

## 超高真空下におけるチタン材料の光刺激ガス脱離

### PHOTO STIMULATED DESORPTION OF TITANIUM MATERIAL UNDER ULTRA-HIGH VACUUM

山本将博<sup>#A)</sup>、宮島司<sup>A)</sup>、本田洋介<sup>A)</sup>、内山隆司<sup>A)</sup>、栗巢普揮<sup>B)</sup>、小林正典<sup>A)</sup>  
 Masahiro Yamamoto<sup>#,A)</sup>, Tsukasa Miyajima<sup>A)</sup>, Yousuke Honda<sup>A)</sup>, Hiroki Kurisu<sup>B)</sup>, Masanori Kobayashi<sup>A)</sup>  
<sup>A)</sup> KEK, <sup>B)</sup> Yamaguchi University

#### Abstract

Photo-stimulated desorption properties of the various surface polished titanium material of JIS grade2 were investigated after the vacuum baking at  $100^{\circ}\text{C} \times 19\text{hrs}$  under the ultra-high vacuum. The carbonize gases such as  $\text{CH}_4$ ,  $\text{CO}$  and  $\text{CO}_2$  are mainly adsorbed on the titanium surface, and photo-stimulated desorption of these gases are enhanced by incidence of the light of short wavelength from 480 nm. In order to reduce the amount of photo-stimulated desorption, buffing and chemical-polishing processing is effective for titanium materials.

#### 1. はじめに

短パルス(サブピコ秒)でかつ高輝度 ( $> 10^{21}$  phs/s/mm<sup>2</sup>/mrad<sup>2</sup>/0.1%) な放射光源を目標とするエネルギー回収型リニアック (ERL: Energy Recovery Linac) を実現するには、電子銃には規格化エミッタンス  $0.1\pi$  mm mrad 以下でかつ平均ビーム電流 10mA 以上の超低エミッタンス電子ビーム ( $> 7.7$  pC/bunch, 1.3 GHz, CW) の生成が要求される。これを実現すべく KEK では、Figure1 に示すように加速電圧 500 kV 以上の半導体光陰極を用いた直流型電子源の開発を JAEA, 広島大学, 名古屋大学と共同で進めている。当該電子銃は、現在レーザー光 (波長: 532 nm) を半導体光陰極に照射して電子ビームを生成しているが、半導体光陰極の高量子効率の状態を維持するため  $10^{-10}$  Pa レベルの極高真空が必要であることから、電子銃用真空容器に超低ガス放出のチタン材料を適用している。10mA 相当の CW 電子ビームを得るには半導体光陰極の量子効率が 1% 相当で 2W 以上のレーザー照射が必要となり、その散乱光等がチタン材料に照射されても放出ガスが少ないことが求められる。今回は、種々の表面処理したチタン材料の光照射下でのガス脱離特性 (光刺激ガス脱離) を  $10^{-8}$  Pa の超高真空下で調べることを目的とした。

#### 2. 実験方法

##### 2.1 光刺激ガス脱離測定装置

光刺激ガス脱離の測定は、Figure 2 に示すチタン製光刺激ガス脱離測定装置を用いた。本装置は Xe ランプからの光 (波長: 185 nm ~ 2000 nm) を試料に照射し、試料から脱離するガスを四重極質量分析計 (QMS) により質量電荷比 ( $m/Z$ ) 毎に測定する。ここで光源として Xe ランプを用いた理由は、紫外光照射により金属材料の光刺激ガス脱離量が多くな

ることがわかっているからである [1]。

本装置の測定下限を低くするために、①装置チャンバの構造材料に低ガス放出なチタン材料を適用し、②装置の主排気系に排気速度  $5.5 \times 10^{-1}$  m<sup>3</sup>/s と  $1.9 \times 10^{-1}$  m<sup>3</sup>/s の 2 台のターボ分子ポンプを直列接続して用い、③脱離ガスの計測には、2 次電子増倍管 (SEM) 型四重極質量分析計 (最小検知分圧:  $5 \times 10^{-12}$  Pa) を用いた。①・②の採用により、 $120^{\circ}\text{C} \times 19$  hrs の真空ベーキング後の装置の到達分圧は  $1 \times 10^{-8}$  Pa 以下 ( $10^{-9}$  Pa 台)、四重極質量分析計のイオン電流値は最小レンジの  $10^{-14}$  A 台 (分圧  $10^{-12}$

