

ПОЛУЧЕНИЕ И ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА НЕРАСПЫЛЯЕМОГО ГЕТТЕРА НА ОСНОВЕ СПЛАВА ЦИРКОНИЯ, ВАНАДИЯ И ЖЕЛЕЗА

В.М. Ажажа, В.В. Брык, А.В. Гончаров, В.Г. Гревцев, Т.Г. Емлянинова, И.И. Карнаухов, Н.И. Мочешников

*Национальный научный центр “Харьковский физико-технический институт”,
г. Харьков, Украина*

Разработана технология получения нераспыляемого геттерного материала и исследованы его свойства. Методом дуговой плавки в среде очищенного аргона изготовлен сплав из компонентов предварительно очищенных металлов Zr, V, Fe и Nb для использования его в качестве нераспыляемого геттера (NEG). Для достижения однородности химического состава сплав подвергался двойному переплаву. Для нанесения тонкого слоя сплава на подложку использовался вакуумно-плазменный метод формирования покрытий (метод КИБ), разработанный в ННЦ ХФТИ [1]. Исследована структура и микротвердость покрытия, его химический состав методами спектromетрии обратного резерфордского рассеяния протонов и ионов гелия и спектromетрии рентгеновского характеристического излучения, возбуждаемого протонами [2]. Исследовался сплав, содержащий основные элементы 74,25 Zr, 19,4 V, 4,86 Fe и 1,49 мас. % Nb.

ВВЕДЕНИЕ

Для откачки вакуумных объемов широко используются два семейства геттеров – распыляемых и нераспыляемых (NEG). Основными материалами распыляемых геттеров являются барий и титан, реже используются Ta, Nb, V, Zr и Mo [3, 4]. Их применяют для поддержания вакуума в откачных объемах (в основном, в изделиях электронной промышленности), а Ti – в сублимационных насосах во многих отраслях науки и техники, где необходимо обеспечить получение и постоянное поддержание вакуума. Так как необходимо постоянное распыление рабочего вещества (в данном случае Ti), это ограничивает их применение в ускорителях заряженных частиц как основных средств откачки из-за большой протяженности откачиваемых вакуумных камер с очень ограниченной газовой проводимостью. Поэтому в современных ускорителях для этих целей широкое распространение для непрерывной откачки протяженных вакуумных цепей (в частности, вакуумных камер циклических ускорителей) получили нераспыляемые геттеры (NEG), состоящие из сплава нескольких геттероспособных материалов, нанесенных на несущую металлическую подложку [3].

После их активации в вакуумном объеме (для этого NEG следует нагреть на какое-то время до определенной температуры) NEG при хорошем вакуумном окружении (отсутствие течей, большого газовыделения и т.п.) способен долгое время сохранять эффективную откачную способность для многих газов (кроме благородных и углеводородов).

После снижения до определенного уровня скорости откачки NEG может быть повторно (несколько раз) реактивирован, но уже при более низкой температуре нагрева. Если температура активации будет сравнима с температурой прогрева вакуумных камер, то активация NEG происходит одновременно с их прогревом.

Отсюда одна из задач разработки новых NEG – поиск таких сплавов из геттероспособных материалов, которые имели бы минимальную температуру активации при максимальной скорости откачки.

К настоящему времени разработано несколько типов NEG. В частности, на $e^+ e^-$ накопителе LEP в CERN (длина орбиты в накопителе превышает 20 км) на 90% его длины в качестве основных откачивающих устройств используются NEG типа St101, разработанные фирмой SAES Getters (Италия) [3, 4-6], расположение которых в камере накопителя показано на рис.1.

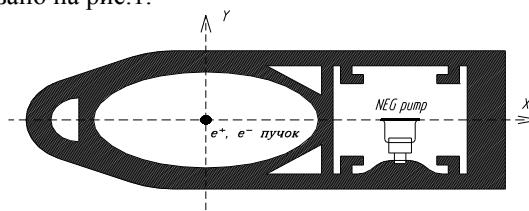


Рис.1. Поперечное сечение вакуумной камеры в дипольном магните LEP

В состав St101 входят Zr 84%, Al 16%. Толщина слоя геттера, нанесенного на константан (или сталь), ~ 0,1 мм. Температура активации ~ 750°C в течение 30 мин.

Несколько позже в CERN был испытан NEG St707 (в состав сплава входят Zr, V, Fe) с более низкой температурой активации, ~ 400°C в течение 1 ч [7]. Поиски составов NEG с еще более низкой температурой активации продолжают. В частности, для большого адронного коллайдера (LHC) ведутся поиски NEG непосредственно наносимого на стенки вакуумной камеры и который активируется при прогреве этой камеры [8, 9]. Для этого исследуются откачные свойства многих сплавов (несколько десятков), в частности сплав (мас. %) 53 Ti+27 Zr+20 V.

