

NEG コーティングされた非円筒対称ビームダクトの真空排気特性評価 EVALUATION OF VACUUM PUMPING PERFORMANCE OF NEG-COATED NON-CYLINDRICALLY SYMMETRIC BEAM DUCTS

山本将博^{*,A,B)}, 谷本育律^{A,B)}, 内山隆司^{A)}, 渡辺瑠合^{B)}

Masahiro Yamamoto^{*,A,B)}, Yasunori Tanimoto^{A,B)}, Takashi Uchiyama^{A)}, Ruau Watanabe^{B)}

^{A)} High Energy Accelerator Research Organization (KEK)

^{B)} The Graduate University for Advanced Studies (SOKENDAI)

Abstract

NEG-coated beam ducts have been used in many advanced light source accelerators in the world in recent years, the NEG coated beam ducts are also planned to be used in KEK's next-generation synchrotron radiation source project, PF-HLS. NEG coatings are installed in accelerators after vacuum pumping characteristics are evaluated and confirmed to have sufficient performance, because the pumping performance of NEG coatings changes under various conditions. Last year, we tried NEG coating on the inner wall of the Q duct (PF-Q duct), which has a non-cylindrically symmetrical shape and is used in the PF storage ring, on a trial basis. Here, we report on the method and experimental results for evaluating the vacuum pumping characteristics of the NEG-coated PF-Q ducts.

1. はじめに

近年の世界の先端放射光源加速器では蓄積リングのビームダクトの口径が ϕ 30mm程度かそれ以下と小さく、従来のイオンポンプやゲッターポンプによる真空排気のみで超高真空を得ることが困難であること、および光刺激脱離を効果的に抑制できることから非蒸発型ゲッター (NEG) コーティングされたビームダクトの利用が広がっている [1,2]。KEK の次期放射光源加速器計画 PF-HLS においても NEG コーティングビームダクトの利用が検討されている [3,4]。KEK-PF ではその準備として、NEG コーティングに関する研究、技術開発およびその評価を進めており [5]、昨年度は非円筒対称ビームダクトへの NEG コーティングを検討、実施した [6]。具体的には、PF リングの四重極電磁石の口径に合わせて設計された形状のアルミ製のビームダクト (以下 PF-Q ダクトと呼ぶ) で、両端に ICF203 のステンレス製フランジが接合された長さ 500mm のダクトとなっている。これを 2 組準備し、昨年度はその 1 組に対して NEG コーティングを実施した。

長尺のビームダクト内壁への NEG コーティングは、カソードがワイヤー状のスパッタリングターゲットを利用したマグネトロンスパッタリング [7,8] により施されるが、NEG 膜の性能は、スパッタリングの諸条件 (ガス圧、電圧、電流、磁場、基板温度、成膜時間など) の他に、基板表面の材質、前処理 (研磨・洗浄) にも大きく依存するため、NEG コーティングを施したビームダクトを加速器へ実装する際は、事前に NEG 膜の健全性、排気性能等の評価が不可欠である。本研究では、昨年度 PF-Q ダクトへ施した NEG コーティングの排気性能を Transmission 法を用いて評価を試みた。

2. NEG コーティングダクト評価方法

通常、真空ポンプの排気性能評価を行う場合、対象の真空ポンプに対して既知のガス導入 Q を行い、その時の

ポンプ引き口の圧力 P から排気速度 S を求める方法が用いられるが、NEG コーティングが施されたダクトを評価する場合、ビームダクト入口の排気速度を知るよりもビームが通過するダクトの内部の真空状態を知ることが主な目的になること、また H_2O , CO , N_2 , O_2 , CO_2 など NEG 膜表面に強く吸着し、常温で内部へ拡散しないガス種の場合、これらのガス吸着量により吸着確率が大きく変わるため、これとは異なる評価方法を用いる必要がある。この目的に合致した評価方法として Transmission 法がある。この方法は、評価を行いたいダクトの両側に真空計を設置し、一方からガスを定量的に導入、両端の真空計の圧力値からダクト内面の分子の吸着確率を求める (Fig. 1)。

