冷凍機分離型ベーカブル・クライオポンプの 水素排気特性の測定*

荒井 孝夫**・竹内 協子**・辻 泰**

松井 豊***・山川 洋幸***・岡野 達雄****

(受付1992年12月5日, 掲載決定1993年2月6日)

Measurement of the Hydrogen Pumping Characteristics of a Bakeable Circulation-Refrigerator-Cryopump

Takao ARAI, Kyoko TAKEUCHI, Yutaka TUZI
Yutaka MATSUI, Hiroyuki YAMAKAWA and Tatsuo OKANO

(ULVAC CORPORATION, 2500 Hagisono, Chigasaki, Kanagawa)

(ULVAC JAPAN, Ltd., 2500 Hagisono, Chigasaki, Kanagawa)

(Institute of Industrial Science, University of Tokyo, 7-22-1 Roppongi, Minato-ku, Tokyo)

(Received December 5, 1992, Accepted February 6, 1993)

1. 緒 言

クライオポンプを超～極高真空領域で有効に作動させるためには、低温吸着パネルその他の部分の充分な脱ガスと、温度の最適化が必要であると考えられる。現在、最も広く使用されているクライオポンプでは、冷凍機とクライオパネルが一体化されているため、加熱脱ガス温度が制限され、また温度を制御できる範囲も限定されている。冷凍機分離型ベーカブル・クライオポンプは、これらの諸問題を解決するために開発された^{1,2)}ものであり、その極高真空領域における特性の解明が急がれている。

真空ポンプの最も基本的な特性の一つは排気速度の圧力依存性であるが、一般に使われている定流量法³⁾では、到達圧力付近での測定が困難である。コンダクタンス変調法 (CMM) はその点に関して有利である^{4,5)}た

め、今回は、CMMにより冷凍機分離型ベーカブル・クライオポンプの到達圧力付近における水素に対する排気特性を測定した。その結果、 10^{-10} Pa 領域までの排気特性を得ることができたので報告する。

2. 実験装置および実験方法

実験装置の概略を Fig. 1 に示す。装置は、大別すると測定系、気体導入系、被試験クライオポンプ、粗引き系で構成されている。測定系の真空容器は内径240 mmφ、高さ360 mm のステンレス鋼製 (SUS316L) で、前処理として電解複合研磨 ($0.1 \mu\text{mR}_{\text{max}}$) および真空脱ガス ($450^\circ\text{C} \times 48 \text{ h}$) を施してある。真空容器内の圧力は、エキストラクタ真空計 (EG) (Leybold 製 IE514, IM520) および四極子形質量分析計 (QMS) (UTI 製 100C) で測定した。測定系の可変コンダクタンス C はオリフィス (170 mmφ) の同軸上をディスク (163 mmφ) を上下させることにより制御する方式で、ディスクがオリフィスと同一面上に来たときコンダクタンスの値 c が最小となる。この位置を原点とし、上方向をプラスとして、ディスクは $\pm 50 \text{ mm}$ 移動可能である⁶⁾。駆

* 平成4年10月29日 第33回真空に関する連合講演会で講演 (29P-5)

** 株式会社アルバック・コーポレートセンター (〒253 神奈川県茅ヶ崎市萩園2500)

*** 日本真空技術株式会社 (〒253 神奈川県茅ヶ崎市萩園2500)

**** 東京大学生産技術研究所 (〒106 東京都港区六本木 7-22-1)

Fig. 1 Schematic diagram of the experimental apparatus. EG: Extractor gauge. QMS: Quadrupole mass spectrometer. SRG: Spinning rotor gauge. V_A , V_B , V_C : All metal valve.

動は、直線導入端子を介してステッピングモーターにより行なわれるが、この可変コンダクタンスの機構は無接触のため気体放出が非常に少なく、 10^{-10} Pa 領域でディスクを上下しても移動による圧力上昇は認められなかった。C の値はモンテカルロ・シミュレーション法により求めた⁶⁾。

気体導入系では、Fig. 1 に示すようにリザーバーにスピニングロータ真空計 (SRG) (MKS 製 SRG-2)、可変リークバルブ (V_A , V_B)、バルブ (V_C)、およびオリフィス ($50\mu\text{m}\phi$) が取り付けられている。リザーバーを利用する定容量法で実測したオリフィスのコンダクタンスは、水素に対し $1.1 \times 10^{-6} \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ であった。この構成により水素導入速度を $10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ まで制御することが可能となった。

