

無酸素 Pd/Ti を利用した非蒸発型ゲッターコーティング, 非蒸発型ゲッターポンプの開発と放射光施設への応用の展望

菊地貴司 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1
 間瀬一彦 高エネルギー加速器研究機構 物質構造科学研究所 〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1

要旨 次世代放射光施設では、高品質の放射光を低コストで安定してユーザーに供給するために、ビームタイム期間中の振動と騒音の発生防止と、建設、運転、メンテナンスのコストとマンパワーの削減が求められる。我々はこうした要求に応えられる新しい真空技術として、無酸素 Pd/Ti を利用した非蒸発型ゲッターコーティングと非蒸発型ゲッターポンプを開発した。無酸素 Pd/Ti をコートした真空容器は、133~176°Cで3~12時間ベーキングしたあと室温に戻すと H₂ と CO を排気する、大気導入とベーキングを繰り返しても H₂ と CO に対する排気速度が低下しない、CH₄ などの脱ガスを低減できるといった特長を持つ。また、無酸素 Pd/Ti を利用した非蒸発型ゲッターポンプを放射光源、ビームライン、エンドステーションに採用すれば、従来のイオンポンプ、ZrVFe を利用した NEG ポンプの台数を減らせるので、建設コストを大幅に削減できる。また、短時間ベーキングで炭化水素の少ない超高真空を実現できるので、光学素子の炭素汚染を低減でき、メンテナンスに要するコストとマンパワーを削減できる。

1. はじめに

1.1 次世代放射光施設の真空技術

次世代放射光施設では、高輝度放射光を低コストで安定してユーザーに供給するために、ビームタイム中の振動と騒音の発生防止と建設・運転・メンテナンスのコスト・マンパワーの大幅削減が求められる。我々はこうした要求に応えられる新しい真空技術として、無酸素 Pd/Ti を利用した非蒸発型ゲッター (nonevaporable getter; NEG) コーティングと NEG ポンプを開発した。本稿では無酸素 Pd/Ti を利用した NEG コーティングと NEG ポンプの詳細と放射光施設への応用の展望を解説する。

1.2 放射光施設における真空ポンプ

真空装置を真空中に排気する機器を真空ポンプと呼ぶ。放射光施設で良く使われる真空ポンプの動作圧力範囲を Fig. 1 に示す。大気圧 (1×10⁵ Pa) から 0.4 Pa 程度までの真空中に排気する場合はドライポンプ (DP) あるいは油回転ポンプ (RP) などの容積輸送型の真空ポンプが使用される。1×10⁻⁶ Pa 程度の超高真空まで排気する場合は DP あるいは RP とターボ分子ポンプ (TMP) を組み合わせて使用する。さらに、1×10⁻⁸ Pa 程度の超高真空まで排気する場合は真空装置を 100~150°C で 1 日程度ベーキングする。ベーキング後も真空装置の内壁から水 (H₂O)、水素 (H₂)、一酸化炭素 (CO)、二酸化炭素 (CO₂)、メタン (CH₄) などの気体が常時放出されるので、1×10⁻⁸ Pa 程度の超高真空を維持するためには、スパッターイオンポ

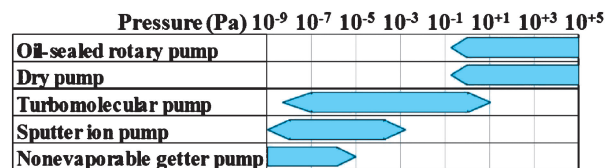


Fig. 1 Operating pressure range of various vacuum pumps commonly used in synchrotron radiation facilities.

ンプ (SIP), NEG ポンプが使用される。このため、TMP, DP (あるいは RP) を超高真空仕様ゲートバルブで切り離して TMP, DP (あるいは RP) を停止すれば SIP, NEG ポンプのみを使用して、無振動、無騒音、省電力で超高真空を維持できる。

1.3 非蒸発型ゲッター (NEG)

NEG は、真空中で加熱すると蒸発せずに反応性が高い表面が生成し (この工程を活性化と呼ぶ)、H₂, CO などの残留ガスを排気する性質を持つ金属材料である^{1,2)}。NEG を超高真空中で加熱して室温に戻すと、



