イオンポンプの動作範囲

麻蒔立男*・山中 久*

(昭和35年7月11日受理)

Operating Range of Ionpump

Tatuo ASAMAKI and Hisashi YAMANAKA

(Nippon Electric Co. Ltd.)

1 はしき

Alpert の超高真空に関する各種の研究発表以来、^{1)~14)} 超高真空技術は非常な発展を遂げ、色々な、工夫、実験が発表されて来た。

超高真空の実現方法についても、ポンプ自体についての^{5)~11)} 又、トラップ⁴⁾等を使った排気装置等の色々な研究がなされた。本報告も冷陰極電離真空計を变形した超高真空用ポンプで、Varian社、日本電気KK等で製品化され、VACION 又は、超高真空イオンポンプの名で呼ばれているゲッターイオンポンプの動作範囲についてである。

イオンポンプが $10^{-4} \sim 10^{-8}$ mmHg の範囲に於てほぼ一定の排気速度をもつことは色々な実測データがある。⁹⁾ ¹¹⁾ 低真空に於ける排気速度は、ポンプの消費電力に制限がなければ高真空に於けると同様に Flat は特性が期待される。しかし第5図に見る如く、 10^{-1} mmHg 迄 Linerity があるとすると消費電力はほぼ 90KW となり実現不可能である。したがって、このポンプでは消費電力を制限するために電源の出力電圧を落さねばならず、低真空における Limit が生じた。

この報告では、圧力範囲を、低真空領域、高真空領域、超高真空領域の3つに分け、各々の領域について測定法、動作範囲等について述べる、その結果 1×10^{-1} mmHg $\sim 3.7 \times 10^{-10}$ mmHg 迄イオンポンプが動作することを示し得た。又、同時に 10^{-11} mmHg に於いても動作していることを推定し得た。

2 低真空 Limit

測定は第2図の如き真空系を組み系内の圧力を所定のものに調節し、グリースレスコックを閉じてポンプに電圧を印加し、イオンゲージの指示真空度が 10^{-5} mmHg 以上の真空度になることによりポンプが起動したことを確かめた。

* 日本電気株式会社電子管工業部技術部

第1図 超高真空イオンポンプの1例 (5l/sec)

第2図 真空系統図 (1)

尚、ポンプの負荷は、イオンゲージの容積を含めて約 1l のガラス容器である。イオンゲージは、Schulz 型⁽¹²⁾ ダン科学製 WIG-308 型によった。ポンプは NEC V-11402 を使用した。(参照 第1図)

第1表がその結果であって電源は、出力端子を短絡した状態で15分使用出来、したがって、この状態に於いては 1×10^{-1} mmHg から起動させ得ることが解った。但し、負荷容積が増加するにつれて起動時間が長くなるので、起動真空度を明確に示すことは困難であるが容積が大きくなった場合には、電源の過熱のため15分の時間で制限され、更に長い起動時間を要する場合は、ポンプ・電源共強制冷却を要する。

第2表は、ポンプに電圧を印加したまま真空度を調整その後コックを閉じた場合の起動時間である。この場合、真空度調整中にポンプが過熱され、 1×10^{-2} mmHg

第1表 ポンプの起動時間(1)

起動真空度 (mmHg)	所要起動時間
8×10^{-3} 以上	0
2.2×10^{-2}	12秒
3.1×10^{-2}	28秒
4.0×10^{-2}	1分37秒
4.6×10^{-2}	1分25秒
9.0×10^{-2}	5分57秒
1.4×10^{-1}	12分15秒

第2表 ポンプ起動時間(2)

起動真空度 (mmHg)	所要起動時間
3.6×10^{-3} 以上	0
8.8×10^{-3}	2分0秒
1.25×10^{-2}	15分以上

程度がLi mit となった。これからも強制冷却の有効なことが解る。

2.2. 高真空領域における動作

ここで云う高真空とは $10^{-4} \sim 10^{-8} \text{ mmHg}$ の範囲をいうこの範囲については既に多くの報告がある。^{8)~11)}

