

# KEMIČNO ČRPANJE V VAKUUMSKIH TEHNOLOGIJAH

Bruno Ferrario\*, SAES Getters S.p.A., Via Gallarate 215, 20151 Milano, Italija

## Chemical pumping in vacuum technology

### ABSTRACT

Chemical pumping in vacuum technology is based on the capability of metals, such as Zr, Ti, Ba and others, to chemisorb the active residual gases present in vacuum devices or systems. These metals are known as getters; their role is to improve and maintain the required vacuum in vacuum devices working in the range of  $1 \cdot 10^{-11}$  Pa.

### POVZETEK

Osnova kemičnega črpanja je v zmožnosti nekaterih kovin, kot so Zr, Ti, Ba, da kemosorbirajo preostale pline v vakuumskem sistemu ali napravi. Takšne materiale imenujemo getre; njihova vloga je doseči in izboljšati zahtevani vakuum v vakuumskih napravah, ki delujejo v področju tlakov od 1 do  $10^{-11}$  Pa.

## 1 UVOD

Ob koncu preteklega stoletja so uporabljali rdeči fosfor za vsrkavanje (sorbanje) aktivnih plinov, kot sta kisik in vodna para, ki sta ostala po izčrpanju zraka v 'arnicah, da bi preprečili pregorete 'arilne nitke. Kasneje so uporabljali *barij* v katodnih (rentgenskih) elektronkah, da bi čim dlje obdržale vakuum. Preizkušali so tudi mnoge druge kovine, ki imajo lastnost vsrkavanja, kot so: titan, cirkonij, redke zemlje itd, ali njihove zlitine. Imenovali so jih **getre**. Danes se uporabljajo pri izdelavi vseh katodnih (televizijskih oz. slikovnih) elektronk, v velikih zaprtih visokovakuumskih in ultra visokovakuumskih sistemih, kot so trkalniki, sinhrotroni itd.

V splošnem delimo getre v dve skupini: v **uparljive** in **neuparljive (NEG)**.

## 2 UPARLJIVI GETRI

Značilna predstavnika sta **barij** in **titan**. Slednji se največ uporablja za sublimacijske črpalke pri ultra visokovakuumskih (UVV) sistemih. Barij je kot kovina zelo reaktiven, zato ga uporabljajo le v obliki zlitin, ki so bolj stabilne. Taka je npr. praškasta oblika barijevega alumina  $BaAl_4$ , ki ga zmešajo z nikljevimi prahom in stisnejo v obročke. Ko le-te visokofrekvenčno segrejemo, nastopi kemična reakcija:  $BaAl_4 + 4 Ni \Rightarrow Ba + 4 NiAl$ , pri kateri se izloči kovinski barij. Reakcija se začne pri  $800^\circ C$  in je eksotermna, temperatura getra naraste na  $1200^\circ C$ . Pri tem se barij upari in se v tanki plasti "usede" na okoliške (notranje) stene evakuirane posode ter začne zelo intenzivno črpati in kemosorbirati (vsrkavati oz. kemično vezati) okoliške preostale (residualne) pline v vakuumskem sistemu (npr. v TV elektronki). Da bi bila sorpcija plinov čim boljša, je potrebno, da je nastala barijeva tanka plast porozna, tj., da ima veliko celotno površino. To lahko dosežemo s tk. getri, dopiranimi z dušikom. Getru je dodan 'elezov nitrid ( $Fe_4N$ ), ki razpade, tik preden se barij upari. Dušik povzroči, da se kovinski atomi barija na poti proti steni sipljejo. Rezultat je bolj porozna tanka plast, kot bi bila tista, ki nastane pri nedopiranih getrih. Tudi temperatura podlage (npr. stene), na kateri nastaja tanka plast getra, naj bi bila čim nižja, da bo plast bolj porozna.

\* Dr. Bruno Ferrario je vodilni, svetovno znani strokovnjak za področje getrov, aktivni član italijanskega vakuumskega društva, pedagog in pisec učbenikov iz vakuumске tehnike.

## 3 NEUPARLJIVI GETRI (NEG)

Splošno velja, da uporabljamo uparljive getre v tistih zataljenih (zatesnjenih) vakuumskih napravah (posodah), kjer je dovolj prostora in so na razpolago velike površine. Posoda pa to ni mogoče, posebno pri majhnih prostorninah in površinah vakuumski posod. Tam uporabljamo neuparljive getre, izdelane iz **zlitin titana in cirkonija, namesto iz čistih kovin**. V zadnjih desetletjih so izdelali naslednje getske zlitine:

- Zr-V-Fe (oznaka: St 707), ki postane aktivna pri temperaturi  $400$  do  $450^\circ C$  in ima odlične sorpcijske lastnosti celo pri sobni temperaturi
- Zr-Fe (St 198), ki sorbira vse aktivne pline, posebno dušik
- Zr-Ni (St 199), ki ima veliko sorpcijsko kapaciteto za vodne pare in vodik
- Zr-Al (St 101), ki postane aktivna šele pri  $700$  do  $900^\circ C$ .

