

# HALF 银铜管道的多腔 TiZrV 镀膜初步研究

赵壮<sup>1</sup> 马文静<sup>1</sup> 葛晓琴<sup>1\*</sup> 王思慧<sup>1</sup> 洪远志<sup>1</sup> 尉健亚<sup>2</sup> 张善才<sup>1</sup> 范乐<sup>1\*</sup>

(1. 中国科学技术大学国家同步辐射实验室 合肥 230029; 2. 安徽大学电气工程与自动化学院 合肥 230301)

## Multi-Chamber TiZrV Coating in OFS Copper Vacuum Chamber for HALF

ZHAO Zhuang<sup>1</sup>, MA Wenjing<sup>1</sup>, GE Xiaojin<sup>1\*</sup>, WANG Sihui<sup>1</sup>, HONG Yuanzhi<sup>1</sup>,  
WEI Jianya<sup>2</sup>, ZHANG Shancai<sup>1</sup>, FAN Le<sup>1\*</sup>

(1. National Synchrotron Radiation Laboratory, University of Science and Technology of China, Hefei 230029, China;

2. School of Electrical Engineering and Automation, Anhui University, Hefei 230301, China)

**Abstract** NEG coating is a competitive candidate to achieve ultra-high vacuum in narrow gap vacuum chambers, which is very important for diffraction-limited storage ring. To get enough NEG coated chambers in schedule for HALF, a multi-chamber coating system was employed, and some multi-coating research was performed based on previous work. The NEG film was characterized and analyzed by scanning electron microscopy, atomic force microscopy, and energy dispersive X-ray energy spectroscopy, and the activation characteristics of NEG films were analyzed by X-ray photoelectron spectroscopy. The results show that the surface morphology, cross-sectional morphology, surface roughness, and composition of the film coated by different chambers are about the same. After activation at 180°C for 2 h, the high oxidation state of the surface metal was transferred to a low oxidation state or metallic state, which is similar to that of the previous single-chamber coating. Three NEG coated chambers were equipped with SIP to simulate work status, and after activation at 180°C for 24 h, the pressure at the end of chambers was  $4.13 \times 10^{-8}$  Pa, which reached  $3.74 \times 10^{-8}$  Pa after about 260 h, which would benefit future HALF vacuum system.

**Keywords** Multi-chamber coating, Non-evaporable getter, Magnetron sputtering, Particle accelerator

**摘要** NEG 镀膜技术可以在狭长的真空腔内实现超高真空,这对衍射极限储存环至关重要。为满足 HALF 光源工程对 NEG 镀膜真空腔的进度和质量需求,基于之前的单管 NEG 镀膜工作,发展了多腔镀膜技术并开展了系列技术研究,利用扫描电子显微镜,原子力显微镜,能量色散 X 射线能谱对 NEG 薄膜进行表征,利用 X 射线光电子能谱对 NEG 薄膜的激活特性进行分析。结果表明多腔系统中各真空管之间,以及与之之前的单管镀膜真空管内壁薄膜的表面形貌,断面形貌,表面粗糙度和组成成分大体相同,在 180°C 保温 2 h 后,NEG 薄膜表面的金属高价态被还原成了低价态并出现了 Ti、Zr、V 的金属态,这与之前单个镀膜真空腔的结果一致。三根此种方法镀膜真空腔串联安装,并配有 SIP 组成真空系统来模拟 HALF 储存环真空的实际工作状态。经 180°C 激活 24 h 后,腔体远端真空度为  $4.13 \times 10^{-8}$  Pa,且真空度随时间变化缓慢变好,放置 260 h 后真空度可以达到  $3.74 \times 10^{-8}$  Pa,这将为 HALF 真空系统工作提供有利的技术支持。

**关键词** 多腔镀膜 非蒸散型吸气剂 磁控溅射 粒子加速器

中图分类号: TL503.7

文献标识码: A

doi: 10.13922/j.cnki.cjvst.202207022

合肥先进光源(Hefei Advanced Light Facility, 简称 HALF)的主体是一台衍射极限储存环,为了降低储存环束流发射度,将使用紧凑型的多弯铁消色散(Multiple bend achromat, 简称 MBA)磁聚焦结构

和高梯度四极磁铁和纵向梯度二极铁<sup>[1-2]</sup>。与二、三代光源相比,HALF 储存环更高的磁场梯度使其磁铁孔径明显减小,进而导致各种穿越磁铁的真空室的孔径也显著减小,小孔径真空室带来的流导限制

收稿日期: 2022-07-31

基金项目: 国家自然科学基金项目(11905219); 国家自然科学基金项目(12175225)

