

ステンレス鋼真空容器の常温排気特性

川崎医科大学 情報科学教室

虫 明 基

(平成14年10月25日受理)

Pumpdown Characteristics of an Unbaked Stainless Steel Vacuum Vessel

MUSHIAKI Motoi

*Department of Information Sciences, Kawasaki Medical School,
577 Matsushima, Kurashiki, Okayama, 701-0192, Japan*

(Received on October 25, 2002)

概 要

新たに製作した容器を接続したステンレス鋼真空容器の常温排気特性を調べた。特性は10回繰り返して測定し、1回当たりの排気時間は6時間である。その結果、初期排気特性は $p = p_0 t^{-0.93}$ と表され、時間のべき乗則に従っていた。また、初期排気で、排気時間1時間と6時間での気体放出速度は、各々 $1.6 \times 10^{-4} (\text{Pam}^3 \text{s}^{-1} \text{m}^{-2})$ 、 $3.3 \times 10^{-5} (\text{Pam}^3 \text{s}^{-1} \text{m}^{-2})$ であった。これらの値は、従来文献に記載されている値と同じ範囲にあった。10回目の排気後に更に49時間の排気を実施し、到達圧力は $1.3 \times 10^{-5} (\text{Pa})$ であった。これら複数の真空特性から、この真空容器は真空の観点から健全であることが確かめられた。また、一連の排気特性を比較した結果、大気開放状態から常温で3回の予備排気を行うことにより、4回目以降の排気ではほぼ一定の排気特性が得られることが分かった。キーワード：排気特性、非バーク真空容器、ステンレス鋼

Abstract

A stainless steel vacuum vessel was extended and its pumpdown characteristics were investigated in unbaked condition. A change in pressure was measured during a pumping period of 6 hours, and measurements were repeated ten times continuously. The observed pressure p in the initial pumpdown obeyed a power law of time: $p = p_0 t^{-\alpha}$ and α got 0.93. The outgassing rates were $1.6 \times 10^{-4} (\text{Pam}^3 \text{s}^{-1} \text{m}^{-2})$ and $3.3 \times 10^{-5} (\text{Pam}^3 \text{s}^{-1} \text{m}^{-2})$ at pumping times of 1 hour and 6 hours in the initial pumpdown, respectively. These values lay in the same range as reference values recorded in papers. The vacuum pumping for 49 hours was made after the 10th pumpdown and the pressure fell to $1.3 \times 10^{-5} (\text{Pa})$ ultimately. From these results, the vessel was verified to be sound and reliable from the point of vacuum. Comparing a series of pumpdown characteristics of the unbaked vacuum vessel, nearly the same characteristics could be obtained after preliminary vacuum pumping was performed three times. Key Words: pumpdown characteristics, unbaked vacuum vessel, stainless steel

1. はじめに

真空装置で超高真空を得るために現在一般的にとられている方法は、真空排気過程でベーキング、放電洗浄、表面コーティング等の処理を行う方法である^{1,2)}。なかでも、真空容器を高温に保って脱ガスを行うベーキング処理は、超高真空達成のための極めて重要な処理過程と考えられているため³⁾、詳細に調べられている^{4,5)}。

しかし、真空容器を300℃前後の温度に長時間一様に保つことは種々の困難を伴う。大型装置では一般に構造が複雑であるため、一様に加熱することが難しいこと、真空容器の熱膨張と収縮の繰り返しによる材質の疲労やフランジ部の漏れを起こす恐れがあること、真空容器に接続された様々の機器への熱負荷を軽減する必要があること、更に大型装置では加熱コストも無視できない。

ベーキングはこのような問題を有するため、従来から真空容器を加熱することなく常温で真空排気することによる超高真空作成法やその際の課題が検討されてきた⁶⁻¹¹⁾。常温排気の課題の一つは、残留気体の主要成分である水分子が排気中にどのように振る舞うかを解明することである。