### 3.1 Aktivacija neuparljivih getrov

Neuparljive getre je potrebno v vakuumski posodi najprej aktivirati, da so sposobni za črpanje preostalih (residualnih) plinov, ki navadno še ostanejo po končanem črpanju ( $H_2$ ,  $H_2O$ ,  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $N_2$ ,  $O_2$ ). Pri uparljivih getrih lahko občasno naporimo nove getske plasti, ki so sposobne črpanja, dokler se ne nasitijo. Pri neuparljivih pa moramo getsko snov najprej segreti, da odstranimo pasivno oksidno plast s površine, tako da se pokaže kovinska, ki je šele sposobna za črpanje aktivnih plinov. Pri popolni aktivaciji oz. odstranitvi pasivne plasti je hitrost sorbanja (l/s) največja.

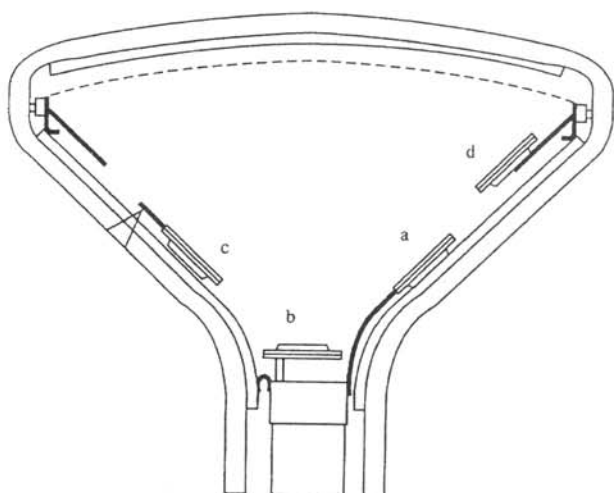
### 3.2 Sorpcijske lastnosti

Sorpcijske lastnosti so odvisne tako od fizikalno-kemijskih lastnosti same getske snovi in velikosti površine, kot tudi od kemijske narave aktivnih plinov, ki so udeleženi pri sorpcijskem procesu. Te pline lahko razdelimo v štiri skupine:

- vodik in njegovi izotopi, ki sorbirajo v obeh smereh. To pomeni, da jih getska plast vsrka, ko pa jo segrejemo, jih oddaja (regeneracija)
- skupina  $CO$ ,  $CO_2$ ,  $O_2$  in  $N_2$ , katerih sorpcija (kemijska sorpcija) je nepovrnjiva (ireverzibilna), kar pomeni, da teh plinov ni več mogoče spraviti iz getske snovi, ker so kemijsko vezani, kljub močnemu pregrevanju
- ogljikovodiki in voda, ki lahko sorbirajo v obeh smereh. Voda in ogljikovodiki razpadejo na površini getra, nastali vodik se sorbira reverzibilno, ogljik in kisik pa ireverzibilno.
- lahni plini, ki jih getri ne morejo sorbirati.

### 3.3 Oblike getrov

Enostavni getri, ki jih uporabljamo v odtaljenih sistemih (npr. TV slikovne elektronke), imajo obliko tablet ali obročkov. Druga oblika je "getska trak", ki ima kovinsko osnovo (trak), na katero je nanosena (na obe strani) getska snov. Te oblike so osnova za bolj zamo-



Slika 1. Primeri pritrditve barijevih getrov v televizijski elektroniki. Pritrditev a) "antenska", b) "topovska", c) anodna in d) magnetnozaslonska.

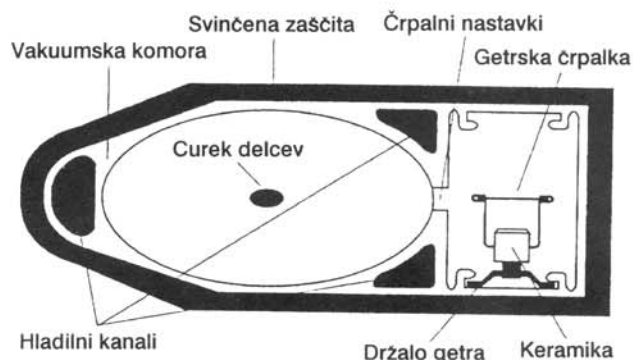
tane izvedbe. Aktivacijo getrskih trakov dosežemo z uporavnim gretjem traku (tok teče skozi trak). Zanimiva je tudi skupina poroznih neuparljivih getrov, ki so pripravljene s sintranjem praškastih zmesi, ki vsebujejo čisto kovino, kot sta Zr in Ti, ter getrsko zlitino. Smisel takih getrov je kombinacija velike aktivne površine in poroznosti ter dobrih mehanskih lastnosti.