\* 联系人: Tel: (0551) 63602029; E-mail: xqge@ustc.edu.cn; lefan@ustc.edu.cn

使传统的集中排气法无法满足 HALF 储存环束流运行对真空环境的真空度要求<sup>[3-5]</sup>。而利用磁控溅射镀膜法在管道内壁镀制非蒸散型吸气剂(Non-evaporable getter, 简称 NEG)薄膜不但可以使基底放气率减小<sup>[6-9]</sup>, 而且烘烤激活以后, 吸气剂材料通过与活性气体发生化学反应可以有效吸附 O<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> 等气体, 将管道内壁由放气源变成抽气表面<sup>[10]</sup>。此外激活后的 NEG 薄膜还具有较低的光致解吸(Photon stimulated desorption, 简称 PSD)产额和电子轰击解吸(Electron stimulated desorption, 简称 ESD)产额<sup>[11-13]</sup>。但当 NEG 材料暴露在空气中或是工作一段时间后, 其表面会形成钝化层, 钝化层将阻止活性气体扩散至进入 NEG 薄膜内部。通过在真空环境或者惰性气体中将其加热, 气体元素可以扩散并溶解到薄膜内部, 从而获得新鲜的表面并恢复抽气能力<sup>[10]</sup>。在 IV-B 与 V-B 元素组合的 NEG 薄膜中, TiZrV 型 NEG 具有较低的激活条件, 180 °C 下烘烤 24 h 可以完全激活<sup>[14]</sup>。因而广泛用在超高真空系统, 尤其是粒子加速器中<sup>[14-16]</sup>。在不同形状大小的真空腔体内壁镀膜已有大量研究<sup>[7,17-18]</sup>, 但是在工程层面上需要得到高镀膜真空管生产效率, 此方面的研究工作相对较少。相对于单管镀膜, 多腔室并联镀膜可以利用一台镀膜设备在短时间内获得大批量镀膜管道, 满足工程进度需求。开展了以 TiZrV 合金丝为溅射靶材<sup>[14,17,19]</sup>, 脉冲电源为放电电源的多腔室磁控溅射镀膜的研究, 采用含采样功能过渡段以获得测试样品, 利用扫描电子显微镜(SEM)、原子力显微镜(AFM)和能量色散 X 射线能谱(EDX)对薄膜的表面形貌, 断面形貌, 表面粗糙度和组成成分进行表征, 并利用变温 X 射线光电子能谱(XPS)探究薄膜激活前后表面化学状态的变化。还模拟了实际工作测试镀膜腔激活后的真空度。

## 1 实验过程

### 1.1 多腔镀膜装置及样品获得

为满足 HALF 工程需求, 加快真空腔室镀膜进程, 开展多腔室并联镀膜研究。在前期实验探索中发现由于不同腔室阻抗不同, 采用一台脉冲电源为多腔室同时供电会导致功率分配不均、部分腔室内无法正常放电和膜层脱落问题, 因而添加与腔室数量相同的脉冲电源。结合小孔径管道镀膜的特点,

设计了以并联方式安装的多腔镀膜装置, 图 1 为其示意图。

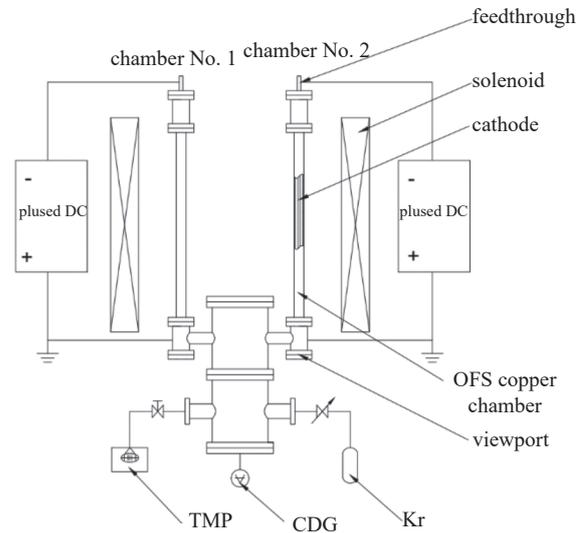


图1 多腔室镀膜装置示意图

Fig. 1 Schematic diagram of a multi-chamber coating device

初期实验中, 对两个真空腔协同镀膜开展研究, 此结果可以类推到三个及多个真空腔室协同镀膜工作。被镀膜管为内径 22 mm, 长 500 mm 的无氧银(Oxygen-free silver-bearing, 简称 OFS)铜管, 合金靶材的成分主要为 Ti、Zr 和 V, 原子比为 1 : 1 : 1。选用对靶材具有更高的溅射率<sup>[17]</sup>的 Kr 气作为溅射过程的工艺气体。采用普发 TMP300 分子泵机组(Turbomolecular pumps, 简称 TMP)作为真空获得系统, 其作用为在镀膜之前获得良好的本底真空以及在镀膜过程中的镀膜腔压强维持; 提供磁场的螺线管线圈采用内水冷铜线绕制, 铜线的截面为外方内圆, 线圈内径为 450 mm, 线圈采用恒流源供电, 利用高斯计探测其在 150 A 驱动电流下的各关键位置磁场强度, 如图 2 所示, 黑线代表线圈中心线磁场; 红色代表 1 号工位处磁场; 蓝色代表 2 号工位处磁场, 可见两个真空腔所处磁场大体相同; 选用具有抑弧功能的 AE pinnacle plus+直流电源提供镀膜放电高压, 并在镀膜中可切换采用恒压、恒流及恒功率模式。在腔室的外壁安装温度探头, 通过智能温控烘烤电源的信号显示面板实时监测基底温度。在镀膜前先对真空腔室进行 24 h 200 °C 的真空烘烤, 以获得良好的本底真空盒洁净的镀膜表面。本次实验中为保持条件统一, 采用了电流为 0.1 A、脉冲频率为 40 KHz、占空比为 4.4% 的恒流模式开展镀膜工作。镀膜过程中腔体气压保持在 7-8 Pa, 镀膜时间为 10 h。

