

第20回日本加速器学会年会

放射光源加速器の真空のための
高機能コーティング膜の開発

金 秀光、谷本育律、内山隆司、本田 融

高エネルギー加速器研究機構 (KEK)

発表内容

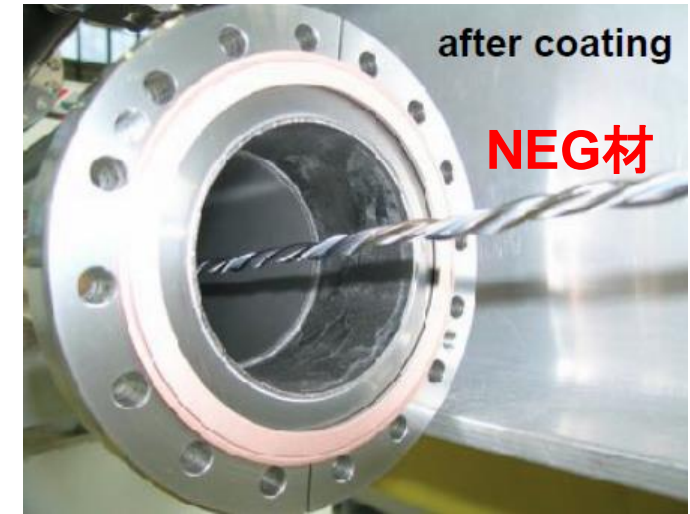
- 研究背景
- Pd表面層を導入したNEG膜の開発
- 密なPd膜の開発
- まとめ

発表内容

- ・ 研究背景
- ・ Pd表面層を導入したNEG膜の開発
- ・ 密なPd膜の開発
- ・ まとめ

真空のためのNEGコーティング

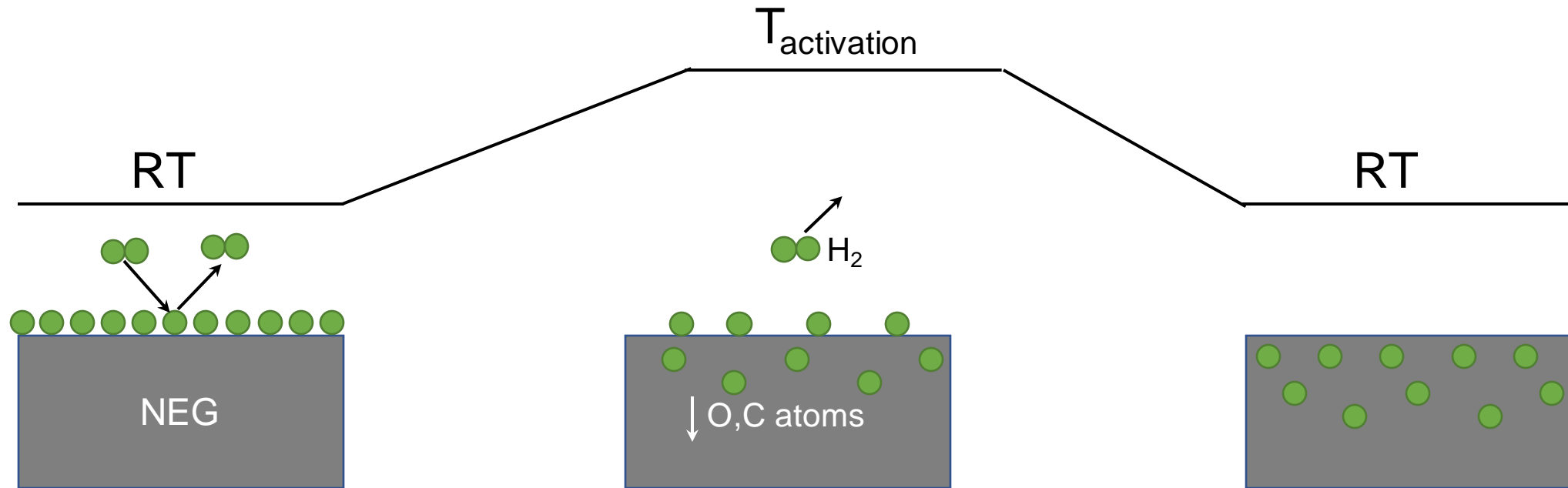
- 非蒸発ゲッター(NEG)材をチェンバの内壁にコーティングし、ガス源である内壁をポンプに変える技術である。
- TiZrV膜は、比較的低温(180°C、24h)で再活性化できる。
(市販のNEGポンプは550°Cで再活性化)



C. Benvenuti *et al.*, Vacuum 60 (2001) 57-65.

- 低い光刺激脱離(photon-stimulated desorption (**PSD**))係数を有する。
(リング型放射光源では、ハイパワーの放射光が真空ダクトと他の真空部品に照射されるため、PSDを下げることが重要)
- LHC、ESRF、ELETTRA、Sirius、MAX IV、KEK PFなどの加速器の真空チェンバに利用されている。

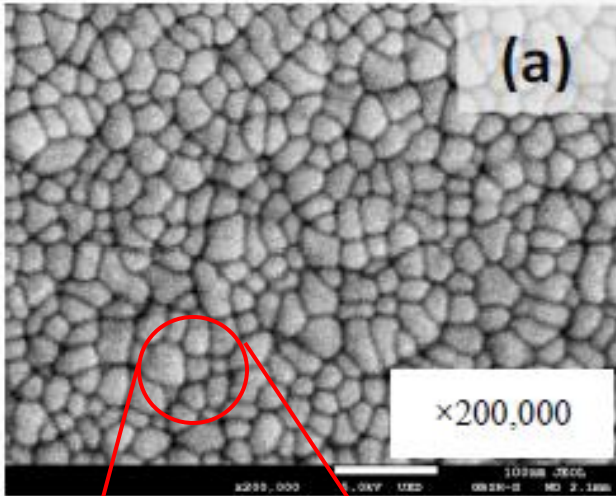
NEGの原理



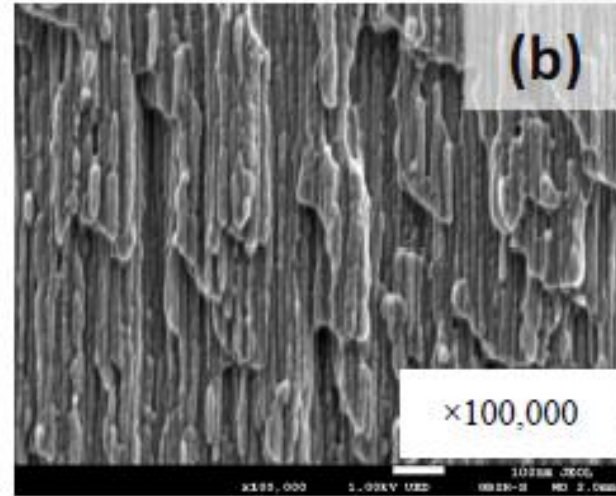
- 化学吸着作用により排気する。
 H_2 、 CO 、 CO_2 、 H_2O 、 N_2 、 O_2 排気、希ガス、 CH_4 は排気できない。
- 表面飽和すると排気できない。
- 再活性化することで、排気性能が復活する。

