Anwendung der Transmissionsmethode zur *in situ* Charakterisierung einer Ti-Zr-V NEG-Schicht

„20 Jahre Studiengang Physikalische Technik“
Technische Hochschule Mittelhessen, Campus Friedberg

Dipl.-Ing. (FH) Denis Nordmann

Fachhochschule Südwestfalen, Campus Meschede

17.11.2016

Einleitung
- Vakuumerzeugung
- Gettermaterialien
- Aufgabenstellung

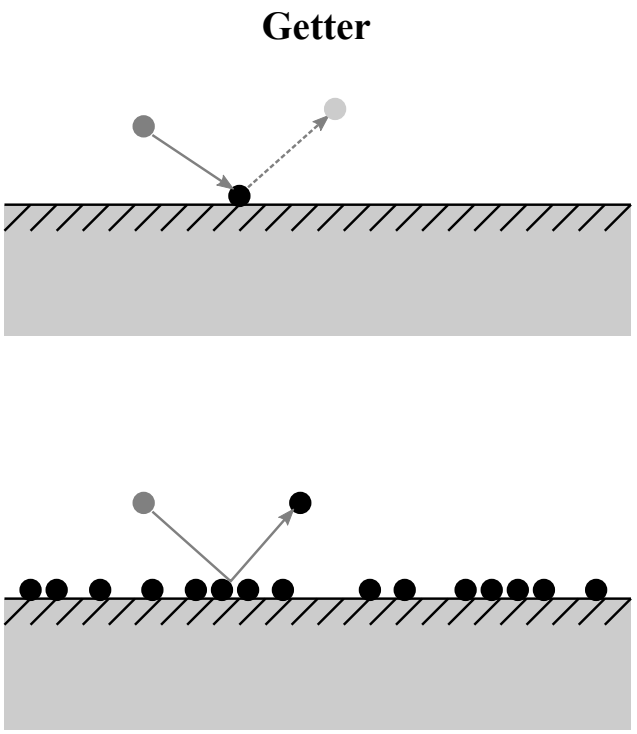
Experimentelle Methoden
- Erzeugung der NEG-Schicht
- Transmissionsmethode
- Experimenteller Aufbau
- Durchführung

Ergebnisse der Abschlussarbeit
- Oberflächenanalysen
- Transmissionsmessungen
- Oberflächenkapazität
- Zeitabhängige Sättigung
- Erreichbare Enddrücke
- 13. EVC in Portugal (2014)

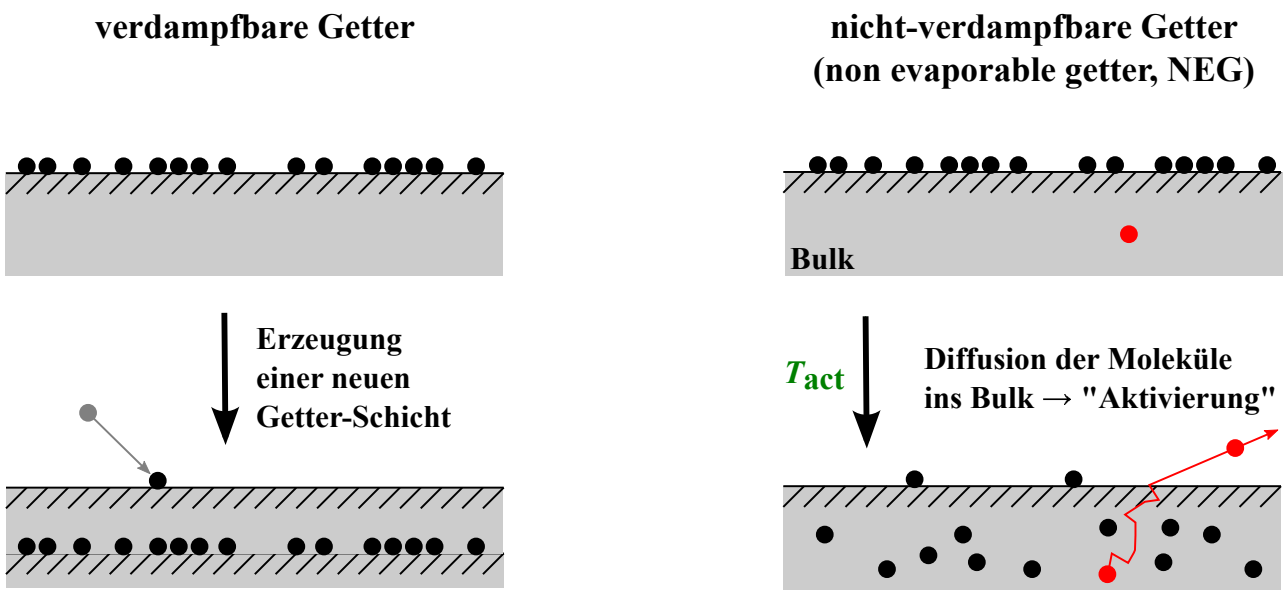
Zusammenfassung

Getter

- Getter (engl.: *to get*) sind Materialien, welche Gasmoleküle an ihrer Oberfläche chemisch binden können
  ⇒ Verringerung der Teilchenanzahldichte im Rezipientenvolumen
  ⇒ Pumpwirkung (allgemein: Sorption)
- Mit zunehmender Bedeckung der Getteroberfläche nimmt die Sorption irreversibel ab
- Mit verdampfbaren bzw. nicht-verdampfbaren Gettern ist eine Wiederherstellung der Sorption möglich

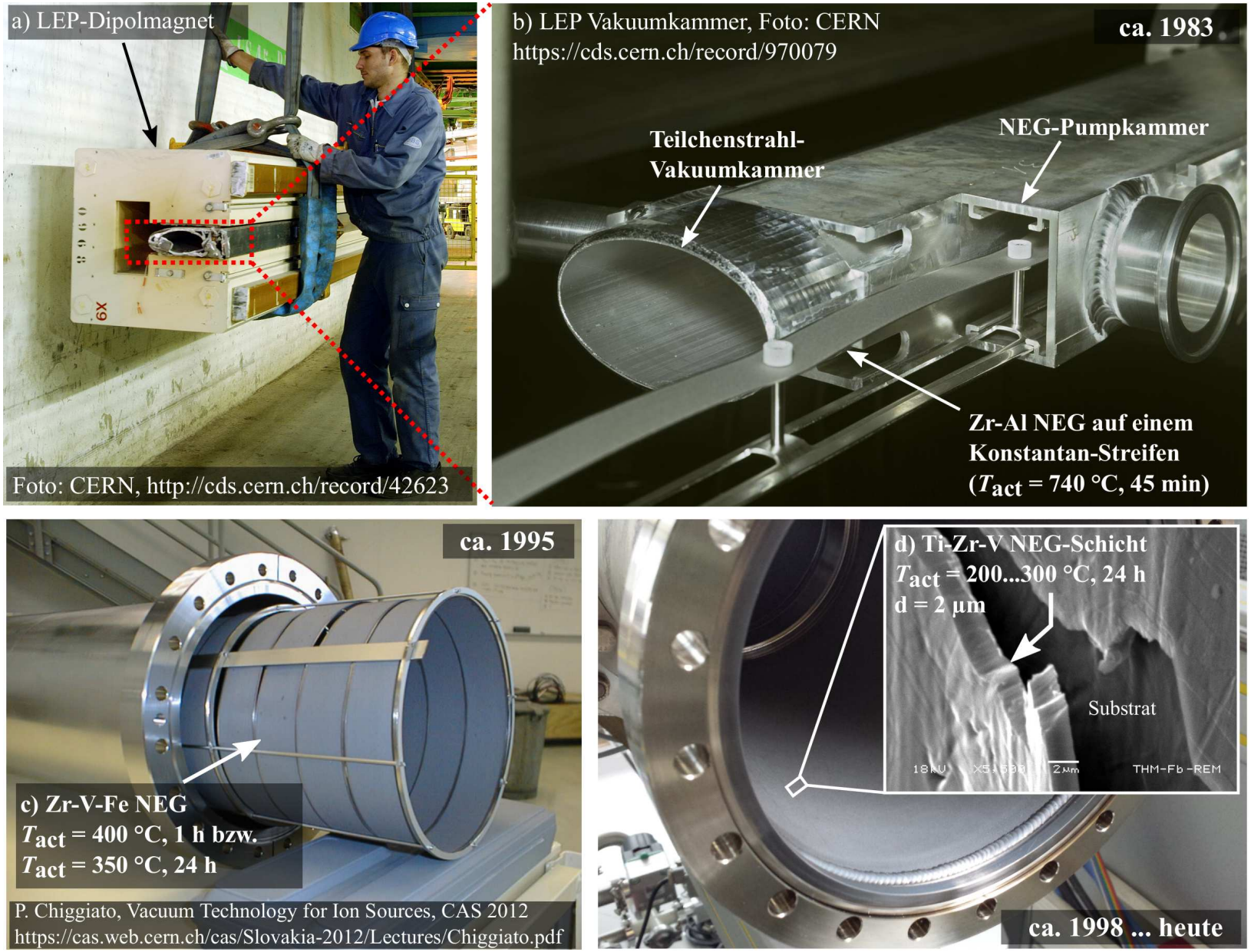


Verdampfbare und nicht-verdampfbare Getter (NEG)



