

## 2-9 真空実験技術

### 概要

学部の学生実験で使う圧力 1 Pa 程度の真空から、卒業研究・大学院の研究で使う可能性のある  $10^{-8}$  Pa 程度のいわゆる超高真空までに関わる真空実験技術を解説する。真空という環境が何故必要なのか、言葉を換えると真空がもたらすどのような物理的・化学的環境を利用しようとしているのか、と言う点の再確認から始めて、真空技術を「作る」、「測る」、「容れる」と言う三つの主題に分けて解説する。

### 1. はじめに

「真空」は、技術的分野では大気圧より低い圧力領域を全て指す。真空を使う実験では、圧力は低ければ低いほど良いというのは多くの場合間違っていない。しかし、圧力ゼロを実現することは技術的に不可能であるし、より低い到達圧力を得ようとする、それに必要な労力と経費は急激に増加する。大雑把に見積もって、到達圧力を 3-4 桁下げるのに 10 倍の労力と経費が必要になるというところであろう。しかし十分な真空環境が整っていなければ、実験の能率は落ちるし、実験結果も満足な質のものが得られない。従って、実験の目的を達するために必要な真空の程度を見極め、それを実現するための経済性も考慮した計画が必要になる。

### 2. 真空が与える環境

真空の程度を表すために用いられる物理量は圧力  $p$  [ $\text{Pa} = \text{N} \cdot \text{m}^{-2}$ ] である。しかし、文字通り力学的な「気体の圧力」が小さいことを利用するのは、限られた圧力領域である。それでは、我々は真空が与えるどのような性質・環境を利用しているのだろうか。まずは、身近なところでの真空の利用を思い浮かべてみよう。図 1 は真空を利用する装置・技術をそれらが利用する典型的な圧力の値の所に並べたものである。それらの技術・装置が真空環境のもたらすどのような特性を利用しているのかを見つけることはそれほど難しくないのである。それらを右側に記載した。力学的な力が小さいことを利用したいのならば、大気圧以下 1 桁の範囲で事足りる。その他のキーワードは、熱伝導率、化学的不活性、粘性抵抗、等々である。これらは、気体分子密度  $n$ 、空間を飛ぶ粒子の平均自由行程  $\lambda$ 、面への分子の入射頻度  $\Gamma$  などの基本的な物理量から理解することができる。これらはそれぞれ以下の様に圧力  $p$  と関係づけられる。

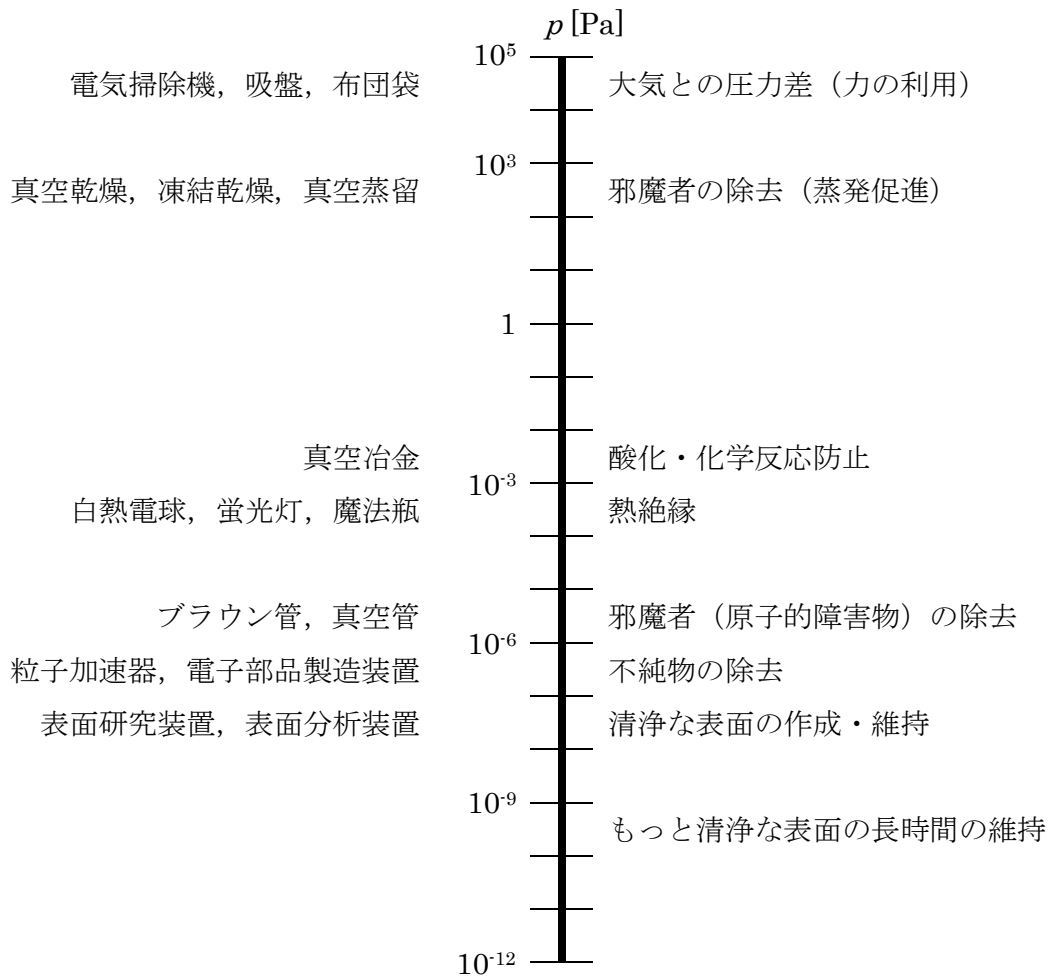


図1. 種々の技術で利用される真空のおよその圧力と真空を利用する理由と目的

$$n = \frac{p}{kT} \quad \text{式 1}$$

$$\lambda = \frac{1}{\sqrt{2} \pi n d^2} = \frac{kT}{\sqrt{2} \pi p d^2} \quad \text{式 2}$$

$$\Gamma = \frac{1}{4} n \langle v \rangle = \frac{p}{\sqrt{2} \pi m k T} \quad \text{式 3}$$

ここで、 $k$  はボルツマン定数、 $T$  は気体の温度、 $d$  は気体分子の直径、 $\langle v \rangle$  は気体分子の平均速度、 $m$  は気体分子の質量である。(式2、3の導出は、気体分子運動論の基本的な演習問題である。)

室温 ( $T = 293$  K) の窒素気体 (mol 質量  $m = 28\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$ ,  $d = 0.37$  nm の球と近似する) を例にとってこれらの値を計算してみると、 $\lambda = 1$  m となるのは  $p = 6.7 \times 10^{-3}$  Pa,  $\Gamma = 1 \times 10^{19} \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  となるのは  $p = 3.4 \times 10^{-4}$  Pa である。 $\lambda$  は  $p$  に反比例、 $\Gamma$  は  $p$  に比例するので、

