

# ヒックマン・ポンプの到達真空度特性

石川 和雄

## Ultimate-Vacuum Characteristics of a Hickman Pump

Kazuo ISHIKAWA

Ultimate pressure vs input characteristics were investigated as functions of operating period and forevacuum for a Hickman pump with Octoil-S. Pressure-limiting factors were found to be a back diffusion of fore-vacuum gases and that of gases decomposed, in boilers, from unstable components in the oil. It was also found that those unstable components decreased with increase of an operating period, and that after a prolonged operation the minimum ultimate pressure (about  $1 \times 10^{-8}$  Torr) was not almost affected by changing a fore-vacuum from  $10^{-3}$  to  $10^{-6}$  Torr.

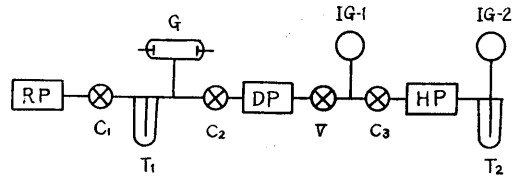
### 1. 結 言

油分溜拡散ポンプの働特性としては、通常主として排気速度が問題にされるが、このポンプを用いて比較的小型の系で超高真空を作ろうとする場合には、その排気速度特性よりむしろ到達真空度特性が重要であると考えられる。またこのポンプの到達真空度特性はその構造と働油の性状とにより主として決まるから、この特性を調べることによって、ポンプ構造や油質の改良効果を判定することができるであろうが、その場合特性に影響するかもしれない背圧、働時間、最低到達圧等の諸因子の影響についても知識を得ておく必要がある。

筆者らはかつてヒックマン・ポンプの到達圧とボイラー温度の入力依存性を観測し、最良働状態の決定法について報告した。石井<sup>2)</sup>は1段のガラス製非分溜型油拡散ポンプに室温蒸気圧  $10^{-6}$  Torr 程度の働油を用いて到達真空度の研究を行った。また最近では超高真空作製のため油拡散ポンプ2台を直列に絡いで用いる方式<sup>3)4)5)</sup>が好んで用いられるようになって来ている。しかし分溜型拡散ポンプを用いて、その長期働による到達圧特性を詳しく調べた例は殆どないようである。ここでは超高真空用ポンプとして今後も有用と考えられる3段のヒックマン・ポンプに  $10^{-8}$  Torr 台の室温蒸気圧をもつオクトイル-Sを用いて、到達真空度特性の長期働による変化、背圧の影響などについて調べた。

### 2. 実験方法

用いた硬質ガラス製真空装置の概略を第1図に示す。



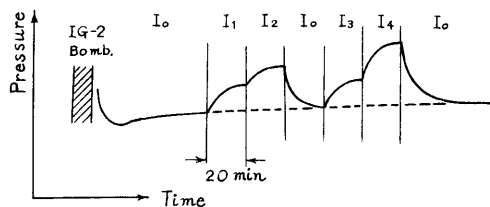
第1図 真空系 RP:回転ポンプ, C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, C<sub>3</sub>: グリス・コック, V:バルブ, T<sub>1</sub>:シリカゲル・トラップ, T<sub>2</sub>:トラップ, G:ガイスラー管, DP:金属製油拡散ポンプ, HP:ヒックマン・ポンプ, IG-1:イオンゲージ, IG-2:B-Aイオンゲージ。

HPは特性を調べるための3段ヒックマン・ポンプであり、各ノズルと胴壁との間隙は低真空側から順に約3, 6.5, および17.5mmであった。胴の内径は中央ノズル部で約40mm, 高真空側ノズル部で約55mmであった。働油としてはオクトイル-Sを用いた。DPはHPの背圧を変化させるためのバフ付金属製2吋油拡散ポンプ(徳田製TOD-2F)で、働油はDC-704であった。イオンゲージIG-1によりHPの背圧を、B-AゲージIG-2により到達圧を測定した。T<sub>2</sub>は冷却トラップであるが、本実験では冷却を行なわなかった。従って測定された到達圧には、油とその分解生成物の分圧が共に含まれている。なおHPより高真空側にはグリス・コックを一切用いていない。

