

20-P20

DEGASSING PROPERTIES IN OXYGEN FREE COPPER FOR ACCELERATOR MATERIALS

*Hajime Watanabe, Kazuhisa Kakihara, Atsushi Enomoto and Isamu Sato

*Furukawa Electric Co.,Ltd.

500, Kiyotaki-machi, Nikko-shi, Tochigi-ken, 321-14, Japan

National Laboratory for High Energy Physics (KEK)

1-1, Oho, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, 305, Japan

ABSTRACT

Gas desorption from oxygen free copper in vacuum was investigated by thermal desorption spectroscopy method. The samples were heated from room temperature to 600°C by electron bombardment. This method can separate the emission gas from surface layers and that from the inside of the metal. Oxygen free copper with low hydrogen content showed low degassing rate of H₂, H₂O from the inside of the metal. It was shown that the condition of working processes influenced the degassing rate.

加速管用無酸素銅のガス放出特性評価

1. はじめに

無酸素銅 (OFC) は良好な電気伝導性から、加速管、クライストロン、導波管に使用されている。なかでも、加速管の電場勾配上昇の為に、より高品位のOFCが好ましいとされている^{1) 2)}。一方、従来アルミニウム合金が用いられていたストレージングのビームダクトにも、OFCの使用が検討されている^{3) 4)}。

このように、加速器におけるOFCの用途は拡大し、耐放電性や低ガス放出性などへの要求水準は高くなってきている。そこで、加速器に適したOFCの素材特性を把握するため、加熱時のガス放出特性を昇温脱離法 (TDS法) を用いて評価したので報告する。

2. 実験装置

実験装置の概略を図1、2に示す。本装置はスループット法によりサンプルのガス放出速度を測定するためのものである。オリフィスは厚さ2mmのステンレス板にφ10.3mmの穴をあけたもの (N₂換算のコンダクタンス: 0.01 [m³/sec]) である。ガス放出速度Q [Pa・m³/sec] (N₂換算値) は図1のBAG1から得られる圧力をP₁ [Pa]、BAG2から得られる圧力をP₂ [Pa]、オリフィスのコンダクタンスをc [m³/sec] とすると

$$Q = c (P_2 - P_1)$$

として表される。そして4重極質量分析計 (QMS) により放出ガス成分を把握する。

サンプルの加熱は電子衝撃加熱とし、図2のようにサンプル上部に配置されたタングステン線使

用の熱陰極 (マイナス電位) と接地されたサンプルの間の電位差によりサンプルへの電子衝撃が行われる構造となっている。更に、サンプル下部に接触させた熱電対で温度測定が可能である。

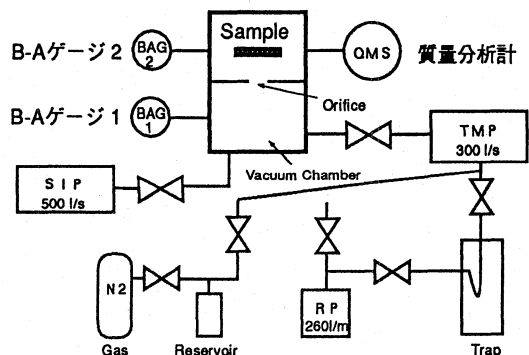


図1 実験装置の概要

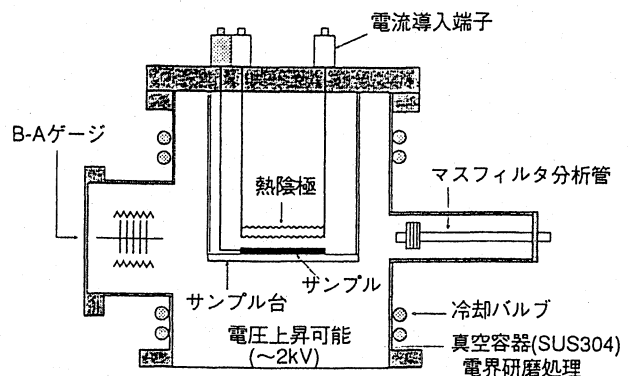


図2 実験装置の内部構造

表1 OFC中の不純物分析結果

サンプル	不純物元素成分 (ppm)																
	H	O	S	C	Fe	Ni	Ag	Pb	As	Sn	Sb	P	Cd	Zn	Bi	Se	Te
A材	0.24	3	4	6	2	≤1	6	≤1	≤1	≤1	≤1	≤5	≤5	≤5	0.2	≤5	≤5
B材	0.033	2	3	6	3	≤1	8	≤1	≤1	≤1	≤1	≤5	≤5	≤5	0.2	≤5	≤5
C材	0.039	3	4	6	2	≤1	7	≤1	≤1	≤1	≤1	≤5	≤5	≤5	0.2	≤5	≤5

