

# 不锈钢材料及 TiN 镀膜处理后 PSD 测试实验研究\*

张耀锋<sup>1)</sup> 王勇 尉伟 王建平 范乐 管长应 刘祖平

(中国科学技术大学国家同步辐射实验室 合肥 230029)

**摘要** PSD 性能是评价电子储存环真空室材料及材料表面处理优劣的一个重要指标. 对一约 1.5m 长不锈钢管道真空室进行了镀 TiN 薄膜处理, 并在合肥光源机器研究用光束线(MSB)的 PSD 实验站上对该真空室在镀 TiN 薄膜处理前后分别进行了 PSD 性能测试实验研究. 测试研究结果表明, 镀 TiN 薄膜处理对于减小不锈钢材料 PSD 有非常明显的作用.

**关键词** 不锈钢材料 TiN 薄膜 同步辐射光致解吸 表面处理

## 1 引言

电子储存环运行时, 高能电子偏转产生的同步辐射光照射到真空室壁上, 引起气体解吸, 称之为同步辐射光致解吸(PSD), 它是造成储存环真空系统静态压强与动态压强差别的主要原因. 新安装或暴露大气恢复后初期运行阶段的储存环, PSD 现象表现尤为强烈, 严重影响系统的真空度和束流寿命. PSD 效应与入射同步辐射光的能量、入射角、真空室材料及其表面处理方法等因素有关. 因此, 真空室材料的 PSD 性能成为加速器真空室材料选取的主要指标之一. 目前, 大多数加速器选用的是不锈钢材料, 为了改善性能, 国内外研究机构对不锈钢材料开展了各种表面处理方法的实验研究. 处理后材料 PSD 性能的改善情况成为该处理方法优劣的主要评价标准.

TiN 薄膜具有良好的导电性、化学稳定性、阻碍氢气渗透性和较低的二次电子产额等特点, 近年来常用于粒子加速器储存环真空室的表面处理<sup>[1, 2]</sup>. 国外许多加速器实验室如 SLAC、SNS、KEK、CERN 都进行了真空室镀 TiN 薄膜处理实验和应用研究<sup>[3-5]</sup>, 但镀 TiN 膜真空室的 PSD 测试实验研究还未见相关报道.

为了了解镀 TiN 膜处理对不锈钢材料 PSD 性能的改善情况, 我们对一不锈钢管道真空室进行了镀 TiN 薄膜处理, 并在国家同步辐射实验室机器研究光束线 PSD 实验站上, 进行了不锈钢材料镀 TiN 薄膜处理前后的 PSD 测试实验研究, 为不锈钢材料镀 TiN 薄膜处理提供依据.

## 2 不锈钢真空室镀 TiN 薄膜处理

国家同步辐射实验室储存环直线段管道真空室长约 1500mm, 内径为 86mm, 由 304L 不锈钢材料制作. 我们采用内置靶直流反应溅射镀 TiN 薄膜的方法对一模拟段管道进行了镀 TiN 膜处理. 镀膜装置如图 1 所示:

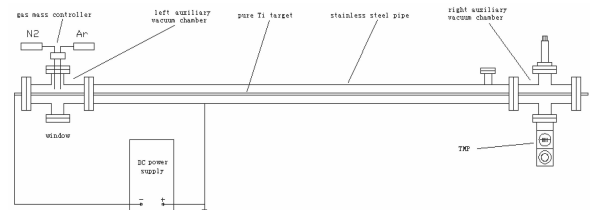


图 1 不锈钢真空室直流溅射镀 TiN 薄膜装置示意图

整个装置可分为左右辅助真空室、分子泵抽气系统、反应配气系统、放电电源、镀膜管道真空室及内置钛靶六个部分, 其中左边的辅助真空室用于反应气体充入后初步混合以及安装溅射靶与电极的连接设备, 右边的辅助真空室用于进行真空测量、分析及控制. 由于实际工作时靶的两个端头的溅射速率要大得多, 为了使整个管道镀上均匀的薄膜, 在设计上将靶的两个端头都伸入两个辅助真空室里面, 这样靶的两个端头远离所镀膜管道内壁, 其影响可以忽略, 从而在理论上保证被镀真空室成膜的均匀性. 镀膜时间约 4h, 镀膜厚度约为 500nm.

