

## ステンレス鋼製真空容器の気体放出速度特性

川崎医科大学 自然科学教室

虫明 基

(平成22年 9月30日受理)

Characteristics of outgassing rates of a stainless steel vacuum vessel

MUSHIAKI Motoi

*Department of Natural Sciences, Kawasaki Medical School,*

*577 Matsushima, Kurashiki, Okayama, 701-0192 Japan*

*(Received on September 30, 2010)*

### 概 要

大気曝露されていたステンレス鋼製真空容器を常温で真空排気し、真空容器の気体放出速度を流量法と圧力上昇法で測定した。真空容器は排気と圧力上昇を途中大気に曝すことなく一定周期で繰り返し、排気平衡状態と圧力上昇開始時に気体放出速度を測定した。その結果、圧力上昇法で得られた気体放出速度 $q_b$ は流量法で得られた気体放出速度 $q_p$ より小さいことが確認された。排気を繰り返し、真空容器の清浄度が高まるに従い $q_b$ 、 $q_p$ は共に減少したが、両者の比 $q_b/q_p$ は一定ではなく、気体放出速度の低下と共にその値が低下することが確認された。更に、この比と $q_p$ の間には $\log\left(\frac{q_b}{q_p}\right) \propto \log q_p$ なる関係が実験的に見出された。

キーワード：気体放出速度，真空容器，ステンレス鋼

### Abstract

A stainless steel vacuum vessel which had been exposed to the air was evacuated at a normal temperature and an outgassing rate of the vacuum vessel was measured by through-put method and build-up method. Evacuation and pressure build-up were repeated in a given period of time without exposure of the vacuum vessel to the air. The outgassing rates were measured at an evacuation equilibrium state and at a starting point in a pressure-rise period. It was confirmed that the outgassing rate  $q_b$  measured by build-up method was less than that measured by through-put method  $q_p$ . Then,  $q_b$  and  $q_p$  were both decreased according to cleanliness of the vessel, and the ratio  $q_b/q_p$  did not show a given value but the ratio decreased with reduction of the outgassing rate; moreover, the following relation was found experimentally that  $\log\left(\frac{q_b}{q_p}\right) \propto \log q_p$ .

Key words: outgassing rate, vacuum vessel, stainless steel

## 1. はじめに

大型超高真空装置は、核融合実験装置<sup>1-3)</sup>、加速器<sup>4-7)</sup>等の基礎科学分野のみならずFPDや太陽光パネル製造用スパッタリング装置<sup>8-11)</sup>等の産業分野でも広く使用されている。

これら超高真空装置は通常ステンレス鋼製で、超高真空を得るためには真空容器をベーキング処理するのが一般的であるが、真空容器内部の構造物や周辺機器への高温の悪影響を避けるため、また、真空容器自身への熱負荷を減らすためにベーキング温度を下げたり、低温で処理を行う場合もある。

大気に曝されていた真空容器を常温で真空排気する方法を考える場合、真空容器内の主要な残留気体は水分子<sup>12-14)</sup>であるので、真空容器を超高真空状態に到達させるためにはこの水分子を容器内から除去する必要がある。残留水分子は、真空容器内壁表面上で吸着と脱離を繰り返しながら排気されていくと考えられ<sup>15)</sup>、水分子除去による真空容器清浄化の程度は、内壁表面の気体放出速度で示される。気体放出速度は流量法か圧力上昇(ビルドアップ)法<sup>16)</sup>で測定されるのが一般的である。しかし、これら2つの方法で得られる測定値には食い違いがあることが知られている<sup>17,18)</sup>。

本研究では、常温のステンレス鋼製真空容器を用いて、上記2つの方法で測定された気体放出速度の特性を調べた。そのために次のような測定方法を取った。まず、大気開放されていた真空容器を一定時間排気し、引き続き真空容器を一定時間閉鎖し、その後、真空容器を大気に曝すことなく同様の排気と閉鎖を同じ時間間隔で繰り返し、その間、繰り返しの各周期ごとに2つの方法で気体放出速度を測定し、測定結果を比較検討した。この方法により、真空容器の清浄化の進展の各過程ごとの気体放出速度を測定することが出来た。