クライオポンプの構造を Fig. 2 に示す。このポンプは、隔壁を用いて冷凍機とクライオパネルを真空中に分離することにより、クライオパネルの部分を 200°C まで加熱脱ガス可能にしたものである^{1,2)}。ポンプ作動時のクライオパネル温度は、20 K および 80 K である。ポンプケースは、口径 $254 \text{ mm}\phi$ のステンレス鋼製 (SUS304L) で、電解研磨と真空脱ガス ($450^\circ\text{C} \times 20 \text{ h}$) の前処理を施してある。

粗引きはバルブと液体窒素冷却トラップ付きの油拡散

Fig. 2 Structure of the bakeable circulation-refrigerator-cryopump.

ポンプ (DP) (VG 製 EO6/CCT150V) で行なっている。DP 本体の公称排気速度は空気に対し $1.3 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ 、バルブとトラップのコンダクタンスを含めた合成排気速度は $0.41 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ である。

排気は、まず、DP で $1 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ まで排気し、真空容器を 180°C 、クライオポンプを 150°C で 27 h の加熱脱ガスを行なった (真空容器内の全圧 $P \leq 10^{-5} \text{ Pa}$)。加熱終了後、 $2 \times 10^{-8} \text{ Pa}$ でクライオポンプを作動させ、3 h 後に DP を切り離れた。さらに、 $1 \times 10^{-9} \text{ Pa}$ に達した時点で、真空容器、クライオポンプとも 100°C で 24 h の加熱脱ガスを行なった ($P \leq 10^{-8} \text{ Pa}$)。以上の方法により、大気圧から排気して約 200 h 経過した後に、 P (EG で測定) は QMS を点灯した状態で $1 \times 10^{-9} \text{ Pa}$ 、消灯した状態で $4 \times 10^{-10} \text{ Pa}$ に達した。この圧力差は QMS からの気体放出によるものである。到達圧力付近でのマススペクトルでは、主なピークは m/q (質量/電荷比) = 2, 28, 44 であり、特に $m/q=2$ が大きく残留気体の主成分は水素であることが示されている。

排気速度の測定には、最初は外部から気体を導入せず、ディスクを +30, 0, +10, +20, +30 mm と移動して、水素に対する C を 4.0, 0.81, 2.0, 3.2, $4.0 \text{ m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ と変化させ⁶⁾、その時の P を EG で測定した (QMS off)。この場合に、容器から可変コンダクタンスを通して流れるポンプの負荷気体の流量 Q は、容器からの気体放出速度 Q_w と EG の気体放出速度 Q_e の和となっている ($Q_w + Q_e = Q_0$)。次に、気体導入系から真空容器に導入する水素の流量を制御し、 Q を Q_1 , Q_2 , Q_3 に設定し ($Q_w + Q_e$

Fig. 3 Relation between total pressure in the chamber, P , measured by the extractor gauge (EG) and inverse conductance, $1/C$. P , C : H_2 equivalent.

Fig. 4 Relation between H_2 ion current in the chamber, I_i , measured by the quadrupole mass spectrometer (QMS) and inverse conductance, $1/C$. C : H_2 equivalent.

を含む), その各々について C を変えて P を測定した。同様な測定を QMS の水素ピークのイオン電流 I_i についても行った。この場合には, ポンプの負荷気体の流量 $Q_0, Q_1 \sim Q_4$ には Q_w, Q_e に加えて QMS からの気体放出速度 Q_m が加わる。

3. 実験結果

残留気体の主成分が水素であると仮定することができるので, P の表示には全実験を通じて水素換算値を使用した。EG の水素に対する感度係数 ($3.6 \times 10^{-2} \text{ Pa}^{-1}$) と QMS の水素イオン電流の感度 ($4.3 \times 10^3 \text{ Pa}^{-1}$) とは, 気体導入系からの水素流量を制御しコンダクタンス変調法により求めた⁷⁾。 C を変化させた時の P と $1/C$ の関係は Q をパラメーターとして Fig. 3 に示すようになった。直線は最小二乗法によって引いたものである。真空容器とポンプの間のコンダクタンスは, C で表わされるところでよいから, ポンプの実効排気速度 S^* と P は, $P = Q\{1/C\} + (1/S^*)$ の関係を持つ。したがって, Fig. 3 の直線と横軸との交点から S^* を得ることができる⁸⁾。 S^* の値を整理するために, 容器内の圧力 P に補正を加え, 各直線に対応するポンプ直上の圧力 P_p を求めた⁷⁾。