などの化学反応により、 H_2 、 H_2O 、酸素 (O_2)、窒素 (N_2)、 CO 、 CO_2 、などの残留ガスを排気する。ここで M は NEG 中の活性な金属原子を表す。ただし、ヘリウム (He)、ネオン (Ne)、アルゴン (Ar)、クリプトン (Kr)、キセノン (Xe)、 CH_4 などの不活性な気体は排気できない。

1.4 非蒸発型ゲッター (NEG) コーティング

NEG コーティングは、真空容器の内面に NEG を成膜し、真空容器のベーキングによって NEG を活性化して、真空容器内面からの脱ガスを抑制するとともに、 H_2 、 CO などの残留ガスを排気する技術である³⁻⁵⁾。ベーキングは、通常 $200^\circ C$ 以下で行われるので、活性化温度が $200^\circ C$ 以下の NEG が必要である。欧州原子核研究機構 (CERN) の C. Benvenuti らは、超高真空下での $180^\circ C$ 以上の加熱で活性化する TiZrV (チタンジルコニウムバナジウム) 合金をマグネトロンスパッタリング法で真空容器の内面にコーティングする技術を開発した^{3,4)}。TiZrV の活性化と真空排気のメカニズムを Fig. 2(a) に示す。TiZrV を超高真空中において $180^\circ C$ で 24 時間加熱すると、TiZrV 中に溶存していた水素が脱離するとともに、表面酸素が TiZrV の固体中に拡散して活性な表面が生成する。室温に戻すとこの活性な表面が H_2 、 H_2O 、 O_2 、 N_2 、 CO 、 CO_2 などの残留ガスを排気する。TiZrV コーティングは CERN で素晴らしい成功を収め、現在では世界中の加速器施設で使われている。ただし、活性化温度が $180^\circ C$ 以上と高い、大気導入と活性化を繰り返すと TiZrV の酸化が進むため排気性能が低下する (Fig. 2(a) 参照)、マグネトロンスパッタ法でコーティングするため熟練技術者と大規模な設備が必要である、などの課題が残されている。

1.5 非蒸発型ゲッター (NEG) ポンプ

NEG を利用した真空ポンプを NEG ポンプと呼ぶ。NEG ポンプ用の NEG としては活性化温度が $350\sim 500^\circ C$ の Zr (70%) V (24.6%) Fe (5.4%) 合金 (SAES getters の商標は St 707)^{1,2)} あるいは Zr と St 707 を焼結した

合金 (St 172)⁶⁾ が広く使われている。NEG ポンプはオイルフリー、活性な気体に対して大きな排気速度を持つ、無振動、無騒音、軽量、活性化時以外では電力を使わない、といった利点を持つため、放射光施設における超高真空維持用の真空ポンプとして広く使われている。例えば、SPRING-8 の蓄積リングでは百台以上の塊状 NEG ポンプが使用されており⁷⁾、PF の高輝度真空紫外軟 X 線ビームライン BL-13 では 11 個の NEG ポンプが用いられている⁸⁾。しかしながら、活性化温度が $350^\circ C$ 以上と高い、大気導入と活性化を数十回繰り返すと排気性能が低下する、SAES getters 社が市場をほぼ独占しているため高価で納期がかかる、などの課題がある。

2. 無酸素 Pd/Ti コーティング

最近我々は活性化温度が $133\sim 176^\circ C$ と低く、大気導入と活性化を繰り返しても排気速度が低下しない新しい NEG コーティングである無酸素パラジウム/チタン (Pd/Ti) コーティングを開発した⁹⁾。無酸素 Pd/Ti コーティングは、真空容器の内面あるいは真空部品表面に超高真空下での Ti 昇華により無酸素 Ti を成膜したのち、超高真空下での Pd 昇華により Pd で覆う方法である。無酸素 Pd/Ti が残留 H_2 と CO を排気するメカニズムを Fig. 2(b) に示す。無酸素 Pd/Ti を $150^\circ C$ で 12 時間加熱すると Ti 膜中に吸蔵されていた水素原子 (H) は Pd 層を通して Pd 表面に拡散し、 H_2 として脱離する。また、表面に化学吸着していた CO も脱離する。室温に戻すと、超高真空中の残存 H_2 は Pd 表面で解離吸着して H となり、Pd 表面から Pd 層を拡散して Ti 層に吸蔵される。また、残存 CO は Pd 表面に分子状で化学吸着される。無酸素 Ti を Pd が覆っているため Ti は酸化されない。このため大気導入とベーキングを繰り返しても原理的に H_2 と CO に対する排気速度は低下しない。ただし、 N_2 、 CO_2 、 H_2O 、 CH_4 、希ガスなどの残留ガスは排気しない。