TiZrVの低温再活性化

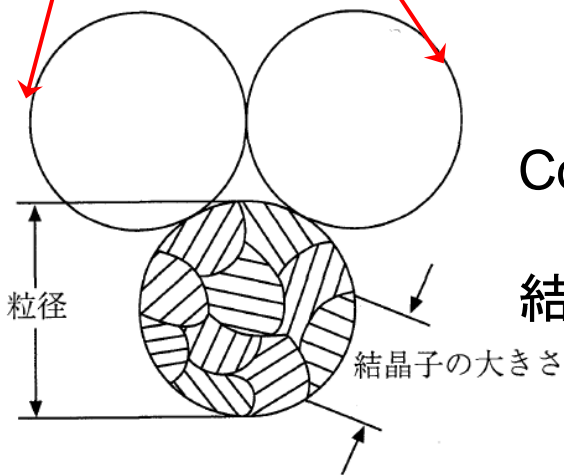
SEM表面像



SEM断面像



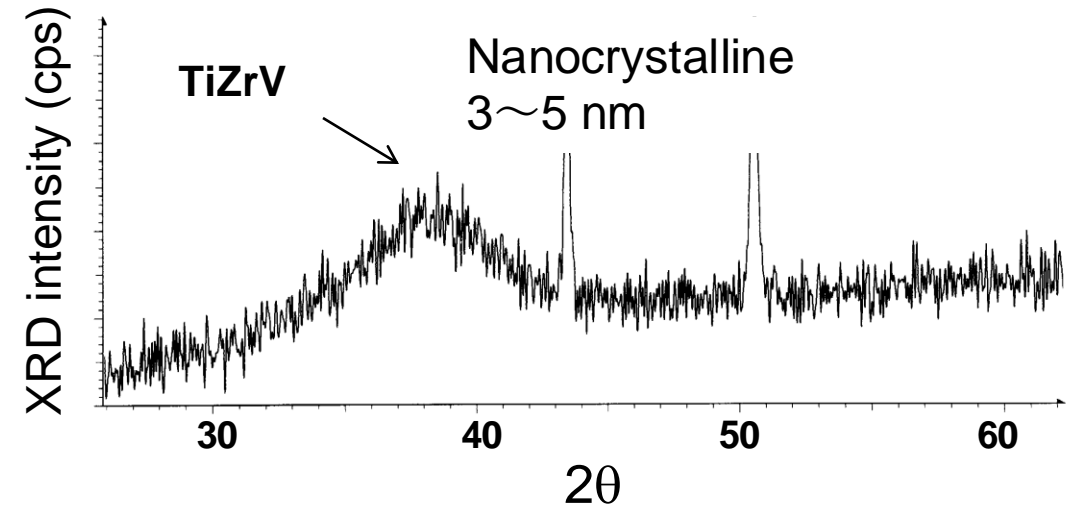
Y. Tanimoto *et al.*, IPAC2019 proceeding 1276-1279



Column径 : 20~100 nm

結晶子サイズ : 3~5 nm

X線回折



diffraction, the low activation temperature is correlated to the film structure [10] and presumably caused by a large density of grain boundaries, which should facilitate the transport of oxygen from the surface into the bulk of the film.

C. Benvenuti *et al.*, Vacuum 71 (2003) 307-315.

コーティング膜の改善すべき点

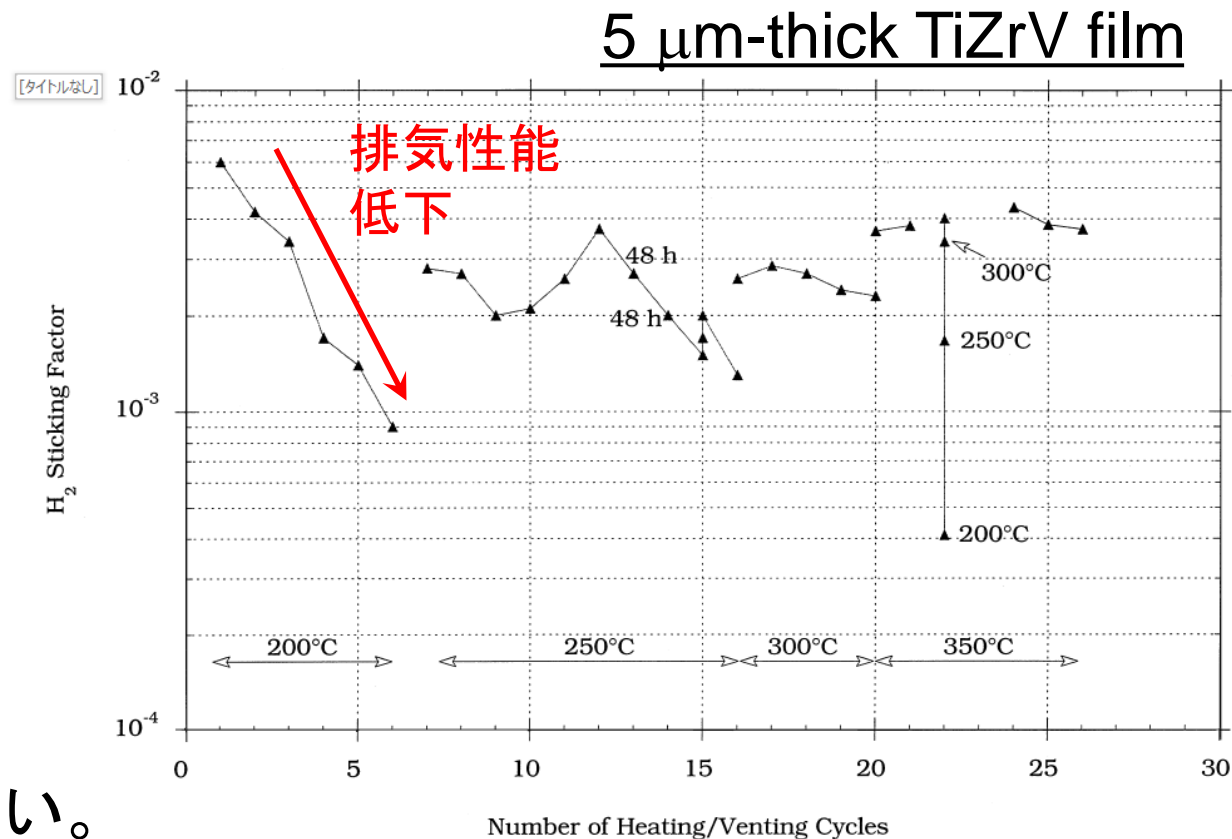
寿命問題

- ・ 大気開放中に大量の酸素、水分を吸着する。
- ・ 表面が酸素リッチになり、排気性能が低下する。

抵抗率

- ・ TiZrV膜の抵抗率が $175 \mu\Omega\cdot\text{cm}$ と大きい。
(Cuの抵抗率が $1.6 \mu\Omega\cdot\text{cm}$)