異なる圧力でのこれらの換算は容易である。

平均自由行程  $\lambda$  を、気体の運動している空間の代表的な大きさ  $D$ 、例えば容器の内径あるいは気体にさらされている物体の大きさと比較しながら、多数の気体分子の運動を思い描いてみれば、 $\lambda > D$ であれば気体分子同士の衝突よりも気体分子と容器や物体との衝突が系内のエネルギーや運動量の交換などが関わる様々な現象を支配していること、また、 $\lambda < D$ であれば、気体分子同士の間の衝突がそれらを支配していることが分かるであろう。前者を分子流（状態）、後者を粘性流（状態）と呼ぶ。我々が通常使用する真空容器の大きさ、数 cm から 1 m 程度では、 $1 \times 10^{-2}$  Pa 前後を境にして気体の流れの振る舞いが異なることになる。

面密度  $1 \times 10^{19} \text{ m}^{-2}$  は、我々の身の回りにある固体の表面の再外層にある原子・分子の密度におおよそ相当する。従って、 $p = 3.4 \times 10^{-4}$  Pa で気体分子が表面に  $\Gamma = 1 \times 10^{19} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  の頻度で入射する時、それらが全て表面に付着するならば、1 秒の間に表面は平均して 1 分子層の厚さで覆われることになる。 $\Gamma$ の値は表面を清浄に保つために真空を利用する時の指標となる。

これらの基本的な物理量を念頭に置いて図 1 を見直してみよう。大気との圧力差により生ずる力学的な力そのものを利用するなら、十分の数気圧もあれば充分である。「邪魔者の除去」は真空を利用する目的を広く包括する表現であるが、その物理的意味は様々である。例えば水の蒸発促進は、表面近傍に漂っている水蒸気を取り除くこと、すなわち濃い  $n$  を下げることと言って良いであろう。また、高温の金属を酸化させないためにも真空が利用される。これも  $n$ （特に酸素の）を小さくすることで雰囲気の化学的活性の度合いを下げている。金属の蒸着、電子や各種粒子を飛ばして利用する所では、それらと残留している気体分子の衝突が起こらなくなることで、すなわち  $\lambda$  が十分な長さ、目的に応じて数 cm から数百 km となることが求められる。気体の熱伝導は粘性流状態では気体の圧力に依存しないが、分子流状態になると熱を運ぶ気体の表面入射頻度  $\Gamma$  に比例する。表面に入射する気体は付着すれば表面の汚れとなる。清浄な裸の表面を研究対象とする時には、実験に要する時間、清浄さを維持しなければならない。数時間必要なのであれば、前述の計算から  $\Gamma = 1 \times 10^{15} \text{ m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$  程度となる  $p = 1 \times 10^{-8}$  Pa 台の超高真空が必要となる。

### 3. 真空を作る

容器の中を真空にするためには、気体を排出しなければならない。その時の気体の流れ、排気する能率、そもそも容器の中の気体はどこにどのような状態にいるのか、それらを考慮して、どのように真空装置と排気系を組み立てなければならないかなどが本節の主題である。

#### 3.1 気体の流れ

真空技術の分野では気体の量は圧力と体積の積で表すのが便利である。これを  $pV$ （ピーヴィ）値と呼び単位は  $[\text{Pa} \cdot \text{m}^3]$  である。気体の mol 数  $\nu$  との関係は理想気体の状態方程式  $pV = \nu RT$

から導ける．単位時間あたりの気体の流量  $Q$  の単位は  $[\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}]$  となる．気体は圧力の高いところから低いところへ流れる．その流れ方は容器の大きさと圧力領域によって粘性流と分子流に分けられる．分子流では，その状況を想像すれば分かるように，気体分子は押し合いへし合いして流れているわけではない．圧力の低いところから高いところへ飛ぶ分子もいるので，正味の流量は両方向の流れの差である．管の中の二点の圧力が  $p_1, p_2$  ( $p_1 > p_2$ ) で，その間の流量  $Q$  が圧力差に比例するとして，

$$Q = C(p_1 - p_2) \quad \text{式 4}$$

と書く時， $C$  をその二点間のコンダクタンスと呼ぶ．単位は  $[\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}]$  である．コンダクタンスは，分子流領域では気体の種類と温度と経路の形状で決まるが，粘性流領域では気体の圧力にも依存する．例えば，半径  $a$  の円形断面の導管の中の距離  $l$  の二点間のコンダクタンスは，

$$\text{分子流 } C = \frac{2\pi a^3}{3l} \langle v \rangle = \frac{4}{3} \sqrt{\frac{2\pi kT}{m}} \frac{a^3}{l} \quad \text{式 5}$$

$$\text{粘性流 } C = \frac{\pi}{8\eta} \frac{p_1 + p_2}{2} \frac{a^4}{l} \quad \text{式 6}$$

である．ここで  $m$  は気体分子の質量， $\eta$  は粘性係数である．分子流と粘性流では管径と圧力への依存性が全く異なる．これらの中間の圧力領域を解析的な式で書くのは難しいが，なめらかにつながっていると考えて良い．室温の窒素について， $a = 15 \text{ mm}$ ， $l = 30 \text{ cm}$  とすると，分子流領域では  $C = 1.1 \times 10^{-2} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ ，粘性流領域では，室温の窒素の粘性係数を  $\eta = 1.75 \times 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{s}$  とし，上流の圧力を  $p_1 = 10^5 \text{ Pa}$ ，下流を  $p_2 = 10^4 \text{ Pa}$  と仮定すると  $C = 2.1 \times 10^2 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  となる．一系統の流路（配管）を粘性流領域から分子流領域に渡って使用する場合，粘性流領域でのコンダクタンスは分子流領域のそれに比べて圧倒的に大きくなるので，通常は分子流領域で十分なコンダクタンスが得られるように考慮して配管を設計する．円形断面以外の種々の形状の配管のコンダクタンスは参考文献（真空ハンドブック）を参照されたい．

### 3.2 排気速度

排気速度  $S$  は，単位時間に排除される体積  $[\text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}]$  で表される．これは次の様な仮想的なポンプを考えると分かりやすい．内容積  $b$  のピストンポンプを真空容器につなげて，吸入と外部への排出操作を時間  $\Delta t$  毎に一度行くと，その排気速度は  $S = b/\Delta t$  である．気体の圧力が  $p$  であれば，一回の吸入・排出操作で排気される気体の量は  $pb$   $[\text{Pa} \cdot \text{m}^3]$ ，気体の流量の時間平均は  $pb/\Delta t = Sp$   $[\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}]$  となる．

実際の真空装置では，真空容器と真空ポンプの間に流れの抵抗となる配管，バルブなどが入るため，容器の位置での排気速度（特に有効排気速度と呼ぶこともある）はポンプ固有の排気速度よりも小さくなる．ポンプ固有の排気速度を  $S_0$  とし，配管部分のコンダクタンスを  $C$  とすると有効排気速度  $S$  はそれらの合成，

$$\frac{1}{S} = \frac{1}{S_0} + \frac{1}{C} \quad \text{式 7}$$

となる。以下に現れる排気速度はこの有効排気速度である。

内容積  $V$  の真空容器を排気速度  $S$  のポンプで排気する時の容器内の圧力の時間変化  $p(t)$  は、以下の微分方程式

$$V \frac{dp(t)}{dt} = -Sp(t) \quad \text{式 8}$$

を解けば、

$$p(t) = p_0 \exp\left(-\frac{S}{V}t\right) = p_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) \quad \text{式 9}$$

