

タイトル：真空技術にまつわる話

福田 常男 (ふくだ つねお)

所属：工学研究科 電子情報系専攻

専門分野：表面科学

趣味：研究



私は真空工学が専門というわけではないのですが、2001年4月に本学工学部に赴任してから、応用物理学科の2回生に「真空工学」(後に「真空・薄膜工学」と改訂)を教えていました。この講義は学科再編のため2009年度で終了しましたが、真空技術講習会の講師を頼まれたり、教員や学生から真空技術についていろいろ尋ねられたりするうちに、すっかり真空の専門家と思われるようになってしまいました。本稿では、皆さんの日々の研究の足しになれば、と思いこれまで私が遭遇した真空にまつわる四方山話を記すことにします。

真空技術との出会い

大学生の時は真空技術とは無縁の電気標準の研究をしていましたが、大学院に進学して超低温物理の研究を始めるとさまざま真空装置に出会いました。どこの研究室にも油回転ポンプ(俗にロータリーポンプと呼ばれている)は1つや2つはあると思いますが、希釈冷凍機の ^3He を循環させる Alcatel 製の 1000 L/min の油回転ポンプの高真空側に、これも Alcatel 製の 1000 m^3/h と 350 m^3/h のメカニカルブースタ(ルーツ)ポンプがタンDEM接続されて轟音を立てているのを見たときは圧巻でした。(Alcatel はフランスの企業らしくポンプがカラフルなオレンジ色に塗装されていて、それも印象に残る一因です)結局、研究室にいる間ずっとこのポンプのお世話になり、学位取得まで奇跡的にノーメンテナンスで働き続けてくれたので、今だに Alcatel (現在は adixsen の一部になっている)のポンプには絶大な信頼を置いています。これは欧州の他の真空メーカ、例えば BOC Edwards、Pfeiffer、Leybold などとも共通していて、ポンプの寿命やメンテナンスの点で、やはり欧州の“ものづくり”の伝統を感じます。

アルミは漏れる

希釈冷凍機は中心部が 10^{-4} Pa 程度の真空槽になっていて(もちろん冷凍機として機能しているときの圧力はもっと下がっている)、そこから計測用の配線を 100 本近く大気に出さなければいけないので、たくさんの真空シールが必要になります。このようなシールはたいてい自作するのですが、同軸で信号を出す必要があって、真空対応の BNC コネクタを使った真

空シールを自作しました。このとき押出形成された 50 φ のアルミ丸棒（おそらく 1050）の中をくりぬき、側面に BNC のコネクタを付け、やはりアルミでフタをつけたものを作りました。このような真空シールは事前にヘリウムリークディテクタを使ってリークテストするのですが、 $10^{-8} \text{ Pa m}^3/\text{s}$ 程度の小さなリーク（漏れ）がありました。多分 BNC コネクタだと思ってコネクタを取り替えたり、O リングを交換したりしてテストしましたが、どうしてもリーク場所がわかりません。

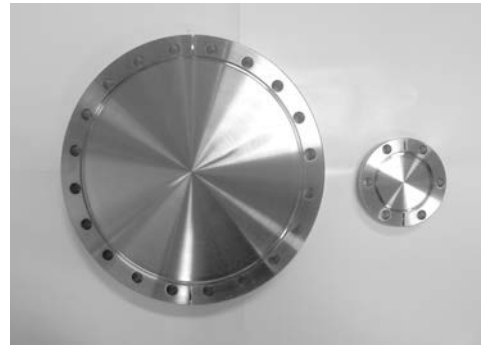


図1 ベーカブルフランジ

全体を水につけたりして結局アルミ部材自体からのリークであることが分かったのは1ヶ月近くたった後でした。

押出形成されたアルミやステンレス鋼には押出方向に「す」が入っていることがあり、往々にしてリークが起きることを知ったのはずいぶん後のことです。図1に示すような真空フランジなども、丸棒を輪切りにして作るとリークが起きやすく、圧延された板材から丸いフランジを切り出すのは超高真空の世界では常識となっています。ただ、板材は圧延された方向を覚えていて、サーマルサイクルで「そり」が生じることも覚えておく必要があります。大きなフランジでは、溶接などで加熱されるので後で削りなおす、ということもしばしば行われます。