この評価には、真空シミュレーションが必要であり、シミュレーションコードとして Molflow+ [9] を利用した。評価系と合致した真空モデル形状を読み込ませ、設定されたすべての面に対してガス放出速度、排気速度、吸着確率、温度の条件を与え、指定したガス種に対して圧力分布を計算する。評価対象となる真空ダクト内面の吸着確率を変数としてスキャンし、吸着確率と両端の圧力値の関係を予め計算し、実験で得られた圧力値の情報から評価対象のダクトの吸着確率を推定する。

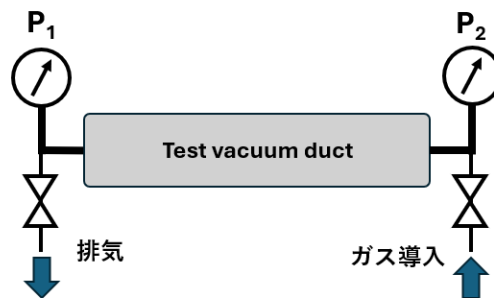
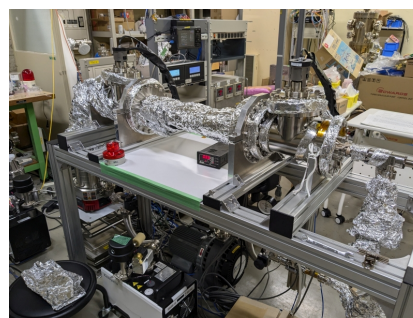
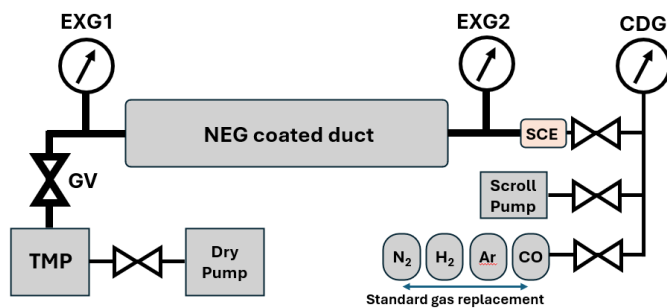


Figure 1: Schematic of typical transmission method.

* masahiro.yamamoto@kek.jp



(a) Schematic diagram of the test equipment

(b) Photograph of the test equipment

Figure 2: Schematic diagram and photograph of the experimental system.

3. 実験装置および MOLFLOW+ シミュレーション

3.1 実験装置

本実験装置の構成図および写真を Fig. 2 に示す。

評価の対象となる PF-Q ダクトは、昨年度 NEG コーティングを施したダクトとコーティングが無いダクトの2種類を準備した。ダクト部本体は A6063 の押出し材から出来ており、長さは 500mm、フランジ接合前に化学研磨処理が施されたものとなっている。フランジ接合後、KEK にて一度真空ベーキングを実施し、コーティング無しのダクトは窒素封入バックの中で保管、NEG コーティング品はコーティング実施後にスクロールポンプで真空引きで封止状態で保管し、評価試験セットアップ直前に大気状態として組み上げている。

評価するダクトの両端に取り付ける電離真空計としてライボルト社製エクストラクタゲージ IE514(EXG)を使用した。圧力の測定精度は $\pm 2\%$ である。この2台の真空計の計測値の誤差は評価結果に大きな影響を及ぼすため、評価装置へ設置する前に、KEK-PF 真空グループが所有する専用の真空計校正用 chamber へ設置、双方が同じ圧力条件で 3% 以内の範囲で同じ圧力を示すことを確認している。