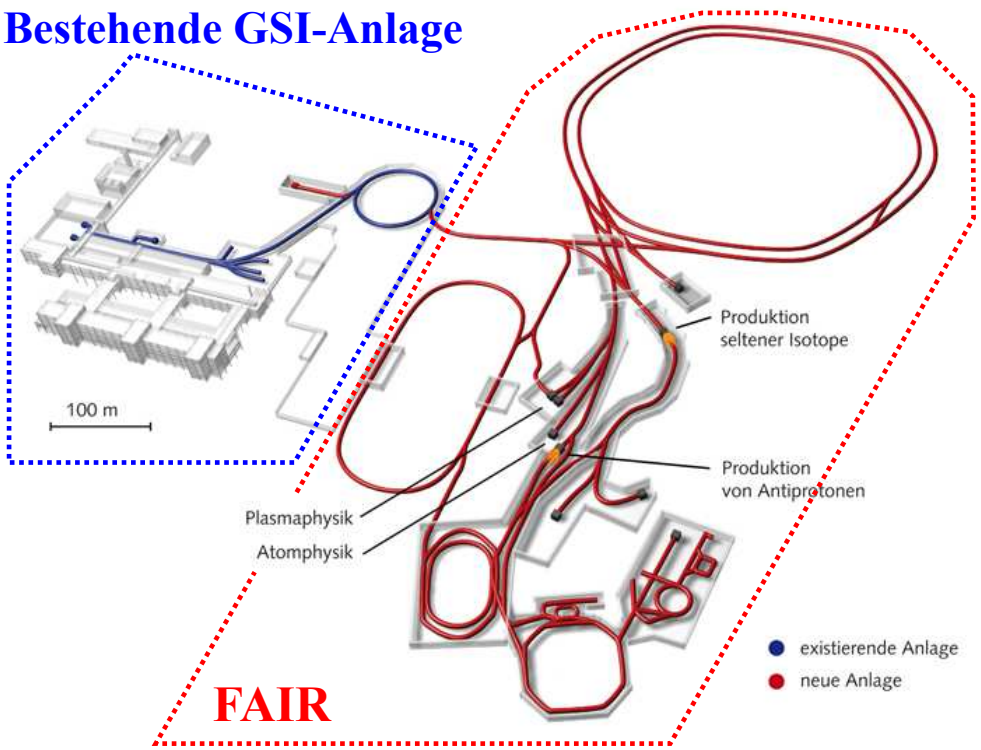
- Charakteristische Größen von NEGs
  - Haftwahrscheinlichkeit bzw. *sticking coefficient* α
  - Aktivierungstemperatur T_{act}
- Anforderungen
  - Sorptionswirkung für reaktive Gase (CO, H_2, N_2) ↗
  - Aktivierungstemperatur ↘
  - Sauerstofflöslichkeit ↗ (Belüftung), Kapazität im Bulk ↗, Rauigkeit ↗ (größere Oberfläche)
- NEG-Materialien
  - Kombinationen aus Titan, Zirkonium, Vanadium sowie Scandium und Hafnium

Anwendungen von NEGs in der Teilchenbeschleunigertechnik



Aufgabenstellung

- Zurzeit entsteht in Darmstadt eine neue Beschleunigeranlage: Facility for Antiproton and Ion Research (FAIR)
- Einsatz von NEGs geplant
  $\Rightarrow$ Untersuchung der Sorptionsfähigkeit reaktiver Gase notwendig
- Aufgaben
  - Beschichtung von drei 1 m langen Rohrsegmenten mit Ti-Zr-V NEG
  - Oberflächenanalysen der neu erzeugten NEG-Schicht
  - Monte-Carlo-Simulationen des Sorptionsverhaltens
  - Charakterisierung der Sorptionseigenschaften der NEG-Schicht (Transmissionsmethode)



H. H. Gutbrod, Hrsg. FAIR Baseline Technical Report: Vol. 1: Executive Summary. Bd. 1. Executive Summary. Darmstadt: GSI, 2006

