

DEGASSING PROPERTIES IN ACCELERATOR MATERIALS BY BOMBARDMENT METHOD

*Hajime Watanabe, Kazuhisa Kakihara, Takao Oogoe, Atsushi Enomoto and Isamu Sato
 *Furukawa Electric Co., Ltd.

500, Kiyotaki-machi, Nikko-shi, Tochigi-ken, 321-14, Japan
 National Laboratory for High Energy Physics (KEK)
 1-1, Oho, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, 305, Japan

ABSTRACT

Two kinds of samples of oxygen free copper (OFC) containing different densities of gas were stimulated in two ways: a) in electron bombardment and b) thermally. The sample temperature increased in the first case to about 120°C and in the second up to 550°C. The experiment shows that for electron bombardment, the outgassing rate during the second method includes H₂, H₂O, CO and CO₂. Also in this case the sample with higher gas density was having a higher outgassing rate.

加速管材料の電子衝撃によるガス放出特性評価

1. はじめに

加速管の無酸素銅 (OFC) はガス放出の少ないものが必要とされる。なぜなら、高周波空洞の障害の一つは放電による損傷であり、定性的に稼働状態における放出ガスの少ない材料が損傷が少ないと考えられている⁽¹⁾からである。一方、ストレージリングのビームダクトにもOFCが使われつつあり、内壁へのシンクロトロン放射光 (SR) 照射時の光脱離 (光電子が介在していると考えられている) が少ない材料が求められている⁽²⁾⁽³⁾。

いずれも、電子の衝撃や加熱に起因するガス放出現象が関与している。そこで、OFCで製作された加速空洞の部品に対する電子衝撃、並びに温度上昇によるガス放出特性の評価試験を行った。今回は評価方法の確立と、異なる材質からのガス放出の比較データの蓄積とを目的として、含有ガス量の異なるOFCから製作された部品のガス放出特性比較を行ったので報告する。

2. 実験装置

実験装置の概略を fig. 1、fig. 2 に示す。本装置はスルーポート法によりサンプルのガス放出速度を測定するためのものである。オリフィスは厚さ2mmのSUS板にφ10.3mmの穴をあけたもの (N₂換算のコンダクタンス値: 0.01 [m³/sec]) である。ガス放出速度 Q [Pa・m³/sec] (N₂換算値) は、fig. 1 の BAG 1 から得られる圧力を P₁ [Pa], BAG 2 から得られる圧力を P₂ [Pa], オリフィスのコンダクタンスを c [m³/sec] とすると