## 2. 実験

実験装置の構成を図1に示す。真空容器は、直径150mm長さ500mmの試験容器とマニホールドからなり、いずれもSUS304ステンレス鋼製で、装置の組み立てには超高真空対応のICFフランジを使用した。試験容器、マニホールドを含めた真空容器全体の体積は $1.8 \times 10^{-2} \text{ m}^3$ 、内部表面積は $0.57 \text{ m}^2$ である。真空排気系は排気速度公称値 $0.25 \text{ m}^3/\text{s}$  ( $\text{N}^2$ )のターボ分子ポンプと $0.12 \text{ m}^3/\text{min}$ の油回転ポンプから成る。ゲートバルブと導管のコンダクタンスを含めたターボ分子ポンプの実行排気速度は $0.16 \text{ m}^3/\text{s}$ である。圧力測定にはB-A真空計を用いた。

実験方法は、大気曝露した真空容器を常温で6時間排気し、その後引き続いてゲートバルブを閉鎖して圧力上昇(ビルドアップ)を18時間継続し、以下同様の時間間隔で、真空容器内壁表面を大気にさらすことなくゲートバルブの開放と閉鎖を7回連続して繰り返して、排気時と圧力上昇時の圧力をB-A真空計で測定するものである。気体放出速度は、真空排気を6時間継続し、排気停止直前および直後にそれぞれ流量法あるいは圧力上昇法で求めた。真空排気とビルドアップの繰り返しの時間経過を図2に示す。排気期間とそれに続く圧力上昇期間を一まとめの期間として周期と呼ぶことにし、大気曝露終了後の排気から数えて第1周期、第2周期の様に表記する。

## 3. 実験結果と議論

第1周期から第7周期までの圧力測定結果を図3aに、ビルドアップ時のみの圧力変化を図3bに示す。また、ビルドアップ時の圧力変化を等間隔座標で表した結果を第1周期と第2周期について図3cに示した。

排気方程式は $V \frac{dp}{dt} = -Sp + Q$ と表せる<sup>19)</sup>。ここに、 $V$ は真空容器の体積、 $S$ は排気速度、 $Q$ は単位時間当たりの真空容器内への気体の放出量

