

## チタン製超低ガス放出速度測定装置の開発

### DEVELOPMENT OF OUTGASSING RATE MASUREMENT APPARATUS MADE OF TITANIUM MATERIAL

奥山元気<sup>A)</sup>, 栗巢普揮<sup>#, A)</sup>, 山本節夫<sup>A)</sup>

Genki Okuyama<sup>A)</sup>, Hiroki Kurisu<sup>A)</sup>, Setsuo Yamamoto<sup>A)</sup>

<sup>A)</sup> Graduate School of Science and Engineering, Yamaguchi University

#### Abstract

In order to measure from the low outgassing of the other of  $10^{-13}$  Pams<sup>-1</sup> to  $10^{-6}$  Pams<sup>-1</sup>, A new measurement method was designed which are composed the two pumping paths, named sample path and blank path, with the conductance modulation mechanisms. In the new outgassing method, the accurate outgassing rate for each path can be estimated by the two measurements of the upstream pressures under the two different conductance orifices, and the sample and blank measurements can be done simultaneously. Installation of the dividing wall is effective in order to prevent inflow to the blank path of the outgass from the sample by the analyzing the rarefied gas dynamics.

#### 1. はじめに

エネルギー回収型ライナック (ERL) 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光陰極が用いられるが、この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  $10^{-10}$  Pa 以下の極高真空の達成・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<sup>-1</sup> 台以下の非常に低いガス放出特性を持つ真空材料の探索並びにその表面処理が重要な開発要素となる。

一般に真空材料のガス放出速度は、材料の材質や表面処理など前処理に大きく依存し、表面処理・高温真空焼き出しされた金属材料の  $10^{-12}$  Pams<sup>-1</sup> から有機材料の  $10^{-4}$  Pams<sup>-1</sup> と広範囲に及ぶ。筆者らは、 $10^{-12}$  Pams<sup>-1</sup> 台以下の超低ガス放出速度の計測を重点とし、且つ  $10^{-6}$  Pams<sup>-1</sup> の多量のガス放出速度の測定も可能とするチタン製のガス放出速度測定装置を開発中である。本稿では、筆者らが考案したガス放出速度測定手段とその開発状況について述べる。

#### 2. ガス放出速度測定装置の考案

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」 [1], 「流路切替法」 [2]がある。次ページの Table 1 に示すように、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 試料からの放出ガスの測定流路への流入、④ 測定装置自体の放出ガスが問題となり、 $10^{-12}$  Pams<sup>-1</sup> 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

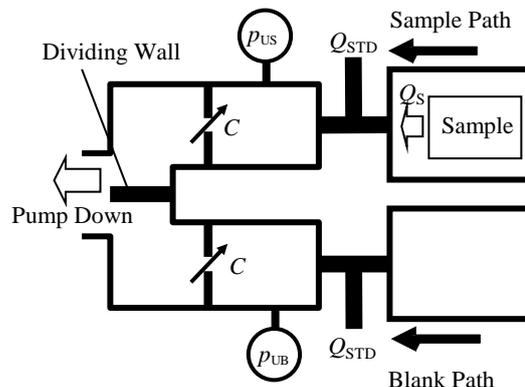


Figure 1: Schematic diagram of our original outgassing measurement system.

「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、流路切替時のバルブ開閉に伴う放出ガスにより圧力擾乱が発生することから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。

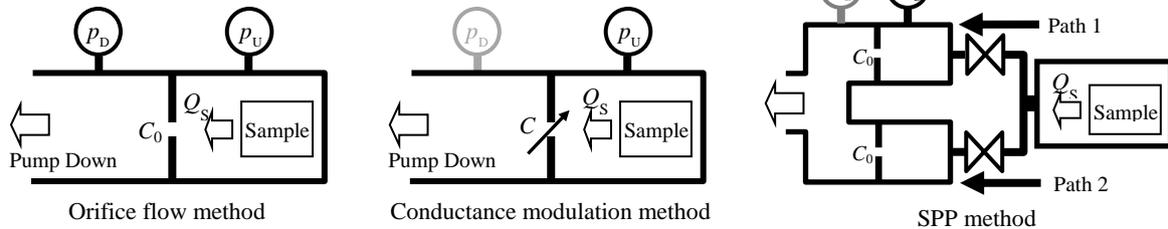
そこで、筆者らは、Figure 1 に示すコンダクタンス可変 2 流路オリフィス流量法を考案した。本法の特徴は、① 可変コンダクタンスの採用により、上流側真空室の圧力測定のみで各流路のガス放出速度が測定でき、また測定までの真空排気時は大コンダクタンスを選択することで上流真空室を高清浄に保てること、② 試料流路とブランク流路を設けることで、試料・ブランクの同時測定を可能としたこと、③ 試料からの放出ガスのブランク流路への流入は隔壁を設けることで防御できること、④ 試料流路とブランク流路の真空計の測定感度違いは、標準リーク ( $Q_{STD}$ ) で校正できることである。

