

HIGH SENSITIVITY MEASUREMENT OF GAS EMISSION COEFFICIENT FOR EXTREME HIGH VACUUM

Seiichi Hosoda ^{#,A)}, Masao Kuriki ^{A)}, Hokuto Iijima ^{A)}, Yuki Masumoto ^{A)}, Lei Guo ^{A)}

^{A)} Grad. Advanced Science of Matter, Hiroshima Univ., Higashi-Hiroshima, Hiroshima, Japan

Abstract

High brightness electron source by NEA(Negative Electron Affinity)-GaAs photo cathode is one of the important component in the next generation accelerator such as ILC(International Linear Collider) and ERL(Energy Recovery Linac). The biggest issue in the high brightness electron source is deterioration of quantum efficiency of the photo cathode. According to past researches, it is understood that the life time of the photo cathode greatly depends on the vacuum pressure (residual gas) and one of the solutions is establishing the extremely high vacuum in order of 1E-10Pa. It is essential to identify material and surface treatment with small gas emission coefficient. In this study, we measured the gas emission coefficient with quadrupole mass spectrum analyzer (Q-mass). The Q-mass is made from BeCu, which has the extremely small gas emission coefficient. The back ground is expected to be very small comparing to a conventional Q-mass. We constructed a gas emission rate measurement system based on BeCu Q-mass. The sensitivity of the system in gas emission rate is quite high, in order of 1E-13 Pa.m/s or less, which depends on gas species. Gas emission rate of titanium was found to be 1.71E-12Pa.m/s at 300K. It is a first direct measurement in room temperature.

極高真空のための高感度ガス放出係数測定

1. はじめに

ILC(International Linear Collider) や ERL(Energy Recovery Linac)計画をはじめとする次世代加速器において、NEA(Negative Electron Affinity)-GaAs フォトカソードによる高輝度電子源が重要なコンポーネントの一つである。これらの高輝度電子源における最大の課題は、光陰極の量子効率が使用とともに劣化してしまう寿命問題である。現在までの研究で、フォトカソードの寿命は真空度に大きく依存していることがわかっており、その解決策の一つが極高真空の確立である。そのためには排気系の増強をおこなう一方、ガス放出係数の小さい材質および表面処理を同定し、それらで真空容器を構成する必要がある。

本研究ではそのため基礎的研究として BeCu 製四重極質量分析器(Q-mass)を用いて、サンプルからのガス放出係数の精密測定を行った。BeCu は溶接が出来ないなど加工性に制限が大きい、ガス放出係数が極めて小さいことがわかっており、測定装置自身からのバックグラウンドを大幅に抑えることが期待される。そのため、サンプルからのガス放出が少なくても、ガス放出係数を精度よく測定することが可能である。また、Q-mass を用いることで、分子毎のガス放出係数を測定することが可能である。

本発表ではバックグラウンド(測定系からのガス放出)とサンプルのガス放出係数の測定結果について報告する。

2. ガス放出係数測定装置の構築

ガス放出係数測定のために、我々は図1のような実験装置を構築した。超高真空を実現させるために、排気系として300ℓ/sと100ℓ/sのターボ分子ポンプのタンデム排気の形を採用した。そして、その先に粗排気用のロータリーポンプ(90ℓ/min)を用いた。

本実験では、測定時には試料室に測定したいサンプルを挿入し、アングルバルブ(AV)を閉じることによって、圧力上昇からビルドアップ法を用いてガス放出係数の測定を行う。そのため、試料室とQ-mass からなる測定系と、排気系の間のアングルバルブ(AV)を取り付けた。そして、測定系の全圧を測定するために、エクストラクターゲージを測定系に取り付けた。