Methoden zur Erzeugung und Charakterisierung der NEG-Schicht

Vorbereitungen, Demontage und Reinigung der Rohre

a) Originalzustand

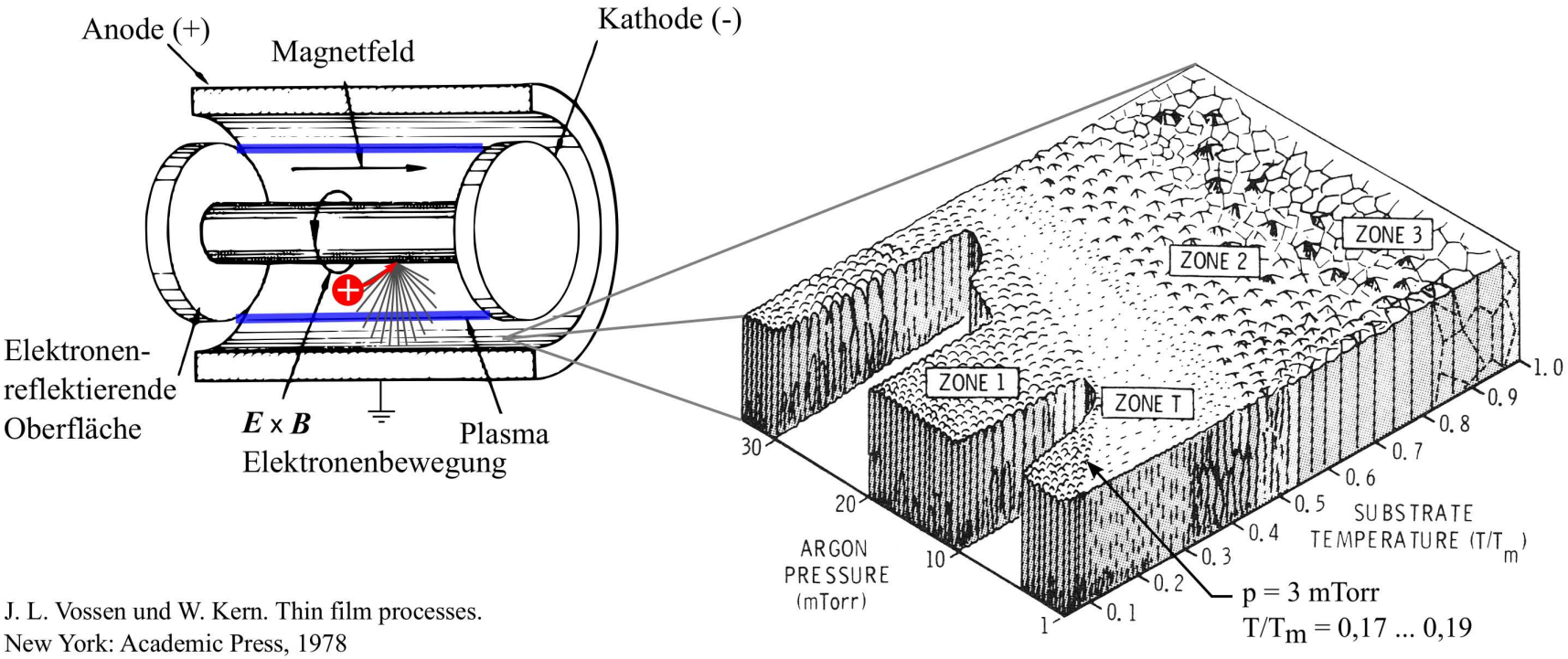
b) Demontage

c) Drei 1 m lange Rohre nach der Reinigung

d) Zukünftiger Pumpstand

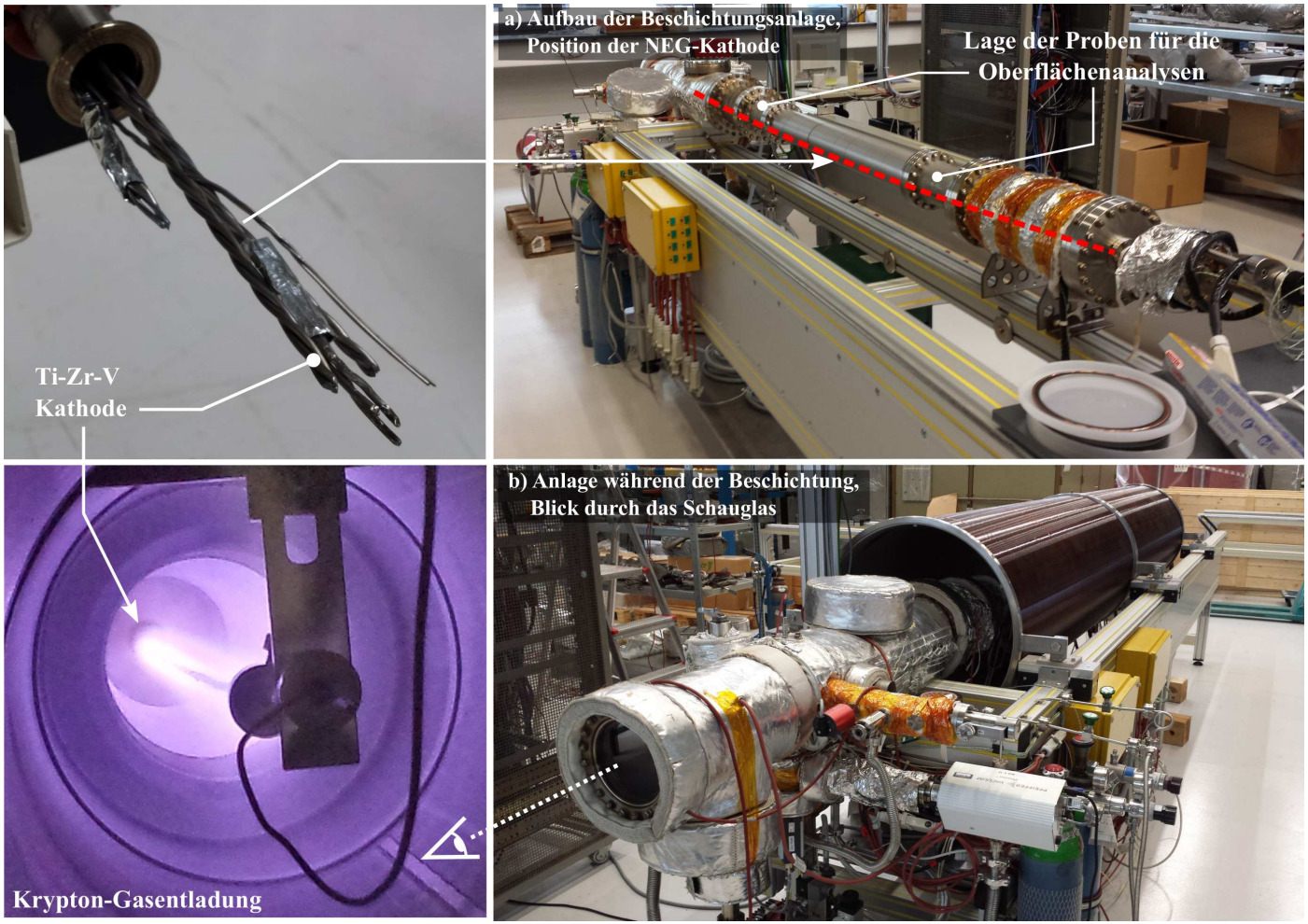
Erzeugung der NEG-Schicht, Modell von Thornton

- Erzeugung einer NEG-Schicht auf der Rohr-Innenwand
  zylindrisches Magnetron-Sputtering
- Wichtige Sputterparameter: Prozessgasdruck und Substrattemperatur
  ⇒ Vorhersage der Morphologie (Oberflächenform) möglich
- Sputterparameter so gewählt, dass der Übergang von Zone 1 zu Zone T getroffen wird
  ⇒ Erzeugung einer nanokristallinen Morphologie



J. L. Vossen und W. Kern. Thin film processes.
New York: Academic Press, 1978

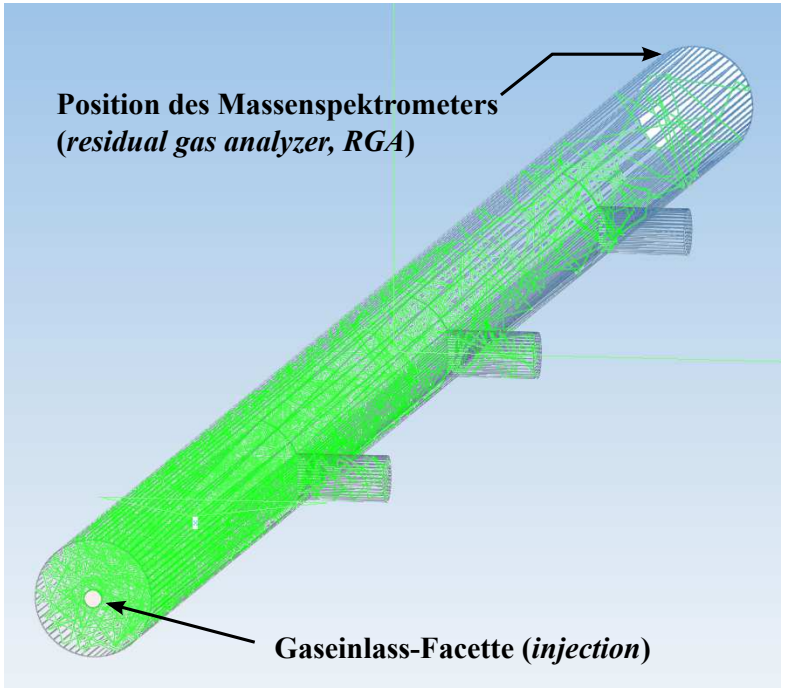
Beschichtungsanlage und Beschichtungsprozess

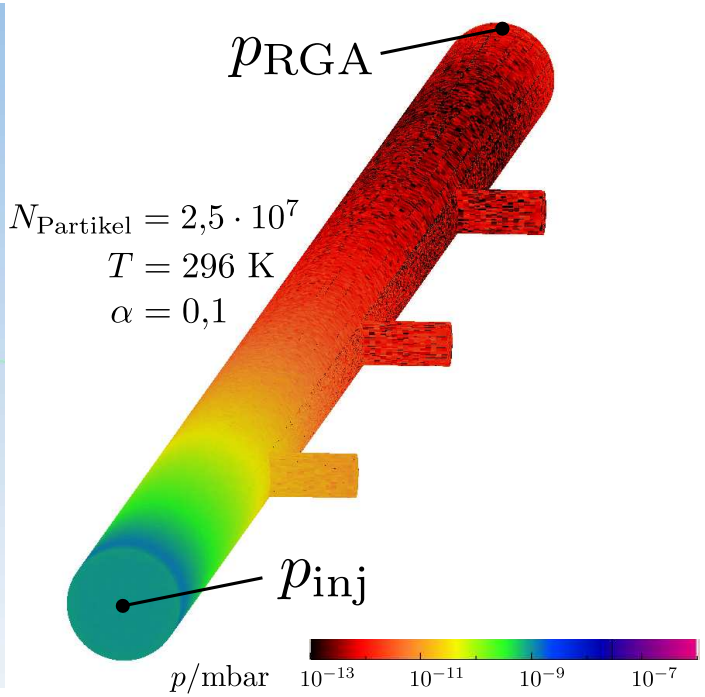


Wie überprüft man die Qualität der neu erzeugten Schicht?

- Analyse an beschichteten Proben (*ex situ* = außerhalb des Prozesses)
- Transmissionsmethode ⇒ vor Ort (*in situ*) unter Ultrahochvakuum-Bedingungen (UHV)
  ⇒ Monte-Carlo-Simulation (MCS) des Vakuumsystems notwendig

Monte-Carlo-Simulation in der Vakuumtechnik





- 3D-Modell des NEG-Rohres ⇒ Generierung von Gaspartikeln am Gaseinlass
- Desorption ⇒ Kollision mit den Wänden ⇒ Adsorption oder diffuse Reflexion
- Durch Zählen der Treffer mit den Flächenelementen (sog. Facetten) ⇒ Druckberechnung mithilfe des Maxwell-Boltzmann-Modells für ideale Gase möglich

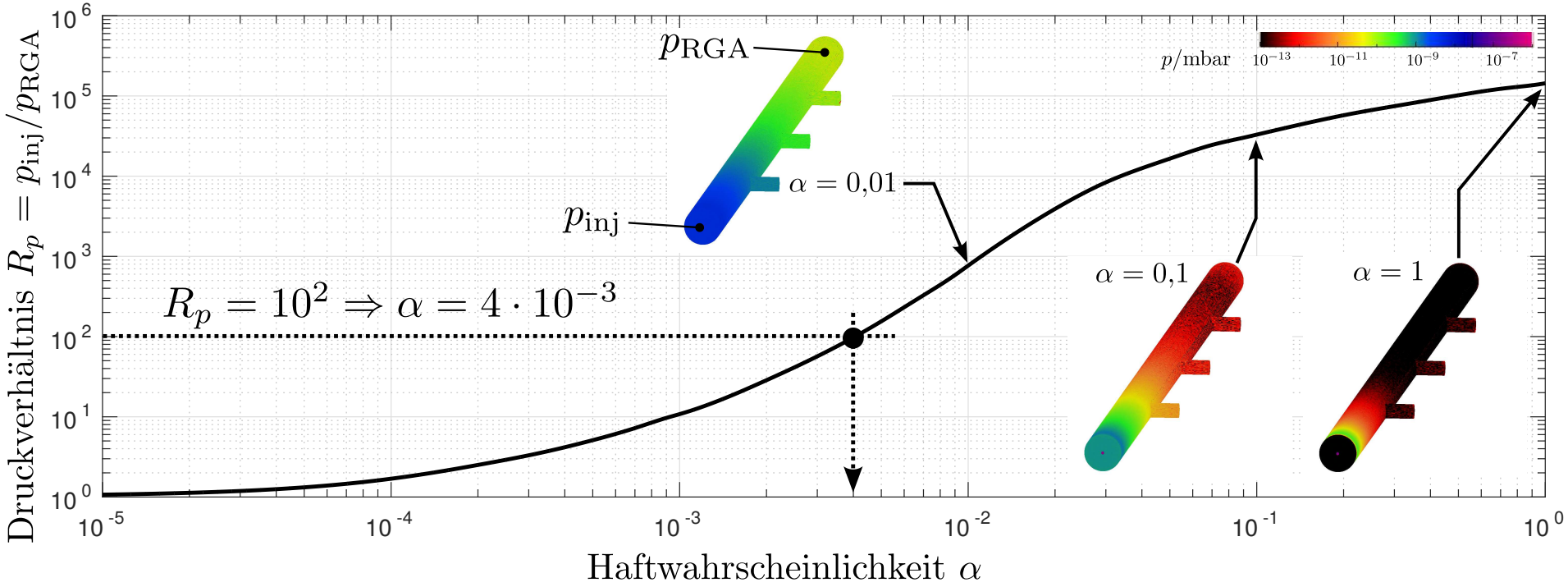
$$p = \frac{4 \cdot q_{\mathrm{Des}}}{A \cdot \overline{v}} \cdot \frac{N_{\mathrm{Treffer}}}{N_{\mathrm{Partikel}}} \quad \text{mit} \quad \overline{v} = \sqrt{\frac{8kT}{\pi m}}$$

