

# BeCu製Q-massを用いた ガス放出係数の測定

広島大学 細田誠一

平成23年 2月18日

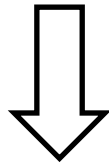
第31回高輝度電子源開発グループ会議

# 報告内容

- BeCu製Q-massを用いた、ガス放出係数測定装置の作製
- Q-massからのガス放出係数の測定
- 装置からのガス放出量の測定
- 装置の測定精度の考察
- チタンからのガス放出係数の測定
- アレニウスプロットによる活性化エネルギーの測定
- 今後の予定

# 目的

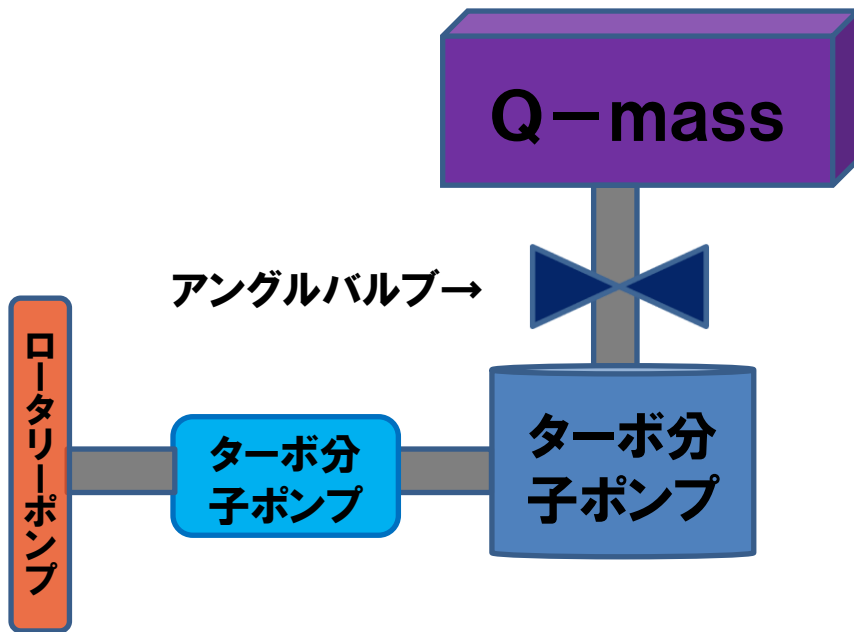
従来のQ-massではそれ自体からのガス放出が大きいため、小さいガス放出係数を持った試料の測定が難しい。



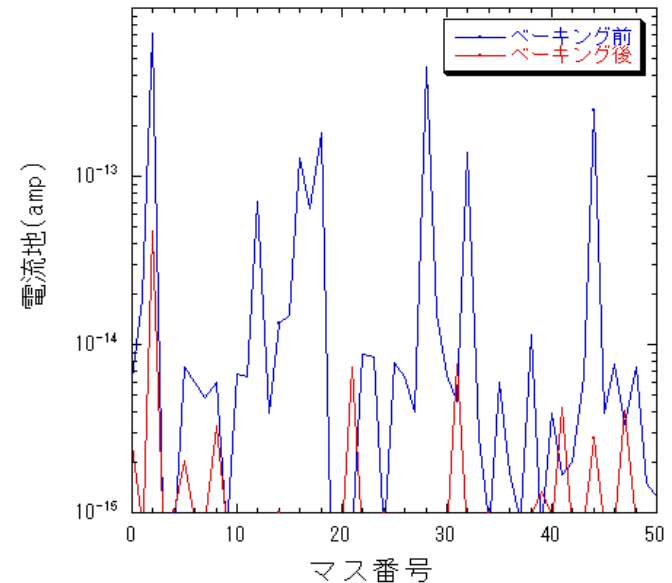
- 比較的ガス放出係数が少ないとされるBeCu製のQ-massを用いて、ガス放出測定装置の構築
- 高い精度で試料からのサンプルからのガス放出係数の測定

