
ЛАБОРАТОРНАЯ
ТЕХНИКА

УДК 533.599

ИЗУЧЕНИЕ ТЕРМИЧЕСКОГО ГАЗОВЫДЕЛЕНИЯ ИЗ ЛЮМИНОФОРА Р43 И АЭРОГЕЛЯ ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В ВАКУУМНОЙ СИСТЕМЕ ЦКП “СКИФ”

© 2024 г. А. М. Семенов^{a, b, *}, А. В. Смирнов^c

^aИнститут ядерной физики им. Г.И. Будкера

Сибирского отделения Российской академии наук

Россия, 630090, Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 11

^bНовосибирский государственный технический университет

Россия, 630073, Новосибирск, просп. Карла Маркса, 20

^cИнститут общей физики им. А.М. Прохорова Российской академии наук

Россия, 119991, Москва, ул. Вавилова, 38

*e-mail: A.M.Semenov@inp.nsk.su

Поступила в редакцию 10.05.2023 г.

После доработки 19.05.2023 г.

Принята к публикации 26.06.2023 г.

Успешная работа ЛИНАКа ЦКП “СКИФ” напрямую связана с усовершенствованием методов диагностики для измерения поперечного профиля и продольного распределения заряда пучка, которые, в свою очередь, требуют использования новых материалов или методов их изготовления. В данной статье приведены результаты термического газовыделения аэрогеля и люминофора Р43, нанесенного методом электрофоретического осаждения, применяемых в диагностических устройствах ЛИНАКа ЦКП “СКИФ”.

DOI: 10.31857/S0032816224020245 EDN: QRGLTD

1. ВВЕДЕНИЕ

Как уже не раз отмечалось, в Новосибирске строится источник синхротронного излучения (СИ) 4+ поколения ЦКП “СКИФ” [1], в котором предъявляются требования к малому эмиттансу пучка (75 пм·рад), для достижения которого необходим сверхвысокий вакуум. Поскольку по своим параметрам он превосходит многие зарубежные аналоги, предъявляются повышенные требования ко всем подсистемам, и к вакуумной системе в том числе.

Одной из важных частей, без которой невозможно представить себе ускорительный комплекс ЦКП “СКИФ”, является линейный ускоритель (ЛИНАК) с энергией пучка до 200 МэВ. Но получить электронный пучок мало, необходимо убедиться в его соответствии требованиям, предъявляемым к нему. Поэтому усовершенствуются методы диагностики пучка, для чего применяются материалы, мало изученные или

совсем не изученные с точки зрения вакуумной техники, такие как сцинтиллятор Р43, изготовленный методом осаждения, или вспененный диоксид кремния.

Для контроля за поперечным профилем пучка используются люминофорные датчики. В связи с тем, что электроны с энергиями 0.6 МэВ тормозятся и испытывают сильное рассеяние в слое вещества с толщиной десятки доли миллиметра, существует необходимость введения люминофорного экрана непосредственно внутрь вакуумной камеры. Поэтому люминофорное покрытие должно быть совместимым с рабочим вакуумом ЛИНАК, для чего применяется люминофор Р43, нанесенный методом электрофоретического осаждения.

Измерение продольного распределения заряда осуществляется методом разрушающей диагностики, оно основано на использовании черенковского излучения,

регистрируемого стрик-камерой. Для энергии электронов от 600 кэВ до 200 МэВ появляется возможность использовать в качестве радиатора вспененный диоксид кремния или аэрогель с коэффициентом преломления $n = 1.05$. Полное число черенковских фотонов с учетом углового распределения составило примерно 10^{10} . Аэрогель применяется более 20 лет в ускорителях заряженных частиц, но до сих пор, с точки зрения вакуумной техники, он мало изучен [2]. Все эти материалы требуют подробных исследований вакуумных свойств, таких как газовыделение, спектр остаточных газов и т. д., перед применением в высоковакуумных системах.

В статье представлены результаты измерения термического газовыделения для вспененного диоксида кремния и для люминофора P43, нанесенного методом электрофоретического осаждения, в зависимости от длительности и условий вакуумных испытаний.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА И МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ

Схема установки для измерения коэффициента термического газовыделения для люминофоров и аэрогеля показана на рис. 1 [3].