N_{Treffer} : Anzahl der Facetten-Treffer, N_{Partikel} : Anzahl der generierten Partikel,

q_{Des} : Desorptionsrate, A : Fläche, $\overline{v}$: Mittlere Geschwindigkeit der Teilchen

- Im realen Experiment: meist nur p_{inj} und p_{RGA} messbar, nicht die Druckverteilung im Rohr

Transmissionsmethode (*Transmission Factor Method*)



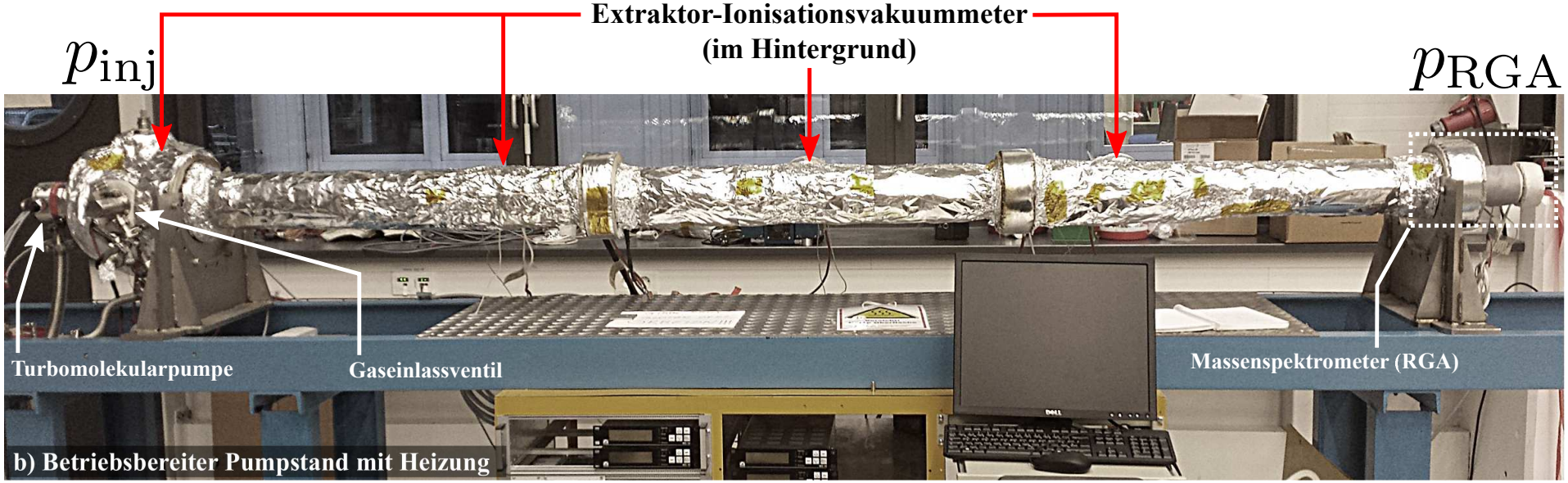
- Durch Variation von α werden unterschiedliche Druckverteilungen berechnet und somit auch verschiedene p_{inj} und p_{RGA}
- Experimentell misst man nicht die Haftwahrscheinlichkeit α, sondern das Druckverhältnis R_p (*pressure ratio*)

$$R_p = \frac{p_{\mathrm{inj}}}{p_{\mathrm{RGA}}}$$

- Mithilfe der MCS-Kurve lassen sich die zum jeweiligen R_p-Wert korrespondierenden Haftwahrscheinlichkeiten α ermitteln $\Rightarrow$ *in situ* Charakterisierung der NEG-Schicht möglich

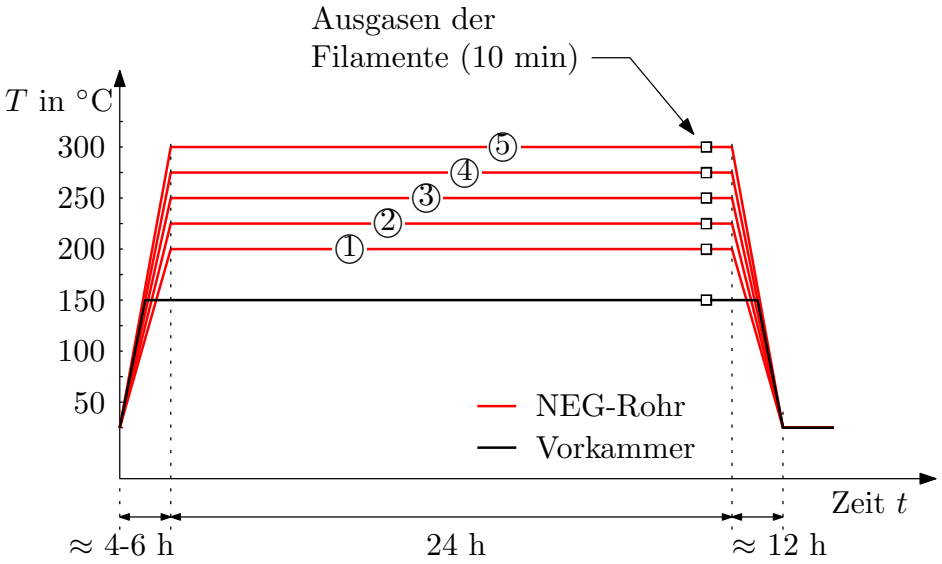
Aufbau des Pumpstandes für die Transmissionsmessungen

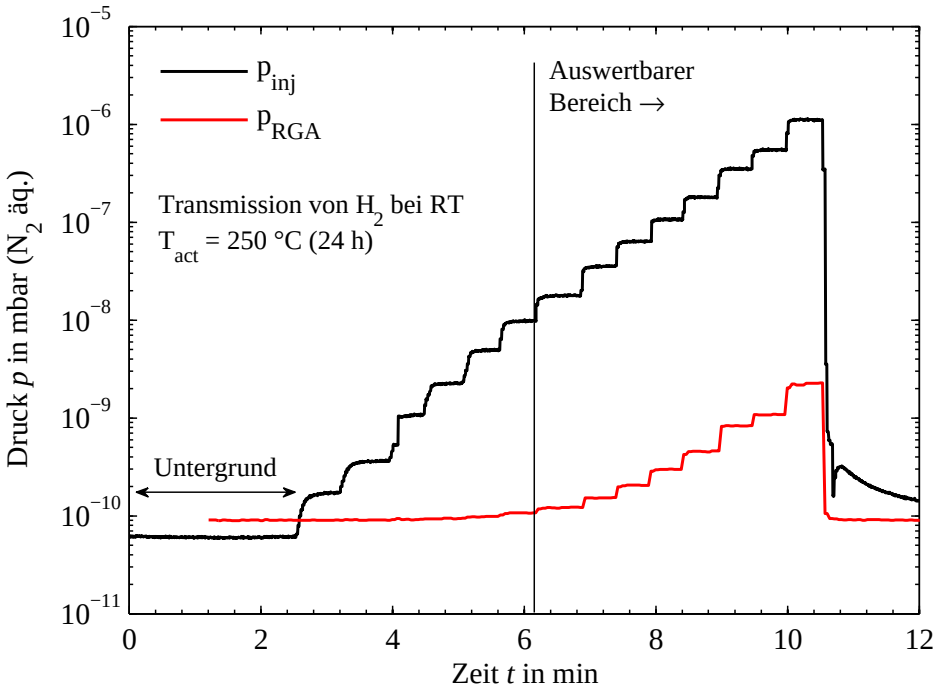
a) Zusammenbau der NEG-Rohre und der Vorkammer



b) Betriebsbereiter Pumpstand mit Heizung

Durchführung der Transmissionsmessungen





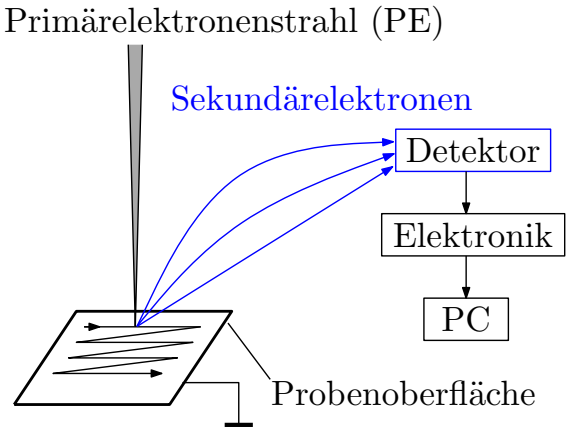
- Vor den Transmissionsmessungen: ausheizen, Messgeräte kalibrieren
- NEG-Aktivierung ① bei 200 °C, Dauer: 24 Stunden
- Transmissionsmessungen mit H_2, CO und N_2, anschließend Aktivierung bei nächsthöherer Temperatur (bis max. 300 °C, Schritte ② bis ⑤)
- Nach Abschluss der Transmissionsmessung ⑤ → vollständige Sättigung der NEG-Oberfläche mit CO