2008 - 01 - 07 收稿

\* 国家自然科学基金(10245002)资助

1) E-mail: zhangyf@mail.ustc.edu.cn

### 3 材料 PSD 测试原理

材料的 PSD 特性除了与入射光的能量分布、入射角有关外还与材料的种类、表面状态、表面历史情况等有关. 在储存环真空系统设计中, 用 PSD 产额  $\eta$  来表示材料同步辐射光致解吸出气率的大小.  $\eta$  通常被定义为一个入射光子通过光致解吸作用激发出的气体分子数, 由公式 (1) 计算:

$$\eta = \frac{N_m}{N_{ph}}, \quad (1)$$

其中  $N_{ph}$  为单位时间内参与 PSD 的光子数目, 即入射到测试材料上的光子数目.  $N_m$  为单位时间内由于光的作用而解吸出总的气体分子数. 对于电子储存环来说,  $N_{ph}$  按公式 (2) 计算<sup>[6]</sup>:

$$N_{ph} = 1.28 \times 10^{14} EI\theta, \quad (2)$$

式 (2) 中  $E$  为电子能量/GeV,  $\theta$  为入射光张角/mrad,  $I$  为该时刻的束流强度/mA, 而:

$$N_m = G \times Q, \quad (3)$$

其中  $G$  为转换常量, 即  $2.4 \times 10^{17}$  molecular/Pa·L,  $Q$  为由于 PSD 而导致的单位时间内的气体解吸量, 表示如式 (4):

$$Q = Q_a - Q_0 = C(\Delta P_2 - \Delta P_1), \quad (4)$$

$Q_a$  为该时刻总的气体放气量,  $Q_0$  为系统的本底放气量,  $\Delta P_2$ 、 $\Delta P_1$  为此时由于同步光入射而导致流导孔前后分别产生的压差.  $C/(l \cdot s^{-1})$  为流导孔处的抽速, 由公式 (5) 计算, 其中  $A_0$  为小孔面积,  $\mu$  为流过小孔气体的摩尔质量,  $T$  为温度 (K),  $R$  为气体普适常数<sup>[7]</sup>.

$$C = \sqrt{\frac{RT}{2\pi\mu}} A_0. \quad (5)$$

对于残余气体成分来说, 一般  $\Delta P_1$  较小, 可以忽略. 故有  $Q_i = C_i \cdot \Delta P_2 = C_i(P'_2 - P'_{02})$ , 可以通过质谱仪进行数据采集换算得到.  $C_i$  为流导孔针对该气体成分的流导, 计算如式 (6):

$$C_i = \sqrt{\frac{RT}{2\pi\mu_i}} A_0, \quad (6)$$

$\mu_i$  为该气体成分的摩尔质量.

### 4 PSD 测试结果及讨论

对测试不锈钢真空室在镀膜前后分别进行同等条件的烘烤处理, 在达到极限真空度时, 开始进行一系列 PSD 测试, 最终测试结果如图 2、3 所示.

图 2 为不锈钢真空室烘烤后的 PSD 测试结果, 图 3 为镀膜真空室烘烤后的测试结果. 不锈钢材料 PSD

的主要气体成分为  $H_2$ ,  $CH_4$ ,  $H_2O$ ,  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $Ar$ ,  $O_2$ . 两图中真空室所经历总的累积入射光子数基本相同, 约为  $1.3 \times 10^{22}$  photons·m<sup>-1</sup>. 图中各残余气体成分解吸产额数据在测试过程中变化非常平缓, 表明经过多次测试后, 真空室的光致解吸性能趋于稳定, 短时间内小剂量的入射光子照射不会有效降低材料的光致解吸产额. 此时, 不锈钢材料解吸气体主要来源于材料表层中在前次同步光照射完成后重新吸附的气体分子, 这也是经过多次测试材料残余气体解吸产额不能快速、有效下降的原因所在.