この問題に取り組むために新たにステンレス鋼真空容器を製作した。そして、この容器を接続した真空容器を常温で排気したときの排気特性、真空容器内壁表面からの気体放出速度および到達圧力を測定し、これら複数の真空特性から真空容器の健全性を調べた。また、排気を繰り返すことにより、この真空容器の定常な排気特性が得られる条件を求めた。

2. 真空排気装置

実験に使用した真空排気装置の構成を図1に示す。真空容器は全てステンレス鋼製で、真空容器の接続部にはICFフランジを使用している。マニホールドに水平に接続された円管は、内径146mm、全長760mmである。円管のうち、内径38mmのゲージポートを有する先端部が今回新たに製作した容器で、長さが260mmある。真空容器全体の容積は $1.8 \times 10^{-2} \text{m}^3$ 、内表面積は 0.57m^2 である。

全圧はB-Aゲージで測定し、高圧力領域のモニターにはピラニーゲージを使用した。ピラニーゲージはICFフランジでゲージポートに接続されている。

真空排気はターボ分子ポンプで行い、粗引きには油回転ポンプ(排気速度 $0.1 \text{m}^3/\text{min}$)を使用した。ターボ分子ポンプの排気速度は $0.25 \text{m}^3/\text{s}$ (窒素に対して)で、ゲートバルブのコンダクタンス($1.7 \text{m}^3/\text{s}$)、接続パイプのコンダクタンスを考慮に入れた有効排気速度は $0.16 \text{m}^3/\text{s}$ である。

3. 測定と結果

真空容器は加熱することなく常温で排気を行った。排気開始前の大気開放時の室温は25℃、湿度は53%であった。ただし、真空容器のうち今回新たに製作した部分以外は、約4年間大気

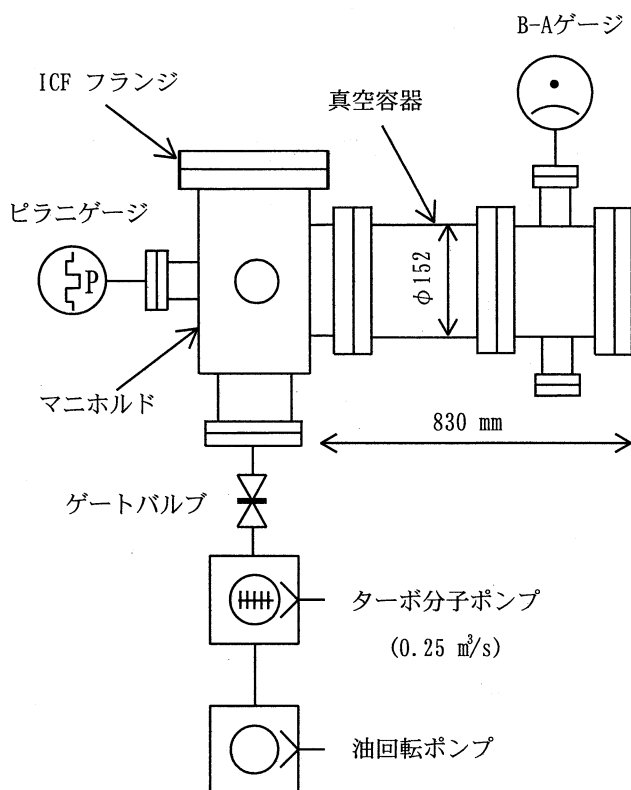


図1：真空排気装置

に曝された状態にあった。新たに製作した容器は、従来の円管容器に接続する前にアセトン洗浄を行った。

実験では、真空排気による圧力低下とそれに引き続くゲートバルブ閉鎖による圧力上昇を繰り返し測定した。従って、真空排気期間とそれに引き続くゲートバルブ閉鎖期間を合わせた期間を1周期と見なすと、測定は全部で10周期となる。1周期は24時間で、真空排気期間が6時間、ゲートバルブ閉鎖期間が18時間である。その間真空容器内部は大気に曝していない。真空排気期間における容器内圧力の測定結果を図2に示す。図2には、排気第1周期から排気第10周期までの結果をまとめて示してある。真空排気期間では室温は25℃であった。

