線スペクトル偏光分光装置
CCD dewar 真空冷却実験報告 (3)
吸着材の使用によるアウトガス抑制および冷却の実現

東北大学大学院理学研究科天文学専攻
博士課程後期 2 年
秋田谷 洋

2000 年 7 月 10 日

概 要

これまで線スペクトル偏光分光装置用 CCD カメラデュワーでは、冷却中に真空ポンプを停止すると CCD 素子を目標温度の 170 K まで冷却することができなかった。これは、内部壁面や部品からのアウトガスによりデュワー内部圧力が急上昇し、冷凍器の能力を大きく上回る気体の熱伝導による熱流入が発生するためである。今回、放出気体を吸着し内部圧力上昇を抑える目的で、冷凍器コールドヘッド付近の低温部にモレキュラーシーブスを大量に設置し素子冷却を試みた。これにより、真空ポンプ停止後の圧力上昇を大幅に抑え、少なくとも 10 日程度は気体熱伝導を無視できる低圧力にてデュワーを運用し、目標温度での素子冷却を実現できることが分かった。

1 はじめに

線スペクトル偏光分光装置用 CCD カメラデュワーでは、ジュラルミンデュワー壁面やその他の内部部品 (CLKAMP など) から、10^{-5} Torr/s 程度のアウトガスが生じていることが分かっている (実験報告 (2))。このアウトガスにより、真空引き停止後に短時間でデュワー内部圧力が上昇し、気体の熱伝導を通じた熱流入が無視できなくなる。そのため、真空引き中にデュワー内部圧力が充分低く保たれていたときには充分可能であった CCD 素子の冷却が妨げられる (実験報告 (1))。
真空引き停止後も安定して素子冷却を行い CCD カメラを運用するには、実際観測を行う期間 ($\sim$ 10 日程度)、内部圧力を気体の熱伝導が充分無視できる程低圧 ($\sim 10^{-3}$ Torr 以下) に保つ必要がある。そのためには、何らかの方法で、アウトガスによる内部圧力上昇を充分低い程度に抑制しなければならない。

2 アウトガス抑制の目標とその方法の検討

典型的な観測期間を $\sim$ 10 日間とすると、この期間デュワーの内部圧力を 10^{-3} Torr 以下に保つ必要がある。このとき、内部圧力上昇は、

$$10^{-3}\ \text{Torr}\ /(10 \times 24 \times 60 \times 60\ \text{sec}) \sim 10^{-9}\ \text{Torr/s}$$

に抑える必要がある。

アウトガスによる内部圧力上昇を抑える方法として、主に以下のような方法が考えられる。

アウトガスそのものを削減する方法

アウトガスの引ききり 真空引きを長時間行って付着気体を枯らしてしまう

$\mathrm{d}p/\mathrm{d}t \propto \exp(-t/\tau)$　τ: 平均吸着時間

(経験的には $\mathrm{d}p/\mathrm{d}t \propto \sqrt{t}$)

時間がかかり非現実的

ベーキング 壁面・内部部品の温度を上昇させて付着気体の脱離を促しながら真空引きを行う

$\tau \propto \exp(E/RT)$

E：吸着エネルギー、T：温度、R：気体定数

(例) $E \sim 20000$ J/mol のとき、

$\tau(400\ \mathrm{K})/\tau(300\ \mathrm{K}) \sim 0.15$

$\tau(600\ \mathrm{K})/\tau(300\ \mathrm{K}) \sim 0.02$

吸着気体の放出速度を、常温時の 10–100 倍程度にできる。

一般的に最終的なアウトガスを 1/10-1/1000 程度にすることが可能

＊ 但し、我々のデュワーの場合加熱には問題が多い。

バイトン (フッ素ゴム) 180 ℃ で永久変形、洩れの発生

Balzers バルブ 120°C まで耐熱

CLKAMP の加熱安全温度 … ？

表面処理 ガラスビートブラスト – アウトガスを未処理表面の 1/2∼1/3 程度に軽減することが可能

脱脂洗浄 (熱湯、アルコール)

