

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 10 日現在

機関番号：15501

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2012～2014

課題番号：24510123

研究課題名(和文)チタン製超低ガス放出速度測定装置の開発

研究課題名(英文)Development of extremely low outgassing rate measurement apparatus made of titanium materials.

研究代表者

栗巢 普揮(Kurusu, Hiroki)

山口大学・理工学研究科・准教授

研究者番号：00253170

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,300,000円

研究成果の概要(和文)：次世代の高輝度放射光源のための大電流電子銃を実用化するには $1\text{E}-11$ Paの極高真空の達成が不可欠である。これには超低ガス放出特性を持つ真空材料の探査が必要となる。本研究では、低ガス放出特性を持つチタン材料を装置構造材料に適用し、新たな測定手段を採用した超低ガス放出速度測定装置の開発に取り組んだ。その結果、コンダクタンス可変機構は設計通りの操作が可能であり放出ガスが少ないことを実証した。装置の到達圧力が $1\text{E}-9$ Paに到達することを実証した。以上より、 $1\text{E}-13$ Pa \cdot m/sの非常に低い測定下限を持つガス放出速度測定装置を開発できた。

研究成果の概要(英文)：The study of vacuum materials with very low outgassing properties is necessary to get $1\text{E}-11$ Pa to realize the electron gun for the high brightness synchrotron radiation source based on Energy Recovery Linac (ERL). In this study, the outgassing measurement apparatus made of the titanium materials was developed. As for the conductance variability mechanism of the main component of the system, it was demonstrated that operation according to design was possible and that there was little outgassing. And in the developed system, the achievement of $1\text{E}-9$ Pa was demonstrated. It was succeeded in the development of the measurement apparatus of outgassing rate with the very low detection limit of the order of $1\text{E}-13$ Pa \cdot m/s.

研究分野：真空科学・工学

キーワード：ガス放出速度 チタン 高輝度放射光源 電子銃

1. 研究開始当初の背景

エネルギー回収型ライナック (ERL)^{1,2)}などの次世代の高輝度放射光源を実現するには、極低エミッタンスで大電流の光陰極電子銃³⁾を開発することが喫緊の課題となっている。この電子銃では表面敏感な陰極が用いられるが、このような表面敏感型陰極は残留ガスの付着とともに残留ガスに起因するイオン衝撃によってダメージを受け、陰極寿命が現状では極めて短い。この状況を打破し電子銃を実用化するには、極限的に低い 10^{-11} Paの極高真空の達成・維持が不可欠である。これには、金属・セラミックス・ガラスなどの電子銃の構成材料において、 10^{-12} Pams⁻¹台以下の非常に低いガス放出特性を持つ真空材料の探査が重要な開発要素となる。

真空材料のガス放出速度の測定手段には、「オリフィス流量法」「コンダクタンス変調法」「流路切替法」がある。これらの測定手段では、① 真空計の測定感度の違い、② 試料・ブランク測定の同時性、③ 放出ガスの測定流路への逆流、④ 測定装置自体の放出ガスが問題となり、 10^{-12} Pam³m⁻²s⁻¹の非常に低いガス放出速度が測定できる装置は、特別仕様の極高真空ポンプにより 10^{-10} Paに到達できる「流路切替法」の研究用装置だけである。ところが、「流路切替法」には、ガス放出速度の時間依存測定 (連続測定) が困難、小コンダクタンスの固定オリフィスを使用していることから多量のガス放出速度測定が苦手という欠点がある。