Ergebnisse der Abschlussarbeit

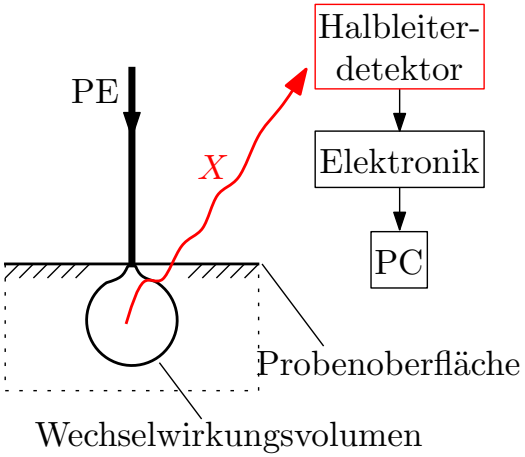
Ex situ Oberflächenanalysen von beschichteten Proben mit REM, EDX und XPS

- Messung der Schichtdicke sowie der Morphologie mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM)
- Qualitative und halb-quantitative Zusammensetzung der Schicht mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX)
- Oberflächenzusammensetzung und Aktivierungsverhalten mittels Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS)

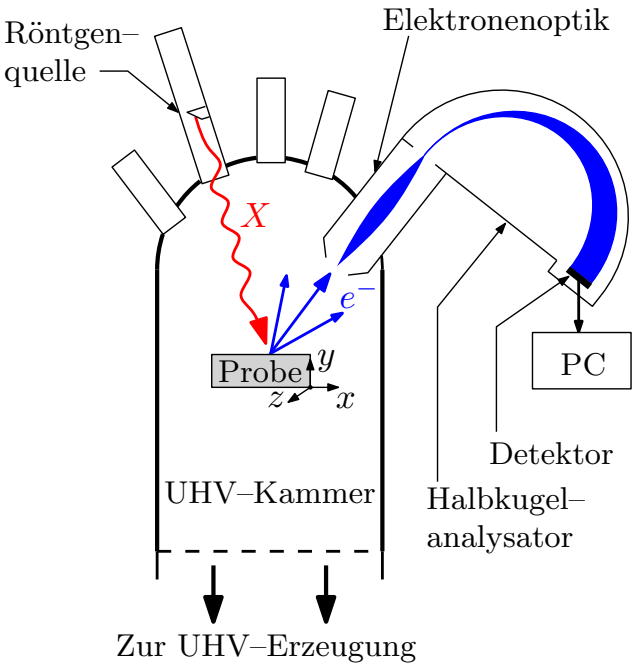
a) REM



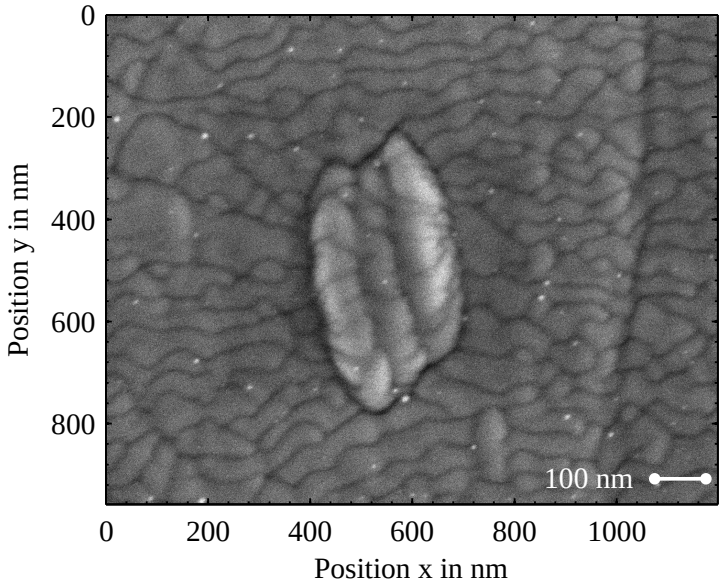
b) EDX

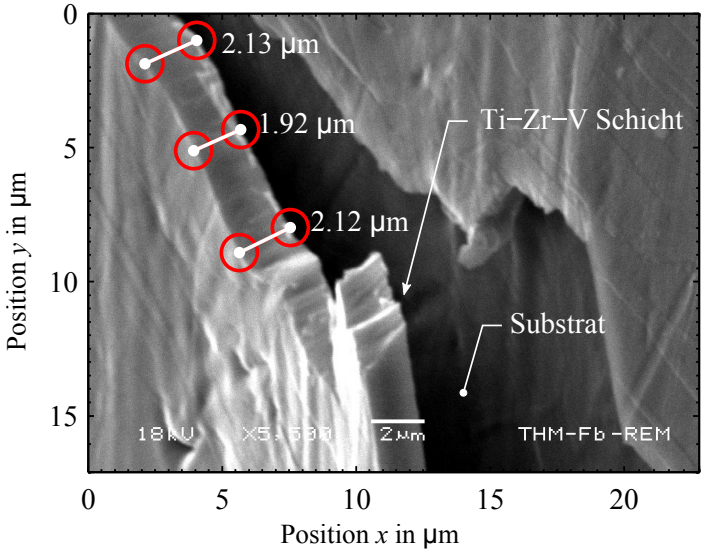


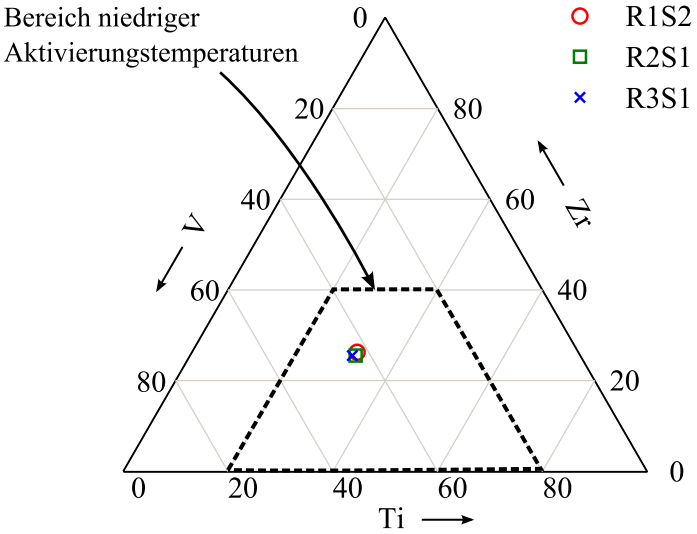
c) XPS



REM- und EDX-Ergebnisse