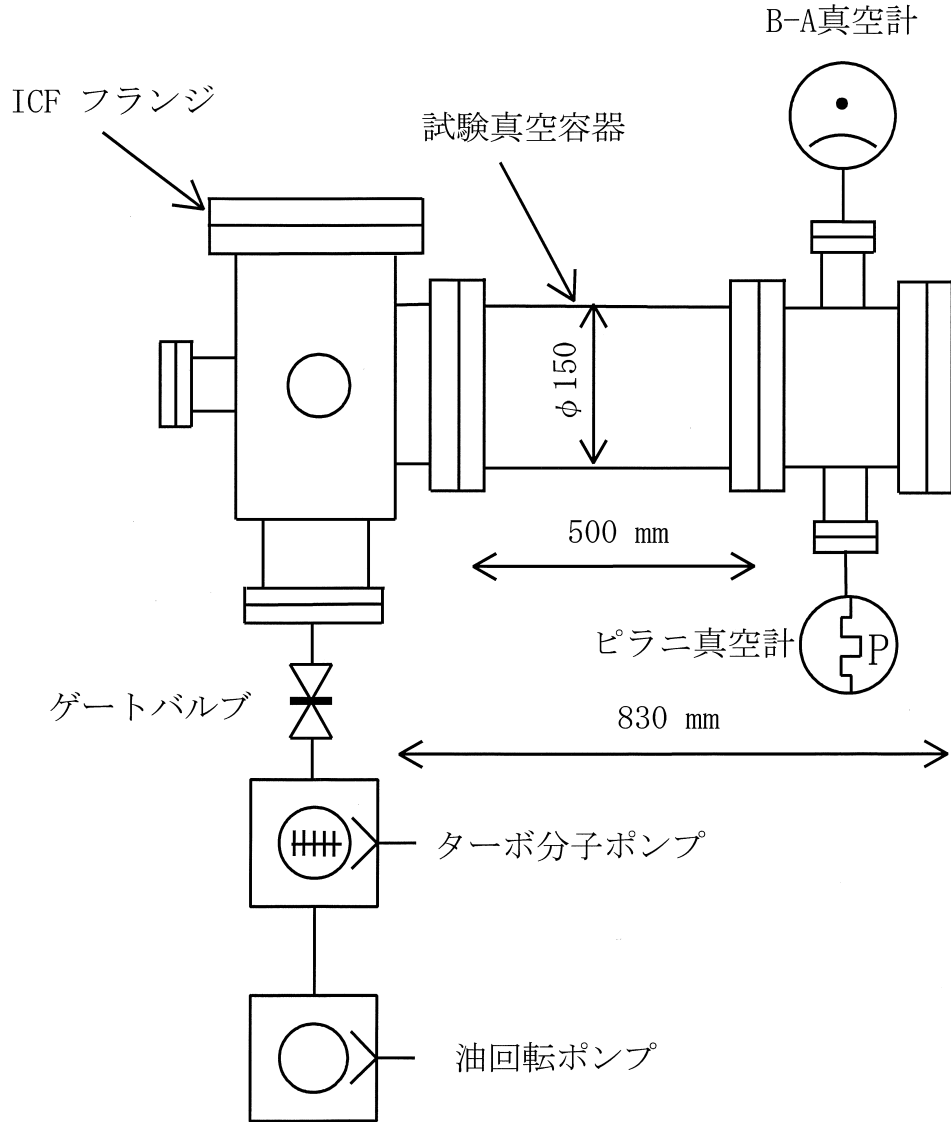


図1 実験装置

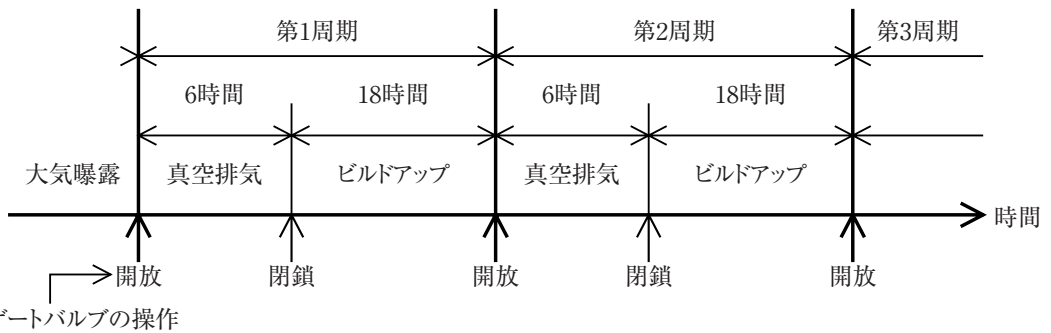


図2 真空排気とビルドアップの繰り返しの時間経過