- ・ Resistive wall impedanceにより、ビームが不安定になる。



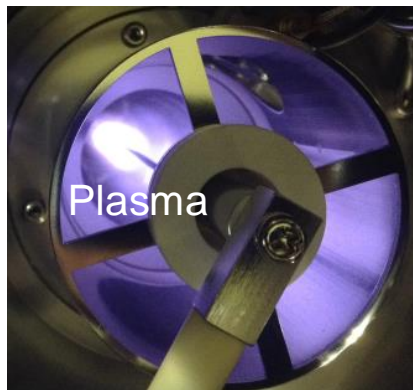
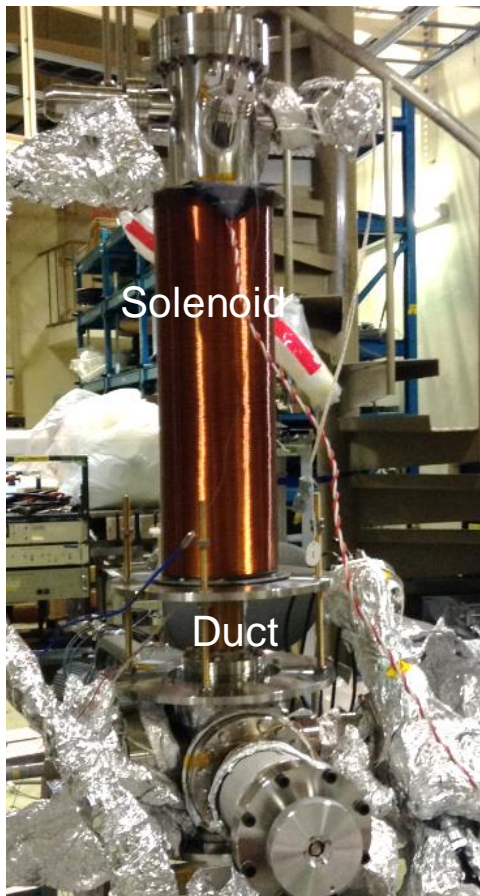
C. Benvenuti *et al.*, Vacuum 60 (2001) 57-65.

発表内容

- 研究背景
- Pd表面層を導入したNEG膜の開発
- 密なPd膜の開発
- まとめ

NEGコーティングの研究@KEK

マグネトロンスパッタ装置



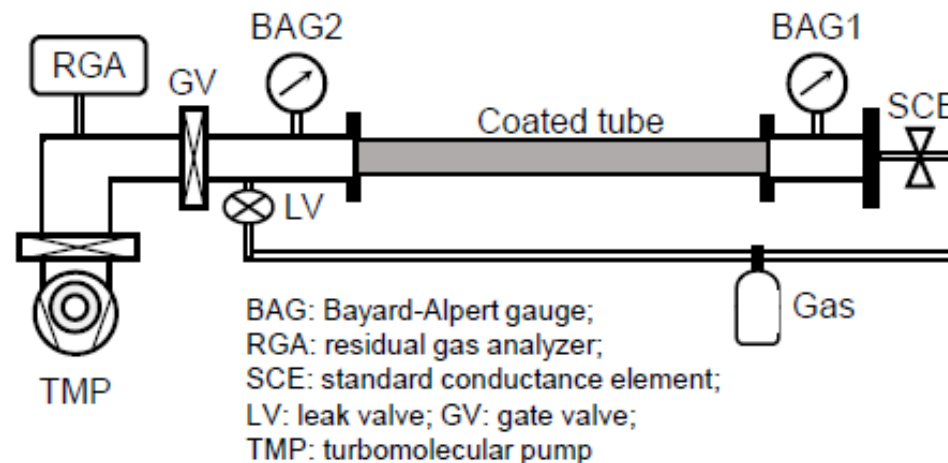
Twisted TiZrV wire



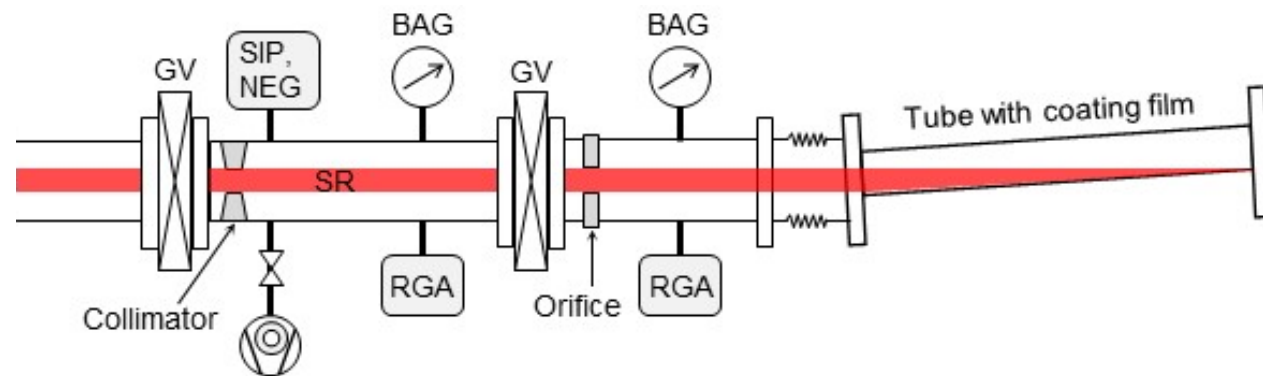
Twisted Pd wire



排気性能評価装置



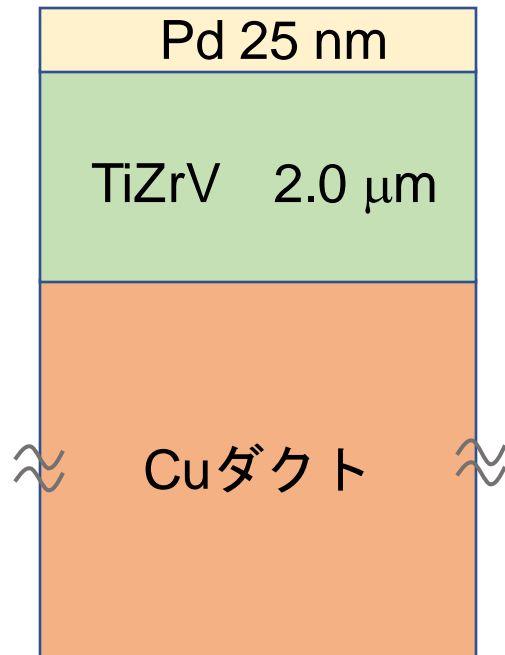
光刺激脱離装置@PF BL21



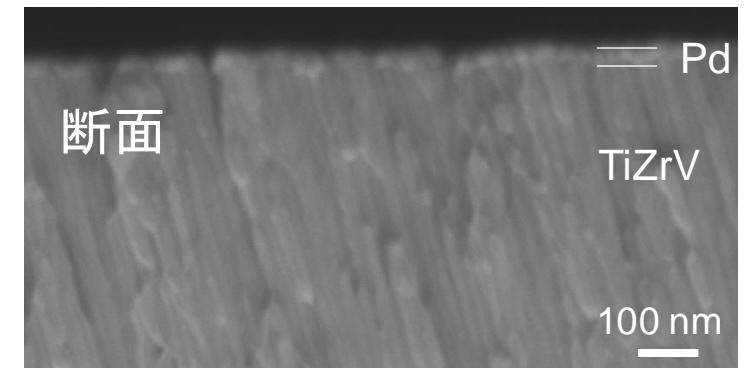
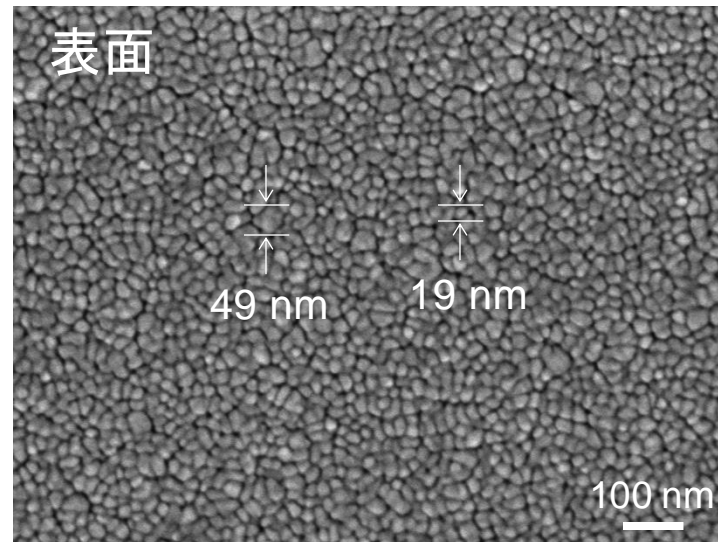
Pd表面層の導入

