

ИЗУЧЕНИЕ ГАЗОПОГЛОЩАЮЩИХ СВОЙСТВ ГЕТТЕРНЫХ НАСОСОВ ПО РАЗЛИЧНЫМ ГАЗАМ

© 2020 г. В. В. Анашин^a, А. А. Краснов^{a,b}, А. М. Семенов^{a,c,*}

^a Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН
Россия, 630090, Новосибирск, просп. Академика Лаврентьева, 11

^b Новосибирский государственный университет
Россия, 630090, Новосибирск, ул. Пирогова, 2

^c Новосибирский государственный технический университет
Россия, 630073, Новосибирск, просп. Карла Маркса, 20

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

Поступила в редакцию 23.03.2020 г.

После доработки 28.04.2020 г.

Принята к публикации 30.04.2020 г.

Представлены результаты измерения газопоглощающих характеристик по H_2 и CO геттерных насосов на основе $Ti-Zr-Al$ с внешним и внутренним нагревателем. Проведено сравнение полученных данных с результатами измерений таких же характеристик комбинированного насоса NEXToTg D 100-05 фирмы SAES Getters, а также титановой пленки при температурах 300 и 77 К, полученной методом сублимации титана.

DOI: 10.31857/S0032816220050250

ВВЕДЕНИЕ

В Новосибирске строится источник синхротронного излучения “4+”-поколения ЦКП “СКИФ” (Центр коллективного пользования “Сибирский кольцевой источник фотонов”) [1]. К источнику предъявляются требования малого эмиттанса пучка (75 пм·рад), для достижения которого необходим сверхвысокий вакуум. В последнее время для получения высокого и сверхвысокого вакуума все чаще используются комбинированные насосы, состоящие из нераспыляемых геттеров и последовательно к ним присоединенного магниторазрядного насоса, размещенных в одном корпусе, например насосы NEXToTg фирмы SAES Getters [2]. Сочетание насосов разного типа позволяет значительно улучшить массогабаритные показатели и существенно снизить предельное давление вакуумного насоса.

Несмотря на успехи ряда производителей в конструировании комбинированных высоковакуумных насосов, представляет интерес создание специализированного малогабаритного насоса, оптимизированного для использования в вакуумной системе СКИФ и спроектированного на основе отечественных геттерных материалов. С этой целью в качестве первого шага были сконструированы прототипы насосов с различным геометрическим расположением геттерных таб-

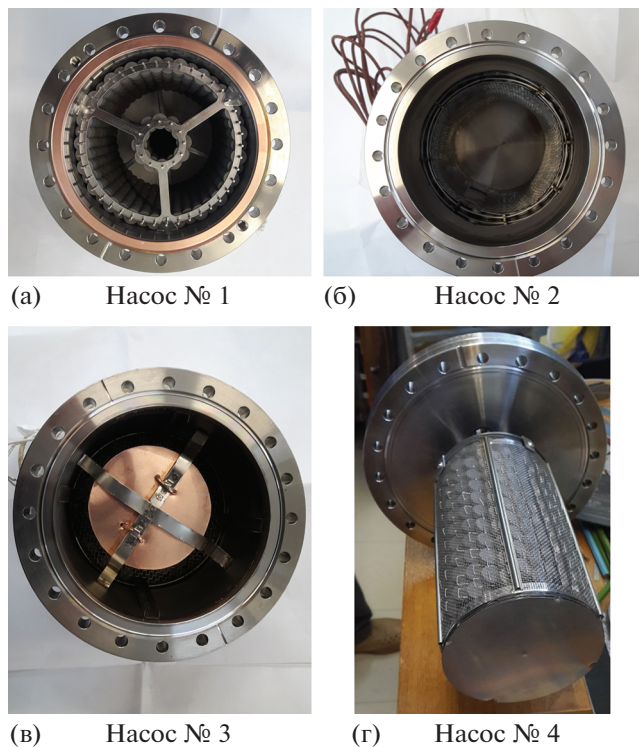
леток производства фирмы АО “Полема” и изучены их вакуумные свойства.

В данной статье представлены результаты измерения газопоглощающих характеристик по водороду и монооксиду углерода геттерных насосов на основе спеченных таблеток из мелкодисперсного порошка состава $Ti-Zr-Al$, активируемых с помощью либо внешнего, либо внутреннего нагревателя. Также приводится сравнение полученных результатов с измерениями таких же характеристик комбинированного насоса NEXToTg D 100-05 фирмы SAES Getters, а также титановой пленки при температурах 300 и 77 К, полученной методом сублимации титана.