NEG を Pd で覆うことにより、大気導入と活性化を繰り返しても H_2 に対する排気速度が低下しない NEG を製作するというアイデア自体は CERN のグループも 2004 年に提案している¹⁰⁾。しかしながら実際に NEG として機能した Pd/NEG の報告例はない。我々は Pd/NEG の界面に存在する酸化物が H の NEG への吸蔵を妨げていると考え、Pd/Ti 中の酸素濃度を 0.05% 以下にする製法を確立することによって $133^\circ C$ という低い活性化温度を実現し、「無酸素 Pd/Ti コーティング」と名づけた⁹⁾。

無酸素 Pd/Ti コートした真空容器を RP と TMP で排気しながら $150^\circ C$ 、3 時間ベーキングした場合の分圧曲線を Fig. 3 に示す¹¹⁾。超高真空 (ultrahigh vacuum, UHV) 中でのベーキング中は H_2 、 H_2O 、 CO 、 CO_2 の分圧が高いことから (Fig. 3(a) 参照)、

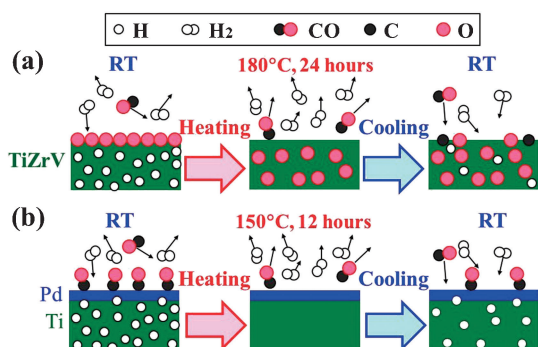


Fig. 2 (Color online) Schematic of the activation and pumping mechanisms of (a) TiZrV and (b) oxygen-free Pd/Ti thin film.

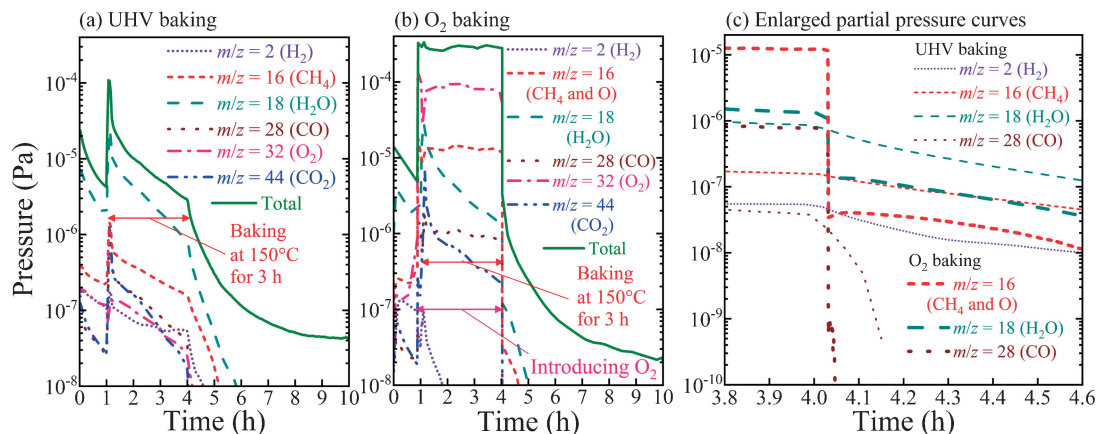
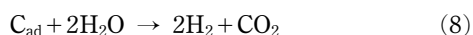
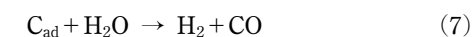


Fig. 3 (Color online) Partial-pressure measurements in the oxygen-free Pd/Ti coated chamber during (a) ultrahigh vacuum (UHV) or (b) O₂ baking. (c) Enlarged partial pressure curves before and after the UHV or O₂ baking off. The dominant gas species are indicated in parentheses. Five minutes after starting RP, the TMP was started, and the quadrupole mass spectrometer was started about 13 minutes later. The time when pressure measurements commenced is taken as the origin of the time axis. The dominant gas species are indicated in parentheses. Reproduced from Ref. 11, with the permission of AIP Publishing.



