

放射光ビームライン用 4 象限スリットへの無酸素 Pd/Ti 非蒸発ゲッター蒸着

OXYGEN-FREE Pd/Ti NONEVAPORABLE GETTER DEPOSITION ON 4-QUADRANT SLITS FOR SYNCHROTRON RADIATION BEAMLINES

○菊地貴司^{#A)}, 片岡竜馬^{A)}, 田中宏和^{A)}, 若林大佑^{A,B)}, 大東琢治^{A,B)}, 石井晴乃^{A)}, 仁谷浩明^{A)}, 間瀬一彦^{A,B)}
Takashi Kikuchi^{#, A)}, Ryoma Kataoka^{A)}, Hirokazu Tanaka^{A)}, Daisuke Wakabayashi^{A,B)}, Takuji Ohigashi^{A,B)}, Haruno
Ishii^{A)}, Hiroaki Nitani^{A)}, Kazuhiko Mase^{A,B)}
^{A)} High Energy Accelerator Research Organization (KEK), ^{B)}SOKENDAI

Abstract

Nonevaporable getter (NEG) is a material that produces a reactive surface when heated in an ultrahigh vacuum (UHV), and the reactive surface sorbs residual gases and maintains UHV at room temperature. When NEG is deposited on the inner surface of a vacuum vessel, the outgassing from the vacuum vessel is reduced and the NEG-deposited film pumps active residual gases after baking. It also has the advantages of reducing space for vacuum pumps, not requiring a dedicated power supply and current feedthroughs, downsizing of the equipment, ensuring of safety and security in the event of power loss, and low cost. In the field of accelerator, a technology for depositing TiZrV, a kind of NEG, on the inner surface of vacuum ducts of accelerators has been established, but its application to synchrotron radiation beamlines has not yet begun. Therefore, we have developed a new NEG deposition technique, oxygen-free Pd/Ti deposition, which is suitable for synchrotron radiation beamlines. Oxygen-free Pd/Ti pumps residual H₂ and CO after baking at 150 °C for 6 hours. Since oxygen-free Pd/Ti deposition has a feature of extremely low content of light elements such as hydrogen, carbon, and oxygen, it is expected to reduce outgassing when applied to the 4-quadrant slit for shaping the white synchrotron radiation beam. Therefore, we performed oxygen-free Pd/Ti deposition on four tantalum slits in BL-11B (soft X-ray) and BL-11A (hard X-ray), newly constructed beamlines at the synchrotron radiation (SR) facility Photon Factory (PF) in High Energy Accelerator Research Organization (KEK). As a result, outgassing from the oxygen-free Pd/Ti-deposited 4-quadrant slits was found to be smaller than non-deposited 4-quadrant slits when they were irradiated with white SR light. These results suggest that oxygen-free Pd/Ti deposition is promising for the production of low outgassing devices such as absorbers and masks.

1. はじめに

超高真空中で加熱すると反応性の高い表面が生成し、残留ガスを吸着、吸蔵して真空排気する材料を非蒸発型ゲッター (nonevaporable getter, NEG) と呼ぶ[1-7]。真空容器の内面に NEG を蒸着すると、真空容器からの放出ガスが減少するとともに、ベーキング後に NEG 蒸着膜が活性な残留ガスを排気する。また、真空ポンプ設置スペースを削減できる、専用電源、電流導入を必要としない、装置を小型化できる、電源消失時にも安全安心を確保できる、低コストである、などの利点もある。加速器分野では真空ダクト内面に最低活性化温度が 180°C の NEG であるチタンジルコニウムバナジウム合金 (TiZrV) を蒸着する技術が確立されているが[8-12]、放射光ビームラインへの応用は行われていない。そこで我々は放射光ビームラインに適した新しい NEG として、10⁻⁷~10⁻⁸ Pa の超高真空中での昇華法によりチタン (Ti) を製膜し、パラジウム (Pd) を製膜する無酸素 Pd/Ti 蒸着法を開発した[13,14]。無酸素 Pd/Ti 蒸着膜は 150°C 加熱で活性化し、水素 (H₂) を初期排気速度 3.2 L s⁻¹ cm⁻²、一酸化炭素 (CO) を初期排気速度 7.6 L s⁻¹ cm⁻² で排気する[15]。無酸素 Pd/Ti は TiZrV に比べると活性化温度が低い、製膜コストが低いといった利点があるため、放射光ビームラ