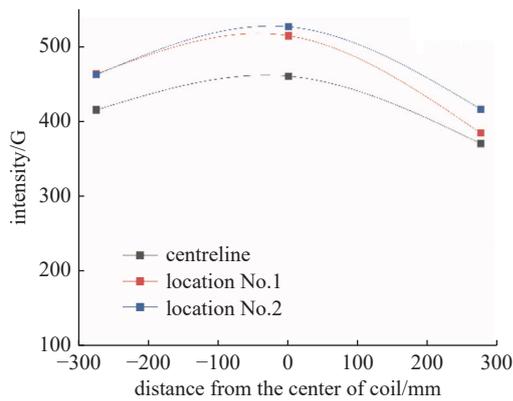


图2 线圈中镀膜工位磁场强度的测试结果

Fig. 2 Test results of magnetic field in the solenoid

表 1 不同样品的粗糙度及基底温度

Tab. 1 Roughness and substrate temperature of samples

编号	样品描述	粗糙度 $R_q/\text{nm}$	基底温度/ $^{\circ}\text{C}$
1#	1号管 Cu 片基底	34.3	64
2#	2号管 Cu 片基底	31.6	68
3#	1号管 Si 片基底	2.69	64
4#	2号管 Si 片基底	2.60	68

为了对薄膜进行表征,设计了可以安装样品架的过渡段,样品架采用和镀膜管材料和几何参数相同的,内径为 22 mm、厚度为 1 mm 的 OFS 铜管。铜基片尺寸为 10 mm×15 mm,厚为 0.5 mm,先将其酸洗去除表面钝化层,然后浸泡在柠檬酸铵水溶液中形成新的钝化层。硅基片用丙酮和酒精分别超声清洗 15 min。样品架一侧装有铜基片,另一侧装有硅基片,如图 3 所示,将样品架放入过渡段中然后安装到真空腔上端进行镀膜。为了方便描述对样品进行编号,见表 1。

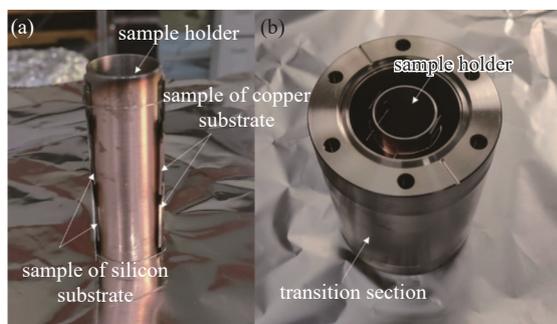


图3 样品架及样品放置示意图。(a) 样品架,(b) 样品架安装图

Fig. 3 Schematic diagram of the sample holder and sample installation. (a) Schematic diagram of sample installation, (b) transition section for placing the sample holder

## 1.2 薄膜样品的表征

镀膜之后的基片,采用 GeminiSEM450 分别对薄膜样品表面和断面进行表征,并利用 SEM 配备牛津 ULTIM MAX100 EDX 仪,探测薄膜表面成分。

采用 DI Innova 扫描探针显微镜评估不同真空腔室取出的薄膜样品的表面粗糙度,取样面积为  $20\ \mu\text{m}\times 20\ \mu\text{m}$ 。

## 1.3 变温 XPS 测试激活温度

在国家同步辐射实验室的催化与表面科学光束线(BL11U)线站进行了 XPS 实验,采用单色 Al  $K\alpha$  辐射( $h\nu=1486.6\ \text{eV}$ )射线源作为激发辐射源探测样品分别在室温和  $180^{\circ}\text{C}$  保温 2 h 后的表面化学状态。在升温过程中,腔体真空度好于  $8\times 10^{-6}\ \text{Pa}$ ,测试过程腔体真空度为  $5.1\times 10^{-8}\ \text{Pa}$ ,测试样品的功函数为 4.3 eV。首先进行全谱探测,确定表面元素及大致含量,为了探测主要元素在表面的化学状态以及变温后薄膜的激活程度,还需要对 Ti2p、Zr3d、C1s、V2p 和 O1s 进行精细谱分析,Ti2p、Zr3d、C1s 扫描的结合能范围分别为 450–470 eV、170–190 eV 和 275.3–295.3 eV, V2p 与 O1s 的精细谱在 505–545 eV 的结合能范围内一起收集。

利用 CasaXPS 软件对 XPS 能谱进行去卷积处理,在定量分析之前,先进行两步处理,首先利用 C1s 核心轨道结合能(284.8 eV)对全谱和各精细谱进行校准,其次采用 Shirley 背景扣除。在去卷积处理时,对自旋轨道分裂峰进行面积约束,  $2p_{1/2} : 2p_{3/2}$  的面积比为 1 : 2;  $3d_{3/2} : 3d_{5/2}$  的面积比为 2 : 3。薄膜表面元素的特征结合能参考了 XPS 手册和 NIST 数据库。

## 1.4 极限真空测试

为了测试多腔镀膜装置镀制出的管道真空性能,搭建了测试极限真空装置,如图 4。200 L 的溅射离子泵(Sputtering ion pump,简称 SIP)与测试腔体连接,TMP 通过隔断阀 1#与测试腔连接。测试腔同时配有电离规 1#用于监测测试腔端真空度。将三根长为 500 mm 的镀膜真空腔依次首尾连接组成长为 1500 mm,内径为 22 mm 的真空腔,其一端通过隔断阀 2#与测试腔相连,另一端安装了电离规 2#用来监测远端真空度。

测试中,采用 TMP 机组先将测试系统抽至  $3\text{--}4\times 10^{-6}\ \text{Pa}$ ,然后关闭阀 2#,对测试腔升温至  $250^{\circ}\text{C}$  并

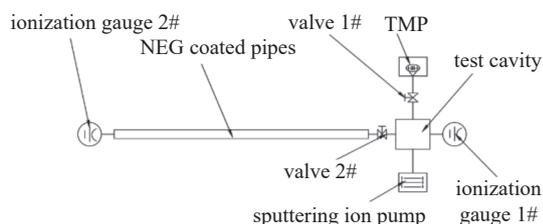


图4 极限真空测试装置示意图

Fig. 4 Schematic diagram of ultimate vacuum testing

保温 48 h 进行真空烘烤后关闭阀 1#, 在测试腔中获得好于  $5 \times 10^{-8}$  Pa 的真空; 其后, 利用 SIP 作为 NEG 激活过程中的排气泵, 打开阀 2#, 将 NEG 镀膜管道除气后, 180℃ 加热并保温 24 h 以完成 NEG 膜层的激活。实验中记录测试腔以及镀膜管远端真空度变化。

