第42回高エネルギー加速器セミナー OHO`25

放射光源加速器の真空システム

金 秀光

KEK、加6系、真空グループ

目次

- 真空の基礎
- 放射光源加速器の真空
- NEGコーティング
- 本グループの研究成果

真空とは

定義:通常の大気圧よりも低い圧力の気体で満たされた空間。

単位:1Pa=1N/m² (単位面積に働く力)

1気圧 = 1.013 × 10⁵ Pa, 1 Torr = 133 Pa, 1 mbar = 100 Pa,

真空の分類: 低真空 10⁵~10² Pa (富士山頂、注射器)

中真空 10²~10⁻¹ Pa (掃除機、真空ケース)

高真空 10⁻¹~10⁻⁵ Pa(蒸着装置)

超高真空 10-5~10-9 Pa(加速器、電子顕微鏡)

極高真空 10-9 Pa以下 (電子銃)

理想気体の状態方程式

$$pV = vRT$$

pは圧力、Vは体積、 ν はモル数、Rは気体定数 (8.314 J K⁻¹ mol⁻¹)、Tは絶対温度。

例えば: *p*は1.013 × 10⁵ Pa、273.15 Kの時、1モル気体分子の体積は0.0224 m³ である。

$$p = nkT$$

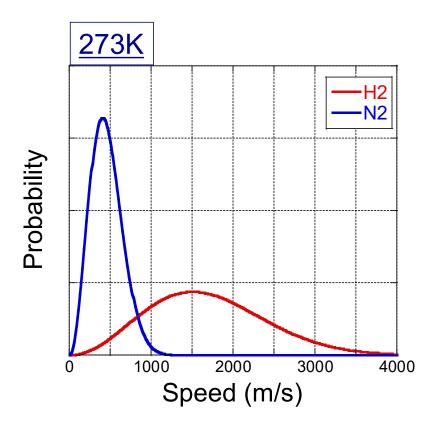
nは気体分子密度、kはボルツマン定数(R/N_A = 1.381×10⁻²³ J K⁻¹)、 N_A は1モルの分子数。

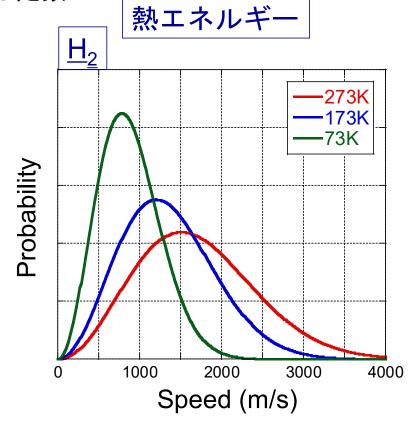
• 圧力は気体分子密度に比例する。

気体分子の速さ

ボルツマン分布 $f(v)dv = 4\pi C v^2 \exp\left(-\frac{mv^2}{2kT}\right)$ vは速さ、mは気体公子を見 なます。

vは速さ、mは気体分子質量、Cは定数





分子の運動エネルギー

気体分子の速さ

最確速さ
$$v_m = \sqrt{\frac{2kT}{m}}$$

平均速さ
$$v = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}}$$

2乗平均速さ
$$\sqrt{v^2} = \sqrt{\frac{3kT}{m}}$$

- 平均自由行程や分子のフラックスなどの輸送の場合は平均速さ。
- エネルギーや圧力の場合は2乗平均速さ。

入射頻度

単位面積に毎秒衝突する気体分子数。

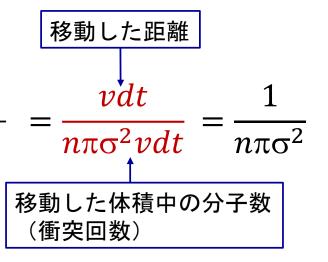
$$\Gamma = \frac{1}{4} nv = \frac{p}{\sqrt{2\pi mkT}}$$
 単位:molecules·s⁻¹·m⁻²

応用例:固体表面原子密度が10¹⁹ molecules/m²で、COガスの圧力が 1×10⁻⁴ Paの時、COが全表面を覆うにかかる時間?

Γは3×10¹⁸ molecules/s·m²で、3.3 sで全表面が覆われる。

体積の入射頻度
$$\Gamma_V = \frac{1}{4} \nu$$
 単位: $m^3 \cdot s^{-1} \cdot m^{-2}$ $Q_1 = A\Gamma_V * p_1$ 導入量 $Q_2 = A\Gamma_V * p_2$ ぶの は、コンダクタンス $P_1 \longrightarrow Q_1 \longrightarrow Q_1 \longrightarrow Q_1 \longrightarrow Q_2 \longrightarrow Q_2 \longrightarrow Q_1 \longrightarrow Q_2 \longrightarrow Q_2 \longrightarrow Q_1 \longrightarrow Q_2 \longrightarrow Q_$

平均自由行程



σは分子の直径

N₂の場合: 10⁵ Pa, 70 nm; 10 Pa, 0.7 mm; 10⁻³ Pa, 7 m

クヌーセン数
$$K_n=rac{\lambda}{d}$$
 dは真空容器の寸法

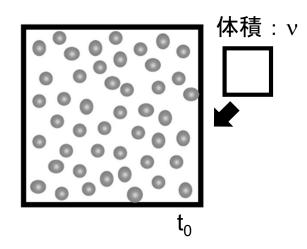
粘性流: $K_n < 0.01$ 、気体分子同士の衝突が主となる。

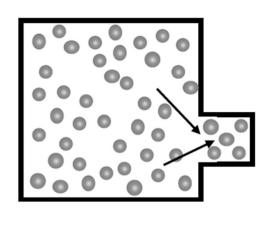
中間流: $0.01 < K_n < 1$ 、

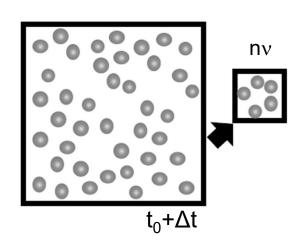
分子流: $1 < K_n$ 、 気体分子と容器表面の衝突が主となる。

真空排気

体積:V 分子数:N 分子密度:n







$$\frac{\Delta N}{\Delta t} = V \frac{\Delta n}{\Delta t} = -n \frac{v}{\Delta t}$$
 $S = \frac{v}{\Delta t}$ 単位:L/s或いはm³/s

$$S = \frac{V}{\Lambda t}$$

J. Yuyama et al., J. Vac. Soc. Jpn. 56 (2013) 210-219.

排気コンダクタンス

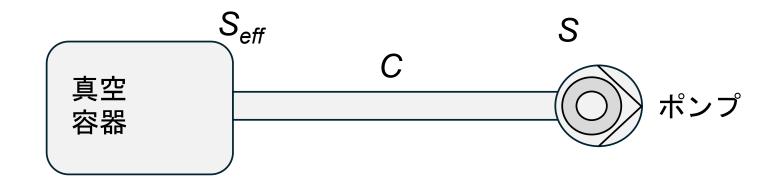
- 導管の中に流体が流れるとき、その流れ易さを表す。
- 断面が一様な長い導管の場合(分子流)

$$C = rac{4KA^2}{3BL} v$$
 Aは断面の面積、 B は断面の周長、 L は長さ、 v は分子速さ、 K は補正定数

- 円筒の場合



実効排気速度



$$\frac{1}{S_{eff}} = \frac{1}{C} + \frac{1}{S} \qquad \Longrightarrow \qquad S_{eff} = \frac{C S}{C + S}$$

例えば:

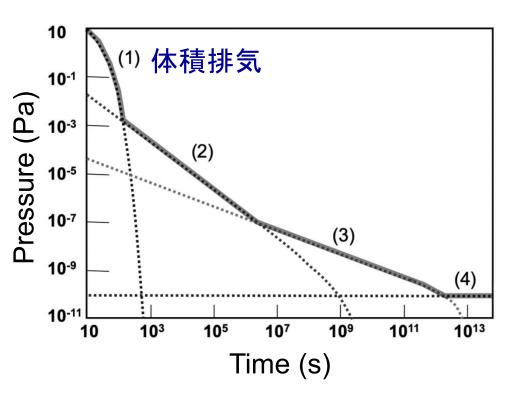
Sが60 L/sで、Cが3.3 L/sの時、実効排気速度(S_{eff})は3.1 L/s。

排気コンダクタンスが小さい時、排気速度を左右する。

PFでのポンプ の設置

真空ポンプは、太い導管で 真空容器に近づける。

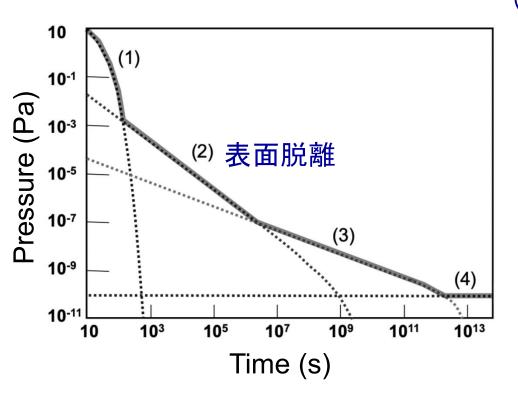




(1) 体積排気

- 真空容器中の体積分の空気を排気。

$$p = p_0 \exp(-\frac{S}{V}t)$$



(1) 体積排気

$$p = p_0 \exp(-\frac{S}{V}t)$$

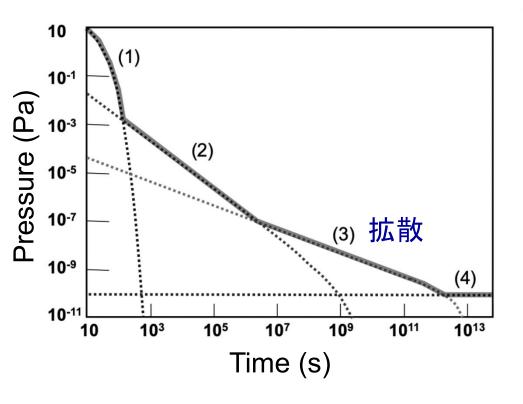
(2) 表面脱離

内壁に吸着していたガス(水分)の排気。

$$q_a = \frac{o}{\tau_0} \exp(-\frac{E_d}{RT})$$

q_aは脱離率、 oは吸着密度、 τは滞在時間、 E_dは脱離の活性化エネルギー
 例えば:水の脱離の活性化エネルギー
 81.32 kJ/molで、脱離率は100℃で常温の1000倍、200℃で常温の3 x 10⁵倍である。

ベーキングが必要になる。



(1) 体積排気

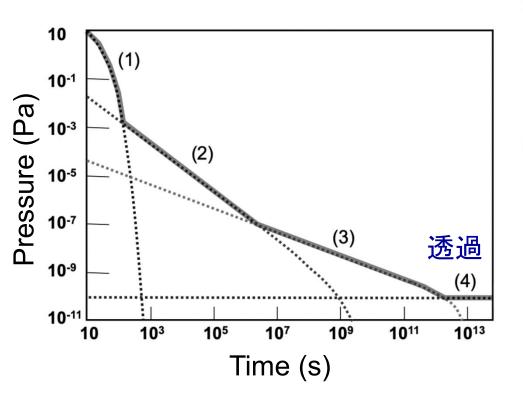
$$p = p_0 \exp(-\frac{S}{V}t)$$

(2) 表面脱離

$$q_a = \frac{o}{\tau_0} \exp(-\frac{E_d}{RT})$$

- (3) 拡散
 - 金属中から拡散して放出するH₂の排気。
 - 超高真空領域での主なガス源。

到達圧力
$$p_m = \frac{Q}{S}$$
 Q はガス放出量



(1) 体積排気

$$p = p_0 \exp(-\frac{S}{V}t)$$

(2) 表面脱離

$$q_a = \frac{\sigma}{\tau_0} \exp(-\frac{E_d}{RT})$$

(3) 拡散

$$p_m = \frac{Q}{V}$$

(4) 透過

- 大気中の水素がダクトを透過してくること。
- ・ガス量が少なく、超高真空への影響は ほとんどない。

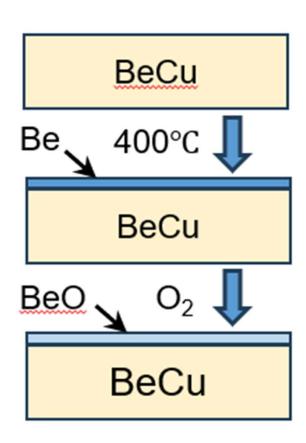
材料の表面処理

- 表面積の低減SUSのバフ研磨・電解研磨、 Cuの化学研磨など。
- 安定した表面の創製 SUSの不働態処理。
- 表面の清浄化脱脂処理。油成分の脱離活性化エネルギー60~100 kJ/mol。
- 材料内部のガス溶解量の低減Vacuum firing、SUSの800~1000℃の熱処理。
- 拡散障壁層の作製 BeCu、最表面にBeOを生成。熱脱離がCuより1桁以上少ない。

