

石英管の真空封入作業について

化学・材料系技術班 藤岡 昌治

1. はじめに

石英ガラスは純粋な二酸化ケイ素のみからなるガラスの一種で、日常生活で身近にあるガラスと比べて高温（ $\sim 1,000^{\circ}\text{C}$ ）でも融けにくく化学的にもより安定な性質を持っている。その性質を利用し、材料系の分野ではしばしば石英管内に試料を真空封入し熱処理を行うことがある。石英管を真っ直ぐな管の状態から酸素バーナーを用いて適切な形状に加工し、真空封入を行うまでのいくつかの工程においてスムーズに作業を進める上で重視した点を報告する。

2. 作業内容

石英管の真空封入作業で使用した材料および機器を以下に示す。

- ・ 不透明石英管（ $\phi 18 \times 1,000\text{L}$ 肉厚 1.7 および $\phi 11 \times 1,000\text{L}$ 肉厚 1.4 [mm]）
- ・ ダイヤモンドカッターマシン
- ・ 酸素バーナー（図-1）
- ・ 紫外線遮光ガラス
- ・ 耐熱手袋
- ・ 真空ポンプ（ロータリーポンプ、ターボ分子ポンプ）

2.1 石英管の切断

石英管の切断には工学部実習工場にあるダイヤモンドカッターマシンを使わせていただいた。あらかじめ切断する場所にマジックで線を引き、管を回転させながら刃に少しずつ押しあてて切断した。

2.2 予熱

切断した石英管には残留応力がかかり、バーナーで加熱するとヒビが入ることがある。よってあらかじめ端部を予熱しヒビが入らないことを確認した。少々のヒビなら高温で加熱することによって元通りに溶着させることができる。石英管表面をこの段階でエタノールで洗浄した。

2.3 端封じ

バーナーの火力を強めにし、端から 1.5cm 程度の箇所を輝度の高い白色光が出るまで加熱したのち、直ちに加熱部から先をバーナー先端の金属部側面に押しつけることによって石英管中心方向に傾斜させた。これを周囲数カ所で行い図-2のような形を作り、最終的に試験官の底のような形状になるまで加熱と成形を繰り返し行った。このとき微小な穴があいていると真空に引けないので、穴があっても塞がるよう最後に底全体を加熱した。冷めたら試料を入れ、これ以後は試料が底にある状態で作業を行った。

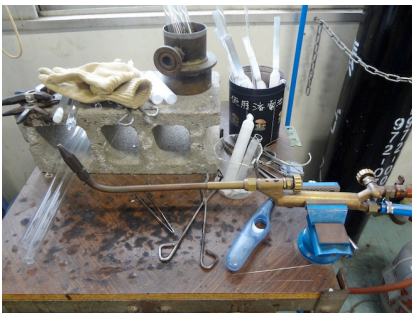


図-1 使用した酸素バーナー



図-2 端封じの途中



図-3 異径管接合部

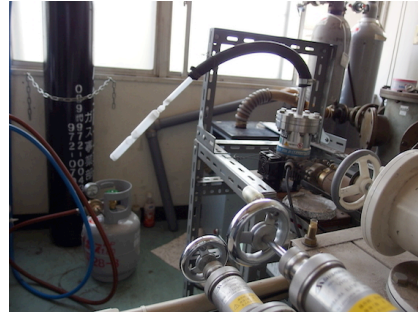


図-4 真空封じ切りセットアップ

2.4 異径管接合

試料室の石英管は試料が入るようある程度太めが望ましいが、真空封じ切りをするときは石英管は細い方が失敗を少なくすることができる。したがって径の小さい石英管を接合し、真空ポンプへの接続部とした。試料が入った石英管の開放端に細い石英管を2cmほど挿入し横に倒して両手で持ち、端封じと同じ要領で太い石英管の端を加熱し軟らかくなった時点で細い石英管の壁面に押しつけ熔着させた。これを繰り返し図-3のように完全に接合の跡が消えるまで加熱と成形を行った。

2.5 穴径すぼめ

真空封じ切りの成功率を上げるために、あらかじめ封じ切る箇所の石英管を加熱し径をしぼった。こうするとこの部分の穴径がすぼまり（ $\phi 1\text{mm}$ 程度目安）、封じ切りに要する時間を短縮できる。加熱するときは無理に引っ張ったり成形したりせず、炎の勢いだけでへこませることで石英管の肉厚が薄くならないようにした。また、加熱範囲をある程度幅広くし炎があたるスペースを確保した。

2.6 真空封じ切り

真空ポンプに石英管を接続し、ポンプを作動させる。このとき急激に圧が下がり試料が吸いこまれる恐れがあるため、配管途中のゴム管を手で押さえながら徐々に圧を下げていった（図-4）。目標の真空度に到達した時点でバーナーに火を点け、細めの炎に調整した。バーナーを台から取りはずし片手に持ち、もう一方の手で石英管を支え、封じ切りを行った。内圧が下がっているため、一点を加熱し続けるとすぐ変形してしまうので、加熱は姿勢を変えつつ上下左右から時間をかけて行った。封じ切り目標部が軟らかくなった時点で石英管を少し引っ張りながらねじり、穴が塞がるようにした。ポンプから外して封じ切った石英管の壁面の一点を軽く加熱し、そこが自然にへこめば内部が真空に保たれている証拠である。

3. 完成

完成した石英管の全体像を図-5に示す。一番細くなっているところが封じ切った箇所です。そこから下が真空になっている。縦置きの場合石英管上部を図のように曲げ加工し、そこに針金などを引っかけて吊るす。

謝辞：石英管加工について理工学研究科固体物性学研究室の庄涛氏ならびに平岡耕一教授にご指導いただきました。この場を借りて感謝の意を表します。



図-5 真空封入を行った石英管