

Initial Pumping Characteristics of Oxygen Free Copper Duct

Yasuchika NAGAI, Yoshiki YAMAMOTO, Yoshio SAITO* and Namio MATUDA**

Hitachi Cable, Ltd., 3550 Kidamari, Tsuchiura, Ibaraki 300

*KEK, Oho, Tsukuba, Ibaraki 300

**Tokyo Denki University, 2-2 Kandanishiki, Chiyoda-ku, Tokyo 101

ABSTRACT

After repetitive exposures to air and nitrogen by turns, the initial pumping characteristics of vacuum degassed oxygen free copper (OFC) duct and stainless steel duct are compared. Even without baking, OFC duct requires just the same evacuation time to reach a desired pressure as the prebaked stainless steel duct. Furthermore, the baking effectively shortens the evacuation time of OFC duct.

無酸素銅容器の初期排気特性

1. はじめに

無酸素銅は従来クライストロンや加速管、加速空洞などの部材として使用されてきた。これらはすべて無酸素銅の良好な電気伝導性を必要とするもので、実用上他の金属を検討する余地はなかったため、無酸素銅がもっぱらこれらの分野において使用されてきたが、真空を構成する容器としてはあまり意識されなかったように思う。しかしながら、近年、Bファクトリーのビームダクト材として無酸素銅が検討されるなど、従来アルミニウムやステンレス鋼などが主流であった真空容器の分野での応用が注目されるようになってきたため、真空容器としての基礎データの蓄積が必要となってきた。今回、無酸素銅パイプによって真空容器を試作し、使用実績の多いステンレス鋼真空容器とその初期排気特性を比較した結果、ベーキングを行わなくてもベーキングしたステンレス鋼真空容器と同等の良好な特性が得られたので報告する。

2. 実験

2.1 材料

工業的に量産される無酸素銅は、現在ではすべて還元ガス雰囲気中で溶解・鋳造することにより酸素の吸蔵を防いでいる。この工程においては、大気中の水蒸気と溶銅中の酸素及び水素が化学平衡状態にあると考えられており、無酸素銅はその特徴である低い酸素含有量ゆえ、一般的な高濃度

酸素含有銅であるタフピッチ銅に比べてかえって水素を吸蔵しやすい[1]。しかし真空脱ガス処理を行なうことによって、上記の化学平衡は低濃度側へ移動し、無酸素銅中の酸素のみならず水素も著しく減少させることができることが二次イオン質量分析の結果からもわかっている[2]。

今回の実験では真空容器の素材として、通常は無酸素銅に比べて吸蔵ガス量の少ない真空脱ガス処理無酸素銅を使用した。この無酸素銅(米国ASTM規格Class 1に合格するグレード)は、昇温脱離[1]及び光刺激脱離[3]によるガス放出も極めて少ない。

2.2 容器及び装置の構成

前述の真空脱ガス処理無酸素銅インゴットを熱間押出及び冷間引抜加工によって、内径150mm、長さ1000mm(容積0.177m³)のパイプとした。今回はステンレスフランジとの溶接が間に合わず、ヘリコフレックスを介してコンフラットフランジを接続した図1のような接続構造の真空容器を製作した。内表面の処理については、試験前にアセトン槽への浸漬による脱脂洗浄を行なっただけで、特に酸洗による酸化層の除去などは行っていない。また比較用としてSUS316Lを用いた同サイズのパイプを製作し、コンフラットフランジに直接溶接して容器とした。ステンレス容器内表面については、ガス放出の低減効果がこれまでも確認されている処理法として電解研磨[3][4]を行

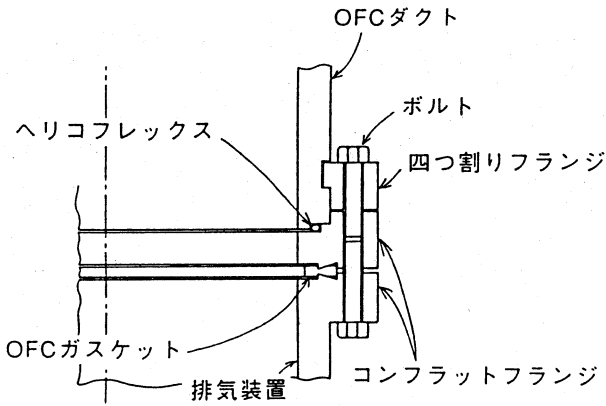


図1. 無酸素銅容器の接続部

い、試験前にアセトンによる脱脂洗浄を施した。

図2に排気試験装置の構成を示す。主排気には排気速度400 l/minのターボ分子ポンプ、粗排気及び補助排気には排気速度270 l/minのスクロールポンプを用いた。全圧測定にはコールドカソードゲージ及びB-Aゲージを用い、また四重極質量分析計により残留ガスの成分を分析した。