# 実験装置の作製(1)

- ・実験装置の作製
- ⇒ベーキング:約200°Cで180時間
- ・ベーキングによる効果が確認された
- ・到達真空度:4.31E-7Pa



装置概念図①



ベーキング前後での  
マススペクトルの変化

# Q-massからのガス放出係数の測定

測定方法:ビルドアップ法

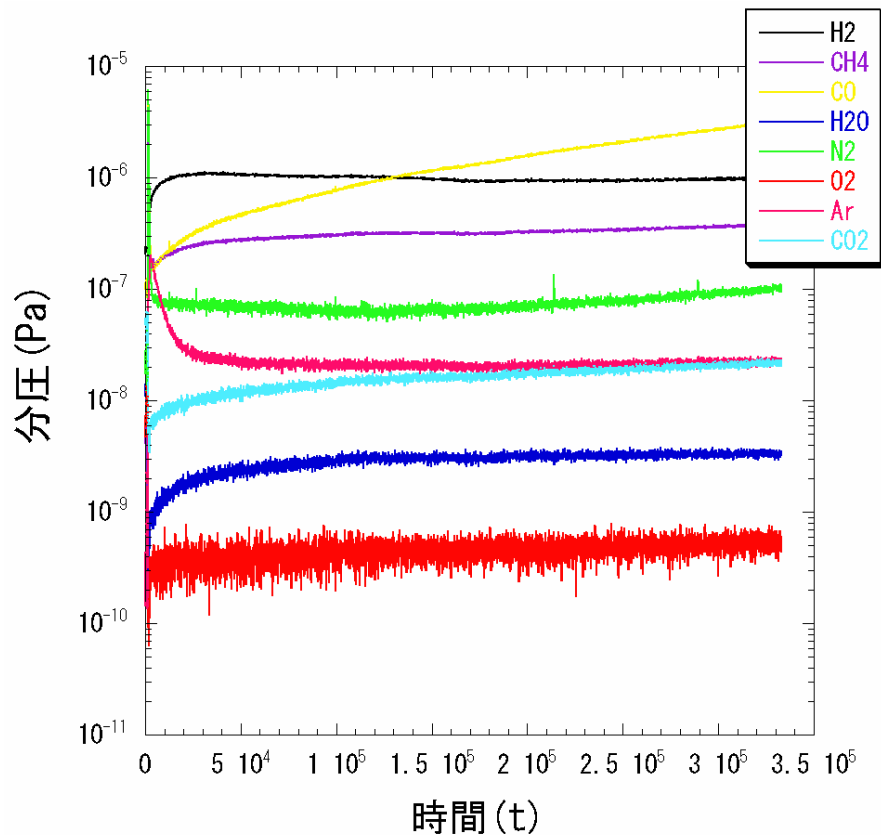
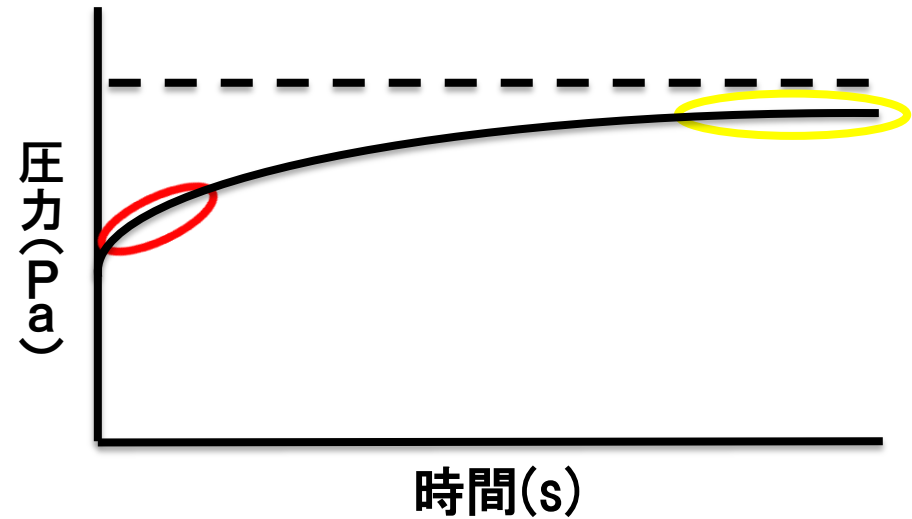