BeCuの紹介

BeCuの処理過程

- 内部のH₂を放出する。
- ・表面にBeを析出する。
- 10nm程度のBeO層を生成し、 障壁層の役割をする。
- 水分などが吸着しにくい。

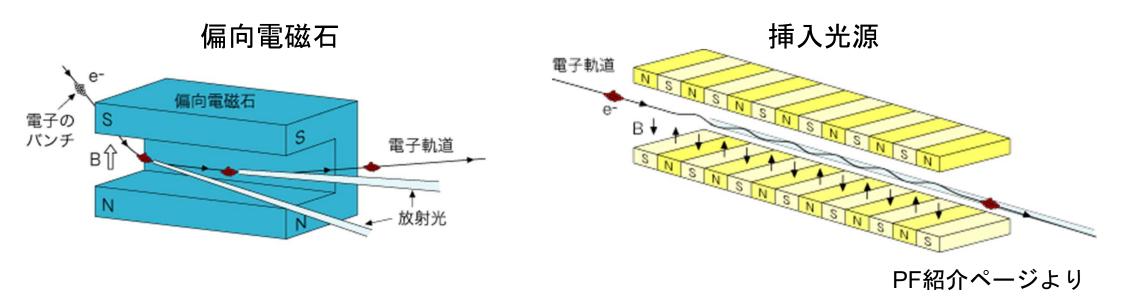


F. Watanabe, J. Vac. Sci. Technol. A22 (2004) 181-191.

目次

- 真空の基礎
- 放射光源加速器の真空
- NEGコーティング
- 本グループの研究成果

放射光生成



- 放射光は、ほぼ光速で直進する電子がその進行方向を磁石などによって変えられた際に発生する電磁波である。
- 放射光は円軌道の接線方向に放射される。

真空の必要性

- 気体分子との衝突を減らし、電子ビームの散乱を防ぐことで、 電子ビームの寿命を十分に長くする。
- 散乱の影響

(1)角度変化

散乱によって、電子がある角度以上の散乱を受けると、 ビームダクトにぶつかって失われる。

(2)エネルギーの損失

散乱によって、ある大きさ以上のエネルギー損失を受けると、 RFバケットから外れて失われる。

ガスとの散乱

Moller散乱

残留ガスの原子核外電子との散乱で、電子は大きく散乱され、 エネルギーを損失する。

ラザフォード散乱

原子核のクーロン場による散乱で、エネルギーは変化せず に進行方向が変わる。

- 制動放射

電場の中で進行方向が変えられた際に、電磁波の放射による エネルギーロスである。

散乱断面積

• Moller散乱

$$\sigma_m = \frac{2r_0^2}{\gamma_c} \ (q(\phi_c) > \gamma_c)$$

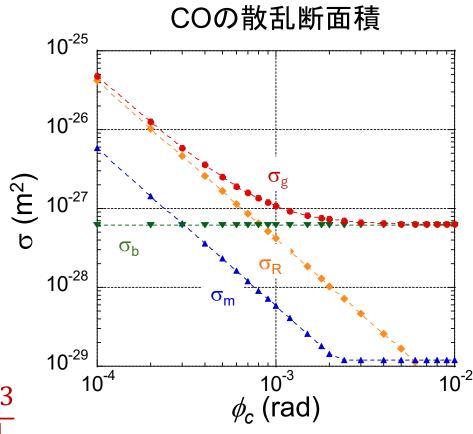
ラザフォード散乱

$$\sigma_{\rm R} = 4\pi \, (\frac{r_0 Z}{\phi_c})^2$$

- 制動放射

$$\sigma_b = \frac{4Z(Z+1)r_0^2}{137} \left(-\frac{4}{3} \ln(\frac{\triangle E}{E}) - \frac{5}{6} \right) \ln \frac{183}{Z^{\frac{1}{3}}}$$

 r_o は電子の古典半径、 γ_c はRFバケット、 ϕ は散乱角度、Zは原子番号、Eは電子エネルギー



散乱断面積

• Moller散乱

$$\sigma_m = \frac{2r_0^2}{\gamma_c} \ (q(\phi_c) > \gamma_c)$$

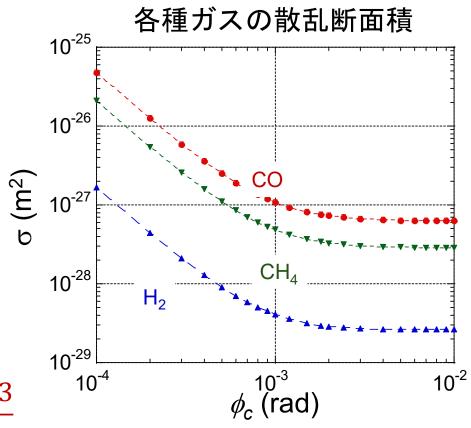
ラザフォード散乱

$$\sigma_{\rm R} = 4\pi \, (\frac{r_0 Z}{\phi_c})^2$$

•制動放射

$$\sigma_b = \frac{4Z(Z+1)r_0^2}{137} \left(-\frac{4}{3} \ln(\frac{\triangle E}{E}) - \frac{5}{6} \right) \ln \frac{183}{Z^{\frac{1}{3}}}$$

 r_o は電子の古典半径、 γ_c はRFバケット、 ϕ は散乱角度、 Δ は原子番号、Eは電子エネルギー



電子ビーム寿命

$$I(t) = I_0 \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right)$$

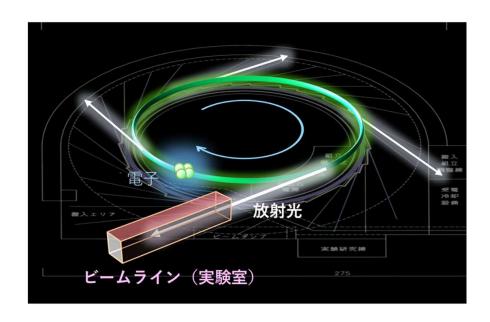
電子ビーム寿命(τ)は、Iの指数関数的な減衰における定数であり、 1/eなる時間に相当する。

$$\frac{1}{\tau_g} = \frac{v \sigma p}{kT}$$
 τ_g はガス散乱によるビーム寿命、 v は電子速度、 p は圧力、 σ は散乱断面積

PFの例:ガス散乱の臨界角0.8 mrad、エネルギー損失の臨界値0.012、 COの分圧は3×10-8 Paで、

 $\tau_{\rm m}$ は1410h、 $\tau_{\rm R}$ は197h、 $\tau_{\rm b}$ は210hで、 $\tau_{\rm touschek}$ は52.5hより長い。

蓄積リング



- 蓄積リングでは、生成する放射光の ほんの少しがユーザーに送られる。
- 放射光の大部分はダクトで吸収される。

放射光のパワー

$$P(kW) = 88.5 \frac{E(GeV)^4 I(A)}{\rho_{BM}(m)}$$

Eは電子ビームのエネルギー、Iは電流値、 ho_{BM} は偏向電磁石の軌道半径。

PFリングの場合

Eは2.5 GeV、/は0.45 A、 ρ_{BM} は8.6 m で、放射光のパワーは180 kW。

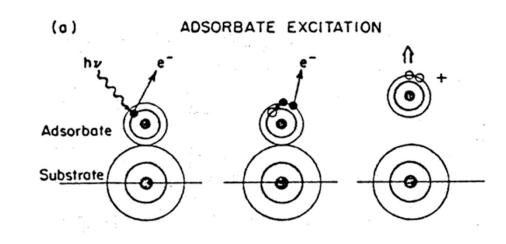
ユーザーに利用されるのは10%弱で、 約160 kWの放射光がビームダクトに 照射される。

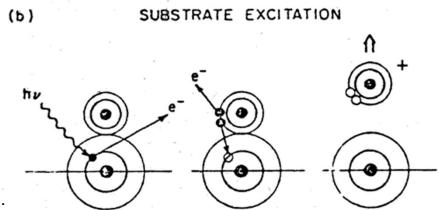
放射光照射でのビームダクト

- ・光刺激脱離(PSD: photon stimulated desorption)を誘起する。熱脱離より遥かに多く、PSDは放射光源加速器の主なガス源。
- ・高エネルギーの光電子を放出する。 電子刺激脱離(ESD:electron stimulated desorption)を誘起する。
- PSD係数:放出気体分子数/入射光子数
- ・放射光源加速器でのPSD係数には、電子刺激によるガス放出を 含む総合のイールドである。

光(電子)刺激脱離のモデル

- KnotekとFeibelmanより提唱されたKFモデル。
- ・光(電子)の照射で、表面原子の中に空孔が作られる。
- 吸着原子から空孔へAuger遷移が 起こり、陰イオンの吸着原子が 中性または陽イオンになり、表 面より脱離する。



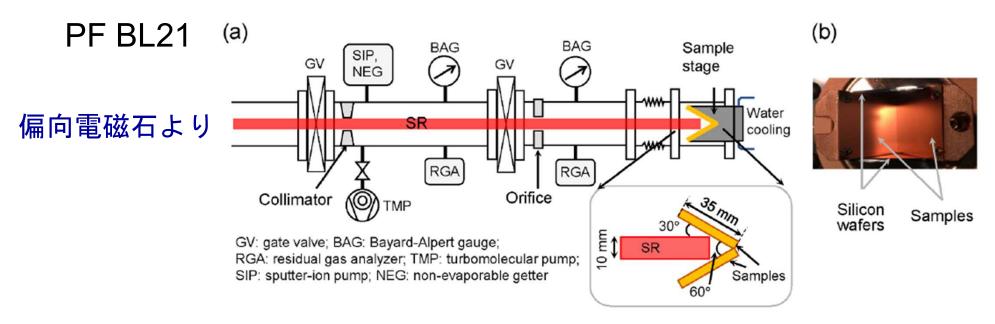


M.L. Knotek and P.J. Feibelman, Phys. Rev. Lett. 40 (1978) 964-967.

放射光照射でのビームダクト

- Radiation enhanced diffusion
 - 固体内に侵入する放射光が固体原子や不純物原子の拡散を 促進する。
- ・バルク中の不純物が拡散してくる。 3 keV放射光のAIの吸収長は8 μmである。
- 熱拡散ではHがメインですが、Radiation enhanced diffusionではC、Oの拡散も向上する。
- 表面吸着原子の減少により、Radiation enhanced diffusionが PSDの律速となる。

光刺激脱離の評価装置



X.G. Jin et al., Vacuum 207 (2023) #111671.