2.3 手順

まず試験容器を大気曝露の状態から排気装置に取り付け、排気を2日間行なう。この時の到達圧力は 10^7 Pa台である。次に乾燥窒素でバージして大気圧に戻し、1 h放置後に再び2日間排気して、今度は大気でバージし、1 h放置後やはり2日間排気する。その後はバージガスを窒素と大気で交互に用いて、バージと排気のサイクルを繰り返す。無酸素銅容器についてはこのサイクルを9回、ステンレス容器については2回繰り返した。

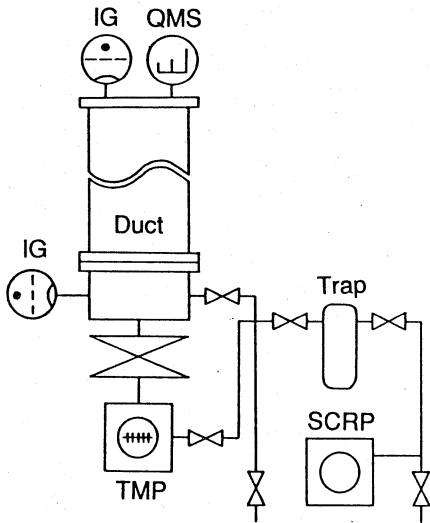


図2. 試験装置の構成

その後各容器とも300°C24 hのベーキングを行ない、再び大気バージ、窒素バージを繰り返して排気試験を継続した。無酸素銅容器については6回、ステンレス容器については5回繰り返した。試験装置本体及び真空計などは、試験前に150°Cで24 hベーキングし、さらに試験容器のベーキング中にも同時に150°Cで24 hベーキングした。

3. 結果

3.1 ベーキング前

図3に無酸素銅容器の、図4にステンレス容器の窒素バージ後(2回目排気)及び大気バージ後(3回目排気)の排気曲線を示す。排気時間には、

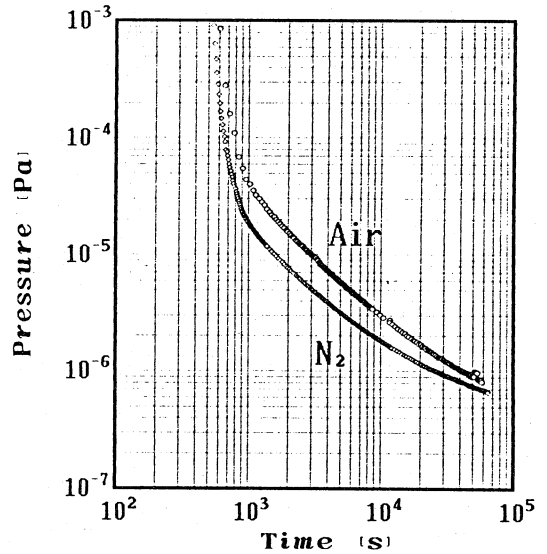


図3. 無酸素銅容器の排気曲線 (バーク前)

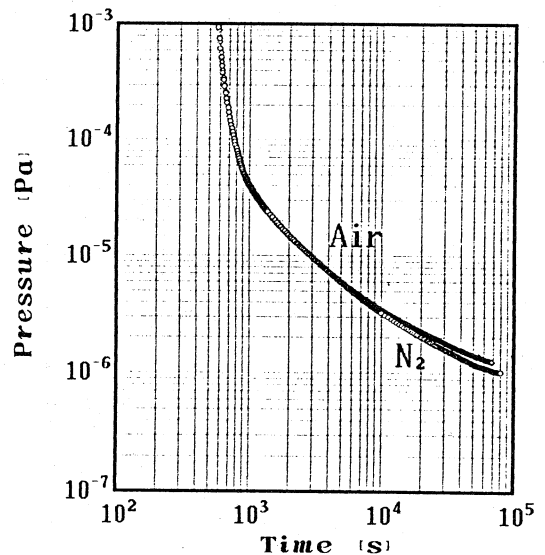


図4. ステンレス容器の排気曲線 (バーク前)