$$Q = c (P_2 - P_1)$$

として表される。そして、4重極質量分析計 (QMS) により放出ガス組成を測定する。

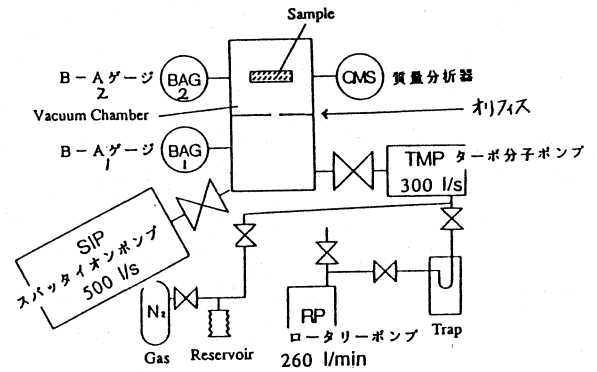


fig. 1 真空排気システム

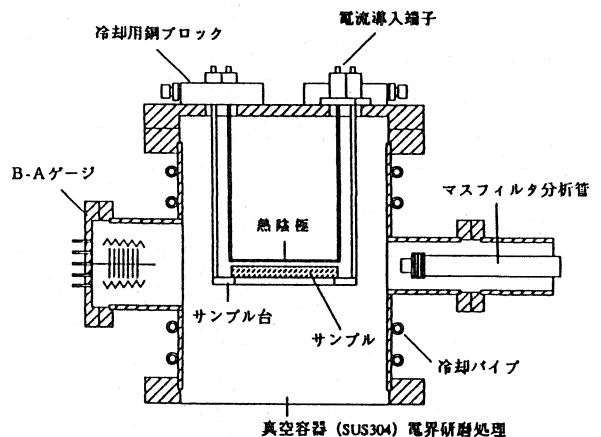


fig. 2 実験装置の内部構造

fig. 2のようにサンプル上部に配置されたタングステン線の熱陰極（アース電位）とプラス電位に帯電されたサンプルの間の電位差によりサンプルへの電子衝撃が行われる構造となっている。また、サンプル下部に接触させた熱電対で温度測定が可能である。

3. サンプル

OFCサンプルは、通常の製品と同一工程（鑄塊→塑性加工→仕上げ焼鈍）をへた後、高周波加速空洞のディスク部品と同一形状（ $\phi 9.2$ mm, 厚さ 5 mm）にダイヤモンドバイト切削で鏡面（0.1 s）に仕上げられている。

真空加熱抽出法（ガス抽出条件：850℃, 30 min）から含有ガス量の異なっている事が把握されている2種類の材料をサンプルとして用意した。（fig. 3：含有ガスとして気体分子の形で記されているが、実際のバルク中の存在形態とは異なる）両サンプルは含有ガス量で10倍の違いがある。便宜上ガス含有量の少ない方のサンプルを低ガス材、比較的ガス含有量の多い方のサンプルを高ガス材と呼ぶ事とする。

両サンプルとも850℃×30 minの水素脆化試験後に脆化組織は認められなかったことから、金属組織的には大差なく、含有ガス量だけ異なるサンプルが用意されたことになる。

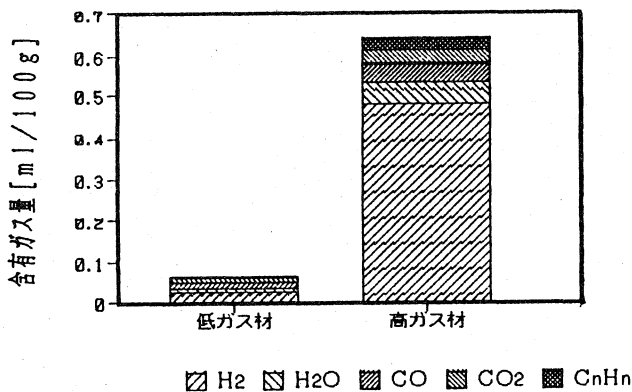


fig. 3 用意したサンプルの含有ガス量
（真空加熱抽出法にてあらかじめ分析しておいたもの）

4. 実験方法

ひとつのサンプルでまず電子衝撃脱離測定を行い、in situで引き続き昇温脱離測定をした。

まず、サンプル導入後に250℃×3 hrのベーキングを行う。ベーキング後15 hrで圧力は 1×10^{-8} Pa台となる。

1) 電子衝撃脱離測定の実験方法

測定中は熱陰極からの放出ガスをはじめ、サンプル以外

からのガス放出は多い。それらのバックグラウンドを除去するため、電子衝撃電流の印加時と停止時のガス放出速度の差を取った。

サンプルの温度上昇によるガス放出の影響をなるべく避けるため、サンプル温度が120℃～50℃の間に納まるように留意して測定を進めた。サンプルは500 V, 0.57 mA/cm²の平均電子流密度で衝撃される。

データをまとめるにあたって、トータルガスはQ [Pa·m³/sec] から換算される放出ガス分子数(QがN₂換算値であるため、真の分子数とは異なる)を衝撃電子流から換算される衝撃電子数で規格化した値 η [molecules/electron]を用いた。以後、 η を脱離係数と呼ぶ。一方、個々のガス成分についてはQMSの信号であるイオン電流[A]を衝撃電流[A]で規格化した値でまとめた。