Стенд состоит из вакуумного объема, изготовленного из бесшовной нержавеющей трубы марки 304L, который отделяется от средств откачки цельнометаллическим угловым клапаном VR1.

Измерение давления в системе выполнялось ионизационным датчиком давления с горячим катодом IG (от $2 \cdot 10^{-11}$ мбар до 10^{-4} мбар). Измерение парциальных давлений газов (до 100 а.е.м.) проводилось при помощи квадрупольного масс-спектрометра RGA фирмы SRS (Стэнфорд, США).

До проведения экспериментов по измерению коэффициента термического газовыделения была установлена диафрагма диаметром 6 мм и толщиной 3 мм с известной молекулярной проводимостью, равной 2.6 л/с по азоту, а также были измерены коэффициенты чувствительности датчика давления с горячим катодом и масс-спектрометра, кроме того, определялась газовая нагрузка из пустого вакуумного объема $Q_{reference}$. После каждого напуска воздуха до атмосферного давления проводились повторная

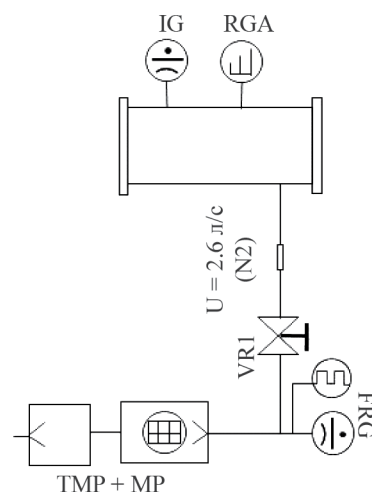


Рис. 1. Стенд для измерения коэффициента термического газовыделения: VR1 — цельнометаллические угловые клапаны, IG — ионизационный датчик давления с горячим катодом типа Bayard-Albert, FRG — широкодиапазонный датчик давления от 10^{-10} мбар до 1000 мбар, TMP — турбомолекулярный насос, MP — безмасляный форвакуумный (мембранный) насос.

калибровка всех измерителей вакуума и измерение газовой нагрузки пустого объема.

Предварительная откачка системы производилась турбомолекулярной станцией, включающей в себя турбомолекулярный насос (TMP) и безмасляный мембранный насос (MP), через цельнометаллический угловой клапан VR1. Измерение форвакуума и высокого вакуума осуществлялось широкодиапазонным датчиком давления FRG фирмы Pfeiffer, состоящим из датчика Pirani (от 10^{-4} мбар до 1000 мбар) и датчика давления с горячим катодом (от 10^{-10} мбар до 10^{-4} мбар), расположенным на откачной станции.

Установка прогревалась резистивным методом, контроль за температурой выполнялся термомпарами (хромель/копель).

Методика измерений основана на измерении перепада давлений на элементе с известной молекулярной проводимостью (в данном случае на диафрагме). Газовый поток может быть вычислен следующим образом:

$$Q = U(P_{\text{до}} - P_{\text{после}})K,$$

где U — известная молекулярная проводимость диафрагмы, равная 2.6 л/с для азота; $P_{\text{до}}$ — давление в измерительной системе, мбар; $P_{\text{после}}$ — давление на откачной станции, мбар;

K – коэффициент чувствительности для датчика давления, равный 1.0 для азота.

Коэффициент термического газовыделения находится следующим образом:

$$q = \frac{U(P_{\text{до}} - P_{\text{после}})K - Q_{\text{reference}}}{A_{\text{обр}}},$$

где $A_{\text{обр}}$ [см²] – полная площадь образцов, $Q_{\text{reference}}$ [л·мбар/с] – газовая нагрузка из пустого вакуумного объема.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

3.1. Сцинтиллятор P43

Оксисульфид гадолиния, легированный тербием (Gd₂O₂S:Tb), известен как высококачественный порошковый рентгеновский люминофор с энергетической эффективностью эмиссии в видимой области спектра до 0.2. Кроме того, он имеет высокую плотность (7.34 г/см³) и показывает не слишком большое время затухания (порядка 0.6 мс) 0.