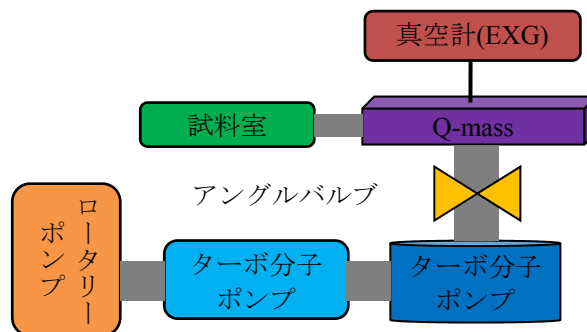


図1：実験装置概略図

[#]m114358@hiroshima-u.ac.jp

3. 測定原理

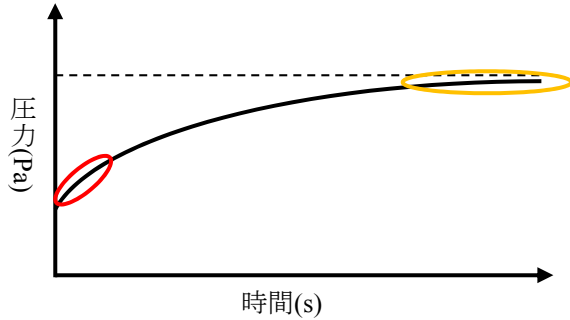


図2：ビルドアップ測定時の圧力の時間変化概念図

本実験ではビルドアップ法によりガス放出係数の測定を行った。アングルバルブ封鎖後の圧力の時間変化は図2のようになると予測される。また、この圧力曲線はあるガス源と微小な排気速度を持ったポンプ作用(今回は真空計がそれにあたる)がある時に現れる曲線で、式で表すと式(2)のように表される。

また、アングルバルブを閉じた直後の図2では赤丸で囲んだ付近のガス放出係数と圧力の関係は式(2)から導関数をとることで求められる式(1)に従う。そして、時間がある程度経過し、圧力が定常状態に入った時、つまり図2において黄色の丸で囲まれた付近でのガス放出係数と圧力の関係は式(2)で時間を ∞ にしてやることにより求められる式(3)で表される。

一般のビルドアップ測定では排気速度を考慮しない式(1)を用いて、解析が行われるが本研究では、排気速度を考慮に入れた式(2)と式(3)により解析を行い、この解析の整合性を確認した。

$$Q = V \frac{dP}{dt} \quad (1)$$

$$P = \frac{Q}{S} \left\{ 1 - \exp\left(-\frac{S}{V}t\right) \right\} \quad (2)$$

$$Q = PS \quad (3)$$

またガス放出係数は、式(4)により求められる。

$$q = \frac{Q}{A} \quad (4)$$

ここで、 q はガス放出係数、 V は真空容器の体積、 S は排気速度、 A は試料の表面積である。

試料からのガス放出係数は、試料挿入時に測定されるガス放出量から試料未挿入時(バックグラウンド)のガス放出量を差し引く事で、式(4)を用いて求めることができる。

$$q_{SA} = \frac{Q_{SA} - Q_{BG}}{A} \quad (5)$$

ここで、 q_{SA} が試料のガス放出係数、 Q_{SA} が試料挿入時のガス放出量、 Q_{BG} が試料未挿入時のガス放出量である。

今回、試料からのガス放出係数を求めた後、式(6)を用いてアレニウスプロットによる、各気体分子における活性化エネルギーの同定を試みた。

$$\ln(q) = \frac{-E_d}{RT} + B \quad (6)$$

ここで、 E_d は活性化エネルギー、 R は気体定数、 T は温度、 B 比例定数である。つまり、温度を変えてガス放出係数を測定し、縦軸に $\ln(q)$ 、横軸に $1/T$ をとると、その傾きから活性化エネルギー E_d を求めることができるのである。

4. ガス放出係数の測定

4.1 Q-mass からのガス放出係数の測定

まず、BeCu 製の Q-mass 自身のガス放出係数を測定し、その性能評価を行った。

Q-mass に排気系をつなぎ、試料室を付けない状態で、真空排気を行った真空度は、 3.36×10^{-6} に到達した。続いて、およそ 200°C で 180 時間のベーキングを行った後、到達真空度は 4.31×10^{-7} まで低下した。