HPを数十時間働させた後、その入力電力を漸増するとき、低真空側のボイラーから順にわずかの入力差をもって次々に突沸が始まるように、各ボイラーの附加並列抵抗を調節した。系の働の初期にHPより高真空側のベーキングを約300°Cで数時間行ったが、その結果放出

ガスの分圧はオクトイルーSの室温蒸気圧の程度あるいはそれ以下に低下した。

到達圧  $P_u$ —入力電流  $I$  特性の測定は、なるべく正確を期して次のようにして行なった。第2図に図式的に示



第2図 到達圧—入力特性の測定方法

$I_1, I_2 \dots$ : 入力電流,  $I_0$ : 基準入力電流.

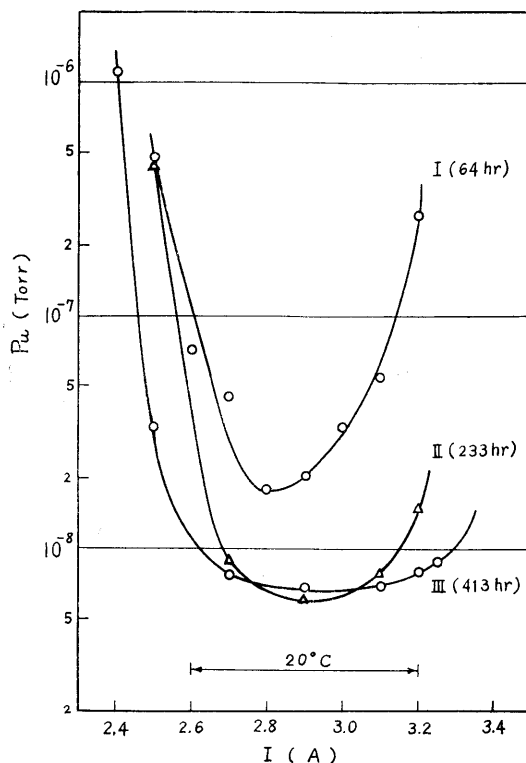
すように、まづIG-2のボンバードを一定条件で10分間行った後1時間たって、IG-2で測られる圧がほぼ落ちついた状態で測定を始めた。入力電流を変えて20分後、圧がほぼ平衡に達した時の値をその入力電流に対する到達圧の観測値とした。従って一特性の測定に数時間を必要としたが、測定時間中に一定入力に対する圧がなお幾らか変化してゆくことを考慮し、最低到達圧を与える入力電流  $I_0$  に対する圧力曲線(図の破線)を基準にとり、他の入力電流に対する  $P_u$  の値はこの基準曲線に対する圧力比から決定した。また毎回の測定は同一の手順で行ない、なるべく条件を揃えるようにした。IG-2の測定時の電子電流は1mAであった。