ガス導入にはコンダクタンスが校正されている標準コンダクタンスエレメント (SCE) [10] を使用した。この SCE は安定な焼結した金属粉体から成り、焼結粉体の非常に狭い隙間に目的のガスを通わせてガスを導入する構造となっている。隙間が 1 μm 以下と非常に狭いため、およそ 10 kPa 以下の圧力条件下で分子流領域として扱え、その条件下でコンダクタンスは一定とみなすことができる。本研究では 25 °C の環境下で窒素ガスを用いて計測・校正されたコンダクタンス値 $C_{SCE} = 3.03 \times 10^{-10} [\text{m}^3/\text{s}]$ の SCE を使用した。このコンダクタンス値の精度は拡張不確かさ ($k=2$) として 6% である。導入ガスの流量 $Q [\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}]$ は、10 kPa 以下の圧力条件下で、SCE 上流部の圧力 P_{CDG} 、導入するガス分子の分子量を M 、導入ガス温度 $T [\text{K}]$ として以下の式で表すことができる。

$$Q = P_{CDG} \cdot C_{SCE} \cdot \sqrt{\frac{28}{M}} \sqrt{\frac{T}{298}} \quad (1)$$

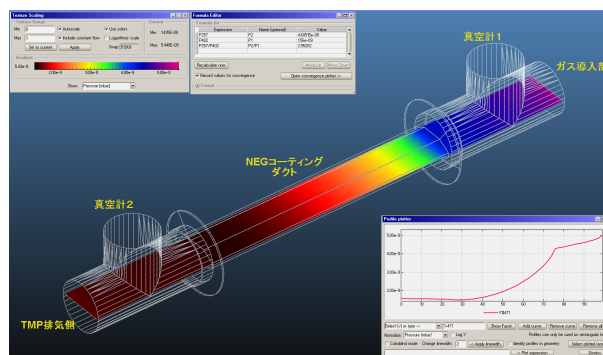


Figure 3: Calculation model and example of pressure distribution calculation under hydrogen gas introduction condition by Molflow+.

SCE の上流側を低～中真空領域で圧力制御することでガス導入量を制御する。この圧力測定には、ガス種に依らない高精度な絶対圧力の測定ができる隔膜真空計 (CDG) が利用できる。本研究には CDG として MKS 社製温度補正型バロトロン 626B を使用した。測定精度は 0.25% である。SCE の上流部の適用圧力範囲は数 kPa 以下であることから、フルスケールレンジとして、133 Pa と 1.33 kPa の2台のバロトロンを組み合わせ、1 Pa～1 kPa の3桁の範囲の圧力を精度よく計測した。

評価装置の排気系にはエドワーズ社製ターボ分子ポンプ (TMP) STP-iX457、そのフォアラインポンプとして檜山工業社製ルーツ型ドライポンプ NeoDry15G を使用した。

3.2 Molflow+ による吸着確率 vs 圧力比プロットの作成

試験ダクト両端の圧力比から試験ダクト内面の吸着確率の推定には Molflow+ に評価システムの真空領域の形状を読み込ませ、構成される表面に対して様々なパラメータを設定する (Fig. 3)。現状の Molflow+ では1種類のガス種のみ、分子流領域での圧力分布を計算することが可能となっているため、NEG コーティングダクトの評価の際は特に水素と一酸化炭素について分けて計算が必要となる。本研究では、以下の手法により Molflow+ の初期パラメータを決定した。まず、実験装

