

Plateforme Vide & Surfaces: Présentation et applications

Pôle Physique des accélérateurs



- **Le contexte**
- **La plateforme Vide&Surfaces**
- **De nouveaux moyens de caractérisation de surfaces**
- **Exemples d'applications**
- **Conclusion**

Gaël SATTONNAY, Bruno MERCIER





CONTEXTE



Division Accélérateurs

R&D Cavités & Cryogénie

G. Olry

S. Durand

S. Bira**

P. Duthil

M. Fouaidy

M. Candolfo

O. Hryhorenko**

D. Le Drean

D. Longuevergne

G. Martinet

V. Sansine*

H. Saugnac

2CR, 1IR, 1 postdoc



Pôle Physique des Accélérateurs

Equipe MAVERICS

Resp: Gaël SATTONNAY*

Plateforme Vide et Surface

Resp: Bruno MERCIER *

Suheyla BILGEN²

Sarra BIRA¹

Mohammed FOUAIDY

Oleksander HRYHORENKO²

David LONGUEVERGNE

Guillaume MARTINET

Bruno MERCIER

Denis GRASSET

Frédéric LETELLIER-COHEN

Eric MISTRETTA

2 AI, 1 T

1 Pr, 1IR, 1 postdoc

MAVERICS: Matériaux pour Accélérateurs Vide dynamique et Recherche Innovante pour Cavités Supraconductrices



Département Accélérateurs

Technologies Vide et surfaces

Bruno Mercier* (IR1)

Manuel Alves (TCE)

Suheyla Bilgen (DOC)

Denis Grasset (TCE)

Frédéric Letellier-Cohen (AI)

Eric Mistretta (AI)

Gaël Sattonnay (MCF CN)



CONTEXTE

Formation d'une équipe de recherche et d'une plateforme autour des problématiques matériaux pour accélérateurs (vide, surfaces)

- **Motivations** **Les performances** fonctionnelles (gradients accélérateurs, pertes RF, qualité faisceau, Ultra Vide,...) des composants (structures accélératrices, lignes faisceaux..) sont étroitement **liées aux propriétés des matériaux**
 - **limites intrinsèques des matériaux utilisés actuellement sont atteintes**

améliorer notre compréhension des phénomènes physiques limitatifs liés aux matériaux et de développer des nouveaux matériaux: traitements de surfaces, dépôt de couches minces,...

➤ **Plateforme Vide et surfaces**

Objectifs:

- **maintenir, acquérir et adapter les moyens d'analyse de surfaces pour répondre aux mieux aux problématiques des matériaux pour accélérateurs (équipe MAVERICS)**
- **maintenir et développer une expertise sur des projets ultravide (UHV)**



CONTEXTE

MAVERICS : Thématiques de recherche

But : Améliorer les performances des accélérateurs de particules de haute énergie



Propriétés supraconductrices
des surfaces

Vide dynamique
Interactions rayonnement-surfaces

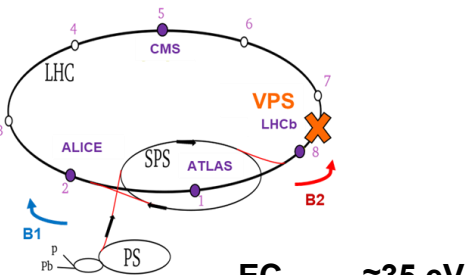


	Cavités SRF		Lignes faisceaux / chambres à vide		
	Augmenter les gradients accélérateur Réduire les pertes RF	limiter le multipacting	limiter les augmentations de pression		
Traitements de surface	Niobium massif : thermique, dopage/ infusion N, polissage (Projets HELOISE et PACCAS du MP SRF)	Traitements thermiques Conditionnement des surfaces Nettoyage plasma, UV			Traitements de surface
Couches minces	Matériaux alternatifs : multicouches supraconductrices S-I-S (Projet AXE SRF du MP SRF)	TiN, Carbone amorphe, NEG (Projet MULTIPAC du MP SRF + CNRS 80PRIME)			Couches minces

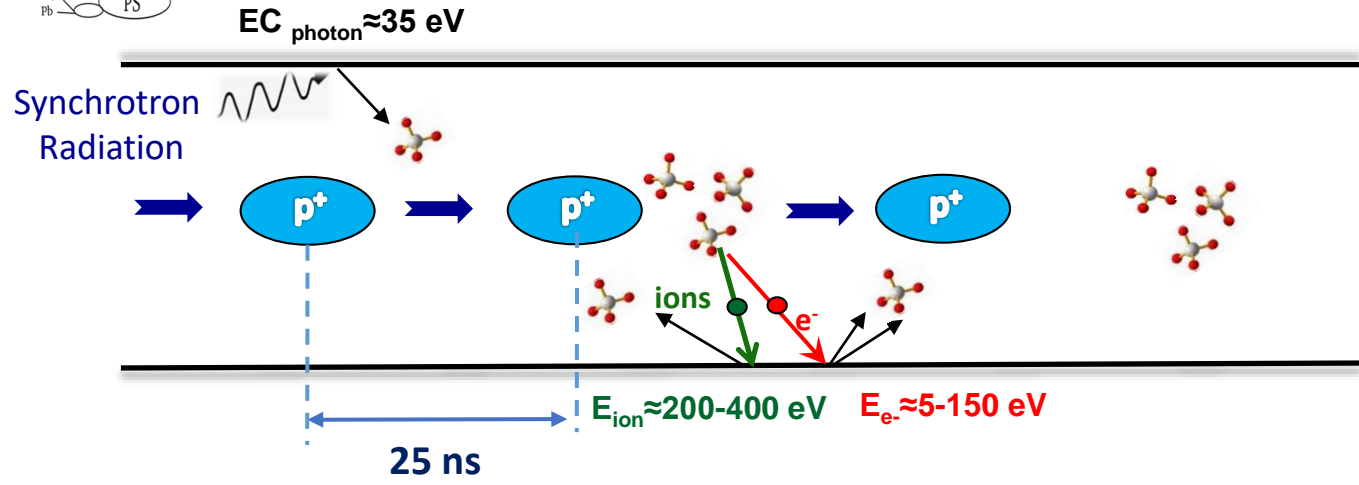
→ Analyses de surface des matériaux → Plateforme Vide et Surfaces



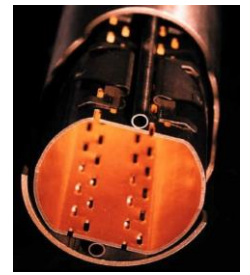
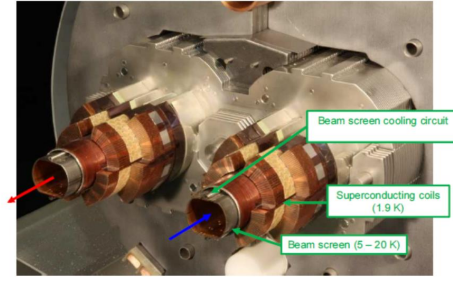
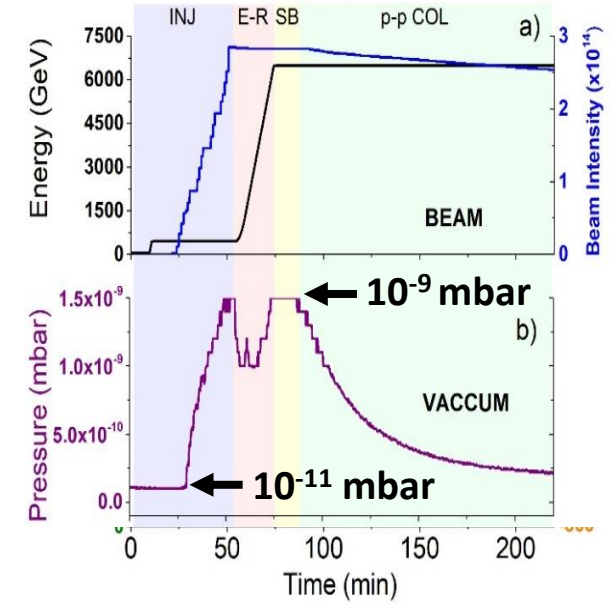
Contexte : l'exemple du LHC



Désorption Stimulée

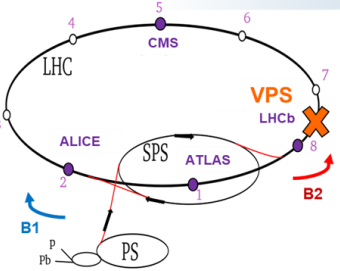


Evolution du vide dynamique dans le LHC (station 4 du VPS)