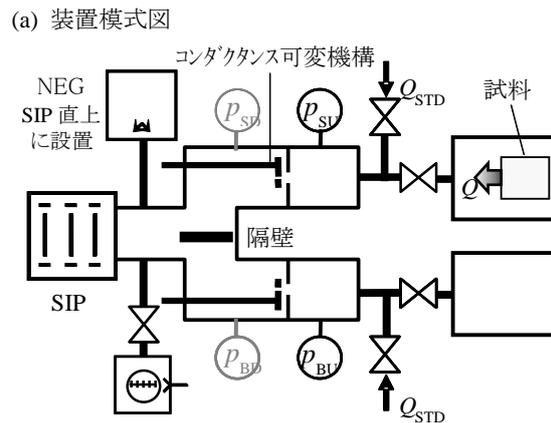
2. 研究の目的

本研究では、申請者のこれまでの研究成果である超低ガス放出特性を持つチタン材料⁴⁾を装置の主な構成材料とし、新たに考案した測定手段を採用することで、非常に低い 1×10^{-13} Pam³m⁻²s⁻¹から 10^6 Pam³m⁻²s⁻¹までの広域のガス放出速度を測定できるチタン製ガス放出速度測定装置を開発することを目的とした。

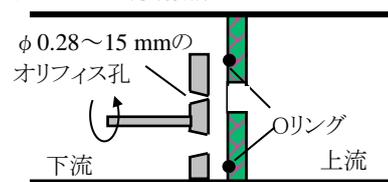
3. 研究の方法

(1) チタン製ガス放出速度測定装置

図1に本研究で開発したチタン製超低ガス放出速度測定装置の模式図を示す。新たに考案したコンダクタンス可変2流路オリフィス流量法 (特許出願済) を採用した。本法の特徴は、① 可変コンダクタンスの採用により、上流側真空室の圧力測定のみで各流路のガス放出速度が測定でき、また測定までの真空排気時は大コンダクタンスを選択することで上流真空室を高潔に保てること、② 試料流路とブランク流路を設けることで、試料・ブランクの同時測定を可能としたこと、③ 試料からの放出ガスのブランク流路への逆流は隔壁を設けることで防御できること、④ 試料流路とブランク流路の真空計の測定感度



(b) コンダクタンス可変機構



(c) 装置構成

構造材料	JIS2 種チタン
主排気ポンプ	スパッタイオンポンプ(SIP) 4.0×10^{-1} m ³ s ⁻¹ (N ₂) 非蒸発型ゲッタポンプ(NEG) 4.0×10^{-1} m ³ s ⁻¹ (H ₂)
粗引きポンプ	ターボ分子ポンプ
真空計	エクストラクターゲージ
コンダクタンス可変機構	炭素ドーブ酸化処理チタン 可変範囲: $10^{-6} \sim 10^{-2}$ m ³ s ⁻¹

図1(a)チタン製超低ガス放出速度測定装置と(b)コンダクタンス可変機構の模式図と(c)装置構成。

違いは、標準リーク(Q_{STD})で校正できることである。

10^{-13} Pams⁻¹台以下 (従来より1桁の低減)の非常に低いガス放出速度を測定するには、到達圧力 10^9 Paを実現する必要があるが、このために開発装置では、超低ガス放出特性を持つチタン材料を装置の構成材料に適用し、主排気ポンプにはスパッタイオンポンプと超高真空以上の主な残留ガスである水素の排気速度の大きい非蒸発ゲッタポンプを用いた。また、粗引きポンプには超高真空に到達可能なターボ分子ポンプを用いた。

一方、コンダクタンス可変機構は、回転円盤に取り付けられたφ0.28 mm～φ15 mmの9段階のオリフィス孔を選択することで $10^{-6} \sim 10^{-2}$ m³s⁻¹のコンダクタンスを可変できるようにした。なお、可変機構はマグネトカップリング方式を採用したが、超高真空領域で摺動することから、真空中の摩擦係数の小さい炭素ドーブ酸化処理したチタンを用いた。

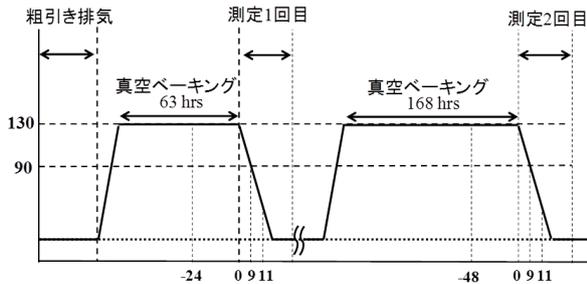


図2 真空排気測定の実験手順模式図.