### 3. 実験結果

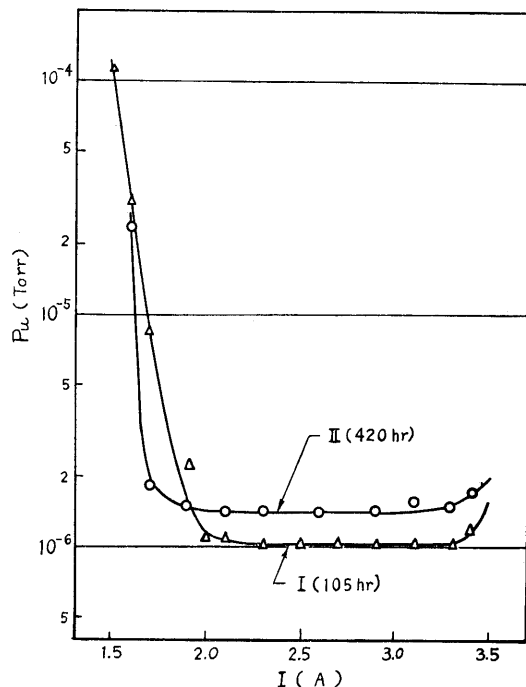
#### 3.1. 背圧が $10^{-3}$ Torr 程度の場合

補助ポンプであるDPを働かせず、回転ポンプRPだけでHPの背圧側を引いたときの、到達圧—入力特性の代表例を第3図に示す。背圧は約  $1 \sim 2 \times 10^{-3}$ Torrであった。曲線につけた時間数は働作時間の総計を示す(以下同様)。一般に特性は3部分に分れ、ボイラー温度を上昇すると、ある温度附近から到達圧  $P_u$  は急速に低下し(a部)、多少とも平坦な極小部(b部)を通り、最後に再び増大する(c部)。始動から数十時間位の初期(曲線I)には、b部の巾は非常に狭い。長時間働作後(曲線II)には、a部の現われる温度は余り変らないが、b部が広がってかなり平坦になり、c部の立上る温度が上昇する。更に長時間の働作後(曲線III)には、a部がやや低温に移ると共に、b部はさらに広く ( $15 \sim 20^\circ\text{C}$ ) 且つ平坦になり、c部の立上り温度はずっと高温側に移る。最低到達圧 ( $P_u$  の最低値) が働作時間と共に変化するの、主として系の放出ガス量の変化によると考えられるが、最低到達圧のわずかの相違は特性の形に殆ど影響しないことが確かめられている。

なお上記はポンプの働作と休止とを昼夜交互に繰返した場合の結果であるが、コック  $C_3$  を閉じて数週間続け



第3図 単独働作におけるヒックマン・ポンプの到達圧—入力特性 背圧:  $1 \sim 2 \times 10^{-3}$ Torr.



第4図 金属製油拡散ポンプ(DC-704)の到達圧—入力特性 背圧:  $1 \sim 2 \times 10^{-3}$ Torr.

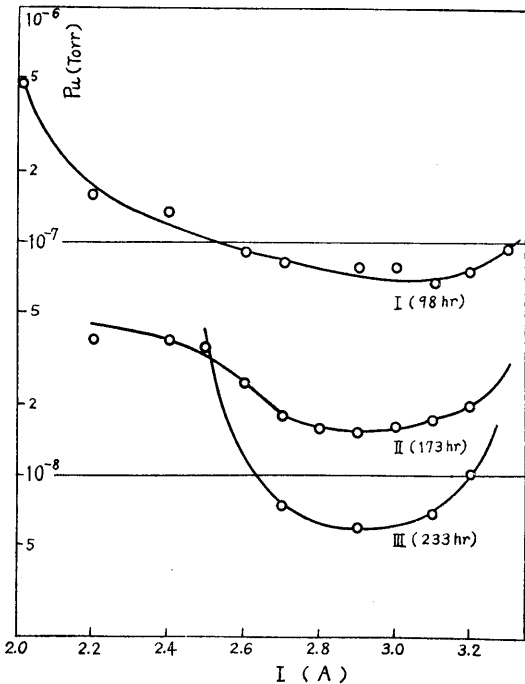
てH Pを休止した場合には、特性が働作初期の状態へ向って幾分逆行し、c部の立上り温度がわずかながら低下することが認められた。このような特性は数時間～数十時間の働作により回復させることができた。

ボイラー油の突沸が到達圧に及ぼす影響として、低真空側ボイラーで突沸が起ると約1秒後にI G-2の読みは1~2%増大して瞬間的ピークを示し、また中間ボイラーまたは高真空側ボイラーでは突沸と殆ど同時に約10%増大の圧力ピークが観測された。

比較のため、背圧 $1\sim 2 \times 10^{-3}$ Torrで金属製油拡散ポンプ(第1図のD P)を働かせた時の到達圧特性を第4図に示す。働作油はDC-704であった。上述のオクトイルSを用いたヒックマン・ポンプの場合と異なり、働作の比較的初期でも温度範囲の非常に広い明らかな平坦部を示すこと、また長時間働作後にもa部の立上り温度がやや低下する他は、特性が余り変化しないことが注目される。