となる。 $p_0$  は排気開始時 ( $t = 0$ ) の容器内の圧力、 $\tau = V / S$  は排気の時定数と呼ばれる。例えば、容積  $V = 0.02 \text{ m}^3$  の真空容器を有効排気速度  $S = 0.04 \text{ m}^3 \cdot \text{min}^{-1}$  の油回転ポンプで大気圧  $p_0 = 1 \times 10^5 \text{ Pa}$  から排気することを考えてみよう。このときの排気の時定数は  $\tau = 0.5 \text{ min}$  である。上式から分かるように時間  $t$  が  $\tau$  経過する毎に圧力は  $1/e = 0.37$  倍になる。すなわち  $7\tau$  経過するとおおよそ  $1/1000$  となる。上の例では、 $3.5 \text{ min}$  で圧力は  $100 \text{ Pa}$ 、 $7 \text{ min}$  で  $0.1 \text{ Pa}$  に到達する。実際にこの様な排気操作を経験している人ならこれらは納得できる値であろう。次に別の例を考える。より低い圧力領域では、油拡散ポンプやターボ分子ポンプが使われる。その有効排気速度を  $S = 0.05 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  とし、上と同じ容器を排気すると、排気の時定数は  $\tau = 0.4 \text{ s}$  である。 $p_0 = 0.1 \text{ Pa}$  からの排気においても上記の考え方が適応できるのならば、 $2.8 \text{ s}$  で  $10^{-4} \text{ Pa}$ 、 $5.6 \text{ s}$  で  $10^{-7} \text{ Pa}$ 、 $8.4 \text{ s}$  で  $10^{-10} \text{ Pa}$  に到達することになる。しかし現実には数秒で  $10^{-4} \text{ Pa}$  台に入ることはあっても、それ以下の圧力へは、この様な急激な低下は起こらない。この圧力領域では、もはや空間にある気体分子を排気しているのではなく、容器の内壁に吸着している気体がゆっくりと脱離してくるのを空間を経由して排気しているからである。圧力の低下の速さはその脱離の「ゆっくり」の程度によって決まる。気体の種類で分けると、空間に存在して、前述の式に従って排気されるのは窒素、酸素であり、壁面に吸着してそこからゆっくり脱離し排気されるのは水である。

### 3.3 排気系の構成

大気圧から  $10^{-4} \text{ Pa}$  の高真空ないし  $10^{-8} \text{ Pa}$  の超高真空までを 1 つの真空ポンプで排気することはできない。これには、(1) 1 つのポンプで粘性流領域にも分子流領域にも対応できるポンプは無いということと、(2) 1 つのポンプで大気圧と真空との圧力差に耐えられるものはないという二つの意味がある。通常は 2 台以上のポンプで分担することになる。例えば、油回転ポンプと油拡散ポンプの組み合わせ、ダイヤフラムポンプとターボ分子ポンプの組み合わせである。それぞれ、前者で粘性流領域をまず排気し、分子流領域は後者に任す。また定常的な排気動作では、それらを直列に接続して圧力差を分担している。

油回転ポンプ (W. Gaede, 1909 年) と油拡散ポンプ (C. R. Burch, 1928 年) の組み合わせは長い歴史を持つ。現在ではこれらを使えば  $10^{-4}$  Pa の到達圧力が比較的安価にかつ容易に得られる。また細心の注意を払えば  $10^{-8}$  Pa 前後の超高真空を得ることも可能である。しかし油による汚染の問題は深刻である。油回転ポンプからの排気はダクトで室外に排出する必要がある。そのようにしても本体からの油漏れで実験室が汚れる。ポンプ自体を室外あるいは別室に置くのが望ましい。しかし、真空系内の油汚染は、トラップなどを使ったとしても、完全に回避することは難しい。粗排気用のポンプは、排気速度と到達圧力と経済性のどれをとってもいまだに油回転ポンプが最も優れている。それにもかかわらず、油回転ポンプに変わる作動油を用いない種々のドライポンプが考案され商品化されているのは、油汚染が工業的にも大きな問題であるためである。現状ではドライポンプは発展途上にあり、性能、信頼性などまだ定まっていないし、価格も高いが、ダイヤフラムポンプ、スクロールポンプ、スクリーポンプなど様々な原理のポンプが開発・市販され、使う価値を見いだせる領域に達している。可能な限りこれらのドライポンプを粗排気と背圧保持用の前段ポンプとし、ターボ分子ポンプを主ポンプとする組み合わせを用いるのが望ましい。特に  $10^{-6}$  Pa 台以下の超高真空を目標とするならば、油拡散ポンプでは液体窒素トラップが必要となり、装置の加熱脱ガス行程も加わるので、操作が煩雑になる。経済性を考えても総合的にはターボ分子ポンプの方が有利であろう。

### 3.4 排気操作

研究室で  $10^{-4}$  Pa あるいはそれ以下の真空を必要とする実験装置にもっとも適していると考えられるのは現時点ではダイヤフラムポンプとターボ分子ポンプを直列に組み合わせた排気系である。以下ではその操作方法を解説する。

これらのポンプの仕様は広い範囲にわたるが、実験室で使われることの多いのは概ね以下の範囲の製品であろう。

ダイヤフラムポンプ : 排気速度 =  $5\sim 50 \text{ min}^{-1}$ , 到達圧力 =  $50\sim 200 \text{ Pa}$

ターボ分子ポンプ : 排気速度 =  $30\sim 300 \text{ s}^{-1}$ , 到達圧力 =  $10^{-5}\sim 10^{-8} \text{ Pa}$ ,

最大許容背圧 =  $200\sim 2000 \text{ Pa}$ , 水素圧縮比 =  $10^3\sim 10^6$

油回転ポンプに慣れている者にとっては、ダイヤフラムポンプの性能は見劣りがするであろう。許容される流量も小さいので、頻繁に大流量の気体を処理するような真空装置には向いていないと言う点も知っておく必要がある。ターボ分子ポンプは、油拡散ポンプに比べて一般的に優れてはいるものの、水素に対する圧縮率が小さいのが弱点である。従ってターボ分子ポンプの背圧を維持するダイヤフラムポンプはなるべく到達圧力の低い機種を選ぶのが望ましい。しかし、到達圧力  $50 \text{ Pa}$  のダイヤフラムポンプと圧縮比  $10^6$  のターボ分子ポンプを使っても、残留ガスが水素だけと言う極端な場合、到達圧力は  $50 \text{ Pa} / 10^6 = 5 \times 10^{-5} \text{ Pa}$  にしかならない。このため、超高真空領域を目指す時には、ターボ分子ポンプを 2 台直列に繋げ

