

УДК 533.599

ВЫСОКОВАКУУМНЫЙ НЕРАСПЫЛЯЕМЫЙ ГАЗОПОГЛОТИТЕЛЬ

А.В. Нестеров

Рассматривается насос с высокопористым нераспыляемым титановым геттером. Площадь одного рабочего элемента — 60 см^2 . Скорость откачки по водороду — до $3 \text{ л/с} \cdot \text{см}^2$, по другим активным газам — до $1 \text{ л/с} \cdot \text{см}^2$. Показываются особенности взаимодействия геттера с различными газами. Приведены примеры применения насоса.

Работа выполнена в Лаборатории высоких энергий ОИЯИ.

High-Vacuum Nondispersable Gas Absorber

A. V. Nesterov

A pump with high-porous nondispersable titan getter is presented. The surface area of a single getter element is 60 cm^2 . It has speed of pumping for hydrogen — up to $3 \text{ l/s} \cdot \text{cm}^2$, for the other active gases — up to $1 \text{ l/s} \cdot \text{cm}^2$. A special behaviour of getter interaction with different gases is described. Some examples of the pump application are presented.

The investigation has been performed at the Laboratory of High Energies, JINR.

Целью настоящей публикации является краткое изложение возможностей, предоставляемых такими средствами получения вакуума, как высокопористые нераспыляемые геттеры.

Эти газопоглотители пока не получили широкого распространения в обеспечении физических экспериментов. А между тем, такие их свойства, как большая удельная скорость откачки, получение высокого и сверхвысокого вакуума без загрязнения откачиваемого объекта, возможность создания остаточной атмосферы с заданными параметрами и прямая экономическая выгода, могут принести во многих случаях неоценимую пользу.

В работе дано описание разработанного в Лаборатории высоких энергий ОИЯИ геттерного насоса, использующего в качестве рабочего элемента нераспыляемый титановый газопоглотитель, приведены его характеристики и конкретные применения.

По определению, геттер — вещество, поглощающее газы (кроме инертных) в вакуумном объеме, связывая их за счет хемосорбции. Одним из процессов, предшествующих хемосорбции, является адсорбция газа. Поэтому при прочих равных условиях скорость

откачки геттерных насосов определяется активной поверхностью газопоглотителя. В распылительных насосах эта задача решается постоянным (или периодическим) обновлением взаимодействующего с газом геттерного материала. Однако распыление требует затраты значительной энергии и предполагает наличие элементов с высокой температурой или большой разностью потенциалов. Другим путем повышения скорости откачки является увеличение скорости диффузии сорбированного газа или его соединений в глубь материала газопоглотителя. Эта возможность реализуется у нераспыляемых геттеров повышением их температуры.

Прямая зависимость скорости откачки геттеров от их поверхности стимулировала создание высокопористых нераспыляемых геттеров. Было разработано несколько технологий получения требуемых газопоглотителей, отличающихся пористостью и исходными материалами. Реальная поверхность высокопористых геттеров на несколько порядков превышает геометрическую, что позволяет получать большие скорости откачки при малых габаритах рабочего элемента насоса.

Высокопористый нераспыляемый титановый газопоглотитель, предлагаемого геттерного насоса изготовлен путем спекания в вакууме свободнонасыпанного титанового порошка при температуре 900—950 °С. Благодаря этому получается пористость 58—72 %, а отношение реальной поверхности к геометрической составляет ~100.

В качестве рабочего элемента насоса используется газопоглотитель петлевой формы, описанный в работе [1]. Его удельные скорости откачки составляют: по водороду — до 3 л/с · см², по другим активным газам — до 1 л/с · см². Один рабочий элемент имеет площадь геометрической поверхности 60 см².

Газопоглотитель армирован нихромовой проволокой и является прямонакальным. Для питания насоса используется источник, обеспечивающий напряжение 4 и 9 В. Максимальная потребляемая мощность 160 В · А.