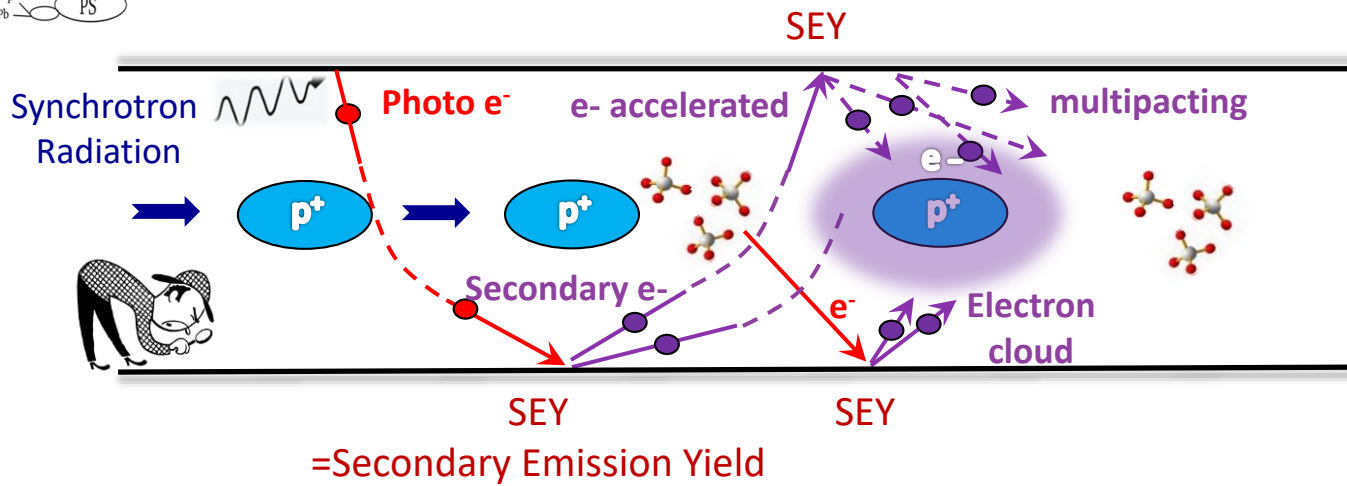




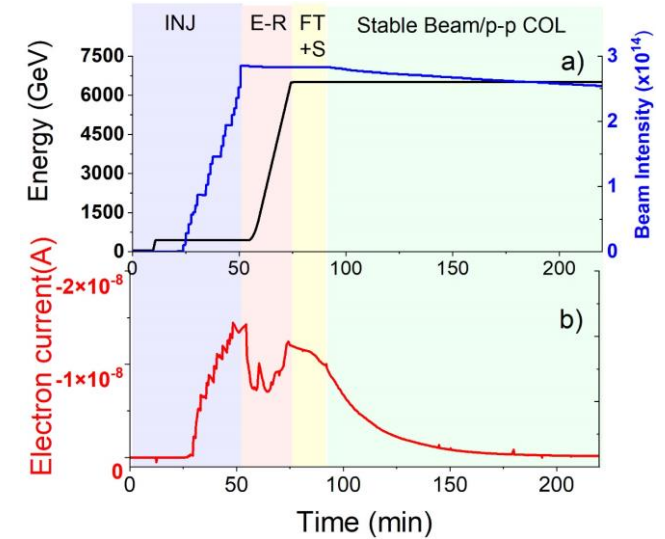
Contexte : l'exemple du LHC



Création de particules secondaires



Evolution du courant d'électrons dans le LHC (station 4 du VPS)



All of these phenomena may limit the performance of the LHC **2018 LHC RUN 2** 13 TeV, 2556 b, 1.1×10^{11} ppb vs **NOMINAL PARAMETERS LHC** 14 TeV, 2808 b, 1.2×10^{11} ppb

Main objectives

- Mitigation of detrimental collective effects inside the beam lines
- Influence of the surface chemistry on these phenomena + modification of the surface chemistry under irradiation



Plateforme Vide&Surfaces

Expertise en vide

Calculs et Simulations

Moyen d'analyses UHV

- Spectrométrie de masse
- Mesure de taux de dégazage
- **Mesure du taux d'émission électronique secondaire (SEY)...**

Mise en œuvre installations UHV / dépôts

- Traitements thermiques et chimique
- brasage fort
- Dépôt NEG / TIN

Enseignement / Formation

Moyens de caractérisation des matériaux et des surfaces

Informations: **Structurales** **topographique:** **Composition:**

- **Diffractomètre à rayons X couches minces (DRX)**
- **spectrométrie des ions secondaires (SIMS)**
- **microscope confocal**



nouveaux équipements

En 2021

- **microscope électronique à balayage (MEB) + microanalyse (EDS) + diffraction des électrons (EBSD) (Finance Région)**



- Récupération d'un bâti multi techniques d'analyses (**XPS, RHEED**)

En 2022/23 (equipex PACIFICS)

- **spectromètre de photoélectrons (XPS de routine)**
- Bâti multi techniques d'analyses à froid (**XPS, SEY**)

Regroupement de tous les équipements dans les Halls D3 et D4 (420m²) après leur réhabilitation (début 2022)



Bât. 209C
Hall D3 D4 de l'IGLEX (CPER)



De nouveaux moyens de caractérisation

Microscope électronique à Balayage

Sesame idf (IRFU CEA + IJCLAB) +
ERM université Paris Saclay



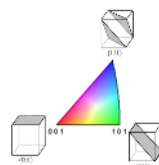
ZEISS Sigma300

Canon à effet de champ

HT 0.1 to 30 kV

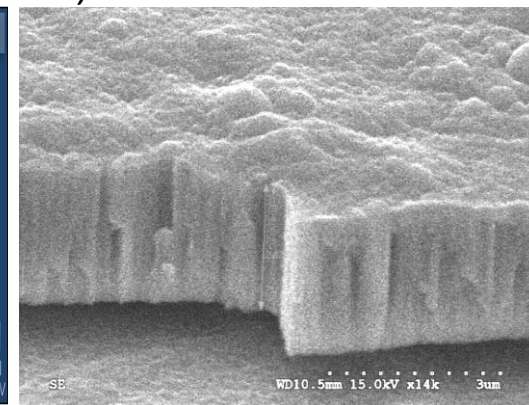
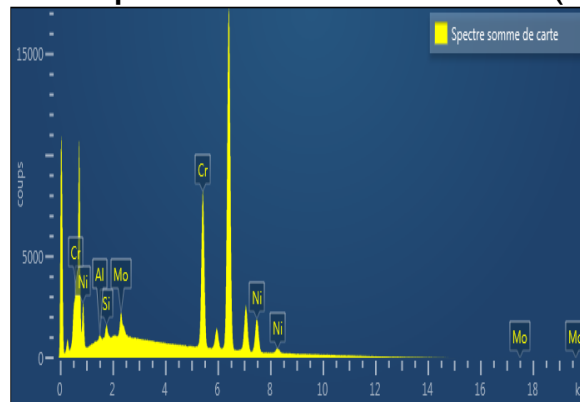
Résolution latérale 1,1 nm à 20 kV

Courant de sonde : 4 pA à 100 nA

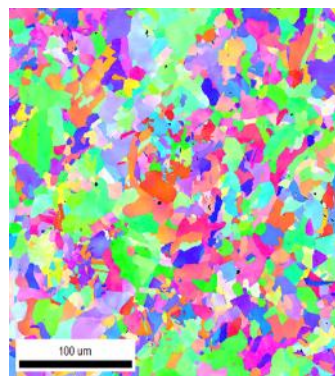


- Composition élémentaire (EDS) ➤ Imagerie

Fonctionnel depuis juin 2021



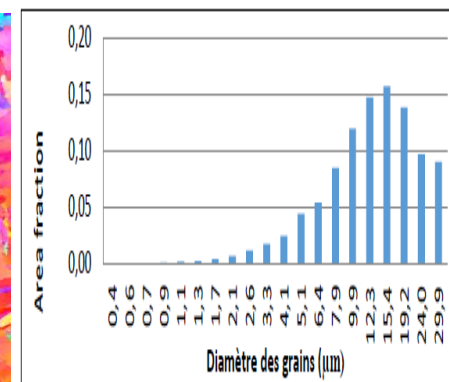
- Information structurale (EBSD)



Pas de texture



texture (001)





Set up ISIS: Bâti multi-techniques

Récupération en 2022
au laboratoire ICMMO
(financement propre)

- Caractérisation de la chimie et de la structure de surface (~ 10 nm)



- spectroscopie de photoélectrons (XPS),
- spectroscopie de rétrodiffusion d'ions (ISS)
- diffraction des électrons lents (LEED).