て圧縮比をかせぐのが常套手段である。大型のターボ分子ポンプの後ろを小型のターボ分子ポンプで引きそれをさらにダイヤフラムポンプで排気することで、 $10^{-8}$  Pa 台の超高真空が得られる。なお、油回転ポンプと油拡散ポンプの排気系では、真空容器本体を油回転ポンプで直接排気する経路が通常必要である。これは油拡散ポンプの始動・停止に時間がかかるため、作動油が高温の状態でもその中を通さずに粗排気を可能とするためである。ターボ分子ポンプでは、始動・停止は容易であり、高速回転していない時ならば大気を通して差し支えないので、粗排気のための迂回経路は必要ない。

大流量の気体を処理しない装置では、経済的な面からも排気速度が小さく到達圧力の低いダイヤフラムポンプが用いられるのが普通であり、従って粗排気には時間を要する。ターボ分子ポンプとダイヤフラムポンプがあらかじめ組み合わされている市販の自動排気システムでは、時間がかかるのを異常（大きな漏れがあつて圧力が下がらないなど）と判断して、安全装置が働いて停止することがあるが、通常は再起動して差し支えない。またターボ分子ポンプはダイヤフラムポンプと同時に始動して差し支えない。粘性流領域ではその抵抗によって回転数は上がらないが、圧力の低下に伴いゆっくりと正常回転域に到達する。この手順は排気時間の短縮につながる。また油回転ポンプを粗排気に使っている時には、ターボ分子ポンプの中を逆行する油蒸気を防ぐという点で効果がある。この操作はターボ分子ポンプに負荷をかけることになるが、最近のポンプでは負荷に応じた回転数に制御するなどの工夫がなされているので大丈夫である。ただし、これはあくまで低回転数で大気圧中の動作をさせるのであり、高速回転中に大気を突入させて良いと言うことではない。そのようなことをするとポンプが破損する可能性が大きい。

内容積  $0.01 \text{ m}^3$  程度の容器を有効排気速度  $0.1 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  程度のターボ分子ポンプとダイヤフラムポンプの組み合わせで排気すれば、10分もかからずに  $10^{-3} \sim 10^{-4}$  Pa に到達する。そうならない時は、漏れか甚だしい汚れ（真空系内の気体放出源）を疑うべきである。この到達圧力は主として真空装置内の表面に吸着している水によって決まる。エラストマーガスケットを用いて組んだ真空装置でも、水を吸蔵するような多孔質材料、有機材料を極力使わず、また汚れを充分取り除いてあれば、加熱脱ガスをしなくても  $10^{-5}$  Pa 程度の到達圧力は得られる。

### 3.5 加熱脱ガス（ベーキング）

#### 3.5.1 加熱脱ガスの目的

加熱脱ガスの目的は、常温では圧力が下がるのを妨げる程度には放出されるものの、それを排気し続けてもその源が短時間の内には枯渇してくれない分子種を、高温で積極的に放出させ短時間の内に除去することである。超高真空領域 ( $10^{-6} \sim 10^{-8}$  Pa) を得ようとする時にその妨げになる分子種・源は壁面に吸着した水と一部の有機分子であり、さらに圧力の低い極高真空領域 ( $10^{-8}$  Pa 以下) では金属等の表面と内部に吸蔵されている水素である。ここでは前者の水の除去を目的とした加熱脱ガスについて述べる。

固体表面に吸着した分子の熱的な脱離率(単位時間に単位面積から脱離する分子数)  $q_d$  は,

$$q_d = \frac{\sigma}{\tau} = \frac{\sigma}{\tau_0} \exp\left(-\frac{E_d}{RT}\right) \quad \text{式 10}$$

となる. ここで  $\sigma$  は吸着密度,  $\tau$  は吸着分子の平均滞在時間で, 吸着状態により決まる時定数  $\tau_0$  と脱離の活性化エネルギー  $E_d$  により上式のように表せる. 脱離の活性化エネルギーの大きさは下地表面の種類により, また, 表面の不均一性のために吸着密度にも依存する. 多くの系では吸着気体自身の蒸発潜熱からその数倍の値をとる. 水の蒸発潜熱は  $100^\circ\text{C}$  で  $40.66 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  である. 金属などの固体表面に吸着した水の脱離の活性化エネルギーを蒸発潜熱の 2 倍程度, かつ吸着密度は温度によらず一定と仮定して, 上式により脱離率の温度依存性を計算すると,  $100^\circ\text{C}$  で常温の約 1000 倍,  $200^\circ\text{C}$  で約  $3\times 10^5$  倍になる. 実際には  $\sigma$  は変化し,  $E_d$  も広い幅を持つので, これは単に温度が脱離率にどの程度の影響を持つかを示す試算であるが, 表面に吸着している水を除去するのに, 時間をかけるよりは温度を上げる方がはるかに能率的であることがわかる. これもざっと計算すると, 2 倍の時間をかけるのと温度を 10 度高くするのがほぼ同じくらいの効果である.

### 3.5.2 効率的な加熱脱ガスの方法

前節の考察から温度が高ければ高いほど加熱脱ガス処理は効率が良いことが分かる. その温度の上限は, 装置に使われている諸部品の耐熱温度で決まる. 温度の不均一がある時には, 温度の低い部分に残る水が系の最終的な到達圧力を決める. 従って, 低温の部分が残らないように装置全体を均一に暖める工夫が必要である. テープヒータを巻く場合にはアルミホイールなどで包んでなるべく温度が均一になるようにする必要があるが, それでもムラは避けられない. できれば装置全体を覆うオープンを自作するのが望ましい. またターボ分子ポンプの吸気口には専用のヒータを取り付けて暖める必要がある.

加熱脱ガスにかかる時間については, まず装置全体が所定の温度に到達するまで待たなければ意味がない. 外側から加熱している場合には, 小型の真空装置でも内部が熱伝導と輻射で暖まるのに 5 時間程度はかかる. 温度が安定してからは, 半日～一日が実用的には妥当な長さであろう. 長ければ長いほど効果はあるが, 実質的には大きな差は生じない. 前述のように温度を高くする方が効果は大きい.

金属製ガスケットを使用したステンレス鋼製の真空容器で, エラストマーやプラスチックなどの大きな気体放出源が無ければ, 温度  $120^\circ\text{C}$  程度で一日の加熱脱ガスを行えば  $10^{-8}$  Pa 台に入る.  $200^\circ\text{C}$  程度の加熱脱ガスが可能であれば,  $10^{-9}$  Pa 台の到達圧も得られる. そのような状態では, 質量分析計で測定すると, 水の信号がほとんど無くなり, 大半が水素で他にわずかの炭化水素系の気体が残留している.