Pdは H_2 、COを吸着、 O_2 、 H_2O とは室温で反応しない。

試料構造



試料のSEM像

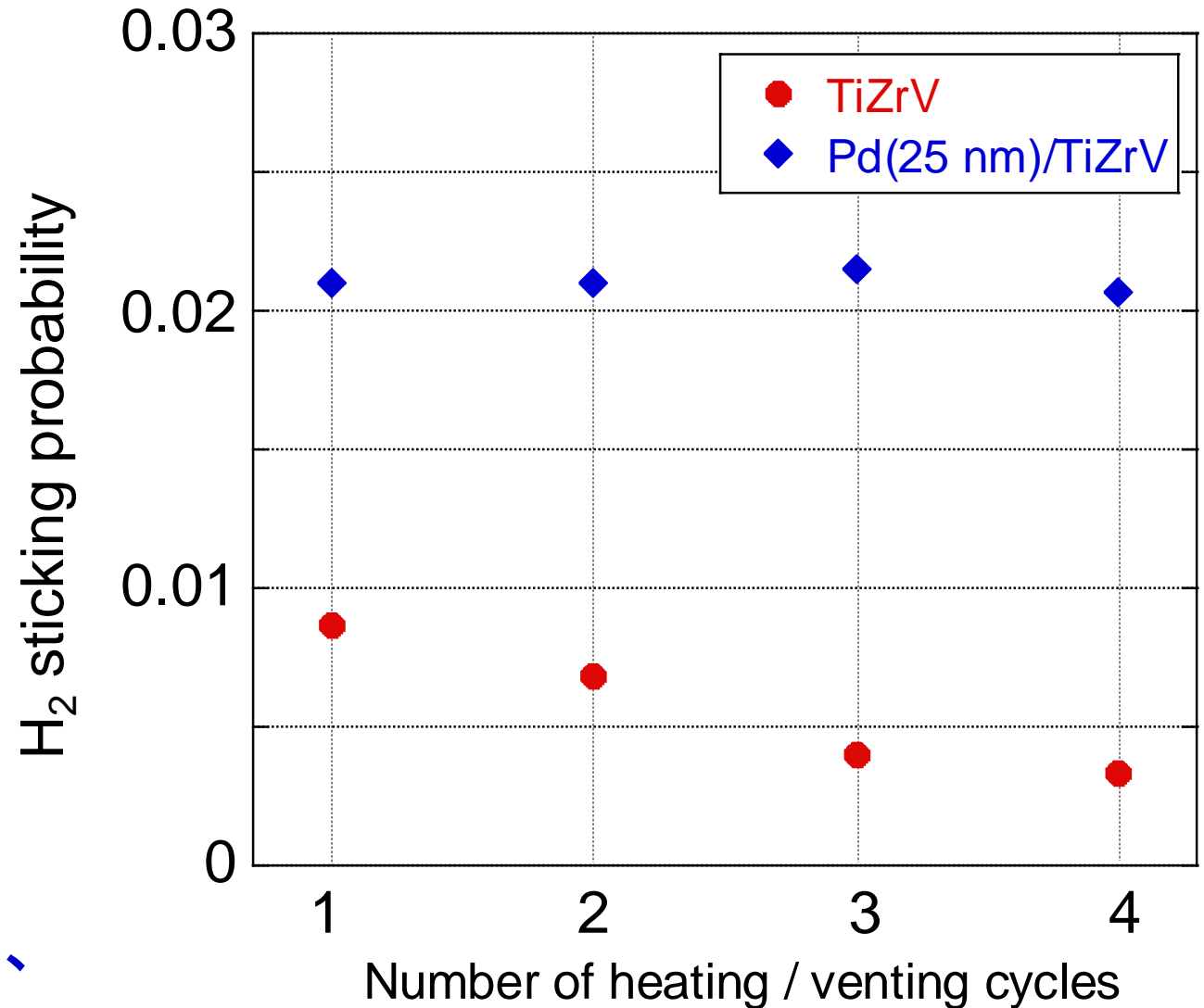


スパッタリング法で、Pd/TiZrV膜をCuダクト上に作製した。

使用寿命の評価

- ・ 乾燥空気開放と再活性化を繰り返す。
- ・ 再活性化条件：
TiZrVは250°C、4 h
Pd/TiZrVは200°C、4 h
- ・ Pd/TiZrVは一定の吸着確率を保つ。