といったPd触媒反応により表面炭素が除去されていると考えられる。一方 1×10^{-4} Paの酸素導入中でのベーキング中はO₂, CO, CO₂の分圧が高いことから (Fig. 3(b)参照),



といったPd触媒反応により表面炭素が除去されていると考えられる。ベーキング後はH₂, COの分圧が急減した (Fig. 3(c)参照)。この結果は150°C, 3時間ベーキングで無酸素Pd/Tiが活性化してH₂とCOを排気するようになったことを示している。一方, 無酸素Pd/Tiが排気しないはずのCH₄の分圧もベーキング後に急減した (Fig. 3(c)参照)。この原因は式(7)-(10)といったPd触媒反応により表面炭素が除去された結果, CH₄の生成が抑制されたためと解釈している。

3. 無酸素Pd/Tiコーティングを利用した新しい非蒸発型ゲッターポンプの開発

3.1 NEGポンプ用真空容器

さらに我々は無酸素Pd/Tiコーティングを利用して新しいNEGポンプを開発した¹²⁾。NEGポンプ用真空容器はICF203フランジ, パイプ, 底板, 厚さ0.2 mmの9枚の仕切板, および厚さ0.2 mmの支持板で構成される (Fig. 4)。本NEGポンプは150°C, 12時間のベーキングを行う

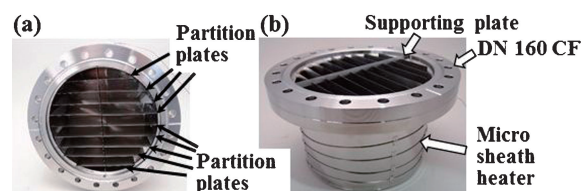


Fig. 4 (Color online) Vacuum vessel for the NEG pump. Reproduced from Ref. 12, with the permission of AIP Publishing. DN 160 CF corresponds to ICF203.

ことで活性化することができる。活性化は本体に巻かれたマイクロシースヒータを使うため電流導入も専用電源も不要である。

3.2 無酸素Pd/Tiコーティング

NEGポンプ用真空容器に無酸素Pd/Tiをコーティングする装置を Fig. 5(a)に示す¹²⁾。本装置はICF203六方管, 差動排気型中空回転導入, Pd/Ti蒸着源, 4つのICF70ポートを備えたICF203ニップル, BA電離真空計, ターボ分子ポンプ (TMP), 粗排気セット, および架台から構成される。Pd/Ti蒸着源 (Fig. 5(b))はPdフィラメント, 市販のTiフィラメント (キヤノンアネルバ製, 956-0010), 遮蔽板, および4ピン電流導入 (キヤノンアネルバ製, 954-7260) から構成される。NEGポンプ用真空容器はコーティング装置の側面に設置する。真空容器内の仕切板は, 板の両面が無酸素Pd/Tiで被覆されるように, TiフィラメントおよびPdフィラメントに対して垂直に配置する。 10^{-7} Pa– 10^{-8} Pa台の超高真空下においてTiを昇華したのち, Pdを昇華することによってNEGポンプ容器の内面に無酸素Pd/Tiコーティングを行った。

3.3 排気速度測定

我々が製作したオリフィス法に基づく NEG ポンプ用排気速度測定装置を Fig. 6 に示す¹²⁾。本装置は、上段の SUS304 製超高真空チェンバー、下段の SUS304 製超高真空チェンバー、オリフィス付き無酸素銅製 ICF203 ガasket、ガス導入、ガスライン、BA 電離真空計 (キヤノンアネルバ, NIG-2TF, 2 台)、大気導入用バルブ、超高真空用ゲートバルブ、ターボ分子ポンプ (エドワーズ社製, STP451)、粗排気セット、架台から構成される。無酸素 Pd/Ti コーティングした真空容器は本排気速度測定装置の下段の超高真空チェンバーの下面の ICF203 ポートに設置した。