ベーキング終了後、アングルバルブを閉じ、ビルドアップ法によるガス放出係数の測定を行った。その時の、各マスにおける真空度の時間変化は図3のようになった。

この結果から、クラッキングパターンを考慮して、式(1)~(3)を用いて各ガス種のガス放出係数を求めたものを表1に示す。

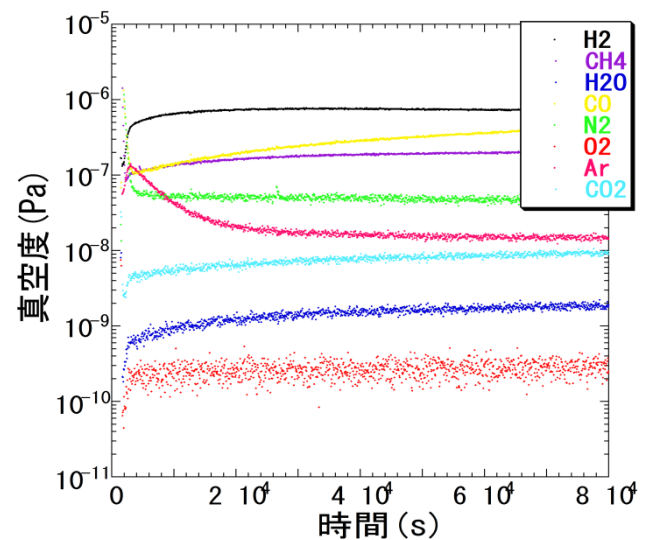


図3：Q-mass のみのビルドアップ測定時における圧力の時間変化

表 1 : 式(1)(2)(3)により解析したガス放出係数

ガス種	q(解析 I)	q(解析 II)	q(解析 III)
H ₂	2.68E-13	6.59E-13	8.37E-13
CH ₄	1.98E-14	4.56E-14	7.97E-14
H ₂ O	2.11E-16	2.51E-16	3.56E-16
CO	2.56E-14	3.79E-14	1.26E-13
Ar		1.88E-14	2.45E-14
CO ₂	6.54E-16	1.65E-15	3.79E-15

表 1 を見ても分かるように、各解析値はおおよそ等しいため、解析における整合性に問題はないと思われる。また、本実験のビルドアップ測定においては、酸素、窒素についてはガス放出がほぼ見られなかった。したがって、この Q-mass には酸素、窒素のガス源はほぼなく、またこの実験装置におけるリークが無いことも確認される。

過去に測定されたガス放出係数のデータによると、SUS で $1\text{E-}12\text{Pa} \cdot \text{m/s}[1]$ 、Ti で $6\text{E-}13\text{Pa} \cdot \text{m/s}[1]$ 、Al で $1\text{E-}12\text{Pa} \cdot \text{m/s}[1]$ であることから、この BeCu の Q-mass からのガス放出係数は、最小の Ti なみに小さいことが分かる。また、過去に測定された BeCu のガス放出係数は $5.6\text{E-}13\text{Pa} \cdot \text{m/s}[1]$ より、今回の測定で得られた値とほぼ一致する。したがって、本実験では、BeCu 製の Q-mass からのガス放出係数は、BeCu なみに小さいことを確認した。このことから、試料からのガス放出係数をこれまで以上の精度で測定出来ることが期待される。

4.2 装置からのガス放出量の測定

次に BeCu 製 Q-mass に試料室を取り付けた。これは試料からのガス放出係数を測定する状態でガス放出量(係数)を測定した際の、装置自身からのガス放出によるバックグラウンドである。ベーキングを 200°C で 48 時間行った。また、アレニウスプロットにおける、活性化エネルギーの同定を行うためには、温度の異なる状態でのガス放出量を測定する必要があるため、本実験では 300K から 450K まで 50K の間隔でのビルドアップ法によるガス放出量の測定を行った。300K におけるビルドアップ測定時の圧力の時間変化を図 4 に示す。また、ガス種 CO における圧力カーブと温度との依存性を図 5 に示す。

図 4 より、真空度が 10^{-8} より小さい所では信号にばらつきがあり、バックグラウンドに埋もれてしまっていることがわかる。しかし、それ以上の真空度においては信号がちゃんと測定されている。また、図 5 より温度が上昇するにつれて、平衡圧力が上昇していることが分かる。

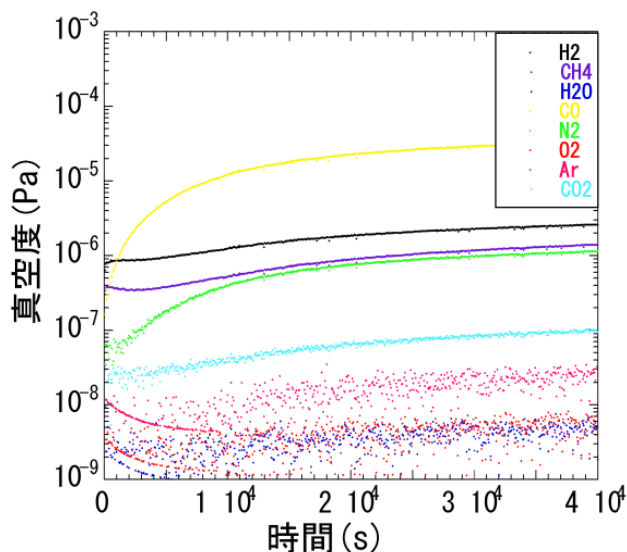


図 4 : バックグラウンドビルドアップ測定時における圧力の時間変化 (300K)