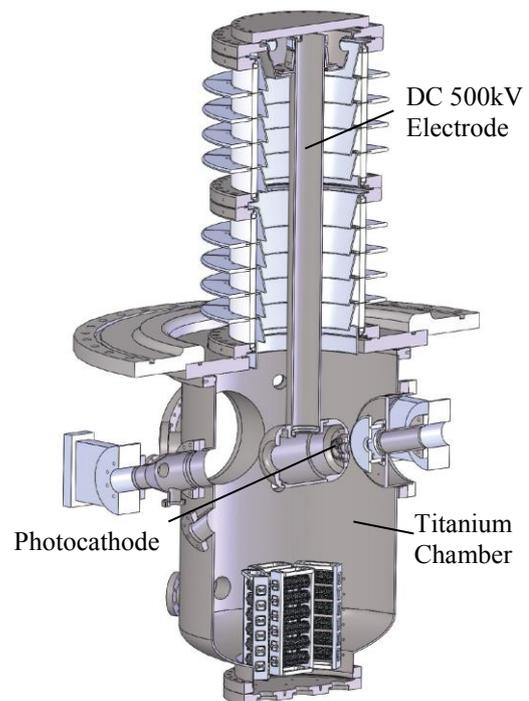


Figure 1: A schematic view of 500 kV photocathode DC-gun developed at KEK.

<sup>#</sup> masahiro@post.kek.jp

Pa 台)に到達した。これにより光照射無しの条件において非常に低い測定下限が達成できた。

## 2.2 実験方法

測定試料として、未処理 (BM), #400 バフ研磨処理 (BP), バフ研磨と精密化学研磨処理 (BP+CP) した JIS 2 種チタン板を用いた。試料の表面粗さは原子間力顕微鏡 (AFM) 観察により評価した。

光刺激ガス脱離の測定手順を以下に示す。

### 試料測定

- ① 試料の洗浄として、脱脂洗浄→水洗→アルコール超音波洗浄 (20 分) →純水浸漬 (2 分) →純水超音波洗浄 (20 分) →乾燥 (60°C×30 分) を行った。
- ② 試料を測定装置に取り付け、初期排気を 2 時間行い、その後、試料部 100 °C, 計測部 130 °C で 3 時間真空ベーキングを行い、自然冷却した (初期化)。
- ③ 相対湿度 50% で 30 分間の大気暴露を行い、その後、初期排気 2 時間、真空ベーキング (試料部 100 °C, 計測部 130 °C) を 19 時間行い、自然冷却した。
- ④ 試料に光照射しないバックグラウンドを測定し、その後、Xe ランプ光を試料に照射し、光刺激ガス脱離を測定した。なお、光波長は Xe ランプ光 185 nm ~ 2000 nm の全波長光と光軸の途中に光フィルターを挿入することで 480 nm ~ 2000 nm の光波長の光の 2 種類を照射し、光刺激ガス脱離を測定した。なお、光照射中において、試料温度は室温から 40 °C まで上昇したが、この熱励起による脱離量は少ないと考えられる。
- ⑤ [光照射測定] - [光照射無し測定] をそれぞれの試料測定の結果とした。

### 試料無測定

試料測定では、外部から光導入しているため、光学窓の光刺激ガス脱離が含まれる。そこで、試料無の条件で、光を 2 枚の光学窓を通過させて、光学窓の光刺激ガス脱離測定を上記の①~⑤の実験手順で測定した。

この試料無測定を試料測定直後に行い、各試料からの光刺激ガス脱離は、[試料測定]-[試料無測定]から求めた。

## 3. 結果と考察

### 3.1 表面処理したチタン材料の表面粗さ

Table 1 に未処理の BM と表面処理した BP, BP+CP 試料の AFM 測定から求めた中心線平均粗さ ( $R_a$ ) の結果を示す。ここで、 $10 \mu\text{m}^2$  と  $1 \mu\text{m}^2$  は、AFM 測定の測定領域である。

測定領域  $10 \mu\text{m}^2$  の結果から、BM 試料と比較して、

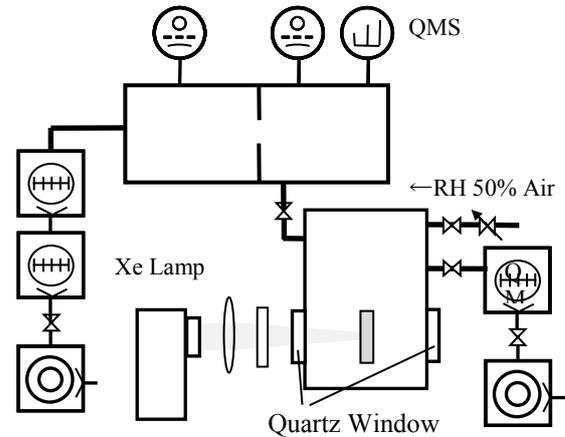


Figure 2: Schematic diagram of photo-stimulated desorption measurement system.

