

PRODUCTION OF POLYMER COATED CARBON STRIPPER FOILS

H. Hasebe, H. Ryuto, N. Fukunishi, A. Goto, M. Kase and Y. Yano

RIKEN Nishina Center

2-1 Hirosawa, Wako, Saitama 351-0198, Japan

Abstract

In order to solve a common handling problem of thin carbon stripper foils, a polymer-coating method was developed. A layer of poly-monochloro-para-xylylene (Parylene-C) deposited on thin carbon foils was found to be very easy to handle. Parylene-C was also used to produce carbon foils thicker than 0.1 mg/cm^2 by alternately depositing carbon and Parylene-C. A 10-cm-diameter carbon foil was produced for a rotating-cylinder charge stripper.

ポリマーコーティング炭素薄膜の制作

1. はじめに

イオンビームの荷電変換に用いられるカーボン薄膜 (C-foil) はとても破れやすい。蒸着されたガラス等の基板よりC-foilを剥がす、剥がしたC-foilをホルダーに貼り付ける、C-foil付きホルダーを荷電変換装置に取り付ける、荷電変換装置を排気し大気開放するなど、これらの作業は熟練の技術と注意が必要となる。

破れにくいC-foilは以前硝酸セルロースをコーティングした市販品が存在した。しかしそのC-foilは高価で、 $3\text{-}20 \mu\text{g/cm}^2$ の限られた範囲の膜厚であった。C-foilに高分子をコーティングすれば取扱上破れやすい問題は解決する。しかしC-foilの寿命や性能に悪影響を与えるコーティング方法や素材では元も子もない。理研RIBFでは大面積C-foilを取り付ける回転円筒ストリッパ装置[1]を検討し装置は完成した。この大面積ホルダーにサポート無しで貼り付ける為にも薄くて破れない高分子素材が必要であった。常温で蒸着によってむら無く薄くC-foilをコーティングできビームの照射によって簡単に蒸発すると期待されたポリモノクロロパラキシリレン (パリレン-C) を選択した。

2. パリレン-Cの構造と蒸着行程

パリレン-Cの構造式は図1の蒸着室の部分に記載される。蒸着までの行程は大きく3つに分けられ、原料のダイマーは気化室で 175°C まで昇温し蒸発、ジモノクロロパラキシリレンへと変化する。その蒸気は 690°C の熱分解室にてモノクロロパラキシリレン、ラジカルなモノマーへと変化する。ガス状のモノマーは常温の蒸着室にて被着物上でお互いに重合し分子量約50万以上の高分子膜となりコーティングされる。余計なパリレン-Cは冷却トラップ (-70°C)にて回収される。

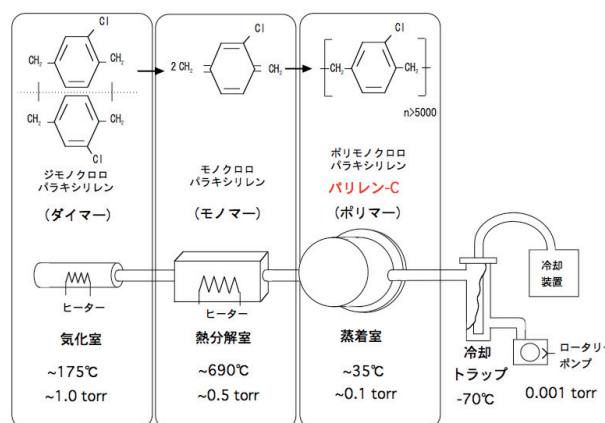


図1：パリレン-Cの蒸着行程と構造式

3. パリレン-CコーティングC-Foil

3.1 パリレン-C 蒸着装置

2005年8月、図2のLABCOTER (PDS 2010) SCS社製[2]を導入しパリレン-Cの蒸着を開始した。蒸着室は装置の上部に位置し5インチの基板が3-4枚入る大きさである。カーボンが蒸着されたガラスや金属の基板をLABCOTERの蒸着室にセットして $20\text{-}30 \mu\text{g/cm}^2$ のパリレン-Cをコーティングする。この範囲以下の厚みでは高分子膜としての強度は足りなくなる。また、それ以上の厚みになると高分子膜としての機能が強く働きビームを照射すると熱伸縮により薄膜単体より寿命が短くなる。パリレン-Cの膜厚の制御は投入するダイマーの量を加減して決定する。膜厚は被着物の面積にも影響される。膜厚の測定は蒸着の前後でサンプルの重さを量り計測する。一回のコーティングに掛かる時間は約1時間である。



図2 : LABCOTER (PDS 2010)の写真

3.2 単層コーティングC-foil

1層のC-foilにパリレン-Cを1層蒸着する場合、カーボンはアーク放電蒸発源やマグネトロンスパッタ源などを使用した物でも市販品でも構わない。図3はアリゾナカーボン社製[3]の $40 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ のC-foilにパリレン-Cを $20\text{--}30 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 蒸着した物(A)とそうで無い物(B)を原子間力顕微鏡(AFM)で表面を観察した画像である。パリレン-CはC-foilの表面の凹凸をややなめらかにする程度でしっかりとコーティングされていることが判る。