光刺激脱離係数
$$\eta = \frac{C(\triangle P_1 - \triangle P_2)}{kT} \frac{1}{F_{ph}}$$
 $\frac{C(\triangle P_1 - \triangle P_2)}{AP_1, \Delta P_2}$ 真空チェンバー

 F_{ph} :放射光のフラックス、 の圧力変化

フラックスの計算

PFリング コリメーター 10x5 mm 13 m

偏向電磁石のフラックス

$$N_{photons/s} = \frac{5\pi r_e}{\sqrt{3}e\hbar c} EI$$

 $N_{photons/s} = 8.08 \times 10^{20} E(GeV)I(A)$

PF、2.5 GeV、0.45 Aで

PF全体、9.09×10²⁰ photons/s;

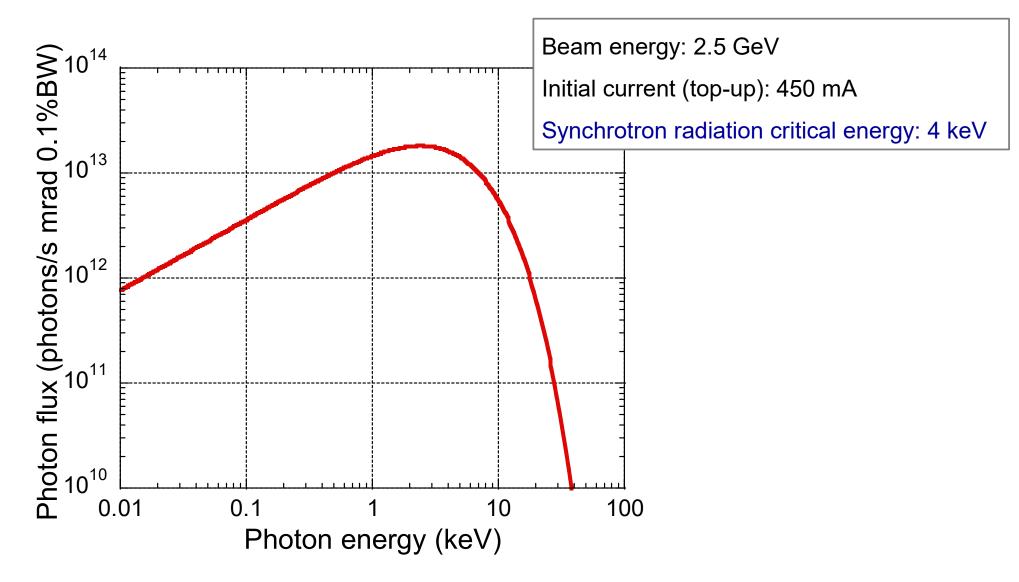
水平切り出し角: 10 mm/13m =0.77 mrad;

$$9.09 \times 10^{20} \times \frac{0.00077}{6.28} = 1.11 \times 10^{17} \text{ photons/s};$$

垂直開口(5 mm)を考慮すると

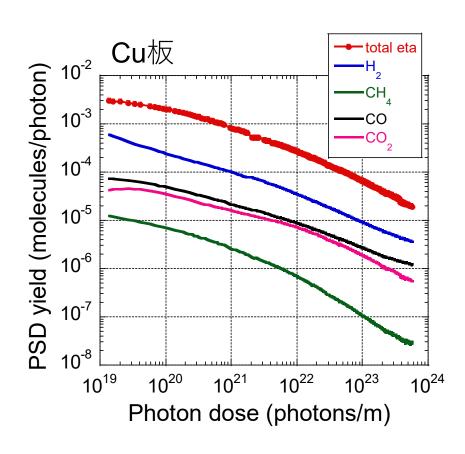
 4.56×10^{16} photons/s

Spectrum of SR from bend



PSD結果_Cu

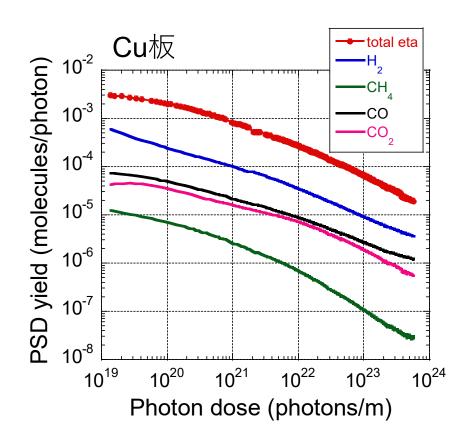
150℃で24時間のベーキング

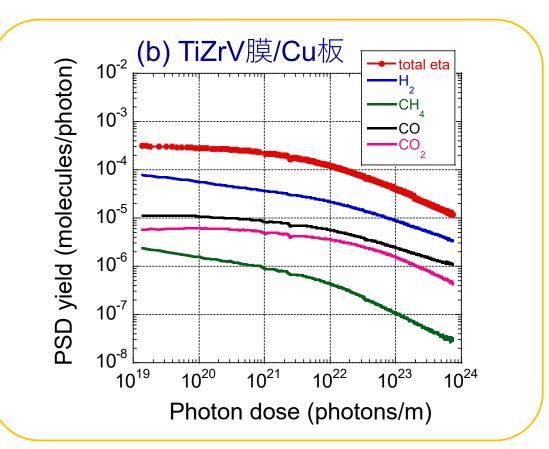


- 脱離ガスは、H₂、CO、CO₂、CH₄
 である。
- 照射に伴い、ガス脱離が減る。(枯れる)

PSD結果_TiZrV膜

150℃で24時間のベーキング



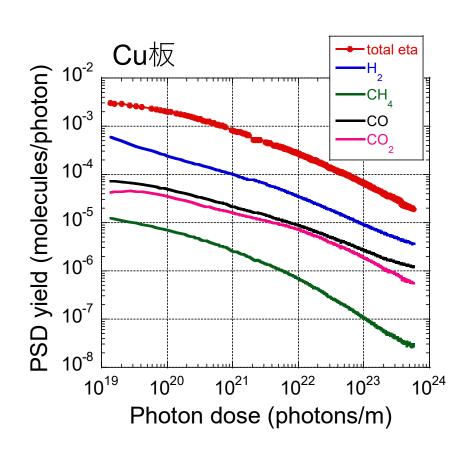


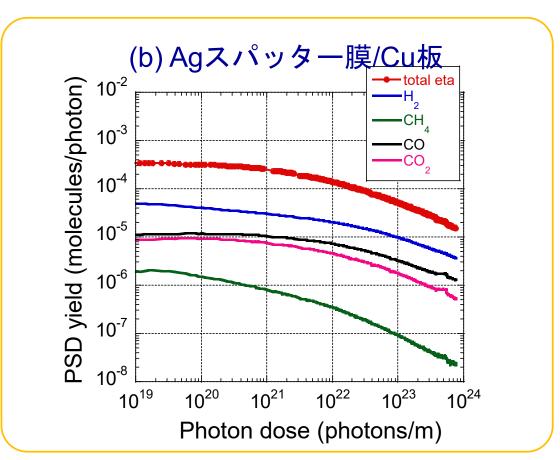
X.G. Jin et al., Vacuum 207 (2023) #111671.

加熱によりTiZrVは清潔な表面を作り、PSDを下げる。

PSD結果_Ag膜

150℃で24時間のベーキング





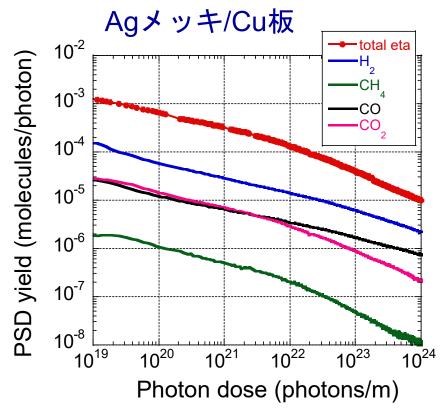
X.G. Jin et al., Vacuum 207 (2023) #111671.

Agスパッタ一膜のPSD係数が低い。

PSD結果_Ag膜

Ag スパッター/Cu板 10⁻² total eta PSD yield(molecules/photon) 10⁻³ 10^{-4} 10⁻⁵ 10⁻⁶ 10⁻⁷ 10⁻⁸ 10²⁰ 10¹⁹ 10²³ 10²¹ 10²² 10²⁴ Photon dose (photons/m)

150℃で24時間のベーキング

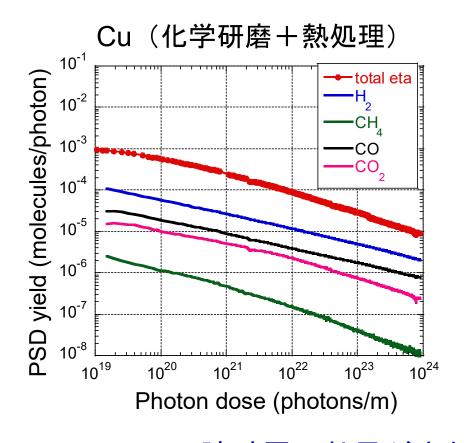


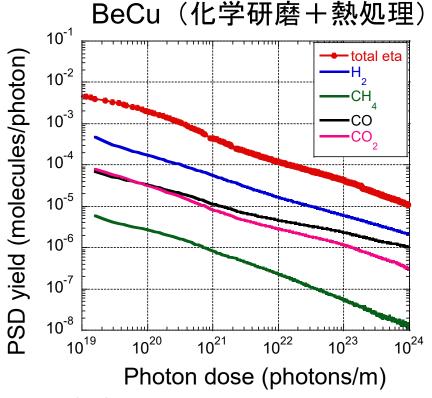
金 秀光ほか、第21回日本加速器学会年会の発表資料。

薄膜の作り方によって、PSDが異なる。

PSDの結果_BeCu

150℃で24時間のベーキング





金 秀光ほか、第22回日本加速器学会年会の発表資料。

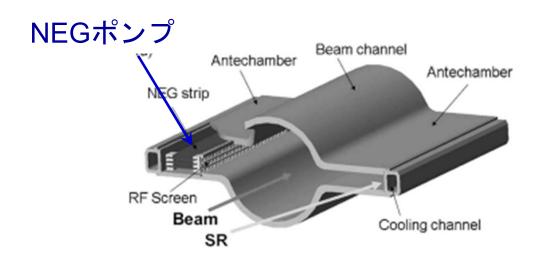
- BeO障壁層の効果が表れてない。
- ・表面酸化物が増えることで、CO、CO2のガスの脱離も増加。

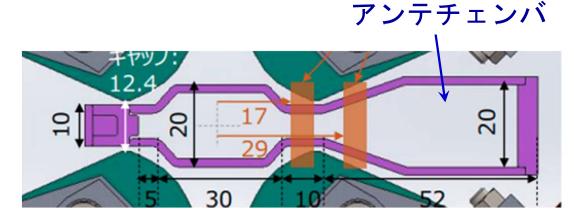
蓄積リングの真空の特徴(2)

- 蓄積リングは細長いダクトで構成しており、コンダクタンスが悪く、 実効排気速度が低い。
- 解決例

SuperKEKBのダクト

ナノテラスのダクト





蓄積リングの真空の特徴

1) PSDが主なガス源である。

PSDが低い材質の探索、導入が必要。

<u>2)排気コンダクタンスが悪い。</u>

分布的な排気、アンテチェンバが必要。

目次

- 真空の基礎
- 放射光源加速器の真空
- NEGコーティング
- 本グループの研究成果

NEGとは

- ・非蒸発ゲッター(Non-evaporable getter)は、真空中で加熱することで蒸発を伴わずに反応性の高い清浄な表面を生成し、残留ガスを排気する材料。
- NEGポンプは、Tiサブリメーションポンプ、スパッタイオンポンプ とは違う。
- よく使われているNEGポンプはSAESの St707(Zr-V-Fe)、ZAO(Ti-Zr-V-AI)など がある。

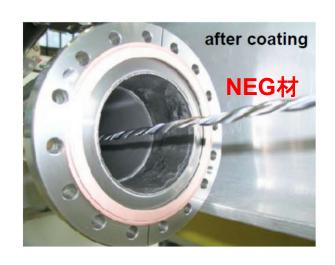
NEGポンプ

NEGコーティングとは

• NEG材をビームダクトの内面にコーティングすることで、本来ガス源である内壁を真空ポンプに変える技術である。

C. Benvenuti et al., Vacuum 60 (2001) 57-65.

TiZrV膜は比較的低温(180℃、24h)で再活性化できる。(市販のNEGポンプは550℃で再活性化)

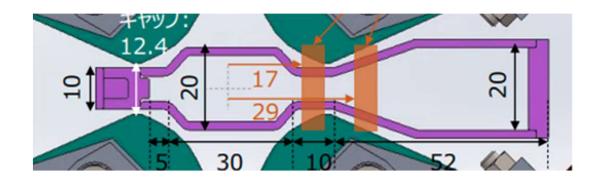


- ・マグネトロンスパッタリングで成膜し、膜厚は0.5~2 μm。
- 排気コンダクタンスが悪い場所の真空改善に有効である。
- ・低いPSD係数、低いESD係数、低い2次電子係数を有する。