Table 1: Surface roughness,  $R_a$ , of various polished pure titanium material measured by AFM

	BM	BP	BP+CP
$10 \mu\text{m}^2$	94	18	11
$1 \mu\text{m}^2$	—	5.6	1.8

BP 試料の  $R_a$  は約 1/5 に、BP+CP 試料の  $R_a$  は約 1/10 に低減されていることがわかる。一方、測定領域  $1 \mu\text{m}^2$  の測定結果から、マイクロ領域では BP+CP の表面粗さは BP と比較して、より平滑になっていることがわかる。以上のことから、光刺激ガス脱離量は BP+CP 試料が最も少ないと予想できる。

### 3.2 チタン材料の光刺激ガス脱離

#### 3.2-1 表面処理したチタン材料の光刺激ガス脱離

Figure 3 に BM, BP, BP+CP 試料の真空ベーキング後における光波長 185 nm ~ 2000 nm の Xe ランプ光を照射した場合の光刺激ガス脱離の測定結果を示す。ここで、図には質量電荷比  $m/z=2(\text{H}_2)$ ,  $m/z=18(\text{H}_2\text{O})$ ,  $m/z=28(\text{CO})$ ,  $m/z=44(\text{CO}_2)$  の結果を示した。

典型ガスの水素 ( $\text{H}_2$ ) と水 ( $\text{H}_2\text{O}$ ) の光刺激ガス脱離は分圧下限の  $10^{-14}$  A ( $\sim 10^{-12}$  Pa) から  $10^{-13}$  A 前半と非常に少ないことがわかる。一方、炭素系のガス種 ( $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ) の脱離量は  $10^{-12}$  A オーダー程度であり、典型ガス ( $\text{H}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ) と比較して 1 桁以上多いことがわかる。なお、 $m/z=16(\text{CH}_4)$  も光刺激による脱離量が多いことが測定された。

これは、炭素系ガス ( $\text{CH}_4$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{CO}_2$ ) は表面に化学吸着しており、100 °C 程度の加熱では脱離せず、高エネルギーの光照射により脱離するものと考えられる。

光刺激ガス脱離量の表面処理依存性に注目すると、平滑な表面の BP+CP 処理試料のガス脱離量がいずれのガス種においても最も少なくなっていることが

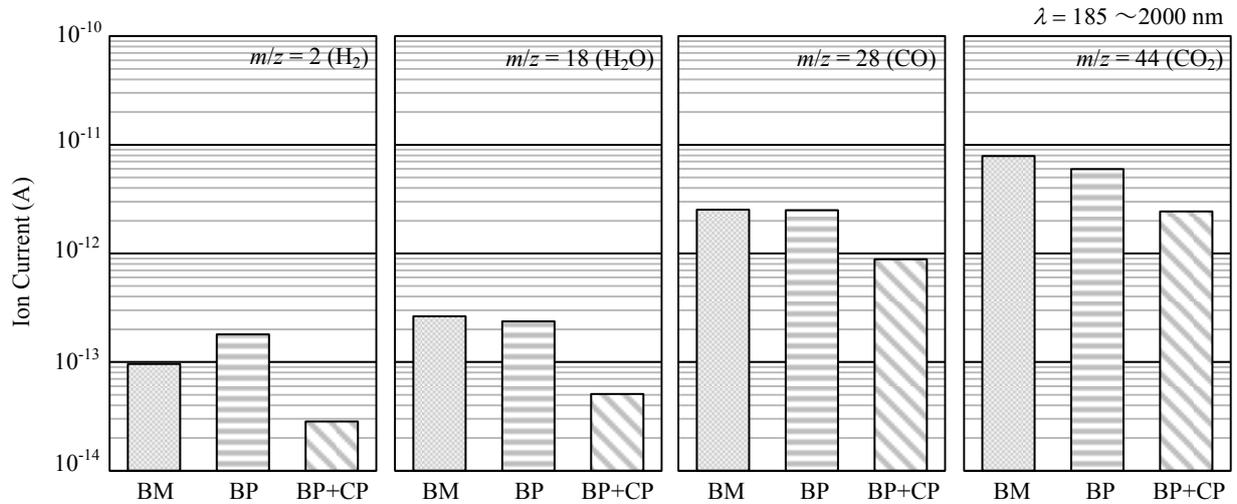


Figure3: Amount of photo-stimulated desorption for BM, BP and BP+CP titanium samples after vacuum baking at  $100^{\circ}\text{C} \times 19$  hrs.