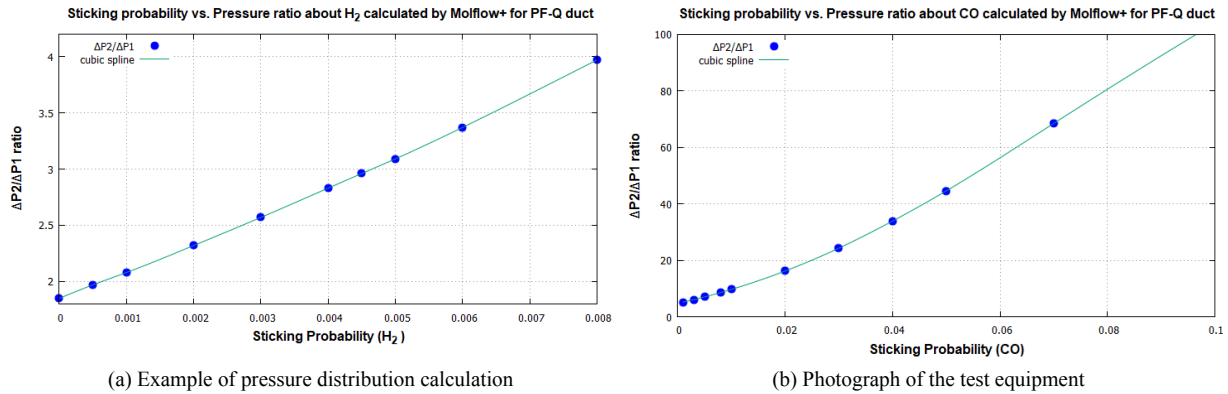


Figure 4: Calculation model and example of pressure distribution calculation under hydrogen gas introduction condition by Molflow+.

Table 1: Four experimental conditions in this study. All conditions are with the baking process completed.

	Base pressure [Pa]		NEG coating	Activation	CO saturation	Test gas species & introduction sequence
	EXG1	EXG2				
Data1	1.11×10^{-7}	1.27×10^{-7}	×	-	-	N_2, Ar, H_2, CO
Data2	1.09×10^{-7}	1.13×10^{-7}	○	×	-	N_2, Ar, H_2, CO
Data3	7.21×10^{-8}	8.35×10^{-8}	○	○	×	Ar, H_2, CO
Data4	7.43×10^{-8}	8.90×10^{-8}	○	○	○	H_2, Ar

置でベーキング後に得られる真空の残留ガスは水素が主成分であるとし、ダクト両端の真空計指示値について水素に対する感度を考慮した圧力を基準とする。そして、吸着確率がゼロの場合で水素ガスを導入し、その際の圧力も同様にもう一つの基準として、Molflow+上でこの両方の圧力値をほぼ再現するよう初期パラメータを決める。水素以外のガス種に対しては、バックグラウンドとなる評価装置内面からのガス放出量に対して十分大きなガス導入量の条件で両端の圧力値が実験と計算でほぼ一致するようにTMPの排気速度およびその面のガス放出量の2条件のみ決定し、他のパラメータは水素ガス計算時と同じとした。

評価に使用する圧力値として、両端の圧力値の比を使用する。圧力の比をとることで、電離真空計の場合にガス種による感度の圧力への影響をほぼキャンセルできる。さらにガス導入の有無の差の比を取ることでバックグラウンドの影響を抑えることができるため、ガス導入無しの場合のそれぞれの圧力を P'_1, P'_2 としたとき、

$$\frac{\Delta P_2}{\Delta P_1} = \frac{P_2 - P'_2}{P_1 - P'_1} \quad (2)$$

で表す圧力比を吸着確率を求めるための評価値として採用した。

後述するが、排気特性評価のためのガス導入量を $1 \times 10^{-7} Pa \cdot m^3/s$ とし、水素および一酸化炭素に対する吸着確率を変数として Eq. (2) の圧力比を求め、それぞれの吸着確率 vs 圧力比プロットを作成した (Fig. 4)。

4. 評価試験

4.1 試験準備と評価条件

排気特性評価の実験を行う準備として、まず最初にNEGコーティングされていないPF-Qダクトを用いてガス導入試験を行った。この目的としては、後で行うNEGコーティング有りの試験と比較を行うため以外に、前述したMolflow+の初期パラメータを決めるうえで吸着確率がゼロとして、かつガス放出速度の推定値を入れる点で有用である点が挙げられる。ガス導入前に、装置全体を160°Cで48時間ベーキングを行い、残留ガスとして水素が主要成分となる超高真空状況としたうえでガス導入試験を行う。導入するガスとして、窒素、アルゴン、水素、一酸化炭素の4種の純ガスを用いた。