3. 2. 背圧が $10^{-6}$ Torr程度の場合

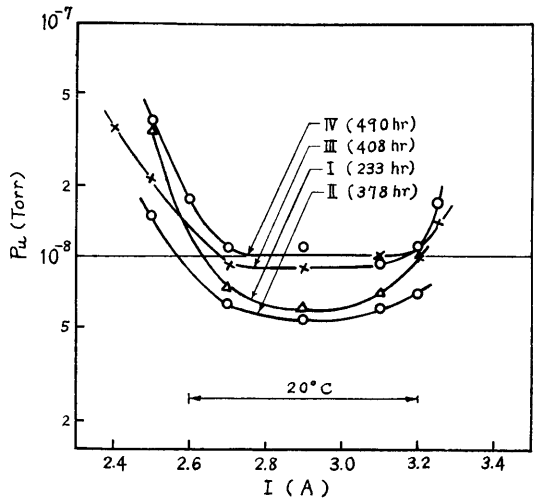
この場合にも、到達圧特性はa, b, cの3部分から成るが、その働作時間に伴う変化は次の2段階に分れる。



第5図 直列働作におけるヒックマン・ポンプの到達圧-入力特性(初期) 背圧： $2\sim 3 \times 10^{-6}$ Torr.

働作の比較的初期における到達圧特性の働作時間に伴う変化は第5図に示すとおりである。働作初期で最低到達圧がまだかなり高く、背圧( $2\sim 3 \times 10^{-6}$ Torr)に近い場合には、曲線Iに示すように特性は極めて広い温度範

囲にわたりなだらかな形となる。働作時間が長くなり最低到達圧が背圧よりずっと低くなるにつれて、曲線II, IIIのように特性は次第に尖って平坦なb部が狭くなっていく。働作初期におけるこのような変化は、主として最低到達圧が背圧値より著しく低下してくる事実によるもので、背圧が $10^{-3}$ Torr程度の場合この段階が現われないのは、はじめから最低到達圧が十分に背圧より低く、働作時間に伴い両者の比がそれ程大きく変わらないためであろう。

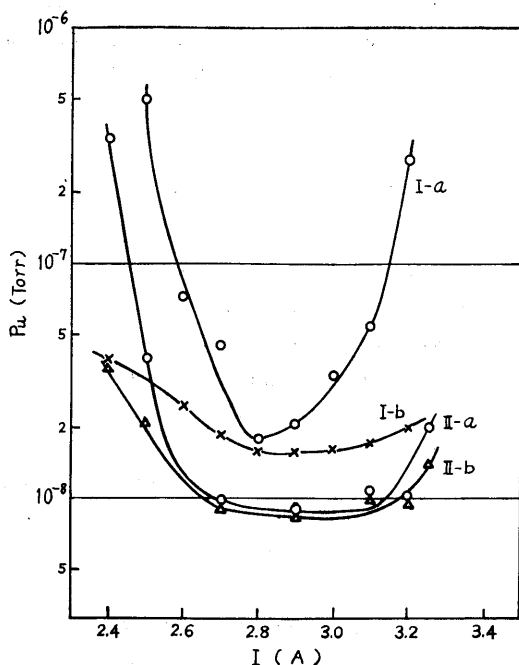


第6図 第5図に同じ(後期)

さらに長時間働作した後の特性の変化を第6図に示す。図の曲線Iは第5図の曲線IIIと同じである。図から分るように最低到達圧が $1 \times 10^{-8}$ Torr前後に落ちつくとき、働作時間と共に低温側の立上り温度はやや下り、高温側の立上り温度は上昇して平坦なb部が広がる。この後期的変化は背圧が $10^{-3}$ Torr程度の場合と全く同様である。