2) 昇温脱離測定⁽⁴⁾の実験方法

本実験ではサンプル加熱も電子衝撃で行った。ただし、印加衝撃電流をON, OFFして電子衝撃成分の除去を行った。

サンプル温度は電子衝撃の投入パワーを徐々に変えて4.5℃/minで直線的に昇温させた。測定の温度範囲は室温から550℃である。

なお、電子衝撃脱離と昇温脱離は実験データの再現性を同種サンプルの繰り返し測定により確認しておいた。

5. 実験結果

1) 電子衝撃脱離測定結果

積算衝撃電流密度に対してまとめた測定結果をfig. 4～fig. 7に示す。H₂O, CH₄も観測されたが、CO₂より1桁小さくてバラツキが激しかったため、グラフにはのせていない。

低ガス材と高ガス材の比較のうち、COとCO₂に関しては脱離量に僅かな違いがあるように見える。参考までにオージェ電子分光(AES)で深さ方向分析を行ってみると、OとCが検出されるのは表面付近のみであり、その濃度変化に差はない。（酸化皮膜厚さを見積もるといずれも7～8オングストロム程度）従って、CO, CO₂の脱離量は差がないと考えるのが妥当である。加えて、トータルガスとH₂の脱離量変化は高ガス材と低ガス材でほとんど重なっている。即ち、500 eVの電子衝撃脱離測定では、バルクの含有ガス量に関わり無く、表面層からのガス放出を観測しているといえる。

脱離量の変化率について、グラフの傾きを比較してみると、H₂, COが約-0.67であるのに対して、CO₂が-0.83となっており、表面からの脱離機構に違いがある可能性がある。なお、トータルガスの傾きは約-0.9であり、fig. 5に示した個々のガスと傾きが違うが、理由は明かでない。

500 eVの電子衝撃脱離測定結果から、表面加工や表面処理さえ同一に仕上げればガス放出特性も同等であると

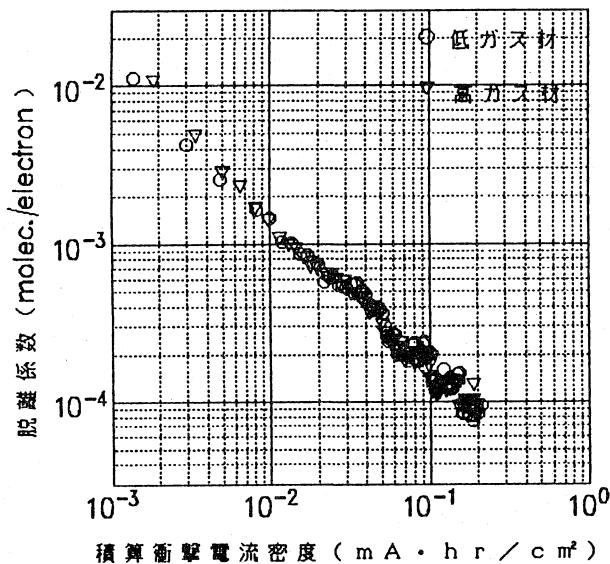


fig. 4 電子衝撃脱離 (トータルガス)

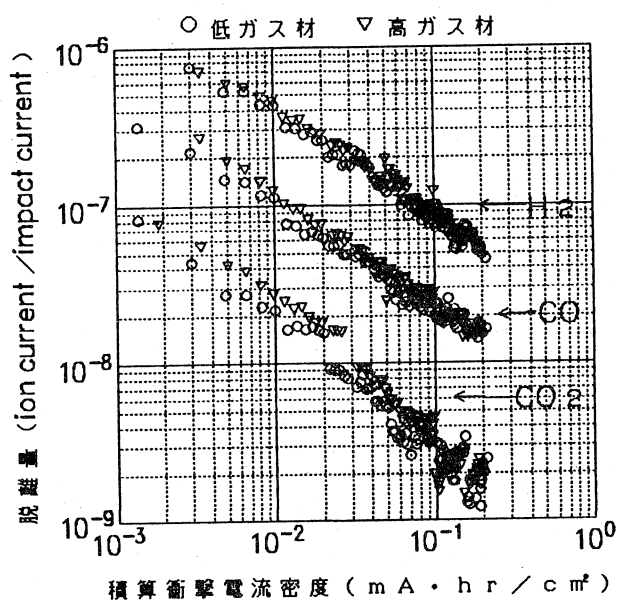


fig. 5 電子衝撃脱離 (H₂, CO, CO₂)