第10周期の測定終了後、引き続き49時間(2963分)連続して排気を実施した。その結果、圧力は最終的に $1.3 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ ($1.0 \times 10^{-7} \text{ Torr}$)に達し、この真空容器を用いることにより超高真空が得られることが分かった。圧力低下の測定結果を図3に示す。排気時間 10^3 分前後の圧力低下の変動は、排気が6時間を越えて長時間に渡ったため室温が制御できず、途中で温度が上昇したことに起因する。

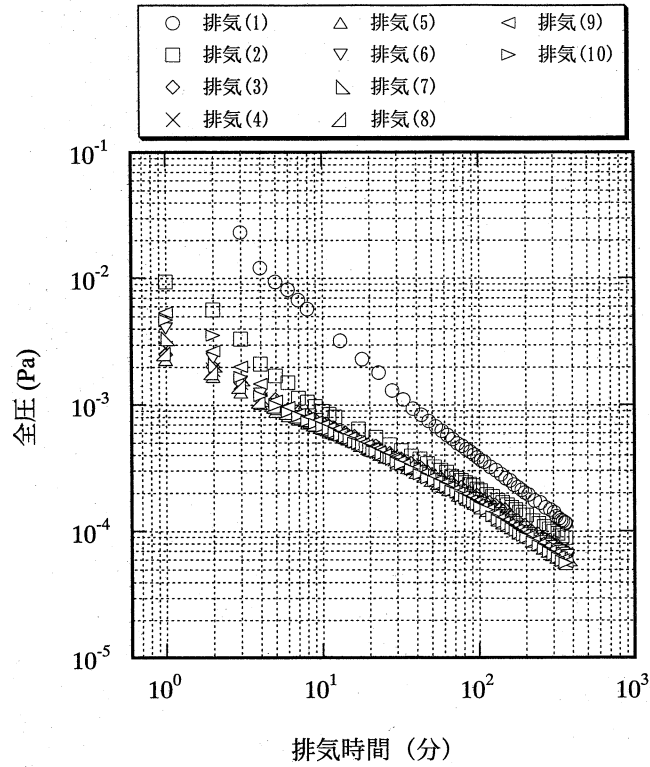


図2：真空排気期間10周期（排気(1)から排気(10)まで）の圧力の時間変化。

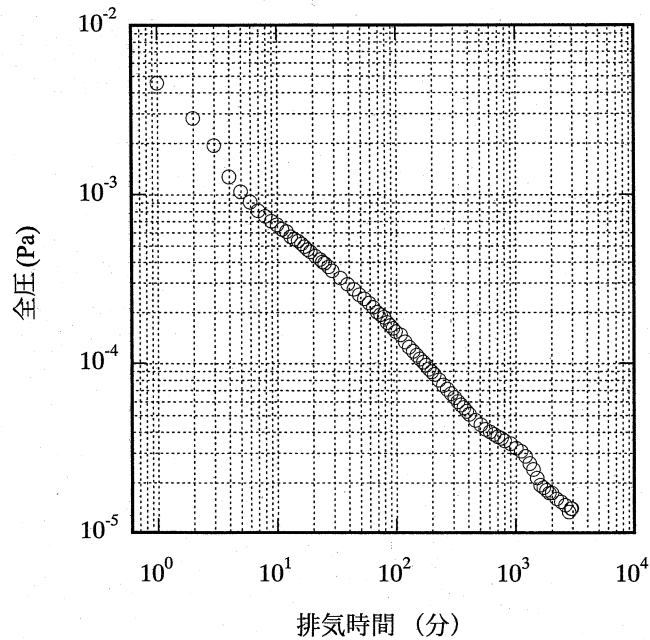


図3：第10周期に引き続いて実施した長時間（49時間）真空排気の測定結果。

4. 考察

大気開放状態から真空排気を開始したときの排気特性(初期排気特性)に関しては、従来から圧力 p は排気時間 t の逆数にほぼ比例することが指摘されている⁹⁾。詳細な測定によると、圧力は $p = p_0 t^{-\alpha}$ と表せるいわゆる時間のべき乗則に従い、 α の取り得る値の範囲として $0.8 < \alpha < 1.1$ が報告されている¹⁰⁾。今回得られた初期排気特性(図2の排気(1))も時間のべき乗則に従っており、図からその傾きを求めると、 $\alpha = 0.93$ が得られた。この値は先に示された α の取り得る値の範囲に納まっており、この真空容器が正常な排気特性を有していることを示している。