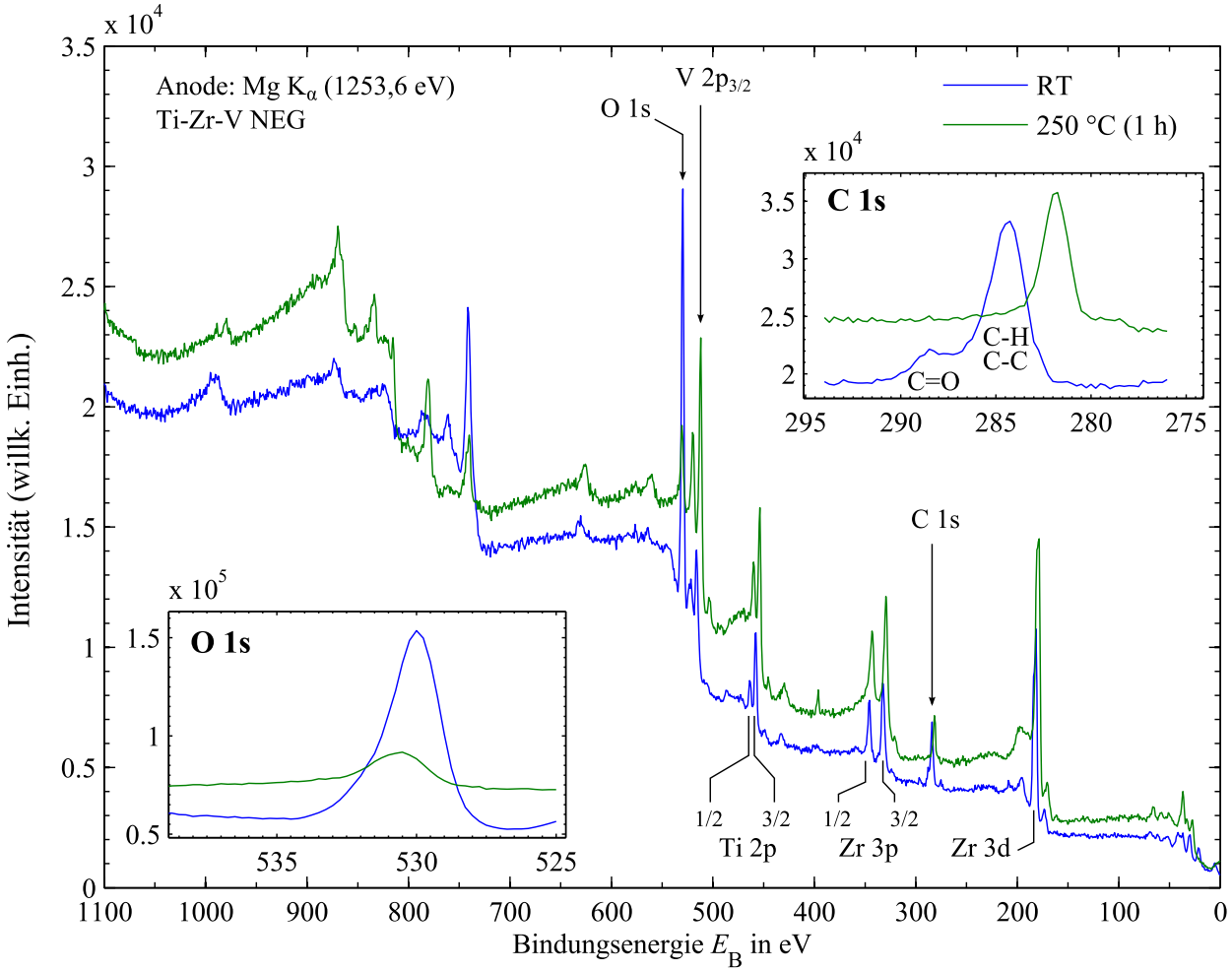


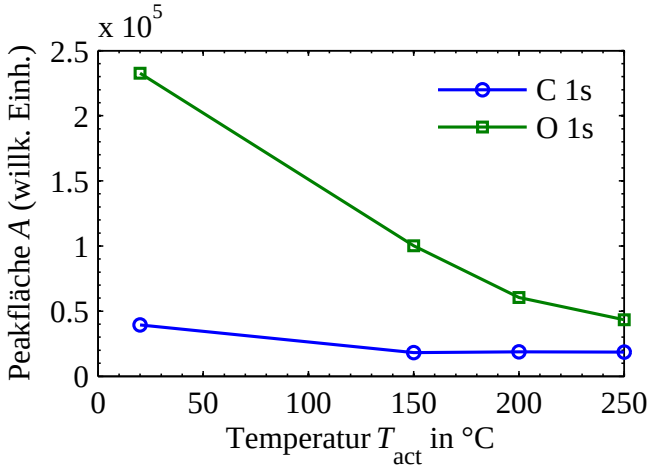


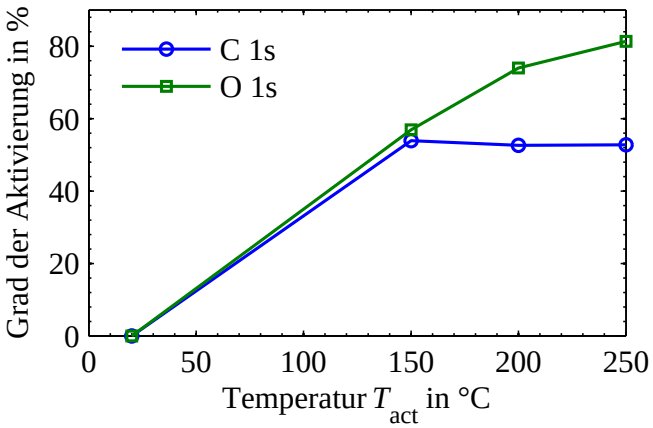


- Nanokristalline Morphologie mit Strukturen > 30 nm, erwartet: Strukturen < 5 nm
- Schichtdicke ca. 2 µm, typ. 0,5 µm bis 5 µm
- Mittlere NEG-Komposition in Atom-%: Ti_{31}-Zr_{26}-V_{43}
- Gute Reproduzierbarkeit der Beschichtung

XPS-Ergebnisse

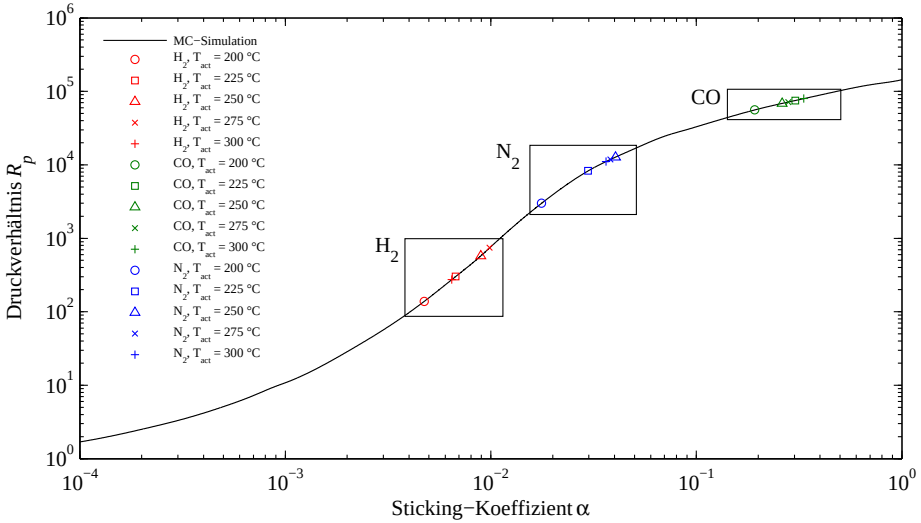


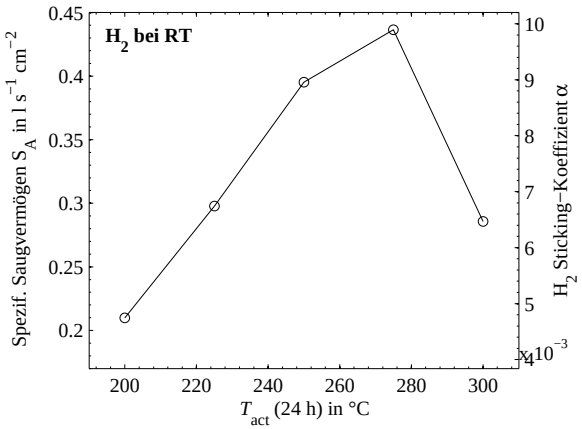


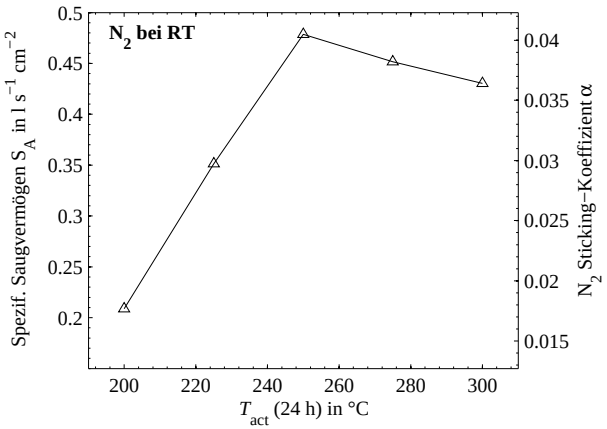


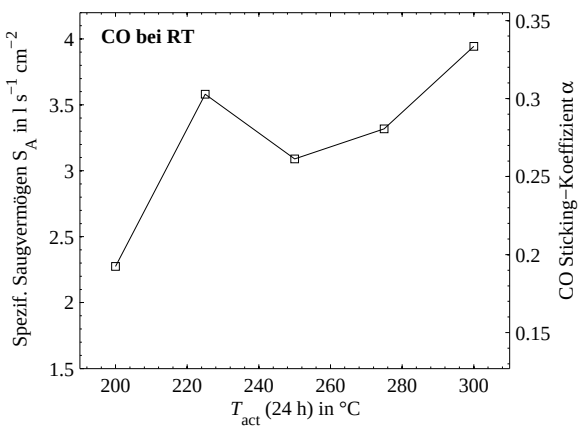
- Änderung der O 1s- und C 1s-Peakflächen als Maß für den Grad der Aktivierung
- Aktivierungsgrade: 81 % (Sauerstoff) und ca. 53 % (Kohlenstoff) bei $T_{\mathrm{act}} = 250$ °C (1 h)