図3 Q-massのみビルドアップ



① 付近での式(I)を用いた解析

$$V(dP/dt) = Q \quad (I)$$

②式(II)を用いた分析解析

$$P = (Q/S)[1 - \exp(-S/V)t] \quad (II)$$

③②で求められた排気速度を用いて  
付近における式(III)による解析

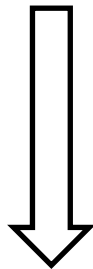
$$Q = PS \quad (III)$$

Q:ガス放出量、V:真空容器の体積、S:排気速度

# Q-massからのガス放出係数の測定

解析(Ⅰ)(Ⅱ)(Ⅲ)によるガス放出係数

ガス種	q(解析Ⅰ)	q(解析Ⅱ)	q(解析Ⅲ)
H <sub>2</sub>	6.92E-13	2.34E-12	2.31E-12
CH <sub>4</sub>	1.60E-14	1.67E-13	1.94E-13
CO	5.01E-14	7.22E-14	4.69E-16
H <sub>2</sub> O	6.87E-16	8.42E-16	8.84E-16
N <sub>2</sub>	1.50E-13	2.69E-12	3.71E-12
O <sub>2</sub>	9.33E-18	4.09E-13	3.54E-13
Ar	6.53E-13	4.29E-13	4.17E-13
CO <sub>2</sub>	1.69E-15	2.76E-15	3.22E-15



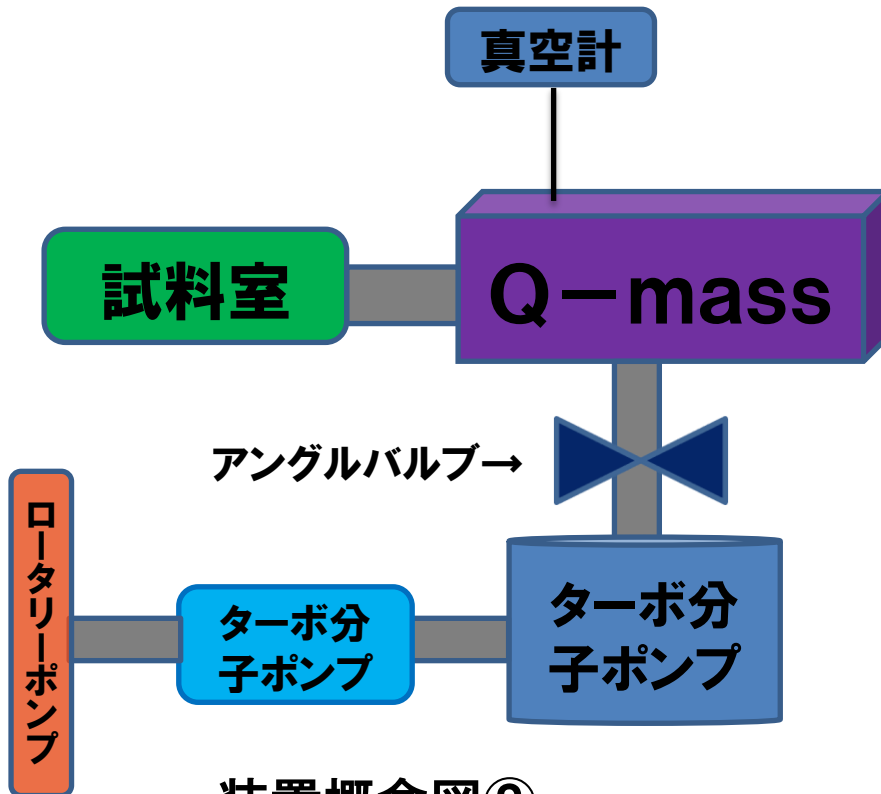
- ・各解析値はおおよそ等しいため、整合性に問題はないと思われる
- ・(Ⅰ)における、水素、メタン、窒素、酸素については傾きの取り方が問題
- ・この値の平均値がQ-massにおけるガス放出係数であると考え
- ・この値は極めて小さいといえる

