チタニウム蒸発ポンプについて

"On the Ti-Evapor Pump"

大阪大学理学部物理学教室

Dept. of Physics, OSAKA Univ. OSAKA JAPAN

岡 野 純

Jun. OKANO.

Abstract :

Characteristics of a new type of high vacuum pump, called evapor-ion pump which was reported recently by Herb and his co-workers, was studied. The end-vacuum of the pump which was constructed by glass, was $0.6 \sim 2 \times 10^{-6}$ mmHg and the rate of the consumption of titanium was $10 \sim 20$ mg/hr. for the pumping speeds of the order of 1 l/s. By the ionization of the gas the pumping speed for air was increased by several times.

§1. 結 論

最近 Herb 等¹⁾により拡散ポンプとトラップの代りに Evapor-Ion Pump が用いられ、極めて良好な成果を収めつつあることが報告された。Herb 等はチタニウム線を金属円筒の中央に張り、之を連続的に加熱蒸発せしめ、その際生ずるゲッター作用を利用して真空ポンプとして役立たせた。この場合不活性ガスはそのままだけはゲッター作用を受けず残留するが、之を適当な方法によりイオン化すると器壁上のチタニウム膜に吸着される。彼等はこの方式によるポンプでガス出しをしない金属製の容器を排気して 5×10^{-7} mmHg を保つことが出来た。

この様にゲッター材料の連続的な蒸発による排気作用を利用した

ポンプは今日一般に用いられている油又は水銀の拡散ポンプに比べて次の様な利点をもっている。ア一に始めに油廻転ポンプで装置を排気するだけで、その後は油廻転ポンプ及び拡散ポンプが不要であるため排気装置が簡単化される。ア二にこの方式によるポンプは通常の液体を使用した拡散ポンプの場合の様にポンプ側から高真空側への逆拡散がなれたため特に高真空における排気の場合に有利である。ア三に通常の拡散ポンプでは液体の加熱に時間を要するため動作の開始に数十分を要するが、この方式のポンプでは動作の開始に要する時間は極めて短い。ア四にこの方式のポンプはトラップを必要としない。

以上の様にこの方式によるポンプは種々の利点をもっているのが之が実用化されれば極めて有意義であると思われる。筆者はそのため予備的な実験を行ったので以下その結果を述べる。

§2. 装 置

この実験に使用した装置はアノ図の如きものである。大体の構造はトラップ型としておりチタニウムの蒸発炉は摺り合せにより自由に取出せる様にしている。トラップ型にしたのはこの摺り合せに使用したグリースの蒸気が高真空側へゆくのを出来るだけ防止するためである。高真空側にはこの実験の場合は *Fogel* 型の電離真空計を取付けた。装置は全部ガラス製である。炉の近くは加熱に際して温度が上昇するが蒸発によってガラス内壁に生じたチタニウム薄膜の温度が高くなるとこの薄膜からガスと放出し排気作用に悪い影響を与えるのでガラス内壁の温度上昇は避けなければならぬ。そのためにガラス壁は水冷出来る様にした。

チタニウム蒸発炉は外径 4mm 長さ 15mm の水晶管の中に金属チタニウムの粉末を入れこの外側を直径 0.2mm のタングステン線で数回巻いたものである。タングステン線に電流を通じて炉を加熱し $1500 \sim 1600^{\circ}\text{C}$ のチタニウムの蒸発を行わしめる。

蒸発炉の近くに、之から約 1cm 下方に（アノ図参照）環状の電

(16)

Fig. 1.

極をおいた。之は蒸発炉加熱用のタングステン線から熱電子を取出し加速するための陽極である。アルゴンやヘリウム等の不活性ガスはイオン化して器壁に吸着させる必要がある。この陽極によつてタングステン線から取出され加速された電子がガスのイオン化の後をする。イオン化の効率をよくするためカノ図の上下の方向にソレノイドによつて磁場がかけられる様にした。この様になると炉からのチタニウムの蒸発速度はタングステン線の加熱電流によつて調節するので、之とタングステン線から陽極への電子流とは独立に変えられず、加熱電流を増してチタニウムの蒸発速度を大きくすると陽極電流もそれに伴つて増加する訳である。然し実験の結果陽極電流は殆んど空間電荷によつて抑えられてゐるので實際上熱電子を炉の加熱用タングステン線からとつても過大な電子電流が流れることはなく不便のなれことが分つた。