Ergebnisse der Transmissionsmessungen



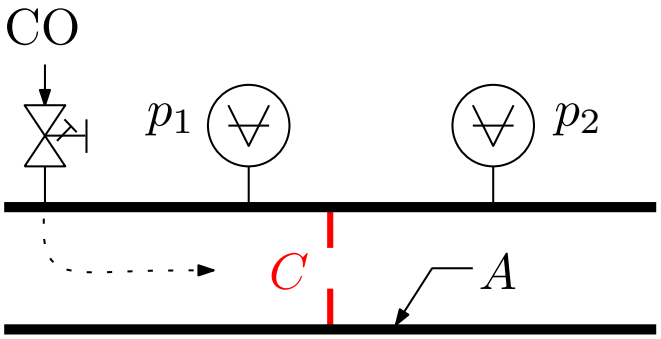




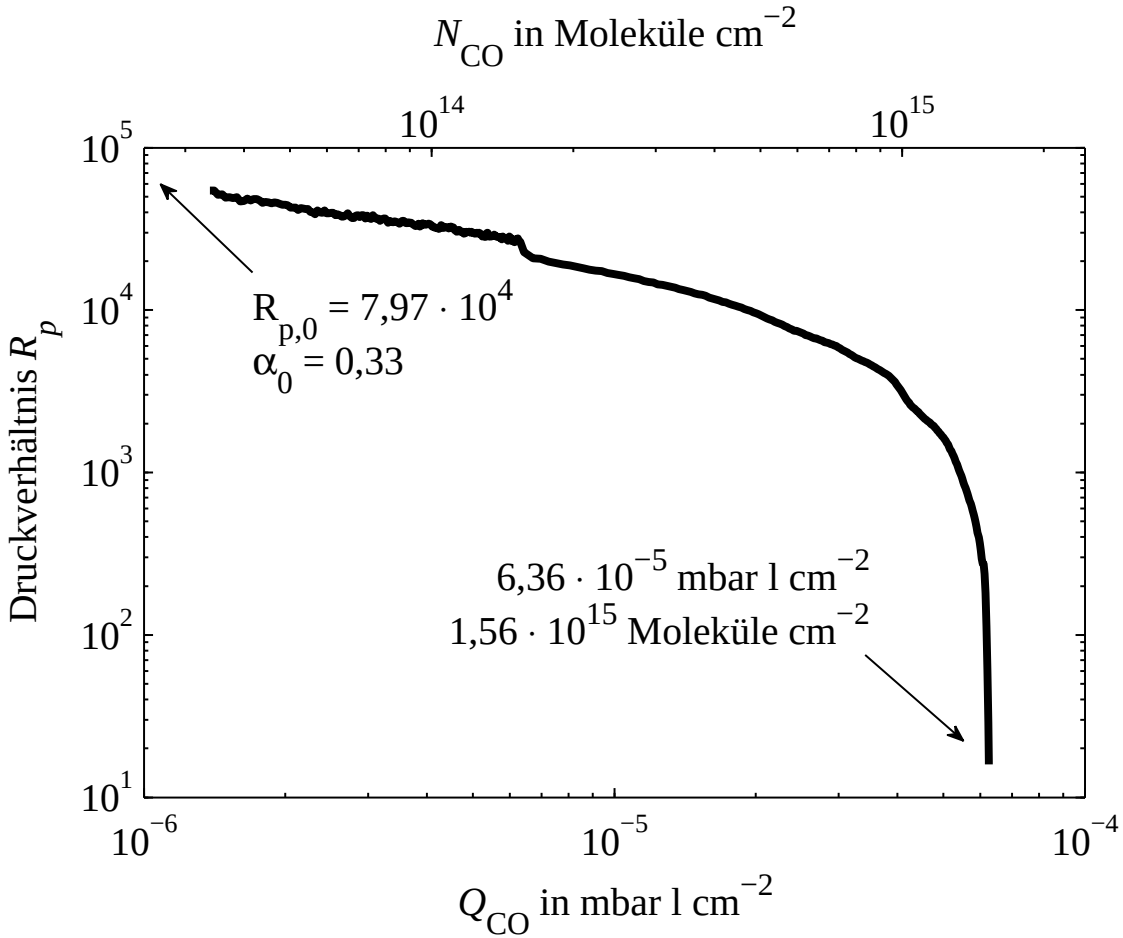


- Erwartete Haftwahrscheinlichkeiten: $\alpha_{\mathrm{H}_2} \approx 8 \cdot 10^{-3}$, $\alpha_{\mathrm{N}_2} \approx 1{,}5 \cdot 10^{-2}$ und $\alpha_{\mathrm{CO}} \approx 0{,}7$
- Sorptionsverhalten stark von der verwendeten Aktivierungstemperatur abhängig
- Je nach Zusammensetzung der UHV-Restgasatmosphäre $\Rightarrow$ Ausheizen der Vakuumkammer bei passender Aktivierungstemperatur möglich

Oberflächenkapazität der NEG-Schicht

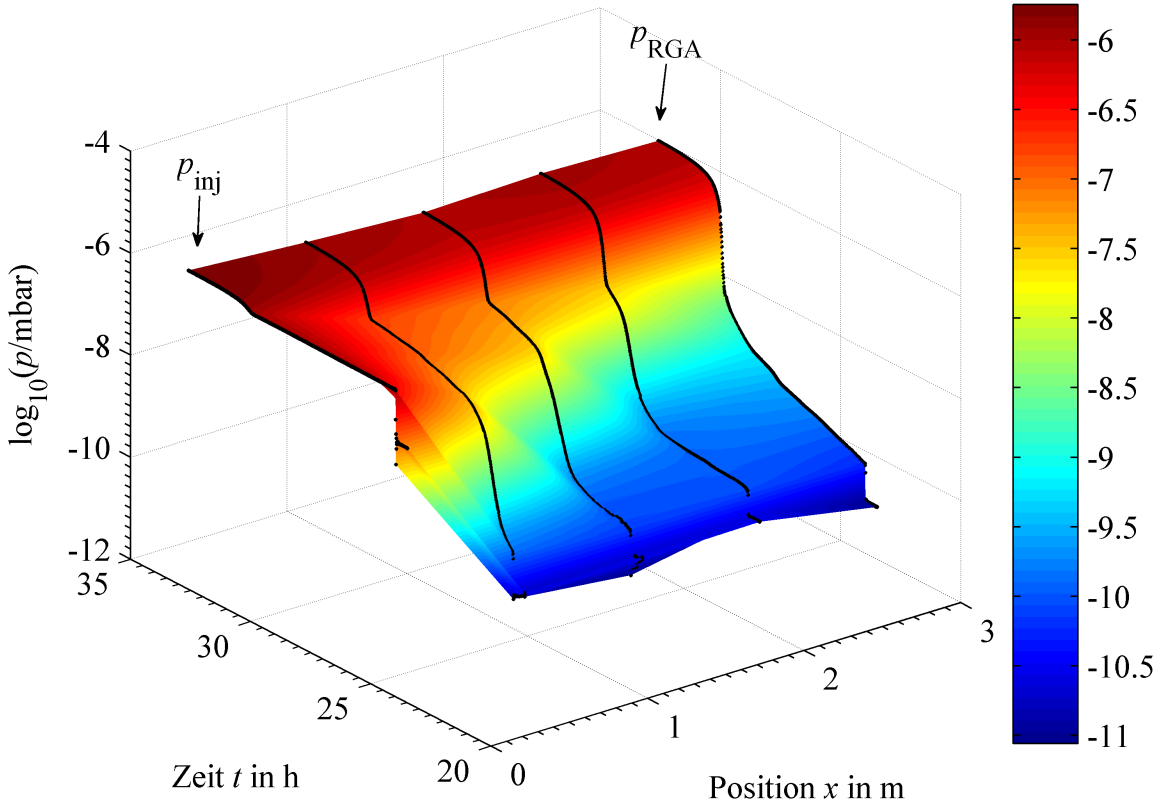


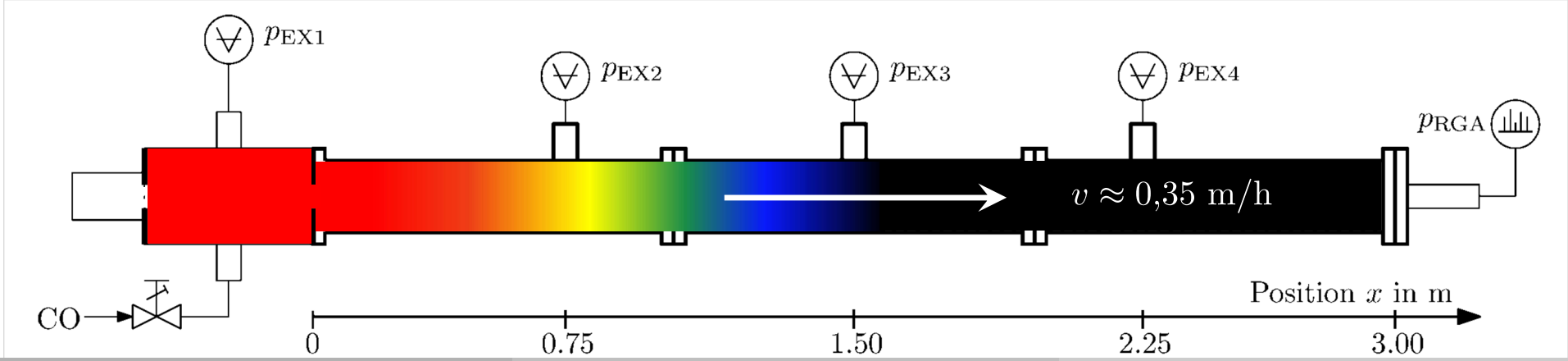
$$Q_{\mathrm{CO}} \approx \frac{1}{A} \int_0^t C \cdot (p_1 - p_2)\, \mathrm{d}t$$