Q-massからのガス放出係数

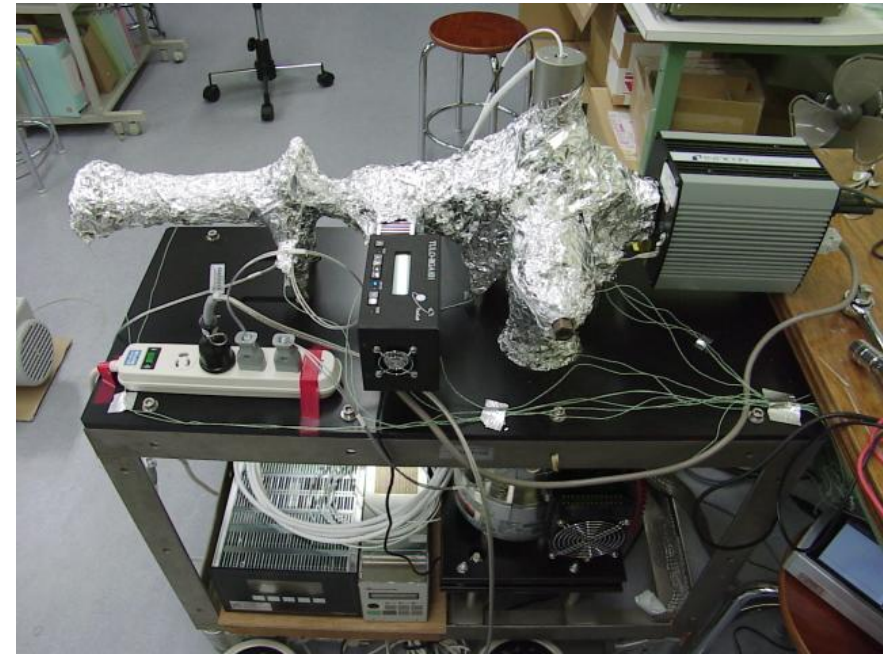
ガス種	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	CO	H <sub>2</sub> O	N <sub>2</sub>	O <sub>2</sub>	Ar	CO <sub>2</sub>
q[Pa・m/s]	1.76E-12	1.26E-13	4.01E-14	8.04E-16	2.18E-12	2.54E-13	5.00E-13	2.55E-15