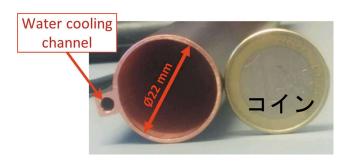
NEGコーティングのメリット

ダクトの形状が簡単になる。

ナノテラスのダクト

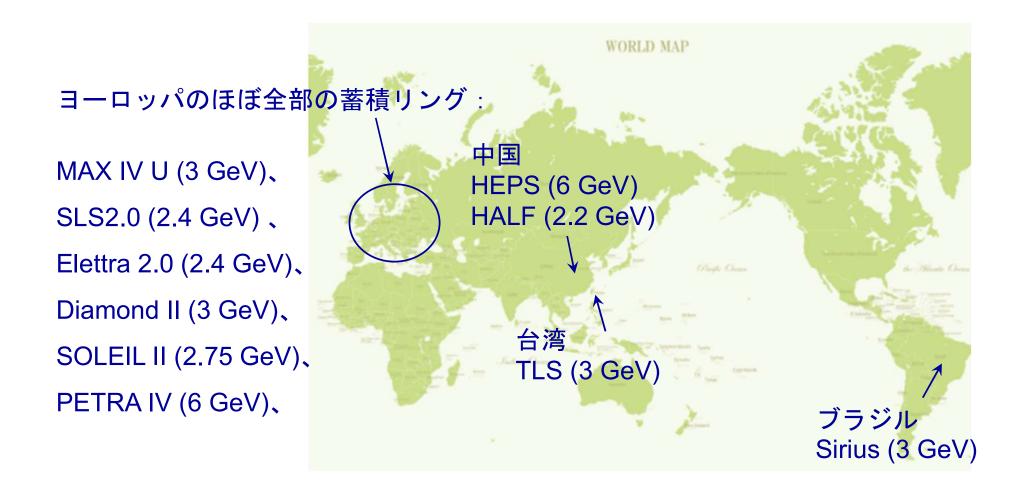


MAX IVのダクト (NEGコーティング採用)

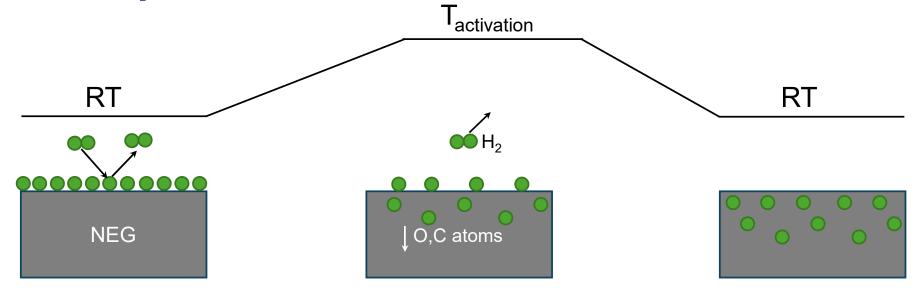


■ PSDが低いことから、コミッショニング時間が短縮できる。

NEGコーティングの普遍的な利用

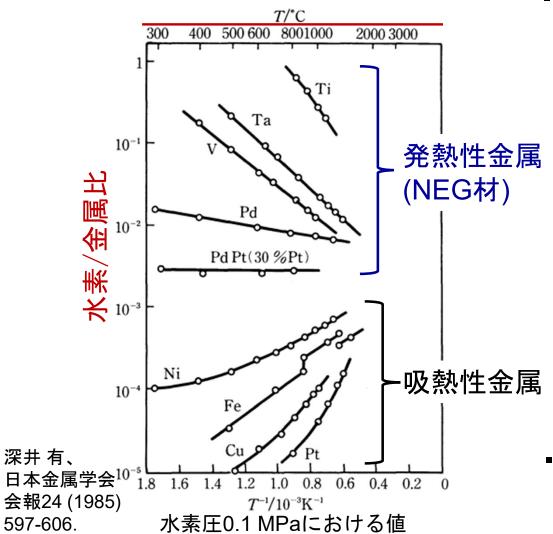


NEGの原理



- 化学吸着作用により排気する。
 H₂、CO、CO₂、H₂O、N₂、O₂排気、希ガス、CH₄は排気できない。
- 表面飽和すると排気できない。
- 再活性化することで、排気性能が回復する。

金属中の水素



金属中の水素と水素の圧力は、 Siever法則に従う。

$$\sqrt{p} = Kx$$

*p*は水素の圧力、*x*は水素の濃度、 *K*はsiever定数

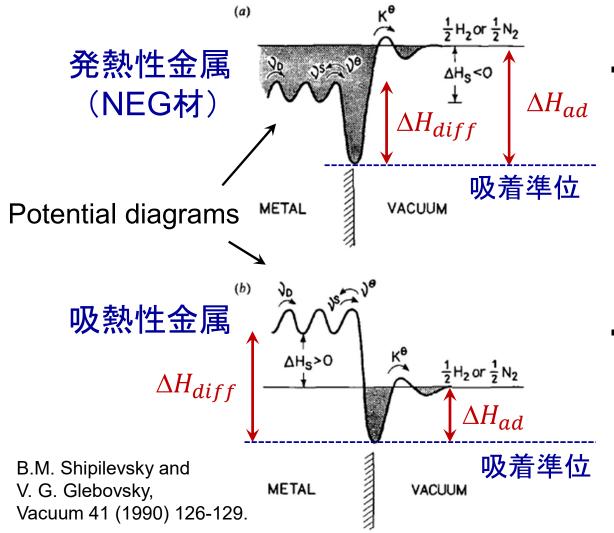
$$\ln k = -\Delta S_S + \Delta H_S / RT$$

 ΔS_s は溶解エントロピー、 ΔH_s は溶解熱

-吸熱性金属 $\Delta H_{\scriptscriptstyle S}$ が負の時、高い水素の溶解度。

・高温で水素を放出し、室温で水素 を吸着する。

表面吸着原子の内部拡散



• 発熱性金属(NEG材)では、 $\Delta H_{diff} < \Delta H_{ad}$ で、加熱により 吸着原子が内部に拡散する。

・吸熱性金属では、

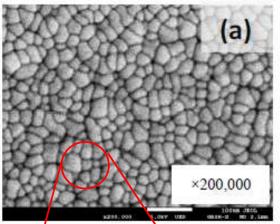
 $\Delta H_{diff} > \Delta H_{ad}$ で、吸着原子 の内部への拡散ができない。

TiZrVの低温再活性化

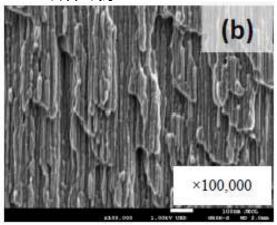
結晶子の大きさ

SEM表面像

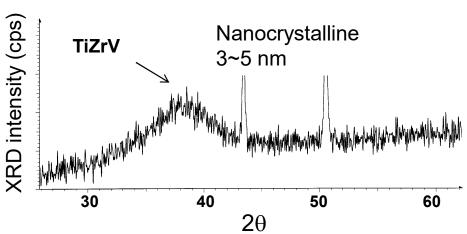
粒径



SEM断面像



X線回折



Y. Tanimoto et al., IPAC2019 proceeding 1276-1279

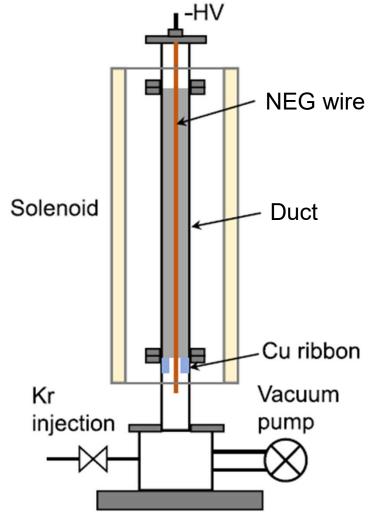
Column径: 20~100 nm

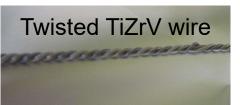
結晶子サイズ: 3~5 nm

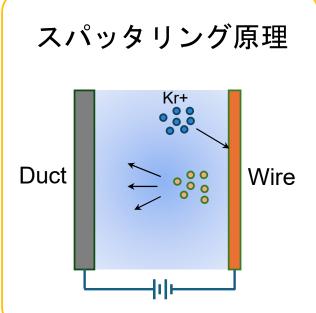
diffraction, the low activation temperature is correlated to the film structure [10] and presumably caused by a large density of grain boundaries, which should facilitate the transport of oxygen from the surface into the bulk of the film.

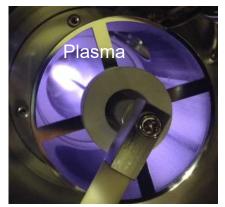
C. Benvenuti et al., Vacuum 71 (2003) 307-315.

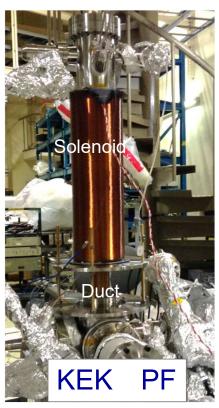
マグネトロンスパッタ



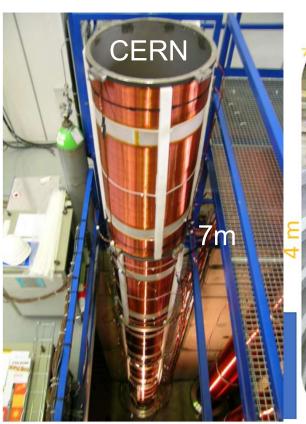








世界中のNEGコーティング装置





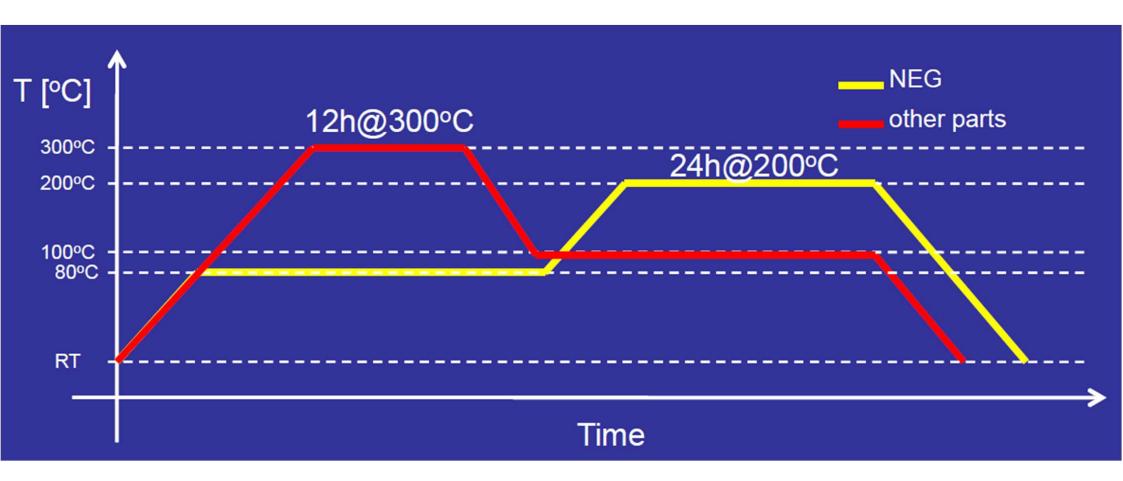




NEGコーティング手順

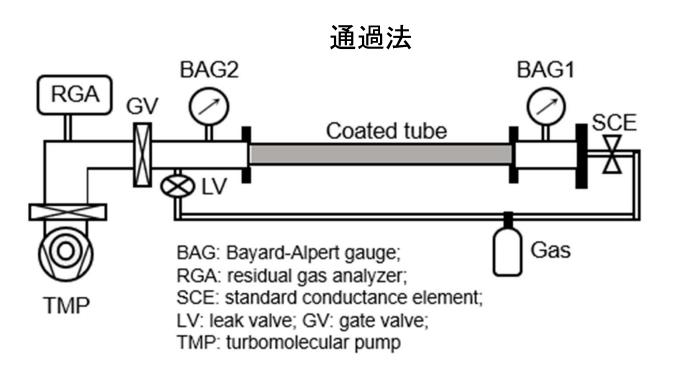
- 1) ダクトの洗浄、表面処理
- 2) 装置のベーキング、ダクトは200°Cで24h
- 3) 残留ガス分析 → ソレノイドON → Krガス導入 (1~5 Pa)
- 4) カソードに高電圧印加(-300~-600 V)
- 5) コーティング時間、24時間程度(膜厚2 μm)
- 6) 高電圧OFF → Krガス遮断 → ソレノイドOFF
- 7) 残留ガス分析 → 窒素封入