コンダクタンス (C) が既知のオリフィスを使用した場

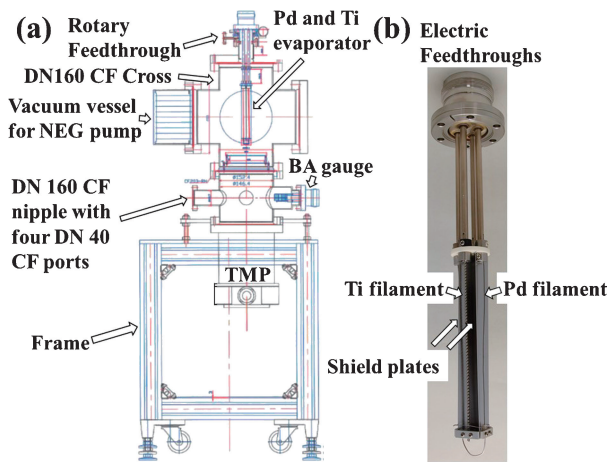


Fig. 5 (Color online) Apparatus for oxygen-free Pd/Ti deposition and Ti and Pd evaporator for oxygen-free Pd/Ti deposition. Reproduced from Ref. 12, with the permission of AIP Publishing. DN 160 CF corresponds to ICF203.

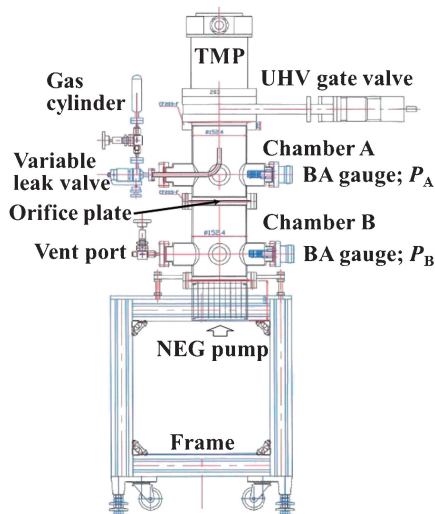


Fig. 6 (Color online) Apparatus for measuring the pumping speeds of the NEG pump. Reproduced from Ref. 12, with the permission of AIP Publishing.

合、ガス導入を設置したオリフィスの上側の超高真空チェンバー (Chamber A) の圧力 (P_a) とオリフィスの下側の超高真空チェンバー (Chamber B) の圧力 (P_b) を測定することで、下側の超高真空チェンバーに設置した NEG ポンプの排気速度 (S_{pb}) を次式より求めることができる。

$$S_{pb} = C \left(\frac{P_a - P_{0a}}{P_b - P_{0b}} - 1 \right) \quad (11)$$

ここで、 P_{0a} , P_{0b} はそれぞれ気体を導入前の上側と下側の超高真空チェンバーの圧力である。26°C での H_2 , CO に対するコンダクタンス (C) はそれぞれ 33.3 L/s, 8.89 L/s である。

3.4 排気速度測定結果

排気速度測定では排気速度測定装置を 1 日大気開放したあと、真空排気をして NEG ポンプのベーキング (150°C, 12 時間) を行い NEG ポンプが室温に戻ったところで排気速度測定を行うという工程で繰り返した。Fig. 7(a) は 1 回, 2 回, 3 回, 4 回, および 9 回の大気開放, 真空排気, ベーキングサイクルを繰り返した時の H_2 に対する排気速度測定結果, Fig. 7(b) は 6 回, 7 回, 8 回, および 11 回の大気開放, 真空排気, ベーキングサイクルを繰り返した時の CO に対する排気速度測定結果である¹²⁾。9 回目と 11 回目はそれぞれ 1×10^{-4} Pa の O_2 を導入しながらのベーキングを行ったあとの排気速度測定の結果である。Fig. 7 の横軸はガスの排気量を表す。時刻 t における排気量 $Q(t)$ は,

$$Q(t) = \int_0^t S(t') (P_B(t') - P_{B0}) dt'$$

で表される。ここで、 S は排気速度を表す。この結果から O_2 を導入しながらのベーキングを行った場合の H_2 に対する初期排気速度は 680 L/s, CO に対する初期排気速度は 900 L/s であること、大気導入と活性化を繰り返しても排気性能が低下しないことが確認された。 O_2 を導入しながらのベーキングを行うと Pd 表面上の炭素汚染が除去されて、活性な Pd サイトが増えるため、無酸素 Pd/Ti の H_2 , CO に対する排気速度が向上すると考えられる¹¹⁾。

3.5 市販の NEG ポンプと本 NEG ポンプの比較

市販の ICF203 マウント NEG ポンプ (CapaciTorr[®] D200)¹³⁾ と本 ICF203 マウント NEG ポンプ¹²⁾ の比較を Table 1 に示す。従来の NEG ポンプは活性化温度が 450°C と高い、大気導入と活性化を繰り返すと排気速度が低下する、電流導入と専用電源が必要という欠点があるものの、 H_2 と CO 以外の活性な残留ガスを排気できる、 H_2 と CO