В Институте общей физики (ИОФ РАН) был изготовлен образец размерами 270 × 480 мм². Образец был изготовлен нанесением люминофора P43 на металлическую подложку (сталь 12X18H9T) методом электрофоретического осаждения. Этот метод дает повышенную термическую стойкость экранов, повышенную плотность упаковки зерен люминофора и лучшую их адгезию к подложке.

Контроль качества покрытия осуществлялся путем измерения нагрузки люминофорного покрытия (аналитические весы), ее значение составило 1.2–1.4 мг/см², а также на установке с ультрафиолетовым возбуждением с помощью ртутной лампы.

Люминофор был помещен в измерительный объем стенда, показанный на рис. 1. Никакая дополнительная процедура очистки к образцу не применялась, но измерение коэффициента термического газовыделения выполнялось до и после каждого прогрева при 140 °С в течение 24 ч, а также после напуска воздуха в измерительный объем до атмосферного давления. Результаты представлены в табл. 1.

Как следует из табл. 1, каждый последующий прогрев уменьшает коэффициент газовыделения даже после воздействия воздуха при

Таблица 1. Коэффициент термического газовыделения для сцинтиллятора P43

Время	q , л·мбар/(с·см ²)
Откачка №1	
24 ч	$4.7 \cdot 10^{-8}$
48 ч	$1.33 \cdot 10^{-8}$
72 ч	$9.3 \cdot 10^{-9}$
23 дня	$7.4 \cdot 10^{-10}$
После прогрева №1	
72 ч	$1.0 \cdot 10^{-10}$
Напуск воздуха до атмосферного давления. Откачка ЛК №2	
24 ч	$1.1 \cdot 10^{-8}$
72 ч	$2.6 \cdot 10^{-9}$
После прогрева №2	
3 дня	$1.35 \cdot 10^{-11}$
4 дня	$2.1 \cdot 10^{-12}$
5 дней	$1.8 \cdot 10^{-12}$
Напуск воздуха до атмосферного давления. Откачка №3	
24 ч	$2.4 \cdot 10^{-10}$
48 ч	$4.8 \cdot 10^{-10}$
72 ч	$2.5 \cdot 10^{-10}$
7 дней	$1.6 \cdot 10^{-11}$

атмосферном давлении, при этом после напуска воздуха коэффициент термодесорбции меньше на порядок в сравнении с первоначальными измерениями. Объяснение этому кроется в том, что до того, как начались вакуумные испытания, образец находился без вакуумной “гигиены” на воздухе при атмосферном давлении около года. В нашем же случае образец находился без вакуума не более 24 ч до последующей откачки [5].

Поскольку в состав люминофора P43 входит сера, наличие которой в вакуумной камере недопустимо ни при каких условиях, было важно изучить спектр остаточных газов до и после прогрева. На рис. 2 показаны спектры остаточных газов сцинтиллятора марки P43 до и после прогрева при 140 °С в течение 24 ч с последующим остыванием до комнатной температуры. Как видно из спектров, пик 32 а.е.м. присутствует до прогрева, после прогрева данного газа почти нет.

Если предположить наличие серы, то маловероятно ее восстановление в чистом виде из люминофора P43. Если же это разложение из SO₂ или H₂S, то в таком случае должны