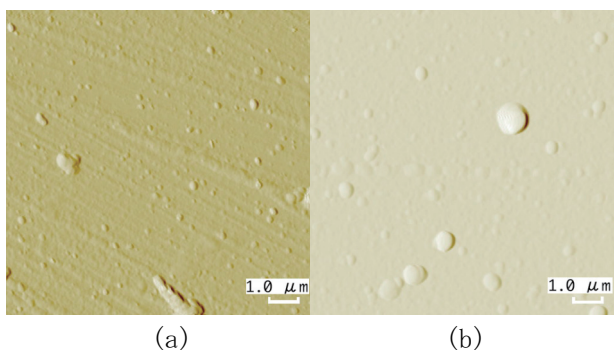


図3 : パリレン-Cを蒸着していないC-foil (a)と蒸着したC-foil (b)のAFM画像

3.3 多層コーティングC-foil

1層目のパリレン-Cをコーティングした後に再びカーボン、パリレン-Cと蒸着を繰り返すことで多層のコーティングC-foilが製作できる事を発見した。カーボン1層目を蒸着する蒸発源はアーク放電蒸発源でもマグネトロンスパッタ源でも構わないが2層目からはマグネトロンスパッタ源が適している。アーク放電蒸発源を用いるとピンホールが発生しや

すくなる。また各カーボンの膜厚を $50 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以上にすると同様にピンホールが発生しやすくなる。蒸着後は約 150°C で4-5時間アニーリングし熱ストレスを除去する。

3.4 大口径ホルダーへの貼付け

図4は多層コーティングC-foilを剥がし大口径ホルダーに貼り付ける作業前の写真である。剥離剤として塩化物を用い、カーボンとパリレン-Cが各11層蒸着された5インチガラス基板、貼り付ける大口径ホルダー、水に浮かべ剥離させる為の容器である。この多層C-foilはカーボン部分の厚みが $500 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ である。パリレン-Cの本来の色は透明だが厚みとカーボンの表面の関係でブルーに見える。

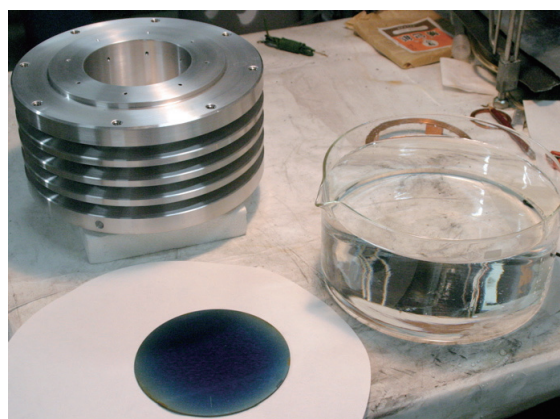


図4 : 多層C-foilを剥がし大口径ホルダーに貼り付ける作業前の写真

基板の外周にカッターで傷を付けて少しずつ基板と膜の隙間に水を浸みこませる。隙間全体に水が行き渡ったら水に浮かべる。細いナイロン糸の張られたホルダーに静かに掬い、それをホットプレートに乗せて乾燥させ、同時にホルダーと膜の間に静かに窒素ガスを吹きつけ、完全に水分を蒸発させる。膜を貼り付ける大面積ホルダーの縁(膜との接触部分)に真空グリスを少量添付し多層C-foilを静かに近づけ貼り付ける。

この大口径ホルダーを間もなくビームラインに設置予定の回転円筒ストリッパ装置に取り付け500 rpmまで回転させC-foilが破れない事を確認した。

4. 寿命測定

アリゾナカーボン社製のACF-10, 20, 40, 80 (カーボン厚み10, 20, 40, 80 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$) にパリレン-Cを1層 $20\text{--}30 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ コーティングした物としていないC-foilに $^{136}\text{Xe}^{9+}$ 、 $E=32 \text{ keV/nucleon}$ 、 $I=420 \text{ enA}$ 、ビームサイズ径5 mmのビームを照射し寿命を測定した。結果を図5の棒グラフで示す。判定は破れるまでとしCCDカメラと直後のファラデーカップで判断した。ACF-10, 20, 40のコーティングC-foilは若干寿命が短くなり、ACF-80ではほぼ一緒の結果となった。理研製の