その次にNEGコーティングを施したPF-Qダクトの評価を行った。こちらにも最初に同様にベーキングを行うのだが、ベーキング中にNEG膜を活性化させないように、ダクト部分だけは80°Cとする (Fig. 5a)。その後のガス導入評価は次に述べる3ステップで実施した。まずベーキング終了後、常温に戻った時点でガス導入試験を行う。その後NEGコーティング部となるダクト本体のみを160°Cで20時間加熱しNEG膜を活性化し (Fig. 5b)、常温に戻した後にガス導入試験を行う。そして次に一酸化炭素を導入し続け、NEG活性化前の圧力比とほぼ同等になるNEG膜の一酸化炭素に対して吸着飽和するまで導入した後にガス導入試験を実施した。これらの条件を表にまとめるとTable 1となる。

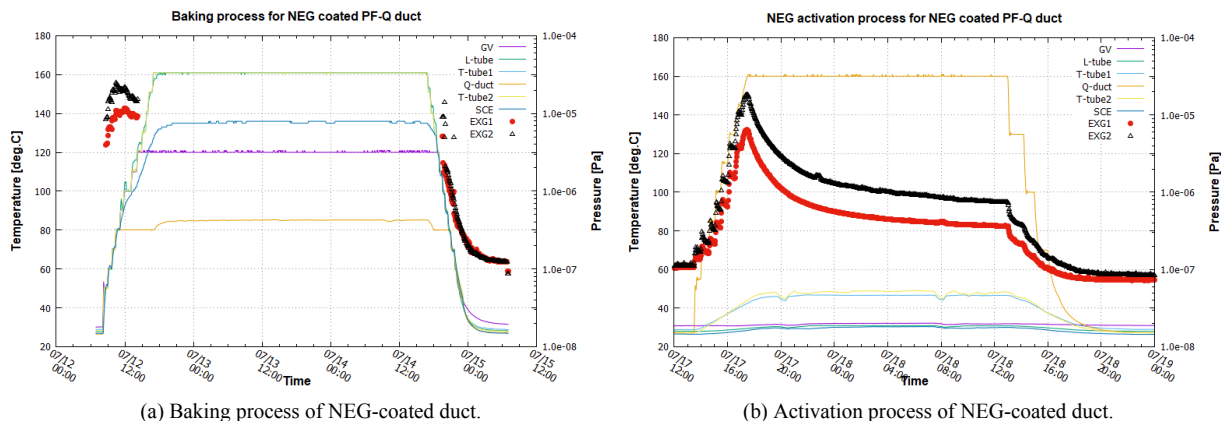


Figure 5: Temperature at various sites and vacuum trends during baking and activation process of NEG-coated ducts.

4.2 ガス導入量の判断

最初にアルゴンガスの導入の試験を実施した。その結果を Fig. 6 に示す。

アルゴンガスは NEG 膜の有無および活性・不活性に依らずダクトを通過するため、理想的には同じ形状、排気系、測定系の条件であればガス導入量と圧力比の関係は同じになるはずである。実際の系では異なる実験条件では到達圧力が異なるため、特にガス導入量が小さい条件下ではバックグラウンドとなる到達圧力の違いが評価結果に大きく影響する。特に今回はダクトの長さに対して断面積が比較的に大きく、また非円筒対称形状であることからガス導入量に対して計測された圧力比がどの範囲まで信頼できるかを評価する意味で本実験を行った。この結果から、ガス導入量として $1 \times 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 以上の範囲であれば、 $\Delta P_2/\Delta P_1$ は誤差 4.1% 以内で一定とみなすことができる。また、他の水素、窒素、一酸化炭素についてもコーティング無しのダクトに対するガス導入試験の結果から同様に $1 \times 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 以上の範囲で $\Delta P_2/\Delta P_1$ 比が一定とみなせる結果が得られていることから、吸着確率の評価実験の際のガス導入量として $1 \times 10^{-8} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 以上を条件とした。