- Traitements disponibles :
 - nettoyage par bombardement ionique,
 - traitements thermiques [1070 K]

- Etude de l'activation in situ de dépôts NEG



De nouveaux moyens de caractérisation

spectrométrie des photoélectrons (XPS)

- Caractérisation de la chimie de surface (~10 nm)

XPS de routine en 2022/2023



Taille faisceau X de 30 à 400 μm

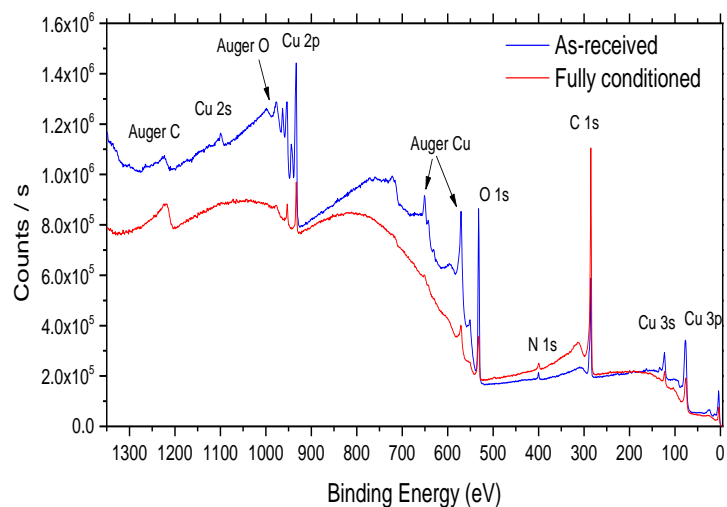
Canon à ion (100eV à 4 KeV)

Détecteur

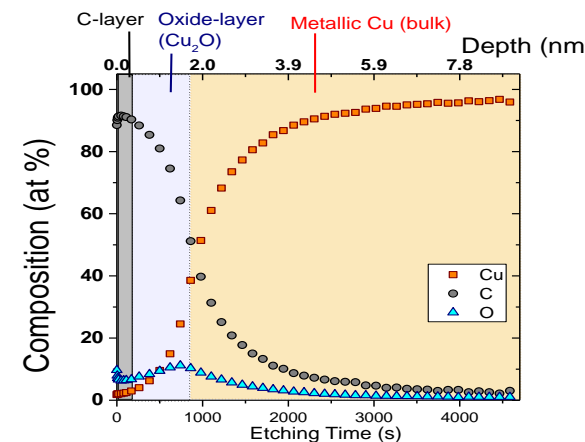
Energie de passage de 1 à 400 eV

Pas minimum de 3 mev

Spectre XPS



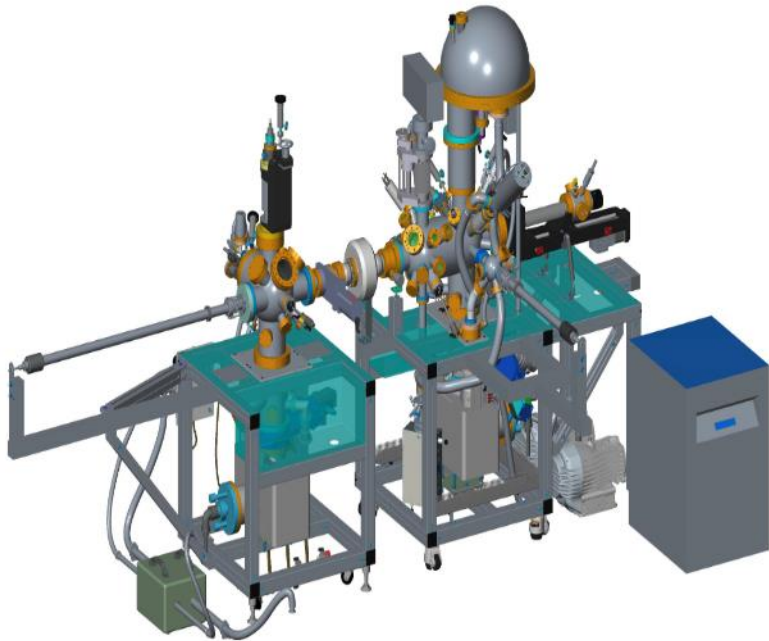
Profil de concentration





Bâti multi techniques à froid

En 2022/2023



EquipEx+
PACIFICS



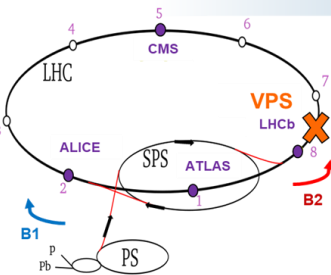
- Porte échantillon 5 axes Température $< 7\text{K}$
- Mesure de l'émission électronique secondaire (SEY)
- Spectrométrie des photoélectrons (XPS)
- Analyse structural par diffraction (LEED)
- Canon à ions (abrasion des surfaces)
- Analyseur de gaz résiduel



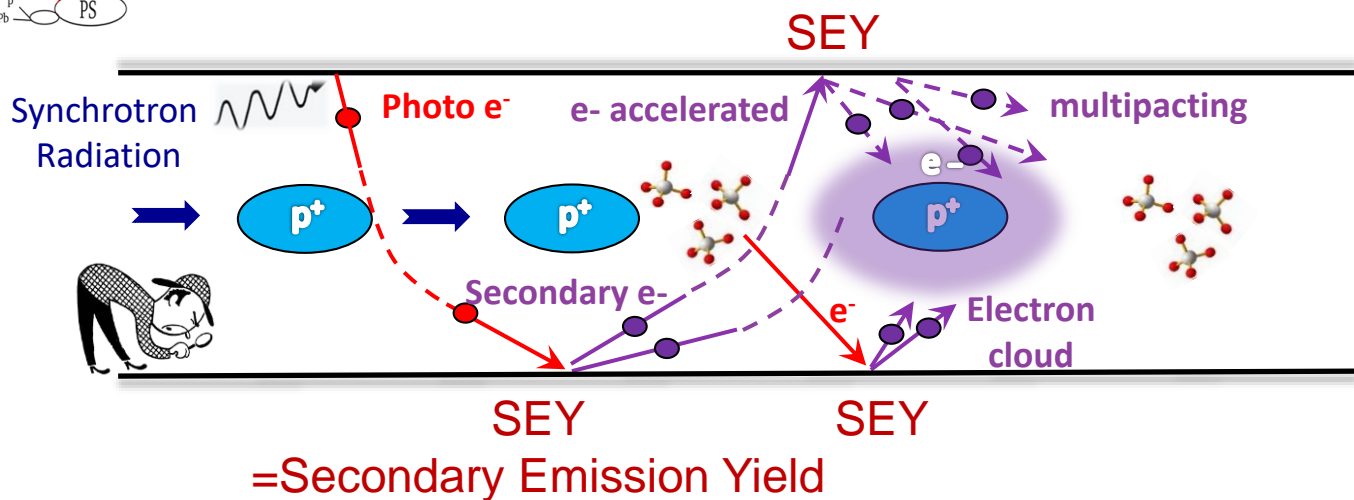
Exemples d'applications et de développement



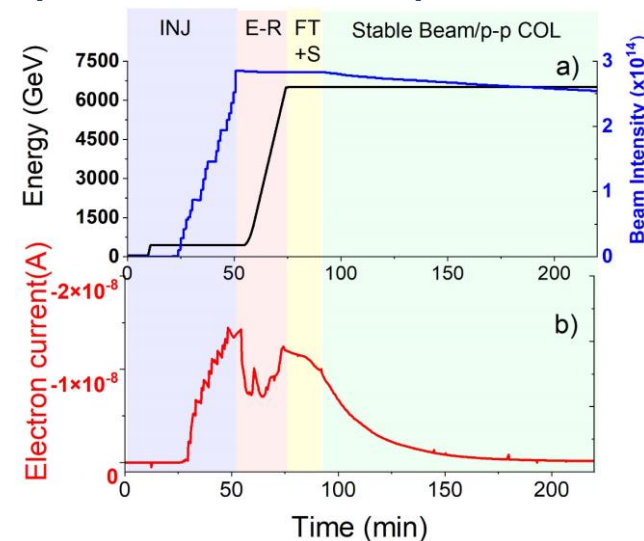
Contexte : l'exemple du LHC



Création de particules secondaires



Evolution du courant d'électrons dans le LHC (station 4 du VPS)



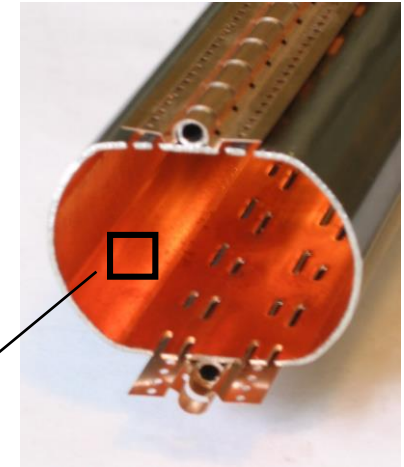
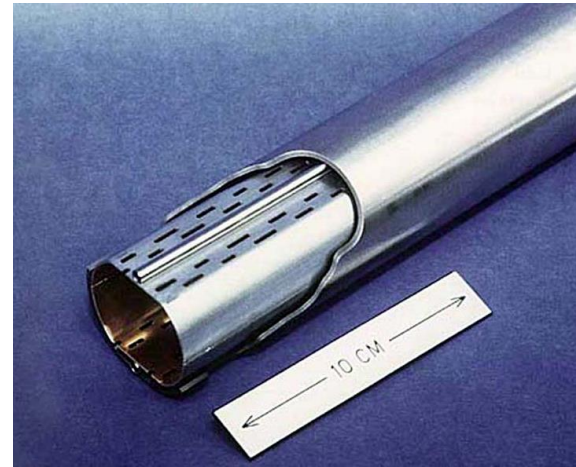
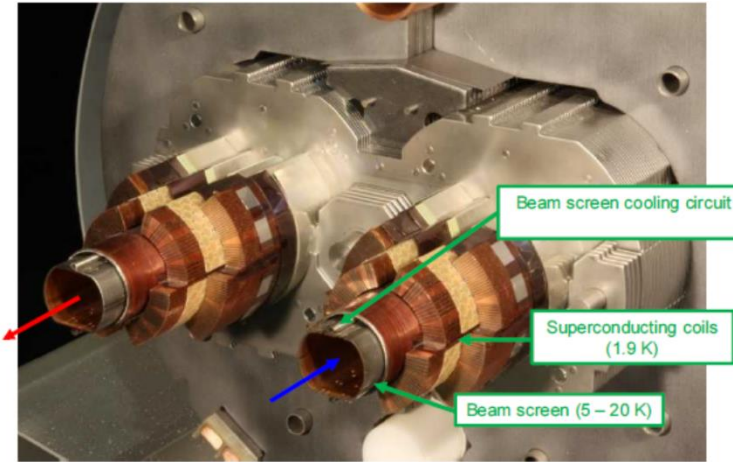
All of these phenomena may limit the performance of the LHC : **2018 LHC RUN 2** 13 TeV, 2556 b, 1.1×10^{11} ppb **vs** **NOMINAL PARAMETERS LHC** 14 TeV, 2808 b, 1.2×10^{11} ppb

