カートリッジ NEG (St101 Zr-Al) 特性

久松 広美*・嶋本 真幸*・金澤 健一*・石丸 肇*

(受付1990年7月16日, 掲載決定1990年11月10日)

Characteristics of a Cartridge NEG (St101 Zr-Al)

Hiromi HISAMATSU, Masayuki SHIMAMOTO,
Ken-ichi KANAZAWA and Hajime ISHIMARU

(National Laboratory for High Energy Physics 1-1 Oho,
Tsukubashi, Ibaraki-ken 305 Japan)

(Received July 16, 1990, Accepted November 10, 1990)

1. はじめに

現在, 非蒸発ゲッター (NEG)¹⁾リポンプは世界の各地の加速器 (ストレージリング) などで使用されている。加速器で使用されている NEG の材質は主に Zr, Al 合金 (St101) と Zr, Fe, V 合金 (St707) であり, 形状はストリップ, カートリッジ, モジュール型である。高エネルギー物理学研究所 (KEK) でもトリスタン入射蓄積リング (AR)²⁾および衝突リング (MR)³⁾で St101 のカートリッジとストリップ型および St707 のモジュール型が使用されている。カートリッジ型はイオンポンプ立上げ時の補助ポンプとして, ストリップ, モジュール型はウイークベンドマグネット部, 衝突点の 4 極マグネット部に使用されている。ヨーロッパ原子核研究機構 (CERN) の LEP と呼ばれる電子, 陽電子衝突リングでは St101 のストリップ型が主ポンプとして使用されている⁴⁾。ビーム蓄積時, シンクロトロン放射光による放出ガスは H₂ と CO が大部分であり, ビーム寿命は主に CO によって決定されるので, CO に対する活性化後の室温でのポンプ作用が問題となる。

H₂ に対する排気速度と容量はビーム寿命に与える H₂ の影響が CO に較べれば小さく (同一圧力で約 1/25), また NEG の H₂ に対する排気作用は他のガスと異なり一度吸収した H₂ は温度を上げることによって放出さ

ることができるのであまり問題とならない。現在 KEK では AR 改造の R & D を進めている。この R & D で NEG をポンプ増強のために使用することが検討されている。NEG をストレージリングで使用するためには下記に示すような特性を把握し, 最適な使用方法を確立しなければならない。

- ① 各種ガスに対する排気作用の有無と到達真空度
- ② CO に対する排気能力, 排気容量
- ③ 活性時の最適条件の確立
- ④ 活性化中のリークによるダメージ

この報告はストレージリングで NEG を使用するために必要な特性を一つの実験試料としてカートリッジ NEG (St101) を使用して上記①～④を試験, および考察した結果である。

2. 各種ガスに対する排気特性の有無と到達真空度試験

試験に使用した NEG ポンプの外観を Fig. 1 に試験装置を Fig. 2 に示す。NEG ポンプはセラミックに 0.8 mm のモリブデン線を巻いたヒーターによって間接的に加熱される。チェンパはアルミ合金製である。NEG ポンプは不活性ガスやメタンガスに対して排気速度がないか非常に小さいと言われているので $5 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$ のイオンポンプ (IP) も併用した。B-A ゲージ, コールドカソードゲージ (CCG), バリアブルリークバルブ, 4 重極質分析計 (MF) はステンレス製である。B-A ゲー

* 高エネルギー物理学研究所 (茨城県つくば市大穂 1-1)

Fig. 1 Assembly of a Non Evaporable Getter (NEG) pump.

ジは、ゲージ自身からのガス放出の影響を調べるため、フィラメントが純タングステン (W) とトリアコートイリジウム ($\text{ThO}_2\text{-Ir}$) の 2 種類を取り付けた。

NEG は、前に述べたように、 CH_4 ガスや不活性ガスに対して排気速度がないか非常に小さいと言われているので、NEG 単独では超高真空中に維持できない。したがって、NEG を主ポンプとして使用する場合、このような NEG で排気できないガスに対してのポンプ、例えばターボ分子ポンプ (TMP) や IP、と併用しなければならない。したがって、NEG を使用した排気系の到達真空度は、超高真空の主残留ガスと考えられる H_2 , CO などに対する NEG の排気速度と、NEG で排気できないガスに対して取付けたポンプの排気速度と、系内で発生する各種ガス放出率と系内の表面積で決まる。この NEG と併用するためのポンプの排気速度の決定にはチェンバからの CH_4 ガスや不活性ガスの単位面積当りのガス放出率を知る必要がある。また、測定系ゲージの排気速度やゲージ自身からのガス放出が後に行う排気速度

Fig. 2 Measuring apparatus for the ultimate pressure measurement and pumping characteristics.

