The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	ZHV実用化への道
Author(s)	塙, 輝雄
Citation	大阪大学低温センターだより. 1978, 22, p. 2-5
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/8664
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

The University of Osaka

研究ノート

ＸＨＶ実用化への道

工学部　塙　　輝　雄（吹田4155）

ＸＨＶとはExtreme High Vacuum の略称で，10年位以前から一部の真空屋の間でＵＨＶ（超高真空）を超える真空領域を指す用語として用いられて来た。一部でという意味はＸＨＶという呼称が未だ必ずしも国際的な術語として定着しているとは言えないからである。歴史的に見ると，1950年ごろの商業的な到達圧力が10^{-7} Torr程度であった為，10^{-8} Torr以下の圧力領域をＵＨＶと呼んで技術目標としたこと，及びこの時期にＢＡゲージが発明されて10^{-11} Torrまでの圧力計測の基礎が確立されたことを念頭に置かねばならない。1960年に入るとスパッターイオンポンプを始めとして，確実な金属ガスケット，ベーキング可能なヴァルブの商品化が行われ，10^{-10} Torr の真空度は苦労なしに到達し得る状態となった。更に最近の真空技術の成果を眺めると10^{-13} Torr の真空度は既に特別な装置や大型加速器の一部に実現されて居り，商業的な真空装置に対してすら5×10^{-11}Torrを保証する会社も外国では稀ではなくなった。しかし，我々の経験からすると10^{-12}Torr以下の圧力を実用的な真空度とするには大きな壁があるように思われる。ここで10^{-12} Torr以下の圧力領域をＸＨＶと名付けることは，努力目標を明らかにする点で必要，かつ有意義であると言えよう。

多大の努力を払うからには，何故ＸＨＶが必要であるかをまづ明らかにしておかねばならない。確かに極限技術の追及はそれ自体興味あり，かつ思いがけぬものを生み出す可能性を秘めてはいるが，現在の知識に基づいた予想もまた必要である。結論から言えばＸＨＶを最も必要とする分野は固体表面の科学であり，その成果はまた直ちにＸＨＶ技術の発展にフィードバックされるものである。簡単な見積りを行うと，10^{-6} Torrの真空中に置かれた試料の単位面積に毎秒衝突する，残留ガス（CO，H_2O，O_2，CO_2 等）分子数は$3\sim4\times10^{14}$ 箇程度で，原子数に換算すると10^{15} atoms／cm^2，すなわちほぼ固体の表面原子密度の程度となる。この理由により$L=10^{-6}$ Torr・sec をガス露出量の単位とすることがよく行われている（Ｌ．ラングミュア）。もしガス分子の表面に対する付着率が1であるならば，10^{-10} Torr の真空下で創出された清浄表面は10^4 秒で単原子吸着層（ＭＬ）に被われてしまうことになる。もし数％ＭＬまで許容するとすれば10^{-10}Torr中で清浄表面が保持される時間は10^2 秒のオーダーしかないことになる。表面量の測定は一般に信号が微弱なためかなりの長時間を要するのが常であり，多数の物理量の測定による定量的表面研究を志すならば数時間以上表面を不変に保たねばならない。幸い，半導体表面はガスの付着率がかなり低いので10^{-10}Torr でも良い場合が多いが，触媒活性の強い遷移金属の清浄表面を対象とすれば，恐らく10^{-12} Torr まで真空度を上げない限り，不確実な因子は除去し得ないであろう。

ＸＨＶを実用化するため克服すべき問題に立入る前に，若干の真空基本量を表1に示しておく。表において圧力の値につづく（　　）の中は，その真空度における主要な残留ガス成分を示し，諸数値はそのガスに対する計算値である。

表 1　UHV，XHVにおける諸量（常温）

圧　力　P（Torr）	10^{-10}（CO）	10^{-12}（H_2）
平均自由行路 ℓ（km）	5×10^2	9×10^4
分子密度 n（cm^{-3}）	3.2×10^6	3.2×10^4
壁に衝突する分子数 ν（$cm^{-2} \cdot sec^{-1}$）	4×10^{10}	1.5×10^9