QMS による測定では, C を変化させた時の水素ピークのイオン電流 I_i を $Q_0, Q_1 \sim Q_4$ について測定した。その結果は, Fig. 4 に示すようになる。この図から全圧の場合と同様な手法で S^* を求め, 各 Q に対応する P から P_p を求めた。

以上の測定結果を Fig. 5 にまとめる。横軸は P_p で表わしてある。▲印は残留気体を全て水素と仮定して EG より求めた S^* の値である。●印は水素を導入した場合

Fig. 5 Net pumping speed, S^* , for H_2 as a function of the pressure, P_p , in the cryopump. P_p : H_2 equivalent.

の S^* の値である。△印 (残留気体), ○印 (水素導入) は QMS の水素イオン電流 I_i より求めた値である。●印と○印は, ほぼ一致しており, S^* は $2 \times 10^{-9} \text{ Pa}$ 以上の圧力では一定であるが, それ以下では急に低下している。また, ●印は○印と矛盾しない値を示しているので, 残留気体を水素のみとした仮定は無理がないものと考えられる。 S^* は, Q が大きくなったところで固有排気速度 S_p と一致し, 一定値を示す²⁾。したがって, Fig. 5 の直線が S_p の値を示すと仮定し, S_p と S^* の差からポンプの気体放出速度 Q_0 を求めることが出来る⁴⁾。また, 到達圧力では, EG の点滅による QMS の水素イオン電流の変化から $Q_w \gg Q_e$ と考えられるので, Fig. 3 の Q_0 の直線の傾きより $Q_w (= Q_m + Q_e)$ を求めた。 Q_m の値は Q_w に対し無視し得ないので, Fig. 4 の Q_0 の直線と

Table 1 Outgassing rates obtained from the gradient of the straight lines for Q_0 in Figs. 3 and 4.

VACUUM CHAMBER	PUMP	QMS ($I_e=0.2$ mA)
Q_w ($\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$)	Q_p ($\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$)	Q_m ($\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$)
4.1×10^{-10}	4.5×10^{-10}	5.6×10^{-10}

$q_w = 6.7 \times 10^{-10} (\text{Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2})$

Fig. 3 の Q_0 の直線の傾きの差より Q_m を推定した。これらの結果をまとめたものを Table 1 に示す。 Q_w , Q_p とも約 $4 \times 10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1}$ と小さな値を示した。特に, Q_p が小さいのは, このクライオポンプを充分に加熱脱ガスできた効果を示すものと考えられる。 Q_w より求めた単位面積当たりの気体放出速度 q_w は, $6.7 \times 10^{-10} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3 \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{m}^{-2}$ となった。

4. ま と め

コンダクタンス変調法により冷凍機分離型ベアカブル・クライオポンプの水素排気特性を測定し, 以下の結果

を得た。

- 1) 水素排気速度を 10^{-10} Pa 領域まで求めた。
- 2) 水素排気速度は, 10^{-9} Pa 以上では $1.6 \text{ m}^3/\text{s}$ であり, 10^{-10} Pa 領域で低下する。
- 3) ポンプおよび真空容器の気体放出速度を求め, ポンプの脱ガスが排気特性に及ぼす効果を確認した。

〔文 献〕

- 1) H. Yamakawa, Y. Matsui, K. Yui and H. Yanagida: Vacuum **41** (1990) 1837.
- 2) 松井 豊, 由井和雄, 沈 国華, 山川洋幸: 真空 **34** (1991) 37.
- 3) JIS B 8317: 蒸気噴射真空ポンプ性能試験方法.
- 4) K. Terada, T. Okano and Y. Tuzi: J. Vac. Sci. Technol. **A7** (1989) 2397.
- 5) 寺田啓子, 岡野達雄, 辻泰: 真空 **31** (1988) 259.
- 6) 岡野達雄: 極高真空の発生計測利用技術の開発に関する研究成果報告書 (筑波コンソーシアム, 1992) p. 76.
- 7) 岡野達雄: 私信
- 8) 寺田啓子, 岡野達雄, 荒井孝夫, 竹内協子, 辻泰: Proc. 8th Meeting on UHV Tech. for Accelerators and Storage Rings. KEK Proc. 92-4 (1992) p. 246.