Main objectives

- Mitigation of detrimental collective effects inside the beam lines
- Influence of the surface chemistry on these phenomena + modification of the surface chemistry under irradiation

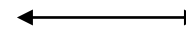


LHC beam screen samples



Oxygen-Free Electronic copper colaminated onto stainless steel.

OFE copper = 99.99% pure copper with 0.0005% oxygen content to avoid undesirable chemical reactions with other materials



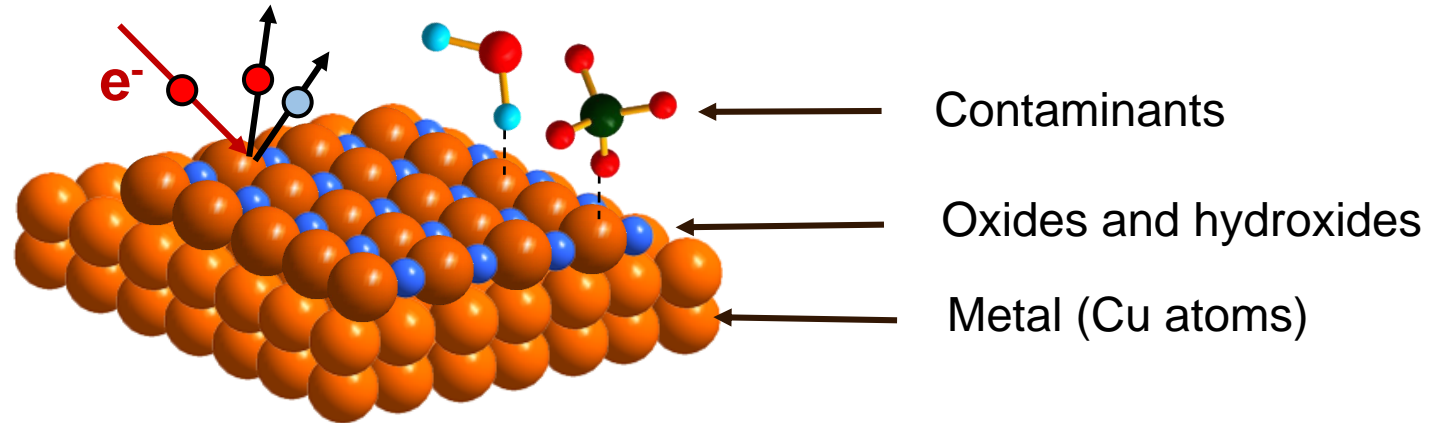
5 mm

- high electric conductivity
- high thermal conductivity
- low outgassing rate
- non-magnetic material

dimensions: 5 x 5 x 2 mm thick from the CERN's stock.



Analysis of technical surfaces



- there are **always contaminants** deposited on the surface + native oxide layers (Cu_2O et $\text{Cu}(\text{OH})_2$)
- investigated surfaces in accelerators are **technical surfaces** (and not pure Cu surfaces)

- Rôle du carbone (via les molécules hydrocarbonées initialement présentes) ?
- Rôle des oxydes/hydroxydes natifs de cuivre ?

} **Sur le SEY**

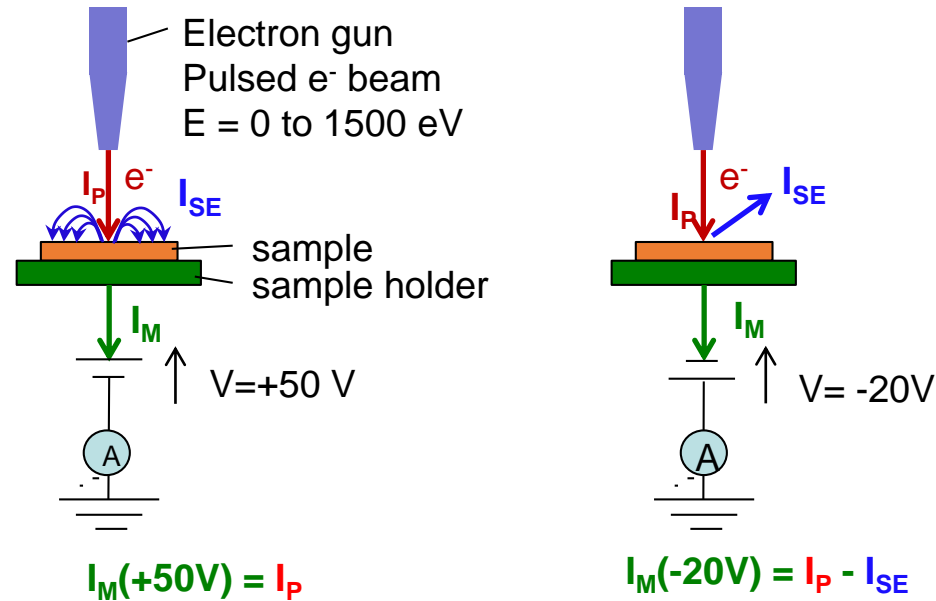


SEY measurements and conditioning in lab



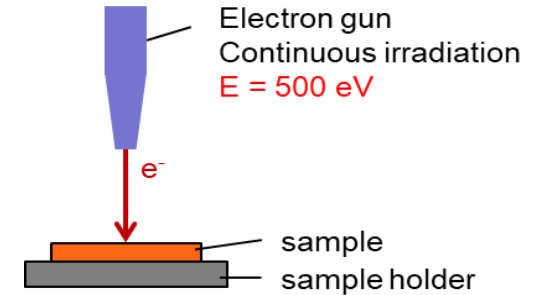
- base pressure: 5×10^{-10} mbar
- pulsed electron beam
- energy range 10 to 1500 eV
- During measurement $I = \text{ques nA}$
- During conditioning: $I = 5 \mu\text{A}$
- SEY error (about 10%), since elastically backscattered electrons can escape
- beam spot 2.8 mm in diameter during conditioning