ОПИСАНИЕ ТЕСТИРУЕМЫХ НАСОСОВ

Для получения сверхвысокого вакуума в ускорителях использовались и продолжают использоваться титановые сублиматоры в отдельности или в комбинации с ионно-геттерными насосами. Размещение ионно-геттерного насоса и титанового сублиматора в одном корпусе дает ряд преимуществ: высокую быстроту действия сублиматора по отношению к активным газам (азоту, водороду, CO) и поглощение инертных газов (аргона и метана) ионно-геттерным насосом.

Однако, помимо преимуществ, есть ряд существенных недостатков: малая сорбционная ем-



(а) Насос № 1

(б) Насос № 2

(в) Насос № 3

(г) Насос № 4

Рис. 1. Фотографии насосов, созданных на основе геттерных таблеток.

кость по сравнению с нераспыляемыми геттерами, а также необходимость использования высокоточных электрических вводов, которые являются критическими элементами с точки зрения обеспечения герметичности.

В данной работе проведены измерения скорости откачки и сорбционной емкости насосов по водороду и монооксиду углерода при комнатной температуре и при температуре жидкого азота. Полученные данные хорошо согласуются с паспортными данными титанового сублимационного насоса фирмы Agilent [3].

Начиная с 70-х годов прошлого века все большую популярность приобретают насосы на основе нераспыляемых геттеров. Фирма SAES Getters (Италия), обладающая передовыми технологиями и богатыми традициями по исследованию и успешному внедрению нераспыляемых геттеров, последовательно соединила насос на основе нераспыляемого геттера с ионно-геттерным насосом, разместив их в одном корпусе [2].

С целью создания малогабаритных насосов, оптимизированных для использования в вакуумной системе СКИФ, были закуплены геттерные таблетки фирмы АО «Полема» [4] состава Ti-Zr-Al и изготовлены три насоса различной конструкции на основе нераспыляемых геттеров, которые активировались нагревателем, расположенным снаружи. Еще один насос, с внутренним нагревателем,

был изготовлен и протестирован в 2016 г. [5], однако было важно проверить, как геттерные таблетки себя ведут после длительного нахождения в атмосфере.

Температура активации геттерных таблеток из Ti-Zr-Al рекомендована в диапазоне 623–673 К. Максимальная сорбционная емкость по водороду, равная $54.4 \text{ л} \cdot \text{Торр/г}$, достигается при температуре 473 К и давлении 10^{-5} Торр, скорость откачки по водороду при той же температуре равна $6.6 \text{ л/(с} \cdot \text{г)}$. Конструкции всех геттерных насосов, созданных в ИЯФ СО РАН на основе Ti-Zr-Al-таблеток диаметром $12 \pm 2 \text{ мм}$ и толщиной $2.5_{-0.5}^{+1} \text{ мм}$, показаны на рис. 1.

Насосы с внешним нагревателем изготавливались из цилиндрической трубы с внутренним диаметром 150 мм, заглушенной с одной стороны и имеющей с другой стороны присоединительный фланец Ду 150 типа Conflat. В насосе № 1 (см. рис. 1а) таблетки (1300 штук) расположены на каркасе по радиусам 75 и 20 мм.

В насосе № 2 (см. рис. 1б) таблетки прижаты широкой стороной к стенке цилиндрической трубы по всей ее поверхности и плотно примыкают друг к другу. В насосе № 3 (см. рис. 1в) таблетки (1300 штук) насыпаны в цилиндр произвольным образом и прижаты к его поверхности металлической сеткой. Медный диск служит экраном для отражения тепла на геттер, тем самым обеспечивая лучшую активацию таблеток.

Для активации насосов использовался внешний нагреватель мощностью 1.5 кВт. Температура во время активации контролировалась термопарой типа хромель-копель.

Насос № 4 (см. рис. 1г) представляет собой цилиндр с внешним диаметром 90 мм, длиной 140 мм, в котором размещены около 300 таблеток общей массой 450 г. Таблетки расположены с зазором 1–1.5 мм между цилиндрическими сетками и для активации геттера нагреваются встроенным резистивным нагревателем мощностью 150 Вт. Геометрическая активная площадь геттера – внешняя стенка цилиндра (поскольку торцы картриджа были закрыты для обеспечения равномерного прогрева таблеток) – равна 395 см^2 . Нагреватель расположен внутри, по центру картриджа, и прикреплен к фланцу Con-Flat Ду 150, на котором находится картридж. Температура во время активации контролируется термопарой типа хромель-копель.

