

資格試験と例題による解説(4)

資格認定委員会試験委員会 (監修) 委員長 中山勝矢

前回は、気体の発生源とそれを除去する排気系で構成される真空システムでは、必ず気体の流れがあるということを述べた。

気体の発生は、漏れによる外部からの気体の流入と壁面からの気体放出とに分けられる。漏れについては後にゆずり、今回は壁面からの気体放出を取り上げる。真空装置に気体を導入し装置内部で化学反応を伴うような利用を行っているとき、これによる気体の発生量は利用者が自ら推定することなので、ここでは取り上げない。

3. 気体の放出

3.1 残留気体と排気時間

大気圧から排気していったとしても、残っている気体が大気の組成のままということは、排気が進んだ場合はほとんどない。残留気体の種類は、真空システムにおける気体の放出と関係が深いからである。

それではどのような気体が残っているのか。大雑把でもいいから常に頭に描けるのが真空技術者たる所以である。その点について訊ねているのが次の例題である。

例題16 (2級)

大気圧から高真空まで連続して排気していった場合、特別に外から気体を導入していないとして、この容器内の残留気体はどのようになるか。正しいものを選びなさい。

- 大気圧から排気したのだから、空気とまったく同じ組成で、窒素と酸素を中心とした気体である。
- 窒素は分子量が小さいから早く排気され、どちらかといえば酸素が比較的多く残っている。
- 加熱脱ガスしない限りは、大部分が容器表面から出る水蒸気や有機物になっている。
- 一般に真空ポンプは水蒸気を排気しにくいので、水蒸気だけが残ってしまう。
- 容器製作の段階で十分に酸洗いしたから、有機物は残っていないはずで、残るのは主に窒素と酸素である。

高真空まで排気するという条件が予め設けられている。したがって正解は(c)である。

空間に存在する気体を排気するだけならば次の式が成り立つ。これは真空技術にとってもっとも基本になる式である。

$$p = p_0 \exp\left(-\frac{S}{V}t\right) \quad (1)$$

ここで p は時間 t のときの容器内の圧力、 p_0 は排気を開始したときの圧力、 V は真空容器の容積、 S は真空ポンプの排気速度である。

排気がこの式のとおりに進むならば、 p はきわめて短時間で極高真空に達してしまう。残念ながら実際は、そのようになっていない。それは何故なのか。

多くの場合、中真空から高真空に至るにつれて圧力 p は、ほぼ $1/t$ に比例して低下していくことが知られている。つまり圧力 p と時間 t の関係を両対数方眼紙の上に描いていくと勾配がほぼ -1 の直線になるのである。これでは排気に驚くほど時間がかかってしまう。

このことは、最初に空間に存在した空気はたちまちになくなり、もっぱら器壁から脱離してくる気体を排気していることを意味している。

実はさまざまな真空用材料の気体放出量(気体放出速度)の時間経過を調べてみると、気体放出量は数値も違っているのに、その減少の仕方は $1/t$ に比例しているものが多い。したがって、真空ポンプの排気速度が圧力にそれほど依存しないと考えれば、容器内の圧力の低下は、ポンプの負荷である容器内壁や材料表面からの気体放出量がほぼ $1/t$ に比例して減少していくことと強く結びついていることが分かる。このことが、必要とする圧力までの排気時間が(1)式で想像するよりも非常に長くなり、到達圧力の考え方を導入しなければならない理由である。

この問題は排気時間に関係することなので、真空技術者としては無関心では済まされない。これは真空技術にとって基本的な事柄なので、出題されることが多い。十分に理解しておくことが必要である。

3.2 加熱脱ガス操作

とにかく低圧になればいいといった簡単な真空利用ではなく、高真空、あるいは超高真空を必要とする高度な利用になったとき、ただ単に圧力(残留気体の密度)だけではなく真空の質(残留気体の組成)にも注目が集まるようになった。これを端的に言い表した言葉が「ウェットバキューム」であり「ドライバキューム」であった。

ウェットバキュームには汚染という語感が漂う。そのときの残留気体は、大部分が水蒸気と有機物系の気体であった。これは、器壁に吸着していた大気中の水蒸気と排気系から逆流した油蒸気だったのである。

これらは表面研究や薄膜作成にとっては、百害あって一利なしである。その対策として、加熱脱ガス操作と油を使わない排気系とが開発された。加熱脱ガスに関しては、次のような出題の例がある。

例題17 (1級)

超高真空に到達するステンレス鋼製真空装置でよく行われている 250°C 程度の加熱脱ガス操作について、正しいと思われる説明はどれか。

- 金属容器表面から加工歪を取り除けば気体放出が減るため。
- 高い温度で気体放出を促し、温度を下げたときの気体放出量を減らすため。

- (c) 金属壁についている有機性の物質を熱分解するため.
- (d) 真空容器の内面を不活性にして気体の吸着を妨げるため.
- (e) 金属表面を化学的に不活性化して気体の化学変化を防ぐため.