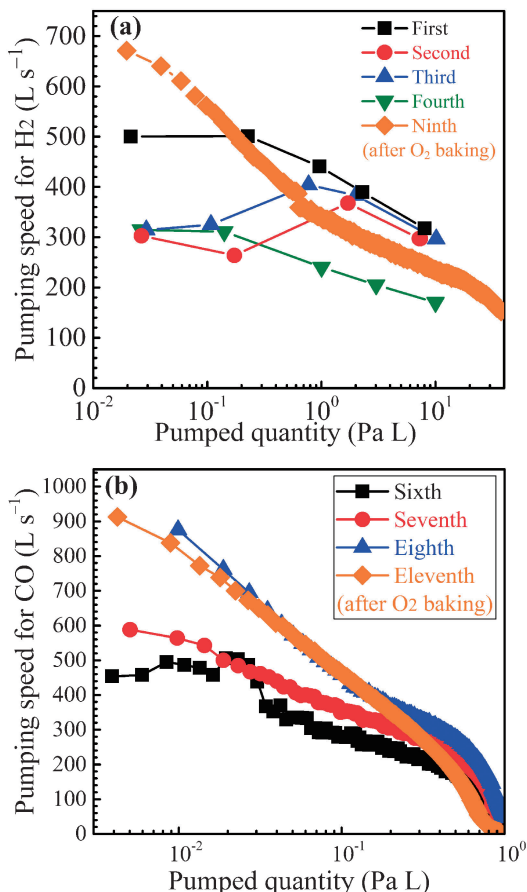


Fig. 7 (Color online) Measured pumping speeds of the NEG pump after baking at 150°C for 12 h for (a) H₂ after the first, second, third, fourth, and ninth venting-activating cycles, and those for (b) CO after the sixth, seventh, eighth, and eleventh venting-activating cycles. Reproduced from Ref. 12, with the permission of AIP Publishing.

に対する排気速度が大きい、といった利点がある。一方、我々が開発した NEG ポンプは、活性化温度が150°Cと低く、大気導入と活性化を繰り返しても排気速度が低下しないので、頻繁に大気開放する真空装置では有利である。一方、本 NEG ポンプの弱点は H₂O、CO₂ を排気しない点であるが、放射光および放射光照射によって生じる光電子は H₂O を H₂ と O に、CO₂ を CO と O に解離するため、放射光ビームラインや光電子分光装置中に設置した本 NEG ポンプは H₂O、CO₂ も排気すると考えられる。また現在、市販の NEG ポンプより高い排気性能を実現するために無酸素 Pd/Ti を利用した NEG ポンプの改良を進めている。現時点で150°C、6時間ベーキングで、H₂ に対し2200 L/s、CO に対し1500 L/s の初期排気速度が得られている。また、原材料の価格が安いこと、製造工程が単純であることから、本 NEG ポンプの国内販売価格は市販の NEG ポンプの販売価格の 1/4 程度を実現できると考えている。

Table 1 Comparison of commercially available ICF 203 NEG pump¹³⁾ and the present ICF 203 NEG pump¹²⁾.

	Capaci Torr® D 2000 ¹³⁾	Present NEG pump ¹²⁾
Activation conditions	450°C, 10 min	150°C, 12 h
Gases that can be pumped	H ₂ , H ₂ O, O ₂ , N ₂ , CO, CO ₂	H ₂ and CO
Initial pumping speed for H ₂	2,000 L/s	680 L/s
Initial pumping speed for CO	1,000 L/s	900 L/s
Influence of repeated vent and activation cycles	Pumping speed decreases	Pumping speed does not decrease
Electric feedthrough	Necessary	Unnecessary
Dedicated power supply	Necessary	Unnecessary

4. 放射光施設への応用の展望

これまでの研究で、無酸素 Pd/Ti コーティング法は実用段階に達した。そこで、(有)バロックインターナショナルと入江工研機の2社と特許実施契約を締結して、無酸素 Pd/Ti の受託コーティング、無酸素 Pd/Ti コーティングを利用した NEG ポンプの製造・販売を開始した¹⁴⁾。最初の原著論文報告¹⁵⁾から1年程度で製品化を実現できた理由として、PF の BL-13B での放射光軟 X 線光電子分光測定で得られた成果^{9,11,16)}を製品開発に迅速にフィードバックできたことが挙げられる。本研究は放射光利用が機能性材料の性能向上と製品化にも大きく貢献することを示す好例である。