В табл. 1 приведены основные параметры геттерных насосов каждого типа.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА И МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ

Активационные и сорбционные характеристики геттерных насосов измерялись на установ-

Таблица 1. Основные параметры геттерных насосов

Насос	Производитель	Геттер	Размеры, мм	Количество, шт.	Масса, г	Площадь, см ²
№ 1	ИЯФ СО РАН	Ti-Zr-Al	Таблетка диаметром 12.5 и толщиной 2.5	1300	1800	4200
№ 2	ИЯФ СО РАН	Ti-Zr-Al	То же	430	600	1400
№ 3	ИЯФ СО РАН	Ti-Zr-Al	То же	1300	1800	4200
№ 4	ИЯФ СО РАН	Ti-Zr-Al	Таблетка диаметром 13.7 и толщиной 3.5	300	450	395
NEXTorr D 100-5	SAES Getters	Zr-V-Fe	Диски	—	13.5	114
Ti-сублиматор с LN ₂ - экраном	Agilent	Ti	Нить	3	1.1 (3.3*)	826

* масса трех нитей

ке, два варианта схемы которой приведены на рис. 2. Отличие между схемами установки заключается в том, что в первом варианте (рис. 2а) геттерный насос активируется при помощи нагревателя, расположенного снаружи насоса, а во втором (рис. 2б) – пропусканием тока через резистивный нагреватель. Предварительная откачка системы проводилась турбомолекулярной станцией, включающей в себя турбомолекулярный насос *TMP*₁ и безмасляный мембранный насос *MP*. Высоковакуумная откачка осуществлялась турбомолекулярным насосом *TMP*₂. От прорыва атмосферы со стороны *TMP*₁ + *MP* был установлен аварийный электрический клапан *VR*₃. Форвакуум и высокий вакуум измерялись широкодиапазонным датчиком давления фирмы Pfeiffer, состоящим из датчика Pirani и датчика давления с холодным катодом.

Напуск газа в систему выполнялся через игольчатый натекатель *VF* и капилляр *C* (молекулярная проводимость по водороду $3 \cdot 10^{-3}$ л/с). Откачка системы инъекции проводилась турбомолекулярной станцией через вакуумные клапаны *VR*₄ и *VR*₅. Для контроля давления напускаемого газа использовались стрелочный манометр и емкостный датчик давления “Baratron”.

Давление в системе измерялось датчиком давления с горячим катодом *IG*₁. Парциальные давления газов измерялись квадрупольным масс-спектрометром *RGA* фирмы SRS (Стэнфорд, США). Датчик давления с горячим катодом *IG*₂ предназначен для контроля потока газа, откачиваемого турбомолекулярным насосом *TMP*₂.

Геттерные насосы на основе Ti-Zr-Al № 1–№ 3 тестировались на установке, показанной на рис. 2а, а насос № 4 – на установке, схема которой приведена на рис. 2б.

До проведения экспериментов были измерены эффективная быстрота откачки турбомолекулярного насоса *TMP*₂, молекулярная проводимость капилляра и коэффициенты чувствительности