次に、真空容器の真空特性を表す重要な指標となる、内壁表面からの気体放出速度を求める。文献に記載された参照値と比較するため、初期排気特性について気体放出速度を評価する。算出の基礎となる排気方程式¹²⁾は次式で表される。

$$V \frac{dp}{dt} = -Sp + qA \quad (1)$$

ここに、 S は排気速度、 q は気体放出速度、 A は真空容器内壁表面積である。従って、排気速度は、

$$q = \frac{1}{A} (V \frac{dp}{dt} + Sp) \quad (2)$$

より求まる。排気時間60分及び362分での q を求めるために、まず、各時間での(2)式右辺括弧内の各項の値を測定値より求め、それらの大きさを互いに比較する。 $t = 60$ 分では、圧力 p の時間的変化率は $1.4 \times 10^{-7} (\text{Pas}^{-1})$ である。従って、 $\left| V \frac{dp}{dt} \right| = 2.6 \times 10^{-9} (\text{Pam}^3 \text{s}^{-1})$ となる。他方、この時間の圧力は $p = 6.0 \times 10^{-4} (\text{Pa})$ であるから、 $Sp = 9.6 \times 10^{-5} (\text{Pam}^3 \text{s}^{-1})$ である。従って、 $\left| V \frac{dp}{dt} \right| / (Sp) = 2.7 \times 10^{-5}$ となる。 $t = 362$ 分では、圧力 p の時間的変化率は $4.4 \times 10^{-8} (\text{Pas}^{-1})$ であるから、 $\left| V \frac{dp}{dt} \right| = 8.0 \times 10^{-10} (\text{Pam}^3 \text{s}^{-1})$ となる。他方、この時間での到達圧力は $1.2 \times 10^{-4} (\text{Pa})$ であるから、 $Sp = 1.8 \times 10^{-5} (\text{Pam}^3 \text{s}^{-1})$ である。従って、 $\left| V \frac{dp}{dt} \right| / (Sp) = 4.4 \times 10^{-5}$ となる。これらの結果から、排気時間60分及び362分いずれの場合も $\left| V \frac{dp}{dt} \right| \ll Sp$ であるから、気体放出速度は、

$$q = \frac{1}{A} Sp \quad (3)$$

から求まる。(3)式に $A = 0.57 (\text{m}^2)$ を代入して、大気開放状態から1時間の真空排気により、真空容器内壁表面の気体放出速度として $q = 1.6 \times 10^{-4} (\text{Pam}^3 \text{s}^{-1} \text{m}^{-2})$ が得られ、6時間の真空排気により $q = 3.3 \times 10^{-5} (\text{Pam}^3 \text{s}^{-1} \text{m}^{-2})$ が得られる。これらの値と参照値¹³⁾との比較を図4に示す。図4から、気体放出速度測定値は同じ排気時間でも1桁程度の差が有ることが分かる。