2.2.1. 測定法

この領域に於ては、テストドーム^{13) 14)}を用いる等は勿論大切なことであるが、最も大切なことは平衡状態で測定されなければならないと云うことである。第3図に Leak Rate を急変させた場合の排気速度の過渡特性を示す。これより測定は定圧法によるべきで、定容法によれば 100%程度の誤差を覚悟しなければならない。 10^{-7} mmHg に於いて、平衡するのに40~50分を要する訳であるから、 10^{-8} mmHg のオーダーに於いて更に長時間を要することは云う迄もない。

第3表に各真空度に於ける測定開始から、ある時間を経てからの測定値を示す。測定順序は、1→7の順に行い、測定前には測定器のガス出しをガスバーナにより 10^{-9} mmHg に於いてガス出し後30分程ゲージを400V 100 mA位でボンパードし測定に移った。

これより測定を短時間に行うには真空度の悪い方から良い方に行う方が真値に近い値が得られるようである。

第3図 排気速度過渡特性

第3表 排気速度の測定結果

No	真 空 度 (mmHg)	初 期 排気速度	経過時間	後 期 排気速度
1	$9 \sim 60 \times 10^{-9}$	8.4 l/sec	2 H 5 M	7.1 l/sec
2	$6 \sim 8 \times 10^{-7}$	6.8	1 H 50 M	4.8
3	$8.1 \sim 8.2 \times 10^{-7}$	5.1	30 M	5.1
4	7.8×10^{-5}	5.29	20 M	5.25
5	$6.8 \sim 7 \times 10^{-3}$	4.84	25 M	4.85
6	$7.5 \sim 7 \times 10^{-7}$	4.53	30 M	4.75
7	$7.6 \sim 3.5 \times 10^{-8}$	2.57	40 M	4.5
7		4.5	35 M	4.8

この様な Data より吾々は、排気速度の測定をいわゆる Two—Gauge Method⁹⁾で行い、真空度の測定はダン科学製 B—A ゲージにより、標準配管はビューレット法により校正した。測定は、真空度の悪い方から良い方へと行った。

3 高真空における動作

第4図に排気速度—真空度特性を、第5図に真空度—ポンプ電流特性を(曲線—I)示す。いずれも N_2 に対する値である。

ポンプ自体の消費電力はポンプ電流に3KVを乗じたもので、高真空に於ては、電源の整流管フィラメントの電力が、低真空に於ては、ポンプの消費電力が主体となり80~800VAである。

4 超高真空における動作

この種のポンプによる到達真空度は 10^{-10} mmHg のオーダーにあることは色々な報告がある。^{8) 9) 11)}

一方、注意深くガス出しを行った後、B—Aゲージの Ion pumping により 10^{-10} mmHg を得た報告は^{1) 15)} 非常に数にのぼり、イオンゲージの排気速度についての Data^{1) 4) 15) 16)} も非常に多い、したがって、吾々の第6図に示す如き真空系に於いて到達真空度を測定した場合、得られた真空がB—Aゲージの Ion pumping によるのか、Ion Pump の Pumping によるのか、区別することが出来なかった。

吾々は、ポンプ電流、B—Aゲージ及びB—Aゲージの非直線性を利用した方法¹⁷⁾とにより Ion Pump の高真

第4図 排気速度—真空度

第5図 真空度—ポンプ電流特性

第6図 到達真空度測定用真空系

第7図

空に於ける Limit を究明した。尚B-Aゲージは、電気試験所で較正していただいたB-Aゲージで N_2 に対して行った。

4.1. 実験の概容

使用されたポンプは色々な実験に供されているので度々加熱又冷却されている。実験前には、 10^{-3} mmHg 350°Cにて1時間、油拡散ポンプで排気されている。

実験は、ポンプ電流の直線性を仮定し(第5図曲線Ⅱで良く立証されている)ポンプ電流の最小(零つまり放電Stopが最小と考えられるが)を Ultimate Vacuumとし後からポンプ電流をB-Aゲージで較正する、一方B-Aゲージの非直線性 $\propto$ (以下単にLinerityと云う)により、B-Aゲージがガス原であるか Pumping Element であるか、を判定して、ガス原になっていれは得られた真空はポンプによるものと判定した。