3. 3. 背圧の影響

到達圧特性に対する背圧の影響の測定結果を第7図に示す。働作初期においては、背圧が $10^{-3}$ Torr台の時、特性は曲線I-aのように尖ってb部は極めて狭いが、背圧を $10^{-6}$ Torr台に下げると、曲線I-bのように低温側のa部と高温側のc部の曲線は著しくなだらかになり遥かに広いb部を示すようになる。この場合背圧変化による最低到達圧の違いは極めてわずかであることが注目される。長時間働作後には背圧が $10^{-3}$ Torr台のときでも、前述のように平坦なb部を示している(曲線II-a)。このとき背圧を $10^{-6}$ Torr台にすると、a部、c部の曲線はともになだらかになるが、b部の温度範囲も最低到達圧も殆ど変わらない。このa, c部の低下は曲線I-bにおける低下に比べて小さい。何れにしても上記のように働作の初期と後期とを問わず、ヒックマン・ポン



第7図 ヒックマン・ポンプの到達圧—入力特性に対する背圧の影響

- I—a：初期，背圧  $1\sim 2\times 10^{-3}$  Torr，
- I—b：初期，背圧  $2\sim 3\times 10^{-6}$  Torr，
- II—a：後期，背圧  $1\sim 2\times 10^{-3}$  Torr，
- II—b：後期，背圧  $2\sim 3\times 10^{-6}$  Torr。

プの最良動作状態においては，背圧を著しく変化させても最低到達圧が殆ど変化しないことは極めて興味ある現象である。

#### 4. 考 察

ヒックマン・ポンプの到達圧特性は前記のように一般に a, b, c の3部分から成る。a 部は低温領域であり，加熱不足のため到達圧が高い領域であるが，背圧を下げると到達圧が著しく低下すること，働作時間に伴う変化がわずかであることから見て，排気速度の低下より主として背圧側ガスの逆拡散のために圧力が高くなる領域であると考えられる。b 部は一般に平坦で一定の最低到達圧を示すが，これは後述の考察からも推定されるようにほぼ一定の放出ガスが一定の排気速度で排気されている状態に対応しているであろう。c 部は高温領域であり，過熱のために到達圧が上昇する領域である。その原因として，蒸気流の過密化と乱流化による排気効率の低下ならびにボイラー内の働作油またはその不純物の熱分解による非凝縮性ガスの発生が一応考えられるが，背圧を低下させると到達圧が著しく低下する所から，大部分は熱分解ガスの逆拡散に起因していると考えてよいであろう。

最低到達圧が背圧より2桁以上低い場合には，第3図と第6図に示すように，働作時間に伴い a 部の立上り温度はやや低温側へ，c 部の立上り温度は著しく高温側へ移動してゆく。a 部の低温移動の原因は今の所明らかでないが，恐らく油の分溜により低真空側ボイラーに軽溜分が多く集り，このため一定入力に対する蒸気流の密度と速度が増大して逆拡散が幾分減少するためであろう。次に働作時間に伴い c 部が著しく高温移動を示すことは，c 部の主原因を過熱による排気効率の低下または働作油自身の熱分解に求めたのでは説明できない。従って働作油中に含まれる分解容易な外来不純物もしくは加熱働作に際して生成する分解容易な中間生成物の熱分解により c 部の圧力上昇が起るのであり，またこれらの不安定成分が分溜作用と熱分解による排除作用とを受ける結果，少なくとも高真空側ボイラー内にはこれらの成分が少なくなってくるものと推定される。

HP の働作を長い間止めて放置しておく，c 部の立上り温度がやや低下するが，再び働作させると元に戻る現象がある。この現象は放置中に各ボイラーの油が細い連結管を通してわずかながら混合する傾向をもち，再働作により再び分溜されることに因るものとして説明され，c 部の成因に対する上記の説明を支持するものである。以上の結果は働作油中に含まれる不安定不純物の影響が重要であることを示している。

シリコン油 DC-704 を働作油として用いた金属製拡散ポンプ DP の到達圧特性(第4図)は，オクトイルー S を用いたヒックマン・ポンプの特性(第3図)と著しく異り，働作の比較的初期から b 部の温度範囲が極めて広く，しかも長期働作後にも著しい変化を示さない。DP は HP より回転ポンプに近く置かれているから，外来不純物は HP より混入しやすい筈である<sup>6)</sup>。にも拘わらず後者に比べて不純物の少ない特性を示すことは，この実験の条件では外来不純物の影響より働作中に生成する不安定成分が問題であり，DC-704 がオクトイルー S より安定であるため，加熱働作によって生ずる不安定成分が僅少であることの結果であろうと推定される。これらの点はヒックマン・ポンプに DC-704 を用いてみれば明らかになるであろう。