試験や到達真空度にどの程度影響を及ぼすかを知らなければならぬ。各種ガスに対する NEG の排気作用の有無、チェンバからのメタンガスや不活性ガスの放出率、測定系ゲージの排気速度は、次のような実験を行って調べた。ベーキング後 NEG を 1000 K で活性化しチェンバ内圧力を 10^{-8} Pa 台にした後、IP, CCG, B-A(W) を一つずつ停止させてチェンバ内の残留ガス成分の変化を MF で測定した、最初に、B-A(W), CCG, MF (フィラメントはタングステン) のゲージを動作しながら IP を止めると、 H_2 分圧は変化せず CH_4 , Ar, He がゆっくり上昇し一定値になる。次に CCG を止めると CH_4 はまたゆっくり上昇して一定値になり、他の不活性ガスは上昇し続ける。次に B-A ゲージを止めると CH_4 はまたゆっくり上昇し一定値になる。このことから NEG は室温では CH_4 , Ar, He に対して排気作用がないか非常に小さい。また CCG は CH_4 , Ar, He に対して排気作用があり、B-A(W) は CH_4 に対して排気作用があることがわかった。MF 以外のゲージを止めた時、 CH_4 分圧が一定になるのは MF の排気速度によるものか、NEG によるものか、この実験では、はっきり分らない。IP の排気速度 (S_{IP}) が圧力に依存せず、 CH_4 のガス放出量 (Q) が一定と仮定し、IP, CCG, B-A(W), MF, が動作時の CH_4 分圧を P_1 , IP のみを止めた時の CH_4 分圧を P_2 , IP と CCG を止めた時の CH_4 分圧を P_3 , MF だけの動作時の CH_4 分圧を P_4 とし、CCG, B-A(W), MF (NEG の排気速度を含む) の CH_4 に対する推定排気速度をそれぞれ S_{CCG} , $S_{\text{B-A}}$, S_{MF} とすれば

$$P_1 = Q/S_{\text{IP}} + S_{\text{CCG}} + S_{\text{B-A}} + S_{\text{MF}} \quad (1)$$

$$P_2 = Q/S_{\text{CCG}} + S_{\text{B-A}} + S_{\text{MF}}$$

$$P_3 = Q/S_{\text{B-A}} + S_{\text{MF}}$$

$$P_4 = Q/S_{\text{MF}}$$

となり、 S_{CCG} , $S_{\text{B-A}}$, S_{MF} は S_{IP} ($5 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$) のそれぞれ 0.11, 0.056, 0.012 倍であった。 CH_4 の単位面積当

りのガス放出率 (q) は、チェンバ表面積 (A) と(1)式から、約 10^{-12} Pam³/sm²であった。また、Ar, He の q は、各分圧上昇 (ΔP), ゲージの停止時間 (t), チェンバ容積 (V) と(2)式から

$$q = \Delta PV / At \quad (2)$$

それぞれ CH₄ の約0.1, 0.01 倍であった。この CH₄, Ar, He の q 値は、超高真空系で使用される SUS や Al 合金のベーキング後の主残留ガスである H₂ の q 値、約 10^{-8} Pam³/sm² の千分一以下なので NEG と併用するポンプの排気速度を NEG の排気速度の数十分の一程度にすれば、NEG で排気できないガスによる到達真空度の影響をなくすることができる。

