

ガラス管による真空封入

三澤 徹

東京大学生産技術研究所 試作工場ガラス加工室

1. はじめに

私が所属する東京大学生産技術研究所試作工場ガラス加工室ではガラス加工に関する様々な業務があるが、とりわけ一番多いのは真空封入である。

ここで私が携わってきた真空封入を紹介したいと思う。(図1)



図1 当ガラス加工室で真空封入した試料類

2. 真空封入とは

- ① 試料をガラス管に入れて真空封入する目的は試料の酸化防止や保存のため。
- ② 試料を熱処理する際、高温に耐性のある石英ガラスを使用。
- ③ 真空とは日本工業規格 (JIS) では「大気圧より低い圧力の気体で満たされた空間」と定義されており、空気が全部なくなった状態ではなく「空気が少ない状態」のこと。

3. 真空封入の工程

- ① 真空封入用のガラス容器を作製。
- ② ガラス容器に試料をいれ、真空排気装置にセット。
- ③ ロータリーポンプで粗引きで真空引きを行う。
- ④ 粗引きで $\times 10^{-1}$ Pa まで引いたら、オイル拡散ポンプに切り替えて高真空引きを行う。

う。

- ⑤ $\times 10^{-3}$ Pa から $\times 10^{-4}$ まで引き、その後はバーナーで焼き切る。

4. 高真空排気装置

当ガラス加工室で使用している装置は佐藤真空株式会社の製品で私の経験上のもと作製したもらったものである。

真空封入は試料が固定物のものを使用するが、たまに試料が粉物の依頼もあり、粉の粒子も粗いものからナノ粒子まで多岐にわたる。

しかし試料が粉物だと真空引きの際に吸い込まれてしまうことが多々あり、こういった状態が続いた結果装置が壊れてしまった。機械更新の際にナノ粒子レベルの試料も容易に真空引きができる装置の要望を出したところ、佐藤真空株式会社がニードル弁を使用した装置作製の提案があり、それを採用した。(図2)

その結果、固定物の試料からナノ粒子の試料までの真空封入が容易に行えるようになり、真空計もアナログからデジタルになったことによりきめ細かな真空挽きも可能となった。



図2 左：高真空排気装置、右：ニードル弁

5. ガラス容器(石英管)

真空封入は試料を石英管に入れて真空引きを行うが他所で加工したものを見る限り、ストレート管の片方を封じて真空引き後、適度な長

さで焼き切っている。やり方は簡単であるが、焼き切る際に穴が開いてしまってせっかくの真空封入が台無しになってしまうことがある。以下は私が実践している方法を紹介する。

5.1 容器に括れを入れる

まず図3のようにガラス管を焼き切る部分に予め括れを入れる。図の中のガラス管で下が試料を入れる前で、上が開放部を封じたものである。そうすればパンクする心配もなく、容易に焼き切ることが出来る。

ただ下記の欠点もある。

- ① 試料を入れて開放部をバーナーで封じる際、迅速に行わないとバーナー熱で試料が酸化してしまう。
 - ② 試料のサイズや数量が限定的である。
- これらの欠点を改善した方法を次に紹介する



図3 括れをいれたガラス管と片方封じ前と封じ後

5.2 容器の分割化

これまではストレート管に括れを入れて焼き切るだけであったが、それを分割化して容器と蓋をする部分を作成することにした。

- ① 試料を入れる容器と蓋部を作製。(図4)
- ② 容器の開放部に蓋を乗せて、バーナーで溶接。(図5)
- ③ 一体化した容器を真空排気装置にセットして真空封入加工。(図6)

その方法を採用してからは試料が酸化することも無くなり、試料の数量や容積の制限もなくなりレパートリーも増えていった。



図4 容器と蓋部分



図5 容器と蓋を溶接中

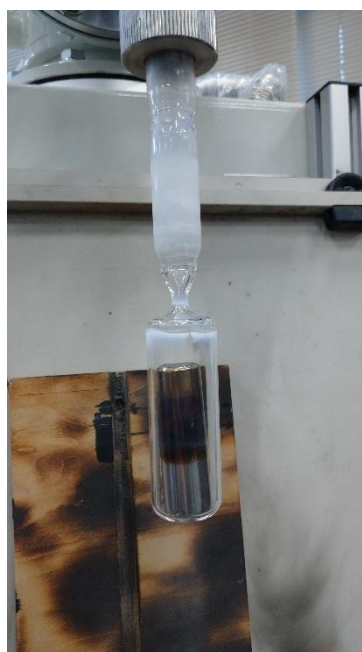


図6 真空封入加工

6. ニードル弁装置

ここでニードル弁装置を紹介したい。

ニードル弁装置は試料が粉物の真空封入を容易にするために特注で製作してもらったものである。(図7)

