ステンレス鋼製真空容器の低温ベーキング*

小針 利明**・上田新次郎**・佐藤 修**
松本 学**・小林 正典***・堀 洋一郎***

(受付1989年12月1日, 掲載決定1990年1月6日)

Outgassing Rate of the Stainless Steel Chamber
After Low Temperature Bakeout

Toshiaki KOBARI**, Shinjiroo UEDA**, Osamu SATOH**
Manabu MATSUMOTO**, Masanori KOBAYASHI***
and Youichirou HORI***

** (Mechanical Engineering Research Laboratory, Hitachi Ltd., Tsuchiura-shi Ibaraki)

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

(Received December 1, 1989. Accepted January 6, 1990)

1. はじめに

ステンレス鋼は, その優れた材料特性 (高強度, 耐腐食性等) や放出ガス特性から, 超高真空容器や部品として広く用いられている. 10^{-10} や 10^{-11} Torr の超高真空を得るためにはベーキング処理が必須であり, ステンレス鋼の場合, 通常 $150^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ での In-situ ベーキングを行っている. ベーキングは真空容器内壁や槽内部品表面に吸着したガス分子, 特に水分子を脱離させることを主目的としているが, 吸着と脱離の現象は, 温度や表面の状態そして材料の履歴等の影響を複雑に受けるために, これらのパラメータを関係付けることは, はなはだ困難である. このためにベーキング温度の設定は経験によるところが多い. 複雑な超高真空装置では, 構成部品に対する熱負荷を極力減らすことが要求され, ベーキング時に冷却を行うなどして対処しているが, これは装置を複雑化しコスト的にも信頼性の上でも問題が多い. ベーキングの低温化はこの観点から強く望まれている. ステンレス鋼の放出ガス特性に関する報告 (例えば1)~3) 等) は多いが, ステンレス鋼の低温ベーキングによる放出ガス特性についての報告はあまり見られない. ここで

は, ステンレス製真空容器の低温ベーキングによる放出ガス特性について報告する.

2. 試験容器及び実験方法

実験に用いた試験容器の仕様および処理条件を Table 1 に示す. 試験容器は SUS316 製で, 内表面積は約 5000 cm^2 , 前処理として電解研磨および 450°C , 48 時間プリベークを行っている. 実験装置を Fig. 1 に示す. 試験容器は 1 l/s ($\text{N}_2\text{equi.}$) のオリフィスを介して, タンデムにつないだ 150 l/s と 50 l/s のターボ分子ポンプ (TMP) によって排気される. 放出ガス速度はオリフィス前後の圧力差からスループット法で求めた. 残留ガス分析はオリフィス下流 (TMP 側) に取りつけられた QMA で行った. 均一温度ベーキングを行うために試験容器はオープンで加熱し, その結果, 温度差は $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 以内であった. オリフィス下流の容器は 150°C でベーキングを行ったが, この容器もまた試験容器と同一の前処理を行っている.

実験は一つの試験容器を用い, 大気からの排気, ベーキング, 大気開放 (室温約 23°C , 湿度 $55 \sim 65\%$) を繰り返しながら放出ガス速度および残留ガスのイオン電流値を求めた. 実験の経過とベーキング条件を Table 2 に示す. 例えば, データ No. ②はデータ No. ①の2回目ベーキング後の放出ガス測定終了後に, 1 時間の大気開

* 平成 1 月 10 月 25 日第 30 回真空に関する連合講演会 (25Ap-3)

** ㈱日立製作所機械研究所 (茨城県土浦市)

*** 高エネルギー物理学研究所 (茨城県つくば市)

Table 1 Test chamber

Material	Size (mm)	Chemical Treatment	Pre-bakeout		
			Temperature	Time	Pressure
SUS316	$\Phi 153 \times L1100$	Electro-polished	450°C	48 hours	$< 10^{-6}$ Torr

Fig. 1 Side view of the experimental setup.

Fig. 2 Outgassing rate of the test chamber before bakeout.

Table 2 Air exposure and bakeout condition

Data No.	Air exposure	1st bakeout	2nd bakeout
①	—	100°C × 24 hr	—
②	1 hr	100°C × 24 hr	100°C × 24 hr
③	1 hr	80°C × 24 hr	—
④	1 hr	50°C × 24 hr	50°C × 24 hr
⑤	5 hr	50°C × 24 hr	—
⑥	22 hr	100°C × 24 hr	—
⑦	1 hr	150°C × 24 hr	—

Fig. 3 H₂O ion current of the test chamber before bakeout.