### 3.6 漏れ試験



真空装置を組んで排気を始めると、思ったように圧力が下がらず、漏れがあるのではないかと疑うことはしばしばである。漏れが有るのか無いのか。有るとしたらどこか。それを直す方法。これらは漏れの大きさにより様々である。

### 3.6.1 漏れの有無の判断

圧力が  $10^4 \sim 10^3 \text{Pa}$  にも達しないような非常に大きな漏れは、空気の漏れる音でその場所を見つけられることもある。難しいのはそれよりも小さいが、質量分析計で残留気体を調べられる程には低くない圧力領域、およそ  $10^3 \sim 10^2 \text{Pa}$  の領域である。この様な領域での漏れの判断の方法の一つは、排気過程での圧力の変化から判断する方法である。漏れがなければ、圧力はゆっくりと下がり続ける。これは 3.2 節で述べた内壁に吸着した水を排気している状態である。漏れが有る場合には、圧力はある一定の値に固定してほとんど変化しなくなる。このときの圧力  $p_L$  は、漏れの大きさ  $Q_L$  と有効排気速度  $S$  により、

$$p_L = \frac{Q_L}{S} \quad \text{式 1 1}$$

となるので漏れの大きさを計算することができるが、圧力が粘性流と分子流の間にある時には  $S$  を決めにくい。

もう一つの方法は、ポンプとつながるバルブを閉じ、その後の真空容器内の圧力上昇の様子を観察する方法である。この場合も漏れがなければ圧力はある値に飽和する傾向を示すが、漏れのある場合には、圧力は一定の速さで上昇する。その速度は、容器の容積を  $V$  とすると、

$$\frac{\Delta p}{\Delta t} = \frac{Q_L}{V} \quad \text{式 1 2}$$

となる。これを、漏れの大きさによって、数分間から一日かけて観察する。これら二つの方法で得られる  $Q_L$  が同程度の値であれば、それも漏れと判断する材料になる。

質量分析計がついていれば、酸素の信号により漏れの有無を判断できる。酸素がいればまず間違いなく漏れが存在する。ただし、容器内にエラストマーがあると、それが吸蔵していた酸素をゆっくりとはき出すので漏れと間違えることがある。この様な酸素の信号は装置の加熱脱ガスによってほとんど消える。

質量分析計が無い場合には、電離真空計の測定圧力領域（おおむね  $10^{-2} \text{Pa}$  以下）に達していれば、前述の排気時の圧力変化と排気をしていない時の圧力上昇の様子を観察することができる。しかし、漏れの大きさが系内の壁面からの気体放出速度と同程度になってくると判別は難しい。漏れの有無の判断は飛ばして、次節の漏れの箇所を見つける作業を行うのがよい。

### 3.6.2 漏れの見つけ方

漏れの場所の検出は、適当な気体を疑わしい場所に吹き付けて、空気との感度の違いによ

て真空計に現れる見かけの圧力変動を見つける方法が一般的である。電離真空計が使える圧力領域であれば、ヘリウムをプローブ気体とするのが後述の気体に比べて格段に便利である。無毒で不燃性であり、吹きかけてもすぐに散逸してなくなってくれるので作業の能率が上がる。ヘリウムの空気に対する相対感度はおよそ四分の一なので、漏れのある位置にヘリウムガスがかかって空気の代わりに真空容器内に入ると、電離真空計の指示は下がる。ヘリウムは軽いので装置の上から下に向けて順に疑わしいところを試験していく。漏れが見つかったら一時的にその部分を粘着テープなどで塞いで、下の方を検査している時のヘリウムが入らないようにしておく。ヘリウムがない場合はブタン、プロパン（カセットコンロのボンベなどが簡便）あるいはフロン（ダストブロワーなど）を使う。これらは空気より感度が大きいので、漏れの位置に吹きかけると見かけの圧力は上昇する。エタノールを用いると上記と同じ原理で圧力が上がる場合と、漏れがふさがって圧力が下がる場合がある。いずれにしてもリークを見つけることはできるが、一度かけると乾くまで次の作業に移れないし、周囲に回り込むため漏れの位置を正確に決めるのが難しいので、あまり薦められない。ペニング真空計でも同様の方法が使えるが、検出感度は電離真空計ほど高くない。

漏れからの気体流入量が装置内部からの気体放出量と同程度以下になると、上記の方法で漏れを見つけるのは難しくなる。質量分析計を使うのが唯一の方法である。この場合もヘリウムをプローブ気体に用いる。もちろんヘリウムリーク検出器があればそれを装置に接続して探すことも可能である。

### 3.6.3 漏れの修復

漏れは、フランジ接合部、溶接部、電流導入端子部品などに現れる。いずれにしても、漏れが有ったら新しいものと交換するなど根本的な解決が最善である。以下に述べる応急処置を行うと、根本的修理が不可能になることがしばしばであることをまず警告しておく。

コンフラット型に代表される金属ガスケットフランジの漏れの原因は、不適切な閉め方（ガスケットのずれ、不均一なボルトの締め方）、ゴミなどの挟み込み、フランジのシール面あるいはガスケットの傷などである。ボルトの締め方が悪い場合、あるいは小さな傷であればボルトを（均一に）増し締めすることで漏れが止まることもある。しかし、何かを挟み込んでいる場合には、シール面に傷を作る可能性もあるので注意が必要である。コンフラット型のシール面のエッジ部分に傷がついた場合にはそれを修復するのはほぼ無理である。新しいフランジに取り替えられない場合には、エッジの斜面を使ってシールするガスケット（IPD ガスケット）を用いることで解決する。

電流導入端子や窓の金属とセラミックあるいはガラスとの接合部の漏れはよく起こる。交換するのが良い。また金属同士の溶接部分の漏れは、可能ならば再溶接を試みてふさぐのがよい。交換することもできない場合には、リークシーラーを用いる。エポキシレジン系のシーラーが市販されている。商品名は VacSeal と Torr Seal である。前者は液体で、目に見え

ないような小さなクラックなどにしみこませるように使う。後者は二液混合型で比較的大きい割れなどに充填する。どちらも超高真空領域を得るための加熱脱ガスにも耐える。ただし、加熱脱ガスの繰り返しにより割れや剥がれが発生して漏れることがあるので、恒久的な解決にはならない。また、これらを使うとその部分は再溶接などの処理が不可能になる。また前者でフランジのシール部の漏れを止めることも可能であろうが(筆者は実行したことはない)、そのフランジは以後使えなくなるであろう。

#### 4. 真空を測る

真空域における圧力測定は、数ある物理量の測定の中で最も精度・確度の悪いものであろう。あるいは最も難しいものと言っても良いかもしれない。有効数字一桁、あるいはせいぜい二桁が普通である。真空測定にあたっては、なぜそのようなことになるのかを理解しておくことが大切である。そうでないと、その精度・確度はますます悪くなる。

##### 4.1 何を測るのか？

「真空の程度」を測るのが真空計測の目的であり、それを表す物理量として「圧力」を用いる。しかし、文字通り単位面積に働く「力学的な力」としての圧力を測定できるのは、大気圧以下 6-7 桁の範囲に過ぎない。真空計測は、希薄な気体の持つ何らかの性質・物理量を測定し、それを圧力に換算して、真空の程度を表現する。真空の測定方法を、どのような物理量を測定するかということにより分類すると、a) 文字通りの力学的圧力を測定するもの、b) 気体の種々の性質を測定しその圧力依存性を利用するもの、c) 気体の分子密度を測定するものの 3 通りになる。

##### 4.2 種々の真空計

一般的によく使われているいくつかの真空計を挙げ、理化学実験での使用を念頭に置いてその特徴をまとめる。それぞれの真空計の詳細は省略する。真空技術の教科書とそれぞれの取扱説明書を参考にして頂きたい。