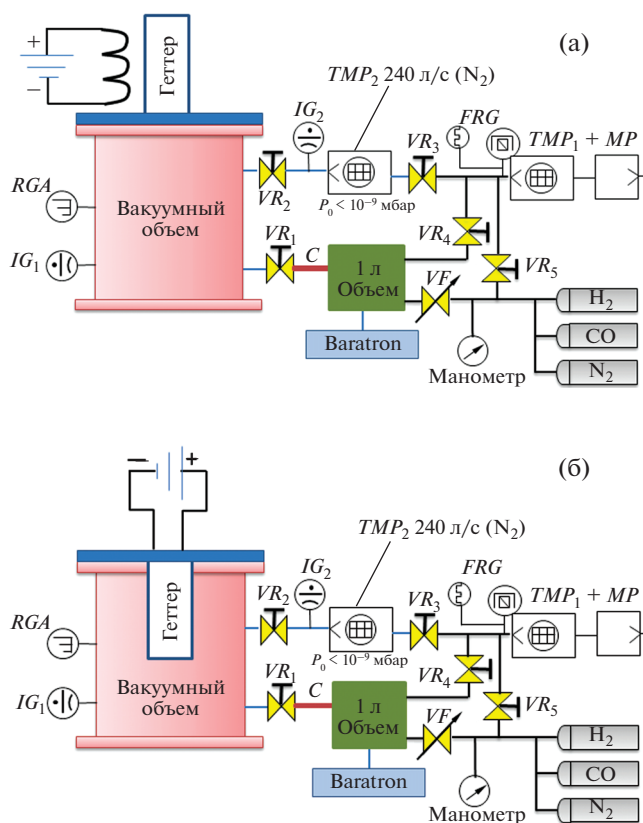


Рис. 2. Упрощенная схема вакуумного стенда при активации геттерного насоса: а - нагревателем, расположенным снаружи насоса; б - пропусканием тока через резистивный нагреватель. *RGA* – масс-спектрометр; *IG*_{1,2} – датчики давления с горячим катодом; *FRG* – широкодиапазонный датчик; Геттер – тестируемый насос; *C* – капиллярный канал с молекулярной проводимостью; *TMP*₁+*MP* – турбомолекулярная станция откачки; *TMP*₂ – турбомолекулярный насос; Baratron – емкостной датчик давления; *VF* – щелевой натекатель; *VR*₁–*VR*₅ – цельнометаллические угловые клапаны; *VR*₃ – аварийный электрический клапан.

Таблица 2. Характеристики датчиков давления с горячим катодом для разных газов

Газ	Молекулярная проводимость C , л/с	Эффективная быстрота откачки, $S_{\text{эфф}}$, л/с	Коэффициент чувствительности	
			K_{IG_1}	K_{IG_2}
Водород	$2.8 \cdot 10^{-3}$	28	2.3	2.3
СО	$7.6 \cdot 10^{-4}$	8.4	1	1
Аргон	$6 \cdot 10^{-4}$	7	0.77	0.74

датчиков давления с горячим катодом по каждому газу (H_2 , СО, Ar). В табл. 2 приведены результаты измерений по каждому газу. После каждого вскрытия на атмосферу проводилась калибровка всех измерителей вакуума.

В начале экспериментов клапан VR_1 был закрыт. После его открытия инжектируемый газ поступал в тест-камеру через капилляр. Газовый поток в тест-камеру определяется выражением:

$$Q = C(P_{\text{in}} - P_{\text{out}}),$$

где C , л/с – канал с калиброванной проводимостью; P_{in} , P_{out} , Торр – давление на входе и выходе капилляра с калиброванной проводимостью.

Быстрота откачки геттера S_{NEG} может быть определена в процессе напуска газа как:

$$S_{\text{NEG}} = \frac{Q - S_{\text{эфф}}(K_{IG_1}\Delta P_{IG_1} - K_{IG_2}\Delta P_{IG_2})}{K_{IG_1}\Delta P_{IG_1}},$$

где $S_{\text{эфф}}$ – эффективная быстрота откачки турбомолекулярного насоса TMP_2 ; K_{IG_1} и K_{IG_2} – коэффициенты чувствительности для датчиков давления с горячим катодом IG_1 и IG_2 соответственно;

динамическое давление $\Delta P = P_{\text{напуск}} - P_{\text{фон}}$ определялось как разность между давлением, измеренным в процессе напуска газа, и “фоновым” давлением без инжектируемого газа в начале эксперимента. Сорбционная емкость определялась как число молекул, при поглощении которых быстрота откачки насоса снижается до 10% от первоначального уровня.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

После каждого эксперимента титановая пленка насыщалась водородом, чтобы исключить его диффузию в предыдущий напыленный слой. Поскольку стенд проектировался в предположении, что вакуумная система ЦКП “СКИФ” не будет прогреваться на месте, то, для того чтобы получить приемлемый вакуум на уровне 10^{-9} Торр, необходимо распылять не меньше $1.5 \cdot 10^{21}$ атомов титана. При этом скорость откачки получена на уровне 50–60% от максимально заявленной по паспорту для титанового сублиматора.

Согласно рис. 3, при температуре жидкого азота скорость откачки по монооксиду углерода увеличивается на 30%, а сорбционная емкость остается неизменной и равной одному монослою. По водороду при азотной температуре скорость откачки увеличивается в 2 раза, сорбционная емкость равна одному монослою, в то время как при комнатной температуре сорбционная емкость больше в 10 раз за счет лучшей диффузии водорода внутрь геттера.

