

## DC-705 からの放出ガスの測定

Gas Evolution from DC-705

木下時重\*・富永五郎\*

Tokishige KINOSHITA and Goroh TOMINAGA

## 1. まえがき

油拡散ポンプ系の到達圧力にもっとも大きな影響を与えるものはポンプ内の作動液の動作状態における放出ガスと考えられる<sup>1)2)3)4)</sup>。これらは熱分解によって発生するものばかりかどうかは明らかではない。われわれは超高真空用ポンプ油である DC-705 について、その動作温度と思われる 180~250°C でのガス放出速度を測定した。

これまでのこの種の研究は、DC-705 を除いて多くのポンプ油について石井・中山の報告がある<sup>5)6)</sup>。彼らは熱分解で生じたガスを一定容積内にため込み、油マノメータでその圧力を読みとることによって、ガス放出速度を求めている。DC-705 ではガス放出量がきわめて少ないので、われわれはこれらの圧力の測定に電離真空計を用いた。電離真空計の各種ガスに対する感度の相違、熱陰極によるガスの熱分解などのためにガス放出速度の絶対値を求めることはできない。しかし石井らの測定において電離真空計を用いた場合<sup>6)</sup>と油マノメータを用いた場合でほとんど一致したガス放出の活性化エネルギーを得ているので、われわれのこの方法も有意と考えて実行した。

## 2. 測定装置

図1に測定装置の見取図を示す。装置は試料の加熱部分、超高真空を得るためのポンプ系、および圧力の測定部分から成っている。試料の加熱は局所的な過熱によるガス放出の増加の可能性を防ぐため、試料だめの外側にオイルだめを設け、これを外部から加熱し、それによって試料を均一に動作温度に保つような間接加熱方式を用いた。試料の加熱温度はオイルだめ内に設けた熱電対で設定温度の  $\pm 1.5^\circ\text{C}$  で制御され、試料内に直接そう入されている水銀温度計で読み取った。加熱により試料だめの中で蒸発した作動液蒸気は水冷された部分で凝縮して再び試料だめにもどる。このような方法では全測定を通じて目視の限り試料の減量は認められなかった。排気系

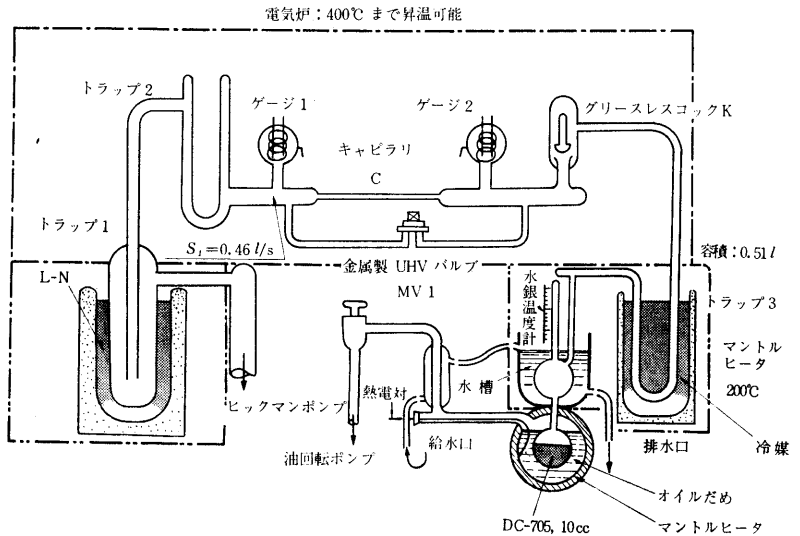


図1 実験装置の見取図

はヒックマンポンプとガラス製のブースタポンプをシリーズにし、補助ポンプに油回転ポンプを用いている。ヒックマンポンプの引口には液体窒素で冷却されたダブルチューブトラップ (トラップ1) が配置され、その引口からノズルに至るヒックマンポンプ特有の長い配管はファンで強制空冷されている。終夜運転の際のトラップの状態については、帰宅時、液体窒素を一杯に満すと、翌朝液体窒素はトラップの底の部分に残っており、上部は氷で覆われていた。試料を 10cc 仕込んだあと長時間 (約 2 カ月) の脱ガス排気の後には 250~380°C 数時間のベークでゲージ1およびゲージ2の圧力はそれぞれ容易に  $\sim 10^{-11}$  Torr,  $\sim 10^{-10}$  Torr に到達する。電離真空計は窒素に対して感度が  $20.4 \pm 3$  で、その電子電流は全測定を通して 0.5 mA に設定された。