NEGコーティングの活性化

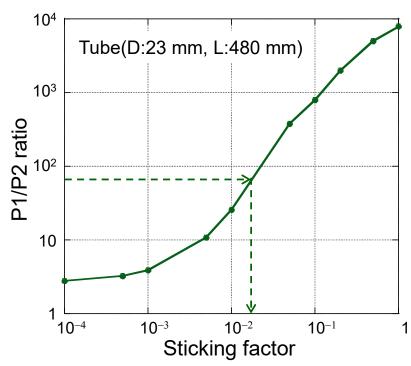


Courtesy Pedro Costa Pinto

排気速度の評価 一平均吸着確率

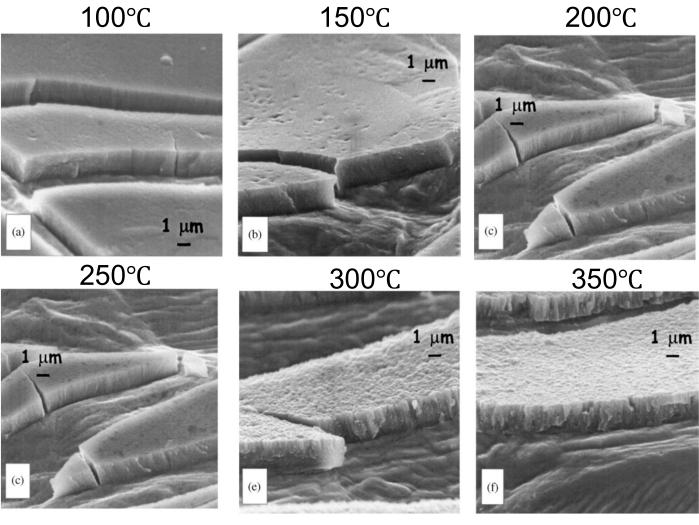


MolFlow+による計算結果



表面モフォロージ

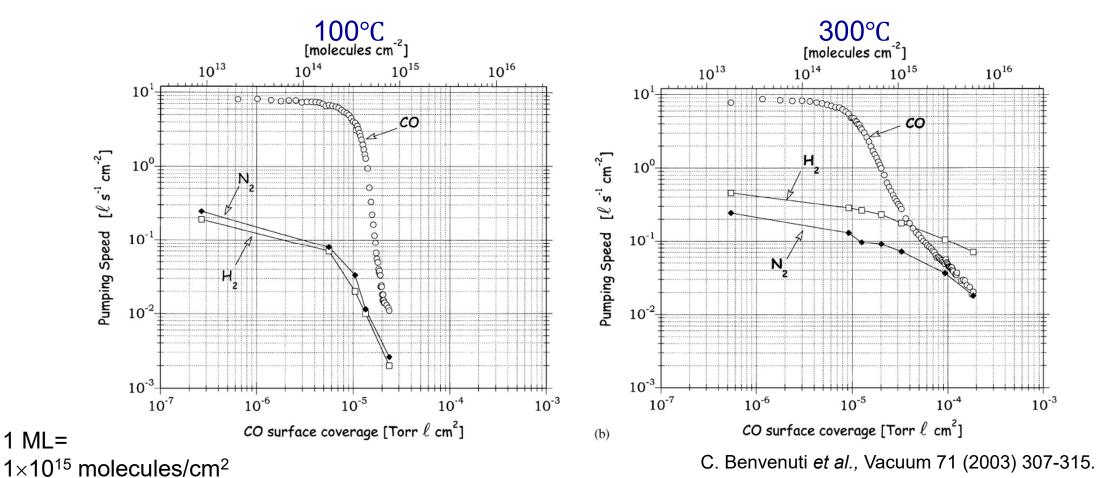
成膜中の ダクト温度による 表面の変化



C. Benvenuti et al., Vacuum 71 (2003) 307-315.

排気性能

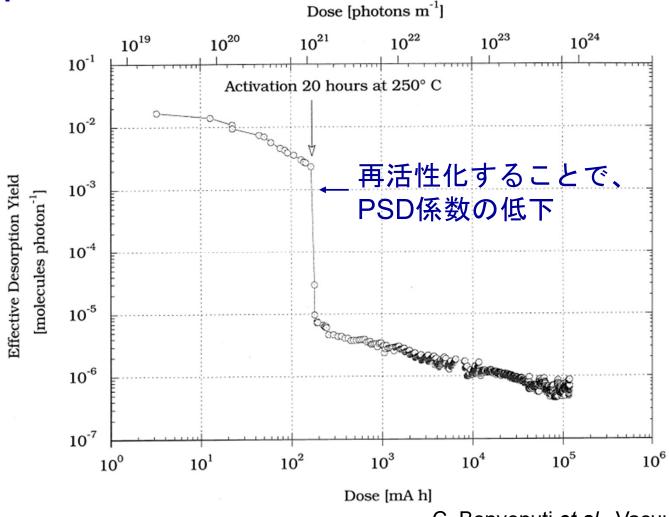
COガスの測定中に、 H_2 と N_2 の排気速度を計測



CO飽和量: 8×10¹⁴ molecules/cm²

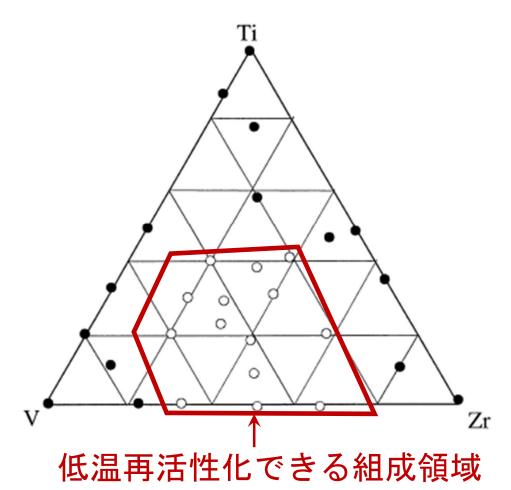
7×10¹⁵ molecules/cm²

PSD結果



C. Benvenuti et al., Vacuum 60 (2001) 57-65.

TiZrVの組成依存



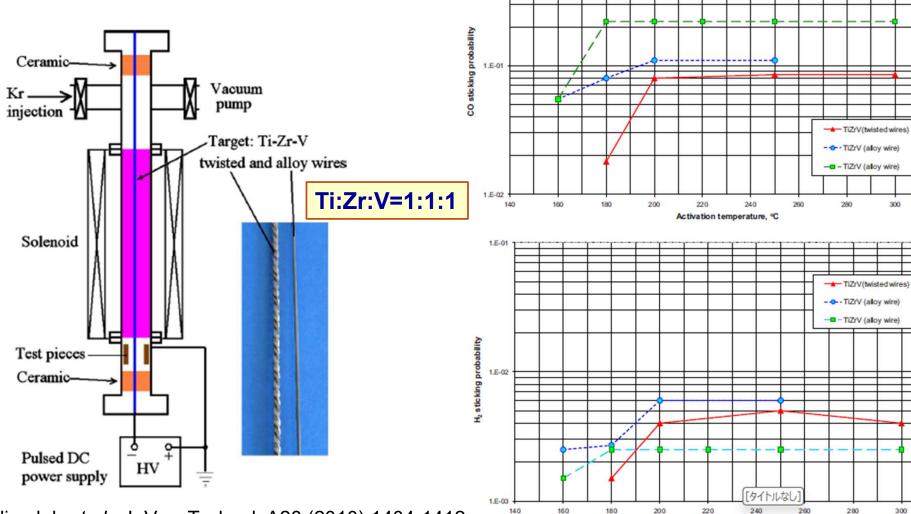
- 200℃で1時間の加熱処理を行う。

- ・表面分析により、Zrの酸化物の 変化を調べた。
- Zr/ZrO>0.5を基準にする。

Ti_(0~40) Zr_(20~60) V_(30~70)の 広い組成範囲で低温活性化される。

C. Benvenuti et al., Vacuum 60 (2001) 57-65.

合金ターゲット

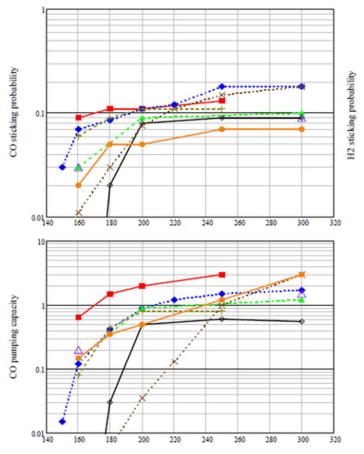


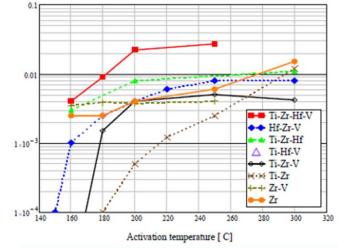
Activation temperature, °C

R. Valizadeh et al., J. Vac. Technol. A28 (2010) 1404-1412.

異なるNEG材の排気性能

Courtesy Reza Valizadeh

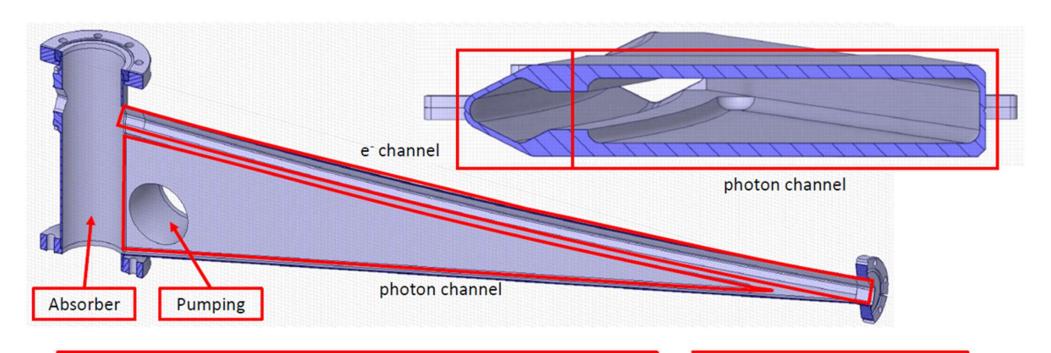




- Ti-Zr-Hf-V performed the best
 - ✓ Activated at 150-160 °C for a columnar film
 - $\checkmark \quad \alpha_{CO} \leq 0.4, \ \alpha_{CO2} \leq 0.6, \ \alpha_{H2} \leq 0.03$
- Hf-Zr-V, Ti-Zr-Hf, Ti-Hf-V and Zr are comparable nevertheless they perform less than Ti-Zr-V.
- Zr-V is the best binary alloy (has the lowest activation temperature in binary range)

6/28/2024

Courtesy Stefano Saroglia



- e channel
 - 0.3 < Thickness < 0.5 μm
 - High coverage & uniformity
- > Photon channel
 - 0.3 < thickness < 1.5 μm
 - · High coverage
- 1st stage

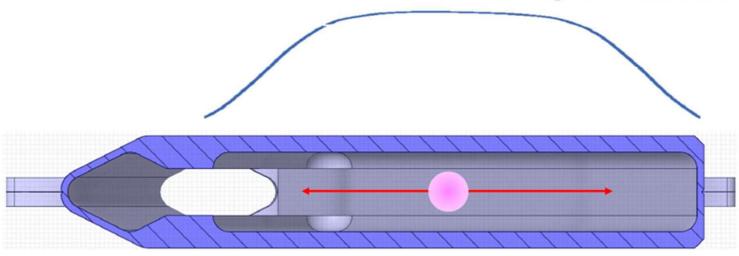
- Absorber & pumping ports
 - 0.3 < thickness < 1.5 μm
 - High coverage

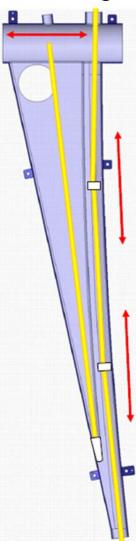
2nd stage

Courtesy Stefano Saroglia

- > ELETTRA = bent e⁻ channel (6.5°)
 - · Spacers needed for target centering
 - Transversal uniformity
 - But masking
 - Longitudinal target + spacers translation
 - Compensation for masking
 - Longitudinal uniformity

- ELETTRA = variable cross section in photon channel
 - Big change in width = 10-124 mm
 - Blind pocket closed volume
 - Reduced transversal coverage
 - Multiple positions needed
 - Multiple targets not possible
 - Target lateral translation