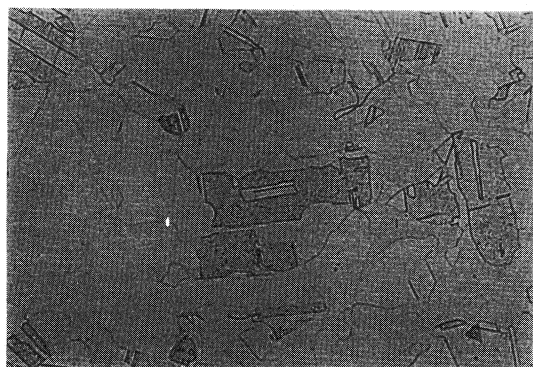


図3 水素脆化試験前の OFCサンプルのマイクロ組織 (代表例) 0.2mm

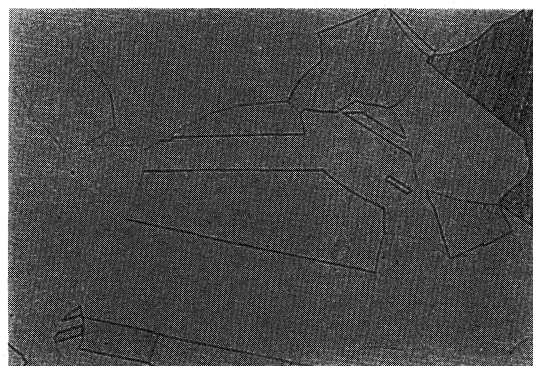


図4 水素脆化試験後の OFCサンプルのマイクロ組織 (代表例) 0.2mm

3. サンプル

OFCサンプルは、加工工程が異なる3種類を用意した。サンプル形状はφ9.2mm、厚さ5mmであり、表面は全てダイヤモンド切削により鏡面仕上げ(0.1s)とした。サンプルの不純物分析結果を表1に示す。この結果は、A材が水素を比較的多く含んでおり、他の含有不純物量の違いは検出されないことを示している。そして、含有水素量は加工工程と関連のあることが確認された。水素脆化試験前後のマイクロ組織観察(図3、4)を、ガス放出特性との関係⁵⁾を調べる目的で行った。しかし、いずれのサンプルも脆化組織は認められず、金属組織の違いは識別できなかった。サンプルの表面状態のチェックのため、AESで表面分析を行ったところサンプル間で酸化層や汚染層の

厚さは等しく処理されており、サンプルの酸化皮膜厚さは1.5nm程度と見積もられた。

4. 実験方法

真空容器内にサンプル導入後、250°C×3hrのベーキングを行う。ベーキング中のサンプルの最高到達温度は190°Cである。TDS測定時のサンプルは、17.5°C/minで直線的に昇温した。その際、電子衝撃脱離のノイズ除去処理を行った。測定の温度範囲は室温から600°Cである。なおTDSスペクトルの再現性を同種サンプルの繰り返し測定により確認した。

5. 実験結果

3種類のサンプルの昇温脱離測定結果を図5～9に示す。放出ガスの主成分はH₂、H₂O、CO、CO₂であり、T_{p1}(約170°C)、T_{p2}(約230°C)、T_{p3}(約360°C)として図中に示した各温度にピークが見られる。低温側のT_{p1}、T_{p2}のピークは1)シャープな形状である 2)H₂O(T_{p1}のみ)、CO、CO₂からなるピークである 3)全サンプル共通に存在することから表面層、即ち酸化被膜や加工油のO、C、Hが結合し、気体分子となって脱離した放出ガスと考えられる。一方、高温側のピークT_{p3}は1)比較的含量水素量の多いA材の、H₂、H₂Oのみに存在するピークである 2)ブロードな形状でピーク面積も大きいことからバルク中のHを要因とする放出ガスに対応していると考えられる。即ち、本実験における各サンプル間のガス放出特性の違いは、含有水素量に依存する内部からのガス放出であるといえる。そして、含有水素量が加工工程に関連のあることから、加工工程の違いがガス放出特性に影響を及ぼしている可能性が示唆される。

今回は、エージングやベーキング等の効果を考慮していない1次素材の段階の特性評価であるため、今後はベーキングしたサンプルのガス放出特性評価も行う予定である。

6. まとめ

昇温脱離法(TDS法)により、OFCの1次素材のガス放出特性評価を行った。その結果、以下の点が明らかになった。

- 1) ガス放出特性は加工工程から影響を受ける可能性が示唆された。
 - 2) 水素含有量が少ない素材ほど、材料内部からのガス放出量(H₂、H₂O)が少ないことを確認した。
 - 3) 今回使用したサンプルでは、水素脆化試験後のマイクロ組織の差が観察されなかった。
- 尚、ガス放出特性に影響を及ぼす加工工程の要因については現在調査中である。