## 3. ガス放出速度の測定

a) 流量法 ある加熱温度に設定された試料から放出するガスがゲージ2、コンダクタンスCおよびゲージ1を通過してポンプ側へ流れ始めると、ゲージ2および1の指す圧力は、時間と共に緩やかな曲線を描きながら上昇する。このことはあたかも時間と共にガスの放出速度が増加しているかのごとくみえるがグリースレスコックKを閉じてバックグラウンドを測定すると、それが時間と共に増加していることがわかった。ゲージ2、ゲージ1に

\* 東京大学生産技術研究所 第1部

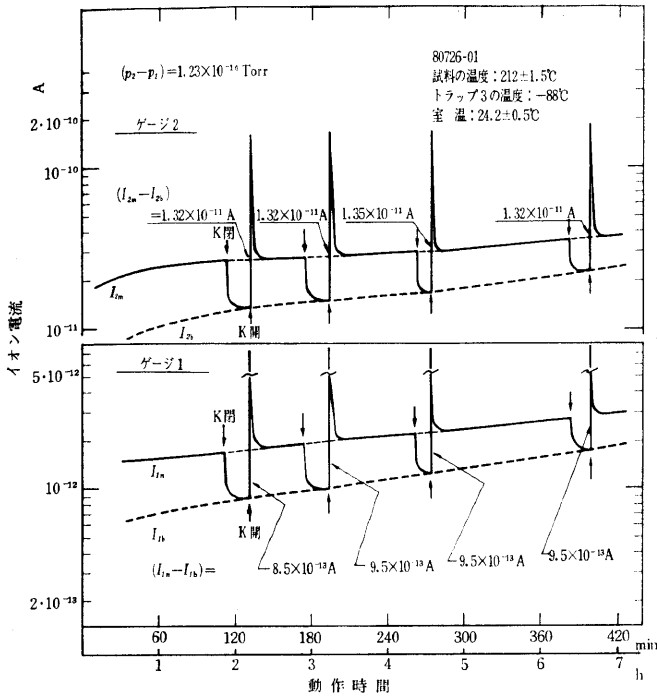


図2 ゲージ1および2の汚れによるバックグラウンド圧力の上昇

ついて、ガスが流れている時の圧力からバックグラウンドを差し引いた  $p_1$  および  $p_2$  から得られる  $(p_2 - p_1)$  は一定の値を示す。ところで放出ガスによるゲージ2および1の指す正味の増加はそれぞれ  $p_2 = (p_{2m} - p_{2b})$ ,  $p_1 = (p_{1m} - p_{1b})$  と表わされる。ここで添字2および1はゲージ2および1, mは放出ガスが流れているときの指示圧力, bはバックグラウンド圧力をそれぞれ意味する。図2はゲージ2および1の指す圧力の時間変化の代表的な例で、縦軸に電離真空計のイオンコレクタに入るイオン電流、横軸に動作時間をとってある。バックグラウンドの増加は試料から放出しているガスによってゲージ1および2が汚されているためと思われる。この汚れは電子衝撃(約50 watts)でゲージを脱ガスすると、取除くことができ、ゲージの読みは汚されてなかった初期の指示にもどる。