SEY measurements



$$SEY : \delta = 1 - \frac{I_M(-20V)}{I_M(+50V)}$$

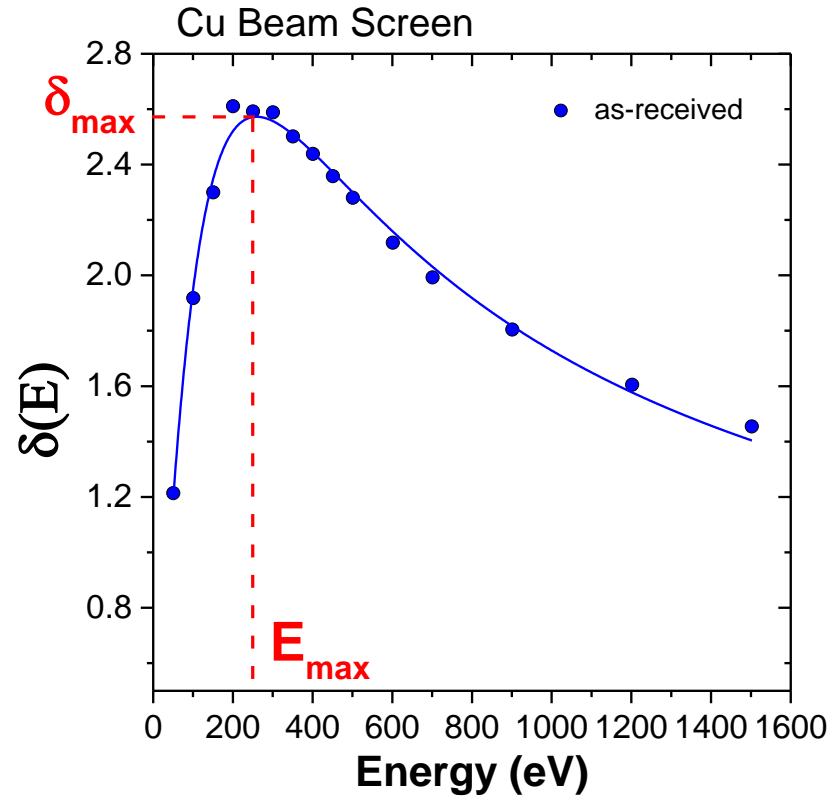
Conditioning by e^- irradiation





SEY measurements : copper beam screen

$$\text{SEY} = \frac{\text{number of SE}}{\text{incident } e^-}$$



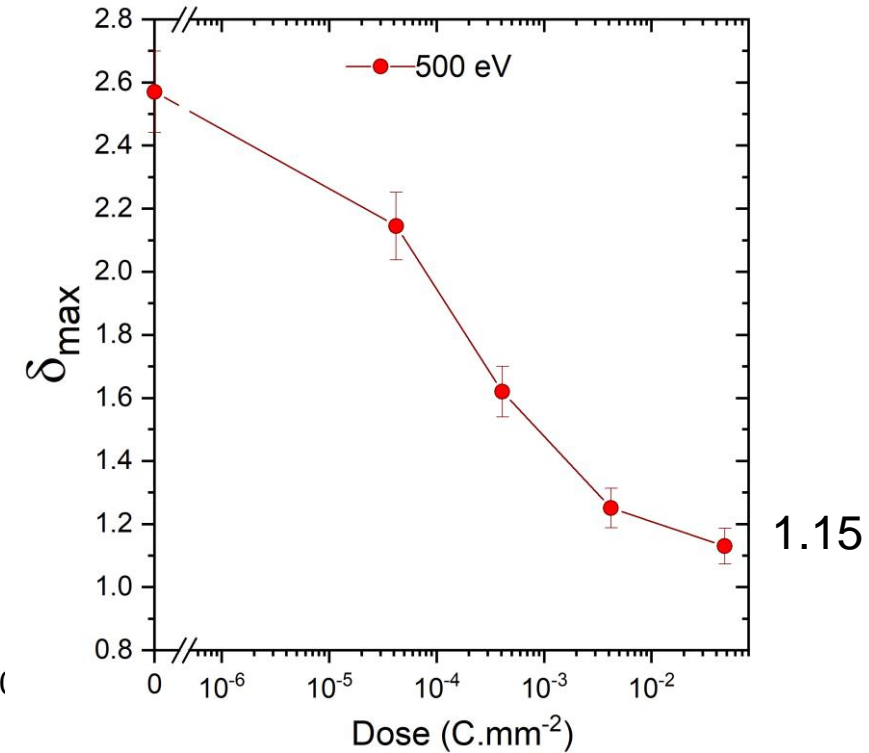
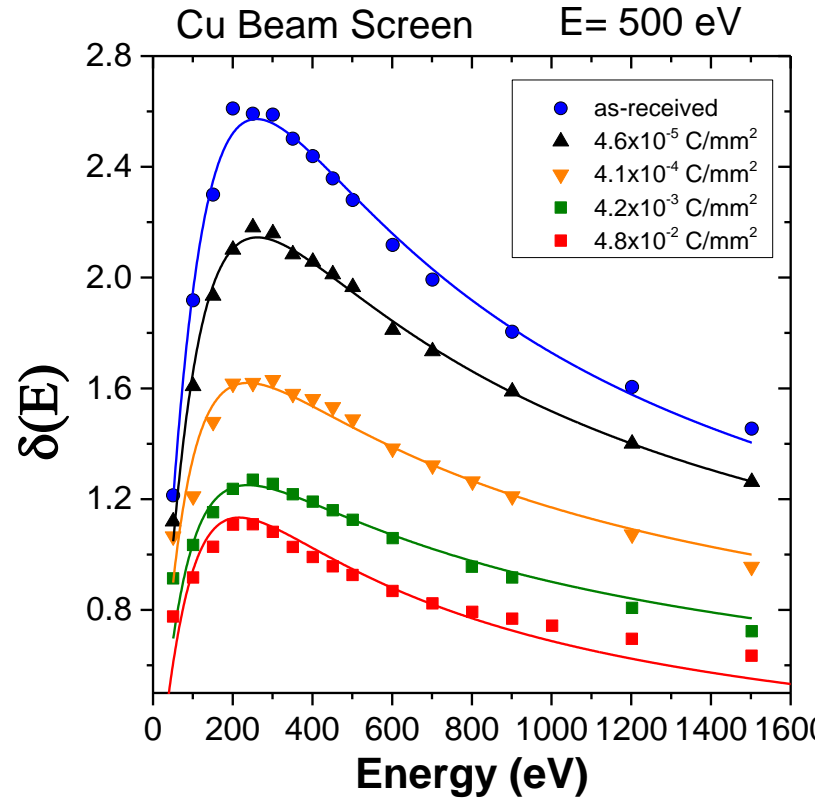
$$\delta(E) = \delta_{max} \frac{s * \left(\frac{E}{E_{max}}\right)}{s - 1 + \left(\frac{E}{E_{max}}\right)^s}$$

[Scholtz et al J of Research, 1996]

Suheyla Bilgen PhD Thesis (IJCLab 2020)



SEY measurements : copper beam screen

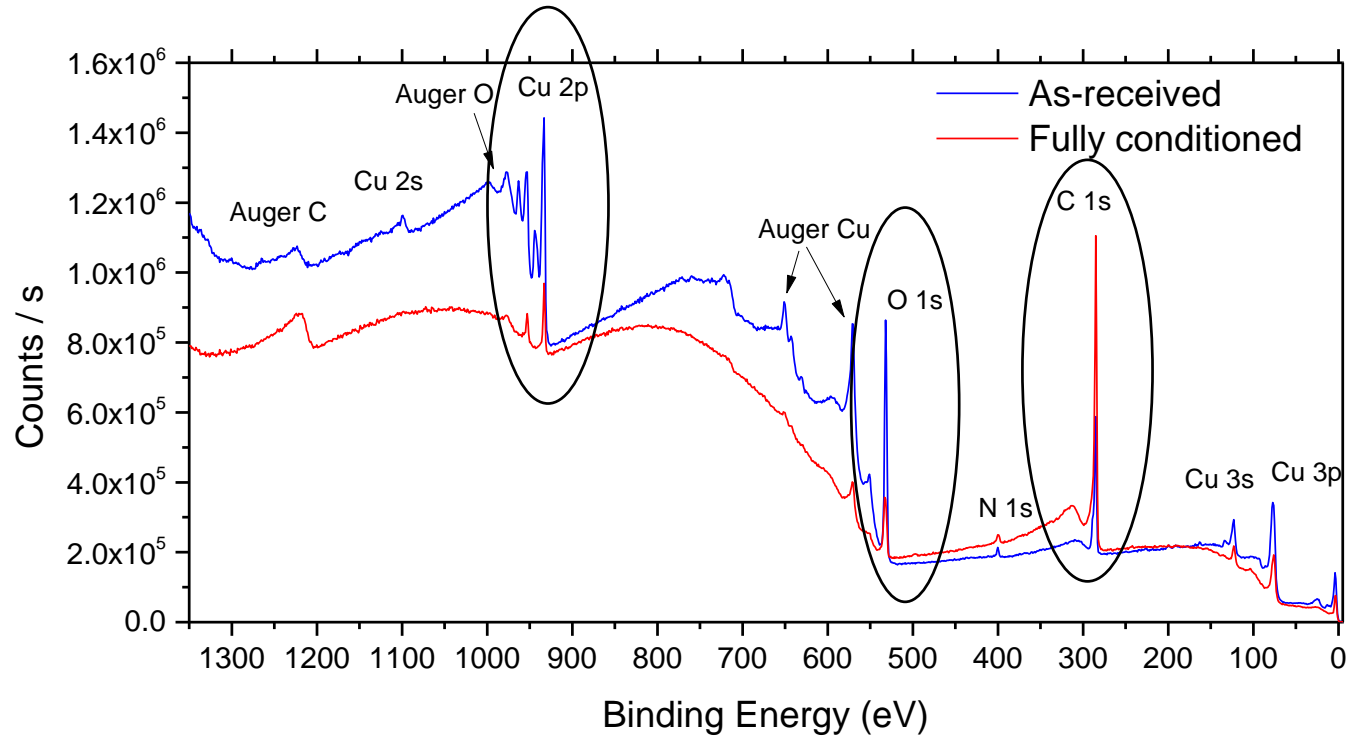


$\delta(E)$ decreases with increasing electron dose
in agreement with the literature e.g [R. Cimino et al *J. of Electron Spectr. Related Phenomena*, 2020]



XPS analysis

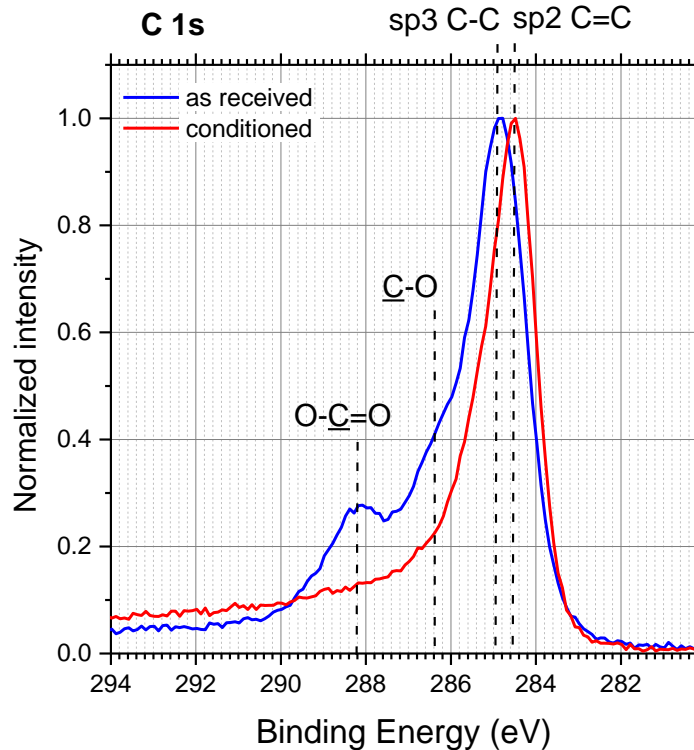
X-ray Photoelectron Spectroscopy



We are mainly interested in the chemical modifications of Cu, O and C induced by e- irradiation (main elements detected on the copper surface).