容積V（ℓ），全ガス放出速度Q（Torr・ℓ／s）の真空容器を排気速度S（ℓ／s）のポンプで排気するとき平衡圧力 P_e は

$$P_e = Q / S + P_0$$

で与えられる。ここで P_0 はポンプ自体の平衡圧力で，H_2の平衡圧を10^{-12} Torr 以下に下げ得るのは2.8°K以下に冷却したクライオポンプのみであろう。問題はQであるが，常温に於けるステンレス鋼のガス放出速度は，頻繁に大気ー真空のサイクルを繰返えす場合，10^{-12} Torr・ℓ／cm^2・sと見積るのが妥当であろう。具体的な例として$V = 100\ \ell$，全内部表面積$3 \times 10^4\ cm^2$の装置を考えよう（直径40cm，高さ100cm程度の実験装置）。すると，$Q = 3 \times 10^{-8}$ Torr・ℓ／sとなるので1×10^{-12} Torr を実現するには $S = 3 \times 10^4\ \ell / s$のポンプを必要とする。クライオ面は厳重な熱シールドを必要とするので恐らくH_2 に対する排気速度は $10\ \ell / cm^2 \cdot s$ 程度以下となるであろう。すなわち$3 \times 10^3\ cm^2$ 程度の極低温面（直径 70cm 程度となる！）を必要とし，実用的ではなくなってしまうことになる。即ち，XHV装置を現在のUHV装置と同じように使用出来るものにしたければ，少くともQを2桁下げねばならないことになる。構成材料であるステンレス鋼やAℓは徹底的な表面処理によって 10^{-14} Torr・ℓ／$cm^2 \cdot s$ の脱ガス速度に達し得るとされているが，頻繁に大気にさらす系でこの値を維持することは困難で，セラミックガラスその他の材料を考えると常温で10^{-14} Torr・ℓ／$cm^2 \cdot s$を望むことは無理と思われる。

もう一つの可能性は装置全体を冷却することである。固体表面からの脱ガス過程を，それに必要なエネルギーで分類すると，20〜30Kcal／mol 程度のものが最も真空にとって有害であることが知られている。これより小さいエネルギーにあっては容易に表面から離脱し，より大きいものは殆んど離脱しないので，何れの場合も問題にならない。簡単な見積りを行えば，装置全体を－20°C程度に冷却するとQを約3桁下げることが出来る。これにより合理的な寸法のクライオポンプが利用可能となる。このように考えてくるとXHV技術は深く低温技術と結びついていることが理解されるであろう。

さて，XHVに到達したとしても真空度の測定の問題が残る。XHVにおける真空度（全圧および分圧）の測定が如何に困難であるかは上に述べた装置に対して簡単な見積りを行えば容易に理解されるであろう。1×10^{-12} Torr において気相に存在する全分子数は表1より3×10^9 箇となる。この数は$1\ cm^2$ の表面の吸着サイトの10^{-5} に過ぎない。これはUHV以上の圧力領域で無視出来たような極めて微小な表面の変化もXHV領域では決定的な因子となり得ることを意味するので，より高い圧力領域における較正値を外挿することは危険である。実際問題として，UHV領域に於てすら通常の真空度

測定には５０％程度の誤差は簡単に入ってくるのが常である。

ＸＨＶ領域において使用さるべき真空計については，すでに〝多産な６０年代〟に出るべきものは出尽してしまった感が深いので恐らく基本的には問題はないと考えてよい。問題はゲージ自体ではなくその絶対値較正にある。

真空計の絶対較正は与えられたガスの圧力を正確に圧力として測定し得る領域（数Torr ～ 10^{-2} Torr程度，高真空計はすべてガスの分子密度を測る）で測定し，これを〝予測可能な方法〟で減圧することによって為される。例えば，小容量のガスを予め充分良く排気した大容積の器に導入することにより，計算し得る減圧比が得られる。この場合容器の壁からの脱ガスが最低圧力を決定する因子となるので 10^{-8} Torr程度の較正が限界となる。ただしここまで較正出来るガスは稀ガス，N_2，CH_4 等の吸着熱の小さなものに限られる。何れにせよこの方法はＵＨＶにすら適用不可能である。