## 2 结果及分析

### 2.1 表面及断面形貌

SEM 图像如图 5 所示, (a)-(f) 分别对应 1# 表面、3# 表面、3# 断面、2# 表面、4# 表面和 4# 断面。可以看出, 铜基上的膜层表面并不平整, 几纳米到几百纳米的颗粒不规则的分布在表面, 颗粒间存在着大量孔隙。相比于 Cu 基, Si 基上的膜层颗粒更小更均匀。图 5(c)、(f) 可以看出不同真空腔室镀制

的样品均为柱状薄膜, 狭长的孔隙通道增大了薄膜的比表面积, 对活性气体具有更大吸附几率和吸附容量<sup>[14,20]</sup>。对比 1 号真空腔与 2 号真空腔的薄膜形貌可以发现: 2 号真空腔的薄膜表面颗粒比 1 号真空腔的略大, 其孔隙也比 1 号真空腔的大一些; 1 号真空腔的薄膜厚度为 524.0 nm, 2 号真空腔的薄膜厚度为 647.6 nm, 虽然采用相同的 AE 脉冲电源模式及参数, 但是由于溅射功率存在波动, 不同管道所处位置磁场强度也有差异, 所以沉积过程也不尽相同。

### 2.2 表面粗糙度

如图 6 所示, (a)-(d) 分别代表 1#、2#、3# 和 4# 样品的 AFM 测试结果。在镀膜开始 1 h 内, 基底温度由室温 24℃ 逐渐上升, 随后基本稳定。表 1 中列出了样品粗糙度及对应镀膜期间基底基本稳定的温度。粗糙度分析表明, 铜片上粗糙度分别是 34.3 nm(1#) 和 31.6 nm(2#), 硅片上粗糙度分别是 2.69 nm(3#) 和 2.60 nm(4#)。与硅片相比, 以铜片为基底的薄膜粗糙度明显更大, 这说明基底对薄膜粗糙度影响很大。比较两个真空腔膜层的粗糙度, 一号真空腔的膜层比二号真空腔的略微粗糙一些, 这与基底温度高低密切相关。一号真空腔基底温

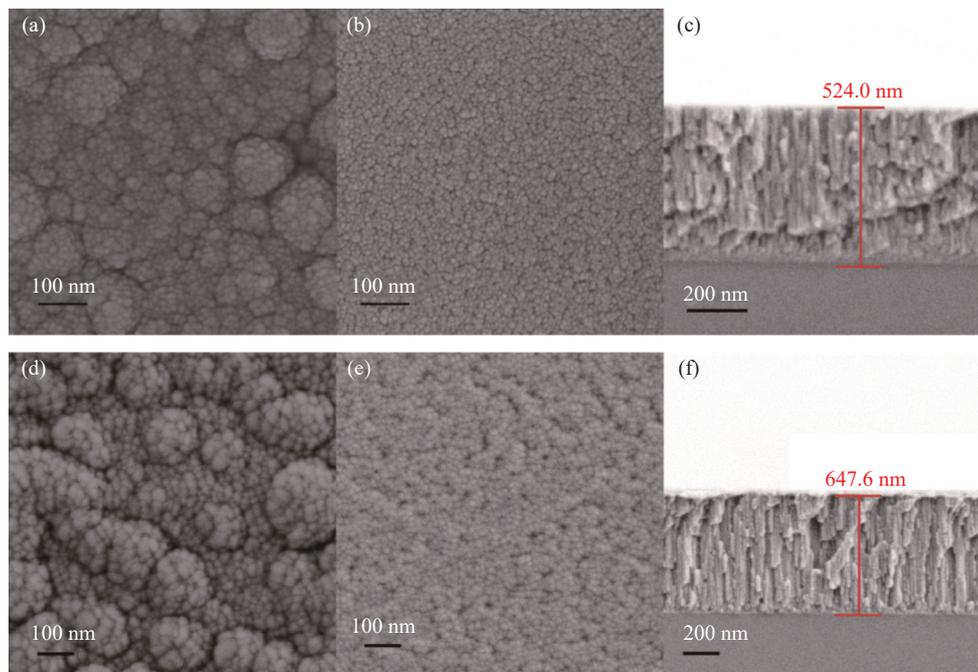


图5 TiZrV 薄膜的表面及断面的 SEM 图像。(a) 1# 表面形貌, (b) 3# 表面形貌, (c) 3# 断面形貌, (d) 2# 表面形貌, (e) 4# 表面形貌, (f) 4# 断面形貌

Fig. 5 SEM images of the surface and cross-section of the TiZrV film. (a) 1# surface topography, (b) 3# surface topography, (c) 3# cross-sectional topography, (d) 2# surface topography, (e) 4# surface topography, (f) 4# cross-sectional topography

