高温脱ガス用二重真空大型排気炉

斉藤 芳男*・成島 勝也*・佐藤 吉博*・久松 広美*
松田 七美男**・水野 元*・福田 茂樹*・竹内 保直*・堀越 源一***

(受付 1990年4月13日, 掲載決定 1990年5月12日)

The Vacuum Furnace for High Temperature Bakeout of high power Vacuum Tubes

Yoshio SAITO*, Katsuya NARUSHIMA*, Yoshihiro SATO*,
Hiromi HISAMATSU*, Namio MATUDA**, Hajime MIZUNO*,
Shigeki FUKUDA*, Yasunao TAKEUCHI* and Gen'ichi HORIKOSHI***

*(National Laboratory for high Energy Physics, Tsukuba, Ibaraki, 305)

** (Faculty of Engineering, Tokyo Denki University, Kanda, Tokyo, 101)

*** (Tsukuba Institute of Technology, Tsukuba, Ibaraki, 305)

(Received April 13, 1990, Accepted May 12, 1990)

1. はじめに

真空装置においてより低い圧力を得るためには、大きい活性化エネルギーを持つ吸着・吸蔵分子まで取除く必要がある。現実的な時間制約内でこれを実現するためには、より高い温度でベーキングを行なえば良いことになるが、その労力や費用は非常に増大する。多くの場合、ベーキングは250℃程度以下で行なうのが実用上の限度であり、このため使用材料の表面処理やブリベーク脱ガス処理を行ない、ガス放出速度を更に下げる工夫をする。

しかしながら、このような処理を行なった素材を用いても、組立て後に高い温度(500~600℃)でベーキングを行なわねばならない場合もある。真空遮断器(スイッチチューブ)や、クライストロン及びジャイラトロンなどのいわゆる電子管と呼ばれるものがこの例である。これらは、製作後相当の排気速度をもつポンプを付帯させたままでは使用に際して不便であるし、又、ポンプの保守や費用の問題も大きい。従って、バルブを持たない封じ切り(チップオフ)管の構造となっており、製造後

の排気は殆んど期待できない(小型のイオンポンプを取り付けることもあるが、排気というよりも、内部圧力のモニターとして用いる程度である)。又、電子管はその材料として、ステンレス鋼、無酸素銅、絶縁用アルミナセラミック等を用い、製造工程が複雑で部品の再汚染が起きやすい。更に溶接だけでなく水素雰囲気中のろう付け箇所が多いため、組立て後の段階で材料中に多量の水素が溶解吸蔵されている。電子源としてのカソードを持つ電子管では、バリウム化合物による内部汚染もカソード熱処理の際に発生する。これらのことから、電子管の製作に於いては組立て後なるべく高い温度でベーキングを行ない、汚染を取除き、ガス放出速度を極力低下させておくことが必要不可欠となる。

金属材料の結晶粗大化やろう付け部分の信頼性等の問題から、ベーキング温度は500~600℃が選ばれるが、その際大気中でこれを行なうと外表面が酸化してしまったり、水蒸気の分解による水素の再溶解が起きる。そこで容器(真空管)外側も低い圧力に保ってベーキングを行なう事が必要となる。このための加熱炉が二重真空排気炉と呼ばれる。

本報告では、大型クライストロン開発・試作のために、高エネルギー物理学研究所に於いて製作した大型二重真空排気炉¹⁾について、基礎的な真空技術に関わる問

* 高エネルギー物理学研究所 (〒305 茨城県つくば市大穂1-1)

** 東京電機大学工学部 (〒101 東京都千代田区神田錦町2-2)

*** 筑波技術短期大学 (〒305 茨城県つくば市天久保4-3)

題点を挙げながら紹介する。

2. 大型二重真空排気炉

加速器の高周波源として用いられるクライストロンは、より大きい出力が要請される現在その寸法は大型化しつつある。今回製作した真空炉²⁾はこのため有効内容を、直径1.5 m、高さ2.5 mとした。図1に模式図を

