

# 真空環境の信頼性と評価技術

株式会社島津製作所  
総合デザインセンター

大橋 恒久

真空環境には大気圧の環境と異なる性質があり、幅広い分野で利用されている。この真空環境の信頼性を確保することとは、良好な真空環境を作製・維持することであるが、真空に関わる機器の信頼性評価の報告例は、大気圧中で使用される機器に関するものより少ない。そこで本稿では、真空技術になじみのない方も理解しやすいよう簡略化して、真空環境の劣化によるトラブルの事例と真空環境の信頼性を確保するための評価技術を紹介する。

## 1. はじめに

信頼性試験は、高温や低温、高湿度、振動などの様々な環境下で実施されているが、一般的に大気圧の環境下で実施される。それは、対象となる機器が大気圧の環境下で使用されるためである。その一方で、大気圧より圧力の低い真空環境には様々な特徴があり、幅広い産業で利用されている。

真空環境の信頼性を確保することとは、良好な真空環境を作製・維持することであるが、真空環境が日用品や家電製品などの身の回りには少ないこともあり、その信頼性評価の報告例は少ない。しかしながら真空環境を利用した機器では真空環境が劣化すると様々なトラブルが起こるため、真空環境の信頼性の確保は重要である。そこで本稿では、真空環境の劣化によるトラブルの事例を解説し、トラブルを起こさないための評価技術を紹介する。

なお真空機器の構造や動作原理などの真空技術に関する詳細な解説は省略しており、興味のある方は、関連する書籍<sup>[1]</sup>を参考されたい。

## 2. 真空環境の劣化によるトラブルの事例

### 2.1 真空断熱の効果の低下

真空環境が身近にある製品として、真空断熱タンブラーが挙げられる。真空断熱タンブラーに冷たい飲み物を入

れると、通常は冷たいままとなるが、断熱しなくなると外側が結露して、飲み物がぬるくなる。

飲み物の温度であれば大した問題ではないが、大規模な断熱容器では大きなトラブルとなる恐れがある。そのため、将来のクリーンエネルギーとして期待される水素に関連して、液化水素を運搬・保管する真空断熱容器の熱伝導を抑制するための研究も行われている<sup>[2]</sup>。

これらでは、断熱機構の内部への空気の流入や、内部部品からのアウトガスによる真空環境の劣化が課題となる。

真空度が高い環境では、空間の熱伝導は輻射だけに抑えられるが、真空度が劣化すると流入した気体の熱伝導が加わり、更には気体の対流による熱伝導も加わる。空間の大きさにもよるが、気体の圧力が概ね0.1 ~ 1 Paを超えると、気体の熱伝導の寄与が大きくなる。

### 2.2 電気的な絶縁性の低下

真空環境が劣化すると、先に述べた熱的な絶縁性の低下だけではなく、電気的な絶縁性も低下する。それが原因となって真空遮断器が放電して発煙し、その時の応急操作により火傷を負うという事故が起こっている<sup>[3]</sup>。真空遮断器の内部(真空バルブ)の構造を図1に示す。10<sup>-5</sup> Paほどの真空中で接点が動き、電源をON・OFFする構造となっている。

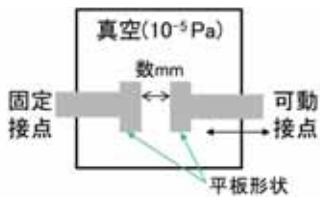


図1 真空バルブの構造

この事例では、まず管体が腐食して内部に空気が流入したことにより絶縁性が低下した。その状態で、上流側から通電した際に固定接点と可動接点の間で放電が起こった。

電気的な絶縁に関しては、気体の圧力と電極間距離の積に対して放電が起こる電圧が変化するというパッシェンの法則が知られている。その概略を図2に示す。真空度が十分に高い環境では、放電に関わる気体分子が少ないため、放電は進行しない。真空度が劣化して気体分子が増えると、気体分子と電子の衝突による電離が連鎖的に増加し、低い電圧でも放電が起こりやすくなる。