バフ研磨

アウトガスを吸収し、見かけの内部圧力上昇を抑える方法

吸着 気体分子が固体表面 (吸着媒) とぶつかると、粒子は分子間力で表面に拘束され、表面の温度と吸着エネルギーで決まる一定時間固体表面に滞在する。

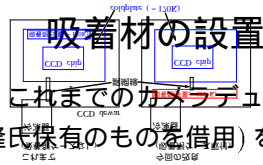
吸着媒の見かけの面積 S_a が充分大きくかつ温度 T が低温で平均吸着時間 $\tau(T) = \tau_0 \exp(E/RT)$ が充分大きい場合、アウトガスにより q' [Torr/s] の内部圧力上昇を生じている容器の実質の圧力上昇は、$\xi \propto S_\mathrm{a} \cdot \tau(T)$ なる $\mathrm{factor}(\xi \gg 1)$ を用いて、q'/ξ に減少する。ここで、ξ は温度に非常に敏感な $\tau(T)$ を含む。例えば $T \sim 100$ K 程度と T が低温の場合は、T が 10 K 程度減少すると、ξ は $10 \sim 100$ 倍程度大きく変化する。そのため、僅かな吸着媒の冷却で非常に大きな圧力上昇の抑制を図ることができる。(別レポート「吸着効果によるアウトガス抑制に関する考察」; 以後『報告 (4)』参照)

以上に挙げた内部圧力上昇を抑制させる方法のうち、吸着効果を利用した方法は、冷凍器周辺の低温部分に適当な量の吸着媒 (モレキュラーシーブスなどの吸着材) を設置することで、劇的な圧力上昇の抑制を比較的容易に実現することが出来ると考えられる。

よって、以下では、冷凍器直近にモレキュラーシーブスを大量かつ充分な開口面積をもって設置できるケースを製作して用い、吸着効果を利用してアウトガスによる 10^{-5} Torr/s の内部圧力上昇を 10^{-9}Torr/s 程度まで抑制することとする。

これは、いわば、冷凍器の余剰能力 (~ 0.84 W) を利用して、デュワー内に常時稼働する真空ポンプ (= ソープションポンプ) 構築することに相当する。

3 吸着材の設置



これまでのカメラデュワーの構成では、吸着媒としてモレキュラーシーブス (詳細な仕様は不明。市川隆氏保有のものを借用) を 150–170 K 程度に冷却したコールドプレート上の開口面積 1 cm^2 程度の銅製のケース内に 1g 弱設置していたに過ぎなかった。この場合、$\xi \sim 10^{-5}$ 程度であり、吸着はアウトガスの抑制にはほとんど効かない (『報告 (4)』式 (6) 参照；実際は大きなモレキュラーシーブスの実効面積のために若干の吸着効果は得られると思われる。『報告 4』では、実効面積については考慮していない)。

そこで、銅製の吸着材ケースを製作し、冷凍器ヘッドにじかに取り付けることにした。コールドプレートへはこのケースから銅網線を接続し、熱接触させた (図 1)。

これにより、従来は CCD 運用温度までしか冷却出来なかったモレキュラーシーブスを、CCD 運用温度とは独立に、冷凍器直近の低温 ($\sim 80 - 100$ K) で運用することが可能となった。また、吸着材ケースは最大 ~ 40 g 程度の重量のモレキュラーシーブスを ~ 60 cm^2 の充分な開口で保持することができる (付録 A、『吸着材ケースの設計・仕様検討』参照)。

図 1: 吸着材ケース使用前、使用後のデュワー内の構成の比較。

さらに、吸着材については充分な吸着効果を得るため、以下の配慮を行った。

- 調理用ホットプレート ($\sim 250°\mathrm{C}$) による 4-5 時間の加熱脱ガス
- 熱接触性能向上のため、$1\ \mathrm{mm} \times 2\ \mathrm{mm}$ 程度の短冊状に切断したアルミ箔を混入
- 吸着材ケースの蓋には、銅網を使用 (流し用銅かごから切断して使用)

この吸着材ケースの使用により、アウトガスによる内部圧力上昇を 1/600 以下に減少させることができると期待される。

4 実験と結果

吸着材ケースを付けて真空引きの後冷却を行った。
特に、以下の 5 回について報告する。

場所	:	東北大天文学教室光学暗室
期間	:	2000/6/20 - 2000/7/6
室温	:	$\sim 20 - 30°\mathrm{C}$
真空ポンプ	:	PFEIFFER VACUUM ターボ分子ポンプ TSH260D
冷凍器	:	ダイキンスターリング式 1W@77K
温度センサー位置	:	吸着材ケース上、コールドヘッドから最遠の角
(100Ω 白金抵抗)		および、コールドプレート上 計 2

表 1: 実験環境

4.1 吸着材ケースをコールドヘッドに取り付けて冷却

- 吸着材ケースの蓋の固定が雑で、カプトンテープによりケースの開口が狭められた状態 (開口 $\sim 40\ \mathrm{cm}^2$)
- 銅網の固定が甘い。吸着材量少なかった (~ 10 g?)