このようにして長期間脱ガス排気をするとCの両端の圧力差  $(p_2 - p_1)$  は徐々に小さくなってゆく。図3はトラップが室温の場合で縦軸に  $(p_2 - p_1)$ 、横軸に試料の温度  $(1/T^{\circ}K)$  を  $^{\circ}C$  で表わしてとってある(測定点の近傍の数字の最初の3桁は測定月日を表す)。これによると3月10日から排気を始めてのち、約2カ月(5月10日頃まで)はガス放出速度の大きい状態がつづき、そのあと急速にその小さい状態に移行した。しかし、この場合、ガス放出速度は試料の温度と脱ガス期間の関数であるために、脱ガス期間によるガス放出速度の減少の有様

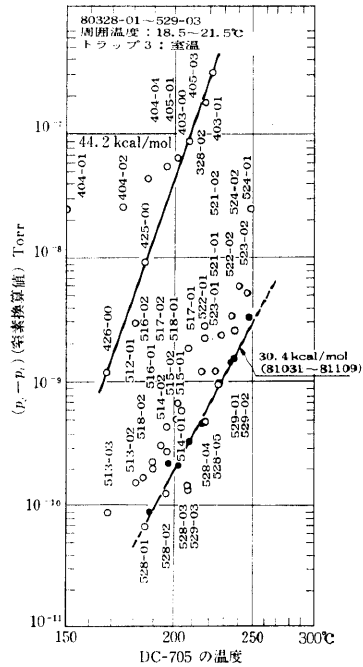


図3 流量法によるガス放出速度の測定値  
縦軸はキャヒラリCの両端の圧力差、横軸は測定温度を示す。測定値の近傍の数字は測定月日を示す(第1数字は月、つづく2数字は日)

を図3で読みとるのは困難であろう。そこで次の手続きによってそれを図4で明らかにした。すなわちガス放出速度の大きい状態の終期では図3でみられるようにガス放出の活性化エネルギーが44.2 kcal/molを示す。一方ガス放出速度が減少した状態の終期、とくに●で示した10月31日から11月9日の測定値は30.4 kcal/molの活性化エネルギーを示している。そこでガス放出速度は温度に対してArrheniusの式に従うと仮定して、前者に属する測定値は44.2 kcal/molの活性化エネルギーで、後者の値は30.4 kcal/molで、いずれも220 $^{\circ}C$ における値に換算した。これらの値を測定年月日に対して示したのが図4である。これによると、5月10日頃を境にガス放出速度が急速に低下し、その後も測定値はかなりバラついているが、11月上旬になると安定した値がえられるようになった様子がよくわかる。

なおDC-705の熱分解ガス放出速度に関する谷田の測定値<sup>7)</sup>はわれわれの測定におけるガス放出の多い状態に属しており、図3の44.2 kcal/molの直線の延長上によく乗っている(Cのコンダクタンスを窒素に対する  $6.2 \times 10^{-2}$  l/sとして計算)。

b) ため込み法 コックKを閉じた状態で、試料よりの放出ガスを試料溜を含んだ空間内に一定時間ため込んだあと、コックKを急に開くと、ため込まれたガスはゲ-

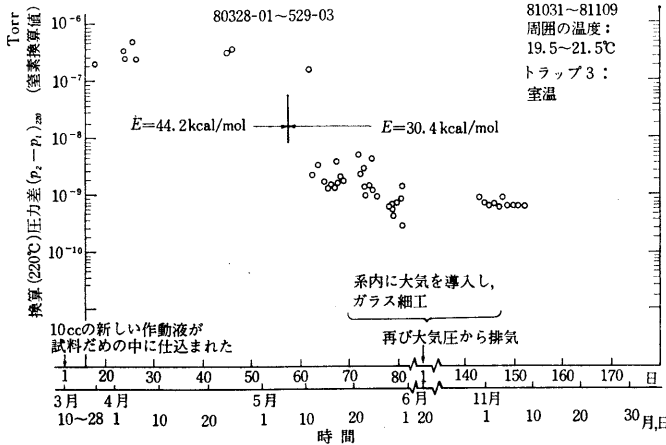


図4 220°C に換算された流量法によるガス放出速度の経過時間による変化

ジ2を含んだ閉じている MV1 と C の入口とで限られた空間に広がると考えてよい。しかしここに広がったガスはただちに C を通って排気される (時定数は窒素に対して 7.83 s) ので、K を開いた瞬間の圧力はゲージ 2 の示す圧力のその瞬間への外挿によって求めなければならない。これは  $\log(p_{2m} - p_{2b}) \sim t$  曲線の直線部分の  $t=0$  (K を開いた瞬間) への外挿によって求めた。この方法の利点は流量法に比して電離真空計の熱陰極の影響の少ないことである。すなわち放出ガスが熱陰極と接触するのはただ K を開いたのちの 10 数秒に止めることができるからである。