第7図は実験の概容を示す図である。ポンプはマクネットと共に、電圧を、印加され動作状態に於て加熱され、イオン電流、ポンプ電流はタケタ理研製 μ -Ammeterにより測定した。実験内容は次の通り

(1) 350°Cで20時間 Baking 常温にもどしてポンプ電流を測定した。ポンプ電流は $100\mu A$ から $550\mu A$ 迄減少した。しかしポンプ電流は $1000\mu A$ 位より不

$\propto$ イオン電流 I_i とエレクトロン電流 I_e との直線関係を求め $\log I_i = n \log I_e$ より $n > 1$ ならばガス原 $n < 1$ ならば Pump してるとする。

安定になり、不規則な振動をしつつ減少した。電流の最少の所に於ては、不規則で且つ分のオーダーで23度 $200\mu A$ 迄急減するのが見られた。この現象は、電源のON.OFF 高周波誘導、光等に無関係であった。(実験中殆んど変化はなかった)

(2) (1)の電流最少を確認する意味で再度同様の実験を行った結果は、最少電流はむしろ増加し2倍の $1100\mu A$ であった。ここで Leak の心配があったので、フランジのネジをしめ直した。

(3) 次に、B-Aゲージを点火電子電流(I_e)を3mAとしてB-Aゲージによりポンプ電流と真空度の関係を求めた。

(4) $I_e = 10mA$ として、Linerity の測定を行った。第8図のIがその1例で $n=1.54$ であった他の2回の測定も $n > 1$ であった。次に $I_e = 100 \sim 80mA$ 300V にてグリッドコレクターを同時にガス出し(以下単にホンバードと云う)(約35時間)、その後 Linerityを測定し $n=1.00$ を得た、ほぼ Ultimate Vacuumであり、真空度は $7.5 \times 10^{-10} mmHg$ であった。しかし $n=1$ であるのでゲージの動作を止め、ポンプ電流を記録した結果は $0.0110\mu A$ 10分 $0.0077\mu A$ 1時間 $0.0099\mu A$ 12時間 $0.0077\mu A$ の経過をたどった。

(5) したがって、ホンバード等による真空系管壁からの放出ガスの増加等が考えられるので 350°Cで3時間のBakingを行った、結果は $I_p = 1000\mu A$ でやはり I_p の減少を見たが時間と共に増加し、一定になった時は $7200\mu A$ であった。その後B-Aゲージを動作 Linerity の測定を行い第8図Ⅲを、次いでホンバードと測定を繰り返して第8図Ⅳ,Ⅴを得た。 n は夫々1.1, 1.05, 1.08, 最高の真空度は $6.0 \times 10^{-10} mmHg$ であった。

(6) 次にホンバードしたまま Baking を1時間行い、Linerity の測定を行い $k=1.08$, 最高真空度 $6.9 \times 10^{-10} mmHg$ とⅤと殆んど同じ結果が得られた。その後約10時間 $6.9 \sim 9 \times 10^{-10} mmHg$ を保持し得た。

(7) 他の同様な真空系に於ける測定結果は第8図Ⅶ-Ⅺに示す通り $n=1.02 \sim 1.03$ で真空度は $3.7 \sim 4.2 \times 10^{-10} mmHg$ であった。

尚第7図中(1)~(6)はホンバードの回数をⅠ~Ⅵは第8図のLinerityの測定の場所を示す。

(8) 以上の実験中のポンプ電流と真空度との関係を第5図曲線Ⅱにまとめた。曲線Ⅰとは同一直線上にはなかったが、非常に良い直線性をもっていることが解った。

4.2. 考察

(1) Ultimate Vacuum は、ポンプの放電が Stop し、

第8図 B-Aゲージの I_i - I_e 関係

フィリップスゲージと同じく次いで真空度が低下し、再び放電を開始する時の真空度と考えられるが吾々は未だそれを経験したことがない。今度の実験に於いて得られた真空度3.7, 3.8, 4.0, 6.9×10^{-10} mmHgではイオンゲージがいずれもガス源になっており、更に高い真空度が得られることは勿論である。