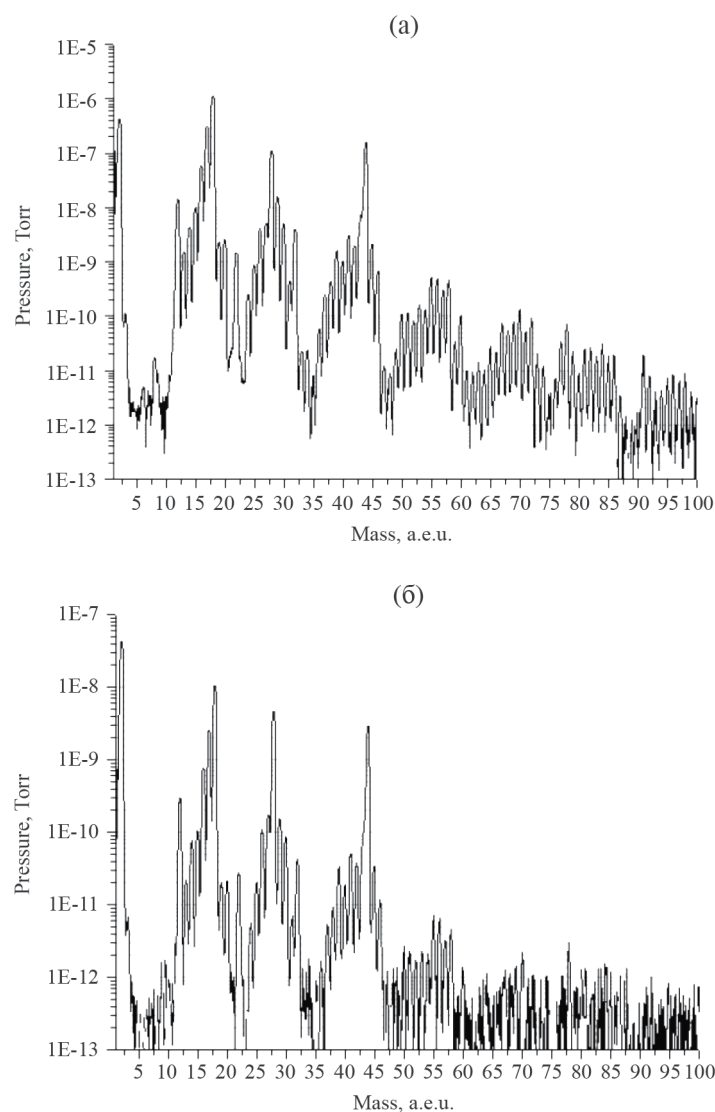


Рис. 2. Спектр остаточных газов керамического сцинтиллятора P43 до прогрева через 24 ч после старта откачки (а) и после прогрева через 5 дней после остывания до RT9 (б).

доминировать пики, соответствующие 64 а.е.м. или 34 а.е.м., а в действительности они либо не были обнаружены, либо были меньше 32 а.е.м.

Если же это кислород, то в чистом виде его не бывает, если нет виртуальных течей. Косвенным подтверждением отсутствия виртуальных течей может служить тот факт, что кислород дает “фрагменты” пиков 16, 34 и 33 а.е.м. К сожалению, вычленить составляющую кислорода в пике 16 а.е.м., почти невозможно, так как пик 16 а.е.м. включает также метан и атомарный кислород из угарного газа и углекислого газа и т.д., которые всегда в том или другом количестве присутствуют в спектре остаточных газов. Пики, соответствующие 33 и 34 а.е.м., очень малы по сравнению с пиком 32 а.е.м., чтобы

с хорошей точностью утверждать о наличии или отсутствии кислорода.

Другим способом изучения спектра остаточных газов было наблюдение за тем, как изменяется величина 32 а.е.м. в зависимости от температуры нагрева люминофора. Для этой цели был создан внутренний нагреватель из циркониевой проволоки диаметром 0.43 мм и длиной 2 м (электрическое сопротивление равняется 6.7 Ом при температуре 20 °C), намотанной на керамическую трубку диаметром 4 мм для избегания провисания нагревателя. Данный нагреватель располагался на расстоянии 10–15 мм с обратной стороны люминофора. Контроль за температурой осуществлялся при помощи термопары хромель-копель, закрепленной на люминофоре.