大気圧から  $10^{-3}$  Pa までの圧力領域を測定する真空計には様々の原理のものが有る。現在比較的入手が容易で、使いやすいものは、ピラニ真空計、水晶振動子真空計、ダイヤフラム圧力計、スピニングローター真空計などであろう。ピラニ真空計は気体分子が運ぶ熱量、水晶振動子真空計とスピニングローター真空計は気体の粘性、ダイヤフラム圧力計は文字通り圧力を測定する。排気のモニターに使う程度であれば、ピラニ真空計が安価で使いやすい。圧力や気体導入量の正確な測定を目的とするならば、ダイヤフラム圧力計、スピニングローター真空計が適している。前者は測定領域と精度等により多様な機種がある。価格の幅も広いので、目的に応じて選択するのが良い。後者は MKS 社が販売している一機種だけで選択の余地はない。精度・確度・信頼性は高く、圧力測定の世界的标准機器ともなっているので、他の真空計の校正、気体量の正確な測定を目的とするならばこれを選ぶべきである。ただし

高価である。

圧力  $10^{-2}$  Pa 以下の領域で使われる真空計はペニング真空計と電離真空計である。前者は気体の放電電流を測定するので原理的に気体との圧力との線形性が悪くまた電極の汚れにも敏感なので、定量的な測定には向かない。排気過程の圧力の目安として使う分には、頑丈で良い。高真空・超高真空領域に渡る広い範囲で実用的な真空計は電離真空計である。電離真空計は電子で気体をイオン化して集め、その電流を測定する。測定しているのは気体分子密度であり、それを圧力に換算している。電極の形状によっていくつかに分類され、それぞれ計測領域が異なる。 $10^{-6}$  Pa 程度までは三極管型、 $10^{-8}$  Pa 程度までは Bayard-Alpert (BA) 型で測定できる。どちらも多くの業者から市販されており入手は用意である。 $10^{-8}$  Pa 以下の極高真空領域まで測定できる市販品は、Extractor 型と Axial-symmetric Transmission (AT) 型 (ULVAC) の二機種である。

#### 4.3 正確な圧力測定のために

それぞれの真空計は、測定しているなんらかの物理量を圧力に換算して表示する。圧力測定に正確を期すためにはその真空計の測定原理を理解することが大切である。

ダイヤフラム圧力計は気体の圧力による隔膜の変形を電氣的に検出して信号としている。測定しているのは圧力そのものなので、当然のことながら気体の種類などには依らず圧力を読み取ることができる。前節に挙げた真空計の内、ダイヤフラム圧力計以外のものは、その測定原理に応じて気体の種類に依存する。ほとんどの真空計は、窒素を測定していると仮定して圧力に換算して表示している。真空系内に残留している気体の成分比が分かっているならば、正しい圧力はその真空計のそれぞれの気体に対する感度によって補正して求めることができる。

通常の真空装置では圧力を知りたい場所と真空計が取り付けられている場所の間には、多かれ少なかれ空間的な隔りがある。この隔りの中には、温度の不均一と気体の流れによって圧力差が生まれる。前者は熱遷移 (thermal transpiration) と呼ばれ、分子流条件が成り立っているならば、知りたい場所の圧力と温度を  $p, T$ 、真空計測定子の場所の温度を  $T_G$ 、真空計の読みを  $p_G$  とすると、その間には、

$$\frac{p}{p_G} = \sqrt{\frac{T}{T_G}} \quad \text{式 1 3}$$

という関係がある。例えば、圧力を知りたい場所が液体窒素温度で、測定子が室温にあれば、 $p$  は指示値  $p_G$  のおよそ 1/2 になる。

真空装置の中には、気体の流れの原因となるわき出しと吸い込みがあるのが普通である。前者には、漏れ、実験のための気体導入、壁等からの気体放出、種々の部品からの気体放出（これには真空計測定子自身も含まれる）など、後者には、真空ポンプ、低温面への吸着・凝縮、真空計測定子の排気作用などがある。圧力  $p$  を知りたい場所から真空計で測定してい

る場所に向かって流量  $Q$  (この値は正負両方の可能性がある) の流れがあり, その間のコンダクタンスが  $C$  であれば,

$$\Delta p = p - p_G = \frac{Q}{C} \quad \text{式 1 4}$$

の圧力差が現れる. 例えば, 電離真空計は気体の種類によっては真空ポンプとして働き,  $S = 10^{-3} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  程度の排気速度を持つ. このような真空計が半径 1 cm 長さ 10 cm の管を介して真空装置に取り付けられているとする. この管のコンダクタンスは 3.1 節に示したように気体の種類にもよるが, およそ  $C = 10^{-2} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  程度である. 真空計の指示値が  $p_G = 10^{-4} \text{ Pa}$  の時, 真空計は  $Q = 10^{-7} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$  の気体を排気しているので, この効果で管の両端には  $\Delta p = 10^{-5} \text{ Pa}$  の圧力差が現れ, 10 % の誤差が生じていることになる.

## 5. 真空装置に用いる材料

真空用材料に要求されることは, 気体の透過・放出ができるだけ小さいことである. 求める真空の程度に応じて, この点から使える材料・使えない材料が判断される. また超高真空を求める時には加熱脱ガスが不可欠な操作になるので耐熱性も求められる.

放出される気体の源の一つは, 素材自身がもともと内蔵している揮発性の物質である. ほとんどの金属は, 気体放出という点では素材自体が真空に悪い影響を与えることはないので, 使用目的に応じた特性 (機械的強度, 電気伝導率, 熱伝導率, 耐熱性, 等々) を持つ金属を選択することができる. ただし亜鉛, 鉛など蒸気圧の高い金属とそれを含む合金の使用は避けた方がよい. 温度が上がると真空槽内が鍍金されてしまう. 極高真空領域では金属材料中に溶解込んでいる水素の放出が到達圧力を決めるが, この問題は本テキストの範囲を超えているのでここでは触れない. 一般にプラスチック, ビニールなど, 揮発性の高い成分 (可塑剤など) を含む有機材料は真空には使えない. 例外的に使える有機材料としては, シール用の O リングの素材である何種かのエラストマー (バイトン, カルレッツなど), ポリイミド (カプトン) などである.

もう一つの気体放出源は, 材料が大気中などで揮発性の気体 (軽い有機物, 窒素, 酸素, 水) を吸蔵し, 真空中ではき戻すものである. セラミックなども多孔質構造を持つものは真空用の素材には不相当である. また金属でも, 厚い多孔質酸化被膜や水酸化被膜を形成するものは, それらの被膜が大気中で水その他の気体を吸蔵し真空装置内で大きな気体放出源となるので注意が必要である. 一般に有機素材は大気中の酸素, 水などを吸蔵するので, 超高真空あるいはそれに近い領域を求めるならば加熱脱ガスが必要である. 前述の, バイトン, カルレッツ, カプトンなどの素材は, 超高真空達成に最低限必要な  $100 \sim 120 \text{ }^\circ\text{C}$  の耐熱性を持つ. 耐熱性のある有機素材でも, 荷電粒子, 紫外線, X 線などが当たると電子的な励起を経て分解して気体を放出するし, 炭化などの変質を起こすので, それらにさらされる可能性のある場所に用いてはいけない.