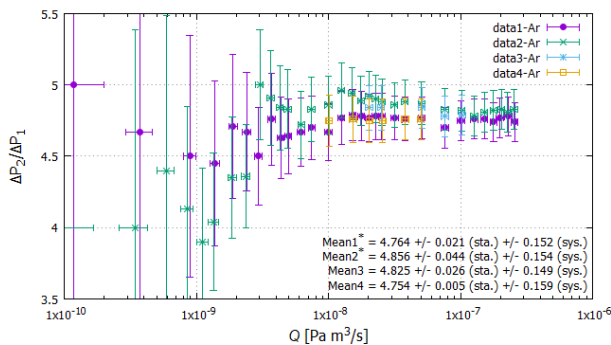


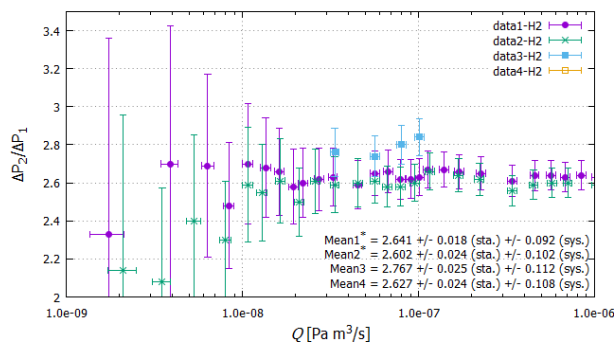
Figure 6: Result of Ar introduction test and pressure ratio for each experimental condition.

4.3 水素および一酸化炭素に対する吸着確率の推定

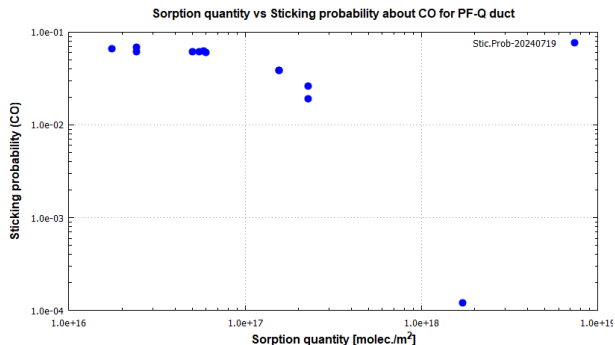
NEG 膜を前述の条件で活性化後に水素および一酸化炭素を導入、Eq. (2) に示した両端の真空計の圧力比と、Molflow+ シミュレーションで求めた吸着確率 vs 圧力比プロット (Fig. 4) を元にそれぞれに対して今回の PF-Q ダクトに施した NEG コーティング膜の吸着確率を推定した。水素および一酸化炭素に関する実験結果を Fig. 7 に示す。水素導入の結果から、NEG 膜活性化後 (Data3) は他の 3 条件の測定より優位に圧力比が大きい結果のように見受けられるが、その差は 0.1 程度と僅かであり、圧力比から求められる吸着確率は 0.0037 と見積もられた。一方で、一酸化炭素の導入試験では NEG 膜活性化後、ガス導入直後として得られた圧力比は約 70 と大きく、吸着確率は 0.07 と見積もられる。一酸化炭素は NEG 膜表面に吸着後、再活性化するまでその吸着サイトへ留まる性質があるため、一酸化炭素を導入し続けると徐々に圧力比が低下し、最終的には NEG 膜活性化前と同じ圧力比となる。この状態を CO 飽和吸着状態とした。ガス導入量の積算値 (Eq. (1) と時間の積) と今回試験を行った PF-Q ダクトの内面積 ($9.75 \times 10^{-2} \text{ m}^2$) から、単位面積当たりの吸着量と吸着確率のプロットの作成ができ、それを示したものが Fig. 7b である。この結果から、およそ一酸化炭素が 1 原子層相当分吸着する状況で吸着確率がほぼ失われる傾向がとらえられていることから、今回の活性化条件で一酸化炭素に対しては明確な排気作用が得られていると判断できる。

