

技術ノート (超高真空)

アルミノ・シリケートガラス

アルミノ・シリケートガラスと呼ばれているものは軟化点の高い一群のガラスで、軟化点が 950°C 付近のものもある。SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO 系の低融点組成を、MgO, BaO, ZnO, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> などで改良したものに相当する。アルカリ化合物は極めて少ない。燃焼管、高温用水銀温度計、高圧水銀灯などに使われてきたが、450°C でベーキングできることはもちろんのこと、場合によつては最高使用温度の 750°C の高温ベーキングも可能なため、容易にガス出しができる。一方、気体透過係数は常温で  $\sim 10^{-16}$ 、600°C のベーキング温度で  $\sim 10^{-10}$  (cc·mm/sec·cm<sup>2</sup>·cmHg) (ヘリウム) であつて極めて小さい。このため超高真空装置用の材料に極めて適した材料と言えよう。管球用ガラスとしてはすでに使用されており、マイクロ波管 (誘電損失や電極の輻射によるガラスの発熱に耐える)、ブラウン管 (蛍光体の高温処理を要する場合) 等の使用例もある。膨張係数  $\alpha$  (単位 10<sup>-7</sup>/°C) は 30~60 の範囲にわたるので、他のガラスや金属と溶着する場合は確かな値を知つておく必要がある。 $\alpha$  が 50 ぐらいならばモリブデン ( $\alpha=55$ )、コパール ( $\alpha=50$ ) と直接に、またはそれぞれの封着用ガラスを仲介として封着しうる。封着用ガラスを使つた方が安全度が高いと思われるが、ベーキング温度がこれによつて制約される。またウランガラス ( $\alpha=41$ ) を経てタングステン ( $\alpha=44$ ) と封着しうる。 $\alpha$  が 35 ぐらいならば直接に、またはノックス型ガラス ( $\alpha=34$ ) を経てタングステンと封着しうる。バーナ加工時は、還元炎で温度を上げてから酸化炎にしないと発泡するものがある。加工後のなまは徐冷温度

T<sub>A</sub> まで加熱する必要があるが、T<sub>A</sub> が他種ガラスのそれ (通常 450~550°C) より高いことに注意を要する。常用可能な温度はひずみ温度 T<sub>str</sub> 以下とみるべきである。耐水性、耐酸性は実用上十分だといえる。電気抵抗、絶縁破壊電圧は他のガラスよりかなり高いが、誘電損失は比較的大きい方に属する。組成例等を別表に示す。

Wt. %	I	II	III	Jena Supre- max	ソビエト Mazda	Corning 1720	英国 BTH社 C-18
SiO <sub>2</sub>	64	64	55	56	58	59	57
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15	15	23	20	25	23	22
CaO	13	13	5	5	7	4	8
MgO	4	4	11	8	8	10	9
BaO	—	—	—	—	—	—	1
Na <sub>2</sub> O	2	3	1	1	—	1.3	—
K <sub>2</sub> O	—	—	—	—	2	0.7	—
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	—	—	5	9	—	1	4
F	2	—	—	—	—	—	—
$\alpha$ 10 <sup>-7</sup> /°C	54			33		42	50
T <sub>str</sub> °C				665		672	
T <sub>A</sub> °C				715		712	
T <sub>S</sub> °C				938		915	

T<sub>g</sub>: 軟化点。組成の数字は丸めてあるので合計は必ずしも 100 でない。

ベーキングで放出される H<sub>2</sub>O の量 V を V = m (時間)<sup>1/2</sup> + const と表わすと、m は 650°C で Corning 1720 (アルミノ・シリケートガラス) が 9、鉛硼珪酸ガラスとパイレックスが 25、鉛カリガラスが 100、ソーダ石灰ガラスが 200 ( $\mu\text{Hg}\cdot\text{l}\cdot\text{dm}^{-2}\cdot\text{hr}^{-1/2}$ , 後二者は外挿値) 程度であつた。(東芝中央研究所 岸井 賢)

超高真空における微量ガス調整器 (リークバルブ)

超高真空装置に特定のガスを微量流入しながら実験を行なう場合、その流量や、試料ガスの圧力、純度等に応じ、適切な可変リークバルブを用意する必要がある。古くからよく用いられたものには「ニードルバルブ」がある。これはふつう先細になつた弁座の孔に、同じテーパのピストンを押し込む構造のものであるが、バルブ自体の脱ガスができないうえ、閉じたとき超高真空を保つほどの完全に気密なシールが期待できない。

最近、特に超高真空用として開発された金属バルブ\* では、450°C のベークアウトに耐久、コンダクタンスを 10<sup>-10</sup> cc/sec から 10 cc/sec までの極めて広い範囲で連続して変えることができ、その上 50 in. oz. といつた弱いトルクで閉じた時、このシールの 1 気圧に対するリーク量は 10<sup>-13</sup> cc (STP)/sec 以下のものがある。またこの時外圧 400 psi、内圧 500 psi にも耐えるといわれている。接続管はガラスおよび金属 (モネル) の 2 種である。

バルブの開閉は手動型と電動型があり、前者では駆動機構に計数器が取り付けられているので、その読みから (校正曲線により) およそのリーク量を知ることができ

る。後者は圧力計と連動させて Automatic Pressure Controller として製品化されている。これは質量分析計、線型加速器等のイオンビームの自動制御に、また各種ガス反応のプロセス制御に便利であろう。

圧力差が小さなき (たとえば 10<sup>-5</sup> と 10<sup>-8</sup> mmHg) のコンダクタンス制御には、横に寝かせたガラス毛细管中に、丁度はまる太さのガラス棒 (他端に鉄片を封じ込んだガラス密封管つき) を外から磁石で適当に動かす方法や、大小数個の孔を 1 列にあげ、光学的に平に研磨仕上げされた金属円板を太いガラス管内に内封し、この表面に同じく光学研磨された蓋板を孔に沿つて密着させながら管外から磁氣的に摺動させて、孔を順次開いて行く方式もある。圧力差の大きい時には、多孔質のセラミック棒 (または管) を水銀中に浸し、ガスを外部より内部に拡散させる。ブランジャーの突込み方により、水銀の高さを変えると、セラミック尖端の有効部分が変わるので、ガス流量を調節できる。ただし冷却トラップが必要である。このほかに透過現象を使い、温度でリーク量をコントロールする方法もあるが、特定の気体に限られる欠点がある。

\* Granville-phillips 社 Series 9100 Variable Leak.

(日本電気(株) 織田善次郎)