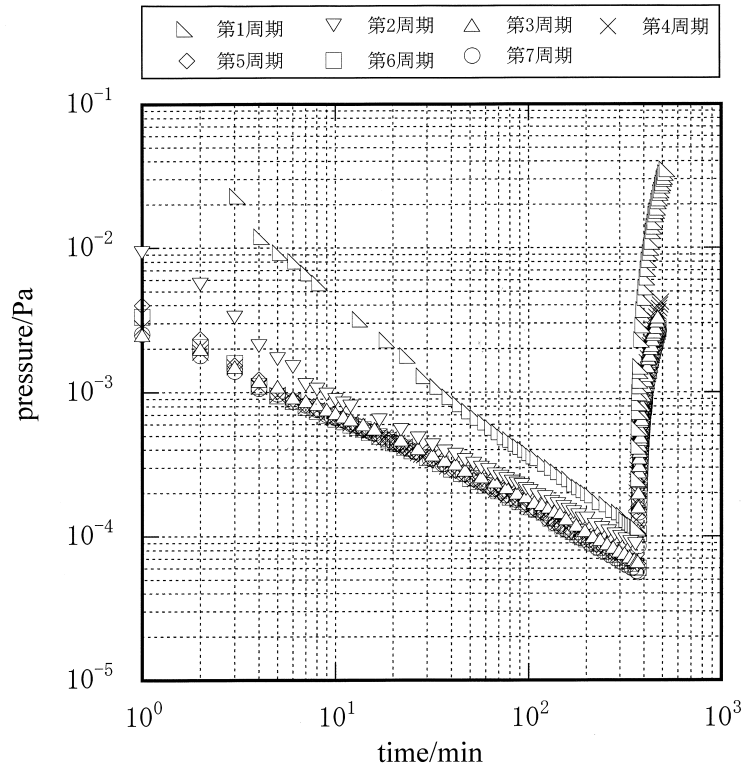


図 3 a 第1周期から第7周期までの圧力測定結果

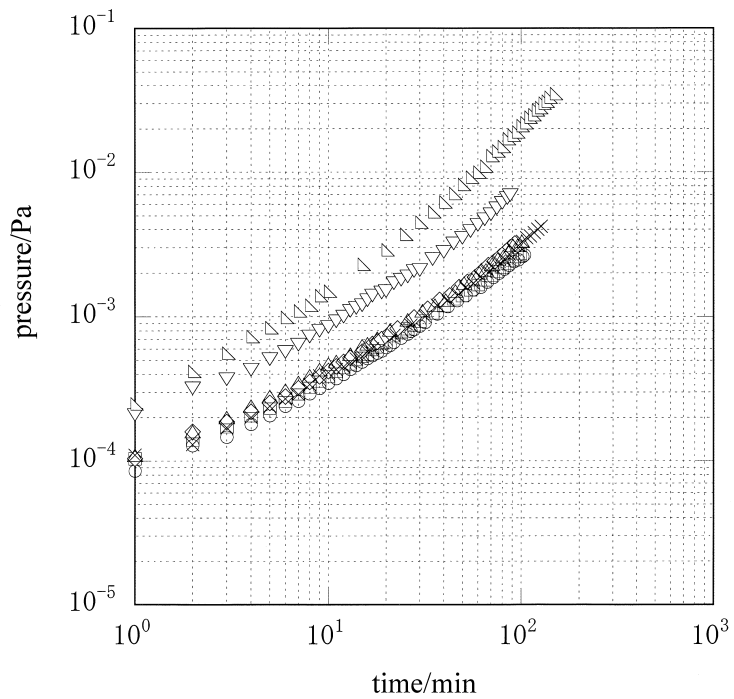


図 3 b ビルドアップ時のみの圧力変化 (時間はビルドアップ開始時点を基準とした)