電離真空計は市販の *Fogel* 型のもので以下の真空度のよみはすべて空気に對する較正值である。

S 3. 結 果

装置を油回転ポンプで 10^{-2} mm Hg まで排氣し蒸発炉を加熱し約 10 分間ガス出しを行い油回転ポンプへのコックを閉じて更に炉の温度を上げてチタニウムの蒸発を行わせる。チタニウムの蒸発開始と共に直ちにゲッター作用が行われ数分間で $2 \times 10^{-5} \text{ mm Hg}$ 程度の真空度を得られる。このとき陽極に、炉に對して 500 V 程度の正の電圧を与え、電子流を取出してイオン化を行わせると到達真空度は $0.6 \sim 2 \times 10^{-6} \text{ mm Hg}$ に達した。この真空度に至る所要時間はチタニウムの蒸発開始後約 30 分であつた。

次にチタニウムの蒸発速度、ガスの種類、電子の加速電圧、磁場の強さ等をパラメーターとした諸特性についで述べる。

電離真空計に流れるイオン電流を一段増巾して後自記電流計で記録する様にして装置に一定量の CO_2 ガスを入れ、予めチタニウムを一定加熱電流で連続的に蒸発させてある状態で装置に入れた一定

(18)

量の CO_2 ガスがゲッター作用によつて "clean up" されてゆく状態
即ち真空度の時間的变化の状態を示したのがオ 2 図である。

Fig. 2

蒸発炉の加熱電流を変えると "clean up" の速度が変りオ2図に示した様な種々の曲線が得られる。チタニウムの蒸発を続ける限りこの様な曲線は何度でも再現出来る。このときの器壁(蒸発したチタニウムが附く壁)の温度は約 25°C であつた。器壁の温度が高くなると、clean up の速度が遅くなり到達真空度が悪くなるのが認められた。又長時間チタニウムの蒸発を続けて行くと、器壁に不透明な膜が出来て厚くなつて遂にはガラス壁から脱落する。この膜が厚くなると器壁の温度が高い場合と同様に性能が劣化する。陽極と炉のタンガステン線間に電圧を予えガスのイオン化を行ふと、clean up の速度(連続的な clean up であるから以下これを排気速度と呼ぶ)、到達真空度共に変るがオ2図はイオン化は行われな場合である。

オ2図の clean up 曲線の傾斜から定積分法によつて排気速度を求め之を蒸発炉の加熱電流に対して plot するとオ3図の如くなる。即ち排気速度は $0.2 \sim 0.9 \text{ l/s}$ である。炉の加熱電流を増してゆくと即ちチタニウムの蒸発速度も上げると排気速度は尚急激に増加してゆく傾向にあるのでこの程度よりもつと大きな排気速度を得ることは容易であるがそれには寿命も考慮せねばならぬ。この実験では蒸発炉に入れるチタニウム粉末は約 50 mg で上記の程度の排気速度で使用して4~5時間の寿命を保つた。即ち 1 l/s 程度の排気速度で使用する場合はチタニウムの消費割合は $10 \sim 20 \text{ mg/hr}$ である。

オ4図は排気速度のガスの種類による違いを示したものである。空気、 H_2 、 CO_2 の三種類のガスについて比較すると H_2 、 CO_2 は大体同じ排気速度をもつてゐるが空気は之等のガスの数分の一の排気速度であつた。その他油回転ポンプの残留気体も空気と同程度の速度で排気され、又アルゴンの場合にはチタニウムの蒸発のみでは排気作用が行われぬことが確かめられた。

不活性ガスに対してはガスをイオン化して吸着を行はせる必要がある。オ1図に示した如くソレノイドにより上下方向に $150 \sim 200$ ガウスの磁場をかけておきチタニウムを蒸発させつつ環状の陽極に

(20)

電圧を与えて蒸発炉の加熱用タングステン線から熱電子を取出し之によつて気体をイオン化する。この様な電極構造及び磁場の存在によつて電子のイオン化効率をフィリップス型真空計の場合と同様に良くすることが出来る。オ5図は陽極に種々の電圧を与えたときの

(207)

Fig. 4

アルゴンに対する排気曲線である。この場合炉の温度及び磁場は一定で陽極電圧が 300 V では排気作用が殆んどなく、500 V にすると始めて排気が行われる。200 V では排気速度は 500 V の場合より大