トラップ 3 が室温のとき、ため込み法で測定したガス放出速度 (窒素換算値) を図 5 に示す。横軸に  $1/T^{\circ}K$  を  $^{\circ}C$  で示してある。5 月 28~29 日の測定から 11 月上旬の測定の間にはガラス細工の都合で装置内を大気にさらした期間が 20 日間ぐらいあるが、それから再び 150 日間ぐらい排気したあと、すなわち 10 月 31 日~11 月 9 日の測定では 5 月の当時よりいっくらか減少している。しかし活性化エネルギーは 30.4 kcal/mol と不変であって、これは流量法の値ともよく一致している。したがって流量法で

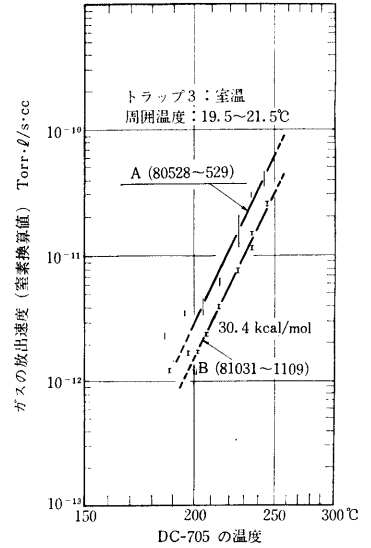


図5 ため込み法によって測定されたガス放出速度

も電離真空計の熱陰極の影響は活性化エネルギーの測定に対しては本質的ではないと考えてよいであろう。

4. ま と め

以上の結果よりつぎのことが結論できる。

- 1) DC-705 の 180~250°C における放出ガスは長期間 (~2 カ月) の脱ガスで 2 桁程度少なくしうる。
- 2) この場合の活性化エネルギーは 30.4 kcal/mol である。終りに、辻泰助教授のご援助に深く感謝する。

(1968年12月2日受理)

文 献

- 1) C. Hayashi: J. Phys. Soc. Japan 9 (1954) 287.
- 2) N. A. Florescu: Vacuum 4 (1954) 30.
- 3) R. E. Coe and L. Riddiford: J. Sci. Instr. 32 (1955) 207.
- 4) H. G. Nöller, G. Reich and W. Bächler: 4th Natl. Vac. Symp. Trans. (1957) 192.
- 5) 石井, 中山: 真空 2 (1957) 192.
- 6) 石井: 応用物理 22 (1953) 263.
- 7) 真空技術常用諸表: 真空技術講座 12 (日刊工業新聞社 1965年) p. 226.

次 号 予 告 (3 月 号)

研究解説

自然災害の危険度の予知……………丸 安 隆 和  
 一都市における崩れを対象として……………嶋 田 厚 二

調査報告

欧米における溶接技術の現状……………沢 井 善 三 郎  
 電気自動車の海外状況……………梅 谷 陽 二

研究速報

閾値変化法 (VARISHOLD Method) に……………森 木 政 弘  
 よる人工触覚のパターン認識……………木 下 源 一 郎

地震時に 2 個の入力をうける構造物の……………林 有 一 郎  
 応答震動……………岡 本 舜 三

RESPONSE OF STRUCTURE MODEL  
 SUBJECT TO TWO SEISMIC  
 MOTIONS WITH CERTAIN TIME-…佐 藤 壽 芳  
 LAG INTERVAL……………鈴 木 浩 平

交通事故の要因分析 (第 3 報)……………越 加 藤 正 毅  
 ………………藤 祐 二

研究室紹介

鈴木研究室……………鈴 木 弘