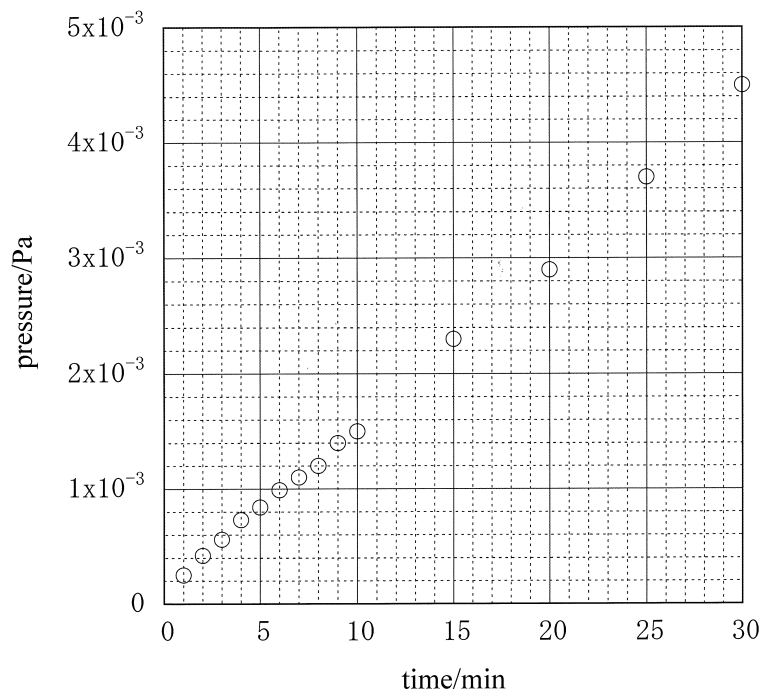


図 3 c ( i ) ビルドアップ時の圧力変化の等間隔座標での表示：第 1 周期

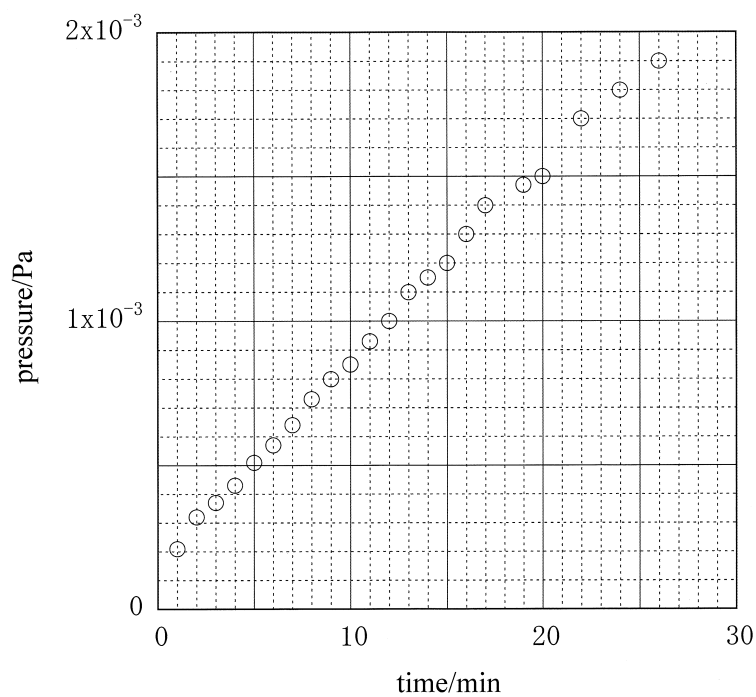


図 3 c ( ii ) ビルドアップ時の圧力変化の等間隔座標での表示：第 2 周期

である。排気平衡状態では、単位表面積当たりの気体放出速度 $q_b$ は、真空容器の内部表面積を $A$ とすると、 $q_b = \frac{S}{A} p$  である。ビルドアップ時の単位表面積当たりの気体放出速度 $q_b$ は、

$$q_b = \frac{V}{A} \frac{dp}{dt}$$

真空容器を6時間排気したときの到達圧力 $p_0$ と算出された気体放出速度 $q_b$ の7回分の結果を表1に示す。一般に提示されている気体放出速度のデータ<sup>20)</sup>は、試料の標準化が困難であるためばらつきが大きい、ここで得られた値はそれら一般に示されているデータの範囲内にある。排気を停止し、ビルドアップに切り替わった時点での気体放出速度 $q_b$ を第1周期から第7周期まで求めた結果を表2に示す。

気体放出速度は、ビルドアップ法で測定される値 $q_b$ が流量法で測定される値 $q_p$ より小さいことが実験的に知られているが<sup>17,18)</sup>、今回得られた結果も同じ傾向を示している。更に今回の結

表1 到達圧力 $p_0$ と気体放出速度 $q_p$ の7周期分の値

|      | $p_0/\text{Pa}$ | $q_p/(\text{Pa m}^3 \text{ s}^{-1} \text{ m}^2)$ |
|------|-----------------|--|
| 第1周期 | 1.1.E-04        | 3.1E-05  |
| 第2周期 | 8.8.E-05        | 2.5E-05  |
| 第3周期 | 6.7.E-05        | 1.9E-05  |
| 第4周期 | 6.4.E-05        | 1.8E-05  |
| 第5周期 | 6.4.E-05        | 1.8E-05  |
| 第6周期 | 6.0.E-05        | 1.7E-05  |
| 第7周期 | 5.6.E-05        | 1.6E-05  |