余談ですが、図1の真空フランジは、俗に ICF とかコンフラットフランジと呼ばれていますが、日本での正式名称は“ベーカブルフランジ”です。元々米国バリアン社が開発した真空フランジで、金属ガスケットを挟み込み、ナイフエッジを食い込ませガスケットを弾性変形させて真空シールする（キャプチャーシールといいます）ことで、 -273°C から 450°C まで使用できる真空フランジで、真空業界ではいわゆる *de facto standard* になっています。しかし JIS には規格が無く、規格としては日本真空協会規格 JVIS 003-1982 に寸法の規定があります。（ISO では既に ISO 3669-1986 として規格があります）

ガラスも漏れる

真空技術の中で大切なことの一つに圧力の測定があります。圧力の表記は、かつては「真空度」(vacuum pressure)と言われていましたが、今は「圧力」(pressure)で統一されています。高真空から超高真空領域では熱陰極電離真空計が良く使われますが、ガラス球の中にフィラメントや電極が組み込まれており、通電して赤熱したフィラメントから出る熱電子で残留気体をイオン化し、圧力をイオン電流として測定します。使われているガラスはもっぱら硼珪酸ガラスなのですが、中には石英ガラスが使われていることもあります。このような圧力計の周りでヘリウムを吹きかけてリークテストをすると、必ずと言って良いほどリークが検出されます。これは石英ガラスが特異的にヘリウムを透過するためで、ヘリウムリークディテクタでリークとして検出されるのと裏腹に真空計の値は下がる、つまり真空が良くなったように見えます。

熱陰極電離真空計の場合、表示されている圧力はイオン電流ですから、残留気体の種類によってイオン化率が変わるので圧力表示も違ってきます。そこで、真空計では窒素に対して正しく圧力表示されるように決められています。(窒素相当圧と言います) ヘリウムのイオン化率は窒素の約 15% ですから、リーク個所から空気の代わりにヘリウムが真空槽内に入ると、イオン電流が減少して圧力が「下がった」ように見えるわけです。これを利用して、高価なヘリウムリークディテクタ（残留ガスを質量分析してヘリウムのみを検出している）がなくても、熱陰極電離真空計でモニタしながらあちこちにヘリウムを吹きかけてリークテストすることが可能で、われわれの超高真空装置では日常この方法でリークテストをしています。

配管や真空部品からの漏れ

工作センターでお願いする TIG 溶接からのリークは最近ほとんどありませんが、溶接個所とは関係なく、パイプなどで外から見てもほとんど何も無いところでリークがあったことが何度かありました。よく見ると 1 mm 以下の小さな傷や腐食痕があり、パイプの内面にシーム（溶接個所）がある（外側からは研磨されていて見えない）ことがあります。そのほか、図 2 のような、ドーナツ状のステンレスの薄板の円盤を中、外順番に溶接して作る溶接ベローズは、やはり溶接個所からのリークに遭遇します。ベローズは可動部分で用いられるので、目で見て分かるようなリーク（グロスリークといいます）から 10^{-8} Pa レベルでやっと分かるような微小リーク（ファインリーク）まで、いろいろな形でリークが発生しやすいところです。一方、薄肉パイプの内側から内圧をかけて形成する成型ベローズは比較的リークが発生しませんが、やはりアンモニアによる金属腐食でリークが生じたことがありました。このようなリークは、ヘリウムを吹きかけながらアルコールで湿らせた綿棒でそっとなでると、リーク個所がアルコールでふさがってリークが止まるので場所を特定することが出来ます。アルコールを使うのは、リークが一旦ふさがっても、ドライヤーで暖めるとアルコールが蒸発して再びリークが起きるので、場所の特定が容易になるからです。