Рабочий элемент имеет габариты: 90 × 42 × 4 мм (рис. 1) и смонтирован на фланце с канавочно-клиновым уплотнением Ду 50. Он может быть размещен в корпусе Ø90 × 260 мм или непосредственно в откачиваемом объеме, если последний допускает нагрев до ~ 200 °С. Разработана модификация на два рабочих элемента при тех же габаритах корпуса.

Геттерный насос может стартовать с давления $1 \cdot 10^{-2}$ Торр или ниже, в зависимости от условий его дальнейшей эксплуатации. Для приведения газопоглотителя в рабочее состояние его необходимо активировать — удалить с микроповерхности в глубь массы геттера химически адсорбированные газы. Активация производится при температуре 500—600 °С в течение 3—30 минут. На первом этапе этого процесса, при температурах ниже 400 °С, превалирует десорбция газов, адсорбированных поверхностью газопоглотителя.

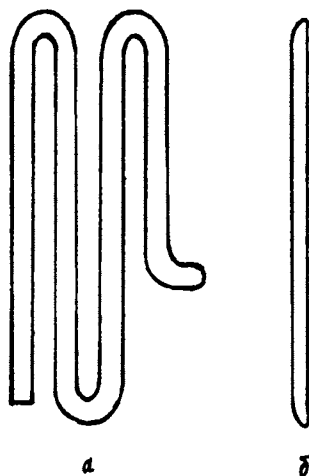


Рис. 1. Петлевой газопоглотитель: а) вид спереди, б) вид сбоку

За исключением водорода, геттер поглощает активные газы необратимо, поэтому срок службы рабочего элемента насоса определяется его сорбционной емкостью. Для одного газопоглотителя она составляет 30 л · Торр. Это реально обеспечивает около года непрерывной работы насоса при газовой нагрузке 10^{-6} л · Торр/с и больше 5 лет — при нагрузке 10^{-7} л · Торр/с.

Насос позволяет откачивать большие потоки водорода с возможностью последующей регенерации газопоглотителя. Скорость поглощения этого газа имеет наибольшие значения при 200 °С — до 180 л/с у одного рабочего элемента, с повышением температуры она падает и приближается к нулю при ~ 500 °С. Поглощение других активных газов, наоборот, постоянно увеличивается с ростом температуры. Сорбционная емкость рабочего элемента для водорода составляет 12 л · Торр при 200 °С и давлении $1 \cdot 10^{-6}$ Торр. Отсюда следует, что, например, при потоке 10^{-4} л · Торр/с можно поддерживать давление в системе $1 \cdot 10^{-6}$ Торр в течение 35 часов.

Далеко не всегда требуется производить тщательное удаление водорода из системы во время активации геттера. Это позволяет после создания предварительного разряжения

$10^{-2} - 10^{-3}$ Торр использовать газопоглотитель для получения давления $10^{-4} - 10^{-8}$ Торр в зависимости от величины газовой выделенной вакуумного объема. Водород, выделившийся из геттера при активации, будет поглощен обратно при снижении температуры газопоглотителя.

Возможно использование геттера и в качестве генератора водорода. На рис. 2 представлена характерная для титана зависимость от температуры сорбционной емкости по водороду. По данным автора работы [2], рекомбинация атомов адсорбированного водорода происходит выше 700 °С, а до этой температуры наблюдается динамическое равновесие над поверхностью газопоглотителя. Равновесное давление зависит от температуры и количества поглощенного газа и может составлять от 10^{-6} до 10^{-3} Торр, а после предварительного насыщения водородом и значительно выше. В режиме активации можно получить достаточно чистую среду водорода, так как в этом случае скорость откачки всех остальных газов, кроме инертных, будет максималь-