超寿命C-foil [4] にパリレン-C を蒸着したものでも寿命に変化は見られなかった。多層膜の寿命測定はまだ行っていない。

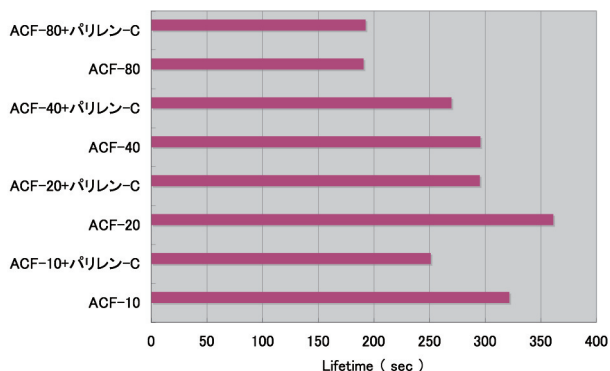


図5：パリレン-Cの有無によるC-foilの寿命

5. ビーム照射による膜の変化

大口径のホルダーに貼り付けた膜と同様に製作した多層コーティングC-foil (カーボン部分 $500 \mu\text{g}/\text{cm}^2$) を径14 mmのホルダーに貼り付け荷電変換膜として使用した [5]。照射したビームは $^{238}\text{U}^{35+}$ 、 $E=11 \text{ MeV/nucleon}$ 、約 $1 \text{ e}\mu\text{A}$ のビーム電流であった。図6のビームの照射されていない部分 (a) と照射された部分 (b) のC-foilの断面を電子顕微鏡 (SEM) [6] で撮影し電子プローブマイクロアナライザー (EPMA) [6] により定性分析をした。ビーム照射されていない部分は膜厚が約 $3 \mu\text{m}$ 、10層になっている。照射すると高分子部分は蒸発しカーボン1層だけになり膜厚は約 $1 \mu\text{m}$ になっている。カーボンの密度を $2 \text{ g}/\text{cm}^3$ とすると $500 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ の厚みは約 $2.5 \mu\text{m}$ なのでパリレン-Cの部分は $0.5 \mu\text{m}$ と推測される。膜厚の減少が激しいのはビームによる熱変形が考えられるがそれだけの問題では無いと思われる。EPMAの結果を図7に示す。照射されていない部分 (上) からはスパッタ源で使用したArガス、パリレン-Cの成分であるClのピークがあるが照射後 (下) はカーボンのみとなっている。

6. まとめ

パリレン-CをC-foilにコーティングすることにより取り扱い時の破れやすい問題を解決することができた。パリレン-Cはコーティングすることによって寿命に影響を与えることは無くビームにより蒸発することも確認した。パリレン-Cは接着剤としても機能し $100 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 以上の膜厚のC-foilを製造することが出来る。

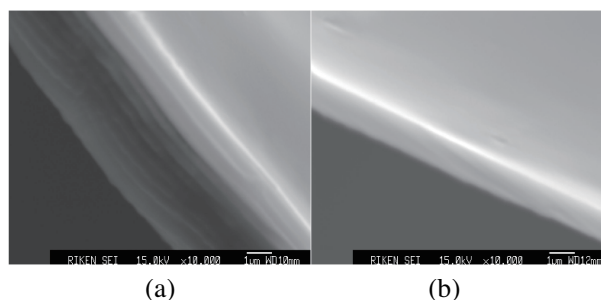


図6：ビーム照射していないC-foil断面 (a) と照射されたC-foilの断面 (b)のSEM画像

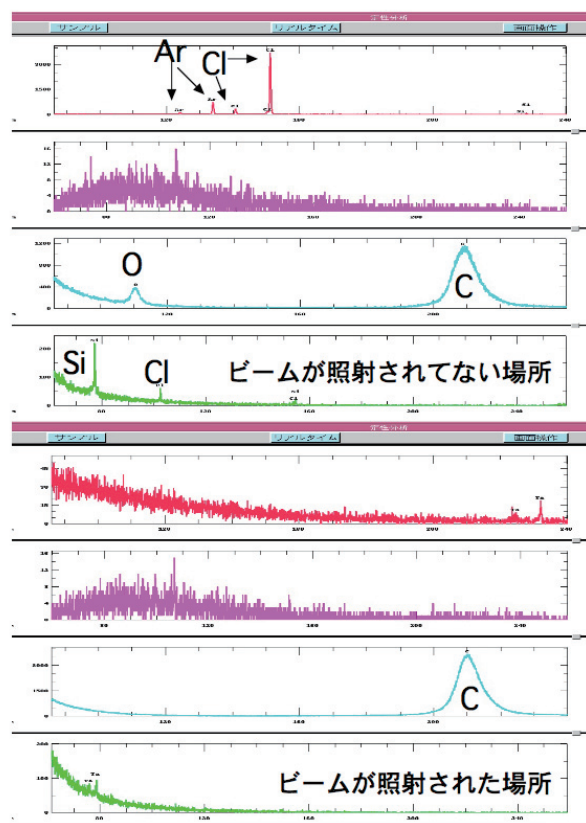


図7：EPMAによる多層コーティングC-foilの定性分析の結果

参考文献

- [1] H. Ryuto, H. Hasebe, N. Fukunishi, S. Yokouchi, A. Goto, M. Kase, and Y. Yano, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A **569**, 697 (2006).
- [2] Specialty Coating Systems (SCS)
URL: <http://www.scscoatings.com/>
- [3] ACF-Metals Arizona Carbon Foil Co. Inc.,
URL: <http://www.techexpo.com/firms/acf-metl.html>
- [4] H.hasebe, M. Kase, H. Ryuto, and Y. Yano, Proc. of CYCLOTRON04, Tokyo, Japan, 2004, p. 313.
- [5] H. Ryuto et al., in this proceedings.
- [6] K. Watanabe, RIKEN AD&SC