以下を 3 回繰り返した。
(新たな真空引きの際はデュワーを大気にさらすが、その時間を数分以内に留めた)

1. 真空引き (実施時間と到達圧力)
   1 回目 : 51h 2.2×10^{-4} Torr
   2 : 24h 1.8×10^{-4} Torr
   3 : 1h 2.1×10^{-4} Torr
2. 真空引きを継続して冷却開始 (図 2)
3. 適当な温度で真空引きを停止し冷却を継続 (図 3)、図 (4)

真空引き中の冷却では、コールドプレートを 130 K 程度、吸着材ケースを 90 K 程度まで冷却できた。しかし、真空引きを停止すると、内部圧力が上昇し、素子の温度上昇が生じた。
内部圧力上昇は、3×10^{-7} Torr/s の程度 (2 回目冷却の場合) で、冷却を行わなかった場合 (10^{-5} Torr/s) の 1/30 程度となった。吸着の効果は出ているようである。

真空引きが停止してからの温度変化の時間微分から、真空引きを行いながらの冷却時の温度変化の時間微分を差引き、コールドプレート、吸着材ケースそれぞれについて熱容量を適用して熱流入量に換算し、内部圧力に対して示したのが図 5 である。これはおよそ気体の熱伝導による熱流入を内部圧力に対して示したものとなる。以前の報告 (『報告 (1)』) の予想通り、比較的小さい圧力では、圧力上昇に比例した熱流入が見られている。また、10^{-2} Torr 程度で熱流入が圧力によらなくなっているが、これは自由分子条件

が破れているためであろう。自由分子条件が破れる圧力とその圧力での熱流入は、報告 (1) における予想値 ($\sim 10^{-2}$ Torr、~ 3 W) とよく合っている。

4.2 吸着材の封入を改良して冷却

前回の 3 回の冷却では、吸着材ケース内でのモレキュラーシーブスの固定が甘かったことが実験後に分かった。吸着により圧力上昇が充分抑えられなかったのは、モレキュラーシーブスの熱接触が不充分で、充分な吸着効果が得られるほどにモレキュラーシーブスが冷えなかった可能性がある。また、ケースの固定のために使用していたカプトンテープが、ケースのカバーとなっている銅網を一部塞いでいたことや、モレキュラーシーブス封入時にかなりのモレキュラーシーブスがこぼれていて、封入量が予定より大幅に少なかったことも原因となっているかもしれない。そこで、

- モレキュラーシーブスの補充 (ケース内で粒が動かないようにぎっしり詰める (~ 30 g 程度か)
- 網を固定しているカプトンテープを、網を塞がないようにケースの縁に再配置
- 網の固定を強固に

といった処置を施して、以下の 2 回の冷却 (CLKAMP を封入しない場合と封入した場合) を行った。

1. 真空引き (実施時間と到達圧力)
   CLKAMP なし : 11h 2.6×10^{-4} Torr
   CLKAMP あり : 25.5h 2.2×10^{-4} Torr
2. 真空引きを継続して冷却開始 (図 6)
3. 適当な温度で真空引きを停止し冷却を継続 (図 7)

いずれの場合も、真空引き中の冷却により充分低温に冷却できた。(CLKAMP 封入時に冷却速度が鈍いのは、吸着材ケースから飛び出た銅針金がデュワー内壁と接触していたため。) また、真空引き停止後も温度上昇は起こらず、継続して冷却を行うことができた。

真空引き停止後の圧力上昇を図 8、9 に示す。いずれも若干の圧力上昇はあり、CLKAMP を封入した場合は封入しない場合に比べて圧力上昇が大きくなっているが、数時間にわたり 10^{-6} Torr 台の低圧力を維持している。

幾つかの時間帯での圧力上昇率測定値、およびその場合に 10^{-4} Torr に達するまでの時間を、表 2 に示す。これらより、CLKAMP の有無で差はあるものの、少なくとも 6 日程度の時間内では、 内部圧力を気