# kurisu@yamaguchi-u.ac.jp

Table 1: Comparison of the performance factor and performance for specification of the conventional method and the proposing method

		Orifice flow method	Conductance modulation method	SPP method* (Special edition)	Proposing method
Cancel of sensitivities of tow vacuum gages		×	○	○	○
Simultaneous of sample and blank measurements		×	×	△	○
Inflow to blank path of gas from sample path		○	○	×	△
Specifications					
Detection limit	$10^{-13}$ Pams <sup>-1</sup>	×	×	○	○
Detection range	$10^{-6} \sim 10^{-13}$ Pams <sup>-1</sup>	×	×	×	○
Measuring time	1/2 over the conventional method	×	×	○	○
	Constant measurement	○	○	×	○

\*SPP method: Switching between tow Pumping Paths method



本装置では、 $6 \times 10^{-13}$  Pams<sup>-1</sup> の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することで、装置の放出ガスによる測定への影響を低減し、そして上流真空室の到達圧力  $10^{-9}$  Pa を実現することで、 $1 \times 10^{-13}$  Pams<sup>-1</sup> 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ことを考えている。なお、可変コンダクタンスの値を  $10^{-4} \sim 10^{-2}$  m<sup>3</sup>s<sup>-1</sup> とすることで広域のガス放出速度の測定にも対応可能とする。

### 3. 装置開発

#### 3.1 ブランク流路へのガス流入に対する隔壁効果

提案法の弱点は、試料からの放出ガスのブランク流路への流入がブランク測定に影響してしまうことである。そこで、排気ポンプの直上に隔壁を設けることを考えた。そこで、真空中の希薄気体の流れ解析により、ブランク流路へのガス流入に対する隔壁効果について調べた。

希薄気体の流れ解析には、モンテカルロ直接シミュレーション (DSMC) 法とモンテカルロシミュレーション (MC) 法を採用した 3 次元気相シミュレーター (RGS3D, へがサソフトウェア社) を用いた。

Figure 2 (a)に示すように、解析モデルとして  $\phi 8$  mm のオリフィスを設けた円筒形 2 つと直方体から構成されるチャンバを設定した。直方体中央には真空ポンプを想定した排気面 (流出面) を設けた。

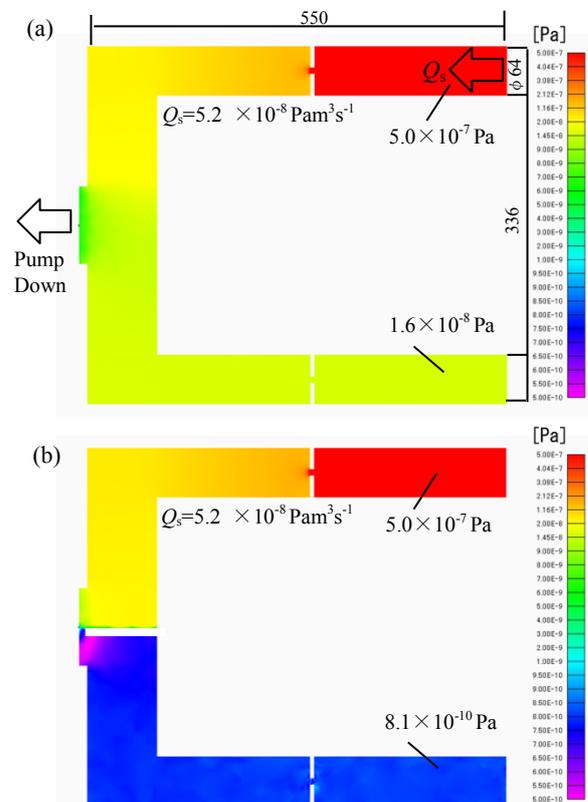


Figure 2: Pressure distributions of the proposing outgassing measurement apparatus without dividing wall (a) and with dividing wall (b), which were analyzed by the Rarefied Gas dynamics Simulator (RGS3D).