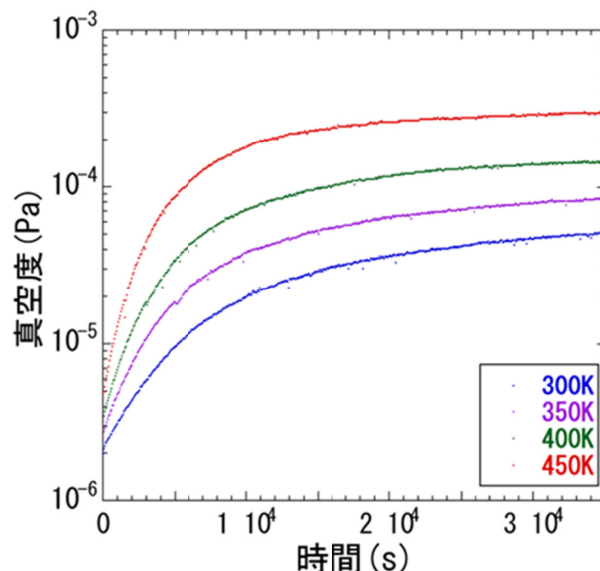


図 5 : CO における圧力上昇カーブと温度の関係

4.3 チタンからのガス放出係数の測定

次に、チタンの試料を試料室に挿入した状態でのガス放出量の測定を行った。試料は厚さ 1 mm、半径 36 mm の円盤状で、その試料を 200 枚試料室に挿入する。4.2 での条件と同一のベーキングを行った。測定されるガス放出量はサンプルからのものとバックグラウンドを含んでいるので、式(5)により試料からのガス放出係数を求めた。すると、水素、メタン、水において有意な値が得られた。その結果を表 2 に示す。また、水素における試料挿入時とバックグラウンドでのビルドアップによる圧力曲線の差を図 6 に示す。図 6 より試料挿入時での

ガス放出はバックグラウンドでのガス放出よりも大きく、その差は十分有意な差だと思われる。その他のガス種では信号は有意ではなかった。

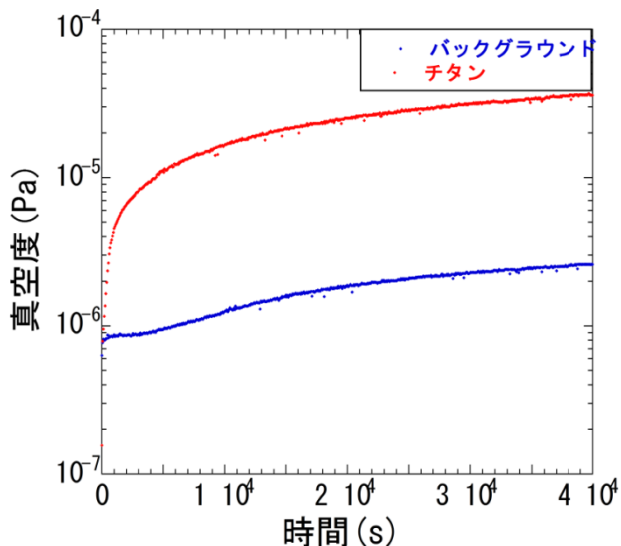


図6：水素におけるバックグラウンドとチタン挿入時での圧力曲線の差

表2：試料挿入時における、各温度での各ガス種におけるガス放出係数

q[Pa · m/s]	H ₂	CH ₄	H ₂ O
300K	1.71E-12	9.58E-14	1.34E-17
350K	4.59E-12	9.33E-13	7.82E-16
400K	5.63E-12	9.47E-13	4.79E-16
450K	1.83E-11	1.94E-12	4.79E-15

その結果から、チタンからの主なガス種は水素であることが分かる。ただし、水の室温におけるガス放出係数はかなり小さな値となっているため、有意な値とはいえない。過去に測定された室温（およそ300K）でのチタンのガス放出係数は 6E-13Pa · m/s[1]である。本実験で得られた値は誤差の評価はまだ行っていないが、誤差を含めると有意な差はないと考えている。

4.4 アレニウスプロットによる活性化エネルギーの同定

表2の結果を用いてアレニウスプロットによる活性化エネルギーの同定を行った。その時のガス種ごとのアレニウスプロットを図7に示す。そして、そこから求められた活性化エネルギーを表3に示す。