(2) 実験方法

2-1. 真空排気測定:

真空排気測定では、長時間の真空ベーキングを施し、自然冷却後の真空排気特性を測定した。この実験について大気暴露を経ることなく2回実施した。図2に実験手順の概要を示す。

- ① 装置を十分に粗引き真空排気し、その後130℃で長時間の真空ベーキングを施した。同時に NEG ポンプを400℃で活性化を行った。
ここで、1回目の真空ベーキング時間は63 hrsで、2回目の真空ベーキング時間は168 hrsとした。
- ② ①の真空ベーキングの途中にスパッタイオンポンプを起動し、十分に活性化させた。ここで、1回目が真空ベーキング終了の24 hrs前、2回目が真空ベーキング終了の48 hrs前にスパッタイオンポンプを起動した。
- ③ 降温を開始し、降温途中で NEG ポンプ稼働させた。装置全体の温度を極力均一にするために、降温は11時間を費やした。なお、この降温途中で、真空ゲージの脱ガス操作を行った。
- ④ 真空ベーキング終了後、装置を十分に自然冷却させ、到達圧力を測定した。

2-2. コンダクタンス可変機構の評価

① コンダクタンス可変機構の動作による圧力上昇

コンダクタンス可変機構は、摺動部があることから真空中で動作させた時、ガス放出が発生してしまう。ガス放出が多い場合、到達圧力を上昇させ、開発装置の測定下限を上昇させてしまう懸念がある。そこで、コンダクタンス可変機構を動作させ、その圧力上昇について測定した。実験は、可変機構の動作として、半回転し、直進させて固定円盤のOリングに押し当て、その後元の位置まで戻した。この動作による圧力上昇後、元の圧力に回復するまでの圧力変化を測定について、5回連続して行った。

② コンダクタンス変更の確認

ヘリウムガスを一定流量で導入し、9種類のオリフィスを順次選択して上流・下流の圧力測定を行い、コンダクタンスが設計通りに変更できるかどうかを調べた。

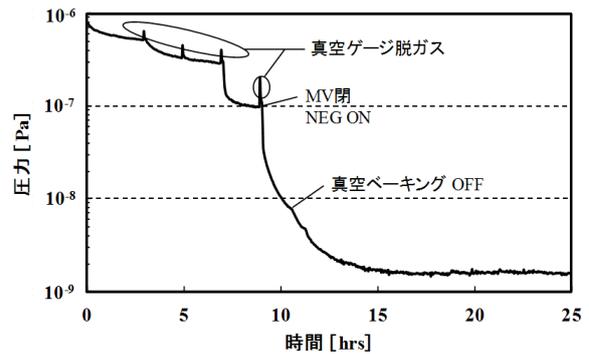


図3 開発装置の真空排気測定の結果.

4. 研究成果

(1) 真空排気測定

2回目の130℃×168 hrsの真空ベーキング後の真空排気特性の測定結果を図3に示す。降温開始を0 hrsとした。降温開始直前の圧力は、 8.0×10^{-7} Paであった。降温中に真空ゲージの脱ガス操作を3 hrs、5 hrs、7 hrs、9 hrsの4回行い、その直後に、主バルブMVを閉じ、非蒸発ゲッタポンプを稼働させた。真空ベーキングOFFの時の圧力は 8.0×10^{-9} Paであった。その後、自然冷却とともに圧力は低下し、25 hrs後には、 1.5×10^{-9} Paに到達した。これにより、当初の目標到達圧力 10^{-9} Paを実証した。これにより開発装置の測定下限として 10^{-13} Pams⁻¹台以下の見通しを得た。