XPS (ICMMO)



Adventitious carbon (C-O, O-C=O) is removed by electron irradiation

Modification of the C hybridization induced by electron irradiation

Shift from C-C bonds (sp³) to C=C bonds (sp²)

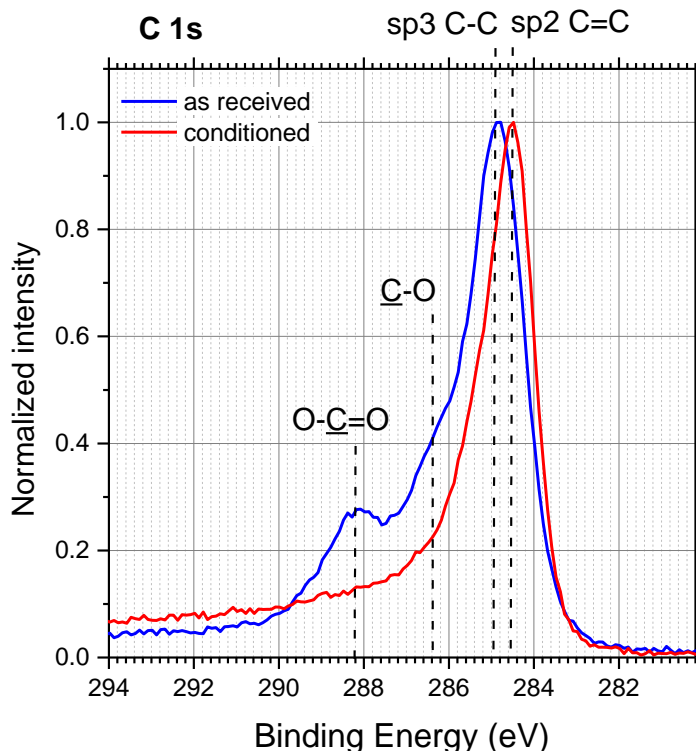
→ in agreement with the literature [R. Cimino et al, 2020]

→ For the first time, this phenomenon was investigated by TOF-SIMS (platform ANDROMEDE/IJCLab)



Carbon evolution?

XPS (ICMMO)

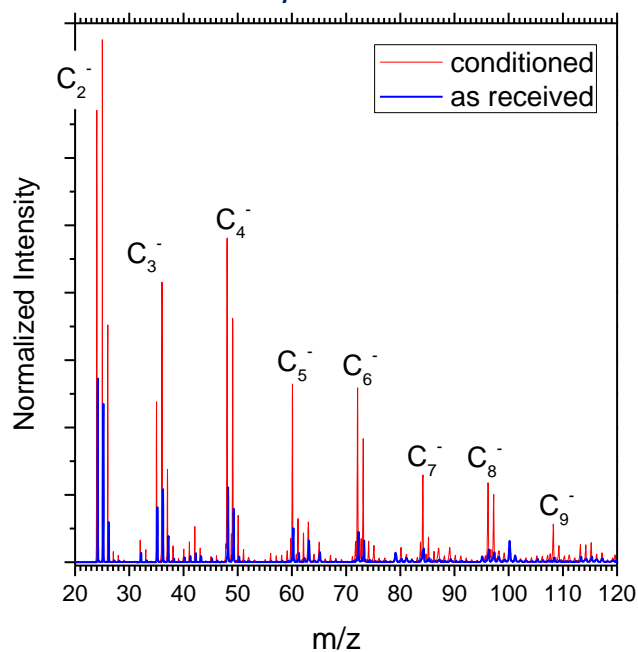


XPS : Modification of the C hybridization : from C-C bonds (sp³) to C=C bonds (sp²) compatible with a graphite structure.

MeV-TOF-SIMS

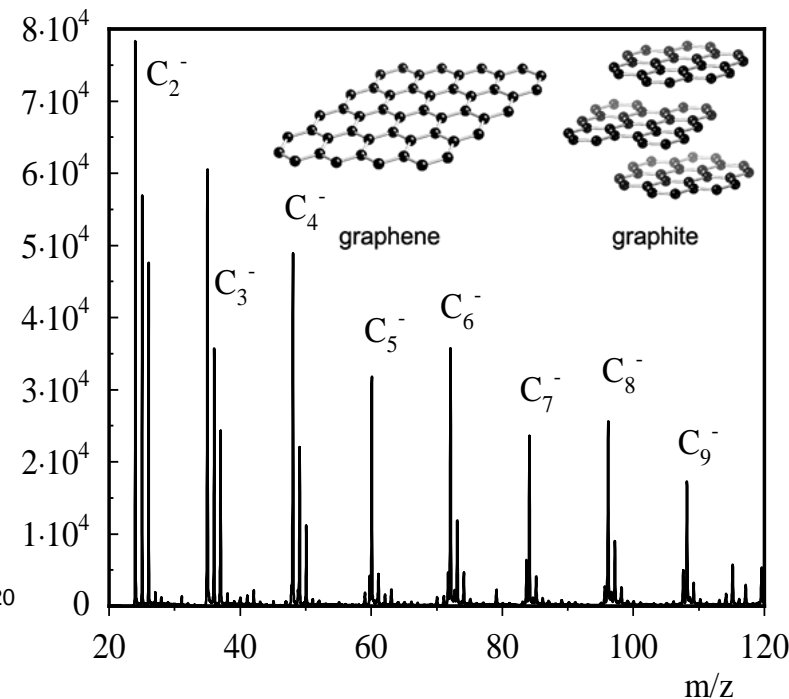


Carbon on the surface of a fully conditioned Cu



TOF-SIMS : a graphitic (graphene) carbon layer is formed on the surface of the fully conditioned sample (with a large amount of H).

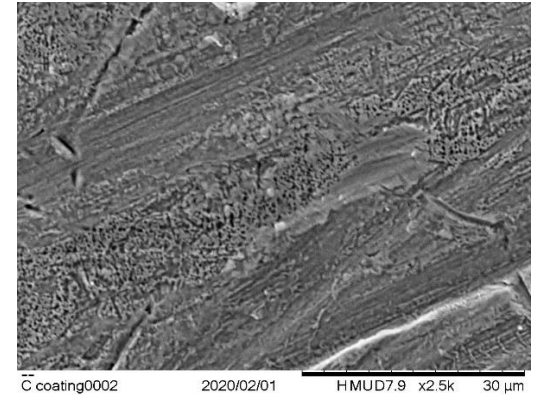
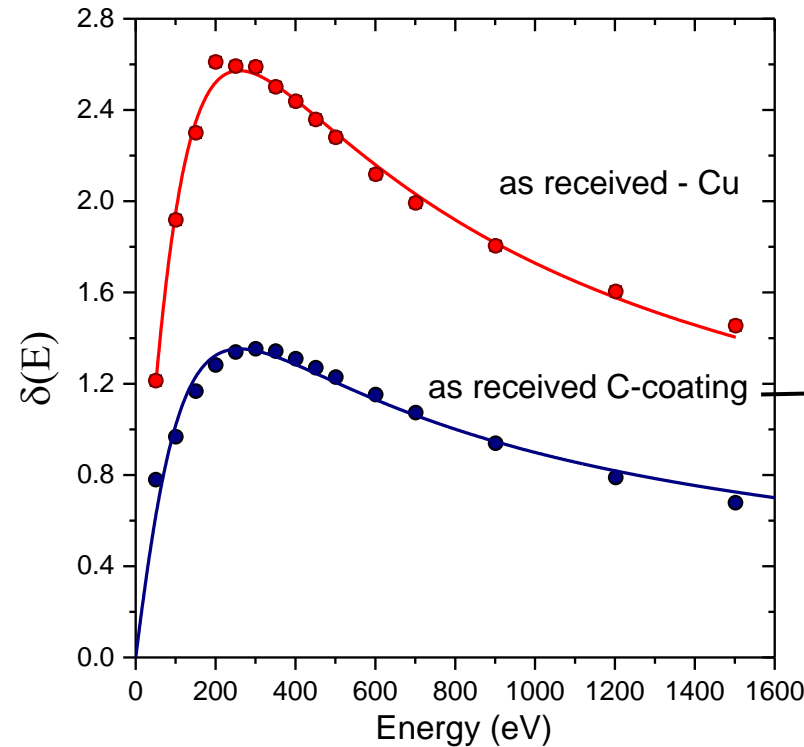
Graphene reference sample



→ Carbon from organic compounds initially present on the surface is transformed into a graphite layer (0.5 nm) by e- irradiation.