もう一つの減圧法は図１に示すように真空容器に測り得る流量Q（Torr・ℓ/s）のガスを導入し，理想的な穴を通して，計算し得る速度S（ℓ/s）で排気することにより動的に減圧する方法で $P=Q/S$ で与えられる。この場合の問題点は再現性良く微小な流量を実現することで多孔質 Vycolガラス等により数％の精度で 10^{-7} Torr・ℓ/s 程度までのQが得られている。所が穴のコンダクタンスを数％の誤差範囲に保持しようとすれば穴に接続すべきＸＨＶポンプは排気速度，到達真空度共にテストドームに対する値より一桁以上大きくとらねばならない。又テストドーム自体は排気穴に比して充分大きくなければならない。このような事情を考えると，この方法で較正し得る圧力の限界は 10^{-10} Torr 程度と考えられる。以上の方法が共にＸＨＶに適用不可能とすれば，残る所は自由空間への膨張分子流を利用する減圧法？以外には無い。この減圧法は分子ビーム法と呼ばれる。

実験室的に分子ビーム法を実施しようとすれば図２のように微小流量Qのガスをクヌーセンセルより，液体He で冷却されたＸＨＶ容器内に噴出させればよい。噴出口に比して容器が充分大きく，器壁に衝突したガス分子の付着率が１であれば希薄な分子流束として任意に大きな減圧比を得ることが出来る。実際問題として 10^{-12} Torr 以下のゲージ較正装置は，同時に数種類のゲージを相互に干渉することなく設置することが望ましいので（複数箇のゲージの同時較正により，ゲージに固有の性質を知ることが出来る）必然的に非常に大きなものとなるであろう。

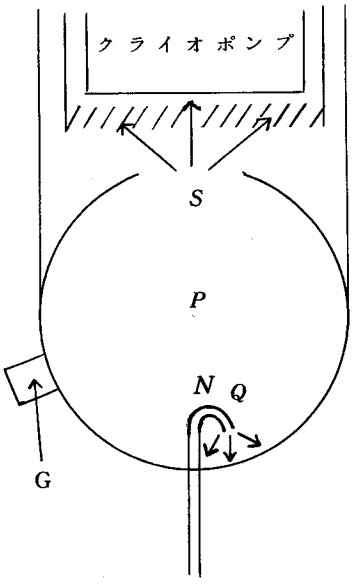

図１　動的減圧法によるゲージの較正，Ｎｉ微小コンダクタンスのノズル

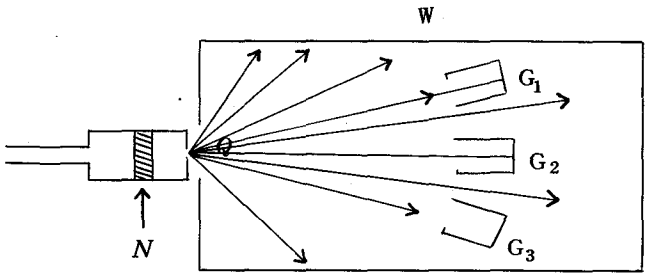

図2　分子ビーム減圧法によるゲージの較正，G_1，G_2，G_3 ・・・・・全圧計，分圧計，N：多孔質ガラスW，液体Heクライオパネル

先にゲージに関しては基本的な問題は無いと書いたが，ＸＨＶ領域に於て予想される問題点を若干補足しておくことにする。全圧計にせよ分圧計にせよ電子衝突によるガス分子のイオン化を利用せざるを得ないが，ＵＨＶ領域で知られている軟Ｘ線効果以外にゲージ電極に衝突する電子による吸着ガスの脱離現象，白熱タングステン表面に衝突した水素分子が解離して原子状水素となり，これが金属，ガラス等と反応してCO，CH_4，H_2O その他のガスを副生する効果，等がいちぢるしくなる筈である。すなわち，ＸＨＶゲージにあってはカソードの改善と構成材料の徹底的な脱ガス処理が最大の問題点となることは確かである。

以上ＸＨＶを実用化するための諸問題を簡単に論じたが，ＸＨＶは極低温技術なしでは実現し得ないといって差支えない。要は一刻も早く大型のＸＨＶ装置を製作し，ゲージの較正からスタートすべきであると言うことに尽きる。