粗排気に要する時間 (420 s) も含めている。バージと排気を繰り返しても、各バージガスの排気曲線はそれぞれの初回の排気曲線とほぼ同じで、再現性が確認できた。無酸素銅容器が大気バージと窒素バージで排気曲線に明らかな差を示すのに対して、ステンレス容器はバージガスの差による排気曲線の変化をほとんど示さないのは、表面が電解研磨によって水和状態となり、バージガスによる吸着成分の影響がマスクされたためと考えら

れる。目安として $1 \times 10^5 \text{ Pa}$ に達するまでの排気時間で比較すると、無酸素銅容器は窒素バージした場合約 25 min、大気バージした場合約 1 h 要しており、バージガス (吸着種) に非常に敏感である。従って引抜加工した無酸素銅表面は、脱脂処理だけでもかなり清浄であるといえる。

次に無酸素銅容器の残留ガスを質量分析した結果のうち、 $m/e=16$ (O, CH_4)、 18 (H_2O)、 28 (CO)、 44 (CO_2) についてのマスフィルタ出力の時間的変化を窒素バージ後、大気バージ後についてそれぞれ図 5 及び図 6 に示す。 $m/e=2$ については、精度の良い測定ができなかったためプロットしていない。窒素バージすることにより、大気バージに比べて特に H_2O 及び CO_2 が短時間で減少していることがわかる。これは大気中の H_2O 及び CO_2 が銅表面に吸着されたためであると考えられる。また $m/e=16$ の成分については、一般に H_2O の解離で生じた O と考えられることが多いが、今回の場合、排気が進行するに従って 16 と 18 の強度比が変化していることから、16 を構成するのは O 単独ではなく、むしろ材料加工時に使用した油などに由来する CH_4 の影響の方が大きいと考えられる。

3. 2 ベーキング後

図 7 に無酸素銅容器の、図 8 にステンレス容器のベーキング後の排気曲線を示す。ベーキング後も、各材料ともバージガスの種類による排気曲線には再現性がみられた。ベーキングによって、両容器とも排気時間が短縮されることがわかる。またベーキング前はバージガスによる排気曲線の変化がみられなかったステンレス容器も、ベーキング後は窒素バージすることで明らかに大気バージよりも排気時間が短縮された。無酸素銅容器は、ベーキング後もステンレス容器より短時間で所定圧力に到達しており、また図 3 と図 8 を比較すると、ベーキング前でもステンレス容器のベーキング後とほぼ同じ排気曲線を示すことから、ベーキングしなくても短時間で排気が可能であることがわかる。

図 9 及び図 10 にそれぞれ無酸素銅容器の窒素バージ後、大気バージ後の排気中における残留ガス成分の時間的変化を示す。無酸素銅容器を窒素バージすることにより、大気バージに比べていずれのガス成分とも速やかに減少することがわかる。またベーキング前に比べていずれのバージガスに

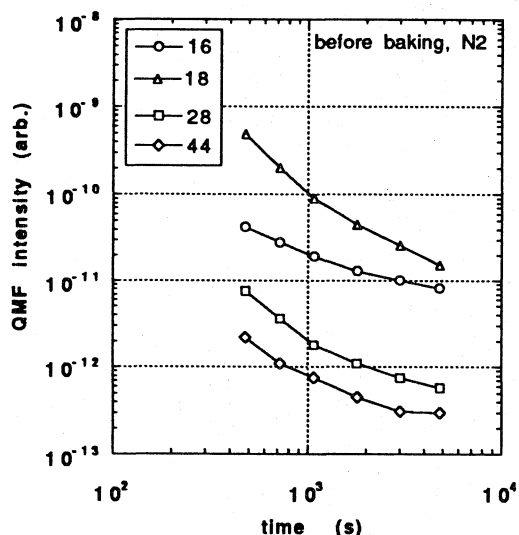


図 5. ベーク前の無酸素銅容器の残留ガス (窒素バージより排気中)