直ちに判断するには注意を要する。即ち、rfキャビティ内ではより高エネルギーで衝撃する電子が存在⁽¹⁾し、SRの侵入深さは500 eVの電子より充分に深い⁽³⁾(μm オーダー)。従って、実際にはバルクの影響も無視できないことが予想される。そこで、表面の清浄度を良くしての測定や、サンプルの表面状態のより詳細な調査、及び(侵入深さを変化させるための)脱離の電子衝撃エネルギーに対する依存性の測定等も行っておく必要がある。その後、製造工程の異なるOFCの比較測定を行う予定である。

2) 昇温脱離測定結果

温度上昇に対するガス放出速度変化をfig. 6~fig. 8に示す。

電子衝撃脱離の結果とは異なり、含有ガス量の多少を反映して低ガス材が高ガス材より大幅にガス放出速度が小さいという結果を得た。含有ガス量の割合の比較的多いHが関与しているH₂, H₂Oの脱離量の差が著しい。従って、本昇温脱離実験結果はバルク内部からのガス放出を観測していると考えられる。

低ガス材の脱離曲線は240~250℃付近の鋭いピークの後、低下に転じている。一方、高ガス材の脱離曲線は350℃付近まで上昇を続け、ピーク形状もなめらかである。このガス放出変化の違いは、バルク内ガスの減少の仕方の違いを反映していると考えられる。

fig. 7で各ガスの脱離曲線の比較を行うと、H₂のゆるやかなピークが200℃付近にあるのに対して、H₂O, CO, CO₂は250℃付近にピークがみられる。これは、H₂と他のガスの内部拡散から表面での結合に至るまでの過程が異なるからであり、中でも、HとOのCu中の拡散速度が異なることが活性化エネルギーの違いとなって現れたためだと考えられる。

CO, CO₂の積算脱離量(昇温脱離曲線の時間積分値)を比較してみると、高ガス材:低ガス材はCOで約3:4、CO₂で約17:14で、他の放出ガスの比率に比べると放出量はほとんど同量といってよい。CO, CO₂の脱離は表面上でCとOが結合することにより起こるとされている⁽⁵⁾。また、Cは純銅には溶解しないため、Cの供給源は表面層のみである。実際、前述のAES分析よりCは両サンプルで同量であることがわかっているため、COとCO₂の脱離量はCの量に依存すること確認されたといえる。

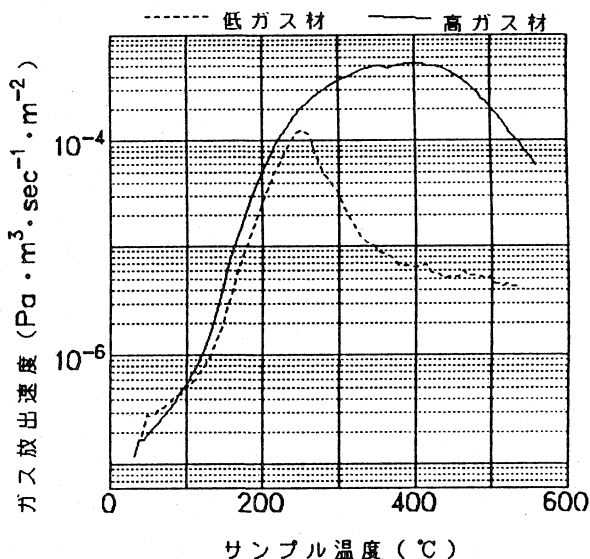


fig. 6 昇温脱離特性 (トータルガス)

