アルミニウム合金(6063)表面の特性と脱ガス挙動*

毛利 衛**・前田 滋**・小田桐 均**・橋場 正男**
山科 俊郎**・石丸 肇***

(昭和55年12月22日 受理)

Surface Characterization and Gas Desorption Measurement of
Type 6063 Aluminium Alloy

Mamoru MOHRI**, Shigeru MAEDA**, Hitoshi ODAGIRI**,
Masao HASHIBA**, Toshiro YAMASHINA** and Hagime ISHIMARU***

(**Department of Nuclear Engineering, Hokkaido University, Sapporo)

(***National Laboratory for High Energy Physics, Oho, Tsukuba, Ibaraki)

(Received December 22, 1980)

1. はじめに

最近超高真空材料としてアルミニウム合金が注目されている¹⁾。機械加工および表面クリーニングの容易さ、軽量、低い材料価格、完全非磁性、高熱伝導率、低残留放射能等の点で長所を持っているため大型電子蓄積型加速器に使われはじめ良い結果を得ている。

ここでは表面処理方法の異なるアルミニウム合金6063番についてその表面粗さ係数、表面形態観察、表面層の組成分析および加熱時のガス放出について報告する。

2. 実験方法

試料は高エネルギー物理学研究所の加速器拡充計画トリスタンと呼ばれる電子蓄積型加速器の真空容器に用いられるアルミニウム合金6063番で、成型する際の押し出し面を持つもの(試料A)、およびダイヤモンド旋盤加工面を持つもの(試料B)の二種類である。前処理として同時にいずれもトリクロロエチレン、アセトン、エタノール、蒸留水の順にそれぞれ15分間づつ超音波洗浄を行った。試料の大きさは $6 \times 6 \times 10 \text{ mm}^3$ および $6 \text{ mm}\phi \times 10 \text{ mm}$ であった。表面粗さ係数(SRF, Surface Roughness Factor)の測定は液体窒素温度下におけるXe吸着等温線にもとづきBET法を利用してXeの単分子膜容

量から求めた。測定方法の詳細はすでに報告した²⁾ので省略する。表面形態観察は走査型電子顕微鏡(SEM)および光学顕微鏡(OM)を用いた。表面元素分析はオージェ電子分光法(AES)を用い、深さ方向の組成変化はアルゴンイオンエッチング(5 keV , $80 \mu\text{A}/\text{cm}^2$)を併用しながら測定した。脱ガス挙動の測定は昇温脱離法によった。昇温脱離スペクトルは $4 \times 10^{-9} \text{ Torr}$ 以下の真空度で熱電対の先端につした試料を外側から赤外線ランプで試料表面に焦点を合わせ $20^\circ\text{K}/\text{min}$ の昇温速度で直線的に加熱した。この方法では試料のみが加熱されるが、さらに輻射熱による真空チャンパー内壁からの脱ガスを防ぐため、試料のまわりのチャンパーは水冷した。これにより試料以外からの脱ガスの影響を無視することができた。脱離ガス組成は四重極型質量分析計で測定した。

3. 結果と考察

3.1 表面形態観察および表面粗さ係数

アルミニウム合金試料A(押し出し面)および試料B(ダイヤモンド旋盤加工面)表面のOMおよびSEM写真をFig. 1に示す。写真A-1から押し出しによるすじが入っているのが見えるがSEMで倍率を高くするとA-2のように表面が非常に荒れている様子がわかる。一方試料Bでは同じように表面に旋盤による線状のキズが入っているが、よりなめらかであり、SEM像からA-2に比べ凹凸がないことがわかる。これらの面における

*昭和55年11月11日 第21回真空に関する連合講演会で講演(11p-4)

**北海道大学工学部原子工学科(札幌市北区北13条西8丁目)

***高エネルギー物理学研究所(茨城県筑波郡大穂町)

Fig. 1 Optical microphotographs (A-1, B-1) and scanning electron microphotographs (A-2, B-2) of the 6063 aluminium alloy surfaces.

A; as-received (sample A), B; finished with diamond lathe (sample B), SRF; Surface Roughness Factor.