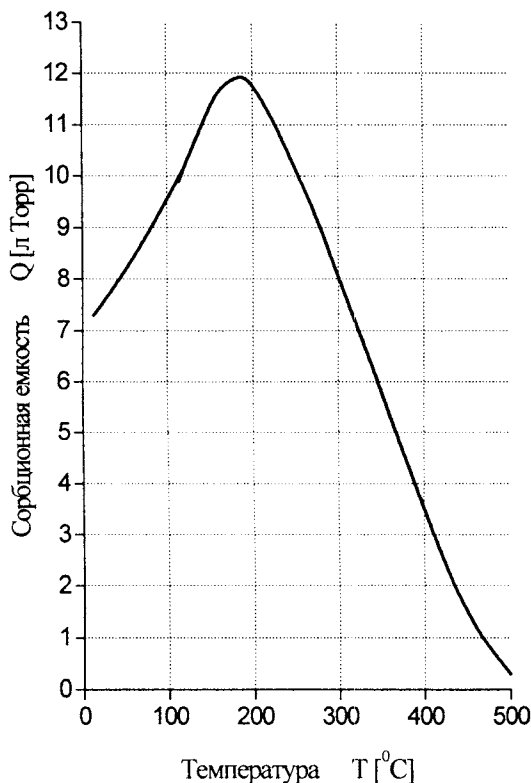


Рис. 2. Зависимость сорбционной емкости титана по водороду от температуры

ной. Невосприимчивость геттера по отношению к инертным газам можно использовать и для их очистки, а также для проведения высокочувствительных испытаний на герметичность.

Скорость поглощения геттером активных газов зависит от газового потока и мало изменяется от давления [3]. Это определяет большую эффективность геттера при получении высокого и сверхвысокого вакуума. В чистых системах, где поток активных газов меньше $1 \cdot 10^{-7}$ л · Торр/с, газопоглотитель позволяет поддерживать давление $\sim 10^{-7}$ Торр в течение многих недель непрерывной работы при комнатной температуре. Остаточная атмосфера при этом определяется метаном и аргоном. Если же объем системы не превышает 10–15 литров и в ней работает магниторазрядный или ионизационный датчик, то давление становится меньше 10^{-9} Торр. А при удалении метана и инертных газов дополнительным откачным средством можно получить разрежение до 10^{-14} Торр [4]. Парциальное давление метана можно снизить больше чем на порядок и кратковременной активацией газопоглотителя.

Эффективность высокопористых нераспыляемых геттеров в системах, поверхности которых обработаны в соответствии с требованиями высоковакуумной технологии, не вызывает сомнений. По данным автора работы [5], в металлостеклокерамических электровакуумных приборах они поддерживают вакуум лучше 10^{-7} Торр в течение нескольких лет, причем основным компонентом остаточного газа является аргон. Наряду с этим, предлагаемый геттерный насос хорошо работает в неподготовленных системах и в системах, включающих эластомерные уплотнители, где значительны потоки паров воды, CO_2 и углеводородов. Эта тема имеет особое значение: часто встречаются системы, подготовка поверхностей которых заканчивается простым обезжириванием.

Нераспыляемые геттеры позволяют получать в камере синхротрона ИТЭФ давление меньше $1 \cdot 10^{-10}$ Торр [6]. Естественно, для этого требуется тщательная подготовка поверхностей и обезгаживание прогревом при 400 °С. Метан и инертные газы во время работы ускорителя удаляются магниторазрядным насосом НМД 0,4.

Возможность работы газопоглотителя в жестких условиях объясняется некоторыми особенностями его взаимодействия с активными газами. С понижением температуры после активации скорость откачки уменьшается, но не падает до нуля, а остается стабильной длительное время даже при большой газовой нагрузке. Это хорошо иллюстрирует работа нашего геттерного насоса в шлюзовой камере источника ионов циклотрона У-400М. При общем газовом потоке в камере $\sim 10^{-5}$ л · Торр/с ее подкачка турбомолекулярным насосом со скоростью $\sim 0,1$ л/с не играет существенной роли в обеспечении рабочего вакуума. Следует подчеркнуть, что активация геттера производится сразу после откачки на масляный форвакуумный насос; все витонные уплотнители камеры смазаны «Апиезоном», и присутствие в остаточной атмосфере шлюза углеводородов не вызывает сомнений. Несмотря на это, в течение нескольких дней непрерывной работы в камере поддерживается давление $\sim 10^{-5}$ Торр при температуре газопоглотителя ~ 300 °С. В приведенном примере геттерный насос вместе с камерой шлюза находит-