(2) コンダクタンス可変機構の評価

① コンダクタンス可変機構の動作による圧力上昇

コンダクタンス可変機構を動作させた時の圧力変化の結果を図4に示す。操作開始を0 min、30 min、60 min、90 min、120 minとした。操作開始前(0 min)の圧力は、 1.7×10^{-9} Paであった。操作直後は各々 $10^{-7} \sim 10^{-6}$ Paまで圧力上昇するが、直ちに圧力は急減し、20 min後には、操作前の圧力に戻った。一般に、真空バルブの操作による圧力上昇では、元の圧力に回復するまでに60 min程度を要することから、オリフィス可変機構の摺動によるガス放出量は少なく、ガス放出速度測定への影響は小さいと言える。

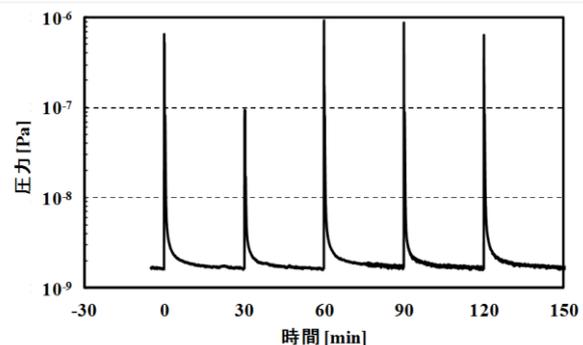


図4 コンダクタンス可変機構の動作による圧力変化。(5回動作を実施し、その後の圧力変化を測定)

表 1 コンダクタンス可変機構の9つのオリフィスの測定値と計算値の比較

オリフィス	C ₁₂ を1とした比率		差異 (%)
	測定値	計算値	
C ₁₅	1.25	1.32	-5
C ₁₂	1.00	1.00	-
C ₇	4.42 × 10 ⁻¹	3.93 × 10 ⁻¹	12
C ₅	2.24 × 10 ⁻¹	1.90 × 10 ⁻¹	18
C ₂	5.19 × 10 ⁻²	4.09 × 10 ⁻²	27
C _{1.25}	1.98 × 10 ⁻²	1.53 × 10 ⁻²	29
C _{0.76}	6.48 × 10 ⁻³	5.0 × 10 ⁻³	29
C _{0.5}	1.71 × 10 ⁻³	1.83 × 10 ⁻³	-7
C _{0.28}	3.57 × 10 ⁻⁴	4.06 × 10 ⁻⁴	-12

② コンダクタンス変更の確認

コンダクタンス可変機構の9段階のオリフィス孔 C₁₅ から C_{0.28} を順次選択して測定したコンダクタンスの測定値と計算値について表 1 に示す。表 1 では、オリフィス C₁₂ のコンダクタンスを 1.00 とし、他のオリフィスについて比率で示した。測定値は計算値に対し 30% 以内の差異で一致した。また、再現性についても確認した。このことから、コンダクタンス可変機構は、正しく動作していることがわかった。

以上、本研究により、当初の目標である 10⁻¹³ Pam³m⁻²s⁻¹ の極微量のガス放出速度が測定できるチタン製ガス放出速度測定装置を開発した。

<引用文献>

- 1) 高エネルギー加速器研究機構 ERL 計画推進室 <http://pfwww.kek.jp/ERLOffice/>.
- 2) Energy Recovery Linac Conceptual Design Report, KEK Report 2012-4, <http://ccdb5fs.kek.jp/tiff/2012/1224/1224004.pdf>.
- 3) N. Nishimori, R. Nagai, S. Matsuba, R. Hajima, M. Yamamoto, T. Miyajima, Y. Honda, H. Iijima, M. Kuriki and M. Kuwahara: Generation of a 500-keV electron beam from a high voltage photoemission gun, Appl. Phys. Lett. **102**, 234103 (2013).
- 4) H. Kurisu, K. Ishizawa, S. Yamamoto, M. Hesaka, Y. Saito: Application of titanium materials to vacuum chambers and components, Journal of Physics: Conference Series, **100**, 092002 (2008). [Invited]

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 4 件)