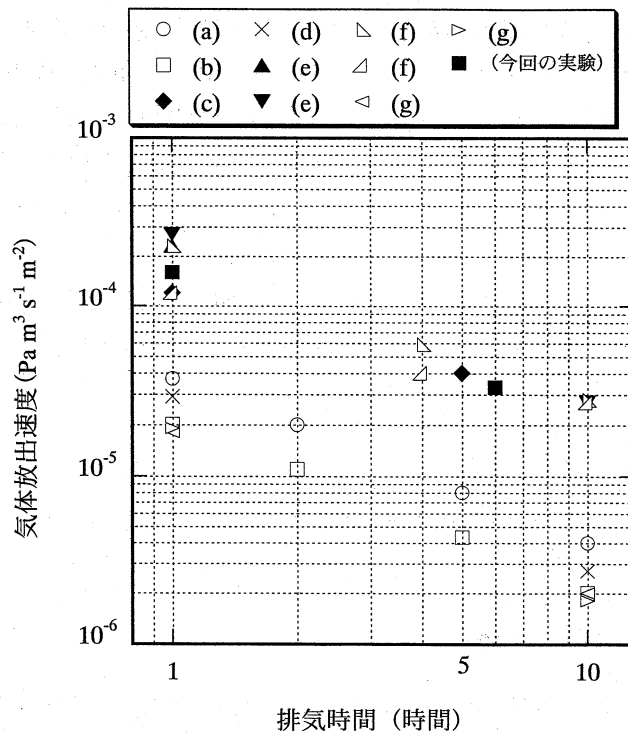


図4：常温排気した場合のステンレス鋼表面からの気体放出速度測定値の比較（今回得られた値（■），参照値(a)-(g)）。

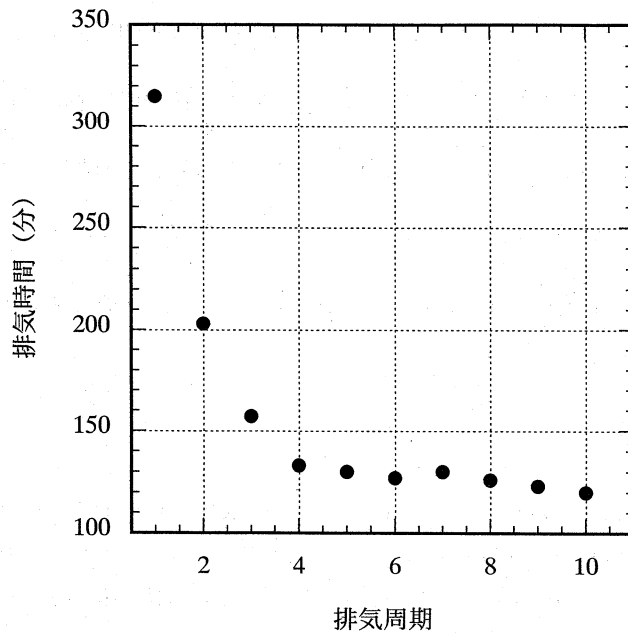


図5： $p = 1.3 \times 10^{-4} (\text{Pa})$ まで圧力低下するのに要する排気周期ごとの排気時間。

この原因としては、温度、湿度等気体の条件、試料の表面処理状態や排気履歴の違いなどが考えられる¹⁴⁾。今回得られた値は参照値と同じ範囲にあるが、その中では高めの値となっている。その主な原因として、真空容器の主要部が約4年間大気に曝された状態に置かれていたため、容器内面に表面酸化層が形成され、そこに気体放出源となる水分子の多重吸着層が存在することが考えられる。

図2に示した排気周期ごとの真空排気特性を比較すると、排気周期を重ねるに従い一定の排気特性に近付いている。従って、特定の真空度に達するまでに要する時間を比較すると、排気周期とともに排気時間が短縮されることが分かる。例えば、 $p=1.3\times 10^{-4}$ (Pa) ($=1.0\times 10^{-6}$ Torr)までの圧力低下に要する排気時間は、排気(1)と排気(2)では排気(2)のほうが約110分短縮されており、排気(2)と排気(3)では排気(3)のほうが約45分短縮されている。しかし、排気第4周期以降では時間短縮はごくわずかで、ほぼ一定の排気時間となる。圧力 1.3×10^{-4} (Pa)までの圧力低下に要する排気時間を排気周期ごとに比較した結果を図5に示す。この結果から、この真空容器は、大気開放状態から3回の予備排気を行うことにより、第4周期以降はほぼ同じ排気特性を示すことが分かる。従って、真空容器を大気開放した場合、3回の予備排気を行えば、それ以降は同じ排気特性の下で実験が可能となる。