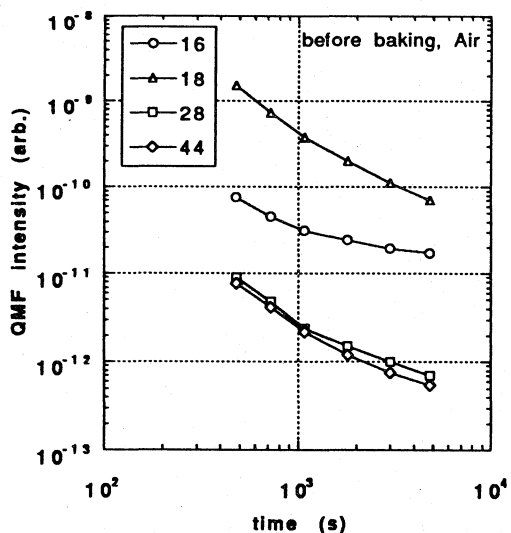


図 6. ベーク前の無酸素銅容器の残留ガス (大気バージより排気中)

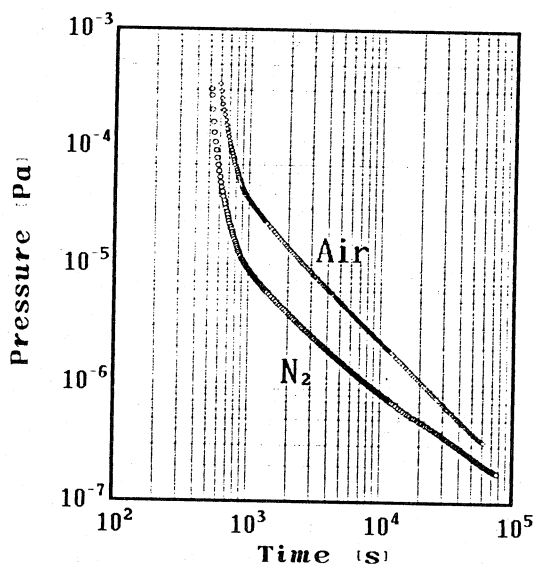


図7. 無酸素銅容器の排気曲線（バーク後）

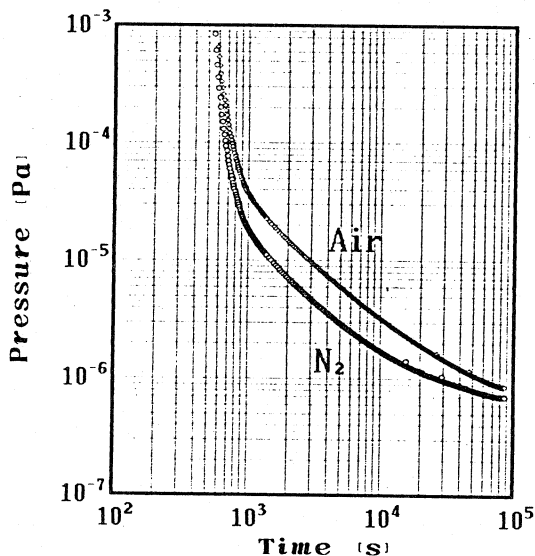


図8. ステンレス容器の排気曲線（バーク後）

おいても $m/e = 16$ の分圧が著しく低下し、かつ 18 との比率がほぼ一定であることから、ベーキングにより残留油分が脱離したことによる CH_4 の減少のため、ベーキング後の $m/e = 16$ を構成する主成分は H_2O の解離による O と考えられる。

3. 3 ガス放出速度についての考察

これまでの各種材料のガス放出速度に関する研究の一例として、Y. Strausser の調査 [5] が挙げられる。この中では排気開始後 1 h における無酸素銅のガス放出速度の標準的な値として、表面層を除去した場合 $2.7 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m/s}$ ($2 \times 10^{-9} \text{ Torr} \cdot \text{l/s/cm}^2$)、除去しない場合 $2.7 \times 10^{-5} \text{ Pa} \cdot \text{m/s}$ ($2 \times 10^{-8} \text{ Torr} \cdot \text{l/s/cm}^2$) が示されている。今回の測