Pd層の保護作用が有効であり、水素の吸着確率も向上する。



Pd/TiZrV膜のPSDの結果

照射前の試料の熱処理：

無酸素銅ダクト：150°C、20h

TiZrVコーティングしたダクト：250°C、4h

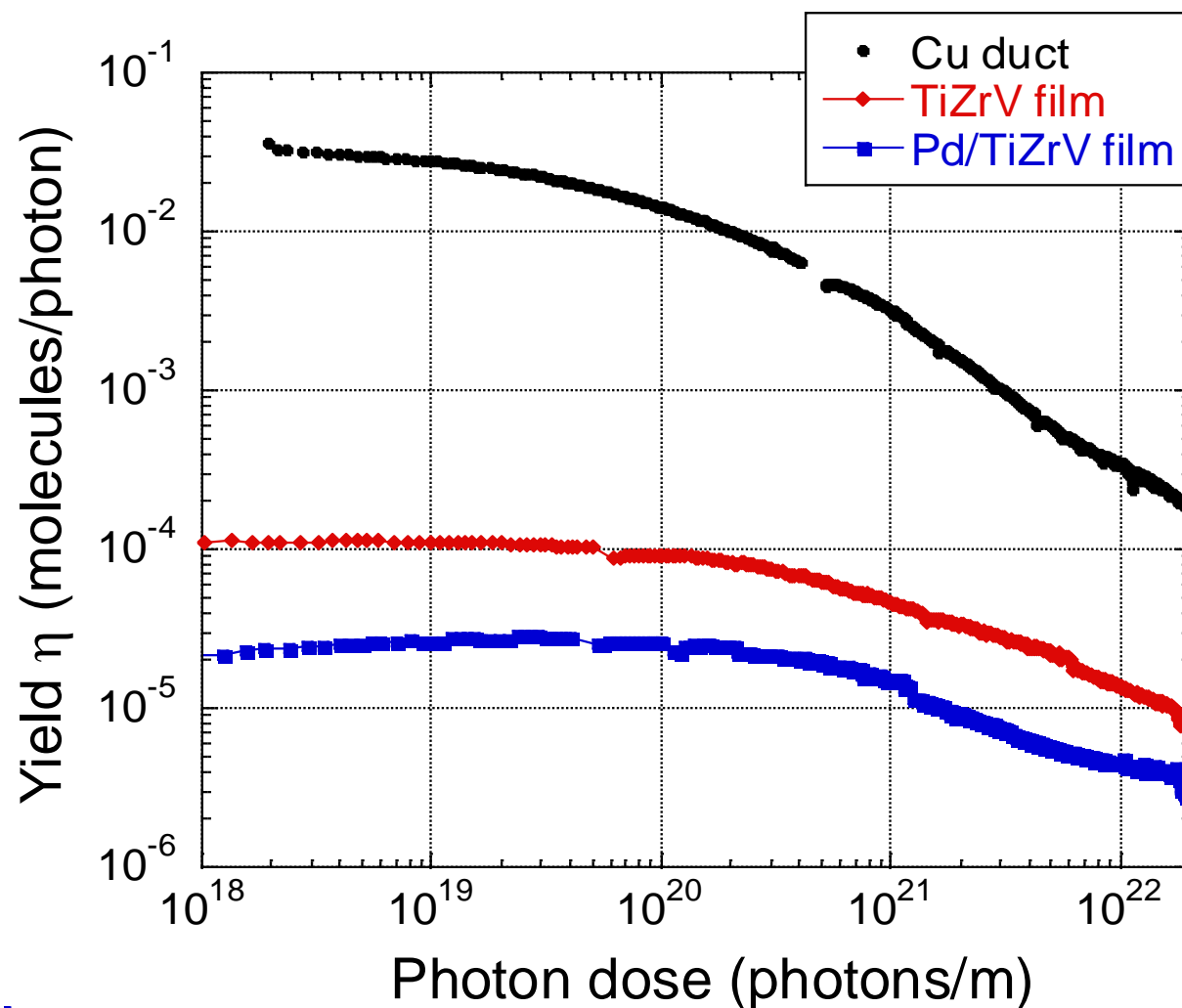
Pd/TiZrVコーティングしたダクト：
250°C、4h

刺激脱離係数 (η)：

脱離分子数/照射光子数

世界初で、Pd膜がPSDを下げることに有効であることを発見。

PSD結果@PF BL21

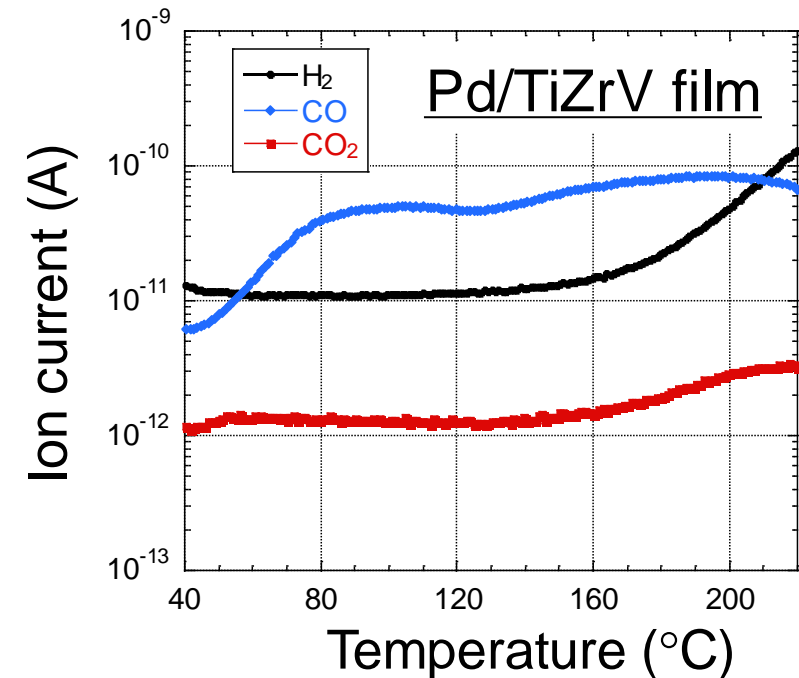
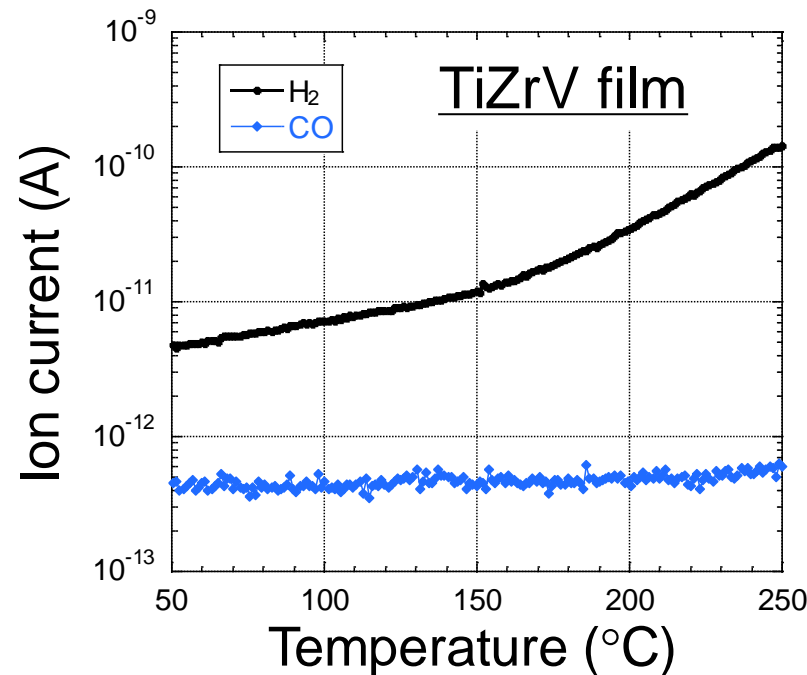


[X.G. Jin et al., Vacuum 192 \(2021\) #110445.](#)

TiZrVとPd表面の違い

- Pd表面の水素排気速度がTiZrVより高い。
- 室温でPdは酸化しないため、表面付近の酸素濃度が低い。
- 加熱後、Pd表面付近のカーボン濃度が低い。

COガス吸着後、
加熱による
ガス放出の結果



CO、CO₂の排気性能

吸着ファクターは通過法で計測した。

加熱条件:

TiZrV膜, 250°C for 4 h;

Pd/TiZrV膜, 200 °C for 4 h

	TiZrV film	Pd/TiZrV film
CO sticking factor	0.06	0.05
CO ₂ sticking factor	0.05	—

