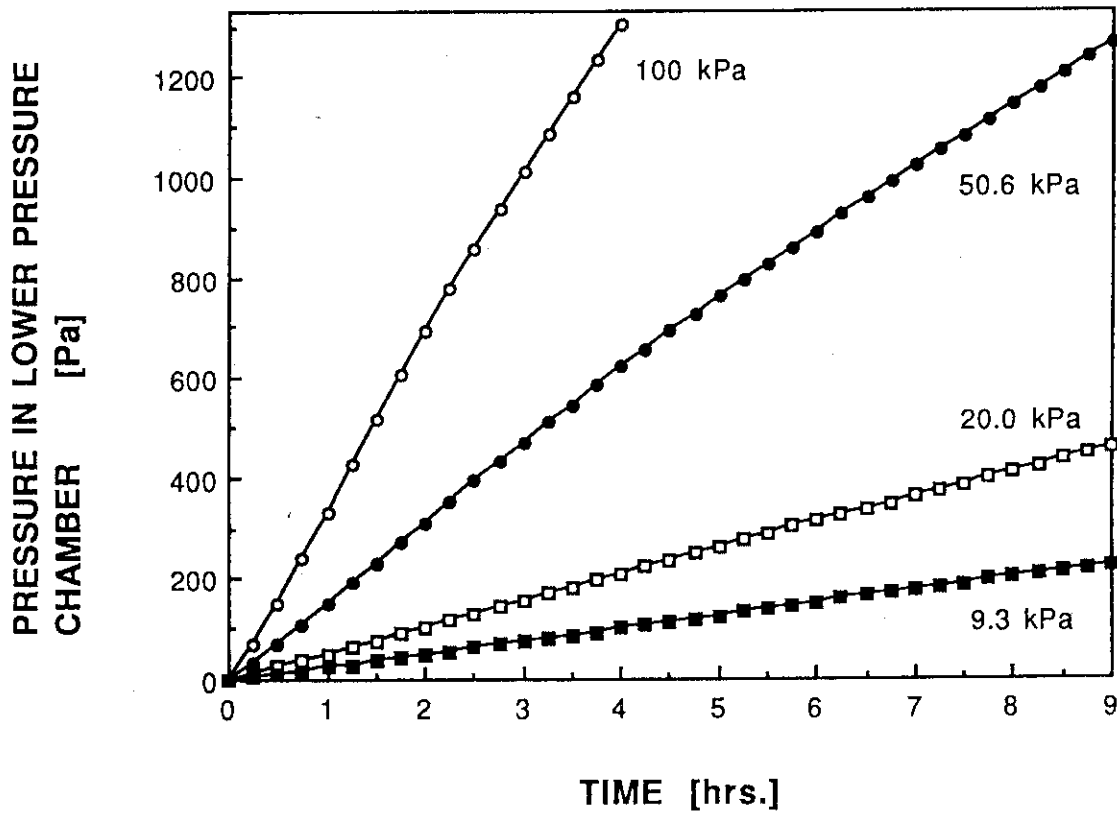


Fig.3 Pressure in the lower pressure chamber vs. time for various pressure in the higher pressure chamber. The sample is Kapton 50H(12.5 μm thick) film.