## 5.1 構造材

真空装置用の構造材として最も一般的に使われるのは金属であり，中でもステンレス鋼がその主要な材料である．表に代表的なステンレス鋼を示した．一般的に広く使われている SUS304 と表記される 18-8 ステンレス鋼は溶接部に炭素が析出して割れ・漏れを生ずる恐れがあるので，真空装置には炭素含有量を少なくした SUS304L あるいは SUS316L を使うべきである．しかし低炭素材は軟らかいので，フランジの刃など特に硬さを必要とする部材にはさらに窒素を添加した SUS304LN，SUS316LN を使用するのが望ましい．

表 1．真空装置に使用されるステンレス鋼

一般的なステンレス鋼	304	Cr:18%, Ni:8%
耐蝕性の向上	316	Cr:16%, Ni:10%
溶接性の向上	304L, 316L	低い C 含有量
	321	Ti 添加
	347	Nb, Ta 添加
強度の向上	304LN, 316LN	N 添加
非磁性	310	Cr:24%, Ni:19%

アルミニウム合金は，非磁性，軽量，高い熱伝導率という特性を活かして，ステンレス鋼製にはない特長を持つ真空装置を構成できる材料である．適当な表面処理を施せば，低い加熱脱ガス温度でも十分小さな放出ガス速度を実現できるので，極高真空装置にも使える．高エネルギー加速器などでは，上記の特性とともに，放射化した後の減衰が速いことから，加速管などの容器材料として世界中のほとんどの装置で採用されている．しかしながら実験室で使うには，ステンレス鋼製の部品と混在した時，熱膨張率の差のためにその接合部で漏れが発生しやすいという問題を生じる．また，機械加工はし易いものの，加工面の腐食（多孔質の水酸化物膜の生成）が起こると，そこが大きな気体放出源となるので注意が必要である．後から追加工を施したり，ステンレス鋼製のものしか入手できないような機器・部品を取り付ける可能性がないのであれば，全体をアルミニウム合金製で統一した装置とするのは悪い選択ではない．

かつてはガラスは真空容器を構成する主要な材料であったが，強度の問題，部品交換の手間（ガラス細工が必要）などの点で，前記の金属材料に取って代わられている．真空材料としては，表面が化学的に安定で，清浄な状態を作るのも容易という点で優れている．ただし超・極高真空領域では，ガラスを透過する He が真空の到達圧力を決める．

## 5.2 電気絶縁材料

真空中で使える絶縁材料は、セラミック、ガラスと一部の有機材料である。セラミックは空隙率が小さいものを選び、また超高真空中で温度が高くなる所には、アルミナ  $Al_2O_3$  の純度が高いもの (> 99.9 %) を使うべきである。セラミック部品は、製品の段階で形状が決まっており、ダイヤモンドカッターを用いれば切断することは可能だが、細かい追加加工をするのは難しい。市販品にない（特殊な）形状のセラミック部品が必要な時には、元の製作から依頼して特注することも可能だが費用がかかるのであまり現実的ではない。そのような場合には、機械的強度は劣るが機械加工可能な特殊なセラミック（商品名：マコール、石原薬品）から製作することもできる。前述の会社で加工も請け負っているし、本学の工作工場でも加工できる。

ガラスは、熱膨張係数の近い合金 (Kovar) などを介して接合し電気絶縁が必要な所に用いることができる。しかし、ガラス細工の技術が必要であり、もはや一般的な方法ではなくなった。ガラス繊維は、管状に編んだものを導線にかぶせて絶縁に用いることができる。またガラス繊維被覆された導線も市販されている。これらには（おそらく編みやすくするために塗布した）コーティングが残っていることがあるので注意が必要である。またほぐれてくると細かいガラス繊維を装置内にまき散らし、種々のトラブルの原因になる。導線に柔軟性が必要ならば以下のカプトン被覆線を使用し、柔軟性が不要ならば、セラミックかガラスの管を通した方がよい。

圧力  $10^{-8}$  Pa 台の超高真空装置で使える有機絶縁材としてはポリイミドフィルム（商品名カプトン、東レデュポン）がある。様々の厚さ・形状のシート、細管などが市販されている。またカプトンを絶縁被覆とした単線や同軸線も入手できる（Allectra 社、有限会社ワイテック）。筆者の経験では、これらのカプトン製品を  $120\text{ }^{\circ}\text{C}$  程度の加熱脱ガスを行う真空装置で使用しても問題は生じていない。より高温の加熱脱ガスと極高真空領域での使用はまだ試みていない。

## 5.3 接合方法

### 5.3.1 永久的な接合

金属同士の永久的な接合には、溶接、ロウ（鑞）付けがある。ステンレス鋼の溶接はアルゴンアーク溶接が標準的な方法である。小さな部品、異種金属の接合には電子ビーム溶接が行われる。アルゴンアーク溶接は本学の工作工場で行える。電子ビーム溶接は、実験室で行う技術を超えており、工場を経由して専門の加工業者に依頼するのがよい。蝋材には様々な種類があるが、蒸気圧の高い亜鉛などを含むものは使えない。真空用に一般に使われるのは銀ロウ、ニッケルロウなどである。通常は真空中でのロウ付けが必要なため、外注となるので、使用するロウ材の指定などの確認が必要である。小さな金属部品の組み立てには、点溶接が適している。

真空中で使える有機接着剤には、3.6.2 で漏れ修復材としてあげた TorrSeal, VacSeal がある。また絶縁被覆塗料として用いられる GE7031 ワニスも接着剤として使える。TorrSeal は粘度が高いので、熱電対素線を直接大気から真空中に導入する端子の封入にも使用することができる。これらはいずれも熱硬化性の接着剤であるので適切な熱処理が必要である。一度硬化したものは 120 °C 程度の加熱脱ガスには耐え、超高真空まで使用可能である。

### 5.3.2 取り外し可能な接合

真空用フランジ、継ぎ手には様々な方式・規格がある。

超高真空を必要としない装置では、エラストマー製のガスケットを用いたフランジを用いるのが普通である。粗排気系の管径 10~50 mm 程度の配管には、クランプ式のフランジが標準になっている。より大きな径では、フランジに O リングの入る溝を持ち、周囲をボルトで締める形式のものが使われている。裸のエラストマーの表面はあれていて、そのままだとフランジとの接触面を通る若干の漏れは避けられないので、ガスケットには真空グリースを塗布する。グリースは気体放出源であり、また拡散して装置内部を汚すので、できるだけ少量を薄く塗る方がよい。超高真空実験装置でなくても、試料や装置の油脂汚れを回避したいのならば、エラストマーガスケットのフランジは使わず、以下の金属ガスケットフランジを使用した方がよい。もちろん加熱脱ガスを行う超高真空装置では、エラストマーガスケットを使用したとしても、そこにグリースを使ってはいけない。