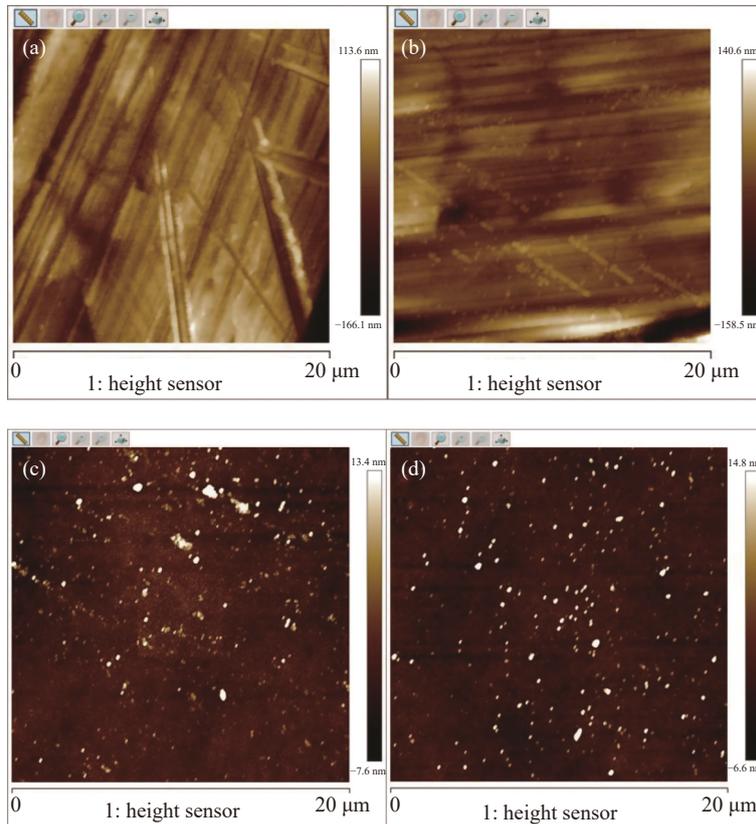


图6 样品的 AFM 分析图。(a) 1#样品, (b) 2#样品, (c) 3#样品, (d) 4#样品

Fig. 6 AFM analysis results of the sample. (a) 1# sample, (b) 2# sample, (c) 3# sample, (d) 4# sample

度为 64℃, 二号真空腔基底温度为 68℃。二号真空腔基底温度略高一些, 使得溅射原子在其基底上的迁移率更大一些, 表面更光滑<sup>[21]</sup>。

### 2.3 薄膜成分

由于镀膜装置本底真空度较好, 而且镀膜过程中除了 Kr 气无其他气源, 薄膜内部几乎不含 C、O 元素, 取样时短时间暴露空气形成的氧化物、碳化物只在表面, 所以在表征分析时可以排除 C、O 元素。EDS 分析结果如表 2 所示, 不同样品的 mapping 图如图 7-10 所示。可以发现不同样品检测的结果大体相同, 采用 TiZrV 合金丝镀制出的薄膜各元素分布均匀。各元素含量占比较为均衡, 其中 Zr 含量最多, V 含量其次, Ti 含量最少, 说明溅射率由高到低依次是: Zr>V>Ti。

表 2 样品的 EDS 分析结果

Tab. 2 EDS analysis results of the sample

	1#	2#	3#	4#
Zr	35.0	35.9	35.7	34.8
V	32.9	33.5	32.8	33.6
Ti	32.1	30.6	31.5	31.6

### 2.4 薄膜的激活特性分析

XPS 全谱分析结果表明薄膜表面元素为 Ti、Zr、V、O 和 C, 利用 CasaXPS 软件对 Ti2p、Zr3d、C1s 进行精细谱去卷积的结果如图 11、图 12 所示。在图 11 第一行、图 12 第一行中可以看出: 升温前 1#、2#样品的表面元素化学状态一致性较好, 刚镀制完

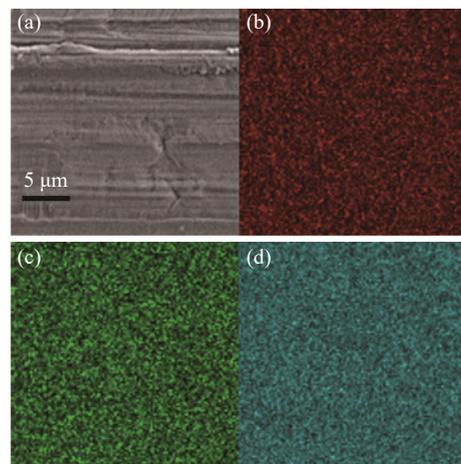


图7 1#样品的 mapping 图。(a) SEM 图, (b) Ti Ka1, (c) V Ka1, (d) Zr La1

Fig. 7 Mapping of 1# sample. (a) SEM diagram, (b) Ti Ka1, (c) V Ka1, (d) Zr La1

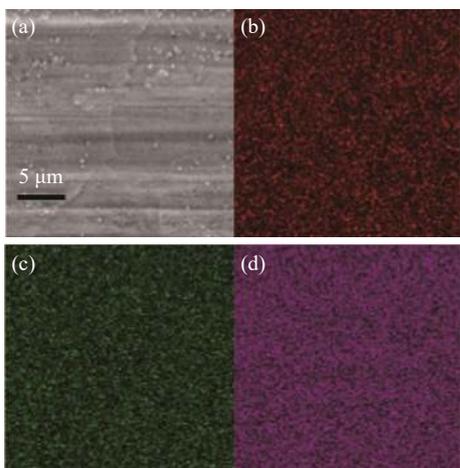


图8 2#样品的 mapping 图 (a) SEM 图, (b) Ti  $K\alpha_1$ , (c) V  $K\alpha_1$ , (d) Zr  $L\alpha_1$

Fig. 8 Mapping of 2# sample (a) SEM diagram, (b) Ti  $K\alpha_1$ , (c) V  $K\alpha_1$ , (d) Zr  $L\alpha_1$