定では、ガス放出が容器表面でのみ生じると仮定し、ポンプの排気速度を $0.40 \text{ m}^3/\text{s}$ 、ゲートバルブのコンダクタンスを $6.0 \text{ m}^3/\text{s}$ 、試験装置の配管のコンダクタンスを $1.05 \text{ m}^3/\text{s}$ と見積ると、実効排気速度は $0.28 \text{ m}^3/\text{s}$ と算出される。これより、排気開始後 1 h における窒素バージ後の無酸素銅容器のガス放出速度は、ベーキング前において $2.3 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m/s}$ ($1.7 \times 10^{-9} \text{ Torr} \cdot \text{l/s/cm}^2$)、ベーキング後は $1.3 \times 10^{-6} \text{ Pa} \cdot \text{m/s}$ ($1.0 \times 10^{-9} \text{ Torr} \cdot \text{l/s}$)

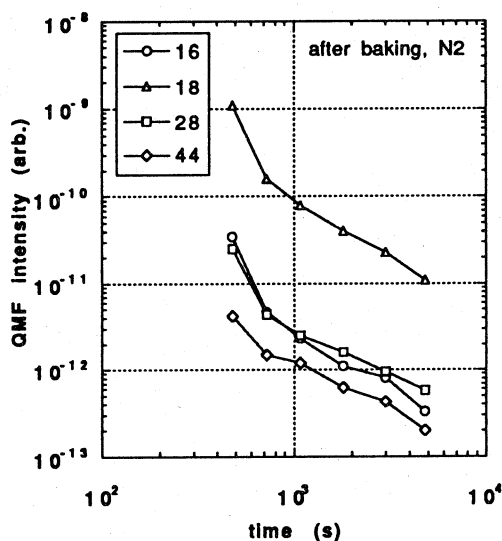


図7. バーク後の無酸素銅容器の残留ガス（窒素バージより排気中）

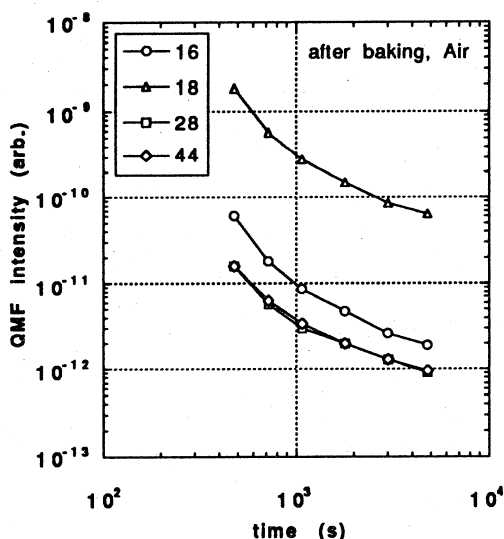


図8. バーク後の無酸素銅容器の残留ガス（大気バージより排気中）

/cm²)となる。これらの値は簡便な方法で算出したもので、あくまで参考程度と考えるべきだが、簡単な脱脂洗浄だけでもかなり清浄な表面が得られたといえる。

4. まとめ

引抜加工した無酸素銅容器及び電解研磨したステンレス容器について初期排気特性を調査した結果、以下のことが明らかになった。

1) 無酸素銅容器は、ステンレス容器に比べてバージガスに対する感受性が高く、乾燥窒素バージにより速やかに高真空に達する。特にベーキング無しでも、ベーキング後のステンレス容器に匹敵する排気特性が得られた。

2) ガス放出速度からみて、無酸素銅ダクトは特殊な処理をしなくても比較的良好な清浄表面が得られる。

3) ベーキング前後の残留ガス分析より、脱脂しきれなかった加工油などはベーキングにより容易に脱離すると考えられる。

以上の結果から、今回不十分だった脱脂を検討し、超音波洗浄を用いるなどして表面の残留油分を減少させれば、特に表面処理を施さずまたベーキング無しでも、さらに短時間で超高真空に達する優れた真空用材料となる可能性が高い。

今後は表面を切削加工したり、酸洗処理などを行なった材料についてもガス放出特性を調査し、無酸素銅におけるガス放出低減の可能性を表面処理の面から検討する予定である。

参考文献

- [1] 酒井修二, 他: 日立電線 7 (1988) 83
- [2] 永井康睦, 他: 真空31 (1988) 562
- [3] 松本学, 他: 真空33 (1990) 286
- [4] 稲吉さかえ, 他: 真空36 (1993) 238
- [5] 堀越源一: 真空技術 (東京大学出版会, 1983) p.127