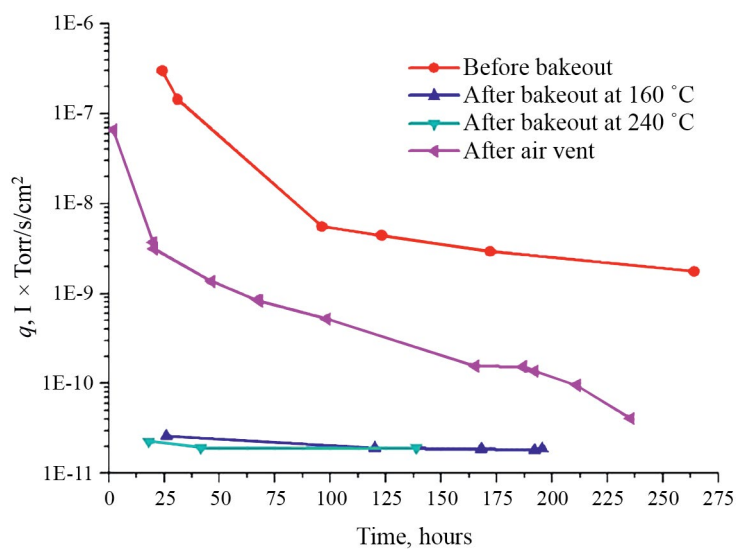


Рис. 3. Термическое газовыделение из вспененного диоксида кремния (аэрогеля) в зависимости от длительности откачки и предварительных условий подготовки образцов.

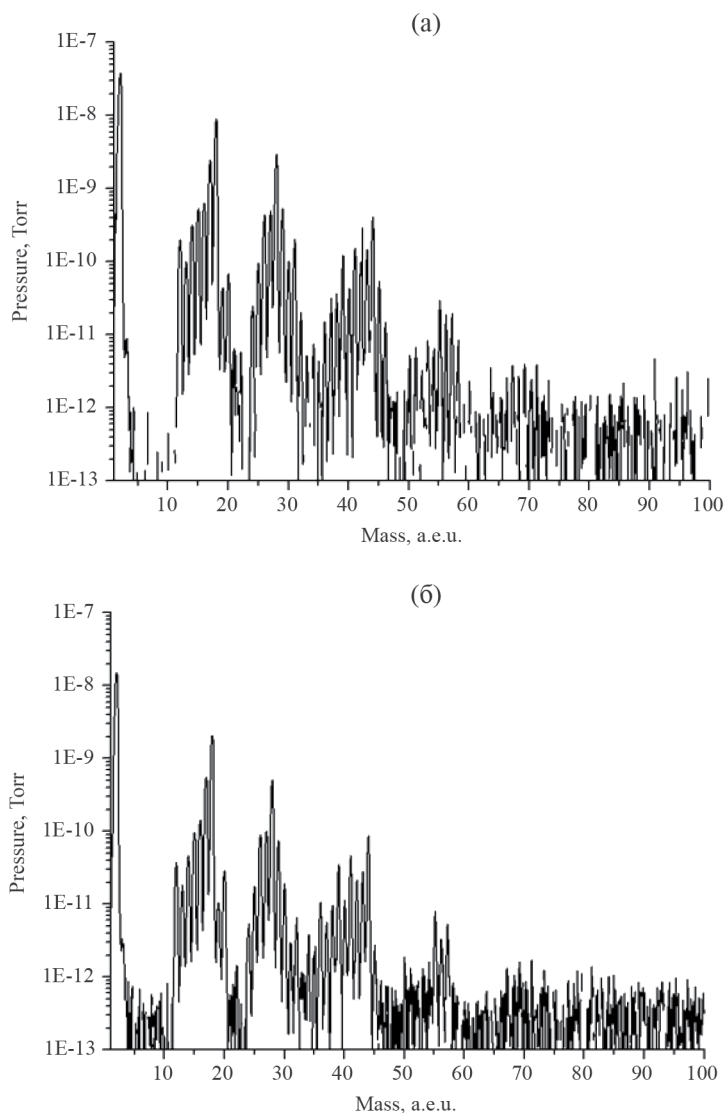


Рис. 4. Спектр остаточных газов из аэрогеля до прогрева (а) и после прогрева при 160 °С в течение 24 ч (б).

Максимальная температура нагрева люминофора, равная 170 °С, была достигнута при токе 4.0 А и мощности 240 Вт.