	導出時間帯	圧力上昇率	10^{-4} Torr に達するまでに要する予想時間
CLKAMP なし	50- 150 min	2.7×10^{-11} Torr/s	43 days
CLKAMP なし	1000 -3000 min	6.6×10^{-11} Torr/s	17 days
CLKAMP あり	50- 150 min	2.0×10^{-10} Torr/s	6 days

表 2: CLKAMP 未封入時、封入時それぞれの、真空引き停止後の内部圧力上昇率と 10^{-4} Torr に達するまでの予想時間

体熱伝導による熱流入を無視できる充分低い圧力 (10^{-4} Torr) に維持できることが明らかになった。

5　まとめ・今後の課題

- 最初の 3 回に対して、吸着材を丁寧に詰め直した後の 2 回で圧力上昇が大幅に抑えられたのは、

  (a) 網を覆っていたテープを外し、吸着材を補充したことによる吸着材見かけ表面積の増加
  (b) 吸着材をケース無いに隙間無く詰め込んで、銅網と良く接触するようにきつく封入したことによる冷却効率の向上

  が大きく効いたものと思われる。

  特に、(b) は、モレキュラーシーブス上での平均吸着時間τを大幅に増大させる効果があるため、重要である。

- 多少見かけの表面積が減少してもコールドヘッド周辺の低温部に吸着材を効率良く配置することで、さらに吸着効果が改善できるかもしれない。

- デュワーの姿勢により吸着材の冷却効率が変わったりしないように、ケース内での吸着材の固定には配慮が必要

- 温度制御の際に、コールドプレートをヒーターで温めることになるが、過剰な熱量が吸着材ケースに流れないよう注意を要する。

- 真空ポンプを停止させた状態で冷却を行った場合でも、6 日間は気体熱伝導による熱流入が十分無視できる程度の低圧力 (10^{-4} Torr) にデュワー内を維持できることが分かった。実際熱伝導が効く圧力はこれよりもさらに数倍程度大きな圧力なので、10 日程度の観測期間では、真空引きをせずに CCD カメラを運用することができるであろう。

6　参考資料

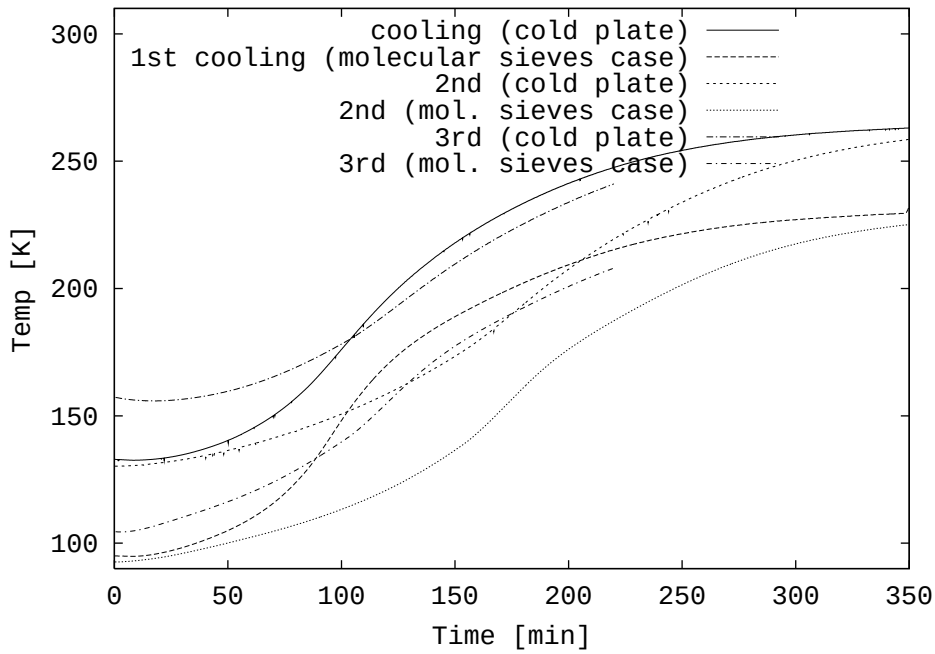
文献

- 物理工学実験 4 真空技術 [第 3 版] 堀越 源一 著 東京大学出版会
- 実験物理学講座 4 真空技術 林 主税 編 共立出版
- 物理学選書 11 真空の物理と応用 熊谷 寛夫、富永五 郎 編著 裳華房
- オックスフォード物理学シリーズ 11 表面の物理 Prutton,M 川路 伸治 訳 丸善
- 真空技術とその物理 Delchar,T.A 石川 和雄 訳 丸善