インへの応用には適している。また、超高真空中での昇華法により製膜し、表面を貴金属である Pd で覆うため、水素、炭素、酸素などの軽元素の含有量が極めて少ないという特長もある。このため、放射光ビームライン上流部では白色放射光ビームを成形するための 4 象限スリットに応用すればガス放出を低減できると期待される。そこで本研究では、PF に新しく建設される BL-11 の軟 X 線 (SX) 用タンタル製 4 象限スリット 4 枚および硬 X 線 (HX) 用タンタル製 4 象限スリット 4 枚に無酸素 Pd/Ti 蒸着を行なった。その結果、4 象限スリットに白色光を照射したときのガス放出を低減できたので報告する。

2. 無酸素 Pd/Ti 蒸着法

無酸素 Pd/Ti 蒸着用の蒸着源と蒸着装置を Fig. 1 に示す。無酸素 Pd/Ti 蒸着用蒸着源 (Fig. 1 左) は Ti フィラメント ((株)ウイザップ偕揚社製、500 mm、U 字形状)、Pd フィラメント ((有)バロックインターナショナル製、純度 99.95%、直径 0.8 mm、Pd 線、4 本の撚線、480 mm、U 字形状)、キャノンアネルバ (株) 製 4 ピン 50 A 電流導入から構成される。一方、蒸着装置 (Fig. 1 右) は、ICF203 六方管、液体窒素溜め付き ICF203/ICF70 ニップル、BA 真空計 (キャノンアネルバ、M-923HG)、ベントポート、ICF203 磁気浮上型ターボ分子ポンプ (エドワーズ、STP451)、ICF114 ターボ分子ポンプ、ピラニ真空計、フオアライントラップ、アイソレイトバルブ、油回転ポンプ、

[#] takashi.kikuchi@kek.jp

オイルミストトラップなどから構成される。蒸着源を蒸着装置の上部に設置した ICF203/ICF70 ニップルに ICF70/ICF70 ニップルを介して設置した (Fig. 1 右)。また、タンタル製 4 象限スリットは、ICF203 ブランクフランジ上にインコネル箔を介して、スポット溶接によって固定し (Fig. 2)、蒸着装置の ICF203 六方管の側面の ICF203 ポートに設置した。

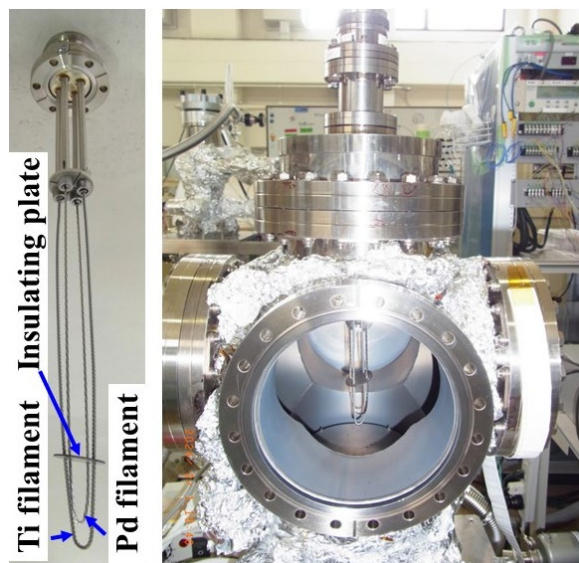


Figure 1: Deposition source (left) and equipment (right) for oxygen-free Pd/Ti deposition.

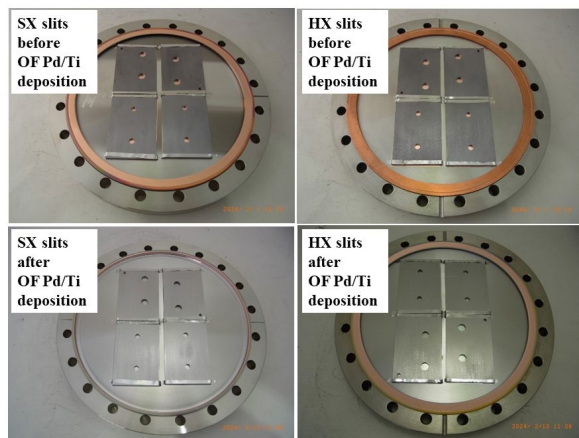


Figure 2: Four tantalum slits for soft X-ray beamline (BL-11B) and four tantalum slits for hard X-ray beamline (BL-11A) before and after oxygen-free (OF) Pd/Ti deposition.