図1 高温脱ガス用二重真空排気炉の模式図。△印は、脱ガス後のチップオフを行なう部分（無酸素銅パイプ）。

示す。又、クライストロンの大出力化に伴いその内部に発生する電界強度も高くなり、内部の残留ガスや表面汚染が原因となる放電も起こりやすくなる。このためクライストロンの加熱脱ガス工程も550°C、150時間以上のものが必要となってくる。従ってクライストロンの排気系には排気速度だけでなくスループット量の大きいポンプを使用せねばならない。表1に真空炉及び排気系の概ねの仕様をまとめた。尚、この真空炉は、最初に述べた被加熱物の外壁の酸化防止のために用いだけでなく、大型素材のブリベークにも使用できるよう、炉内圧力の目標を 10^{-8} Torr（加熱時でも 10^{-6} Torrを超えない）とした。

3. 真空炉開閉用大型フランジ

真空炉内部にクライストロンを設置する際の作業性を良くするため、炉の開閉は図2に示すように回転式とした。こうため、昇降式のベルジャーと比べると、真空シール部の長さが長くなり、又、自重でガスケット部をつぶせないでクランプによるフランジの押えも必要となる。図3は、フランジの合わせ部分の概略図である。直径15 mmのネオプレンOリング（周長12 m）を深さ10.5 mmのアリ溝（炉の内側へはガス抜穴が切ってある）に挿入して保持する。つぶししろは4.5 mmであるので、まずフランジ単体（縦4.3 m、横2.2 m、幅200 mmの額縁形で、厚さ50 mm）の平面性を、合わせ状態で隙が2 mm以内におさまるように加工し、次にひずみの発生に注意して炉本体に溶接した。完成した炉を設置した後に、実際のフランジ面間距離を周囲18ヶ所で測定した。図4のaは炉に取付けた駆動輪によりフランジを

表1 クライストロン脱ガス用二重真空大型排気炉の概略

大 き さ	炉外形……………直径1.8 m×高さ3.9 m
	加熱有効容積……直径1.5 m×高さ2.5 m
	設置床面積……………6 m×6 m
炉 温 度	常用550°C……（最高700°C） 昇温速度…20 deg/h～100 deg/h 可変（PID 制御）
ヒ ー タ	ニクロムリボン（NCH-1）厚さ1.8 mm×巾13 mm 163 m×3 帯（3 相200 V）
絶縁碍子 熱遮蔽板	91%アルミナセラミック、気孔率0%，体積抵抗率（700°C） $10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ SUS 304、0.5 t×6 層
炉排気系	16インチ油拡散ポンプ（非シリコン系油、水冷バッフル使用） メカニカルブースタポンプ（10 m ³ /min） 油回転ポンプ（2500 l/min）等
主 気 系	イオンポンプ（500 l/s） 磁気軸受ターボ分子ポンプ（400 l/s） クライオポンプ（2200 l/s：水素） 油回転ポンプ（635 l/min）

図2 製作した炉の開閉の様子. 上から見た状態.

接近させた時の様子である. フランジの一部は接触しているが他の部分 (下方) は4.5 mm 以上離れている. 回転軸の取付部分の微調整だけではこれ以上の精度を求めるのは困難であった. このままで排気を開始してしまうと, 大気圧でフランジが押されて全周が密着するまでに隙間からホコリ等を吸入してしまう. b は, クランプ (エアシリンダ駆動, 回転軸側125φ 3個, 反対側100φ 5個) によりフランジを押えつけた状態の様子であり, この場合は充分密着していることがわかる. c は更に炉の排気を行ない内部を真空にした時である. 大気圧により炉全体が押し付けられ, より密着性が良くなる (フランジ上下部) とともに変形も多少見られる (フランジ左右部分). この測定はフランジ最外周 (シール面から120 mm 外側) で行なっているの, 観察された変形はOリング当り面を支点としたフランジのソリと考えられる. 実際, リークは発生しなかった. 又, 数回の炉の加熱運動を行なった後も, ①~③の状態は再現したので, 熱ひずみのないフランジである事が確認された. これは炉内の熱遮蔽板 (6枚) の効果により炉壁そのものの温度上昇が低く押えられた (炉の外壁は水冷状態で40°~50°Cの温度上昇) ためと考えられる.