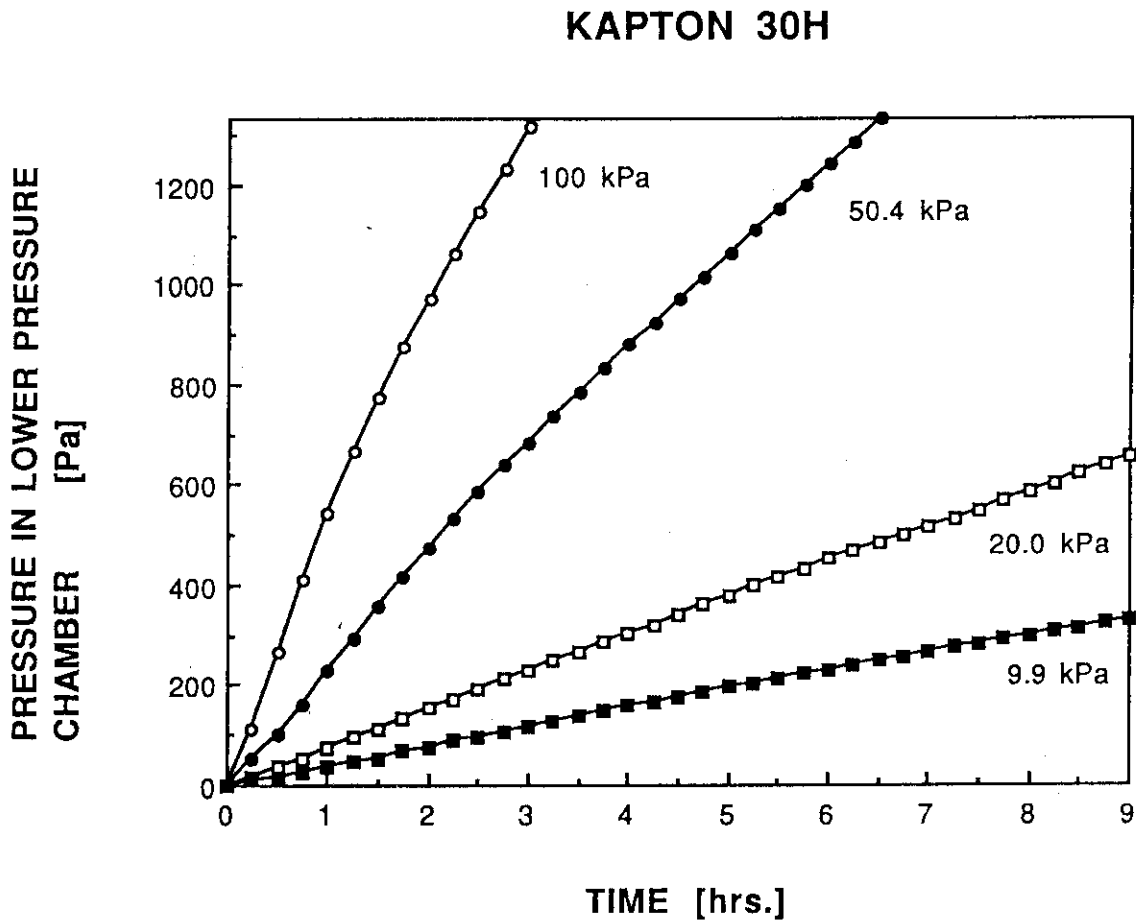


Fig.4 Pressure in the lower pressure chamber vs. time for various pressure in the higher pressure chamber. The sample is Kapton 30H(7.9 μm thick) film.

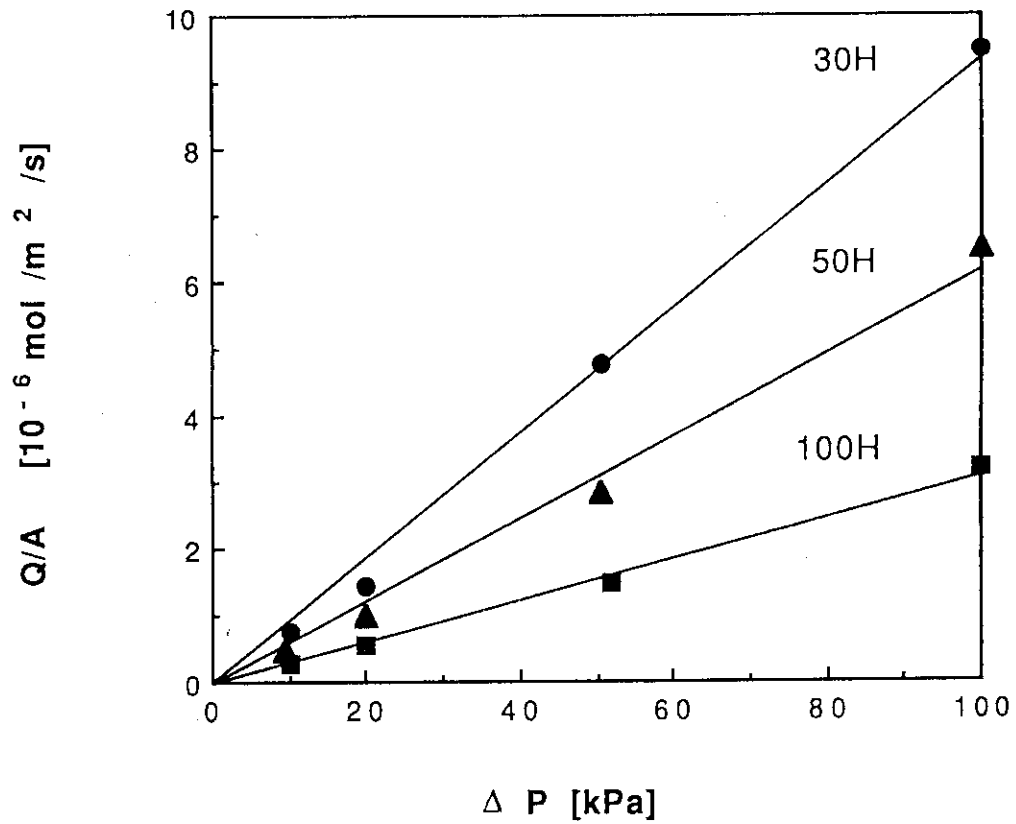


Fig.5 Helium gas permeation rate per unit area of Kapton film vs. pressure difference between the pressure in the higher pressure chamber and that in the lower one.