# 実験装置の作製(2)

- ・試料室、真空計(3Bゲージ)の取り付け  
⇒ベーキング:約200°Cで48時間
- ・到達真空度:6.04E-7Pa



装置概念図②



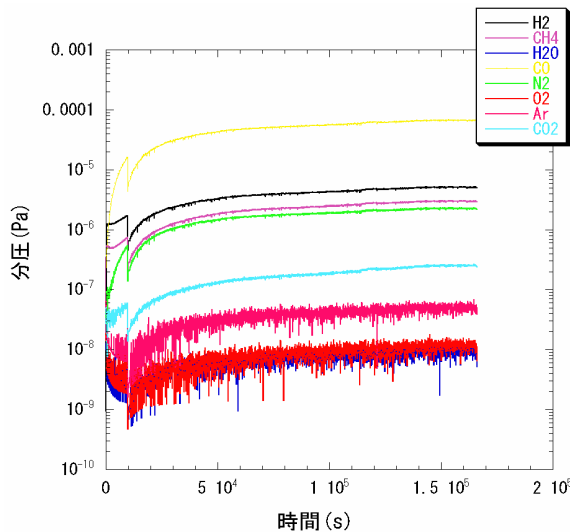
実験装置写真

# 装置からのガス放出係数の測定

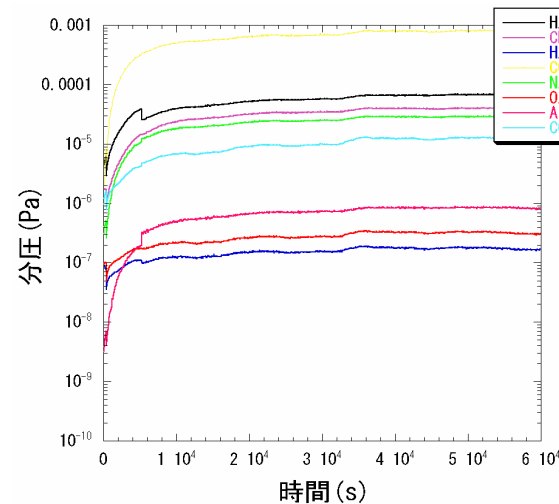
測定方法:ビルドアップ法

解析方法:Q-massのみ測定時と同様

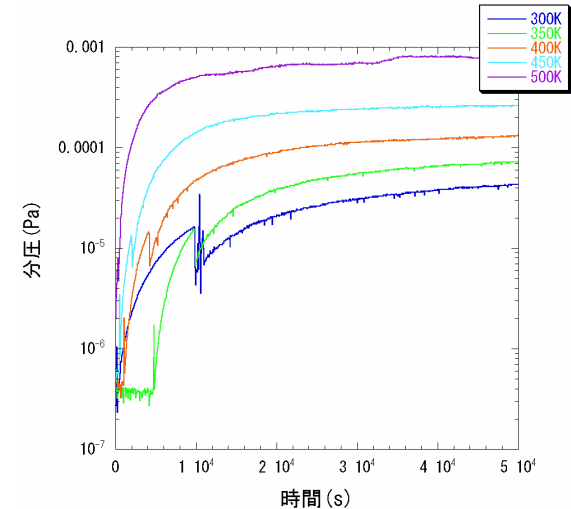
・300K、350K、400K、450K、500Kで測定



300K サンプルなし



500K サンプルなし



COの圧力の温度依存性

- ・温度が上昇するにつれて平衡圧力位置が上昇
  - ・各ガス種における分圧比は温度が変わってもおよそ一定
  - ・途中少しガタついているのはレンジ変更による影響だと思われる
- ⇒解析(Ⅰ)(Ⅱ)(Ⅲ)によって得られた値の平均値をこの装置のガス放出量とした



# 装置からのガス放出係数の測定

## サンプルなしでのガス放出量

	Q:H2	Q:CH4	Q:H2O	Q:CO	Q:N2	Q:O2	Q:Ar	Q:CO2
300K	8.83E-14	7.57E-15	6.88E-17	6.27E-13	2.88E-14	7.82E-17	3.65E-16	1.59E-15
350K	1.26E-13	6.79E-14	2.54E-16	8.39E-13	5.84E-13	2.66E-16	1.34E-15	4.33E-15
400K	4.03E-13	2.27E-13	9.25E-16	2.74E-12	1.82E-12	1.08E-15	4.09E-15	2.12E-14
450K	1.05E-12	6.38E-13	3.06E-15	5.82E-12	5.62E-12	3.99E-15	4.29E-14	7.27E-14
500K	4.85E-12	2.35E-12	1.60E-14	1.50E-11	1.69E-11	2.29E-14	4.50E-14	5.97E-13

単位:Pa・m<sup>3</sup>/s

# 測定精度の考察

- ・試料からのガス放出がバックグラウンド以上あれば、ノイズに埋もれることなく測定可能であると仮定
- ・測定に使用予定の試料から、バックグラウンドと同程度のガス放出がある場合の試料のガス放出係数を求める

室温におけるガス放出係数の測定限界値

q:H2	q:CH4	q:H2O	q:CO	q:N2	q:O2	q:Ar	q:CO2
4.52E-14	9.32E-15	5.21E-17	2.58E-13	8.52E-14	5.56E-17	2.58E-16	9.41E-16