本蒸着装置を真空排気したのち、150°Cで 24 時間ベーキングを行った。ベーキングと蒸着源脱ガス中の圧力推移を Fig. 3 に示す。蒸着装置を放冷して室温に戻し、BA 真空計の表示値が 7.74×10^{-9} Pa まで到達したところで、Ti フィラメントに 43 A 通電して Ti を 2 時間蒸着、次いで圧力を下げるために液体窒素溜め液体窒素を入れて、さらに Ti を 2 時間蒸着、次に Pd フィラメントに 40 A 通電して 5 時間 Pd 蒸着を行なった。Pd 蒸着中の蒸着装置の写真を Fig. 4 に示す。また、Ti、Pd 蒸着中の圧力推移を Fig. 5 に示す。Pd 蒸着終了 88 時間後の BA 真

空計の表示値は 4.08×10^{-9} Pa であった。この結果は無酸素 Pd/Ti 蒸着膜が残留ガスを排気していることを示唆している。

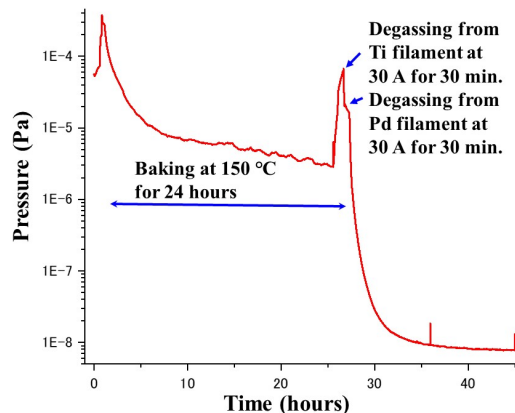


Figure 3: Pressure transition during baking and degassing of the Ti filament and the Pd filament in the oxygen-free Pd/Ti deposition equipment.

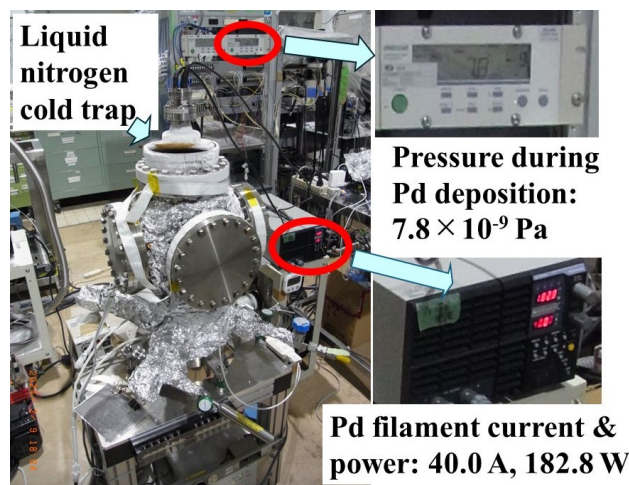


Figure 4: Deposition equipment during Pd deposition.

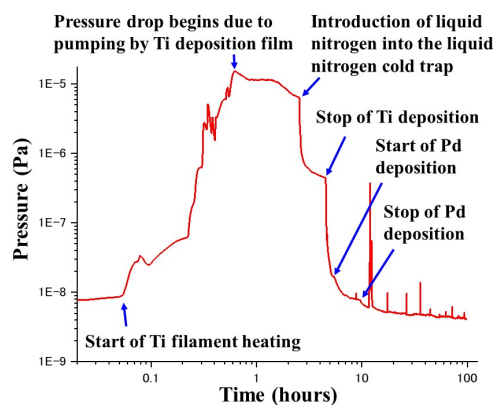


Figure 5: Pressure transition in the oxygen-free Pd/Ti deposition equipment during Ti and Pd deposition.

3. 無酸素 Pd/Ti 蒸着 4 象限スリットの設置

無酸素 Pd/Ti を蒸着したタンタル製スリットを用いて 4 象限スリットを製作し、軟 X 線 (SX) 放射光ビームライン BL-11B およびに硬 X 線 (HX) 放射光ビームライン BL-11A に設置した (Fig. 6)。4 象限スリットを設置した真空チェンバー (真空光学 (株)) はそれぞれ ICF203 磁気浮上型ターボ分子ポンプ (エドワーズ、STP451)、1 台にて排気されている (Fig. 7)。2 台の 4 象限スリットチェンバーは 100°C で 4 日間ベーキングを行って、 10^{-8} Pa 台の超高真空を実現した。