発表内容

- ・ 研究背景
- ・ Pd表面層を導入したNEG膜の開発
- ・ 密なPd膜の開発
- ・ まとめ

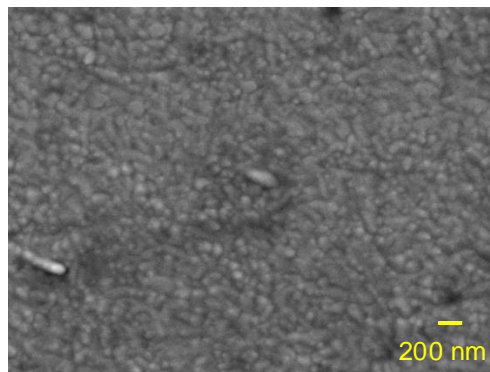
密なPd膜の低抵抗率への期待

金属の抵抗率表

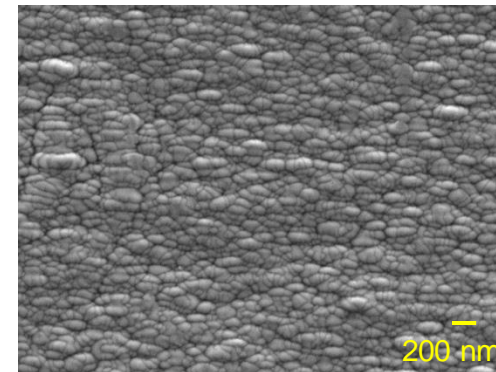
金属名	抵抗率 ($\mu\Omega\cdot\text{cm}$)
Ag	1.59
Cu	1.6
Pd	10.87
Zr	40
V	40
Ti	43 ~ 170
TiZrV合金	175

表面SEM像

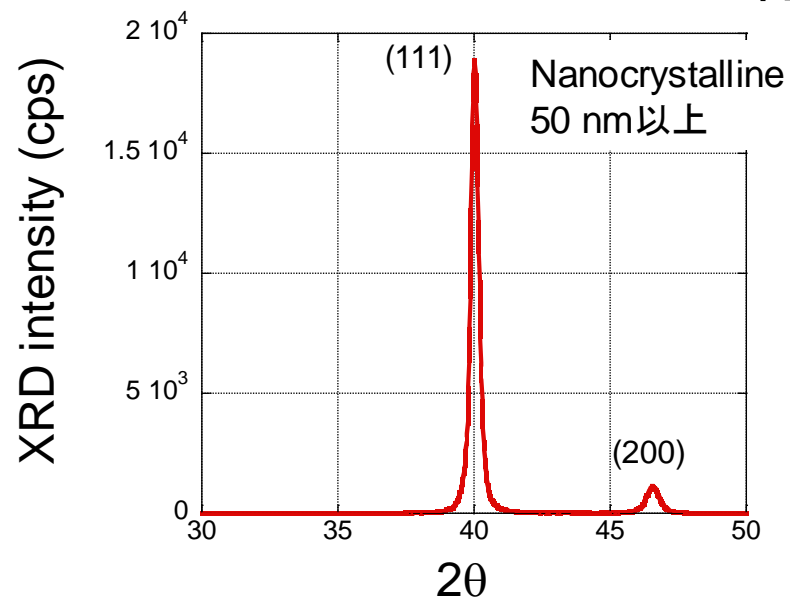
Dense Pd film



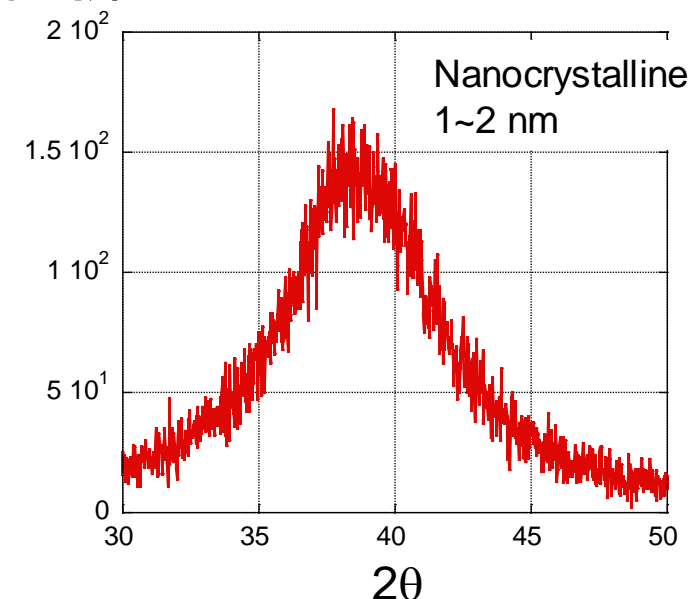
Columnar TiZrV film



X線回折



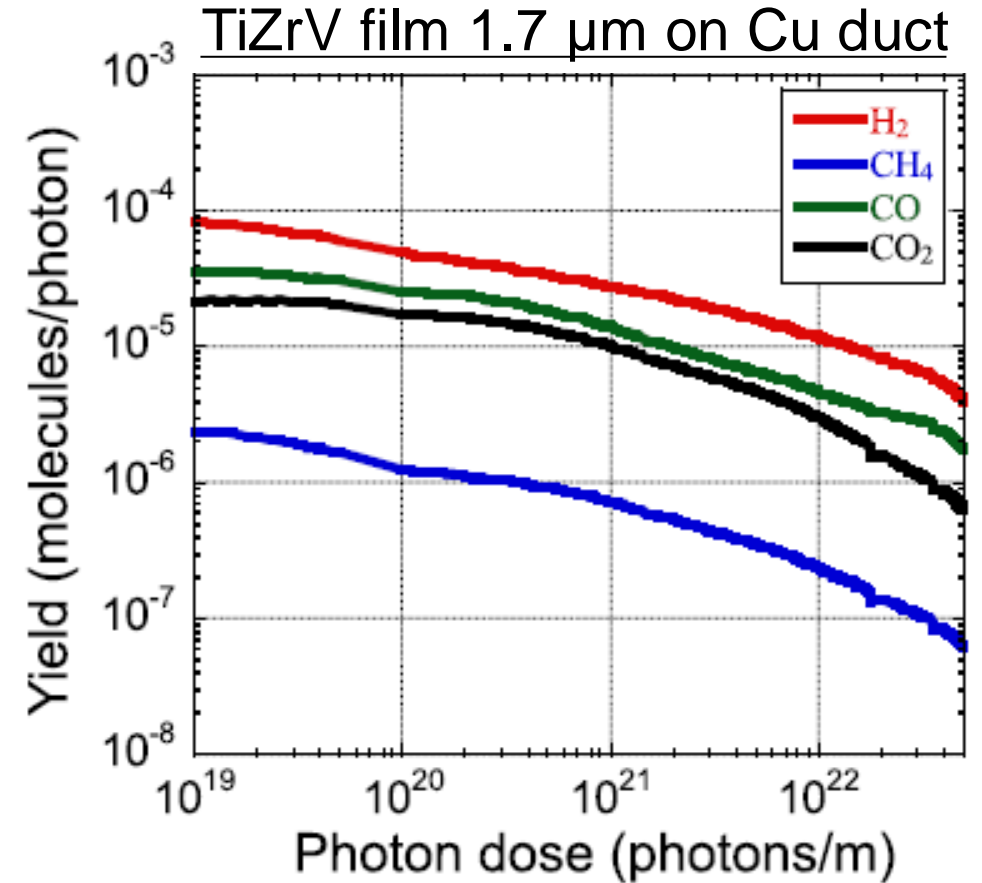
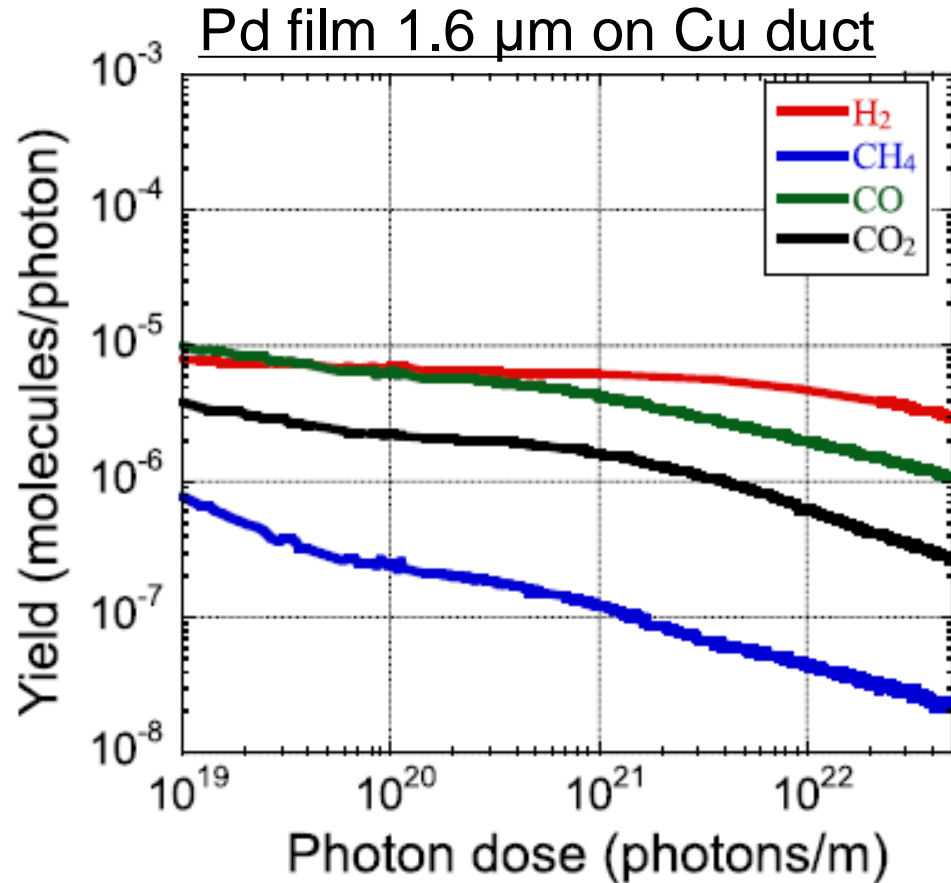
多結晶構造