放を行ってから得られた次の大気開放までの一連のデータである。2nd ベークとあるのは、初めのベーク（1st ベーク）後の放ガス測定終了後に、大気開放せずに再度ベークを行ったことを示している。

3. 実験結果

3.1 大気開放後の放ガス特性

大気開放後に真空排気を開始してからの放ガス速度、 q を Fig. 2 に、H₂O イオン電流値を Fig. 3 に示す。いずれも横軸は排気開始を基準とした経過時間である。Fig. 2 の放ガス速度はどのデータも、 $1/t$ に比例して減少していることがわかる。しかし、大気開放時間の長い No. ④ (5 hr) と No. ⑤ (22 hr) のデータは排気の初期過程で 1 hr 大気開放のデータよりも高い値を示している。このことから大気開放時間の影響は、排気初期での放ガス速度の違いに表れることがわかる。Fig. 3 に示した H₂O イオン電流は放ガス同様に $1/t$ に比例して減少している。比較のために No. ④ データの H₂ イ

オン電流も記してあるが、H₂O が一桁以上大きな値となっていて残留ガスの主成分であることがわかる。

3.2 ベーク後の放ガス特性

排気開始から初めてのベーク後 (1st ベーク後) の放ガス速度を Fig. 4 に示す。横軸の時間はヒータ OFF を基準としているので初期のデータには、ベーク温度の違いによる温度差の影響も含まれている。容器温度は約 600 min 後には室温まで低下した。5000 min 経過後の放ガス速度を比較すると、放ガスの少ない順に、 q (150°C ベーク) $<$ q (100°C ベーク, 80°C ベーク) $<$ q (50°C ベーク) の 3 つのグループに分かれているのがわかる。No. ① のデータは、ベーク後リークを発見したので図には記載していない。しかし、リークを止めた後の放ガス速度は他の 100°C ベーク後のデータと一致した。50°C ベークの 2 つのデータも 5000 min 付近で 10^{-13} Torr l/s/cm² オーダーの放ガス速度が得られている。4000 min で 2×10^{-13} Torr l/s/cm² の放ガス速度が得られている 150°C ベークと、そ

Fig. 4 Outgassing rate of the test chamber after the 1st bekeout.

Fig. 5 Outgassing rate of the test chamber at different baking temperature.

れ以下のベーキング温度での放出ガス速度を比較すると、100°Cベーキング温度以下では脱ガスはまだ不十分である。横軸にベーキング温度 ($1000/T$, T ; Kelvin) を取り、ベーキング OFF 後の時間をパラメータとして放出ガス速度をプロットしたのが Fig. 5 である。この図から、あるベーキング温度範囲では、 $q \propto \exp(\alpha/T)$ (α ; const.) の関係のあることが推測される。

Fig. 6 は 1 回目のベーキングの後の放出ガス速度とその後大気開放せず 2 回目のベーキングを行った後の放出ガス速度を比較したものである。150°C、50°C 両者共に 2 回目のベーキング後は 1 回目より放出ガス速度の低下が見られ、24 時間以上のベーキングが有効であることがわかる。

Fig. 7 は No. ③ (50°C ベーク)、No. ⑤ (100°C ベーク)、No. ⑥ (150°C ベーク) のデータの、ベーキング OFF から 60 hr 後における残留ガスの主なイオン電流スペクトルである。ベーキング前は H_2O が主な成分であったものが、50°C ベーキングでも H_2O のかなりの減少が見られる。全てのガス成分ともベーキング温度に対応したイオン電流値を示している。ベーキング温度を高くすると、 H_2O よりもむしろ CO や CO_2 等のカーボン系ガスの減少率が大い。

Fig. 6 Outgassing rate of the test chamber after the 1st and the 2nd bekeout.

Fig. 7 Intensity of residual gas species at 60 hours after bekeout.

4. ま と め

電解研磨仕上げ SUS316 ステンレス鋼製真空容器に対し、450°C、48 時間の真空プリベーク処理を行い、低温ベーキングによる放出ガス特性を調べた結果、以下を明らかにした。

- (1) 100°C 以下のベーキング温度でも 10^{-13} Torr l/s/cm² オーダーの放出ガス速度が得られる。
- (2) 5 時間程度の大気開放であれば 50°C のベーキングで、 10^{-13} Torr l/s/cm² オーダーの放出ガス速度が得られる。さらに H_2O の除去もかなり進行する。
- (3) ベーキング温度 50°C から 150°C に高めた時に、各残留ガス成分の減少率は CO_2 や CO の方が H_2 や H_2O よりも大きい。

〔文 献〕

- 1) K. Odaka, Y. Ishikawa and M. Furuse: J. Vac. Sci. Techno., Vol. A5, No. 5 (2902), 1987
- 2) R. Nuvolone: J. Vac. Sci. Techno., Vol. 14, No. 5 (1210), 1977
- 3) R. Calder and G. Lewin: Brit. J. Appl. Phys., Vol. 18 (1459), 1967