本 NEG ポンプを放射光施設で採用すれば、市販の NEG ポンプは不要となり、イオンポンプの台数も削減できるので、放射光施設建設コストを大幅に削減できる。また、測定中に TMP と DP、RP を停止して、振動と騒音の発生を完全に抑えることも可能になる。また、光学素子用超高真空チェンバーの内面を無酸素 Pd/Ti コートすると光学素子用真空装置中の炭化水素を低減でき、ベーキング時間を大幅に短縮するとともに、光学素子の炭素汚染を低減できると期待される。現在、Photon Factory の BL-13、BL-17、光電子分光装置等に本 NEG ポンプを設置して評価を行う研究を進めている。

5. まとめ

我々が開発した無酸素 Pd/Ti コーティングを施した真空容器は、150°C のベーキングで残留 H₂ と CO を排気し、大気導入と活性化を繰り返しても排気速度が低下しないという優れた NEG の特性と、Pd の触媒反応を利用して表面 C を除去することにより CH₄ のガス放出を抑制するという特性を併せ持つ。表面が不燃性の Pd で覆われて

いるため発火性はなく, Pd と Ti は生体適合性が高いので安全性に関してもまったく問題はない。ステンレスと Ti 薄膜, Ti 薄膜と Pd 薄膜は強固に結合しているため, 剥離しにくい。また, 超高真空での Ti と Pd の昇華を利用しているため, コーティング装置の製造コストが低い, ランニングコストが低い, 熟練技術者を要しないという利点もある。

本技術紹介記事が無酸素 Pd/Ti コーティングと無酸素 Pd/Ti を利用した NEG ポンプの一層の発展と普及, 放射光施設建設コスト削減に貢献し, さらに真空関連産業における二酸化炭素の排出削減と国際競争力の改善に貢献をすることを願っている。

謝辞

本研究の一部は, 科研費基盤研究 C (JP17K05067), 平成29年度地域産学バリエーションプログラム (VP29117940903), TIA かけはし (TK17-013, TK18-014), 入江工研(株)との共同研究 (17C118, 18C220), 株式会社大阪真空機器製作所との共同研究 (17C106), 平成30年度田中貴金属記念財団貴金属に関わる研究助成金奨励賞による支援を受けました。また, 新しい非蒸発型ゲッター (NEG) コーティング, 非蒸発型ゲッター (NEG) ポンプの開発では下記の方々に協力していただきました。感謝いたします。

栗原真志, 大野真也 (横国大), 飛嶋健佑, 夏井祐人, 寺島矢, 加藤博雄 (弘前大), 狩野悠, 中山泰生 (東京理科大), 小澤健一 (東工大), 橋本綾子, 山中操 (NIMS), 岡田朋大, 高橋秀茂, 堀水滉介, 松本益明 (東京学芸大), 福谷克之, Markus Wilde (東大), 西口宏, 風間恵以子 (パロックインターナショナル), 加藤良浩, 入江則裕, 館良介, 岡田みゆき, 源浩, 西岡勝志, 青木一成 (入江工研), 伊賀敏治, 杉本繁司, 井口昌司, 小山高広 (大阪真空機器製作所), 糟谷圭吾 (日立製作所), 小瀬洋一, 荒井紀明, 金田実, 佐藤俊輔 (日立ハイテクノロジー), 宮澤徹也 (総研大), 谷本育律 (KEK 加速器), 豊島章雄, 田中宏和, 五十嵐教之 (KEK 物構研) (敬称略)。