アモルファス構造

密なPd膜のPSDの結果

試料の熱処理：250°C、4h



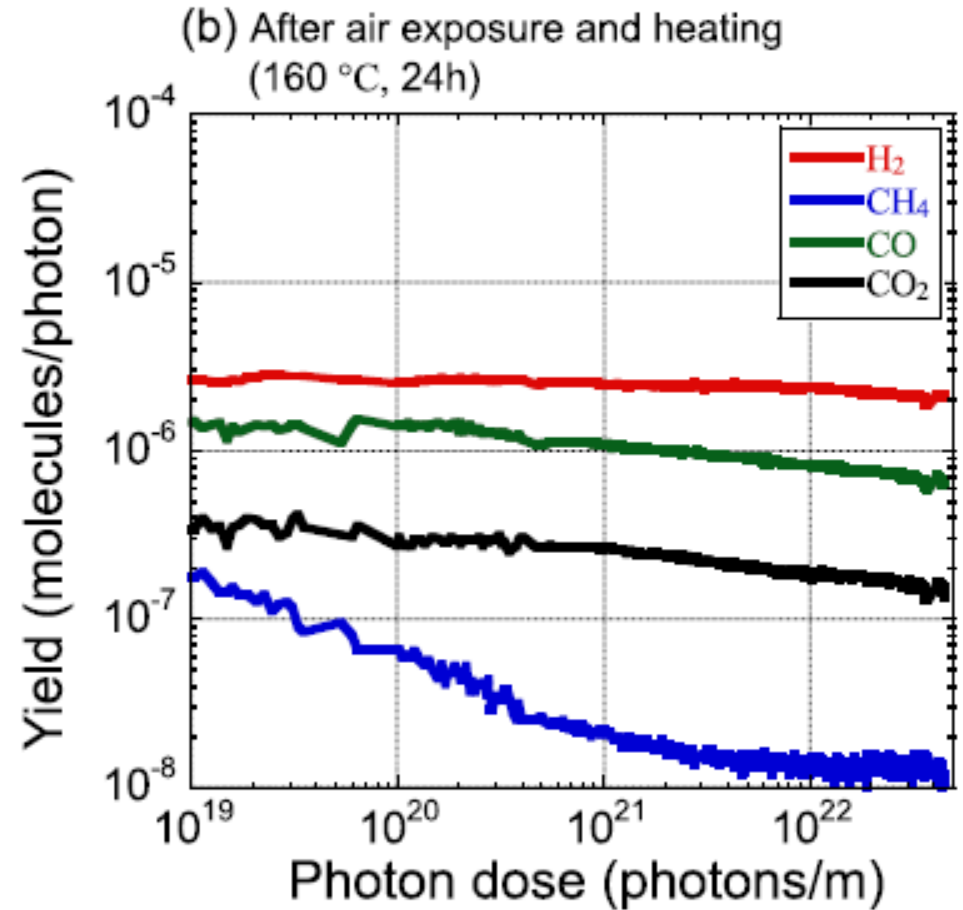
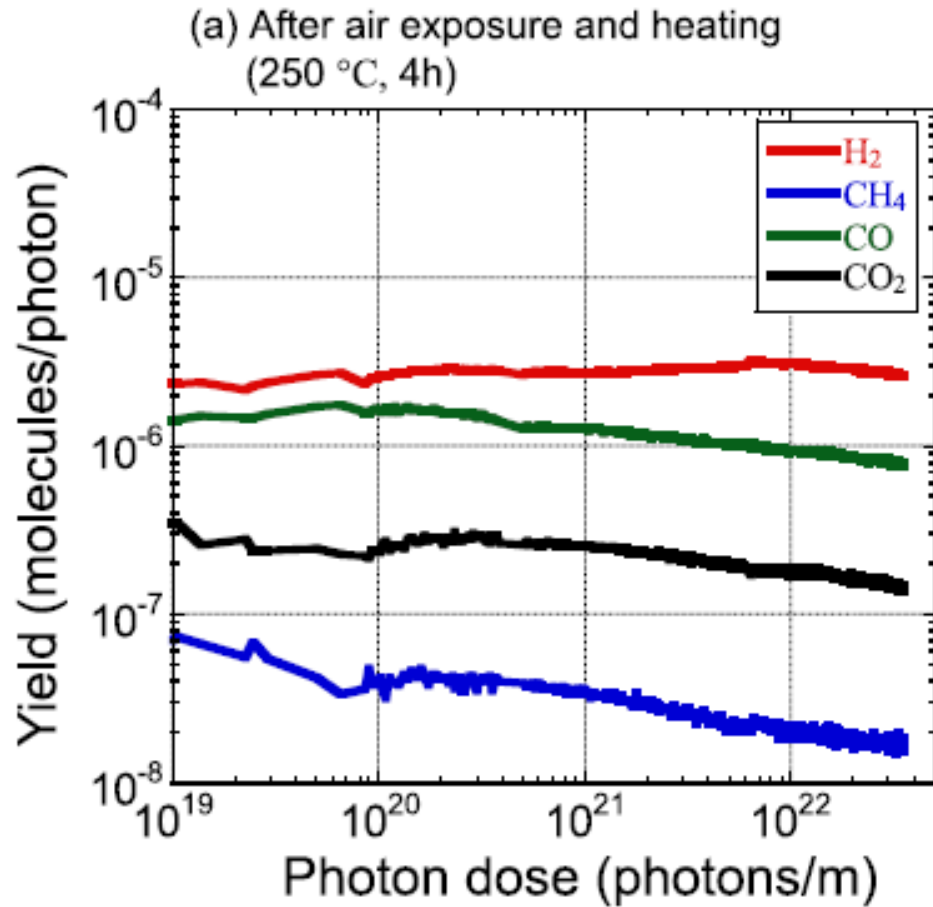
[X.G. Jin et al.](#), Vacuum 215 (2023) #112370.