管径 10~300mm 程度の接続に用いる金属ガスケットフランジで、ほぼ世界的な標準になっているのは、Conflat 型の銅ガスケットフランジである。多くの真空機器メーカーから種々の名称で市販されているが、規格は統一されているので互換性は確立されている。Conflat 型は、フランジの刃で銅ガスケットを噛みかつ傾斜面を使って圧縮することによってシールを行う。またその改良型として、刃に頼らず、刃の外側にはまる内径の小さい銅リングガスケット (IPD ガスケット) と傾斜面の間でシールをする方法が考案されており、Conflat 規格のフランジに使用できる。Conflat 型フランジの刃に傷がついて漏れが生じた場合、傷の修復はまず不可能であるため従来はフランジを交換するしか手はなかったが、そのような時に IPD ガスケットは役に立つ。

管径 10 mm 程度以下の管を金属ガスケットで接続する方法もいくつかある。最も広く使われているのは Swagelok 型のものである。変形やゴミなどによって漏れを生じることが多い。再使用を考えるよりは使い捨てと割り切った方がよい。チューブの材質や傷が漏れの発生を左右するので、できれば軟質ステンレス鋼製の純正品を使うに越したことはない。頻繁につけ外しをするような所では、同じく Swagelok 社から市販されている VCR 型の継ぎ手が良いであろう。小口径のバルブにも継ぎ手として用いられており、使い易い。

実験室レベルでは口径が 300 mm を超えるような全金属製継ぎ手が必要になることは稀であるが、そのような場合には Helicoflex ガスケットが使える。スプリング形状の芯に軟質金属



をかぶせたOリングで、エラストマーガスケットの代わりに使用できる。サイズ、材質も種々用意されており、また締め付け力も他の金属ガスケットに比べて小さいという特長がある。ただし高価であり、再使用はできないので、他の継ぎ手では対応できない特殊な用途に向いている。

#### 5.4 窓材

赤外線からX線に至るまでそれぞれの波長領域に対応した種々の窓材をロウ付け等でフランジに接合した光学窓が市販されている（有限会社藤アイデック、(株)グリーンテック）。それらはおおむね100℃前後からそれ以上の耐熱性を持ち、超高真空装置にも使える。ロウ付け等により生ずる窓材の不均一な光学的歪みを回避したい場合には、ゴムOリングの上に窓を載せる方法をとる。この場合真空装置と窓の汚れを避けるために真空グリースは使えないので、窓材とOリングの接触面を通る若干の漏れは避けられない。Oリングを二重にしてその間を差動排気するなどの工夫が必要である。

#### 5.5 洗浄

表面の清浄化は、素材表面がそもそも覆っている正体不明の膜や溶接作業で形成される種々の汚れ、酸化膜、水酸化膜などの除去と油脂分の除去の二つに分けられる。前者の最善の方法は、電解研磨処理を業者（日造精密研磨（株）、三愛プラント工業（株））に依頼することである。機械研磨と複合した電解研磨、電解研磨後の残留薬品の中和洗浄処理などのノウハウが使われている。小さな部品であれば、実験室でリン酸などを使った電解研磨、酸洗いなども可能であるが、いずれも処理後の薬液の洗浄を十分に行う必要がある。洗浄が不十分だと、真空装置内の残留気体分析の際にリンやフッ素などの信号が現れる。

油脂類の汚れの除去は、可能ならばまずナイロン束子やスチール束子と中性洗剤等でこすり洗いをする。その後、アセトンやアルコール中で超音波洗浄を行う。液は汚れの程度に応じて二三次変えた方がよい。代替フロンなどを使った蒸気洗浄は脱脂効果が最もよい。荒川研究室では蒸気洗浄槽を自作して使用している。

家庭用の研磨艶出し剤等を使用してはいけない。見た目はピカピカになるが、どのような薬剤が表面に刷り込まれるかわからない。

### 6. 真空関連機器の主な入手先

本文に記載した種々の製品はその名称もしくは製造社名により internet 上で検索すれば最新の情報が得られる。表2に荒川研への納入実績がある主な会社と取扱品目を挙げる。詳細は同じく各社のホームページで確認するのが最も確かである。

表 2. 真空関連機器の入手先と取扱品目

(1) 真空装置, 機器一般

(株) アールデック	真空部品, 機器一般
(株) アルバック	真空ポンプ, 真空計測, 真空部品 (製造)
アルバックイーエス (株)	スクロールポンプ
(株) 大阪真空機器製作所	ターボ分子ポンプ・スクリュウポンプ
キヤノンアネルバ (株)	真空ポンプ, 真空計測, 真空部品 (製造)
コスモ・テック (株)	真空部品, 機器一般, サファイヤ材, 導入端子
日本エム・ケー・エス (株)	ダイヤフラムゲージ, 真空計測
バキュームプロダクツ (株)	水晶振動子真空計
伯東 (株)	真空ポンプ, 真空計測, 真空部品 (商社)
VAT (株)	バルブ, ゲートバルブ

(2) 真空装置製造・加工・処理

(株) アイリン真空	真空チェンバー製造
石原薬品 (株)	マコール加工
京和真空機械製作所	真空チェンバーの製造
三愛プラント工業 (株)	電解研磨, 超精密洗浄
真空光学 (株)	分光器, 回折格子
(株) トヤマ	真空チェンバー・駆動機構の製造
ナイス (株)	サファイヤろう付け

(3) 真空実験用素材・部品

(株) アライアンステクノロジー	シールバック (SPI 社 VACSEAL)
(株) グリーンテック	コンタクトピン, 電流導入
(株) ケミックス	ポリイミドチューブ
坂口電熱 (株)	耐熱ボード, ヒーター
(株) スリーハイ	リボンヒーター
中外商工 (株)	アルミナセラミック絶縁管
(株) ファビック	ガスバルブ, 配管, スウェージロック他

#### (4) 各種試料

小池酸素工業 (株)	液体ヘリウム
(株) 鈴木商館	ガス
高千穂商事 (株)	ガス
フジオックス (株)	ヘリウムガス

### 7. 真空装置の設計・製作・操作に役に立つ文献

真空技術を科学的に理解し実践する上で最も参考になる文献は[1-3]である。超高真空領域の真空科学, 特に表面科学との関わりについては[4]が良い。真空と表面を真正面から扱う書は, いまだにこれらの後を継ぐものがない。真空装置の諸規格, 真空に関わる種々の物性値などは[5]にまとまっている。主として超高真空の実験の実用的な技術, 知識は[6]に纏められている。すでに20年近く経過しているが, まだ役に立つ情報は多く含まれており, 類書はない。残念ながら絶版であり, 古書店で見つけた時には入手を勧める。

#### 参考文献

- [1] 堀越源一：真空技術 第三版 (東京大学出版会, 1994)。
- [2] 熊谷寛夫, 富永五郎, 辻泰, 堀越源一：真空の物理と応用 (裳華房, 2009 復刊)。
- [3] 林主税編：真空技術 (共立出版, 1985)。
- [4] P. A. Redhead, J. P. Hobson, and E. V. Kornelsen, The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum (American Vacuum Society)。
- [5] (株) アルバック編：新版 真空ハンドブック (オーム社, 2002)。
- [6] 日本真空協会編：超高真空実験マニュアル (日刊工業新聞社, 1991)。