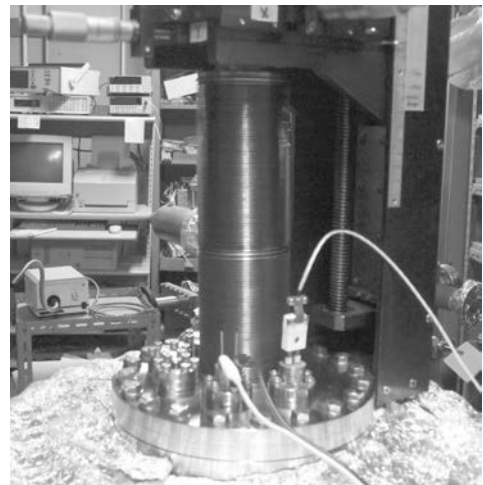


図 2 溶接ベローズの例

真空装置の内面処理

加工性や溶接性が良いため、高真空や超高真空の容器（真空槽）や配管にはほとんどの場合ステンレス鋼が使用されています。時々「真空をよくするためにどういう内面処理をしたらいいですか？」という質問を受けます。一番良いのは、真空溶解したステンレス鋼を使いできるだけ板材から容器を作製し全て内側から溶接し、内部を複合電解研磨と大気アニールするのが良い、と答えるのですが、必要とする到達圧力によって加工方法や内面処理法を考えなくてはなりません。詳細は専門書に譲りますが、高真空程度で良い場合でも、通常の引

引き抜き管では内面をサンドペーパーで削って一皮むいておくとい良いでしょう。逆に圧延材などの板材の場合は、表面に酸化クロムの皮膜が出来ていることが多いので、そのまま丸めて内面から溶接するだけで充分です。私の研究室で工作センターでお願いした真空配管の例を図3に示します。この配管の場合、加工後溶接前に各部品を台所洗剤で洗ったあと、IPAで洗淨ないしは良く拭いてからTIG溶接をお願いしています。溶接後、内面全体をサンドペーパーで削り、もう一度洗剤とIPAで丁寧に洗淨して装置に組み込みます。この配管を使った真空槽の到達圧力は140℃で24hのベーキング後 4×10^{-8} Paになっています。



図3 引き抜き管を使った真空配管

図4に我々が使っている超高真空走査型トンネル顕微鏡の真空槽を示します。これはドイツOmicron社製で、真空溶解したステンレス鋼で出来ており全て内面から溶接されています。研磨以外の内面処理はされていませんが、到達圧力は 5×10^{-9} Paです。このように 10^{-9} Pa以下を狙うような真空システムでは、素材の吟味から溶接方法、内面処理法まで専門の業者と綿密な連絡（といっても業者が知らないことが多い）が必要となりますが、使用する真空ポンプやバルブ類も吟味する必要があります。

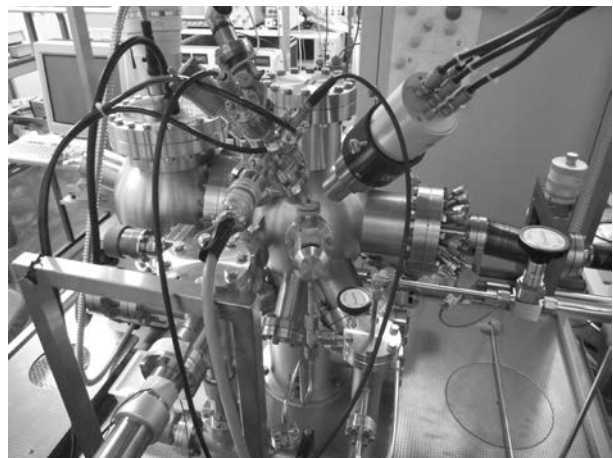


図4 筆者が使用している超高真空装置

物質の表面に飛来した分子や原子が全て表面に捉えられるとすると、およそ 10^{-4} Paで1秒間で物質の表面を覆いつくしてしまいます。そのために、表面科学の研究には超高真空技術は欠かせません。所望の表面を「作った」あと、どのくらいの時間清浄なまま維持できるかは真空装置の到達圧力や残留気体の種類（これを「真空の質」と言います）で決まり、我々が研究を進める上での鍵になります。そのためには真空装置の構成材料や真空ポンプの選択、真空槽内で使う部品や機器の材質や洗淨方法、真空槽と真空ポンプのベーキング（焼きだし）の温度と時間、などさまざまなノウハウが必要で、このような技術は「ものづくり」に共通するのではないのでしょうか。

参考文献

- 「わかりやすい真空技術（第3版）」（2010年）（真空技術基礎講習会運営委員会 編、日刊工業新聞社）
- 「超高真空実験マニュアル」（1991年）（日本真空協会 編、日刊工業新聞社）