

試料の真空封入について

工作部門 ガラス工作室 明都 茂
門脇 英樹

はじめに

ガラス工作室では、ホウケイ酸ガラスおよび石英ガラスを使用して実験用ガラス機器の製作・修理その他を行っている。ガラス工作は、基本的には手作業であるが、ガラス旋盤、研削盤、精密切断機、CNC 卓上フライス盤、電気炉等も備え、様々な工作依頼に対応している。また、高真空排気装置も備えており、ガラスデュワーの真空引きや、試料の真空封入にも利用可能である。工作依頼として、依頼者から持ち込まれた試料を、ガラス試料管に入れて真空封入を行い、試料作製のサポートも行っている。

真空封入とは

真空とは大気圧より低い圧力の空間で、酸素・窒素・水蒸気等の活性ガスが大気中より少ない状態を表す。低熱伝導率や不活性化の特徴を生かして、様々な分野で真空は用いられている。身近な物では、魔法瓶や食品の真空パックが広く使われ知られている。魔法瓶は真空の断熱効果を利用して保温に使われている。食品の真空パックは、パック内の空気（酸素）を少なくし食品の保存期間延長に利用されている。研究の各分野でも、真空空間での化学合成や反応、金属への熱処理等で広く応用されている。金属への真空利用だけを見ても、真空溶解、真空蒸着、真空焼なまし、真空焼結等が上げられる。大気中で酸化されやすい金属や合金を加熱すると、熱・酸素・水等により酸化されてしまうが、真空空間であれば、酸化されずに熱処理が可能である。真空熱処理を行うには、専用の設備が必要になるが、ガラス試料管を使用した真空封入は、安価で手軽に真空空間を保て熱処理も可能である。試料管に低膨張で耐熱性の優れ

ている石英ガラスを使用すると1000℃以上の熱処理にも耐えられ、金属の不純物が極めて少なく試料への影響も少ない。工作部門で依頼を受ける真空封入の大半は、透明石英ガラスを使用し高真空で封入を行っている。当部門の設備で加工可能な石英ガラス管の最大サイズは、内径30mm までとなる。今回は内径30mm の石英ガラス管を使用した真空封入の作業工程を紹介する。

真空封入の準備と作業

石英ガラス管は市販品として様々なサイズが販売されている。試料管に使用する石英管のサイズは、試料が入り数 mm 以上余裕のあるサイズを選ぶのが良い。余裕を持たせるのは、試料を熱処理のために加熱した際、試料の熱膨張から試料管の破損を防ぐためである。また、石英ガラス管は一般的な理化学ガラスに使われているパイレックスガラス等のホウケイ酸ガラスより高価なので、試料の大きさに対して極端に大きな石英ガラス管を選ぶのは不経済である。内径30mm の石英ガラス管を使用した真空封入には、図 1 に示す各部品が必要になる。試料管本体と試料を入れてから塞ぐためのキャップ、高真空排気装置の吸気管に接続するための外径φ12 の石英ガラス管の3点を製作し準備する。

試料管の長さは試料のサイズや数量により長さを調整し設計する。試料を入れて試料管の口から図 2 に示すように100mm 以上の間隔を設ける。

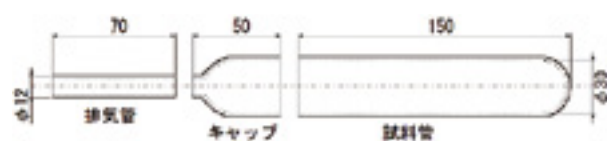


図1 封入用試料管

ガラス旋盤を使用して、試料を入れた試料管とキャップ、排気管をガスバーナーで図3に示すように溶着する。溶着加工時は非常に熱くなるので、大気中の試料に悪影響を及ぼさないように、試料管を長くして試料を保護している。