Измеренные сорбционные характеристики геттерного насоса NEXToTg D 100–05 фирмы SAES Getters хорошо согласуются с паспортными данными [2]. Так как время жизни пучка заряженных частиц зависит от состава остаточного газа, то было важно понять, как ведет себя магнетронная часть насоса NEXToTg при нарушении герметичности на атмосферу и после нарушения.

Несмотря на то что в атмосфере воздуха содержится только один процент аргона, при одинаковых давлениях время жизни пучка по аргону будет в 400 раз меньше, чем по водороду, и в 8 раз меньше, чем по монооксиду углерода, так как сечение рассеяния на аргоне в 5 раз больше, чем на монооксиде углерода, и в 100 раз больше, чем на H_2 .

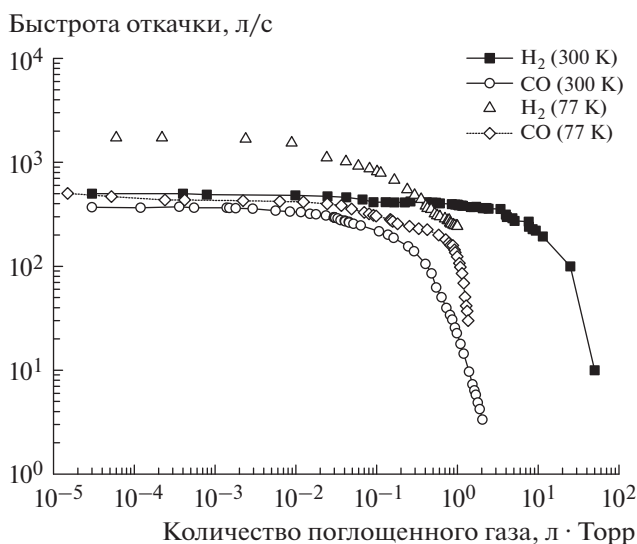


Рис. 3. Сорбционная емкость титанового сублиматора по водороду и монооксиду углерода при комнатной температуре и температуре жидкого азота.

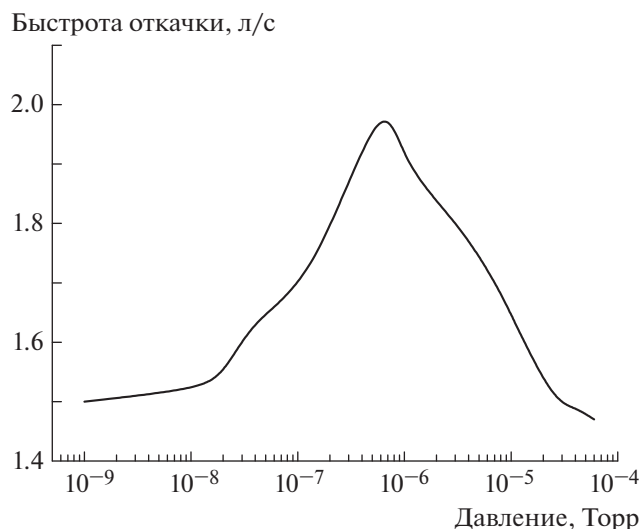


Рис. 4. Изменение быстроты откачки по аргону для насоса NEXToгг D 100-05 после накопления дозы, равной $5 \cdot 10^{-3}$ л · Торр.

Для проверки состава остаточного газа через на- текатель напускался поток воздуха (имитация нару- шения герметичности), равный $4.5 \cdot 10^{-7}$ л · Торр/с, в течение 3 ч. В течение часа по квадрупольному масс-спектрометру контролировалось, на сколь- ко изменился уровень аргона. Через каждый час поток газа перекрывался на 1–2 ч, чтобы убедиться, что уровень аргона вернулся к первоначально- му значению до напуска.

Как и ожидалось, во время напуска воздуха уровень аргона непрерывно возрастал, но возвра- щался в первоначальное состояние с закрытием напуска. Тем не менее, измерение быстроты от- качки насоса по аргону после накопления дозы, равной $5 \cdot 10^{-3}$ л · Торр, показало, что максима- льная быстрота откачки уменьшилась на треть и со- ставила 2 л/с при давлении $5 \cdot 10^{-7}$ Торр (рис. 4).