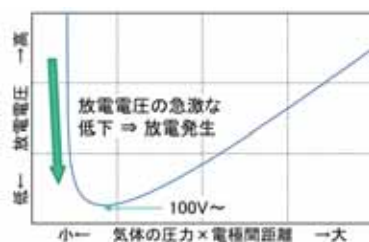


図2 パッシェンの法則の概略

### 2.3 粒子の散乱の増加

真空環境で真空度が劣化すると、空間中での気体分子との衝突により電子などの粒子の散乱が増加する。それが原因となり、放射光施設の稼働が停止するトラブルが起きている<sup>[4]</sup>。このトラブルは、真空中で使用する部品の冷却水チャンネルが劣化して、冷却水が真空中にわずかに漏れ出したことにより気体分子が増加したことによるものであった。

放射光とは、 $10^{-7} \sim 10^{-8}$  Paの超高真空中で電子が光速に近い速度で直進し、磁場で曲がる際に接線方向へ出る電磁波である。気体分子の量に応じた電子の挙動の違いを図3に示す。気体分子の量が増えると、電子と気体分子との衝突により電子が散乱して電子の軌道が変わる頻

度が多くなり、放射光が大きく減衰する。



図3 気体分子の量に応じた電子の挙動の違い

### 2.4 薄膜の結晶性の低下

半導体製造プロセスにおいて真空環境が劣化すると、半導体素子の中のアリウム薄膜配線において断線やショートなどの信頼性の低下に繋がる<sup>[5]</sup>。成膜装置の内部部品からのアウトガスが増加すると、成膜のために使用されるアルゴンガス中の不純ガスが増加することが原因である。

図4に示すように、不純ガスが少ない正常な環境では高純度のガスにより結晶性の高い薄膜が形成されるが、不純ガスが増加すると、不純ガス分子が薄膜の中に取り込まれる量が多くなる。それにより薄膜の結晶性が低下し、断線やショートなどの信頼性の低下に繋がる。



図4 薄膜形成のイメージ

### 2.5 まとめ

真空環境の劣化の要因をまとめると、以下の2点となる。

- ・真空環境の内部におけるアウトガスの発生
- ・真空環境の外部からの気体の流入

これらを抑制して真空環境の劣化によるトラブルを回避するためには、真空環境で使用する部品のアウトガス測定とヘリウムガスを使用するリークテストが有効である。その内容と事例を3章と4章で紹介する。

## 3. アウトガス測定

### 3.1 概要

良好な真空環境を作製・維持するには、目的に応じてアウトガスの少ない(=ガス放出速度の小さい)部材を使

用する必要がある。金属や樹脂などの素材のガス放出速度は、各種文献に掲載されている場合があるが、複雑な部品では計算で求めるのは困難となる。

またアウトガスは温度に応じて質(成分)と量に変化するため、リスクのある部材のアウトガスを事前に把握することが製品の信頼性の確保に重要である。そのため、実際に使用する環境と同様の条件で部材のアウトガス測定を実施する必要がある。

### 3.2 装置・手法

アウトガス測定にはいくつかの手法があるが、本稿ではスループット法と呼ばれる手法を紹介する。

高真空( $10^{-1} \sim 10^{-5}$  Pa)から超高真空( $10^{-5}$  Pa以下)における高温環境でのアウトガスを測定するシステムの例を図5に示す。真空環境となる真空チャンバーに排気系としてターボ分子ポンプとロータリーポンプを接続している。また測定系として、真空中で圧力を測定するBA(Bayard-Alpert)ゲージと、気体の成分を分析するQ-MASS(四重極型質量分析計:Quadrupole MASS spectrometer)を取り付けている。そしてサンプルを加熱するためのハロゲンヒータを真空チャンバー内に設置している。

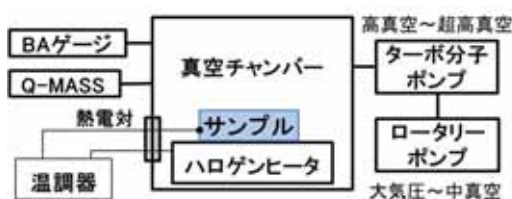


図5 アウトガス測定システムの例

アウトガス測定を実施するには、まずは大気圧の状態でもターボ分子ポンプを動作させて中真空( $10^2 \sim 10^{-1}$  Pa)まで排気する。その後でターボ分子ポンプを動作させ、高真空( $10^{-1} \sim 10^{-5}$  Pa)や超高真空( $10^{-5}$  Pa以下)まで排気する。その状態でBAゲージとQ-MASSを動作させて圧力とガスの成分を測定する。その際、必要に応じてハロゲンヒータによりサンプルを加熱する。