ゲージからのガス放出による到達真空度に与える影響の試験は測定しようとするゲージのエミッション電流の on/off により他のゲージの指示値が変化するか、しないかで調べた。この実験で MF を作動させているとチェンバを 420 K, 24 時間ベーキングと MF を 500 V, 5 mA の脱ガス10分間では MF 自身からのガス放出のため、この排気系では 3×10^{-8} Pa (CCG 指示値) までの測定が限界であった。この時の残留ガス成分は MF の指示値で H₂ が92%, CH₄ が5%, CO が3%であった。B-A(W) ゲージを450 V, 40 mA, 10分間脱ガスを行なった後、安定になってから B-A ゲージを切ると CCG の指示圧力が下がることから B-A ゲージからの放出ガスが到達真空度を決定している一因であることがわかった。この B-A(W) ゲージによる最小測定圧力は 8×10^{-9} Pa (CCG 指示値) であった。同一エミッション電流を得るのに数分の一のフィラメント電力で済む B-A (ThO₂-Ir) ゲージに関して同様な試験を行った。この B-A (ThO₂-Ir) ゲージを500 V, 80 mA で2時間脱ガスを行なった後でも、安定になってから、この B-A ゲージを切ると CCG の指示圧力が下がった。この時の B-A ゲージの最少指示圧力は 3×10^{-9} Pa であった。このことから NEG の到達真空度の実験では B-A ゲージ, MF は高真空になったら止め CCG のみによって圧力を測定した。Fig. 3 に系全体を410 K ベーキングをした時の到達真空度測定の際の排気曲線を示す。NEG の活性化はベーキング温度が410 K に達した時開始し、活性化温度と時間は1000 K, 15分間である。ターボ分子ポンプ (TMP) はチェンバ温度が350 K まで下がった時、バルブ (V1) を閉じてチェンバから切り離れた。IP はベーキング終了直前に動作させた。

3. NEG の活性化方法

NEG ポンプに排気作用を持たせるためには真空中で一高度温にしなければならない。この操作を活性化と呼

Fig. 3 Pumping down curves of test chamber with NEG and IP.

び、実験に使用した材質 St101 の活性化温度、活性化時間は、カタログによれば1000 K, 10数分間である。この1000 K 活性化時、考えなければならないことは、活性化初期に放出される活性ガスを NEG の温度の低いところで放出し、高温になった時に放出される活性ガス (H₂, H₂O, CO, CO₂) 分圧とチェンバ内で発生する活性ガス分圧をできる限り低くするような活性化方法を取ることである。したがって、NEG の活性化はベーキング終了直前に行ないベーキング終了と同時に活性化を終るようにしなければならない。

実際のストレージリングでは、1000 K 活性化時の排気は TMP のみで行なわれるがストレージリングのパイプのコンダクタンスは1 m 当り約0.1 m³/s 程度であり、1 台の TMP で複数の NEG の放出ガスを排気することになる。また、活性化後、NEG がガスを吸収し排気速度が低下した場合、温度をあげて NEG の排気作用を回復しなければならない。これを再活性化と呼ぶが、この時 TMP は真空システム上の考えから切り離されており、この再活性化時に運転されているのは小さな IP のみである。したがって、この再活性化温度と時間は、この IP の排気速度と動作範囲、再活性化時に放出されるガス量、この再活性化温度と時間で回復する排気速度などを考慮して決定しなければならない。上記や他の使用例などを考慮して、TMP と IP の配置及び活性化方法を下記のようにすることが重要である。

- 1) 1000 K 活性化は2段階に分けて行なう。ベーキング終了直前、まず H₂O, CH₄, CO, CO₂ ガスを放出するため NEG を500 K, 5分間行う。その後1000 K で圧力が約 5×10^{-4} Pa 以下になるまで活性

Fig. 7 Pumping speed without activation. The introduction of CO gas was stopped at the sorbed quantity of 1.3 Pam. The measurement is restarted after 12 hours without activation.

現象が見られる。この現象がCOを大量に吸蔵した後の特有の現象なのか否かを調べるため、試料を新品のNEGに交換し同様の実験を行なった結果をFig. 6の黒丸に示す。最初から723 K活性化を行ない、その後数回の活性化までは排気速度が増大するが、期待した同じ吸蔵量の白丸の点までは回復しなかった。その後1000 K活性化を行なった後、数回723 K活性化を行なった。