表2 ビルドアップ開始時点で求めた気体放出速度 $q_b$ および比 $\frac{q_b}{q_p}$ の7周期分の値

|      | $q_b/(\text{Pa m}^3 \text{ s}^{-1} \text{ m}^2)$ | $q_b/q_p$ |
|------|--|-----------|
| 第1周期 | 7.5E-05  | 2.4.E-03  |
| 第2周期 | 3.9E-05  | 1.6.E-03  |
| 第3周期 | 2.1E-05  | 1.1.E-03  |
| 第4周期 | 1.6E-05  | 8.9.E-04  |
| 第5周期 | 1.8E-05  | 1.0.E-03  |
| 第6周期 | 1.6E-05  | 9.4.E-04  |
| 第7周期 | 1.4E-05  | 8.8.E-04  |

果は、測定回数が増すに従って真空容器の清浄化が進んでいるため $q_b$ 、 $q_p$ ともに減少するが、減少の程度は $q_b$ の方が $q_p$ より大きいことを示している。 $q_b$ と $q_p$ の周期ごとの変化を明らかにするために両者の比 $\frac{q_b}{q_p}$ を求め表2に示している。更に、比 $\frac{q_b}{q_p}$ と $q_p$ の関係を図4に示した。図4は $\log\left(\frac{q_b}{q_p}\right) \propto \log q_p$ なる関係を示唆しており、 $q_b$ は $q_p$ に対して常に一定の割合で小さいのではなく、気体放出速度の低下に伴って $q_b$ に対する $q_p$ の割合が減少することを示している。

#### 4. まとめ

大気曝露した常温のステンレス鋼製真空容器の気体放出速度を流量法とビルドアップ法で測定し、2つの方法で得られた値を比較した。実験は、真空容器内壁を大気に曝すことなく排気とビルドアップを一定時間継続し、それを繰り返す方法で実施した。その結果、以下の事柄が示された。

- a ビルドアップ法で測定される気体放出速度 $q_b$ は、流量法で測定された気体放出速度 $q_p$ より小さい値であることが確認された。
- s  $q_p$ 、 $q_b$ はいずれも真空容器内壁の清浄化の進展と共に減少した。
- d  $q_b$ と $q_p$ の間には $\log\left(\frac{q_b}{q_p}\right) \propto \log q_p$ なる関係が実験的に見出され、 $q_p$ に対する $q_b$ の比は一定ではなく、気体放出速度の低下に伴ってこの比は減少する。