5. 結論

新たに製作した容器を接続したステンレス鋼真空容器を常温で真空排気した結果、初期排気特性は $p=p_0t^{-0.93}$ と表すことができた。この結果は、従来示された排気時間のべき乗則とよく一致している。また、初期排気に対して、排気開始後1時間と6時間の気体放出速度を求めると、各々 1.6×10^{-4} ($\text{Pam}^3\text{s}^{-1}\text{m}^{-2}$)、 3.3×10^{-5} ($\text{Pam}^3\text{s}^{-1}\text{m}^{-2}$)であった。これらの値は、参照値と同じ範囲にある。更に、第10周期後に引き続いて実施した49時間の排気では、到達圧力 1.3×10^{-5} (Pa)を得た。以上3つの異なる真空特性の測定結果から、この真空容器は真真空的に十分健全であることが確かめられた。

また、一連の常温排気特性を比較した結果、大気開放状態から3回の予備排気を行うことにより、それ以降はほぼ同じ真空排気特性が得られることが分かった。

参 考 文 献

- 1) P. A. Redhead: Foundations of Vacuum Science and Technology. ed. J. M. Lafferty. New York, John Wiley & Sons. 1998, pp 625-656
- 2) M. Mushiaki, K. Akaishi, Y. Funato, Y. Kubota and O. Motojima: Pumping down characteristics of LaB₆ and TiN coated vacuum vessel prepared by magnetron sputtering. Vacuum 47: 627-659, 1996
- 3) 熊谷寛夫, 富永五郎編著: 物理学選書11 真空の物理と応用. 裳華房. 昭和61, pp 401-402
- 4) R. Calder and G. Levin: Reduction of stainless-steel outgassing in ultra-high vacuum. Brit. J. Appl. Phys. 18: 1459-1472, 1967
- 5) 尾高憲二, 佐藤修, 吉野智哉: in situ 450°CベーキングによるSUS304のガス放出低減. 真空42

- : 37-40, 1999
- 6) 富永五郎, 中村和幸, 村上義夫: 常温排気法に関する調査. JAERI-M 83-112. 1983
 - 7) R. S. Barton and R. P. Govier: The effect of cleaning technique on the outgassing rate of 18/9/1 stainless steel. Vacuum 20: 1-6, 1970
 - 8) H. F. Dylla, D. M. Manos and P. H. LaMarche: Correlation of outgassing of stainless steel and aluminum with various surface treatments. J. Vac. Sci. Technol. A 11: 2623-2636, 1993.
 - 9) J. F. O'Hanlon: Ultrahigh vacuum in the semiconductor industry. J. Vac. Sci. Technol. A 11: 921-927, 1994
 - 10) 赤石憲也, 江崎和弘, 久保田雄輔, 本島修, 虫明基: 常温排気真空系のガス放出率の排気速度依存性実験. 真空8: 266-270, 1995
 - 11) 尾高健二, 佐藤修: 排気の繰り返しによるステンレス鋼のベーキング前ガス放出速度の低減. 真空43: 820-823, 2000
 - 12) W. Schwarz: Foundations of Vacuum Science and Technology. ed. J. M. Lafferty. New York, John Wiley & Sons. 1998, pp 507-546
 - 13) (a)日本真空技術(株)編: 真空ハンドブック. オーム社. 平成4, pp 45-47
(b)林主税編: 実験物理学講座4 真空技術. 共立出版. 1985, pp 427-512
(c)熊谷寛夫, 富永五郎編著: 物理学選書11 真空の物理と応用. 裳華房. 昭和61, pp 191-200
(d)応用物理学会編: 応用物理データブック. 丸善. 平成6, pp 749-751
(e)真空技術常用諸表編集委員会編: 真空技術講座12 真空技術常用諸表. 日刊工業新聞. 1965, pp 229-232
(f)中島敏, 富永五郎, 石井博, 中川洋, 柳橋哲夫, 吉田清史編: 真空工学ハンドブック. 朝倉書店. 昭和43, pp 269-271
(g)R. J. Elsey: Outgassing of vacuum materials-II. Vacuum 25: 347-361, 1975
 - 14) 堀越源一, 小林正典: ガス放出過程の考え方. 真空23: 476-479, 1980