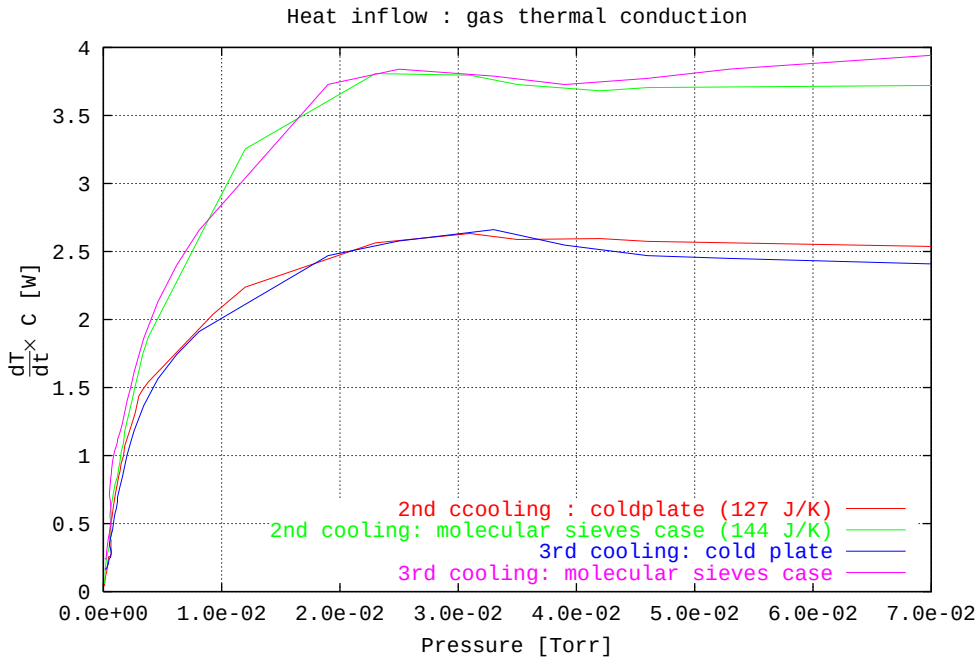
これまでの報告

- 線スペクトル偏光分光装置 CCD dewar 真空冷却実験報告 (1)
  ftp.astr.tohoku.ac.jp/users/akitaya/lips/ccdtest200004/cooltest200004.ps
- 線スペクトル偏光分光装置 CCD dewar 真空冷却実験報告 (2)
  ftp.astr.tohoku.ac.jp/users/akitaya/lips/ccdtest200005.ps

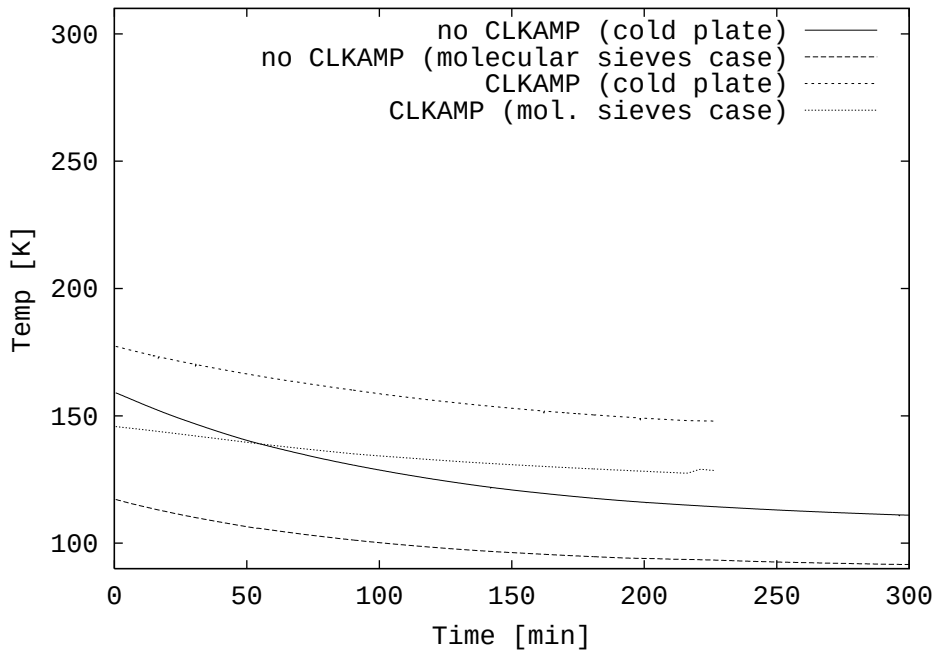
Time [s]
0
20
40
60
80
100
120
140
160
180
200
Temp [K]
300
325
350
375
400
425
450
475
500
525
550
575
600
625
650
675
700
725
750
775
800
(Stella Nitro) Boiling
(Stella Nitro) Dot
(Stella Nitro) Line
(Aqua Zeyez Multiphase) Boiling
(Aqua Zeyez .Com) Dot
(Aqua Zeyez .Com) Line