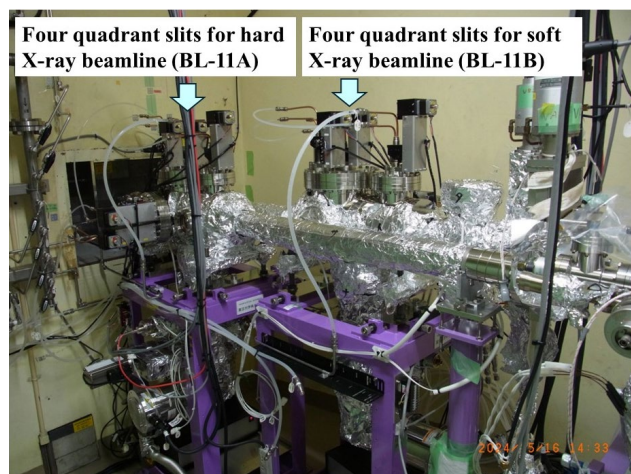


Figure 6: Four quadrant slits for hard X-ray beamline (BL-11A) and soft X-ray beamline (BL-11B).

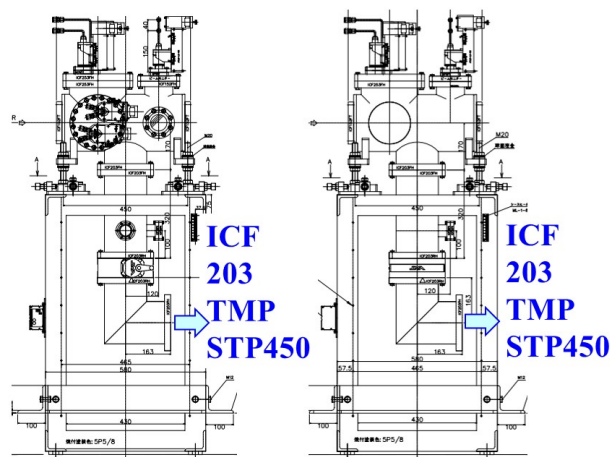


Figure 7: Four quadrant slit chamber for hard X-ray beamline (BL-11A) (left) and that for soft X-ray beamline (BL-11B) (right). Published with permission of Shinku Kogaku Inc.

4. 4 象限スリットへの白色放射光照射

4 象限スリットに白色放射光 (分光していない放射光) を照射したときの圧力の推移を Fig. 8 と Fig. 9 に示す。

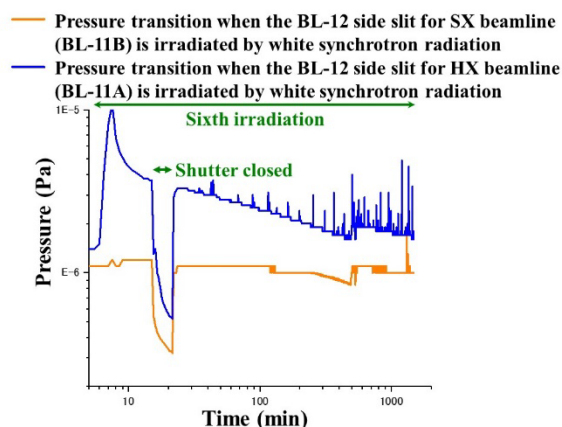
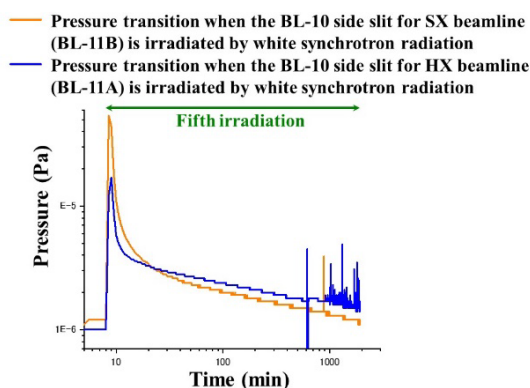
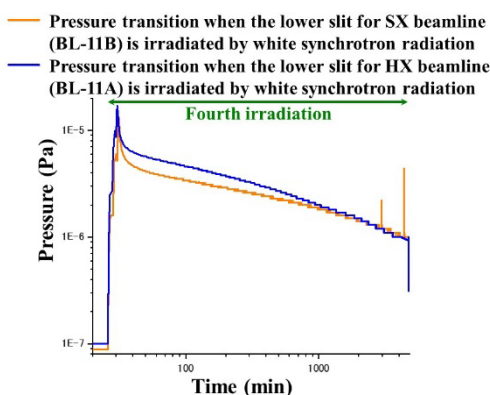
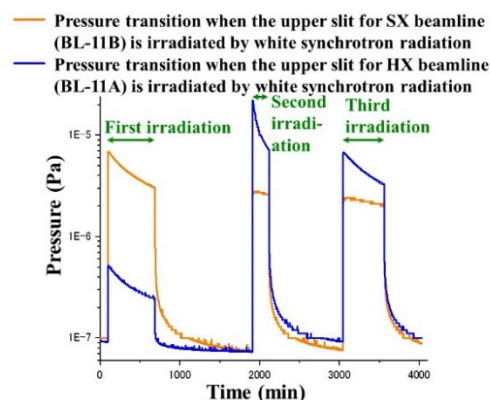