5. 考察

最初に水素導入による評価結果について考察する。今回の試験ダクト形状は長さに対して断面積が比較的大きい系であり、そのため、軽元素で分子速度の速い水素についてはコンダクタンスが大きくなり計算上でも大きな圧力比が得られない。さらに、評価する水素に対する吸着確率が小さいため、計算および計測の両方で大きなエラーが含まれる状態となった。さらに、吸着確率の推定について Molflow で吸着確率を設定し、発生する圧力比を求めているが、吸着確率ゼロの場合の計算と実測の圧力比の値の間に不一致が残っている。特



(a) Results of hydrogen introduction test.



(b) Dependence of sticking probability on the amount of CO introduction.

Figure 7: Results of hydrogen introduction and its pressure ratio in each condition and evaluation of CO molecules sorption per unit area vs sticking probability.

に、水素に対しては吸着確率ゼロの時の圧力比の値で4割程度の大きな不一致があり、現状の水素に対する吸着確率の推定値の結果は精度の点で不十分と言わざるを得ない。

一酸化炭素に対する排気特性評価の結果については、十分大きな圧力比が得られていること、および飽和吸着時に活性化前の圧力比にほぼ戻る状況から、推定される吸着確率については前述の水素のような不確かさは小さいと考えられる。

6. まとめと今後

昨年度実施した非円筒形状の PF-Q ダクトに対する DC マグネトロンスパッタリングによる NEG コーティングダクトの排気評価を通過法を用いて実施した。NEG コーティングダクトを 160 °C で 20 時間加熱する活性化を行った後、水素および一酸化炭素の導入を行い、活性化前と比較して排気性能を有する結果を得た。

Molflow+ による圧力分布シミュレーションを用い、吸着確率を変数としてガス導入時の評価ダクト両端の圧力比の関係を求め、その結果と実験から得られた圧力比の結果の比較から PF-Q ダクト上の NEG コーティング膜の吸着確率を推定した。ただし、水素に対しては計算と実測値の間に大きな不一致が残る状況であり、正確な排気特性評価には改善が必要である。また、ダクトの長さに対して口径が大きく、水素に対するコンダクタンスが大きい場合の水素に対する排気特性の評価については今回の実験および計算は適切ではなく、試験方法の改善あるいは別の方法の検討が必要と思わ

れる。

謝辞

本実験の設備の整備に等において、加速器第6研究系真空グループよりサポートを頂きました。東日本技術研究所の路川徹也氏には実験データ取得に関するサポートをいただきました。本研究の一部は、科研費 24K07079 により実施されました。

参考文献

- [1] M. Grabski and E. Al-Dmour, *J. Synchrotron Rad.*, vol. 28, p. 718-731, 2021.
- [2] R. M. Seraphim *et al.*, *Proc. IPAC2021*, Campinas, SP, Brazil, May 2021, pp. 3455-3458.
- [3] K. Harada *et al.*, *J. Synchrotron Rad.* 29, 118-124 (2022).
- [4] Photon Factory Hybrid Light Source Conceptual Design Report ver. 1 (2024), https://www2.kek.jp/imss/pf/pf-hls/library/pfhls_cdr_ver1.1.pdf
- [5] Y. Tanimoto *et al.*, SRI2015, AIP Conf. Proc. 1741, 020036 (2016).
- [6] M. Yamamoto *et al.*, PASJ2023, Funabashi, Japan, Aug. 2017, WEP28.
- [7] C. Benvenuti *et al.*, *J. Vac. Sci. Technol. A* 16, 148-154 (1998).
- [8] C. Benvenuti *et al.*, *Vacuum* 53, 219-225 (1999).
- [9] Molflow+ code developed by R. Kersevan and M. Ady, <https://molflow.web.cern.ch/>
- [10] H. Yoshida *et al.*, *Vacuum* 86 (2012) 838-842.