ガス放出速度を算出するにあたり、BAゲージとQ-MASSの測定原理に少し触れる。これらは、真空中で気体

分子に電子を衝突させることにより気体分子を陽イオン化させる。その際、気体分子がその種類に応じて決まった確率で複数の陽イオンに分かれる(これをクラッキングと言う)。そしてBAゲージはそのままイオン電流を測定し、圧力に換算する。Q-MASSは、陽イオンの質量電荷比(質量と電荷の比率: $m/z$ )でフィルタリングして、特定の質量電荷比の陽イオンのイオン電流を測定する。その際、フィルタする質量電荷比を $m/z = 1, 2, \dots, 200$ などと走査する。

特定の質量電荷比におけるガス放出速度は、式(1)により算出する。

$$Q_i = p \times S_e \times \frac{I_i}{\sum I} \quad (1)$$

- $Q_i$  : 質量電荷比  $i$  のガス放出速度 [Pa · L/s]
- $P$  : 真空チャンバーの圧力 [Pa]
- $S_e$  : 真空ポンプの実効排気速度 [L/s]
- $I_i$  : 質量電荷比  $i$  のイオン電流 [A]
- $\sum I$  : 測定範囲全体のイオン電流の合計 [A]

### 3.3 評価事例

2点の評価事例を紹介する。はじめに高真空中におけるフッ素樹脂被覆のケーブルとポリエチレン被覆のケーブルのアウトガスを測定した結果を図6に示す。グラフの横軸が質量電荷比 $m/z$ を示し、縦軸がその質量電荷比におけるガス放出速度を表す。このようなグラフをマススペクトルと呼ぶ。

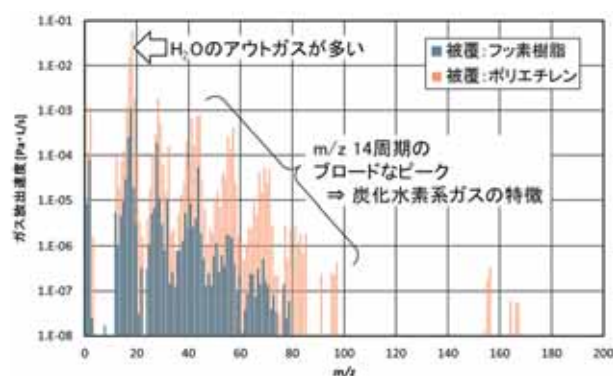


図6 ケーブルのマススペクトル

まずマススペクトルについて解説する。どちらのマススペクトルにおいても最も大きいのは $m/z=18$ となる。 $m/z=18$ は $H_2O^+$ に由来する。 $H_2O$ は真空中で物体の表面に吸着しやすく、徐々にしか排気されないため、真空中に多く残留する。その次に大きいのが $m/z=17$ で、 $H_2O$ のクラッキングにより生成した $OH^+$ に由来するものである。他に $m/z=2(H_2)$ 、 $28(N_2 \text{ と } CO)$ 、 $32(O_2)$ 、 $44(CO_2)$ に由来するピークなどがある。

測定した2種類のサンプルのうちフッ素樹脂被覆ケーブルからは、目立ったアウトガスはなく、バックグラウンド(サンプルを投入しない状態)とほぼ同じであった。一方でポリエチレン被覆ケーブルでは全体的にガス放出速度が大きく、特に $m/z=17$ 、 $18$ の $H_2O$ が大きい。また $m/z$ が14の周期のブロードなピークが見られる。これは炭化水素系のガスに特徴的なものであり、炭化水素系のガスがクラッキングする際に $-CH_2-$ の鎖で切れることにより生じる。

マススペクトルを比較するには、厳密に一つ一つの質量電荷比ごとに比較するのではなく、大まかな傾向や特徴的な点に着目することが実用的と言える。この結果より、吸水率がゼロであるフッ素樹脂に対し、樹脂の中では吸水率の低いポリエチレンでも高真空中では水のガス放出があることがわかる。またポリエチレンからは、炭化水素系のアウトガスも多い。そのため高真空中では、ポリエチレンよりもフッ素樹脂の被覆のケーブルを使う方が信頼性を確保するには向いていると言える。