(22)

 mm Hg
 1.10^{-4}

きり、この様に陽極電圧を大きくすると排気速度は大きくなるが、この実験では陽極電圧の増大と共に陽極電流も増加するので、陽極電圧の増大に伴う排気速度の増大は陽極電流の増加にも関係して

Fig. 6

るものと考えられる。300 V, 500 V, 200 V の陽極電圧に対応する陽極電流は 5 mA, 8 mA, 10 mA であつた。

この様にガスをイオン化することにより不活性気体に対しても排気作用が存在するがその速度はオ4図とオ4図とを比較して分る様

(24)

に他の気体に対する排気速度の数十分の一に極めて小さい。

オ6図はソレノイドの磁場の存在する場合と存在しない場合のアルゴンに対する排気速度の比較である。実験の結果は磁場のない場合でも幾分排気作用のあることが認められた。然し磁場のある場合(200 ガウス)の方が排気速度は大きい。この場合もオ5図の場合の如くタングステン線の加熱電流は一定であるから陽極電流は磁場の強さと共に変化する。オ6図のA即ち磁場のない場合の陽極電流は20mAで、B(磁場200ガウス)の場合7mAであった。陽極電圧はA、B共に500Vである。

オ5図オ6図共に一定量のアルゴンを装置に導入し、導入口を閉じて後真空度の時間的な変化を観測したのであるが、アルゴンガスを連続的に *leak* させその流量がこのポンプの排気速度と釣り合った真空度に少くとも1時間以上保つことが出来た。即ち器壁に吸着したアルゴンが飽和して新たに吸着する能力を失うか又はアルゴンを再放出すればこのポンプのアルゴンに対する排気能力は時間と共に減少するか又はなくなるであろうが、1時間程度の運転期間ではその様なことは起らなかった。

次に単にチタニウムの蒸発のみの場合と、それにガスのイオン化を併せ行った場合の排気速度を空気に対して比較するとオ7図の如くなる。即ちイオン化を行った場合(オ7図B)の方が蒸発のみの場合(オ7図A)に比し排気速度は数倍大きく、且到達真空度もイオン化を行った場合の方が遙かによい。この結果からイオン化を行う事の利点は単に不活性気体に対して排気作用を生ずることのみでなく通常の活性気体に対しても排気速度を数倍大きく出来ることにもあることが分つた。このことは又一定の排気速度で使用するならばイオン化を併せ行うことによつてチタニウムの単位時間当りの消費量を数分の一にすることが出来、従つて寿命を数倍長くすることが出来ることを意味する。

Fig. 7.

§ 4. 結 語

以上の様にチタニウムを連続的に蒸発させ、同時に気体をイオン化してゲッター作用を行わせることによって拡散ポンプ及びトラッ

(26)

プを使用せずにオノ図の如き装置で排気速度 1 l/s 到達真空度 $0.6 \sim 2 \times 10^{-6} \text{ mmHg}$ のポンプとして利用出来ることが分った。このポンプのチタニウム消費割合は $10 \sim 20 \text{ mg/hr}$ である。この実験では1日に 50 mg のチタニウム粉末を炉に入れて数時間連続蒸発させ排気作用を保つことが出来た。消費電力は 100 ワット 程度であった。

このままでは寿命も短く排気速度も小さいので実用にはならないが炉の構造を改善するか又はチタニウムの蒸発方式を変えることによって実用可能な程度にまで寿命、排気速度を改善することは可能だと思われる。

ゲッター材料としてチタニウムがこの場合用いられる理由はガスに対する選択性の少いことと水銀の蒸気のために毒作用をうける様なことのないこと、比較的に取扱いが簡単で入手が容易なこと等である。然しこの他にも有効なゲッター材料はあるものと思われる。

このポンプの欠点としては排気速度を大にすることと寿命を長くすることが相反する要求であることその他に、蒸着したチタニウム膜が厚くなつて遂に脱落しそれが温度が上がる場合はガス放出源となる。又装置に空気を入れる場合には表面積が大きいため多量のガスがそれに吸着する恐れがあることも挙げなければならぬ。之を避けるために脱落した膜が随時除去出来る様な構造にしておくことが必要だと思われる。

最後にこの実験に際し種々の御指導を賜った緒方博士並びに金属チタニウムを下さつた吉川氏及び種々の御援助を頂いた浅田研究室各位に深く感謝の意を表する。

文 献

- 1) Herb, Davis, Divatia and Saxon Bull. of the Amer. Phys. Soc., 27, 12 (1952)