## 4 UPORABA

Za vsak način uporabe je potrebno ugotoviti najprimernejšo obliko in sestavo getra.

### 4.1 Uporaba v visokovakuumskih (VV) in ultra visokovakuumskih (UVV) sistemih ( $10^{-3}$ do $10^{-12}$ mbar)

Barijeve getre največ uporabljamo v slikovnih elektronkah, sl. 1. Pri VV in UVV sistemih je navadno najboljša kombinacija getske in ionske črpalke, da dosežemo najnižji končni tlak. Enostaven trakasti geter St 101 (Zr-Al) je npr. vgrajen v velikem elektronsko-pozitronskem trkalniku, ki deluje v Ženevi od leta 1989, kjer je 80% njegove 27 km dolžine črpane s tem neuparljivim getrom (tlak med obratovanjem je  $10^{-12}$  mbar), sl. 2. Znanstveniki iz CERN-a pa so z neupar-



Slika 2. Getrski trak v elektronsko-pozitronskem trkalniku v Ženevi (presek vakuumске komore)

ljivim getrom dosegli v posebnih, velikih komorah tlake, nižje od  $10^{-13}$  mbar.

Zdaj že uporabljajo getske črpalke pri večini velikih pospeševalnikov, predvsem v sinhrotronih, kjer morajo zagotoviti veliko črpalno hitrost (l/s) in kapaciteto (mbar.l) zaradi močnega razplinjevanja na mestih, kamor se siplje sinhrotronska svetloba. Nadaljnjo uporabo predvidevajo pri fuzijskih reaktorjih (tokamaki).

Getske črpalke se sedaj največ uporabljajo v kombinaciji z ionskimi črpalkami ter krio in turbomolekularnimi črpalkami, predvsem v UVV sistemih, kjer je potrebna velika črpalna hitrost za vodik.

### 4.2 Uporaba v srednjem vakuumu (1 do $10^{-3}$ mbar)

Getri in getski trakovi se uporabljajo za industrijske sončne kolektorje, Dewarjeve posode, skratka tam, kjer je vakuum toplotni izolator. V masovni proizvodnji nerjavnih kovinskih termovk uporabljajo neuparljive getre v obliki kroglic, ne samo za vzdrževanje vakuuma v njih, ampak tudi za hitrejšo proizvodnjo. Geter (St 707) aktivirajo pri 400 do 500°C kar v termovki sami, da pospešijo (samo)črpanje, ki gre sicer z drugimi črpalkami mnogo počasneje zaradi majhne prevodnosti tankih črpalnih cevi. Tudi v nekaterih žarnicah uporabljajo barijeve in neuparljive getre.

### 4.3 Čiščenje plinov

Getri ne zmorejo črpati žlahtnih plinov, kar je slabost pri kemičnem (sorpcijskem) črpanju, posebno v UVV sistemih. To težavo premagamo s kombinacijo z drugimi vrstami črpal. Ta slabost postane prednost pri čiščenju žlahtnih plinov (za industrijo polprevodnikov). Čistilne naprave, zgrajene z uporabo neuparljivih getrov, omogočajo ekstremno nizke nivoje residualnih nečistoč v čiščenem plinu v področju ppt (parts per trillion = delov na milijon na tretjo potenco), začeni pri koncentracijah v področju ppm (delov na milijon) ali ppb (delov na milijardo).

Vprašanje za preskus znanja o getrih

### Zakaj je potreben geter v slikovni (TV) katodni elektronki?

**Odgovor.** V vsaki evakuirani "posodi", ki je sicer hermetično zaprta tlak počasi narašča. Elektroni, ki izvirajo iz oksidne katode, na zaslonu "rišejo slike". Na njihovi poti jih ovirajo molekule preostalih (residualnih) plinov, v katere zadevajo, in jih ionizirajo. Ioni (pozitivni delci) letijo proti negativni elektrodi, katodi, ter jo bombardirajo. Čim več je ionov, tem močnejše je razbijanje oksidne plasti katode. Njena aktivna površina, od koder izhajajo elektroni, je čedalje manjša. Elektronov je čedalje manj. Slika na zaslonu zbledi in končno zgine. Televizor je "crknil", pravimo. Getri imajo v slikovni elektronki nalogo, da čim več molekul, ki so pridle iz zunanosti vanjo, zadrži in tako poveča trajnost elektronke, nam pa prihrani stroške za nov televizor.

Po članku v Vacuum, 47, 1996, 4, 363-370 prevedel in priredil dr. Jože Gasperič