次に、温度によりアウトガス量が大きく変化する事例を紹介する。洗浄済みの金属の撚り線の室温と加熱時におけるマススペクトルを図7に示す。室温では目立った

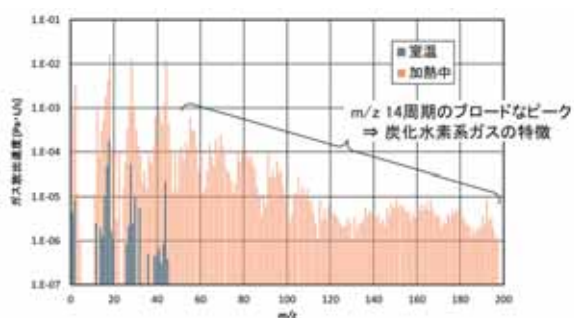


図7 撚り線のマススペクトル

アウトガスは見られないが、加熱すると図6と同様に $m/z$ が14の周期の炭化水素系ガスに特徴的なピークが多く見られる。これは、残留した有機物が気化したものと考えられる。

この結果から、室温ではアウトガスの少ないサンプルであっても、高温で使用する場合はアウトガスが急激に増加する場合があることがわかる。そのため、実使用時と同様の圧力と温度の環境で部品単体のアウトガスを事前に評価することにより、製品でのトラブルを回避することができる。

なおアウトガスが多い部品に対しては、部品単体を真空中で加熱し(真空ベーキングと呼ぶ)、事前にアウトガスを出し切っておくことにより、製品に組み込んだ時のアウトガスを減らしておくことができる場合がある。

## 4. ヘリウムリークテスト

### 4.1 概要

真空と大気を隔てている箇所ピンホールやクラックが生じると空気が真空中に流入し(真空リークと言う)、信頼性の低下に繋がる。そこで、真空リークがないことを確認する、または真空リークがあった場合に場所を特定して、対策した上で効果を検証する必要がある。

リークテストには様々な手法があるが、本稿ではヘリウムガスを利用するヘリウムリークテストを紹介する。図8に示すようにヘリウムリークテストは、水漏れのレベルから物質を透過するレベルまでの幅広い範囲を評価できる。またリークのある場所を特定するだけでなく、リークの量を定量的に評価できる優れた手法である。

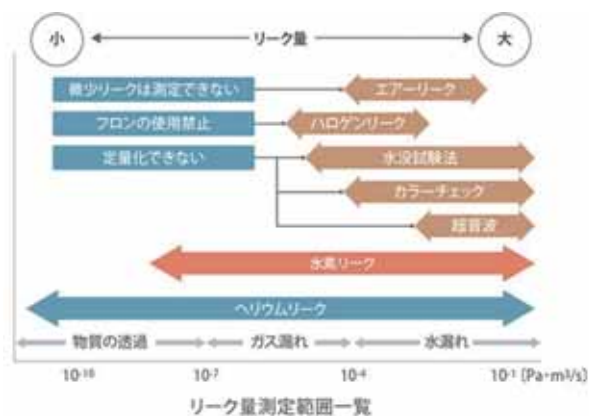


図8 リークテスト手法による測定範囲<sup>[6]</sup>



ヘリウムガスを使用する利点を以下に示す。

- ・分子の大きさが小さいので、小さな隙間にも入りやすく、小さなリークも発見可能
- ・空気中に数ppmしかなく、測定する際のバックグラウンドを低くでき、高感度な測定が可能
- ・不活性ガスであるため真空を汚染せず、人体に無害で爆発性もなく安全性が高い

#### 4.2 装置・手法

ヘリウムリークテストには、ヘリウムリークディテクタを使用する。ヘリウムリークディテクタは、内蔵する真空ポンプにより流入する気体の中からヘリウムだけの流量を測定する装置である。

ヘリウムリークテストには大きく分けて2つの方法がある。1つは、測定対象をヘリウムリークディテクタに接続して外からヘリウムを吹き付けて、真空中に流入するヘリウムを測定する真空吹き付け法がある。そしてもう一つは高圧ガス配管など、内部からヘリウムを加圧充填して外部に漏れるヘリウムを吸引して測定するスニッファ法がある。4.3項で説明する事例は、真空吹き付け法によるものである。