Why does the presence of a carbon layer reduces the Cu-SEY?



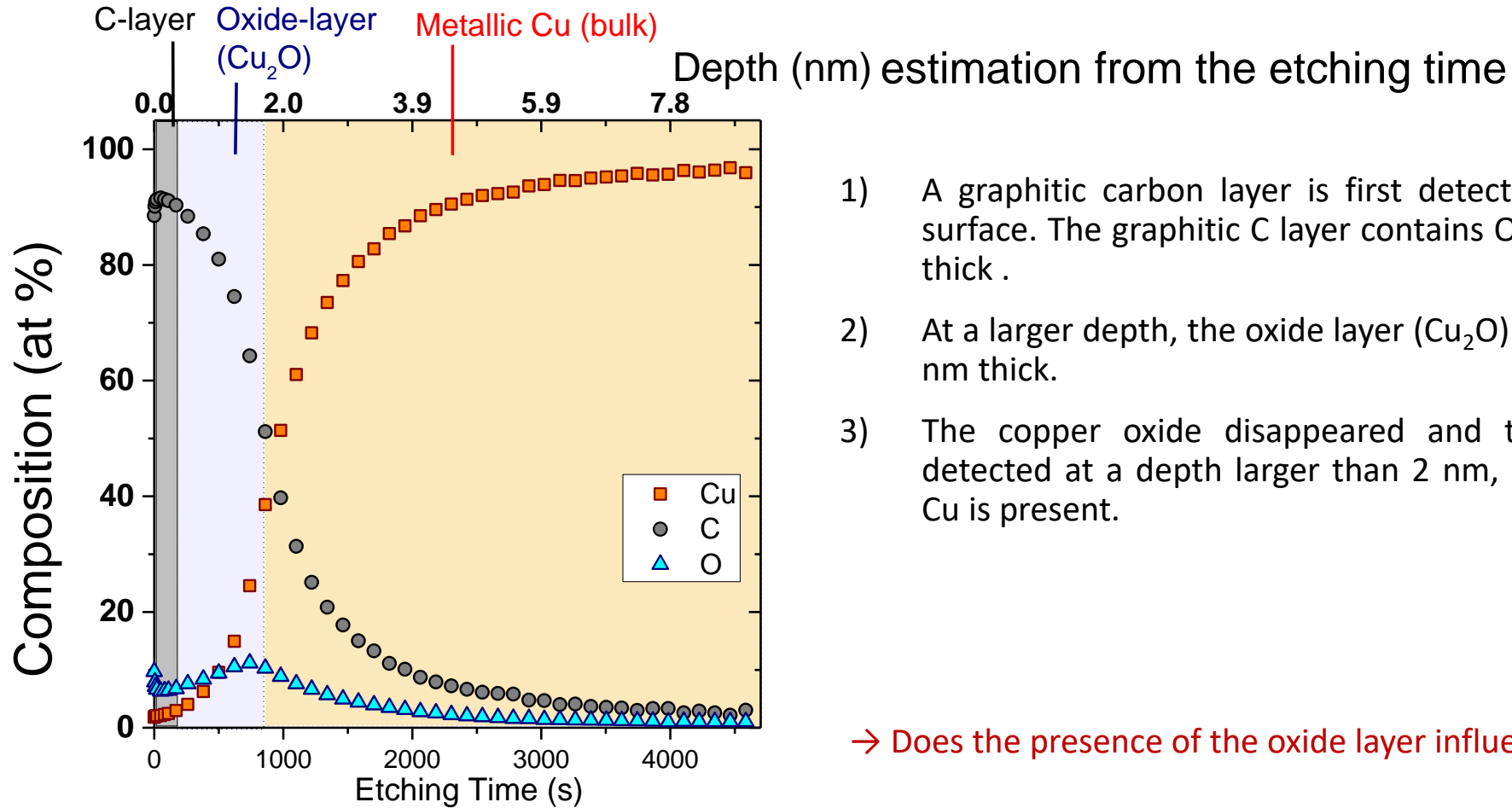
SEM image of C-coating

→ SEY of carbon is intrinsically lower than the one of copper

→ Carbon thin film deposited on Cu beam pipe walls is a solution to mitigate the electron cloud build up in the LHC
[P. Pinto Costa, IPAC2014]



Depth profiles of elements in a fully conditioned Cu by XPS analysis



- 1) A graphitic carbon layer is first detected at the extreme surface. The graphitic C layer contains O and H of ≈ 0.5 nm thick.
- 2) At a larger depth, the oxide layer (Cu_2O) is observed of ≈ 1.4 nm thick.
- 3) The copper oxide disappeared and the metallic Cu is detected at a depth larger than 2 nm, and finally metallic Cu is present.

→ Does the presence of the oxide layer influence the SEY of Cu?



Les développements actuels: Nettoyage Plasma

Nouveau banc de test sur le Nettoyage plasma

Application sur le nettoyage in situ des cavités supra RF de SPIRAL2

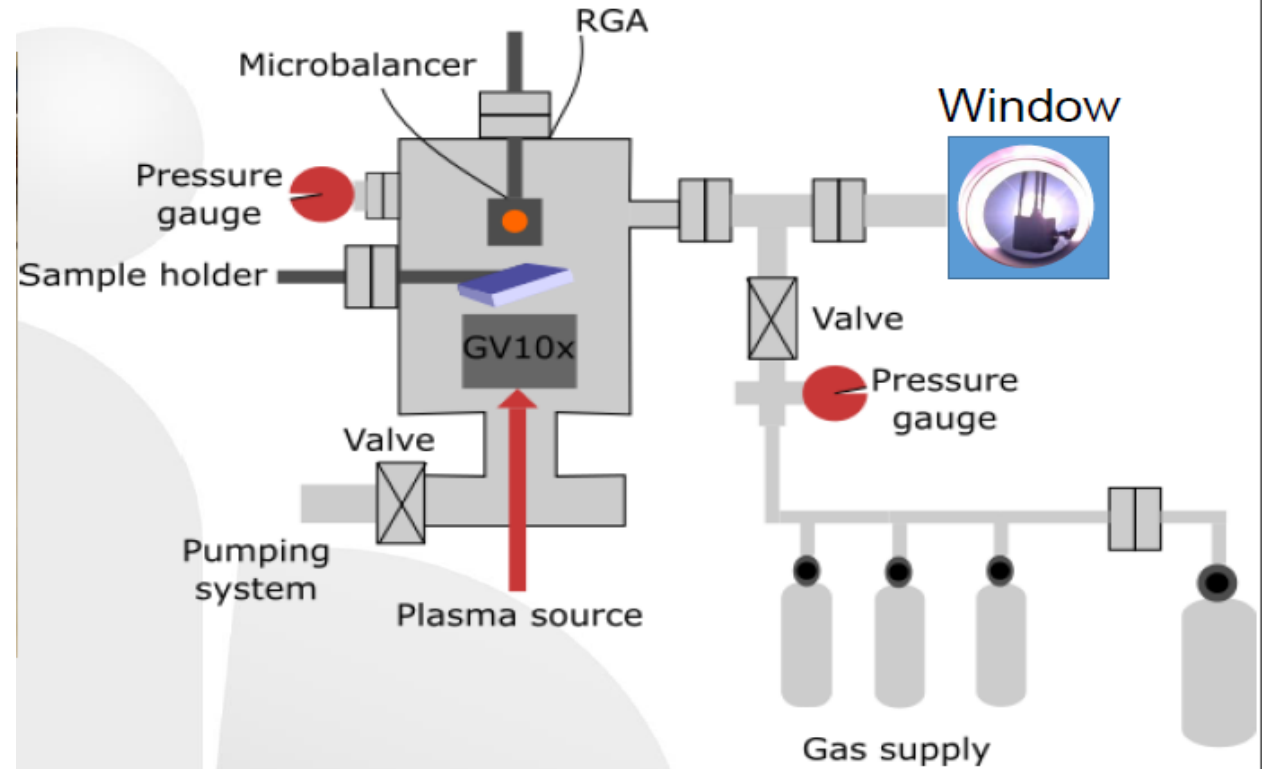
O. Hryhorenko Postdoc Mavericks

E. Mistretta Plateforme V&S



Source RF Plasma

$F=13,56$ MHz
 $P= 0$ à 100W



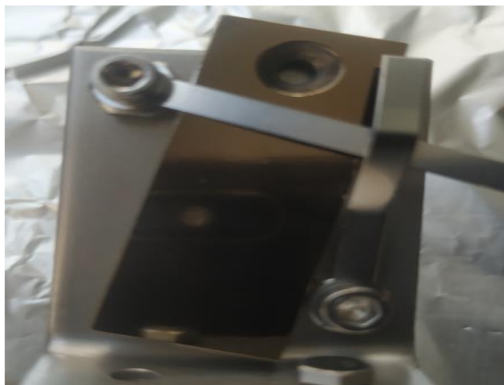


Les développements actuels: Nettoyage Plasma

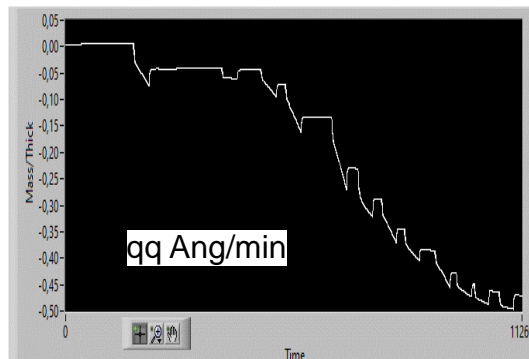
Des résultats préliminaires encourageants