ポンプ電流の最少記録が $550 \mu\text{A}$ 、分のオーダーで $200 \mu\text{A}$ であることと、第5図より、推定される到達真空度は 2.2×10^{-10} 、分のオーダーで 8×10^{-11} mmHgである。

第8図IIに於いて $n=1$ であるのに、Baking後は、 $n>1$ である。このことから、Bakingが超高真空を得るのに、非常に有効であることを示し且、イオンポンプがBaking出来ると言うことが超高真空用として成功した大きな要因と云えよう。

- (2) 第5図の曲線IとIIが同一直線上にない原因は、(IIの方のガスが何であるか解らないこと、較正が過渡状態で行われたこと等が上げられる) 目下

第4表 B-Aゲージの感度係数ガスの種類

ガスの種類	S^{-1} [mmHg]
N ₂	9.1
He	1.85
Ar	11.0
Co	9.5
O ₂	7.7
H ₂	4.0

検討中であるが、非常に良い直線性を示し、IとIIが全く平行であることは注目に値する、尚B-Aゲージの感度係数(S)の実測値¹⁵⁾を第4表に示す。

- (3) 本実験ではポンプとガラスの接続フランジ(ステップタイプ)¹⁸⁾に無酸素銅のガスケットを使用した。したがってこの条件に於て少なくとも20時間350°C 2回のヒート

サイクルに耐えることが解った。

5. あとがき

以上の実験よりイオンポンプの動作範囲が $1 \times 10^{-1} \sim 3.7 \times 10^{-10}$ mmHgの範囲にあることを実測し得た、又、 $1 \times 10^{-1} \sim 10^{-11}$ mmHgの範囲に於ても動作していることも推定し得た、又、 $\log I_p$ と $\log P$ が非常に良い直線性をもつこと、無酸素銅のガスケットが、吾々の実験に於いて十分に使用し得ること等を示し得た。

終りに、B-Aゲージの較正をして下さった電気試験所の諸氏、又この実験を御指導下さった日本電気KK内外の各位、実験に直接協力下さった、長島勲、井上英雄両君に深謝の意を表する次第である。

参 考 資 料

- 1) D. Alpert: *J. Appl. Phys.* **24** 860 (1953)
- 2) D. Alpert & R. S. Buritz: *J. Appl. Phys.* **25** 202 (1954)
- 3) W. A. Rogers, R. S. Buritz & D. Alpert: *J. Appl. Phys.* **25** 868 (1954)
- 4) D. Alpert: *Science* **122** 729 (1955)
- 5) R. H. Davis & A. S. Divita: *Rev. Sci. Instr.* **25** 1193 (1954)
- 6) 熊谷、柴田、新間、真空 **1** 1.
- 7) *Rev. Sci. Instr.* **34** 291 (1957)
- 8) L. D. Hall: *Rev. Sci. Instr.* **29** 367 (1958)
- 9) R. L. Jepsen: *Le Vide* **80** 80 (1959)
- 10) 上領・鹿野・波多野・電通学会マイクロ波管委員会資料 **11/9** (1959)
- 11) 川崎・杉田・中谷・麻蒔: 真空 超高真空特集号(1960)
- 12) G. J. Schulz & A. V. Phelps: *Rev. Sci. Instr.* **23** 1051 (1957)
- 13) B. B. Dayton: *Ind. Eng. Chem.* **40** 795 (1948)
- 14) JIS B 8317—1959
- 15) 荒田、織田・電気通信研究所成果 報告 **1119** (1958)
- 16) R. N. Bloomer & M. E. Haine: *Vacuum* **3** 128 (1958)
- 17) 織田、水島: 真空 **2** 158 (1959)
- 18) W. J. Lange & D. Alpert: *Rev. Sci. Instr.* **23** 726 (1957)