#### 4.3 評価事例

はじめにOリングでシールした機構の耐久性を評価した事例を紹介する。図9に示すように、グリスを塗布したOリングでシールする機構を $10^{-4}$  Paの高真空中に排気し、 $120^{\circ}\text{C}$ に加熱した状態でシャフトを回転する耐久試験を実施した。

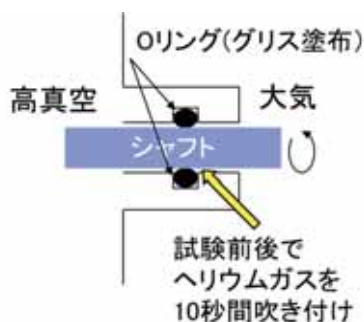


図9 試験の模式図

耐久試験の前後でヘリウムリークテストを実施した結果を図10に示す。ヘリウムを10秒間Oリングの付近に吹き付けて、その後の応答を見た。耐久試験の前は、ヘリウムがOリングを透過する挙動を示した。耐久試験の後には、ヘリウムを吹き付けた直後から大きな応答があった。このように、耐久試験により生じた微小なリーク(=トラブルの予兆)を発見できた。

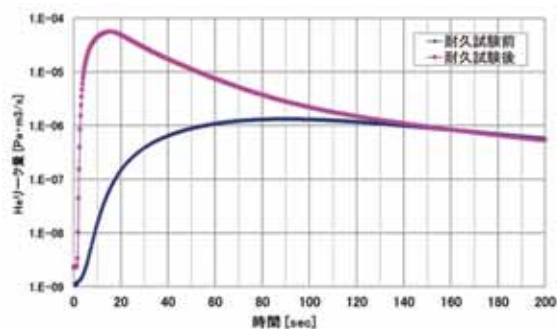


図10 ヘリウムリーク量の変化

次にリークのある場所を特定した事例を示す。内部を真空にして使用するベローズに経年劣化によると思われるリークが発生した。その原因調査をするにあたり、場所を特定するために光学顕微鏡で観察したところ、クラックなどは発見できなかった。そこで高倍率な電子顕微鏡で観察するためには、観察範囲を絞る必要があった。

そのため、図11のようにベローズをヘリウムリークディテクタに接続し、ヘリウムリークテストを実施した。ヘリウムガスをベローズの各所に吹き付けると、 $10^{-10}$  Pa·m<sup>3</sup>/s台のバックグラウンドに対して特定の箇所では $10^{-7}$  Pa·m<sup>3</sup>/s台の大きな応答があり、リーク箇所を特定できた。



図11 ヘリウムリークテストの様子

そして、リーク箇所の周囲を切り出して電子顕微鏡で観察をすると、ごく小さなクラックを発見することがで

きた。このようにヘリウムリークテストは、機器の耐久性の評価やトラブルの原因調査に活用できる。

## 5. おわりに

真空環境の信頼性について解説した。真空技術を利用する測定・分析手法は数多くあり、それらを活用して製品の信頼性向上に取り組みたい。

## 参考文献

- [1] 真空技術基礎講習会運営委員会、「わかりやすい真空技術 第3版」、日刊工業新聞社、2010.
- [2] 猪俣明彦、「極低温用真空断熱容器の構成材のアウトガス低減方法とその評価」、低温工学、53巻1号、pp.10-16、公益社団法人 低温工学・超電導学会、2018.
- [3] 経済産業省 中国四国産業保安監督部、「作業者の短絡アークによる火傷負傷事故」、令和元年度 電気主任技術者技術研修会資料、4章、pp.73-74、中国四国産業保安監督部、2019.
- [4] 加藤政博、「UVSOR施設における真空リーク事故について」、分子研レターズ、76号、p.37、大学共同利用研究法人 自然科学研究機構 分子科学研究所、2017.
- [5] 清田哲司、「スパッタリングプロセスとガス」、表面技術、49巻6号、pp. 542-546、一般社団法人 表面技術協会、2018.
- [6] 株式会社 島津製作所ウェブサイト  
<https://www.shimadzu.co.jp/industry/products/mse/index.html>.



大橋 恒久(おおはし つねひさ)

2003年 株式会社島津製作所 入社

2003年～2011年

航空機用電子機器の開発に従事

2011年～現在

信頼性の評価に関する業務に従事