それに引続き、活性化中にリーク時がおきた場合の影響を調べる試験を行なった。試験は723 K活性化終了と同時に大気を導入し、5分間そのまま放置した後ベキングと1000 K活性化24分間（この時、活性化で多分水素と思われるガスが大量に出て圧力は 10^{-1} Pa以上になった）を行なった後、排気速度試験を行ない、その後723 K活性化を行ない再度排気速度試験を行なった。今までと同様に各試験での 10^{-2} Pam³の吸蔵量時の排気速度は1000 K, 723 K活性化後、それぞれ 1.4×10^{-2} , 4.5×10^{-3} m³/sであった。この排気速度は白丸の1000 K活性化後で見ると、吸蔵量約2.2 Pam³時の排気速度に相当する。これより、723 K活性化時、リークがおきて大気圧になった場合約 1.5 am^3 ガスを吸蔵したことになる。

次にNEGの室温での拡散の様子を調べる試験を行なった。リークによる影響を調べた後、723 K活性化を行ない排気速度試験を行ない、COガスの流入を止め15時間後、活性化しないで排気速度試験を再度行なった結果をFig. 7に示す。この図から活性化を行なった後の排気速度試験で約 10^{-3} m³/sまでNEGの排気速度が落

Fig. 8 Total and partial pressure during activation at 720 K.

ちていたにもかかわらず約15時間、 10^{-7} Pa台の圧力に保持し、その後ガスを流して排気速度を調べると排気速度の減少は速いがある程度の排気速度まで復帰することがわかる。これは室温でもNEG表面から内部への拡散があり、排気速度が復帰したものと考えられる。

COを約 10^{-2} Pam³吸蔵させた後、723 K再活性化時の全圧、CO、H₂の変化をFig. 8に示す。CO、H₂はMFのピーク電流、全圧はB-Aゲージの指示圧力である。Fig. 8から放出されるCOは再活性化開始後、約5分間で非常に小さくなるのがわかる。この時、 5×10^{-3} m³/sのIPのみで排気しているため活性化で放出されるCOの放出ガス量(Q)はイオンポンプの排気速度(S_{IP})、活性化のCO分圧(P_{CO})、COが放出されている活性化時間(t)から、

$$Q = S_{IP} P_{CO} t \quad (4)$$

となり、Fig. 8から P_{CO} は約 3×10^{-5} Pa、 t は約300秒なのでQは約 5×10^{-5} Pam³であり吸蔵したCO（約 10^{-2} Pam³）に比較して非常に小さいことがわかる。

5. ま と め

この実験で確認できたことをまとめてみる。

- 1) St101カートリッジNEG (C50)を用いて、表面積約 10^4 cm^2 の系では410 K、2時間のベキングで超高真空を作成できた。
- 2) 活性化は一度1000 Kで行なえば次は723 Kで排気作用が回復するが1000 K活性化より排気速度が数10%小さい。大気開放後、723 K活性化を行なった後の排気速度は、1000 K活性化時より小さいが、Fig. 7のE点を2 Pam³以上吸蔵した後では数回の723 K活性化を行なえばもとの排気速度に復帰す

る。

- 3) St101カートリッジ型 (C50) のCOの排気容量は2 Pam³以上はある。排気速度は吸蔵したCOの増加とともに低下する。
- 4) 吸蔵したCOは活性化で内部に大部分拡散し気相中に放出される量は非常に少ない。
- 5) 室温でもNEG表面から内部への拡散があり、リークがあればそのガスを吸込み続けるのでリークは絶対ないようにしなければならない。
- 6) 活性化中にリークが発生するとNEGは大量の大気を吸蔵してしまうので活性化中はリークの検出を行ないながらしなければならない。しかし大気中の主成分である酸素、窒素はNEGが排気してし

まうのでArの存在でリークの有無を調べるのが実際である。

〔文 献〕

- 1) P. Della Porta, T. A. Giorgi, S. Origlio, and F. Ricca: in Transactions of the 8th National Vacuum. Symposium (Pergamon, New York, 1962) 229.
- 2) 石丸 肇, 百瀬 丘, 成島勝也, 水野 元, 金沢健一, 久保富夫, 渡部広美, 小林正典, 堀越源一: 真空, 28 12 (1985) p 867
- 3) 百瀬 丘, 成島勝也, 水野 元, 金沢健一, 末次裕介, 久松広美, 嶋本政幸, 堀越源一, 石丸 肇: 加速器科学, 2, 2 p 23
- 4) LEP Vacuum Group: Proc. IX IVC-V ICSS, Madrid (1983) 273.