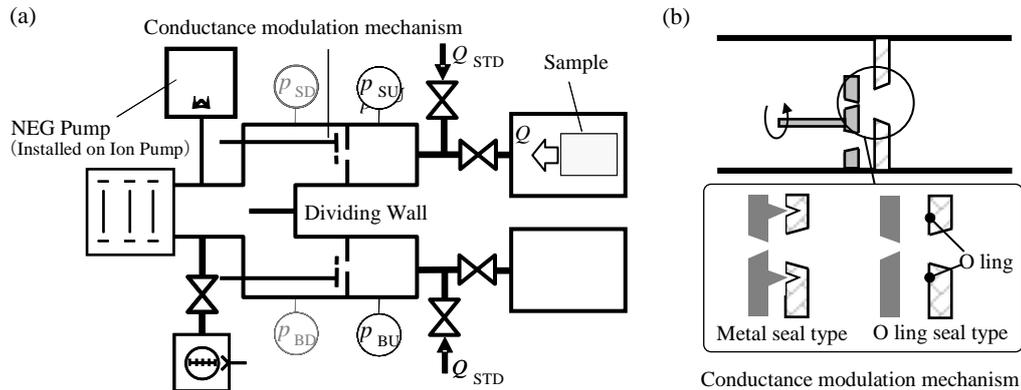


Figure 3: Schematic diagram of the outgassing rate measurement apparatus made of the titanium material (a) and the conductance modulation mechanism (b) under development.

上部円筒形の右端に $\phi 34\text{ mm}$ のガス流入面を設け、この面からサンプル分子（試料からの放出ガス）として水素分子を流入させた。また、真空容器はチタンとし、そのガス放出速度で真空容器壁からガス分子（水素分子）を流入させた。各面はガス分子を拡散反射するとし、温度は $300\text{ K}$ とした。

流出面の直上に厚さ $5\text{ mm}$ の隔壁を、直方体チャンバの両横に $1\text{ mm}$ の隙間を空けて設置し、隔壁無しの場合と流出面-隔壁間距離を $20, 10, 5, 1\text{ mm}$ として、解析モデルの真空容器の圧力分布を求めた。

ガス流入量 $Q_s = 5.2 \times 10^{-8}\text{ Pam}^3\text{s}^{-1}$ （試料面積 $1 \times 10^{-2}\text{ m}^2$ とするとガス放出速度 $5.2 \times 10^{-6}\text{ Pams}^{-1}$ ）の場合、提案装置の圧力分布の結果をFigure 2に示す。ここで(a)は隔壁が無い場合の、(b)は流出面-隔壁間距離 $5\text{ mm}$ の隔壁を設置した場合の圧力分布を示す。ブランク流路の上流側圧力に着目すると、(a)の隔壁が無い場合の圧力は $1.6 \times 10^{-8}\text{ Pa}$ であった。これは流入ガスがブランク流路に流れ込み圧力上昇するためである。一方、(b)の隔壁を設置した場合の圧力は、 $8.1 \times 10^{-10}\text{ Pa}$ であった。この値は、流入ガスが無い場合の圧力とオーダーで変化していない。すなわち、隔壁を設けることで、試料からの放出ガスのブランク流路への流入を防ぐことができると言える。

### 3.2 ガス放出速度測定装置の開発状況

Figure 3に現在開発中のチタン製超低ガス放出速度測定装置の模式図を示す。(a)は開発装置の構成図、(b)はコンダクタンス可変機構の詳細図である。

開発を成功させるキーポイントは、①オリフィス上流の測定真空室における $1 \times 10^{-9}\text{ Pa}$ の達成と②コンダクタンス可変機構の開発である。①については、真空構造材料への超低ガス放出なチタン材料の適用と、主排気ポンプとしてイオンポンプと非蒸発ゲッタ(NEG)ポンプの設置により解決を図る。NEGポンプは水素ガスの大容量排気が可能であることから、ターボ分子ポンプによる粗排気時に、十分な加熱脱ガス処理により $10^{-9}\text{ Pa}$ 領域で

も真空排気能力が確保可能と考えている。

一方、②については、オリフィスシール部の開発が困難と考えられることから、金属シール型とOリングシール型の2つのシール構造を試作し、そのシール性能について調査しているところである。これまでに、Oリングシールの方が、シール性能が確保しやすいことを確かめている。

### 4. まとめ

本稿では、現在開発中のチタン製ガス放出速度測定装置について、新しいガス放出速度測定手段と開発状況について述べた。

考案したコンダクタンス可変2流路オリフィス流量法は、隔壁を設けることで試料流路からのガスのブランク流路への流入を防ぐことができ、多量のガス放出速度の測定に対応できることを示した。また、 $10^{-9}\text{ Pa}$ の到達を可能とする装置の真空系設計について述べた。以上により、開発装置は $10^{-13} \sim 10^{-6}\text{ Pams}^{-1}$ の広域のガス放出速度の測定が期待できる。

### 参考文献

- [1] K. Terada, T. Okano, Y. Tuzi, "Conductance modulation method for the measurement of the pumping speed and outgassing rate of pumps in ultrahigh vacuum.", Journal Vac. And Technol. A 7, pp. 2397-2402, 1989.
- [2] K. Saito, Y. Sato, S. Inayoshi, S. Tsukahara, "Measurement system for low outgassing materials by switching between two pumping paths", Vacuum, 47, pp. 749-752, 1996.