O. Hryhorenko (Postdoc Mavericks)

Dépôt Carbone 40/50 nm sur Nb



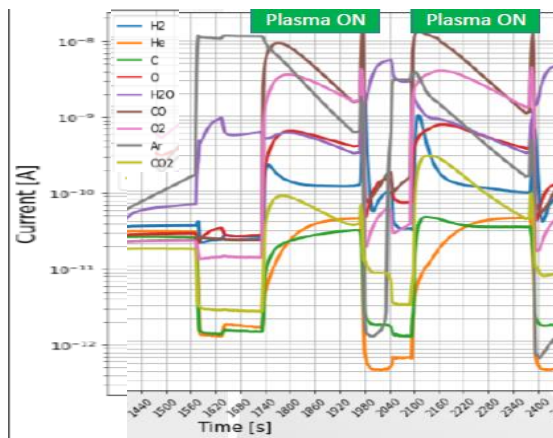
Balance à Quartz



Après nettoyage plasma



Analyse de gaz (RGA)



Optimiser les différents paramètres

- La pression d'injection du gaz
- Nature et proportions du Mélange du gaz
- Distance canon plasma/échantillons
- Physico-chimie de surface
- Tests sur des cavités RF à IJCLAB

Neon $P_{inj} = 10^{-1}$ mbar $P = 100W$



Dépôts NEG Ti/Zr/V de faible épaisseur (100 nm)

Bâti dépôt NEG (Ti,Zr,V) de la plateforme V&S

Application envisagée sur FCC-ee

- Rayonnement synchrotron important
Energie critique $\sim 1,2 \text{ MeV}$!!!
Puissance déposée 650 W/m

Caractéristique du dépôt à obtenir

- Capacité de pompage importante ($0,5 \text{ l/s/cm}^2 @ \text{H}_2$)
- Taux d'émission électronique faible ($\text{SEY}_{\text{max}} < 1,1$)
- Désorption stimulée faible
- Faible impédance de la chambre



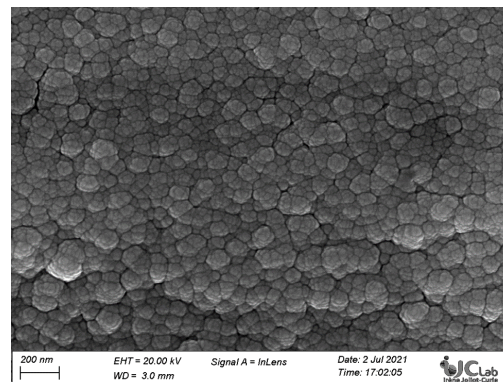
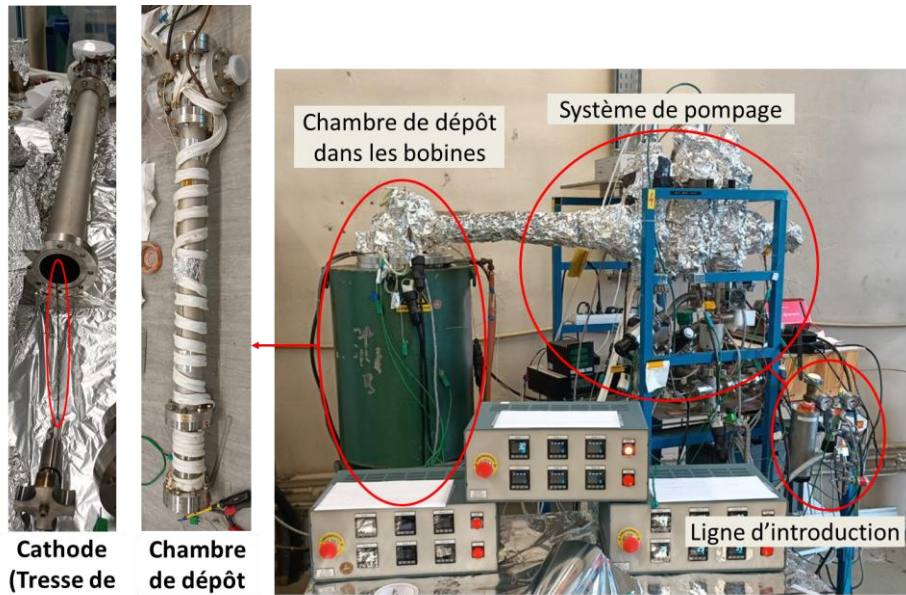
J. Yemane stagiaire polytech

E. Mistretta, F. Letellier
Plateforme V&S

G. Sattonnay, B. Mercier
MAVERICS

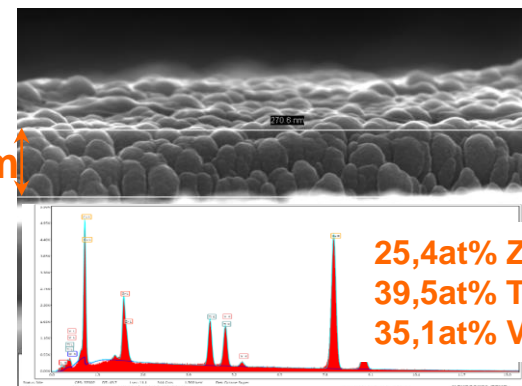


NEG coating – preliminary results

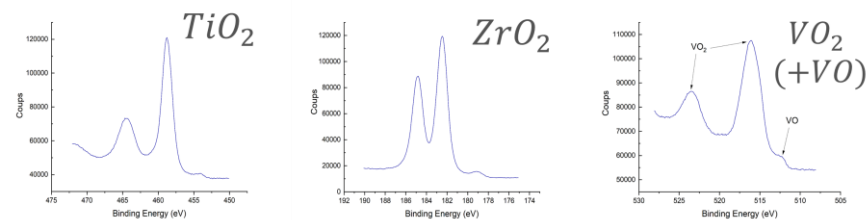


SEM

270 nm



XPS

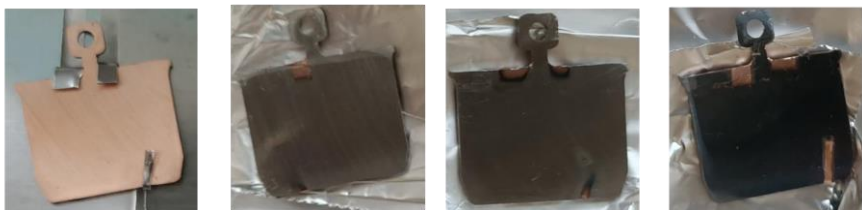


Avant dépôt

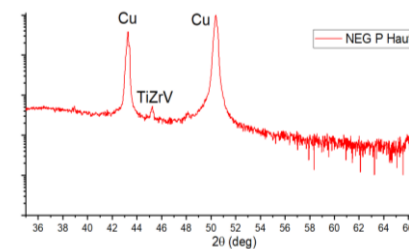
Haut

Milieu

Bas



XRD





Conclusion

AXES	Tasks	2021	2022	2023	2024	2025
Materials in thin films	Coating production (NEG, a-C, TiN...)					
	Structural characterization					
	Measurements of electron emission properties (multipacting/electron cloud)					
Innovative surface treatments for Nb cavities	nitrogen infusion experiment					
	Superconducting multilayers (S-I-S)					
	Polishing					
	Surface cleaning (plasma, UV)					
Dynamic vacuum	Measurements of the ion and electron stimulated desorption					
	Study of changes in surface properties induced by irradiation (conditioning)					
	Development of the simulation code DYVACS					
	Measurements at CERN-LHC (run 3)					
Development of the Platform « Vacuum and Surfaces »	Restarting of the coating set-up					
	SEM installation					
	Recovery of the ISIS Set-up (ICMMO)					
	Upgrade of the SEY set-up					
	Relocation of equipment in D3-D4					
	XPS+multitechnical set-up (PACIFICS)					



Conclusion

➤ Ouverture de la plateforme

- CEA - IRFU
- Andromède / Scalp
- Pôle physique Nucléaire (NIM)
- Pôle Energie et environnement
- Fabrication additive (FATI/ FABACC)

Site de réservation opérationnel

<https://maverics.ijclab.in2p3.fr/>

Equipe MAVERICS ▾ Plateforme Vide & Surfaces ▾ Membres ▾ Activités et événements

Visualisation de toutes les réservations

01 juillet, 2021

	01	02	03	04	05	06	07	08	09	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	
	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	D	L	M	M	J	V	S	
Réservation du MEB																																
Réservation du SIMS																																
Réservation du DRX																																
Réservation du Microscope cor																																



Merci de votre attention