- ① M. Yamamoto, M. Tsukasa, Y. Honda, T. Uchiyama, X. Jin, M. Kobayashi, N. Nishimori, R. Nagai, H. Ryouichi, M. Kuriki, M. Kuwahara, H. Yoshida, H. Kurisu: HIGH VOLTAGE TEST OF THE 2ND 500 KV DC-GUN FOR ERL, Proceedings of the 11th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan, PASJ2014-SAP036, 査読無, http://www.pasj.jp/web_publish/pasj2014/proceedings/PDF/SAP0/SAP036.pdf, 2014.
- ② G. Okuyama, H. Kurisu, S. Yamamoto: DEVELOPMENT OF OUTGASSING RATE MASUREMNT APPARATUS MADE OF TITANIUM MATERIAL, Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan, PASJ2013-SUP034, 査読無, http://www.pasj.jp/web_publish/pasj10/proceedings/PDF/SUP1/SUP101.pdf, 2013.
- ③ M. Yamamoto, M. Tsukasa, Y. Honda, T. Uchiyama, X. Jin, M. Kobayashi, N. Nishimori, R. Nagai, H. Ryouichi, M. Kuriki, M. Kuwahara, H. Yoshida, H. Kurisu: CONSTRUCTION OF THE 2ND 500KV DC GUN AT KEK, Proceedings of the 10th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan, PASJ2013-SUP034, 査読無, http://www.pasj.jp/web_publish/pasj10/proceedings/PDF/SUP0/SUP034.pdf, 2013.
- ④ M. Yamamoto, T. Miyajima, Y. Honda, H. Kurisu, M. Kobayashi: PHOTO STIMULATED DESORPTION OF TITANIUM MATERIAL UNDER ULTRA-HIGH VACUUM, Proceedings of the 10th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan, PASJ2013-MOOT12, 査読無, http://www.pasj.jp/web_publish/pasj10/proceedings/PDF/MOOT/MOOT12.pdf, 2013.

[学会発表] (計 5 件)

- ① 栗巢普揮, 奥山元気, 山本節夫: チタン製超低ガス放出速度測定装置の真空特性, 第 55 回真空に関する連合講演会, 20Bp05, 2014 年 11 月 20 日, 大阪府立大学 (大阪府・大阪市).
- ② 奥山元気, 栗巢普揮, 山本節夫: チタン製超低ガス放出速度測定装置の開発, 第 10 回日本加速器学会, SUP101, 2013 年 8 月 3 日, 名古屋大学 (愛知県・名古屋市).
- ③ 山本将博, 宮島司, 本田洋介, 栗巢普揮, 小林正典: 超高真空下におけるチタン材料の光刺激ガス脱離, 第 10 回日本加速器学会, MOOT12, 2013 年 8 月 5 日, 名古屋大学 (愛知県・名古屋市).
- ④ 佐伯友輔, 栗巢普揮, 長石健一, 山本節夫, 山本将博: JIS2 種純チタンの光刺激ガス脱離特性, 第 54 回真空に関する連合講演会, 26Ea02, 2013 年 11 月 26 日, つくば国際会議場 (茨城県・つくば市).

- ⑤ 山本将博, 宮島司, 本田洋介, 内山隆司, 小林正典, 吉田肇, 栗巢普揮: 半導体光陰極を利用した高輝度電子源のための極高真空系の設計と評価, 第 54 回真空に関する連合講演会, 26Ea03, 2013 年 11 月 26 日, つくば国際会議場(茨城県・つくば市).

[図書] (計 0 件)

なし

[産業財産権]

○出願状況 (計 1 件)

名称: ガス放出速度測定装置及びそれを用いた測定方法

発明者: 山本節夫、栗巢普揮、田中輝光

権利者: 国立大学法人 山口大学

種類: 特許

番号: 特願 2009-206738

出願年月日: 2009年9月8日

国内外の別: 国内

○取得状況 (計 0 件)

なし

[その他]

なし

6. 研究組織

(1) 研究代表者 栗巢 普揮 (Kurisu, Hiroki)

山口大学・理工学研究科・准教授

研究者番号: 00253170