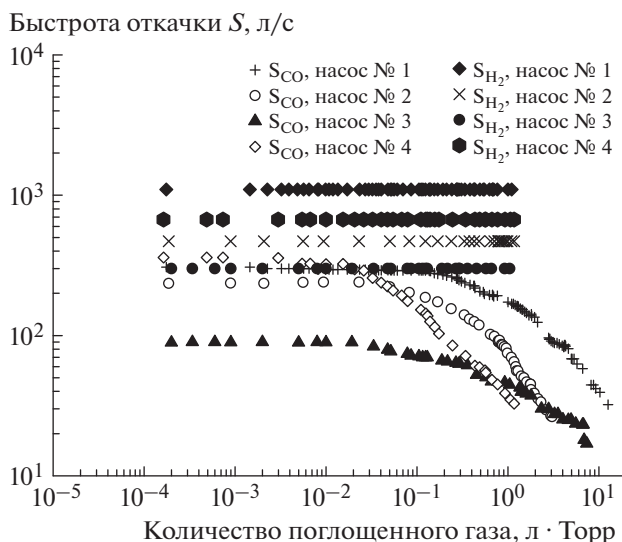


Рис. 5. Зависимость быстроты откачки S геттерных насосов на основе Ti-Zr-Al по водороду и монооксиду углерода от количества поглощенного газа.

На рис. 5 и в табл. 3 представлены результаты испытаний геттерных насосов на основе Ti-Zr-Al, изготовленных в ИЯФ СО РАН. Согласно табл. 3, насос № 4 с внутренним нагревателем обладает лучшими газопоглощающими параметрами по сравнению с насосами, которые активируются при помощи внешнего нагревателя. Это объясняется тем, что внутренний нагреватель более равномерно прогревает геттерные таблетки по сравнению с внешним, при работе которого часть таблеток оста- ются неактивированными. Это особенно хорошо видно на примере насосов № 1 и № 2. В насосе № 2 активация проходит более эффективно благодаря тому, что все таблетки плотно прилегают широ- кой стороной к стенке цилиндра, которая нагре- вается, в отличие от насоса № 1, у которого цен- тральная часть остается непрогретой.

Таблица 3. Результаты испытаний геттерных насосов

Насос	Быстрота откачки по H ₂ , л/с/см ²		Сорбционная емкость, л · Торр/см ²			
			по H ₂		по CO	
№ 1	0.24		Не измерялась*		0.0024	
№ 2	0.34		Не измерялась*		0.0021	
№ 3	0.071		Не измерялась*		0.0014	
№ 4	1.7		Не измерялась*		0.0029	
NEXToгг D 100-05	0.9		Не измерялась*		0.0053	
Титан	300 К	77 К	300 К	77 К	300 К	77 К
	1.5	2.1	0.036	0.0012	0.0012	0.0018

* После регенерации геттер снова готов к сорбции водорода

ВЫВОДЫ

Изучено влияние напуска воздуха на газопоглощающие свойства насоса NEX Torr по аргону после накопления дозы $5 \cdot 10^{-3}$ л · Торр.

Сравнительный анализ газопоглощающих характеристик нераспыляемых геттеров на основе Ti-Zr-Al и Zr-V-Fe и пленки, полученной при распылении титана из сублиматора, показал, что распыленная пленка титана по сорбционной емкости по водороду и монооксиду углерода значительно уступает нераспыляемым геттерам.

Хотя геттеры на основе Ti-Zr-Al по своим газопоглощающим характеристикам уступают зарубежным аналогам, связано это в первую очередь с неэффективным расположением геттерных таблеток, в результате чего часть таблеток оказались неактивированными. Тем не менее, полученные результаты свидетельствуют о том, что данные

геттеры можно использовать при разработке комбинированных насосов.

БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают искреннюю благодарность всем сотрудникам вакуумной лаборатории ИЯФ СО РАН за помощь в проведении экспериментов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ЦКП “СКИФ”. <https://srf-skif.ru/>
2. Насос NEX Torr D 100-05. <https://www.saesgetters.com/>
3. Каталог фирмы Agilent. <https://www.agilent.com/en/products/vacuum-technologies/high-vacuum-pumps/ion-pumps/combination-vacion-plus-pumps#close>
4. <http://www.polema.net/gazopoglotiteli-ti-Ti-Zr-Al.html>
5. Драничников А.Н., Краснов А.А., Семенов А.М. // Прикладная физика. 2017. № 2. С. 73.