最良働作状態においては，背圧を  $10^{-3}$  Torr から  $10^{-6}$  Torr へ下げても最低到達圧(約  $1\times 10^{-8}$  Torr) は殆ど変わらないことが観測された(第7図)。前述のように背圧側からの逆拡散および熱分解ガスの逆拡散は背圧の高低により著しい影響を受ける筈であるから，この事実は特性の b 部では背圧側からの逆拡散と熱分解によるガス発生とが極めてわずかであることを示していると考えてよいであろう。金属製油拡散ポンプを用いた在来の研究によれば，背圧ガスが水素やヘリウムのような軽いガスより成るときは，背圧を  $10^{-3}$  Torr から  $10^{-5}$  Torr へ下げると，高真空側の圧が背圧にほぼ比例して低下する<sup>5)7)8)</sup>

が、窒素、炭酸ガス、空気のように比較的重いガスの場合には、 $10^{-3}\sim 10^{-2}$ Torr 位以下の背圧では、到達圧は背圧により殆ど影響をうけない<sup>9)</sup>。本実験では背圧側のベーキングを行っていないので、その残留ガスは主に水蒸気、窒素、一酸化炭素<sup>10)</sup>等であろうと考えられ、ここで得られた結果により在来の結果がさらに確かめられたわけである。

## 5. 結 言

以上の結果から、油拡散ポンプの最低到達圧を制限する主要な因子として、背圧側からのガスの逆拡散と、不安定成分の熱分解によるガス発生とが特に問題であることが分った。最低到達圧が $10^{-8}$ Torr 程度の場合、最良働作状態ではこれらの両因子とも最低到達圧に殆ど影響しないが、冷却トラップを用いるか、さらに蒸気圧の低い働作油を用いて $10^{-10}\sim 10^{-9}$ Torr 程度の超高真空を得ようとする場合には、最良働作状態においてもこれらの因子により最低到達圧が制限されるものと予想され、この意味で二段直列の拡散ポンプ系が一般に推奨されるであろう。しかしヒックマン・ポンプは金属製ポンプと異り、各ボイラーが独立しているので、それらの温度を別々に調節することにより、背圧に強くしかも熱分解の少ない状態で働作させることができるのではないかと考えられる。

終りに、装置の製作をお願いした東北大学科学計測研

究所の根本七郎氏、名古屋大学プラズマ研究所の春日功氏、ならびに卒業研究として熱心に実験に協力された遠藤俊輔、山口隆、加藤邦彦、松岡春生の諸君に心から御礼申上げる。(40.8.26)

## 文 献

- 1) 日比, 石川, 応用物理 **18**, 333 (1949).
- 2) 石井博, 応用物理 **22**, 69 (1953).
- 3) 菅田, 金, 真空 **5**, 192(1962).
- 4) H. Kumagai, Trans. 1961 (8th) Vac. Symp. & 2nd Intern'l Congr. **1**, 327(1962).
- 5) J. Hengevoss and W. K. Huber, Vacuum **13**, 1(1963).
- 6) 例えば 中田, 小宮, 林, 1963 春季応物学会講演予稿集 P.334.  
林, 小宮, 真空技術講座 **6**, P.133 (1964)日刊工業新聞社.
- 7) H. G. Nöller, G. Reich and W. Bächler, 1959 (6th) Vac. Symp. Trans. **72** (1960).
- 8) 石部, 山田, 真空 **5**, 279 (1962).
- 9) M. H. Hablanian and H. A. Steinherz, Trans. 1961 (8th) Vac. Symp. & 2nd Intern'l Congr. **1**, 333 (1962).
- 10) H. L. Caswell, IBM Journal P.130 (Apr. 1960).