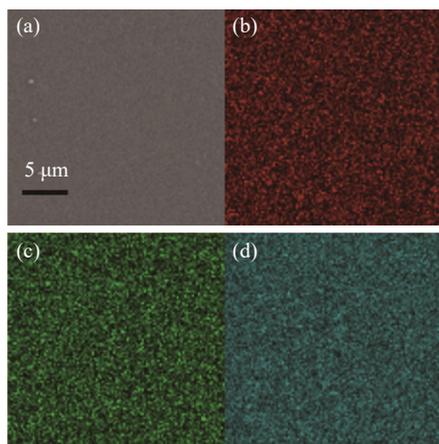


图9 3#样品的 mapping 图 (a) SEM 图, (b) Ti  $K\alpha_1$ , (c) V  $K\alpha_1$ , (d) Zr  $L\alpha_1$

Fig. 9 Mapping of 3# sample (a) SEM diagram, (b) Ti  $K\alpha_1$ , (c) V  $K\alpha_1$ , (d) Zr  $L\alpha_1$

成的薄膜上 Ti、Zr、V 元素均以高氧化物的形式存在<sup>[17]</sup>。如图 11(a)、图 12(a)所示,对于 Ti 元素,可以观察到  $2p_{3/2}$  结合能(Binding energy, 简称 BE)为 458.6 eV, 半高宽(Full width at half maximum, 简称 FWHM)为 1.41 eV 的  $TiO_2$ , 此外还有少量的  $Ti_2O_3$  (BE=456.4 eV, FWHM=2.18 eV)存在, 这是 Ti 合金表面常见的化学状态。对于 Zr 元素,除了  $ZrO_2$  ( $3d_{5/2}$  BE=182.3 eV, FWHM=1.12 eV)以外还有少量的  $Zr(OH)_4$  (BE=183.3 eV, FWHM=1.28 eV)存在。图 11(b)、图 12(b)中观察 O 元素特征能谱也能得到这个结论, 在表面的 O、H 元素容易结合形成氢氧化物, 发现除了  $1s$  轨道 BE 为 530.2 eV, FWHM 为 1.41 eV 的主峰外, 还有一个 BE=531.7 eV, FWHM=

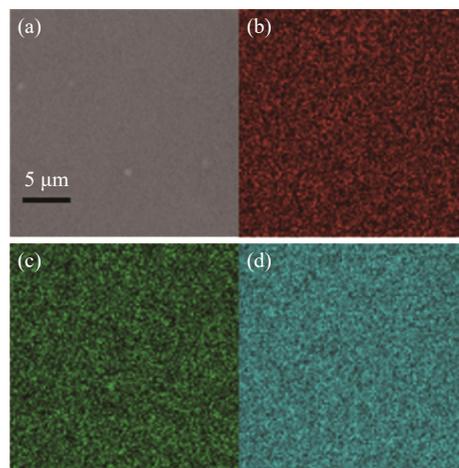


图10 4#样品的 mapping 图。(a) SEM 图, (b) Ti  $K\alpha_1$ , (c) V  $K\alpha_1$ , (d) Zr  $L\alpha_1$

Fig. 10 Mapping of 4# sample. (a) SEM diagram, (b) Ti  $K\alpha_1$ , (c) V  $K\alpha_1$ , (d) Zr  $L\alpha_1$

1.65 eV 的旁峰, 它们分别对应着金属氧化物和氢氧化物。与 Ti 与 Zr 不同的是, V 元素表面主要的氧化物是四价而不是最高价态<sup>[19,20]</sup>, 如图 11(c)、图 12(c)所示。在图 11(d)、图 12(d)中  $C1s$  除了 284.8 eV (FWHM=1.59 eV) 的主峰外, 还可以检测到 BE 为 287.5 eV 处有一个羧基峰<sup>[21]</sup>。

在图 11 第二行、图 12 第二行中可以看出: 经过 180℃ 保温两个小时后, 半高宽变大、能谱向低结合能迁移, 说明各金属元素均向低价态形式转变, 并出现了金属态, 说明薄膜被部分激活了<sup>[19-20]</sup>。变温前后  $C1s$  的能谱也发生了变化, 羧基消失了, 取而代之的是结合能为 282.1 eV 的金属碳化物。与 1#样品不同的是, 2#样品的谱峰没有检测到  $Ti^{3+}$ ,  $Ti^0$  占比为 52.0% 高于 1#样品(29.8%), Zr 与 V 元素也能同样结论。2#样品的  $Zr^0$  (31.1%) 含量高于 1#样品(13.7%), 2#样品的  $V^0$  (54.1%) 含量高于 1#样品(52.0%)。这说明 TiZrV 型 NEG 薄膜在 180℃ 可以被激活, 而激活程度与薄膜形貌有关。

## 2.5 极限真空测试结果

利用 TMP 与 SIP 先后对测试腔进行抽气后, 腔体端真空可达到  $4.25 \times 10^{-8}$  Pa, 打开隔断阀 2#, 整个系统在 SIP 抽气一段时间后, 腔体端真空度为  $3.60 \times 10^{-8}$  Pa, 远端真空度为  $7.23 \times 10^{-8}$  Pa。NEG 真空腔激活以后, 腔体端真空度为  $4.13 \times 10^{-8}$  Pa, 远端真空度为  $4.13 \times 10^{-8}$  Pa。激活后 24、90、170、190 和 260 h 的测试腔端及远端真空度如表 3 所示。可以看出, NEG 镀膜真空腔激活成功后, 可以有效的