単位: Pa・m/s

⇒上の値以上のガス放出係数をもった試料であれば測定可能である。

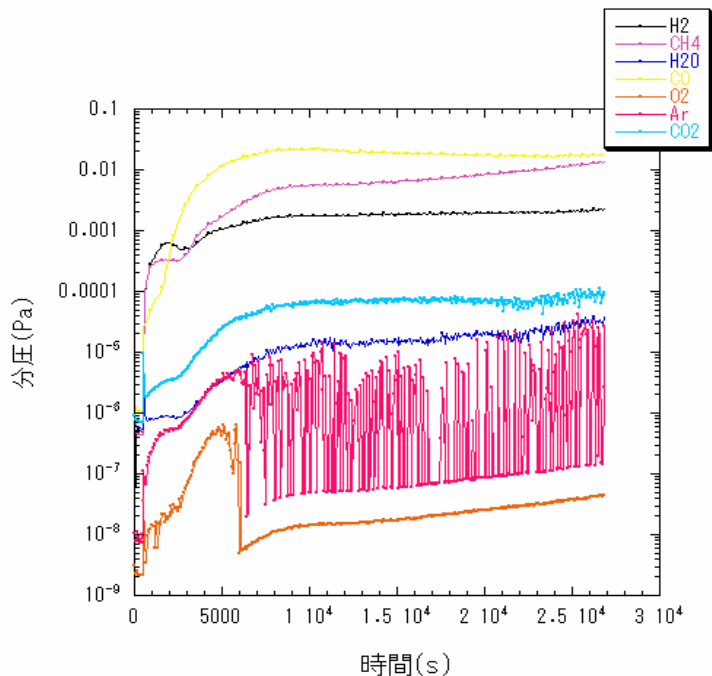
- ・全圧のガス放出係数は $3.99E-13 \text{ Pa} \cdot /s$ より、ガス放出係数が最小であるとされるチタン( $6E-13 \text{ Pa} \cdot /s$ )でも直接測定が可能

# チタンからのガス放出係数の測定

- 試料室へのチタンの挿入
- ベーキング: 200°C、48時間

測定方法・解析方法: これまでと同様

- 300K、350K、400K、450K、500Kで測定



←500Kでの測定では圧力が真空計の上限を超えたために、圧力がうまく測定できなかったと思われる。

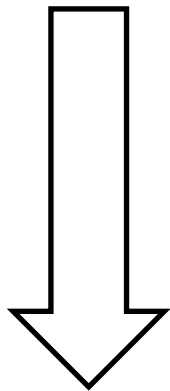
- また窒素については解析の結果、分圧がマイナスになってしまったため解析からは外す。  
⇒クラッキングパターンの見直しが必要

# チタンからのガス放出係数の測定

## チタン挿入時でのガス放出量

	Q:H2	Q:CH4	Q:H2O	Q:CO	Q:O2	Q:Ar	Q:CO2
300K	7.85E-13	1.64E-13	1.31E-16	4.86E-14	1.47E-16	5.03E-16	4.94E-16
350K	1.90E-12	5.41E-13	1.16E-15	1.34E-13	3.35E-16	1.16E-15	3.37E-15
400K	3.25E-12	2.28E-12	3.55E-15	4.84E-13	5.92E-16	1.97E-15	1.02E-14
450K	1.53E-11	2.97E-12	3.64E-14	7.65E-12	2.01E-13	1.27E-15	2.36E-14

単位:Pa・m<sup>3</sup>/s



$$q(\text{SA}) = \{Q(\text{SA}) - Q(\text{BG})\} / A$$

q(SA): 試料のガス放出係数、Q(SA): 試料挿入時でのガス放出量、Q(BG): 試料なしでのガス放出量、A: 試料の表面積

# チタンからのガス放出係数の測定

チタンのガス放出係数

	q;H2	q;CH4	q;H2O	q;CO	q;O2	q;Ar	q;CO2
300K	1.71E-12	3.84E-13	1.53E-16	-1.42E-12	1.69E-16	3.39E-16	-2.69E-15
350K	4.38E-12	1.16E-12	2.23E-15	-1.73E-12	1.70E-16	-4.42E-16	-2.36E-15
400K	7.01E-12	5.04E-12	6.45E-15	-5.54E-12	-1.20E-15	-5.21E-15	-2.70E-14
450K	3.52E-11	5.73E-12	8.19E-14	4.50E-12	4.84E-13	-1.02E-13	-1.21E-13