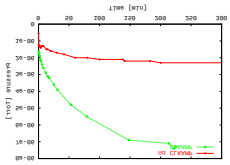

cooling (cold plate)
1st cooling (molecular sieves case)
2nd (cold plate)
2nd (mol. sieves case)
3rd (cold plate)
3rd (mol. sieves case)
Temp [K]
Time [min]
300
250
200
150
100
0
50
100
150
200
250
300
350

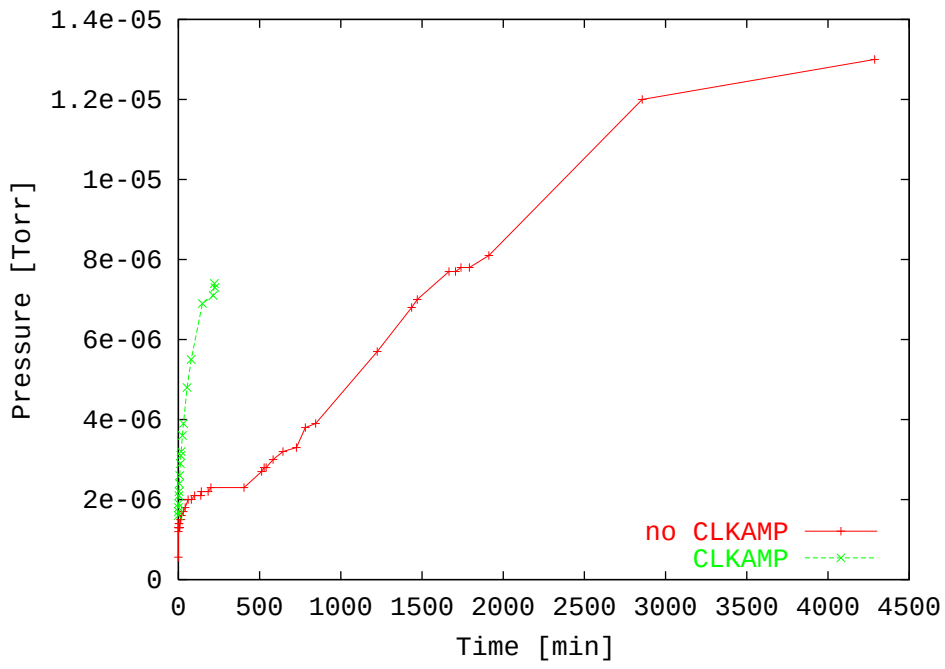
master filament
The Blinding Beacon v no Analogs
Luminous [lm/l]
time [min]
wait
0
2
4
6
8
10
12
14
16
18
20
22
24
26
28
30
32
34
36
38
40
42
5.0e-02
4.5e-02
4.0e-02
3.5e-02
3.0e-02
2.5e-02
2.0e-02
1.5e-02
1.0e-02
5.0e-03
0.0e+00
Lumen-Wolfram
Lumen-Wolfram
Lumen-Wolfram
Lumen-Wolfram


Heat inflow : gas thermal conduction
dT/dt × C [W]
Pressure [Torr]
0
0.5
1
1.5
2
2.5
3
3.5
4
0.0e+00
1.0e-02
2.0e-02
3.0e-02
4.0e-02
5.0e-02
6.0e-02
7.0e-02
2nd ccooling : coldplate (127 J/K)
2nd cooling: molecular sieves case (144 J/K)
3rd cooling: cold plate
3rd cooling: molecular sieves case