参考文献

- 1) LEP Vacuum Group: Vacuum **41**, 1882 (1990).
- 2) C. Benvenuti and P. Chiggiato: J. Vac. Sci. Technol. A **14**, 3278 (1996).
- 3) C. Benvenuti, P. Chiggiato, P. Costa Pinto, A. Escudeiro Santana, T. Hedley, A. Mongelluzzo, V. Ruzinov and I. Wevers: Vacuum **60**, 57 (2001).
- 4) P. Chiggiato and P. Costa Pinto: Thin Solid Films **515**, 382 (2006).
- 5) O. B. Malyshev, R. Valizadeh and A. N. Hannah: Vacuum **100**, 26 (2014).
- 6) E. Maccallini, F. Siviero, A. Bonucci, A. Conte, P. Srivastava and M. Paolo: AIP Conf. Proc. **1451**, 24 (2012).
- 7) H. A. Sakaue, Y. Hirano, S. R. In, S. Yokouchi, K. Watanabe and S. H. Be: Vacuum **44**, 523 (1993).
- 8) A. Toyoshima, H. Tanaka, T. Kikuchi, K. Amemiya and K. Mase: J. Vac. Soc. Jpn. **54**, 580 (2011).
- 9) T. Miyazawa, M. Kurihara, S. Ohno, N. Terashima, Y. Natsumi, H. Kato, Y. Kato, A. Hashimoto, T. Kikuchi and K. Mase: J. Vac. Sci. Technol. A **36**, 051601 (2018).
- 10) C. Benvenuti, P. Chiggiato, F. Ciccoira, Y. L'Aminot and V. Ruzinov: Vacuum **73**, 139 (2004).
- 11) T. Miyazawa, Y. Kano, Y. Nakayama, K. Ozawa, T. Iga, M. Yamanaka, A. Hashimoto, T. Kikuchi and K. Mase: J. Vac. Sci. Technol. A **37**, 02160 (2019).
- 12) T. Kikuchi, T. Miyazawa, H. Nishiguchi and K. Mase: AIP Conf. Proc. **2054**, 060046 (2019).
- 13) SAES Group, CapaciTorr Products, <https://www.saesgetters.com/sites/default/files/CapaciTorr%20D.pdf>, (Last accessed: 2019-09-13).
- 14) <https://www.baroque-inc.co.jp/custom.html>, (Last accessed: 2019-09-13).
- 15) T. Miyazawa, K. Tobishima, H. Kato, M. Kurihara, S. Ohno, T. Kikuchi and K. Mase: Vac. Surf. Sci. **61**, 227 (2018).
- 16) T. Miyazawa, M. Kurihara, S. Ohno, T. Kikuchi and K. Mase: AIP Conf. Proc. **2054**, 060045 (2019).

● 著者紹介 ●



菊地貴司

高エネルギー加速器研究機構 物質構造
科学研究所 技師

E-mail: takashi.kikuchi@kek.jp

専門：真空工学，放射光ビームライン工
学

【略歴】

1986年 高エネルギー物理学研究所に
文部技官として入所
2010年より現職。



間瀬一彦

高エネルギー加速器研究機構 物質構造
科学研究所 准教授

E-mail: kazuhiko.mase@kek.jp

専門：表面科学，真空科学，放射光科学

【略歴】

1991年3月東京大学理学系大学院化学
専攻博士課程修了，1991年4月から理
化学研究所基礎科学特別研究員，1992
年4月から岡崎国立共同研究機構分子
科学研究所助手，1999年8月より現職。

Development of nonevaporable getter coating and nonevaporable getter pump using oxygen-free Pd/Ti, and prospect of application to synchrotron radiation facility

Takashi KIKUCHI Institute of Materials Structure Science, High Energy Accelerator Research Organization (KEK), 1-1, Oho, Tukuba, Ibaraki 305-0801 Japan

Kazuhiko MASE Institute of Materials Structure Science, High Energy Accelerator Research Organization (KEK), 1-1, Oho, Tukuba, Ibaraki 305-0801 Japan

Abstract In the next-generation synchrotron radiation facility, in order to supply high-quality synchrotron radiation stably to users at low cost, vibration and noise during beam time must be suppressed, and cost and manpower of construction, operation and maintenance must be reduced. To meet these requests we have developed nonevaporable getter coating and a nonevaporable getter pump using oxygen-free Pd/Ti as new vacuum technology. A vacuum vessel coated with oxygen-free Pd/Ti has following features; 1) it evacuates H₂ and CO after baking at 133–150°C for 3–12 hours followed by cooling to room temperature, 2) its pumping speeds for H₂ and CO do not decrease, even after repeated exposure to air and baking, 3) it reduces degassing of CH₄ etc. When nonevaporable getter pumps using oxygen-free Pd/Ti are applied to storage rings, beamlines and vacuum chambers of endstations, the number of conventional ion pumps and NEG pumps using ZrVFe can be reduced, so that the construction cost can be significantly reduced. In addition, since an ultra-high vacuum with reduced hydrocarbons can be realized in a short time baking, carbon contamination of the optical element can be reduced, and the cost and manpower required for maintenance can be suppressed.