ся под высоким напряжением относительно “земли”. Кроме того, источник ионов и насос испытывают воздействие сильного электромагнитного поля. Все это создавало определенные трудности при работе турбомолекулярного насоса, ранее использовавшегося для откачки шлюза. Учитывая малую стоимость газопоглотителя, можно сделать вывод об экономической выгоде использования геттерного насоса даже при больших газовых нагрузках. Один газопоглотитель обеспечивает не менее 600 часов непрерывной работы источника ионов. В год потребуется не более 10 элементов. Расходы по эксплуатации геттерного насоса за 5 лет на порядок меньше стоимости турбомолекулярного насоса.

Предлагаемый геттерный насос обеспечивает вакуум и в камере стенда для подготовки датчиков диагностики пучка нуклотрона. При разработке вакуумной системы стенда была поставлена задача устранения высокочастотных помех, вызываемых работой оборудования, и получения чистого безмасляного вакуума. Геттерный насос хорошо подходит для этих целей.

Площадь внутренних поверхностей камеры стенда из нержавеющей стали составляет $\sim 1,5 \text{ м}^2$. После изготовления они прошли только обезжиривание. Уплотнители разъемных соединений выполнены из фторопласта. Внутри камеры расположены: микроканальные пластины, провода МГТФ и их распайка на электрические вводы. Первоначальный газовый поток в систему достигает $10^{-4} \text{ л} \cdot \text{Торр/с}$. Создание предварительного разрежения $\sim 10^{-3} \text{ Торр}$ осуществляется механическим насосом через угольную ловушку, охлажденную жидким азотом.

Стенд может работать в двух режимах: кратковременном и долговременном. Когда требуется только определение работоспособности датчиков, производится снятие атмосферы, активация газопоглотителя и работа при давлении $\sim 1 \cdot 10^{-5} \text{ Торр}$. Вся процедура занимает несколько часов. Возможна работа стенда и в течение нескольких суток. Для этого проводят длительную вакуумную тренировку камеры. Снижение газового потока до $\sim 10^{-6} \text{ л} \cdot \text{Торр/с}$ позволяет больше суток поддерживать в системе давление $\sim 10^{-6} \text{ Торр}$ между очередными активациями геттера. Рабочая температура газопоглотителя составляет $\sim 20^\circ\text{C}$. При необходимости удаляют инертные газы из камеры стенда прокачкой на магниторазрядный насос. Такая процедура проводится раз в несколько дней. В этом режиме стенд работал на пучке синхрофазотрона.

В заключение следует подчеркнуть, что на основе этого класса геттеров можно создавать производительные, экономичные и простые в обращении средства откачки.

Автор благодарен В.А. Мончинскому, А.А. Балдину, В.Б. Кутнеру за помощь и поддержку работы, а также В.С. Алфееву за обсуждение рукописи.

Литература

1. Баялиев А.К., Пустовойт Ю.М., Столяров В.Л. А.с. 1141920 (СССР). — Опубликовано в ОИ, 1985, №32, с.257.
2. Пустовойт Ю.М., Губанов С.В. — В сб.: Вакуумная наука и техника. Всероссийская научно-техническая конференция. Тезисы докладов. М.: МИЭМ, 1997, с.116.

3. Черепнин Н.В. — Вакуумные свойства материалов для электронных приборов. М.: «Советское радио». 1966, с.255.
4. Benvenuti C., Chiggiato P. CERN-MT/92-05 (SM). Geneva, 1992.
5. Зудинов Ю.Б., Иванов П.Е. и др. — В сб.: Труды X Всесоюзного совещания по ускорителям заряженных частиц. ОИЯИ, Д9-87-105, Дубна, 1987, т. II, с.332.
6. Быков Д.В., Кондрашова О.И. и др. — В сб.: Вакуумная наука и техника. Всероссийская научно-техническая конференция. Тезисы докладов. М.: МИЭМ, 1997, с.131.