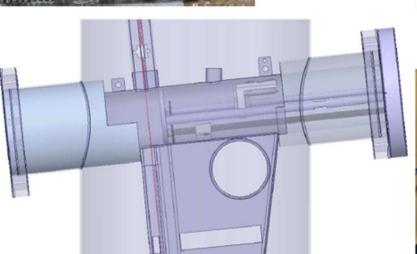
Courtesy Stefano Saroglia

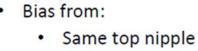
Principle:

- · Rotation actuation from top nipple
- · 90° axis change rotation
- Synchronous with e⁻ channel



Drive screws – DLC Coating

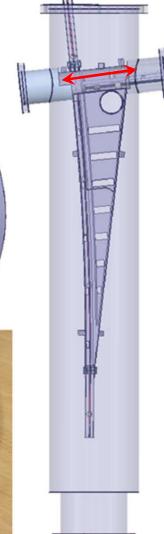








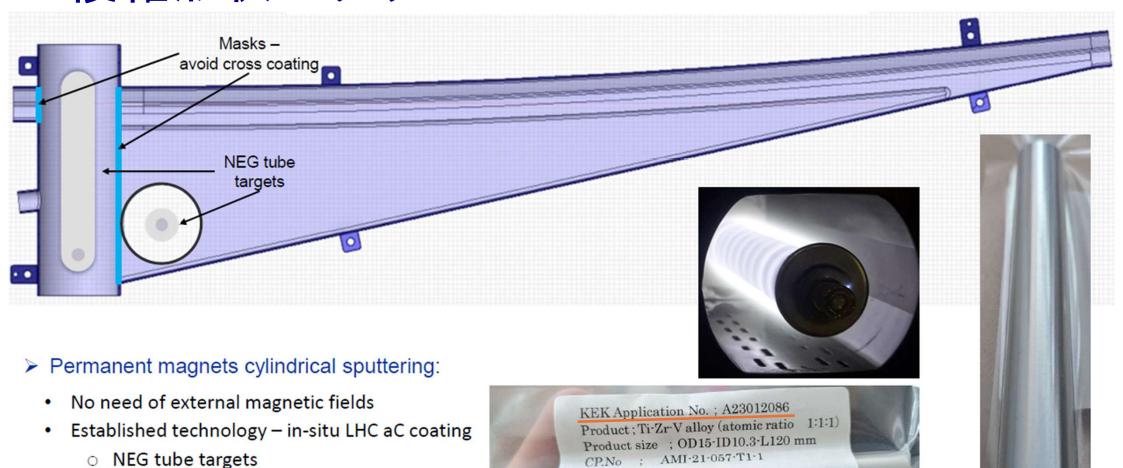




KEK (Y. Tanimoto) – Asahi Metals

collaboration

Courtesy Stefano Saroglia



July 11, 2023

Asahi Metal Co.,Ltd.

OSAKA ASAHI CO.,LTD.

Fully NEG coated 3 GeV electron storage ring at MAX IV



Marek Grabski

on behalf of the MAX IV vacuum team

The 103rd IUVSTA Workshop on New Horizons of NEG Thin Film Applications, 24-27 June 2024, York, UK

NEG coating of vacuum chamber

All the vacuum chambers were NEG (Non-Evaporable Getter) coated with:

• Thin film (0.5-2 μ m) of Ti-Zr-V (30%, 30%, 40% respectively) alloy deposited by magnetron sputtering.

NEG film, after activation (heating up to 180°C under vacuum), activates and pumps active gasses (do not pump noble gasses nor methane CH₄), and has lower PSD (Photon Stimulated Desorption).

The prototyping and validation of the NEG coating on standard and most complicated geometrically chambers was done in collaboration with CERN.

The extruded copper tubes prior to the coating were cleaned and surface treated (etched, passivated), then NEG coated.

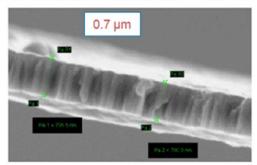


'NEG thin film coatings: from the origin to the next-generation synchrotron-light sources', Paolo Chiggiato, CERN (presented at OLAV'14)

Courtesy Marek Grabski

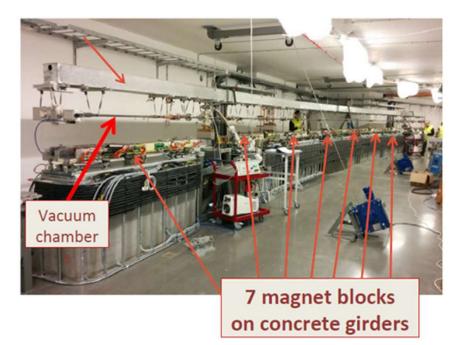


SEM coating thickness measurements:



Installation procedure

Ring installation was tested and rehearsed by installing and activating 1 mockup achromat inside a separate hall.



Courtesy Marek Grabski

Actual vacuum installation lasted 7 months (November 2014 – June 2015). Main steps included:

- vacuum chambers were assembled above lower magnet haves,
- Lifted up with a strongback,
- baked and activated at 180 deg C with oven,
- lowered to the lower magnet halves,
- · Magnets were closed,
- Straight sections between achromats were installed and baked in-situ,

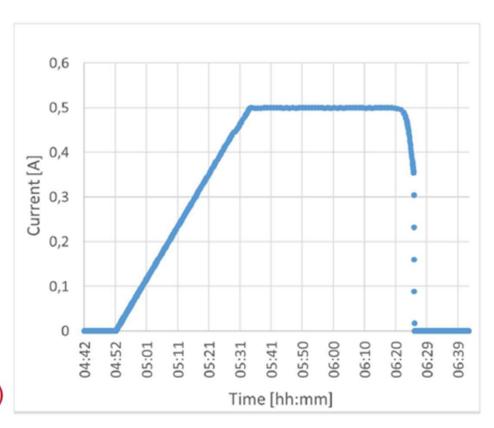


Courtesy Marek Grabski

Vacuum performance

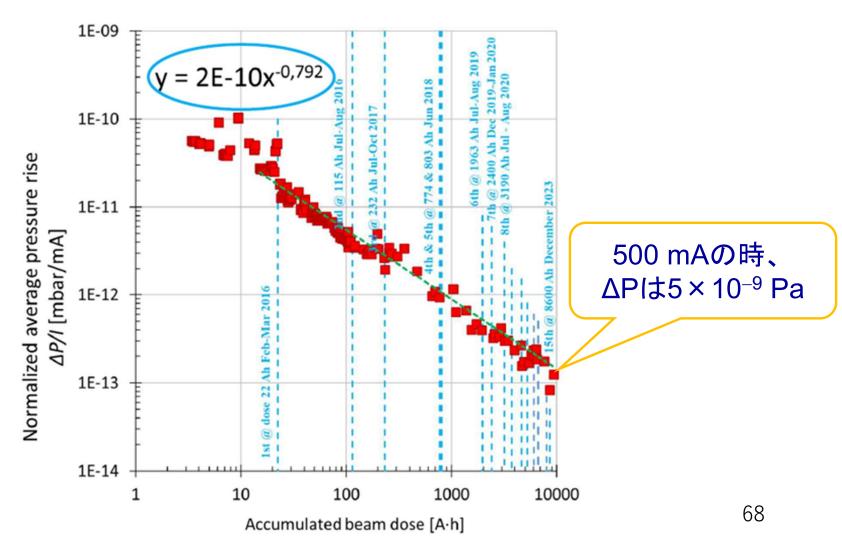
- Average base pressure (June 2024):
 ~1.5e-10 mbar (extractor gauges)
- Accumulated beam dose: 9971 Ah (June 2024)
- Max. stored current:

 500 mA (November 2018)
 total lifetime was 14 h,
- Beam current for delivery to beamlines:
 400 mA, (total beam lifetime ~15 h)



Vacuum performance: pressure

Courtesy Marek Grabski



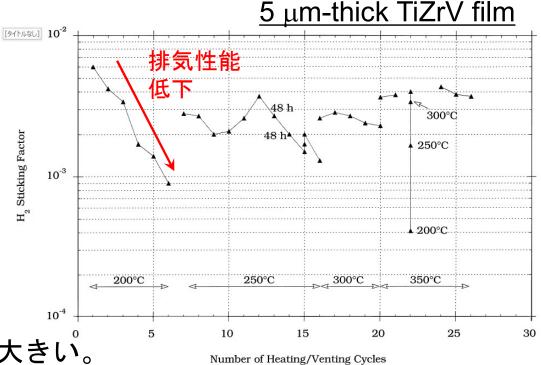
NEGコーティングの改善すべき点

寿命問題

- 大気開放中に大量の酸素、水分を 吸着する。
- 表面が酸素リッチになり、排気性能 が低下する。

抵抗率

TiZrV膜の抵抗率が175 μΩ·cm以上と大きい。
 (Cuの抵抗率が1.6 μΩ·cm)



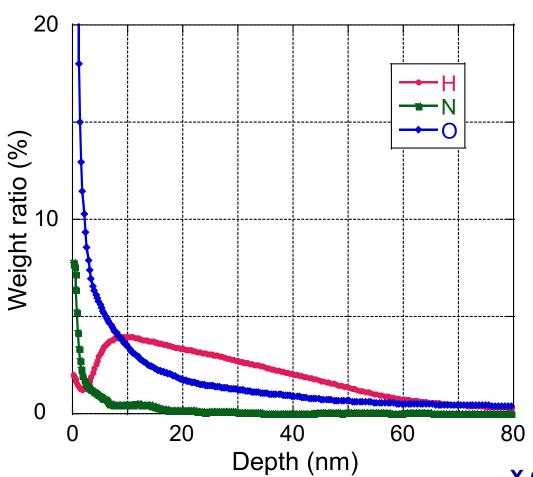
C. Benvenuti et al., Vacuum 60 (2001) 57-65.

Resistive wall impedanceにより、発熱やビームが不安定になる。

目次

- 真空の基礎
- 放射光源加速器の真空
- NEGコーティング
- 本グループの研究成果
 - 1) 超低PSD・長寿命NEG膜の開発
 - 2) 超低PSD・低抵抗率の密なPd膜の開発
 - 3)低PSDのアブソーバーの開発

NEG膜の表面付近の元素分布



- 大気中に保存したTiZrV膜。
- GDS (glow discharge optical emission spectrometry) による 元素の深さ方向の分布。
- O₂、H₂Oは数十nmまで侵入する。

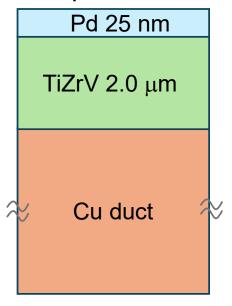
X.G. Jin et al., Vacuum and Surface 64 (2021) 301-305.

Pd 表面層の導入

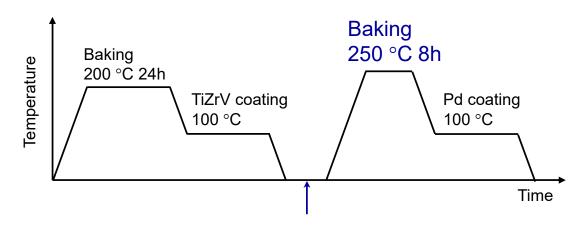
- Pd膜はO2とH2Oとは反応しないが、H2とCOは吸着する。
- Pd膜でNEG膜を覆うと、寿命を長くする。

C. Benvenuti et al., Vacuum 73 (2004) 139-144.

Sample structure



Coating process



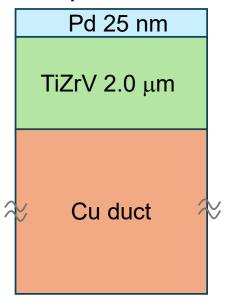
Exchanging TiZrV wire to Pd wire (TiZrV film exposed to air)

Pd covered NEG films

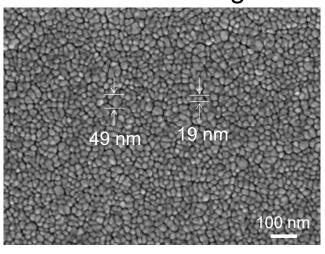
- Pd膜はO2とH2Oとは反応しないが、H2とCOは吸着する。
- Pd膜でNEG膜を覆うと、寿命を長くする。

C. Benvenuti et al., Vacuum 73 (2004) 139-144.

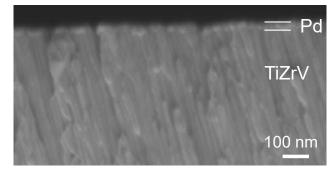
Sample structure



Surface SEM image



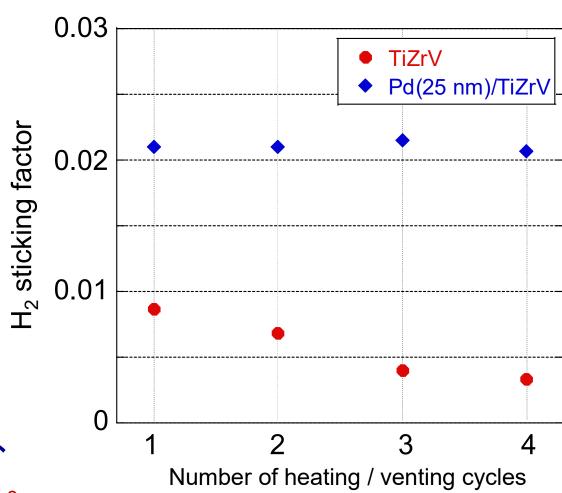
Cross-sectional SEM image



使用寿命の評価

- 乾燥空気開放と再活性化を 繰り返す。
- ・再活性化条件: TiZrVは250°C、4 h Pd/TiZrVは200°C、4 h
- Pd/TiZrVは一定の吸着確率を 保つ。

Pd層の保護作用が有効であり、 水素の吸着確率が3倍向上する。



X.G. Jin et al., J. Vac. Sci. Technol. B39 (2021) #064202.