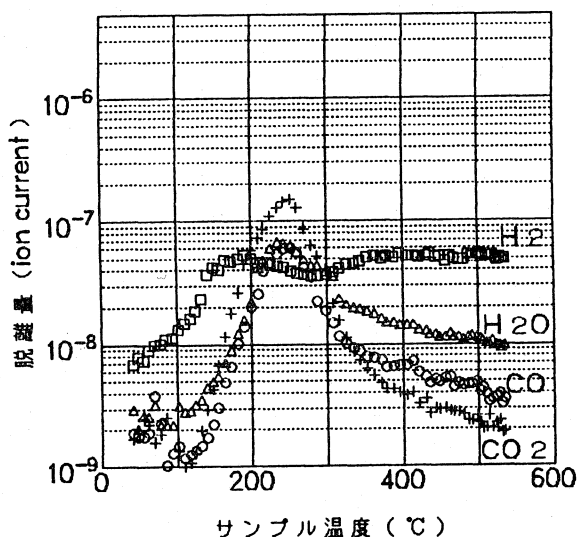


fig. 7 低ガス材の昇温脱離特性

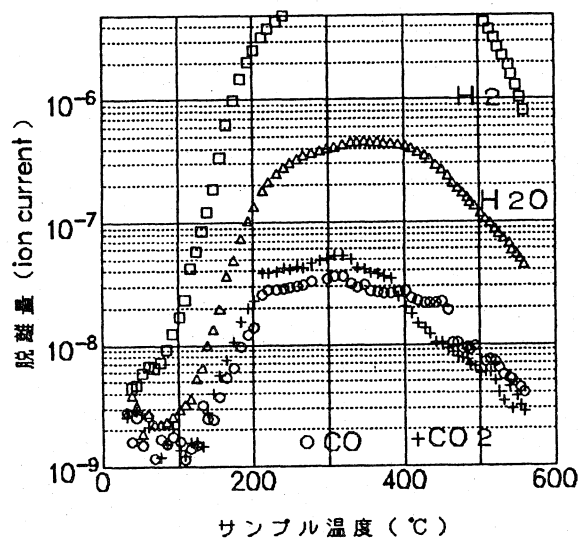


fig. 8 高ガス材の昇温脱離特性

ではなぜ、COとCO₂の脱離曲線のピーク形状やピーク位置が低ガス材と高ガス材で違うのであろうか。COとCO₂の脱離に関して、高ガス材は低ガス材より高い活性化エネルギー（脱離温度に対応）の脱離が多いことから、拡散して供給されるOの存在深さが異なることが類推される。

7. まとめ

評価方法の確立とガス放出データの蓄積を目的として、

ガス含有量の異なるOFCサンプルを用いた電子衝撃脱離測定と昇温脱離測定を行い以下の結果を得た。

1) 今回の実験方法において、電子衝撃脱離測定ではサンプルの表面層からの放出ガスを観測している。それに対して、昇温脱離測定ではバルクの内部から放出されるガスの相違が観測されているといえる。

2) 昇温脱離測定では低ガス材の方がガス放出速度が小さいことからバルクの含有ガス量を大きく反映した放出ガスの結果が得られた。

今後は、測定条件の整備とサンプル表面性状の詳細な調査を行った後、材質や処理の履歴の異なるOFCの比較測定を進めていく予定である。

文献

- 1) 斎藤芳男: "高周波放電と表面", OHO'90 (1990)
- 2) Y. Suetugu, K. Kanazawa et al.: Proc. 8th Meeting on UHV Technol. for Acc. & Storage Rings, (March., 1992, Tukuba) 213
- 3) 小林正典: 応用物理 58(1989) 1708
- 4) P. A. Redhead: Vacuum, 12(1962) 203
- 5) C. J. Smithells, C. E. Ransley: Proc. Roy. Soc. (London), 115(1936), 195