Figure 8: Pressure transition when the 4-quadrant slits are irradiated with white synchrotron radiation.

	Oxygen-free Pd/Ti deposition	Order of irradiation	Pressure before irradiation [Pa]	Max. pressure during irradiation [Pa]	Pressure after 1-hour irradiation [Pa]	Pressure after 3-hour irradiation [Pa]	Pressure 1 hour after the end of irradiation [Pa]
SX upper slit	With	1st	9.9×10^{-8}	6.9×10^{-6}	6.1×10^{-6}	4.8×10^{-7}	2.0×10^{-7}
HX upper slit	W/O		9.0×10^{-8}	5.2×10^{-7}	4.6×10^{-7}	3.7×10^{-7}	8.8×10^{-8}
SX upper slit	With	2nd	7.3×10^{-8}	2.8×10^{-6}	2.8×10^{-6}	2.6×10^{-6}	1.7×10^{-7}
HX upper slit	W/O		7.3×10^{-8}	2.2×10^{-5}	1.2×10^{-5}	7.8×10^{-6}	2.4×10^{-7}
SX upper slit	With	3rd	7.6×10^{-8}	2.4×10^{-6}	2.4×10^{-6}	2.3×10^{-6}	1.7×10^{-7}
HX upper slit	W/O		9.2×10^{-8}	6.8×10^{-6}	6.1×10^{-6}	4.9×10^{-6}	2.1×10^{-7}
SX lower slit	With	4th	8.8×10^{-8}	1.3×10^{-5}	3.5×10^{-6}	2.9×10^{-6}	
HX lower slit	W/O		1.0×10^{-7}	1.7×10^{-5}	4.8×10^{-6}	3.7×10^{-6}	
SX BL-10 side slit	With	5th	1.2×10^{-6}	5.4×10^{-5}	2.2×10^{-6}	1.8×10^{-6}	
HX BL-10 side slit	With		1.0×10^{-6}	1.7×10^{-5}	2.6×10^{-6}	2.1×10^{-6}	
SX BL-12 side slit	With	6th	1.1×10^{-6}	1.2×10^{-6}	1.1×10^{-6}	1.0×10^{-6}	
HX BL-12 side slit	W/O		1.5×10^{-6}	1.5×10^{-5}	2.7×10^{-6}	2.1×10^{-6}	

Figure 9: Pressure transition when the 4-quadrant slits are irradiated with white synchrotron radiation. “With” in the oxygen-free Pd/Ti deposition column means that the irradiated side of the slit that is deposited with oxygen-free Pd/Ti, while “W/O” means without deposition.

軟 X 線 (SX) ビームライン用上スリット、下スリット、BL-10 側スリット、BL-12 側スリット、および硬 X 線 (HX) ビームライン用 BL-10 側スリットについては、白色放射光照射面に無酸素 Pd/Ti 蒸着を行ったのに対し、硬 X 線 (HX) ビームライン用上側スリット、下側スリット BL-12 側スリットについては、白色放射光を照射しない面に無酸素 Pd/Ti 蒸着を行った。Fig. 8, Fig. 9 に示すように、第 1 回目の照射の場合を除き、白色放射光照射側に無酸素 Pd/Ti 蒸着を行ったスリットの方が、無酸素 Pd/Ti 蒸着を行わなかったスリットに比べて、白色光照射中の最大圧力、白色光照射 1 時間後の圧力、白色光照射 3 時間後、および白色光照射終了 1 時間後の圧力が小さくなった。この結果は、無酸素 Pd/Ti 蒸着を行ったスリットの方が、無酸素 Pd/Ti 蒸着を行わなかったスリットよりもガス放出が小さくなることを示している。