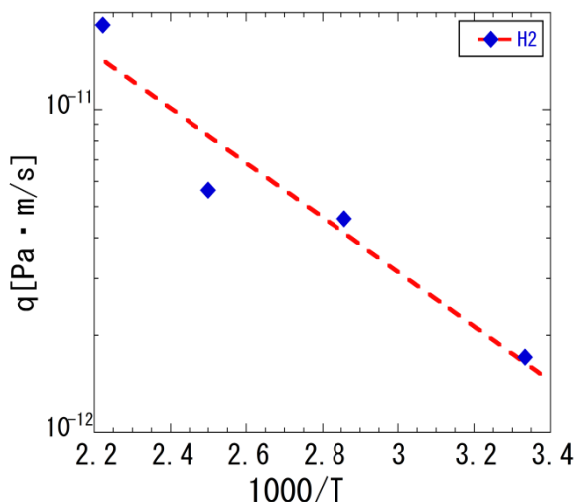


図7：水素におけるアレニウスプロット

表3：各ガス種の活性化エネルギー

ガス種	H ₂	CH ₄	H ₂ O
活性化エネルギー E _d (eV)	0.14	0.18	0.34

表3において、チタンにおける吸着の活性化エネルギー水が一番大きく、次いでメタン、水となった。これは、チタンにおいては水素の脱離速度が最も早く、メタン、水にかけて遅くなっていくことが分かる。しかし、この値の絶対値の精度についてはまだ検討の必要がある。また、今までの測定では、図8に示すように、装置からのバックグラウンドが大きいためガス放出が大きいとされるSUSですら、室温でのガス放出係数の直接測定は出来ていなかった。しかし、図7を見ても分かるように、本実験結果からはバックグラウンドによる影響は表れていないと思われる。したがって、本実験では装置からのガス放出を小さくしてやることにより、チタンからのガス放出を直接測定することが出来た。

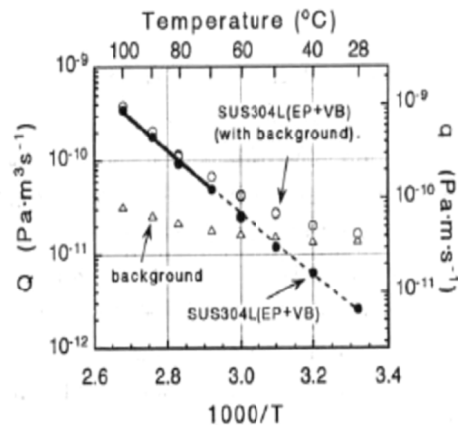


図8：今までのガス放出係数測定におけるアレニウスプロット[2]

5. まとめ

本研究は、高性能 NEA-GaAs フォトカソードの長寿命化の基礎実験として真空チェンバーの構造材からのガス放出係数を高い精度で分子毎に計測するシステムの構築を行うことを目的とした。

本研究ではまず装置自身からのガス放出を小さくし測定精度を高めるため、ガス放出係数が極めて小さいことがわかっている BeCu という素材で作られている Q-mass をもちいて実験装置を構築した。

Q-mass からのガス放出係数を測定したところ、期待された通り主要気体の水素で $5.88 \times 10^{-13} \text{Pa} \cdot \text{m/s}$ という小さい値が得られた。

この装置を用いてチタンからのガス放出係数を測定し、初めて室温でのガス放出を直接測定した。そして水素、メタン、水において有意な値が得られた。また、その値はそれぞれ 1.71×10^{-12} 、 9.58×10^{-14} 、 $1.34 \times 10^{-17} \text{Pa} \cdot \text{m/s}$ であった。このことから、チタンから放出される主なガス種は水素であることが分かった。

6. 今後の展望

今後比較のため室温で SUS などの、チタン以外試料の測定や、表面処理、ベーキングなどの条件によるガス放出の変化を定量的に評価したい。その成果を GaAs 等の真空敏感なカソードを用いた電子銃の性能向上につなげられたらと願っている。

参考文献

- [1] Yuichi ISHIKAWA, “Ultrahigh Vacuum Materials and Outgassing Rate –With a Special Reference to Stainless Steels–”,
- [2] Kazuya SAITO, Yukie SATO, Sakae INAYOSHI, Yixin YANG and sonoko TSUKAHARA “outgassing Measurement by switching Between Tow Pumping Paths”