特願 2023-034073 “真空配管及び真空配管の製造方法”

Pd膜（単層）でTiZrV膜より低いPSDが得られた。

密なPd膜の耐久性の評価

耐久性の評価：Pd膜を大気開放、加熱、PSD計測

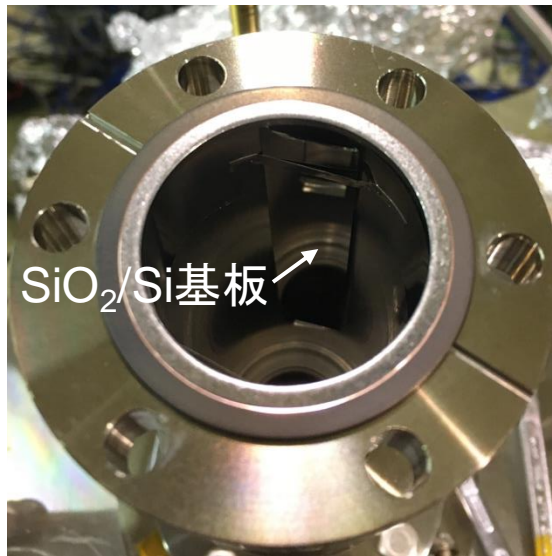


[X.G. Jin et al.](#), Vacuum 215 (2023) #112370.

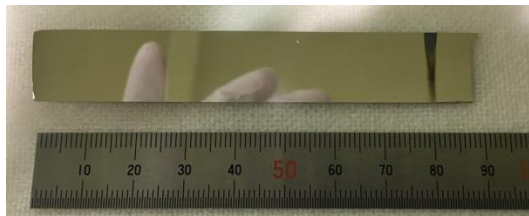
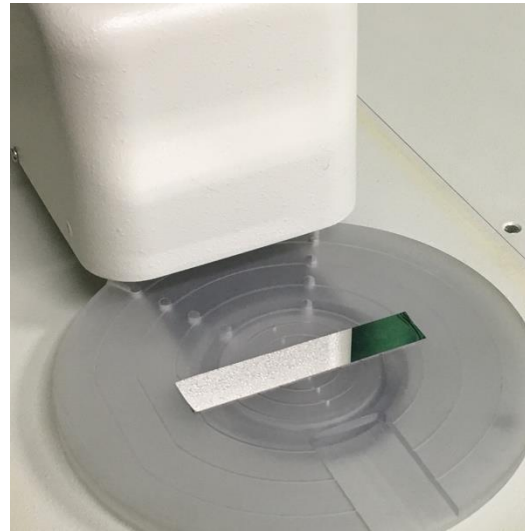
大気開放の影響をほとんど受けず、低いPSDを保つ。

密なPd膜の抵抗率

- ・ Pd膜をSiO₂/Si基板の上に作製し、DC抵抗率を測定。



Four-probe technique



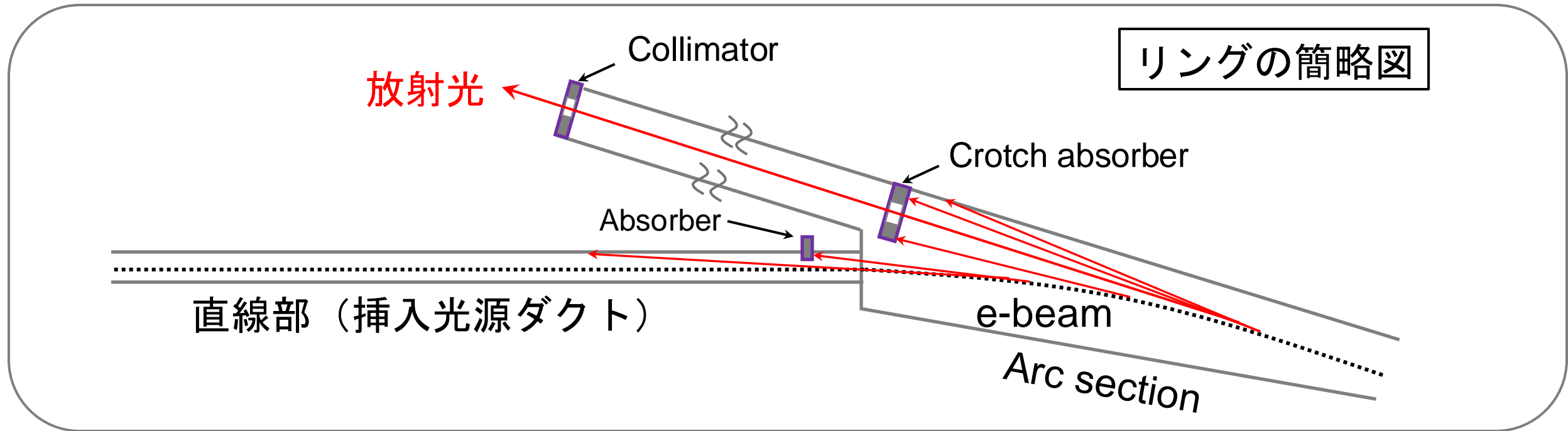
Pd成膜条件と抵抗率値

	Pd film(I)	Pd film(II)
電圧 (V)	500	700
Kr圧力 (Pa)	0.9	0.5
膜厚 (μm)	2.5	1.8
抵抗率 (μΩ·cm)	30	18

金属抵抗率値 (単位μΩ·cm)

Cu	1.6
Pd	10.9
Zr	40
Ti	43~170
TiZrV	175

放射光源加速器への応用



- ・ 挿入光源のダクト (Resistive wall impedanceの効果が大きい) —

超低PSD・低抵抗率・長耐久性の密なPd膜

- ・ 他のダクト — 超低PSD・長寿命Pd表面層を持ったNEG膜 (Pd/Ti、Pd/Zr)

- ・ アブソーバー — 低PSDのAg膜 [X.G. Jin et al., Vacuum 207 \(2022\) #111671.](#)

まとめ

- ・ PF継続機のために、コーティング膜の開発を積極的に進めてきた。
- ・ Pd表面層を導入したNEG膜を開発し、**超低PSD・長寿命**を実現した。
- ・ 密なPd膜を開発し、**超低PSD・低抵抗率・長耐久性**を実現した。