単位:Pa・m/s



・チタンからの主な放出ガス  
・メタンについてはクラッキングによる項の考慮が必要



吸着の可能性を示唆

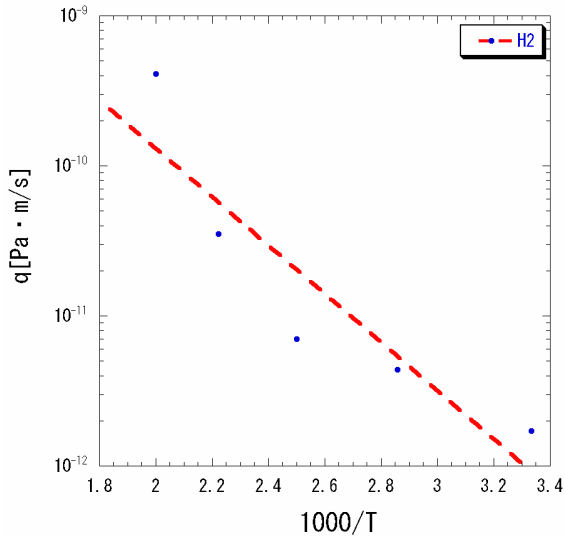


バックグラウンドに埋もれてしまい、有意ではないと思われる

# アレニウスプロットによる活性化エネルギーの測定

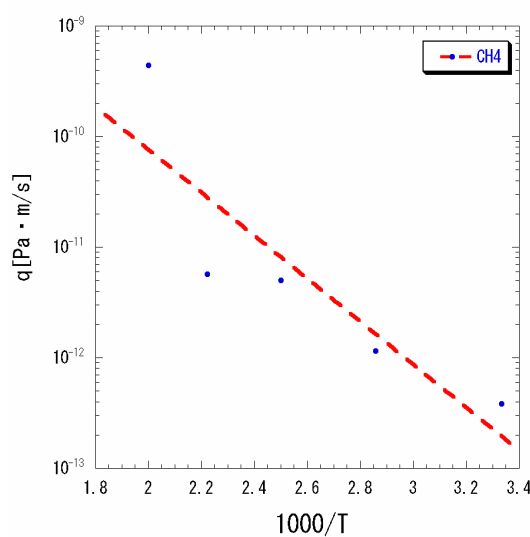
## ・水素、メタン、水のアレニウスプロット

$$--y = 2.2048e-07 * e^{(-3.7153x)} \quad R= 0.93922$$



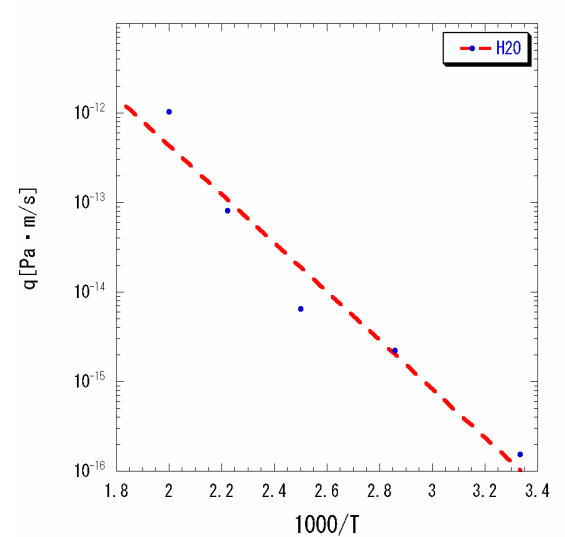
水素

$$--y = 5.9131e-07 * e^{(-4.4762x)} \quad R= 0.93982$$



メタン

$$--y = 1.1818e-07 * e^{(-6.2572x)} \quad R= 0.98602$$



水

### 各ガス種における活性化エネルギー

ガス種	H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> O
活性化エネルギーE <sub>d</sub> (eV)	0.32	0.39	0.54

# まとめ

- BeCu製のQ-massからの、ガス放出は小さいことを確認した。
- 分子毎に高い精度でガス放出係数の測定が可能になった。
- チタンからのガス放出係数を直接測定した。
- チタンからのガス放出は主に水素であった。

# 今後の予定

- 再現性の確認
- クラッキングパターンの見直し
- 誤差の評価
- グリッドの修理 (試料室取り付け後から、Q-massのグリッド加熱が出来なくなっていた。)
- チタン以外の試料の測定