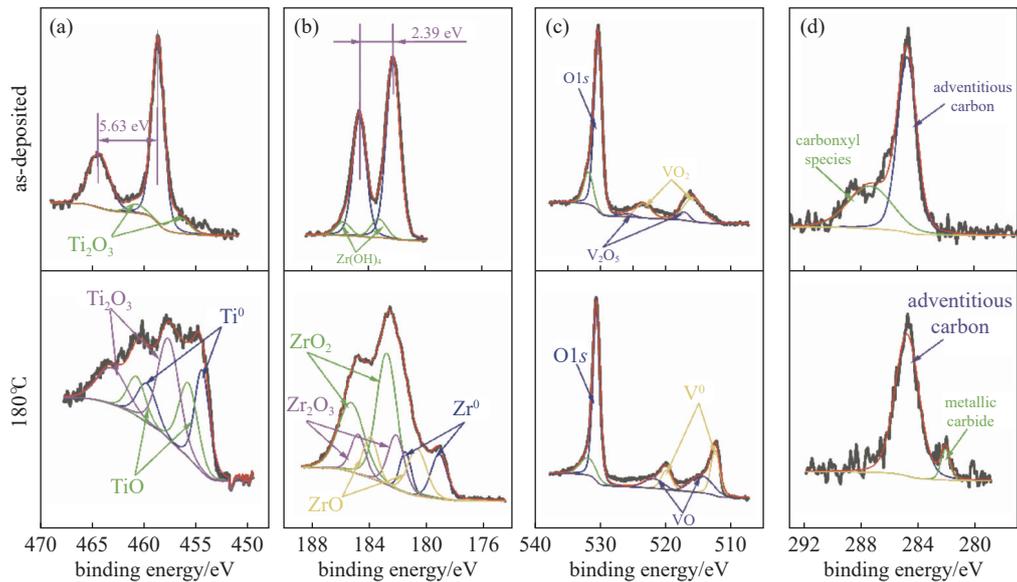


图 11 1#样品在室温以及 180℃ 保温 2 h 后的 XPS 去卷积结果 (a) Ti 2p, (b) Zr 3d, (c) V2p +O1s, (d) C1s

Fig. 11 XPS deconvolution results after 1# samples were kept incubated at room temperature as well as at 180°C for 2 h (a) Ti 2p, (b) Zr 3d, (c) V2p+O1s, (d) C1s

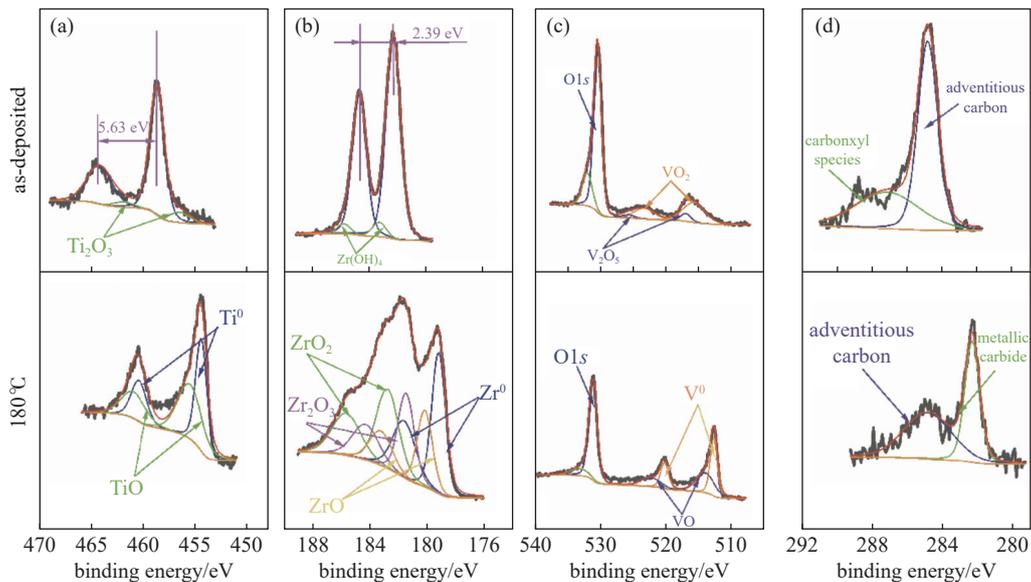


图 12 2#样品在室温以及 180℃ 保温 2 h 后的 XPS 去卷积结果 (a) Ti 2p, (b) Zr 3d, (c) V2p+O1s, (d) C1s

Fig. 12 XPS deconvolution results after 2# samples were kept incubated at room temperature as well as at 180 °C for 2 h (a) Ti 2p, (b) Zr 3d, (c) V2p+O1s, (d) C1s

表 3 NEG 镀膜真空腔激活后的极限真空情况

Tab. 3 Degree of vacuum after activation of the NEG coated vacuum chamber

	测试腔真空度/Pa	远端真空度/Pa
激活前	$3.60 \times 10^{-8}$	$7.23 \times 10^{-8}$
激活后	$4.13 \times 10^{-8}$	$4.13 \times 10^{-8}$
24 h	$3.61 \times 10^{-8}$	$4.06 \times 10^{-8}$
90 h	$3.44 \times 10^{-8}$	$4.00 \times 10^{-8}$
170 h	$3.16 \times 10^{-8}$	$3.61 \times 10^{-8}$
190 h	$3.06 \times 10^{-8}$	$3.46 \times 10^{-8}$
260 h	$3.30 \times 10^{-8}$	$3.74 \times 10^{-8}$

阻止基底材料放气,并具有一定的抽气能力。随着时间的推移,NEG 薄膜性能稳定。

### 3 总结

本文提出了采用多腔并联安装在同一真空室的磁控溅射镀膜的方案,并成功同时在两个真空腔内壁镀制了 NEG 薄膜。通过对不同腔体的薄膜样品进行材料表征,证明不同真空腔膜层一致性较好。通过 NEG 镀膜真空腔极限真空测试,验证了多腔