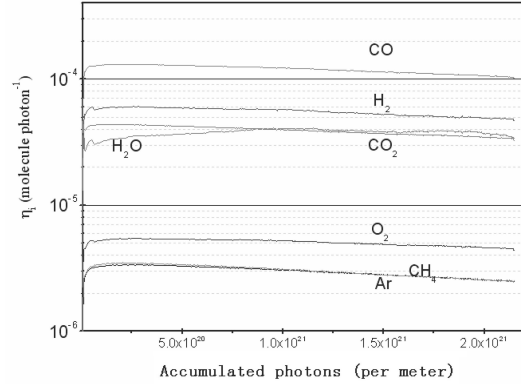


图 2 测试真空室烘烤后的 PSD 测试结果

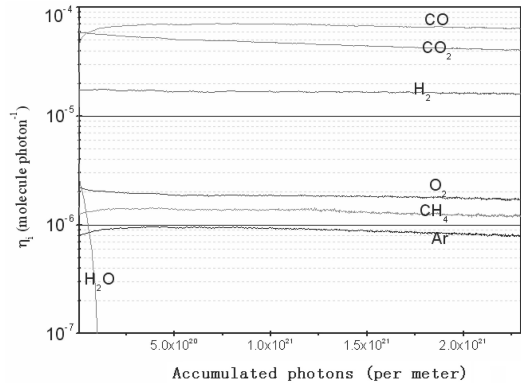


图 3 镀膜真空室烘烤后 PSD 最终测试结果

对比镀膜处理前后真空室解吸产额的数据, 镀膜处理对减小材料  $H_2$ 、 $H_2O$  的解吸极为有效. 镀膜前  $H_2$  的解吸产额在材料经过烘烤以及多次 PSD 测试后, 达到了  $4.7 \times 10^{-5}$ , 而镀膜后  $H_2$  的解吸产额达到了  $1.5 \times 10^{-5}$ . 镀膜前  $H_2O$  在材料经过烘烤及一系列 PSD 测试后, 其解吸产额达到  $3.5 \times 10^{-5}$ , 而镀膜后  $H_2O$  的解吸产额几乎降到零, 这对于未镀膜真空室而言, 需要长时间高剂量的同步光照射以及较高温度的烘烤才能达到同样的效果. 分析其原因, 由于 TiN 薄膜具有良好的 H 阻碍特性, 能够有效阻碍材料内部 H 元素向材料表面渗透、扩散, 从而使得镀膜真空室具有较低的  $H_2$  解吸产额; TiN 膜层的存在, 破坏了镀膜前材料  $H_2O$  的解吸-吸附-再解吸机制, 使得  $H_2O$  解吸产额迅速下降. 镀膜处理对减小大分子残余气体的解吸

也有一定效果.

## 5 结论

分析不锈钢真空室在镀 TiN 薄膜处理前后的 PSD 测试结果, 可以看出: 镀 TiN 薄膜处理对于减

小  $H_2$ ,  $H_2O$  的解吸非常有效. 镀 TiN 膜不锈钢材料经过剂量为  $1.3 \times 10^{22} \text{ photons} \cdot \text{m}^{-1}$  的照射后  $H_2$  的解吸产额为镀膜前材料解吸产额的 1/3.  $H_2O$  在镀膜材料烘烤后解吸量几乎可以忽略, 镀膜处理后  $CO$ ,  $O_2$ ,  $CH_4$  气体成分的解吸产额都有一定的减小. 实验表明镀 TiN 薄膜是一种非常有效的真空室表面处理方法.

## 参考文献(References)

- 1 HE P, Hseuh H C, Mapes M et al. Proceedings of the 2001 Particle Accelerator Conference, Chicago, 2001. 2159—2161
- 2 Leung K N, Lee Y, Mashaw A et al. Proceedings of the 1997 Particle Accelerator Conference, Vancouver, B.C., Canada, 1997. 3737—3739
- 3 WEI J, Blaskiewicz M, Brodowski J et al. Electron-Cloud Mitigation in the Spallation Neutron Source Ring. Proceedings of the 2003 Particle Accelerator Conference, 2003. 2598—2600
- 4 Le Pimpec F, Kirby R E, King F et al. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A, 2005, **551**: 187—199
- 5 Kanazawa K, Hukuma H, Hisamatsu H et al. Proceedings of the 2005 Particle Accelerator Conference, 2005. 1054—1056
- 6 Grobner O, Mathewson A G, Stori H et al. Vacuum, 1983, **33**: 397
- 7 GAO B H, CUI S Y. Vacuum Physics. Beijing: Science Press, 1983. 221 (in Chinese)  
(高本辉, 崔素言. 真空物理. 北京: 科学出版社, 1983. 221)

# Photon Stimulated Desorption Studies on Stainless Steel Material with and without TiN Film Coating\*

ZHANG Yao-Feng<sup>1)</sup> WANG Yong WEI Wei WANG Jian-Ping  
FAN Le GUAN Chang-Ying LIU Zu-Ping

(National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei 230029, China)

**Abstract** PSD yield is a key criterion to evaluate the vacuum chamber material and its surface pretreatment in an electron storage ring. In this paper, a stainless steel vacuum chamber of 1500 mm in diameter has been tested before and after TiN film coating on PSD experiment station of Machine Study Beamline of NSRL. Test results show that TiN film coating is an effective method to reduce photon stimulated desorption for the stainless steel material.

**Key words** stainless steel, titanium nitride film, photon stimulated desorption, surface pretreatment

Received 7 January 2008

\* Supported by NSFC (10245002)

1) E-mail: zhangyf@mail.ustc.edu.cn