4. 炉内の絶縁碍子

真空炉容器内壁, 熱遮蔽板, ヒータ, 絶縁碍子の総表面積は約400 m² (炉の容積は約11 m³) で, このうち

図3 炉フランジの真空シール部. Oリングは15φ, ガス抜穴は2φ.

図4 炉フランジのフランジ面間距離 (d) の測定結果 (周囲18か所を測定し, そのうちの最小値を差引いた値). a: 炉の駆動輪のみによる接近. b: クランプによる圧着 (炉内は大気圧). c: 炉内を排気 ($\sim 10^{-6}$ Torr).

350 m² 近くは熱遮蔽板によるものであり, 絶縁碍子 (2000組) の表面積は20 m² 程度である. しかし, 焼結体である絶縁碍子はその気孔率により真の表面積が大きく変わり, 熱遮蔽板の表面積よりもはるかに大きくなっ

てしまう事も予想される。ヒータ近傍で使用され温度も高くなるので、この場合には絶縁碍子からのガス放出量が支配的となり、到達圧力に影響を与えるだけでなく加熱開始初期には放電の発生も誘うことが考えられる。本装置では耐熱性だけでなくこの点も考慮して、多少高価であるが緻密質（気孔率0%）のアルミナセラミック³⁾を絶縁碍子として使用した。図5は、炉を大気曝露した後に再排気した際の、圧力変化の様子である（1回目は製作直後で加熱履歴は受けていない）。回数とともに系が枯れていき、700°Cの加熱運転の後にはほぼ安定して3.5時間で 10^{-6} Torr、60時間後に 10^{-8} Torrに到達するようになった。排気開始10時間後の圧力から炉内（加熱していない）のガス放出速度を見積る（総面積400 m²とし、材料により差がないとする）と 10^{-10} ~ 10^{-11} Torr・l/cm²・sとなる。これは一般的なステンレス鋼での経験値と同程度であり、絶縁碍子からの全ガス放出量が支配的ではないことを示していると考えられ、緻密性アルミナセラミックの使用は効果があったと思われる。

なお炉の種算加熱時間が300時間程度経過した時、ヒータに地落（ヒータの対地抵抗が2 k Ω 以下となった）が発生した。これは絶縁碍子表面に付着したよごれによるもので、ヒータの黒かわ（NiやCrの酸化被膜で圧力の高い雰囲気中で使用する場合は保護膜となる）が加熱により脱離したものと判断された。ニクロムヒータ表面をビーズブラストにより清浄化し、碍子は空气中で再加熱することにより、以後安定した加熱運転が可能となっている。

図5 大気曝露後の、炉の再排気初期特性。

5. 炉内に使用するフランジ

被脱ガス体（クライストロン）そのものが持つ組立用フランジ、及び、排気管接続フランジは、550°Cで150時間の加熱履歴に耐えるものでなければならない。ステップ型フランジ⁴⁾は高温加熱に対し実績はあるが、オス・メスを持つ非対称形で汎用性が少ないので、今回はコンフラットフランジを用いた。現在までにリーク発生がしばしば起きたが、その殆んどは、フランジとガスケットの「寸法精度」、及びそれらの「硬さ」、締め付けねじの「摩擦」の3つの問題に帰着されると解釈された。以下に実際に起きた例を具体的に述べる。

ガスケット外周端面に大きい「だれ（打抜ガスケットに多く見られる）」を持つもの、又、フランジ側のガスケット受溝の直径が小さくガスケットを入れにくいものなどを組み合わせた場合は加熱履歴によりリークが発生しやすい。これは、フランジ締め付けの際にエッジがガスケットに食い込んでもガスケット外周端面がフランジの溝側面に均一に当たらず、キップチャーシールにとって必要な加工硬化が部分的にしか達成されなかったため⁵⁾と考えられる。ガスケットの硬度に関しては、 H_V （ビッカース硬度）~80を持つ市販の無酸素銅ガスケットを使用した際、加熱後リークしてしまう事が多く、エッジの食い込み不足やフランジのゆるみが認められた。これは、1つには後述するねじ（脱脂洗浄したもの）の摩擦が原因で、つまり通常のトルクでねじを回転させても充分な締め付け力が得られず、エッジの食い込みが少ないためガスケットの加工硬化がそれ程進まなかったからといえる。これに対して軟らかい無酸素銅ガスケットを用いれば、同じ締め付け力でも深い食い込みが得られ、即ち加工硬化後の弾性応力の大きさは同じでもそれに到るまでの塑性変形量は大きいので、加熱による弾性応力の低下は少ない事が期待される。実際、焼鈍したガスケット（ H_V ~40）では、リーク事故は少ない傾向にあった。なお、フランジはSUS 316材の方がSUS 304材で製作したものよりリーク発生は少なく、高温での機械的強度の大きい事を示していると考えられる。