減圧後に封止する位置に、図4に示すような肉厚のくびれ加工を行う。

工作部門の高真空排気装置には磁気軸受形ターボ分子ポンプ+油回転ポンプが組み込まれており、短時間で高真空域までの排気が可能である。真空計はデジタル表示の熱陰極型電離真空計を備えている。高真空排気装置と並んで電気炉が併設されており、両装置を使用して真空封入作業を行う。高真空排気装置からの吸気管は、併設された電気炉の壁を貫通し炉内まで配管されている。この吸気管に試料管図4の排気管を図5に示すように電気炉内で接続する。

接続後、高真空排気装置を起動し真空排気を開始



図2 試料を入れた状態

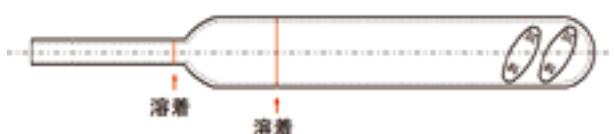


図3 試料管の溶着



図4 くびれ加工

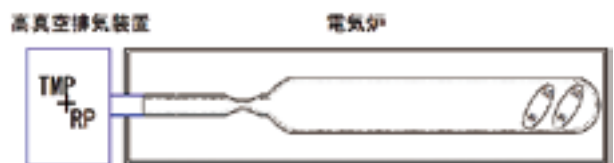


図5 高真空排気装置と電気炉の概念図

する。電気炉はベーキングを行うため150℃まで温度を上げ、3時間程度維持する。ベーキング温度は試料管内の水分除去を目的としているための設定で、依頼者の要望によりベーキング温度・時間の調整は可能である。3時間後電気炉の電源を切りベーキングを終了し、高真空排気装置の運転は更に5時間程度続ける。真空排気開始後、8時間経過すると真空度は 2.5×10^{-5} Pa程度まで到達するので、封止(チップオフ)の準備を行う。封止はハンドバーナーを使用し、図6に示すように試料管のくびれ部分を、柔らかくなるまで加熱して行う。

その際、くびれ部分から大量のガスが発生し、真空度が一桁程度下がってしまうので、封止前にくびれ部分の脱ガス作業を行う。ハンドバーナーでくびれ部分を軟らかくなる直前まで一旦加熱する。加熱後は放出ガスが多くなり、真空度は一桁程度下がるが、冷えてくると到達真空度まで戻る。この作業を3～4回繰り返し行う。繰り返すたびに、加熱時の放出ガスが減り、真空度も落ち着いてくるので封止が可能となる。

封止作業は図7に示すような流れで行う。

試料管のくびれの最も細い部分を、ハンドバーナーのシャープな炎で上下前後から全周を均一に加熱して行う。ガラスが軟らかくなり、大気圧で内側にへこんで内径が狭まってくる。更に加熱すると、管が潰れてムク棒状態になるので、試料管を右に移動し排気管から引き離す。図8に示す状態となり真空



図6 封止前の脱ガス作業



図7 封止作業の流れ

配管から分離され真空封入が完了となる。ここで高真空排気装置の電源を切り、真空封入の全ての作業が終了となる。

熱処理後、試料管から試料を取り出す方法は、試料管を破壊するか、切断機等で切断して行う。試料管の径や試料の性質によるが、工作部門の精密切断



図8 封止作業完了



図9 真空封入管の切断開封

機を使用して取り出すことも可能である。工作部門では図9で示す二カ所を切断し開封を行っている。

切断後の試料管は洗浄を行い、割れや欠け(クラック)、汚れ等が無ければ再利用が可能である。洗浄後の状態が良ければ、何度も繰り返し利用可能な場合もあり、高価な石英ガラス管を効率的に使用できる。

おわりに

ガラス試料管を使用した真空封入は、真空を保持するためのバルブも必要なく、安価で手軽に真空空間を保てる。また、封入した試料管は、その状態で加熱炉に入れ熱処理が可能で利便性が高い。ガラス工作室で対応可能な石英試料管のサイズは、内径φ8～φ30までとなる。納期は、低真空(ロータリーポンプのみ)の封入で当日、高真空封入は、最短で依頼日の翌日夕方となる。