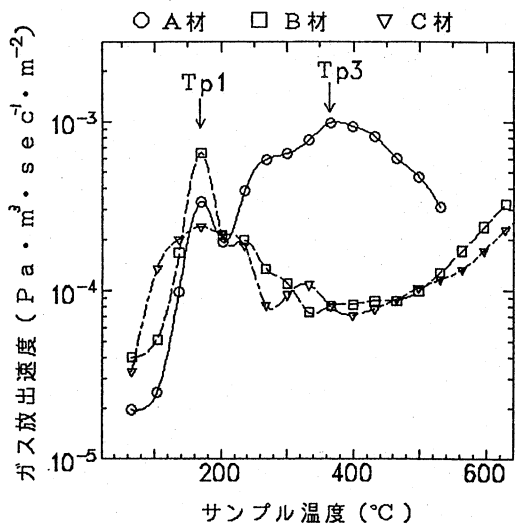


図5 OFCからの昇温脱離特性 (トータルガス)

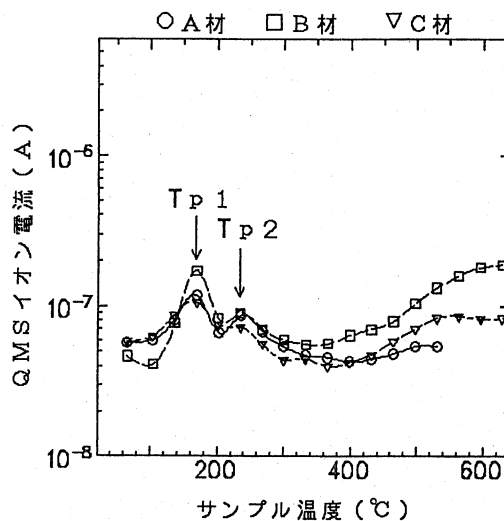


図8 COの昇温脱離特性

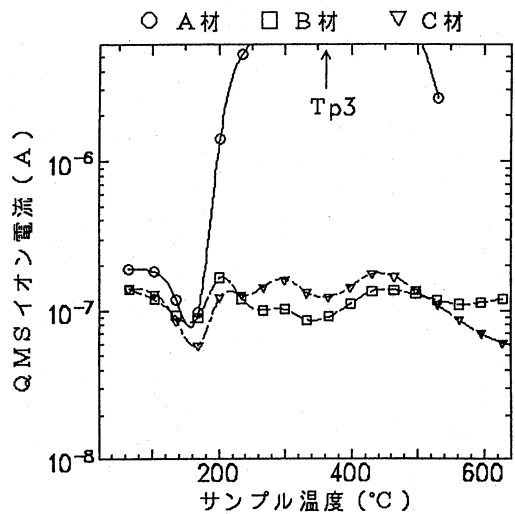


図6 H₂の昇温脱離特性

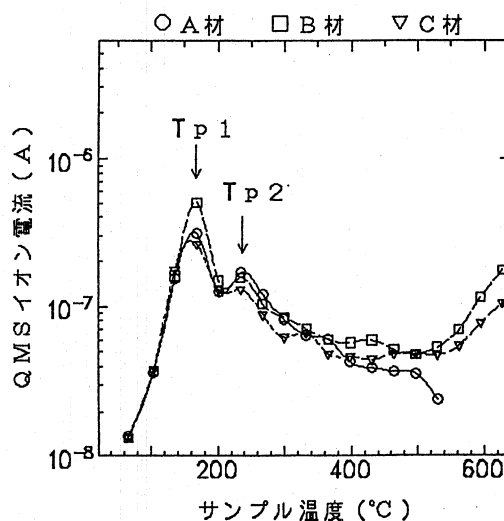


図9 CO₂の昇温脱離特性

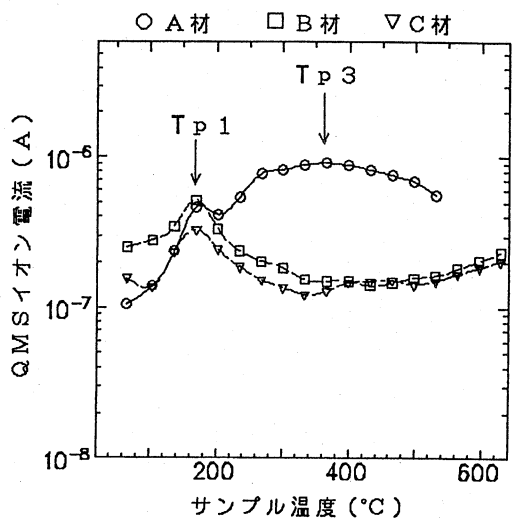


図7 H₂Oの昇温脱離特性

文献

- 1) H. Matsumoto et al., 第18回リニック技術研究会 (1993) 270
- 2) S. Kobayashi et al., 第18回リニック技術研究会 (1993) 48
- 3) Y. Suetugu et al., Proc. Int. Workshop on B-Factories (1992) 189
- 4) M. Kobayashi et al., Proc. Int. Workshop on B-Factories (1992) 209
- 5) Y. Nagai et al., 真空, 31 (1988) 562