镀膜的可行性,这将有助于超高真空系统。本文验证了采用Ti, Zr, V原子比为1:1:1的合金丝靶材可以镀制出元素分布均匀,含量较为均衡的薄膜,也验证了NEG薄膜激活时表面金属元素被还原的化学过程,薄膜表面形貌对激活程度的影响。

#### 参 考 文 献

- [1] 张国斌,胡胜生,封东来. 合肥光源[J]. 现代物理知识, 2020, 32(03): 3-9
- [2] Jiao Y, Pan W M. High energy photon source[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2022, 34(01): 38-43 (焦毅,潘卫民. 高能同步辐射光源[J]. *强激光与粒子束*, 2022, 34(01): 38-43(in chinese) )
- [3] Tang L L, Lu P, Sun B G, et al. Bunch-by-bunch phase measurement and longitudinal instabilities diagnostics at Hefei Light Source[J]. *High Power Laser and Particle Beams*, 2021, 33(10): 104001 (唐雷雷, 卢平, 孙葆根, 等. 合肥光源逐束团相位测量及纵向不稳定性诊断[J]. *强激光与粒子束*, 2021, 33(10): 104001(in chinese) )
- [4] Wang Y G, Pei X T, Zhu B L, et al. Suppression of secondary electron emission from stainless-steel surface by laser etching: an experimental study[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2020, 40(06): 510-513.(王一刚, 裴香涛, 朱邦乐, 等. 激光刻蚀不锈钢材料的二次电子发射特性研究[J]. *真空科学与技术学报*, 2020, 40(06): 510-513.(in chinese) )
- [5] 袁学松, 鄢扬, 钟任斌, 等. 等离子体填充圆柱波导中双流不稳定性研究[J]. *强激光与粒子束*, 2006, 6(06): 995-998
- [6] Malyshev O B, Valizadeh R, Colligon J S, et al. Influence of deposition pressure and pulsed DC sputtering on pumping properties of Ti-Zr-V nonevaporable getter films[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 2009, 27(3): 521-530
- [7] Stutzman M L, Adderley P A, Mamun M, et al. Nonevaporable getter coating chambers for extreme high vacuum[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 2018, 36(3): 301603
- [8] 张波, 王勇, 尉伟, 等. 直流磁控溅射法在管道内壁镀TiZrV薄膜[J]. *强激光与粒子束*, 2010, 22(09): 2124-2128
- [9] Zhang B, Wang Y, Wei W, et al. Deposition and characterization of TiZrV getter films[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2012, 32(08): 674-677 (张波, 王勇, 尉伟, 等. TiZrV吸气剂薄膜的性能研究[J]. *真空科学与技术学报*, 2012, 32(08): 674-677(in chinese) )
- [10] Malyshev O B, Middleman K J, Colligon J S, et al. Activation and measurement of nonevaporable getter films[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 2009, 27(2): 321-327
- [11] Collins I R, Ruzinov V L, Malyshev O B, et al. A photo-desorption study of a TiZrV coated stainless steel vacuum chamber[J]. *Proceedings of EPAC 2002*, 2002: 2550-2553
- [12] Malyshev O B, Smith A P, Valizadeh A, et al. Electron stimulated desorption from bare and nonevaporable getter coated stainless steels[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 2010, 28(5): 1215-1225
- [13] Malyshev O B, Valizadeh R, Hogan B T, et al. Electron-stimulated desorption from polished and vacuum fired 316LN stainless steel coated with Ti-Zr-Hf-V[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 2014, 32(6): 061601
- [14] Valizadeh R, Malyshev O B, Colligon J S, et al. Comparison of Ti-Zr-V nonevaporable getter films deposited using alloy or twisted wire sputter-targets[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 2010, 28(6): 1404-1412
- [15] Michael H. Non-evaporable getter coatings at the european synchrotron radiation facility[J]. *Journal of the Vacuum Society of Japan*, 2010, 23(8): 21-24
- [16] Chiggiato P, Pinto P C. Ti-Zr-V Non-evaporable getter films: from development to large scale production for the large hadron collider[J]. *Thin Solid Films*, 2006, 515(2): 382-388
- [17] Wang Z W, Wang X D, Wei W, et al. Preparation and properties of low temperature activated titanium zirconium vanadium non-evaporable getter films[J]. *Chinese Journal of Vacuum Science and Technology*, 2021, 41(8): 739-744 (汪志伟, 王旭迪, 尉伟, 等. 可低温激活的钛锆钒非蒸散型吸气剂薄膜的制备及其性能研究[J]. *真空科学与技术学报*, 2021, 41(8): 739-744(in chinese) )
- [18] Lucia L A, Paolo C, Leonel M A, et al. Development of copper electroformed vacuum chambers with integrated nonevaporable getter thin film coatings[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 2018, 36(2): 021601
- [19] Wang S H, Wang Z W, Shu X, et al. Activation characterization of the Ti-Zr-V getter films deposited by magnetron sputtering[J]. *Applied Surface Science*, 2020, 528: 1-7
- [20] Zhu B L, Ge X Q, Wang S H, et al. Activation and pumping characteristics of Ti-Zr-V films deposited on narrow tubes[J]. *Nuclear Science and Techniques*, 2021, 32(50): 1-8
- [21] Thornton J A. Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A*, 1974, 11(4): 666-670
- [22] Abboud Z, Moutanabbir O. Temperature-dependent in situ studies of volatile molecule trapping in low temperature activated Zr alloy-based getters[J]. *Journal of Physical Chemistry C*, 2017, 121(6): 3381-3396