炉内で使用するボルトナットには、グリースや MoS_2 塗布材等通常の潤滑剤は汚染や粉塵発生の原因となり使用できない。図6は、ボルトに加えた回転トルクとそれにより生ずる軸力⁶⁾を測定⁷⁾した結果である。脱脂洗浄したボルト・ナットの組合せでは、得られる軸力は潤滑剤塗布の場合の3分の1程度でしかなく、又、ねじ部の表面仕上げ状態によると思われるバラツキも見られた。更に測定を繰返すにつれて軸力の低下が観察される事が多く、摩耗が進行して摩擦面の状態が変化したと考えら

図6 ボルト・ナットの軸力測定結果. SUS 316 ボルト・ナット (M8, $p=1.25$) を使用. a: 二硫化モリブデン潤滑剤塗布の場合. 回転を繰り返すうちに軸力が増加するのは, 潤滑剤がねじ表面になじんでいくためと思われる. b: 脱脂洗浄した場合. 回転の繰り返しにより摩耗が進み摩擦係数が増加したと考えられる.

れる. 炉中で使用した後のねじの解除の際には, 加熱によるやきつきも起きた. これを防止するために金属接触面の拡散障壁として TiN 薄膜をコーティングする事がある. 実際に $2\mu\text{m}$ の TiN 膜 (ホロカソード放電成膜) をボルトに施したところ, やきつきは少なくなった.

又, トルク・軸力測定結果から, ねじの回転に伴う軸力低下も起こらず常に一定の締め付けが可能である事がわかった. しかしながら得られる軸力はやはり潤滑剤使用時の 3 分の 1 程度でしかなかった. TiN コーティングは, ねじの焼き付きや摩耗を減少させる効果⁸⁾はあるが, その摩擦係数を低減させてはいないと言える

6. おわりに

製作した高温脱ガス用二重真空排気炉で, 実際にクライストロンを排気した. 550°C の加熱状態で全圧は 10^{-7} Torr から 100 時間後には 1.5 桁低下し 10^{-9} Torr 台となった. その時点で加熱を停止し 200°C (加熱停止から約 30 時間後) では 10^{-10} Torr 台に到達した. 加熱時の残留ガスは主として水素であり全圧と同様の減少を示した. 従ってクライストロン構成材料の吸蔵ガスは水素が主であることが確かめられ, 又, その脱ガスにはこのような高温二重真空炉による長時間の排気が有効であると結論できる.

実際の加熱に際しては, 炉内でのフランジ接続に充分注意を払わねばならない事がわかった. 特にコンフラットフランジに於いて理想的なキャップチャーを得るためには, フランジやガスケットの寸法精度及び硬さの管理が重要であり, 更にボルト・ナット間の摩擦に関しても考慮しなす事が必要であろう.

〔文 献〕

- 1) 成島勝也他: Proceedings of the 7th Meeting on Ultra High Vacuum Techniques for Accelerators and Storage Rings, KEK Report 82-2, (1989) 139.
- 2) 製造はタイホー工業及び徳田製作所.
- 3) KP-91, 日本特殊陶業.
- 4) 斉藤芳男: 真空, **32** (1989) 625.
- 5) 永井康睦他: 真空, **33** (1990) 21.
- 6) 山本 晃: “ねじ締結の理論と計算”, 養賢堂 (1970).
- 7) 久保富夫他: 真空, **25** (1982) 50.
- 8) 田村繁治他: 第30回真空に関する連合講演会講演予稿集 (1989) 152.