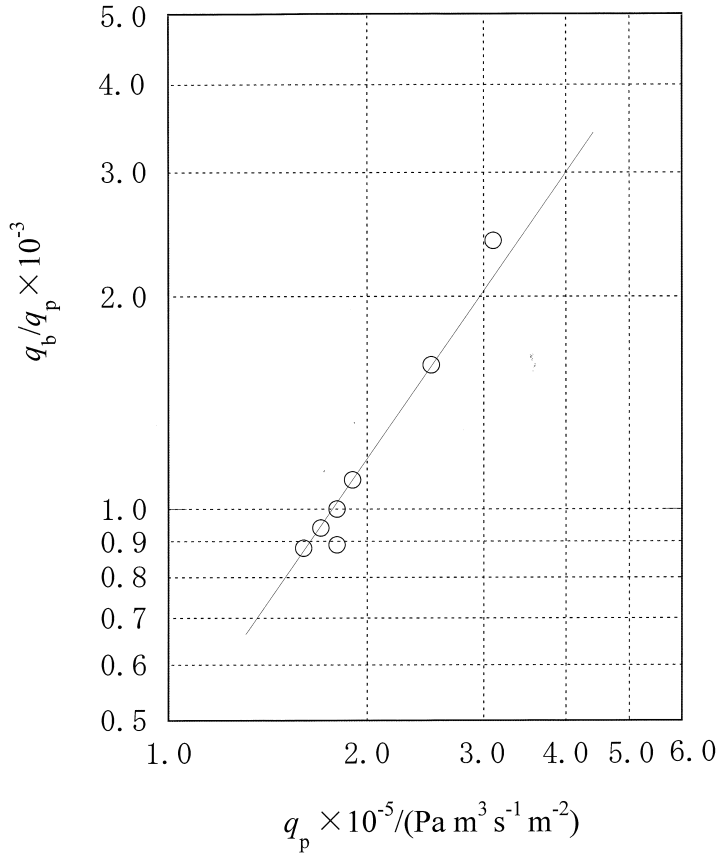


図4 気体放出速度の比  $\frac{q_b}{q_p}$  と  $q_p$  の関係

参考文献

- 1) 小野塚正紀, 中平昌隆: 真空容器の構造を理解する. J Plasma Fusion Res 82: 599-608, 2006
- 2) 伊藤裕, 古山昌之, 太田充: 核融合における技術革新a —閉じ込め装置本体—. J Plasma Fusion Res 85: 287-306, 2009
- 3) Fauser F, Murdoch D K, Dinner P J: Vacuum system concepts for NET and ITER. Vacuum 41:1497-1499, 1990
- 4) Kamiya J, Kinsho M, Ogiwara N, Kuramochi M, Ueno T, Takayanagi T, Takeda O, Watanabe M, Yamazaki Y, Yoshimoto M: Reduction of Outgassing for Suppressing Electrical Breakdown in the Kicker Magnet of J-PARC RCS. J Vac Soc Jpn 50: 371-377, 2007
- 5) 齊藤芳男: 大型真空システムに利用される最近の材料. J Vac Soc Jpn 50: 453-459, 2007
- 6) Wolf J: Size Matters: The Vacuum System of the KATRIN Neutrino Experiment. J Vac Soc Jpn 52: 278-284, 2009
- 7) Jimenez J M: LHC World Largest Vacuum Systems Being Commissioned at CERN. J Vac Soc Jpn 52: 285-2291, 2009
- 8) 平井明, 三本勝, 阿部猪佐雄, 石田茂: ガラス基板の大型化に対応する液晶真空充填システム. 日立評論90: 62-65, 2008
- 9) 片山佳人: 大面積ガラスへのスパッタ・コーティング. J Vac Soc Jpn 51: 8-14, 2008
- 10) 砂賀芳男: フラットパネルディスプレイ (FPD) 製造用大型スパッタリング装置の現状と課題.

J Vac Soc Jpn 50: 28-33, 2007

- 11) 石橋啓次：企業から見たスパッタリング技術の進展と今後への期待. J Vac Soc Jpn 50: 9-14, 2007
- 12) Dylla H F, Manos D M, LaMarche P H: Correlation of outgassing of stainless steel and aluminum with various surface treatment. J Vac Sci Technol A11: 2623-2636, 1993
- 13) Berman A: Water vapor in vacuum systems. Vacuum 47: 327-332, 1996
- 14) Chan C K, Cheng Y T, Hsiung G Y, Chan B J, Ou Y C, Yang C Y, Chen J R: Effect of environmental humidity on rate of thermal outgassing. Vacuum 84: 747-750, 2010
- 15) 堀越源一：真空技術 第3版. 東京, 東京大学出版会. 2003, pp 121-178
- 16) 辻泰：気体と固体. 「物理学選書11 真空の物理と応用」(熊谷寛夫, 富永五郎編), 第9版. 東京, 裳華房. 昭和61, pp 117-207
- 17) 赤石憲也：圧力上昇法と流量法とで測定した非バーク真空系のガス放出率の違い. J Vac Soc Jpn 44: 598-600, 2001
- 18) 赤石憲也：真空装置のガス放出特性(I). J Vac Soc Jpn 79: 518-523, 2003
- 19) 熊富永五郎：真空装置の特性. 「物理学選書11 真空の物理と応用」(熊谷寛夫, 富永五郎編), 第9版. 東京, 裳華房. 昭和61, pp 376-423
- 20) 虫明基：ステンレス鋼真空容器の常温排気特性. 川崎医学会誌一般教養篇28: 31-38, 2002