PSDの評価

照射前の試料の熱処理:

Cuダクト: 150°C、20h

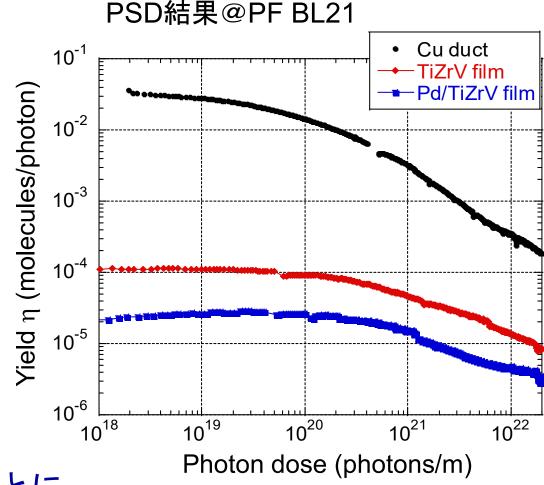
TiZrVコーティングしたダクト: 250℃、4h

Pd/TiZrVコーティングしたダクト: 250°C、4h

刺激脱離係数(η):

脱離分子数/照射光子数

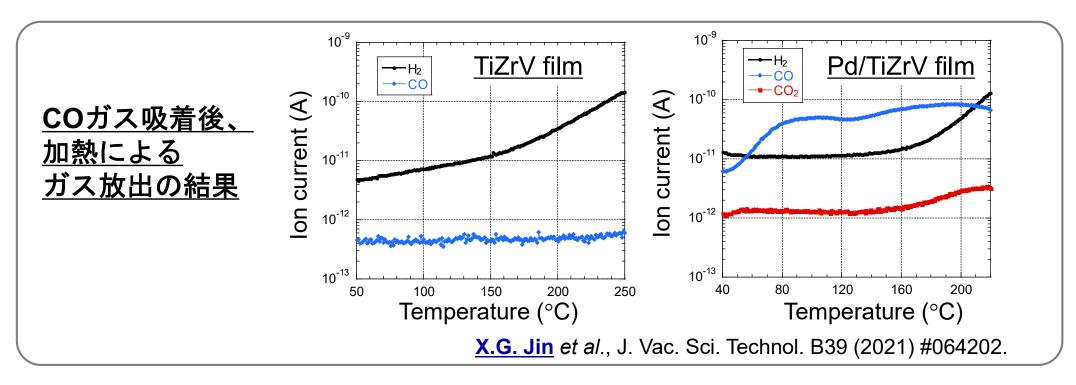
世界初で、Pd膜がPSDを下げることに 有効であることを発見。



X.G. Jin et al., Vacuum 192 (2021) #110445.

TiZrVとPd表面の違い

- Pd表面の水素排気速度がTiZrVより高い。
- 室温でPdは酸化しないため、表面付近の酸素濃度が低い。
- ・加熱後、Pd表面付近のカーボン濃度が低い。



CO、CO₂の排気性能

吸着確率は通過法で計測した。

加熱条件:

TiZrV膜, 250°C for 4 h;

Pd/TiZrV膜, 200 °C for 4 h

	TiZrV film	Pd/TiZrV film
CO sticking factor	0.06	0.05
CO ₂ sticking factor	0.05	

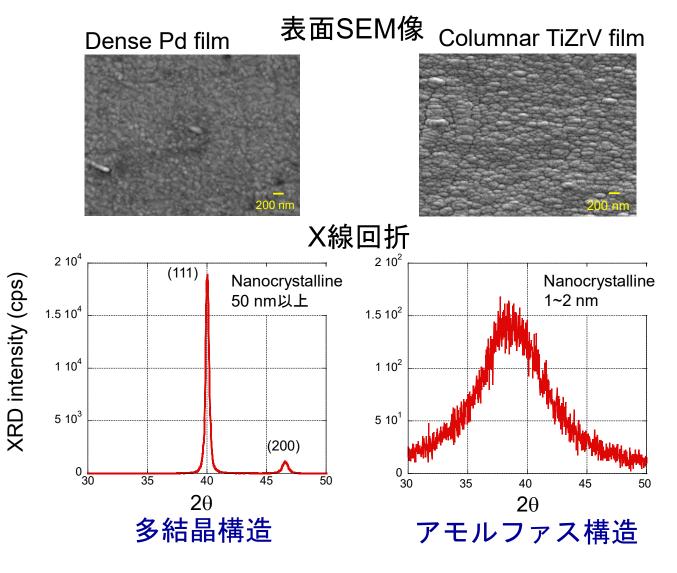
目次

- 真空の基礎
- 放射光源加速器の真空
- NEGコーティング
- 本グループの研究成果
 - 1) 超低PSD・長寿命NEG膜の開発
 - 2) 超低PSD・低抵抗率の密なPd膜の開発
 - 3) 低PSDのアブソーバーの開発

密なPd膜の低抵抗率

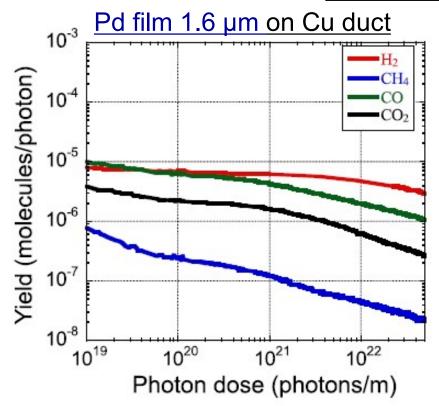
金属の抵抗率表

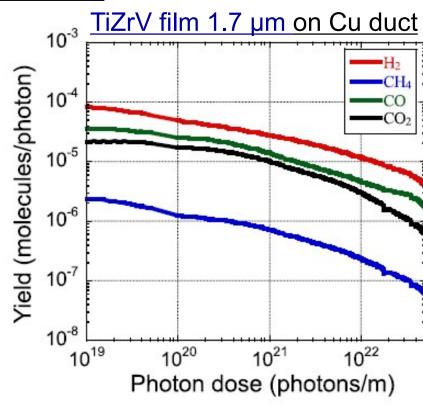
金属名	抵抗率 (μΩ·cm)
Ag	1.59
Cu	1.6
Pd	10.87
Zr	40
V	40
Ti	43 ~ 170
TiZrV合金	>175



密なPd膜のPSDの結果

試料の熱処理:250℃、4h





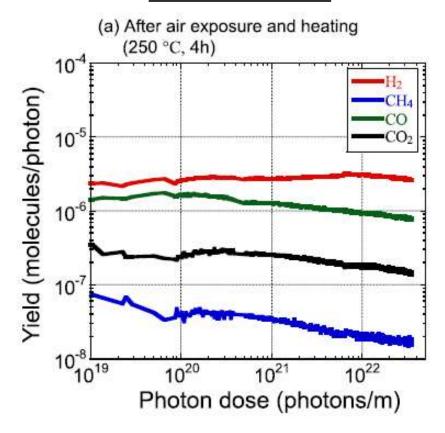
X.G. Jin et al., Vacuum 215 (2023) #112370.

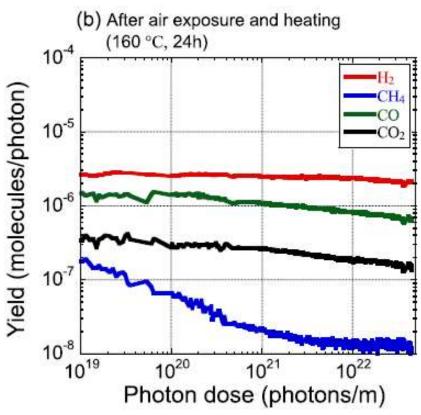
特願 2023-034073 "真空配管及び真空配管の製造方法"

Pd膜(単層)でTiZrV膜より低いPSDが得られた。

密なPd膜の耐久性の評価

耐久性の評価: Pd膜を大気開放、加熱、PSD計測





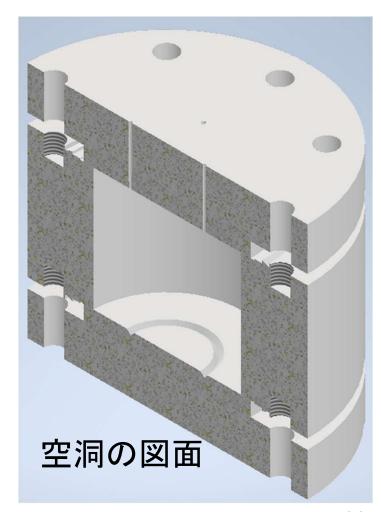
X.G. Jin et al., Vacuum 215 (2023) #112370.

大気開放の影響をほとんど受けず、低いPSDを保つ。

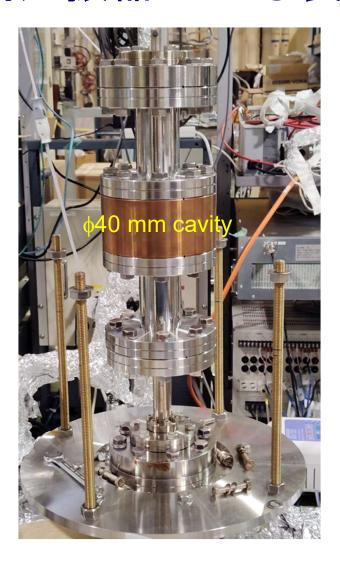
Courtesy M.L. Yao

空洞共振器による表面抵抗の計測

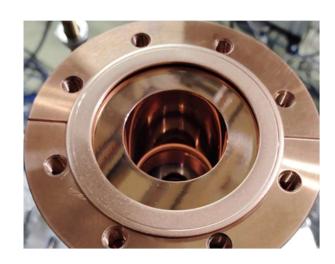
- ・高周波で誘起される電流は空洞壁の表面を流れ、 その浸透深さはskin depthによって決定される。
- ・ダクト、2つのエンドギャップで円筒形の空洞を 作製。
- CrCuで空洞を作製、ダクトの内径は40 mm (9.6437 GHz)、60 mm (6.7846 GHz)である。
- ダクトの内面でコーティングし、コーティング材の表面抵抗を計測。



空洞共振器による表面抵抗の計測



成膜前

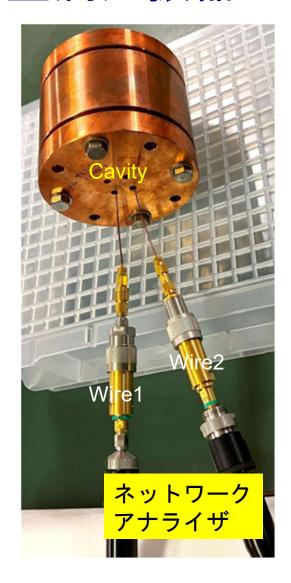


Pd成膜後

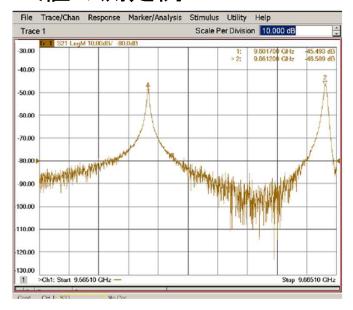


Courtesy T. Abe

空洞共振器による表面抵抗の計測



Q値の測定例



共振周波数と3 dB落ちの バンド幅の比。

$$Q_0 = (1 + \beta_1 + \beta_2)Q_L$$

 β_1 と β_2 は入出カカプラーの 結合定数、 Q_0 は無負荷のQ値。

$$Q_0 = \frac{\Gamma}{R_s}$$

 R_s は表面抵抗、

Γは空洞の形状による係数。

密なPd膜の表面抵抗の結果

TiZrV $> 175 \mu\Omega \cdot cm$

Sample	Thickness [µm]	Q_0	f [GHz]	σ [S/m]	R [μ Ω·cm]
CuCr _{\$40}		25737	9.5995	4.84E+7	2.07
CuCr ϕ 60		31942	6.7832	4.76E+7	2.10
Pd on $\phi 40$	8	11175	9.5995	7.91E+6	12.6
Pd on $\phi60$	6	15487	6.7832	8.47E+6	11.8
Cu理論值				5.96E+7	1.68
Pd理論值				9.26E+6	10.8

M.L. Yao, X.G Jin, et al., Proceeding of IPAC 2025, 3105-3107.