Time [min]
0
20
40
60
80
100
120
300
320
340
360
380
Temp [K]
CFRAMA (mod. inner case)
CFRAMA (with hinge)
CFRAMA (without hinge)
CFRAMA (with hinge on


no CLKAMP (cold plate)
no CLKAMP (molecular sieves case)
CLKAMP (cold plate)
CLKAMP (mol. sieves case)
300
250
200
150
100
Temp [K]
0
50
100
150
200
250
300
Time [min]


time [min]
0
20
200
220
300
320
300
90-00
80-00
70-00
60-00
50-00
40-00
30-00
20-00
10-00
00-00
success [bool]


1.4e-05
1.2e-05
1e-05
8e-06
6e-06
4e-06
2e-06
0
Pressure [Torr]
0
500
1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
Time [min]
no CLKAMP
CLKAMP

- 線スペクトル偏光分光装置 CCD dewar 開発・製作 吸着効果によるアウトガス抑制に関する考察
  ftp.astr.tohoku.ac.jp/users/akitaya/lips/ccdtest200007/adsorption200007.ps

A 吸着材ケースの設計・仕様検討

A.1 吸着材ケース仕様

ケース材質	銅 (コールドヘッドアダプターは無酸素銅)
重量	375 g
熱容量	144 J/K
輻射熱流入	~ 0.3 W 以下 (@ $T \sim 100$ K)
吸着材部見かけ面積	~ 60 cm^2
吸着材収納重量	最大 ~ 40 g

A.2 モレキュラーシーブス量見積もり

- 10^{-5} Torr の圧力下で $\sim 10^{-5}$ Torr/s 相当の気体を吸着するために必要な表面積
  $\sim 10^{-5}$ Torr、$T \sim 300$ K の気体分子の flux

$$F = \frac{1}{4}nv = \frac{1}{4}\frac{p}{kT}\sqrt{\frac{8kT}{\pi m}} = \sqrt{\frac{1}{2\pi mkT}}p \sim 3.8 \times 10^{19}\ \mathrm{m^{-2}\cdot s^{-1}}$$

  $\sim 10^{-5}$ Torr に相当する、容器 ($V \sim 1.2 \times 10^{-3}$ m^3) 内の気体粒子数

$$N = nV = \frac{p}{kT} \times V \sim 3.9 \times 10^{14}$$

  $\sim 10^{-5}$ Torr/s のアウトガスを吸収するのに必要な幾何学的表面積 (凝縮係数 $s = 1$ とする)

$$S = \frac{N}{F} \sim 1.0 \times 10^{-5}\ \mathrm{m^2} \quad (0.1\ \mathrm{cm^2})$$

  → 見かけ面積 60 cm^2 は充分。

- 最大で ~ 10 Torr 分 ($\sim 10^{-5}$ Torr/s $\times 10$ days) の気体を吸着するのに必要なモレキュラーシーブス重量
  必要表面積 = (~ 10 Torr 相当の容器内分子数) / (平均的な一分子層の粒子数面密度; $\sim 10^{19}$ molecs/m^2)

$$A = \frac{nV}{\sigma} = \frac{pV}{kT}/\sigma = \frac{(3.2 \times 10^{23})(1.2 \times 10^{-3})}{10^{19}} \sim 3.8 \times 10^{1}\ \mathrm{m^2}$$

  モレキュラーシーブス単位重量あたりの表面積 $S_{\mathrm{mol}} \sim 600$ m^2/g
  必要重量

$$A/S_{\mathrm{mol}} \sim 6.4 \times 10^{-2}\ \mathrm{g}$$

  一方、経験的に一般に充分とされるモレキュラーシーブス重量は、容積 V [ℓ]、重量 w [g] として、

$$V/w \sim 10^{-1} \sim 10^{-2}$$

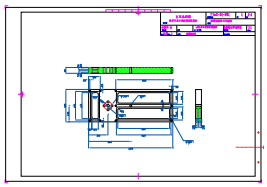
  $V \sim 1.2\ \ell$ のとき、$w \sim 12 - 120$ g
  →~ 40 g は充分

A.3　吸着熱の考慮

吸着材の吸着熱を $Q_{\mathrm{abs}} \sim 20$ kJ/mol とする。
10^{-5} Torr/s の気体粒子を全て吸着するとき、

$$Q_{\mathrm{total}} = N \times Q_{\mathrm{abs}} = \frac{pV}{RT} \times Q_{\mathrm{abs}} \sim 1.3 \times 10^{-5} \ \mathrm{W}$$

→ 無視できる



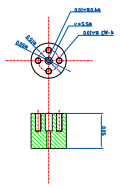


図 10: 吸着材ケース図面