仕組みは簡単で、既存の高真空バルブに径の異なる2つのニードル弁を追加したものである。図7をみて左から順に大・中・小といった感じで試料の粒子によって使い分けている。

この装置のおかげでナノ粒子の試料でも容易に真空封入が可能となった。



図7 ナノ粒子試料を真空封入中

7. 容器分割による数々の真空封入例

容器一体型では制限のあった真空封入が、容器分離型にバリエーションを加えた結果、数々の真空封入を行うことが出来たのでその加工例をいくつか紹介したい。



図8 加工例①

図8の加工例①は金属製の容器(坩堝)に試料を入れたものをさらにガラス容器に入れて真空封入したものである。坩堝は金属のほかにカーボンやアルミナなど色々あり、サイズも数種類あった。最大ではφ50の加工も行った。



図9 加工例②

図9加工例②ではひとつの容器に個々の容器をいれ、

さらに材質の異なる試料を入れたものである。この実験の目的は、真空封入後の試料を熱処理した際に発生したガスが、容器内の上部の容器に張り付いて膜になったものを取り出して測定するらしい。



図10



図 11

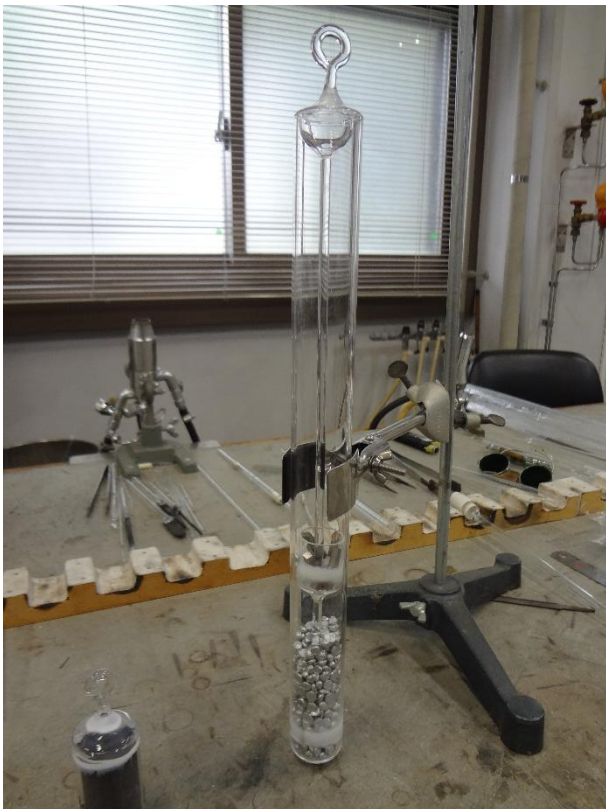


図 12 加工例③

図 10～12 加工例③は図 10 から順番に下部、上部、全体図である。

これは前述の加工例②と似たような仕組みである。試料を熱処理して発生したガスを図 11 の内

側のガラス部に張り付き、水滴として図 10 のガラス容器に伝っていくという仕組みである。



図 13 加工例④ 右：熱処理前、左：熱処理後

図 13 加工例④は数種類の材料を真空封入後、熱処理して溶かした後、容器の形状に沿って形成したものである。これは形成した材料の先端部が鋭角にする必要があるため、こういった容器を作成した真空封入もたまに行う。

8. 終わりに

容器一体型のころは依頼件数もそれほどでなかったが分離型を取り入れた結果、依頼件数も格段に増えていき、レパトリーも増えていった。

真空封入も実験内容によっては様々な可能性もあり、今後もサポートしていきたいと思う。