わかる。これは、表面平滑化により化学吸着サイトが低減されていることによると考えられる。

### 3.2-2 光刺激ガス脱離の光波長依存性

Figure 4 に BP+CP 試料の真空ベーキング後の光刺激ガス脱離に対する光波長依存性を示す。ここで、A は波長  $185 \text{ nm} \sim 2000 \text{ nm}$  の光を照射した場合、B は波長  $480 \text{ nm} \sim 2000 \text{ nm}$  の光を照射した場合の結果である。全てのガス種において紫外光をカットした B の光刺激ガス脱離量は A よりも格段に低減されていることがわかる。他の処理を施した試料においても同様の結果が得られた。これらのことから、チタン材料の光刺激ガス脱離は  $480 \text{ nm}$  より短波長の光により発現すると言える。これは、チタン材料表面に化学吸着した残留したガスが、高エネルギーの光により脱離することを指示している。

## 4. 結論

種々の表面処理した JIS 2 種チタンの真空ベーキング後の光刺激ガス脱離特性について調べた結果、以下のことがわかった。

- ① チタン材料表面には主に化学吸着した炭素系ガスが吸着しており、短波長の光照射により脱離する。
- ② 光刺激ガス脱離量を低減するには、バフ研磨と化学研磨処理が有効である。

ERL 用電子銃では、 $530 \text{ nm}$  のレーザー光を入射するので、光刺激ガス脱離の真空環境への影響は小さいと考えられるが、大強度のレーザー光を入射することから、電子銃の真空立ち上げ時において、真空ベーキングとともに、紫外光入射により、化学吸着ガス種の排気を促進することが有効と考えている。

## 参考文献

- [1] 松本 学, 他, "ステンレス鋼, アルミニウム合金および無酸素銅からの光刺激脱離", 真空. **33**,

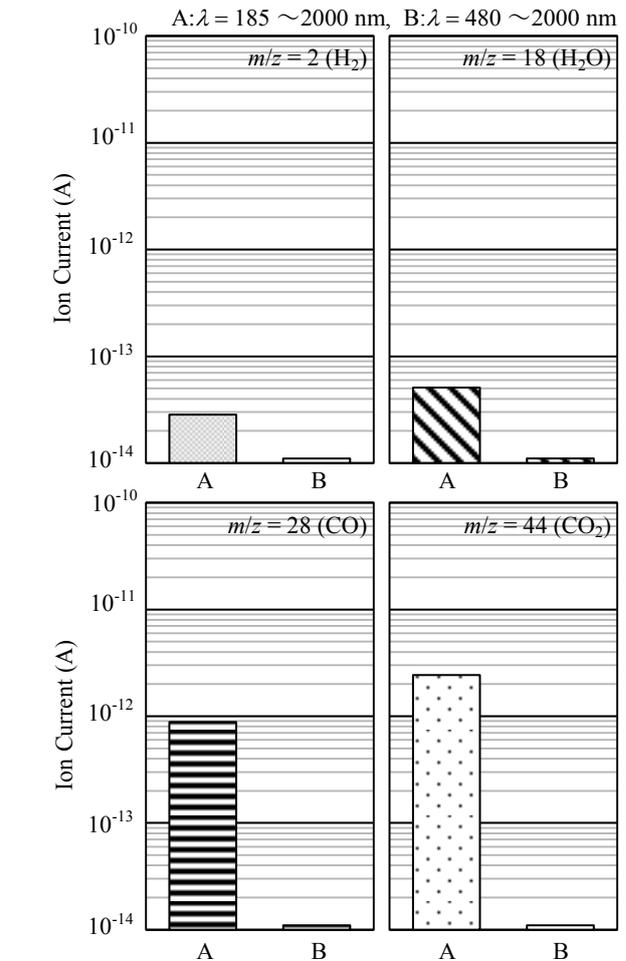


Figure4: photo-wavelength dependence of amount of photo-stimulated desorption for BP+CP titanium samples after vacuum baking at  $100^{\circ}\text{C} \times 19$  hrs.

pp..286-288,1996.