Было обнаружено, что при увеличении мощности нагрева, а следовательно, и увеличении температуры на люминофоре, пик 32 а.е.м. также увеличивается, но при длительной выдержке при данной температуре происходит заметное уменьшение величины пика 32 а.е.м., что свидетельствует о наличии кислорода, а не серы.

Поскольку люминофор изготавливается из мелкозернистых фракций, он создает большую газовую нагрузку на вакуумную систему. Использование катода из циркония выполняло и вторую задачу. Во время нагрева сцинтиллятора происходит распыление циркония, который является хорошим газопоглотителем. Во время эксперимента был получен предельный вакуум порядка $3 \cdot 10^{-10}$ мбар, что значительно превышает требование к вакууму в ЛИНАКе (уровень вакуума 10^{-8} мбар и лучше).

3.2. Аэрогель

Одним из аэрогелей, получившим широкое применение в диагностике пучка, является вспененный диоксид кремния, состоящий из совокупности частиц и пор. Размеры пор настолько малы, что эти поры рассеивают очень мало света, поэтому аэрогели очень прозрачны в видимом диапазоне длин волн. Важными параметрами аэрогеля являются оптические свойства (длина рассеянного света, длина поглощенного света, низкий коэффициент преломления (от 1.0006 до 1.11)), фотонный выход из аэрогеля, временное разрешение, а также максимальная толщина радиатора, которая ограничивается длиной рассеивания света [6].

Поскольку аэрогель имеет низкую плотность, но высокую пористость (90–99.9)%, при этом площадь внутренней поверхности достигает от 100 до 2000 м²/г, важно определить коэффициент термического газовыделения и спектр остаточных газов в зависимости от длительности откачки и предварительных условий подготовки образцов.

В Институте катализа были изготовлены образцы с коэффициентом преломления от 1.03

до 1.05 и геометрической площадью порядка 86 см². На рис. 3, 4 представлены результаты термического газовыделения и спектр остаточных газов соответственно.

ВЫВОДЫ

1. Измерены коэффициент термического газовыделения и спектр остаточных газов из люминофора P43, изготовленного методом электрофоретического осаждения.

2. Полученные результаты свидетельствуют о том, что данные люминофоры можно применять в сверхвысоковакуумных системах ионных ускорителей, где требуется получение вакуума на уровне $(2-3) \cdot 10^{-11}$ Торр, чтобы не допустить нежелательной перезарядки ионов.

3. Измерены коэффициент термического газовыделения и спектр остаточных газов из вспененного диоксида кремния (аэрогеля).

4. Данный аэрогель успешно используется в черенковских датчиках на ЛИНАКе ЦКП “СКИФ” в качестве радиаторов, при этом взаимодействие с пучком никак не влияет на вакуум в ускорителе.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают искреннюю благодарность А.Ф. Данилюку за предоставленные образцы вспененного диоксида кремния (аэрогеля).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ЦКП “СКИФ” <https://srf-skif.ru/>
2. Zhao Q., Bähr J., Bohnet I., Flöttmann K., Lipka D., Richter D., Stephan F. // Proceed. Particle Accelerator Conference. 2001. Chicago, P. 2299.
3. Бурдаков А.В., Варанд А.В., Краснов А.А., Мешков О.И., Михайленко М.А., Семенов А.М., Толочко Б.П., Шошин А.А. // ПТЭ. 2022. № 3. С. 146.
4. Morlotti R., Nikl M., Piazza M., Boragno C. // J. Luminesc. 1997. V. 72. P. 772. [https://doi.org/10.1016/S0022-2313\(96\)00330-4](https://doi.org/10.1016/S0022-2313(96)00330-4)
5. Semenov A.M., Burdakov A.V., Krasnov A.A., Shoshin A.A., Tolochko B.P., Varand A.V. // Proceed. IPAC. 2021. Campinas, P. 2447. <https://doi.org/10.18429/JACoW-IPAC2021-TUPAB396>
6. Bähr J., Djordjadze V., Lipka D., Onuchin A., Stephan F. // NIM A. 2005. V. 538. P. 597. <https://doi.org/10.1016/j.nima.2004.08.098>