加熱脱ガス操作には馴染んでいても、その意味をきちんと理解していないと迷うかもしれない。正解は(b)である。

この類の出題は、1級に限らない。また、年度によって選択肢を次のように変えて出題されることがある。たとえば、「250°C以下の温度の加熱脱ガス操作の主な理由」として解答選択肢に次のようなものがあった。

- 「(a') 金属部分の加工歪を取り、吸着面積を減少させるため」
- 「(b') リークを起こす微細な穴を可能な限りふさぐため」
- 「(c') 金属材料の内部に吸蔵されている水蒸気や有機物の脱離を促進するため」

これらはいずれも誤りである。ベーキング操作といわれる加熱操作は脱ガスのためとは思いながらも、このようにいろいろ並べられると、これもあれも正しいのではないかと迷うことになる。出題が複数の正解を選択する組み合わせ型であればなおのことである。この点も念頭において、加熱脱ガス操作を掘り下げて考えておく必要がある。

加熱脱ガス操作により放出気体の低減が行われた後に見られる主な残留気体は水素、メタン、一酸化炭素、窒素、酸素、アルゴンなどである。それらがどこから来ているのか、これは一概にはいえない。しかし現実には遭遇する課題であるだけに、出題の対象になる可能性は小さくない。

3.3 真空材料と気体放出量

漏れがあれば、大気成分である窒素、酸素、アルゴンなどが多くなるのは当然である。

一方で真空装置に使われる金属やゴムには吸蔵気体と呼ばれて、内部の隙間に溜まっている気体や溶解している気体がある。これらは大気の成分と同じとは限らない。種類が把握できていない場合の方が多い。

材料内部の隙間はしばしば巣とも呼ばれるが、そこに捉えられていた気体は徐々に放出されてくる。また金属では、巣がなくても材料自身に一般に水素が溶解していることも多い。さらに、炭素が表面に存在していると残留気体の水と反応して表面で一酸化炭素や炭化水素に変わって脱離する。材料ごとの細かい脱離の過程のことは出題の対象になりにくい。概念的に承知しているかどうかを訊ねられることがある。

例題18 (2級)

高真空用の容器を作る場合、気体放出量の観点から適切でないと思われる材料を含む組み合わせは次のうちどれか。

- (a) アルミ合金、ステンレス鋼
- (b) ガラス、サファイア
- (c) 黄銅、鋳鉄
- (d) 無酸素銅、モリブデン
- (e) セラミックス、チタン

黄銅と鋳鉄は内部に巣が出来やすく、また、黄銅は蒸気圧の高い亜鉛を含み、鉄は水素を吸蔵しやすい。したがって適

切でないのは、(c)であり、これを選べば正解である。

気体の放出量は条件によって大幅に異なるので、特定の材料の気体放出量について定量的な数値を訊ねる問題は作りにくい。

そこで、排気によって気体放出量が次第に減少すること、汚れと洗浄方法、具体的な方法とその効果、加熱脱ガス操作とその意味、材料の許容温度と加熱脱ガス温度との関係、さまざまな材料の目的の応じた適否などについて訊ねることになる。いずれにしても出題の目的は、気体の放出という現象と真空技術とのかかわりについて、理解の程度を評価することにある。

気体の放出量には幅があるが、材料そのものの優劣を調べてみると比較的明確である。バイトンに比べたら天然ゴムの気体放出量は一桁多い。金属はバイトンに比べて一桁から二桁少ないといった程度のことは、常識として記憶しておく必要がある。

純金属、合金、高分子材料など、他の物理的な性質と結びつけて整理し、おおよその値を記憶しておくことが大切である。付け加えて言えば、おおよそ真空技術の分野で今日使われている材料の名称はすべて承知していることを前提に出題している。

高分子材料には気体の透過という問題がある。たとえばガasketにゴムを使ったとき、ゴムの種類によっては大気からの水蒸気が透過して入ってくることがある。漏れ探しの最中に、吹き付けられてヘリウムが透過して入ってくことは広く経験されている。

超高真空の開発に関連して、硬質ガラスや石英ガラスにおける大気中のヘリウムの透過が報告されたことがある。個々の数値は別として、このような現象があることは承知しておく方がよい。

なお気体放出量という場合、全量を指しているときと単位面積当たりの場合とがある。また多くの場合に単位時間当たりの気体放出量、つまり気体放出速度を指していることがあるので、混乱しないように注意することが必要である。

表面に吸着している気体は決して少ないものではない。仮に吸着している分子がすべて空間に放出されたときのことを想像してみたことがあるだろうか。そのようなことを理解しているか否かを訊ねた例題を、最後に掲げておく。

例題19 (1級)

十分に冷却された内径0.2 mの球状の容器があり、容器内壁には窒素分子が単分子層だけ吸着し、空間の圧力はゼロと見なせるとする。容器の温度が20°Cまで上昇し、窒素分子が全部空間に脱離したとしたら、空間の圧力はおおよそどのくらいになるか。容器内には窒素以外の気体分子は存在せず、単分子層の吸着分子密度はおおよそ 1×10^{19} 個/m²とする。

- (a) 0.12 Pa, (b) 0.4 Pa, (c) 1.2 Pa, (d) 4 Pa, (e) 12 Pa

正解は(c)であるが、出題されたときの正答率は約55%であった。ちょっと残念な気がする。日ごろこのような計算に慣れておくことが大切である。

次回は「排気系1」として解説する。(続く)