SRF はそれぞれ 12.9 と 4.9 であり Fig. 1 から得られる定性的な表面形態観測結果と一致する。

3.2 昇温脱離スペクトル

加熱にともない脱離してくるガスは主に H_2O , H_2 , CO と微量の CO_2 であった。Fig. 2, 3, 4 に H_2O , H_2 , CO の各試料からのそれぞれの昇温脱離スペクトルを示す。試料 A の方がいずれの場合も脱ガス量が多いことがわかる。この結果は SRF の測定値と良い対応関係を示す。

試料 A では H_2O が 130°C と 470°C 付近に脱離ピークを持つのにに対し試料 B では 230°C 付近にブロードなピークひとつもつことがわかる。 H_2 は低温での脱離はなく 470°C 付近にいずれの試料でもシングルピークを持ち、この温

度は試料 A における H_2O の高温側のピーク温度と一致する。一方 CO では試料 A は 120°C にシャープなピーク、 350°C にブロードなピークがあるのに対し試料 B では明瞭な脱離ピークは存在せず、脱離量も少ない。 450°C 以上で質量分析計のシグナル強度が一定せずばらつくが、 H_2O や H_2 ではこのような現象は観測されず、 CO に特有の挙動を示した。アルミニウム合金 6063 の融点が 520°C 付近であることから、 450°C 付近から CO の拡散が急に促進されるために生じる一種の突沸のような現象と思われる。

3.3 表面層元素分析

それぞれの試料表面の温度上昇にともなう AES スペクトル変化を Fig. 5 および Fig. 6 に示す。

Fig. 2 Thermal desorption spectra of H_2O from the 6063 aluminium alloys with a heating rate 20.0°K/min .

Fig. 3 Thermal desorption spectra of H_2 from the 6063 aluminium alloys with a heating rate of 20.0°K/min .

Fig. 4 Thermal desorption spectra of CO from the 6063 aluminium alloys with a heating rate of 20.0°K/min .

Fig. 5 AES spectra of the 6063 aluminium alloy surface (sample A) observed at different temperatures.

Fig. 6 AES spectra of the 6063 aluminium alloy surface (sample B) observed at different temperatures.

室温において試料Aでは表面のアルミニウムはその大部分が酸化物として存在しているのに対し試料Bではメタリックなアルミニウムと酸化物とが共存している。また試料Aでは表面不純物の炭素が多いのに対し試料Bでは、むしろ酸素の方が多いことがわかる。これらの表面を加熱するにつれ、試料Bではメタリックのアルミニウムが減少し酸化物が増加するのみならず、マグネシウムが表面に拡散し、307°Cでは表面の大部分がマグネシウムによっておおわれてしまう。一方試料Aでは各温度であまり変化がみられない。307°Cではやはりマグネシウムが表面にあらわれるが完全にはおおわれていない。

昇温脱離スペクトルと AES スペクトルの温度変化の対応関係はアルミニウム合金の脱ガス挙動を表面吸着物の脱離現象のみに結びつけて議論することはできないことを示している。次に表面深さ方向の分析を行なった。

Fig. 7 および **Fig. 8** にアルゴンイオンエッチングにともなう AES スペクトルの各元素のシグナル強度変化を示す。試料Aは試料Bに比べ酸化層が数倍厚くアルゴンイオンエッチング速度から推定酸化層は 100 Å 程度であ

Fig. 7 AES depth profile of the 6063 aluminium alloy (sample A).

Fig. 8 AES depth profile of the 6063 aluminium alloy (sample B).

ることがわかった。Xe 吸着によって測定した SRF は試料Aの方が2.5倍程大きく、また酸化層も厚いことから、昇温脱離スペクトルにおいていずれのガスについても試料Aの方が脱ガス量が多いのは、表面積および酸化層両方が関与していると考えられるが H_2O の場合試料Aからの脱離量ははるかに大きく単なる SRF の違いのみからは説明できない。また AES による深さ方向の profile が両表面の厚さが違うにもかかわらず良く似ているのに対し加熱後の表面組成は両者間に大きな差があることか

ら脱離ピーク温度に関しては表面組成が関与しているものと思われる。

4. ま と め

高エネルギー物理学研究所加速器拡充計画トリスタンの大型電子蓄積型加速器には押し出し加工したアルミニウム合金が使用されるがアルミニウム合金6063の押し出し面とダイヤモンド旋盤加工面についてその脱ガス挙動を表面粗さ係数、表面組成、表面層の深さ分析から検討した。昇温脱離スペクトルからアルミニウム合金6063押し出し面で作製した真空容器は130℃以上でベークする

必要があることがわかった。また表面粗さ係数、表面酸化層がいずれもダイヤモンド旋盤加工面に比較して厚く、この相違が放出ガス量に反映していること、ならびに脱ガスピーク温度は表面組成が関与していることが明らかになった。

〔文 献〕

- 1) 石丸肇, 堀越源一, 簗田和之, 入沢敏夫: 真空22(1979)373
- 2) 前田滋, 広畑優子, 渡辺国昭, 山科俊郎: 真空23(1980)169