5. まとめと今後の展望

本研究では、タンタル製の BL-11A(HX)4 象限スリットブレードと BL-11B(SX)4 象限スリットブレードに無酸素 Pd/Ti を蒸着した。白色光照射面に無酸素 Pd/Ti 蒸着ありのスリット、白色光照射面に無酸素 Pd/Ti 蒸着なしのスリットの白色光照射中の最大圧力、白色光照射 1 時間後の圧力、白色光照射 3 時間後、および白色光照射終了 1 時間後の圧力を比較すると、白色光照射面に無酸素

Pd/Ti 蒸着ありのスリットの方がおおむね圧力が低かった。この結果は無酸素 Pd/Ti 蒸着膜からの光照射放出ガス速度はタンタルからの光照射放出ガス速度より小さいことを示している。無酸素 Pd/Ti 蒸着膜に含まれる水素、炭素、酸素などの軽元素がタンタルより少ないことが原因と考えられる。無酸素 Pd/Ti 蒸着を加速器のアブゾーバー、マスクなど強い放射光が照射される部品に利用できると期待される。

白色光照射後の無酸素 Pd/Ti が NEG として残留 H₂、残留 CO の真空排気に寄与しているかの検証、H₂、H₂O、CO、CO₂ などガス種別の放射光照射放出ガス速度の定量的測定が今後の課題である。

謝辞

本研究は、JSPS 科研費 (JP19K05280、22K04937)、TIA かけはし助成金 (TK22-053、TK23-004、TK24-002)、PF R&D プロジェクト予算によって部分的に支援されました。また、豊島氏 (KEK 物構研 PF)、西口宏氏 ((有) パロックインターナショナル) の貴重な助言とサポートに感謝します。また、SX 用 4 象限スリットチェンバー、HX 用 4 象限スリットチェンバーの図面の転載を許可くださった真空光学 (株) に感謝します。

参考文献

- [1] P. Manini, AIP Conf. Proc. **1149**, 1138 (2009).
- [2] E. Maccallini, F. Siviero, A. Bonucci, A. Conte, P. Srivastava, and M Paolo, AIP Conf. Proc. **1451**, 24 (2012).
- [3] LEP Vacuum Group, Vacuum **41**, 1882 (1990).
[4] C. Boffito, B. Ferrario, P. della Porta, and L. Rosai, J. Vac. Sci. Technol. **18**, 1117 (1981).
- [5] H. C. Hseuh and C. Lanni, J. Vac. Sci. Technol. A **1**, 1283 (1983).
- [6] C. Benvenuti and P. Chiggiato, Vacuum **44**, 511 (1993).
- [7] C. Benvenuti and P. Chiggiato, J. Vac. Sci. Technol. A **14**, 3278 (1996).
- [8] C. Benvenuti, P. Chiggiato, A. Mongelluzzo, A. Prodromides, V. Ruzinov, C. Scheuerlein, M. Taborelli, and F. Lévy, J. Vac. Sci. Technol. A **19**, 2925 (2001).
- [9] C. Benvenuti, P. Chiggiato, P. Costa Pinto, A. Escudeiro Santana, T. Hedley, A. Mongelluzzo, V. Ruzinov, and I. Wevers, Vacuum **60**, 57 (2001).
- [10] P. Chiggiato and P. Costa Pinto, Thin Solid Films **515**, 382 (2006).
- [11] M. L. Stutzman, P. A. Adderley, M. A. A. Mamun, and M. Poelker, J. Vac. Sci. Technol. A **36**, 031603 (2018).
- [12] X. Jin, Y. Tanimoto, T. Uchiyama, T. Honda, Vac. Surf. Sci. **64**, 1 (2021).
- [13] K. Mase and T. Kikuchi, PCT Patent, WO/2018/097325 (May 31, 2018).
- [14] T. Miyazawa, M. Kurihara, S. Ohno, N. Terashima, Y. Natsui, H. Kato, Y. Kato, A. Hashimoto, T. Kikuchi, and K. Mase, J. Vac. Sci. Technol. A **36**, 051601 (2018).
- [15] Y. Sato, T. Kikuchi, T. Miyazawa, S. Ohno, A. Hashimoto, M. Yamanaka, K. Mase, Vacuum **212**, 112004 (2023).