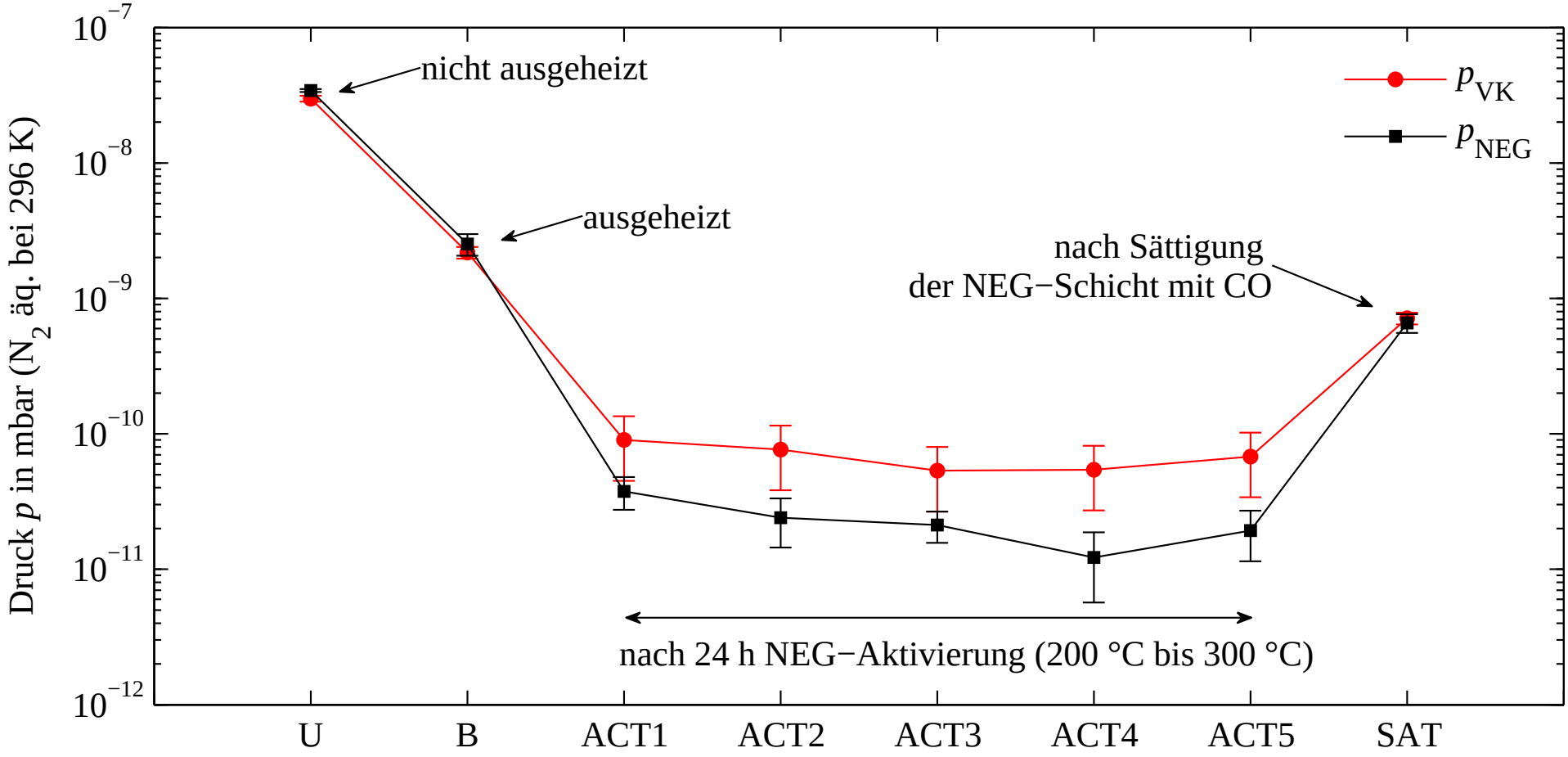
- Erwartet: $N_{\mathrm{CO}} \approx 8 \cdot 10^{14}$ Moleküle cm^{-2}
- Oberflächenkapazität ist abhängig von Parametern wie
  - Oberflächenrauigkeit
  - Initialen Kontamination der Oberfläche
  - Experimentellen Aufbau und der Durchführung des Experiments

Zeitabhängige Sättigung





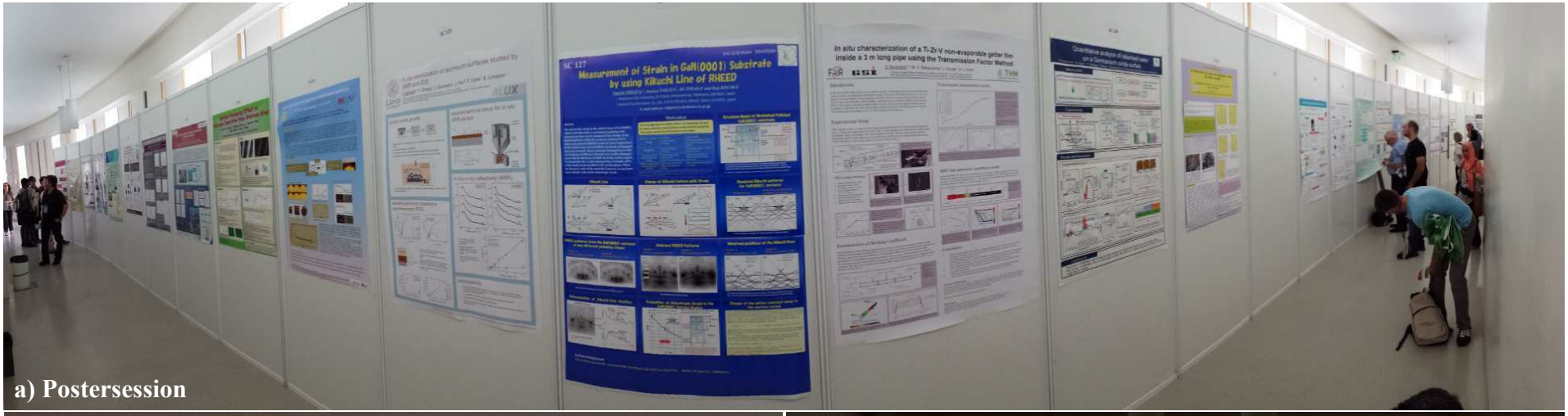
Erreichbare Enddrücke



- Unausgeheizter Zustand (*unbaked*): $p \approx 3 \cdot 10^{-8}$ mbar
- Ausgeheizter Zustand (*bakeout*): $p \approx 3 \cdot 10^{-9}$ mbar
- Nach Aktivierung (*activation*): Enddruck p_{VK} in der Vorkammer ist stets höher als im NEG-beschichteten Rohr
- Nach Sättigung (*saturation*): Enddruck gestiegen $\Rightarrow$ Sorptionswirkung der NEG-Oberfläche kommt zum Erliegen

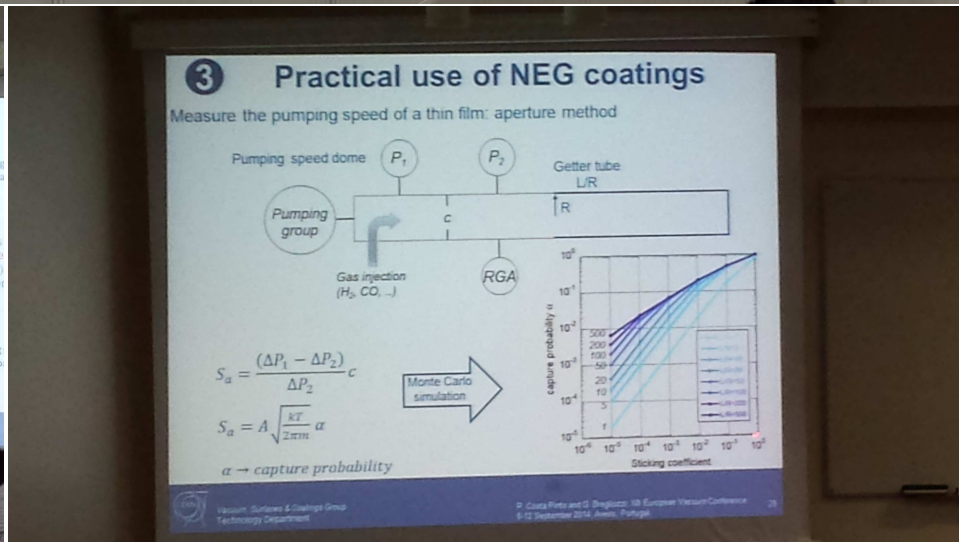
Präsentation der Ergebnisse auf der 13. EVC in Aveiro, Portugal

- Präsentation der Ergebnisse während einer Postersession, Teilnahme an Fachvorträgen
- Diskussionen und Kontaktknüpfung mit international anerkannten Forschern
- Ohne die Unterstützung von Prof. Dr. Eifert wäre dies nicht möglich gewesen!



a) Postersession

b) Fachvorträge



Zusammenfassung und Fazit

- Erzeugung der NEG-Schicht, *ex situ* Oberflächenanalysen an mitbeschichteten Proben
  - Nanokristalline Strukturen im Bereich von > 30 nm
  - Schichtdicke ca. 2 µm
  - Gutes Aktivierungsverhalten
- Aufbau und Inbetriebnahme eines UHV-Pumpstandes zur Durchführung der Transmissionsmessungen
- Transmissionsmessungen für CO, N_2 und H_2
  - Variation der T_{act} (200 °C bis 300 °C, 24 h)
  - Sorptionsverhalten ist von der Gasart und der Aktivierungstemperatur abhängig
  - Bestätigung der Haftwahrscheinlichkeiten außer bei CO (0,3 statt $\approx$ 0,7)
  - Bestimmung der Oberflächenkapazität
  - Zeitabhängige Sättigungsmessung
- Präsentation der Ergebnisse auf der 13. Europäischen Vakuumkonferenz in Aveiro, Portugal

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!

Diese Präsentation können Sie unter der folgenden URL herunterladen:

`http://physik.co-i60.com/2016/11/fb2016/`

Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons Namensnennung - Nicht-kommerziell - Weitergabe unter gleichen Bedingungen 4.0 International Lizenz.