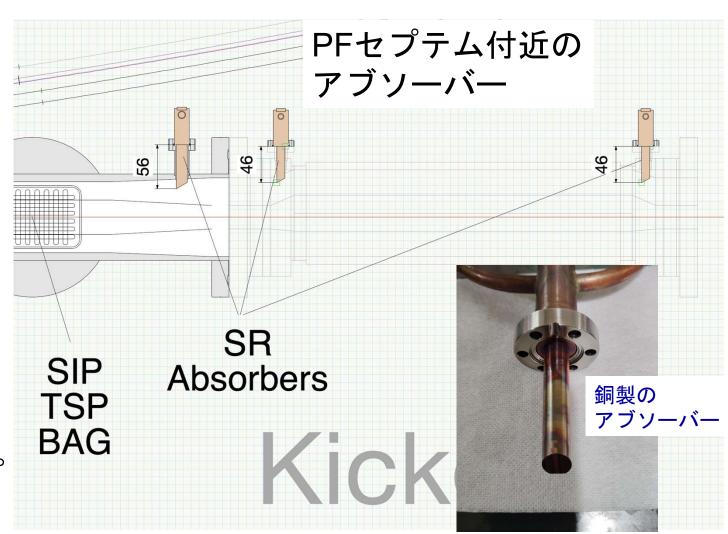
- ▶ Pd膜の抵抗率はTiZrV膜より1桁以上低下。
- Pd膜の伝導率は、Pd理論値の85%を超える。

目次

- 真空の基礎
- 放射光源加速器の真空
- NEGコーティング
- 本グループの研究成果
 - 1) 超低PSD・長寿命NEG膜の開発
 - 2) 超低PSD・低抵抗率の密なPd膜の開発
 - 3)低PSDのアブソーバーの開発

アブソーバーとは

- ・下流にある真空部品を 保護するために、放射 光を受け止める。
- ・高強度の放射光が照射 され、大量のガスを 放出する。
- NEGコーティングの場合、これらの部品からのガス放出を低減することがNEG膜の飽和を防げる。



低いPSD候補材料 – Ag膜

Au sample:

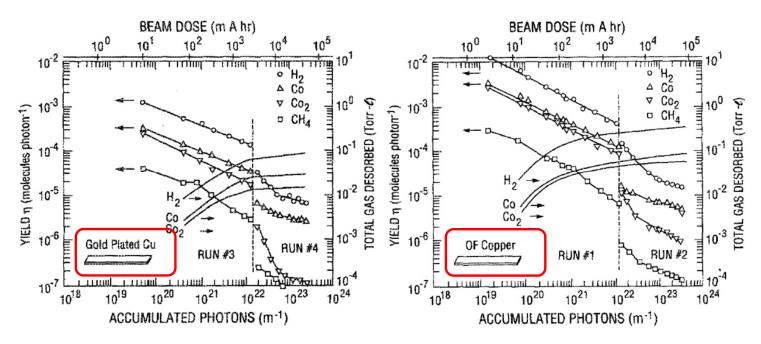
Thickness: 1.3 µm;

Film formation: plating;

Sample shape: plane;

Heating procedure:

200 °C for several days



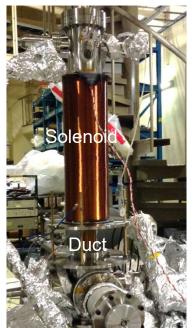
C.L. Foerster et. al. J. Vac. Sci. Technol. A 10 (1992) 2077-2081.

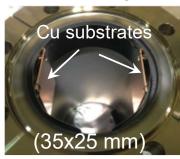
Au surface with lower gas adsorption are more easily conditioned and contribute to lower PSD.

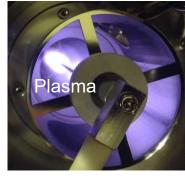
Ag has characteristics similar to Au and is expected to reduce PSD.

試料作製とPSD評価装置

Magnetron sputtering



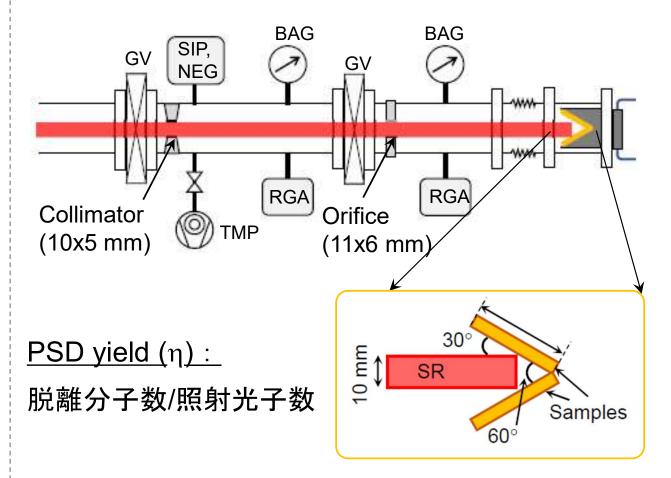




作製した試料:

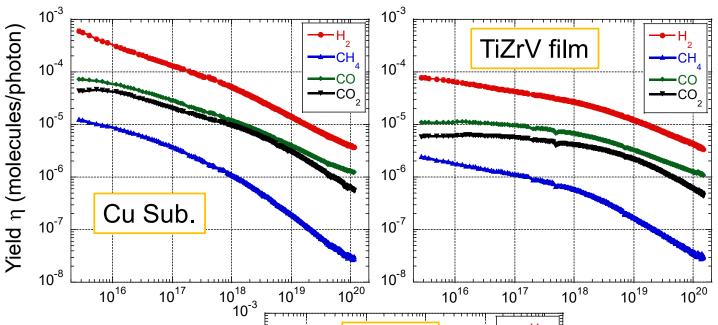
- $Ti_{0.29}Zr_{0.16}V_{0.55}$ film, 5 µm;
- · Ag film, 3.5 µm

PF BL21

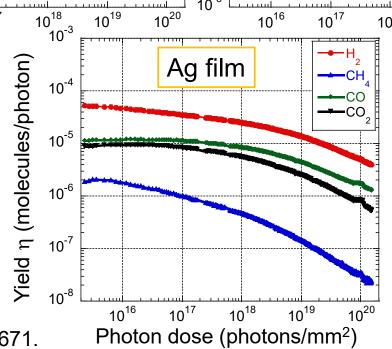


Ag膜のPSD結果

加熱処理:150°C、24h



- TiZrV膜は、Cu基板に比べ、初期PSD 係数が著しく小さい。
- ・Ag膜のPSD係数はTiZrV膜と同程度に 低い。
- ・Agが酸化しないことや、水素を吸蔵 しないことによりPSDが低下する。

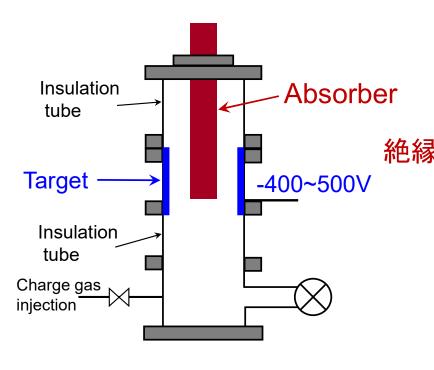


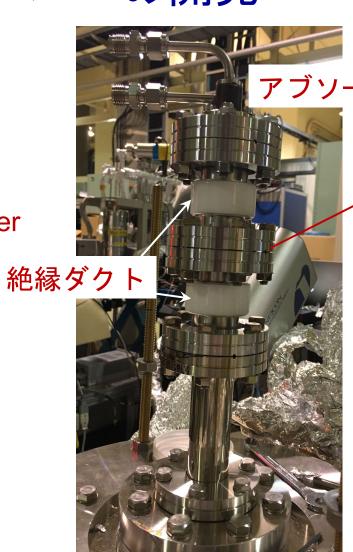
X.G. Jin et al., Vacuum 207 (2022) #111671.

90

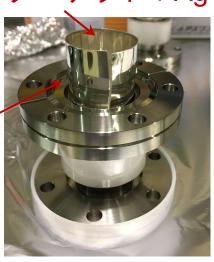
低PSDのアブソーバーの開発

円柱型部品への スパッタリング





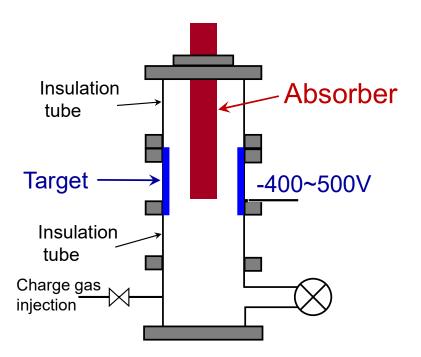






低PSDのアブソーバーの開発

円柱型部品への スパッタリング



コーティング前



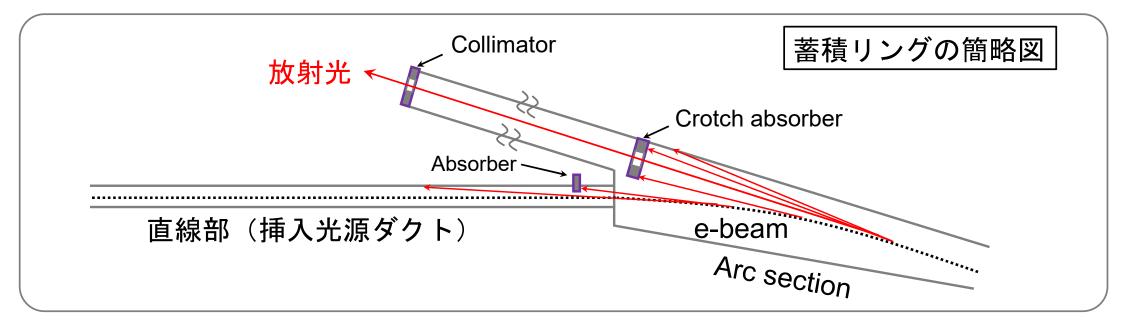
Agコーティング後



・アブソーバーの表面に均一なAg膜が成膜されている。

X.G. Jin, KEK Annual Report, 2023 74-75.

放射光源加速器への応用



- ・真空ダクト ─ 超低PSD・長寿命Pd表面層を持ったNEG膜(Pd/TiZrV、Pd/Ti)
- アブソーバーなど ー 低PSDのAg膜
- 挿入光源のダクト(Resistive wall impedanceの効果が大きい)ー

超低PSD・低抵抗率・長耐久性の密なPd膜

本グループの研究成果のまとめ

- Pd表面層を導入したNEG膜を開発し、超低PSD・長寿命を実現した。
- 密なPd膜を開発し、超低PSD・低抵抗率・長耐久性を実現した。
- Ag膜を導入して低いPSDのアブソーバーを開発した。

今後の課題

- Pd表面層を導入したNEG膜のCO₂の排気。
- 簡易的な方法でPd表面層を作製。