В связи с существующей в ННЦ ХФТИ программой разработки источников синхротронного излуче-

ния (СИ) и гамма-квантов, основанных на накоплении электронов с различными энергиями, а именно: НР-2000 (до 3 ГэВ), ИСИ-800 (до 1,2 ГэВ), генератора рентгеновского излучения на основе обратного рассеяния (Н-100М) и т.д., важную роль приобретает разработка систем распределенной откачки вакуумных камер с малой апертурой (проводимостью). Учитываем, что газовыделение как за счет термодесорбции, так и синхротронного излучения является существенным фактором, ограничивающим получение сверхвысокого вакуума (менее 10^{-9} торр) только путём использования сосредоточенных средств откачки.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Для исследований разработаны следующие сплавы на основе Zr и Ti с добавками Ni, Fe и V:

- сплав №1: 53 Ti+27 Zr+20 V мас. %;
- сплав №2: 45 Ti+38 Zr+17 Ni мас. %;
- сплав №3: 75 Zr+19,6 V+5,4 Fe мас. %.

В качестве исходных материалов для получения сплавов NEG использовались высокочистые материалы: Zr-йодидный, V-электролитический, Fe-карбонильный. Из слитков этих сплавов были изготовлены образцы для металлографических исследований. Образцы подвергались механической шлифовке с последующей полировкой. После этого образцы подвергались обработке в травителе $\text{HNO}_3 + \text{HF} + \text{H}_2\text{O}$, и проводились металлографические исследования на микроскопе марки ММР-4.

В результате металлографических исследований была измерена микротвёрдость H_{μ} и пористость микротвердомером ПМТ-3 при нагрузке 200 г. Были получены следующие результаты:

- сплав №1: $H_{\mu} = 642 \text{ кг/мм}^2$;
- сплав №2: $H_{\mu} = 520 \text{ кг/мм}^2$;
- сплав №3: $H_{\mu} = 602 \text{ кг/мм}^2$.

Твёрдость по Бринелю измерялась на приборе ТШ-2 по методу вдавливания в испытуемое изделие стального шарика определенного диаметра под действием нагрузки в течение определенного времени:

$$H_B = \frac{2P}{\pi D \left(D^2 - \sqrt{D^2 - d^2} \right)},$$

где $\pi=3,14$; d – диаметр отпечатка металла; D – диаметр вдавливаемого шарика; P – нагрузка.

При нагрузке $P=750 \text{ кг}$ и $d=5 \text{ мм}$ получены следующие данные:

- сплав №1: $H_B = 780 \text{ кг/мм}^2$;
- сплав №2: $H_B = 750 \text{ кг/мм}^2$;
- сплав №3: $H_B = 555 \text{ кг/мм}^2$.

Среди полученных NEG-сплавов самой высокой пористостью обладает сплав №3 (75 Zr+19,6 V+5,4 Fe ат %), поэтому дальнейшие разработки технологии производства ленты с напыленным NEG-сплавом в первую очередь и были проведены с этим сплавом.

Из полученного сплава был изготовлен катод для установки "Булат" [1], в которой вакуумно-плазменным методом (метод КИБ) было нанесено покрытие толщиной 10 мкм на подложку из никеля и нержавеющей

стали шириной 20, длиной 200 мм и толщиной 100 мкм.

Исследования элементного состава покрытия проводились:

- методом спектрометрии обратного резерфордского рассеяния протонов и ионов гелия (RBS);
- методом спектрометрии рентгеновского характеристического излучения, возбуждаемого протонами (PIXE).

Исследования проводились на ускорителе "Сокол" ННЦ ХФТИ [12]. Исследовалось 4 образца покрытия сплава №3, осажденного на Ni ленту. Образцы в виде кружков диаметром 20 мм были вырезаны из ленты на расстояниях 10, 30, 50, 70 мм от центра ленты.

Характерный спектр PIXE от образца NEG (сплав №3) приведен на рис.2. В спектре кроме линий циркония, железа, ванадия наблюдаются линии ниобия.

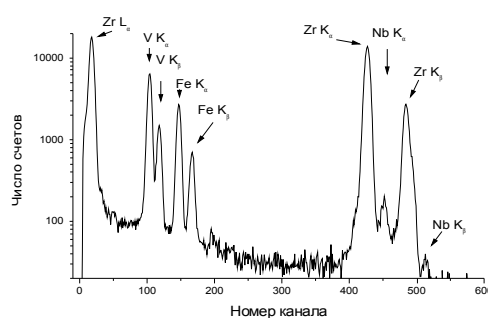


Рис.2. Характерный спектр PIXE от образца покрытия, энергия протонов 1,7МэВ. Расстояние от центра ленты 10 мм

На рис.3 приведен характерный спектр PIXE от образца покрытия, взятого на расстоянии 30 мм от центра ленты.

В спектре кроме линий циркония, железа, ванадия и ниобия наблюдаются линии никеля. Толщина покрытия в точке анализа приближается к величине глубины анализа методом PIXE.

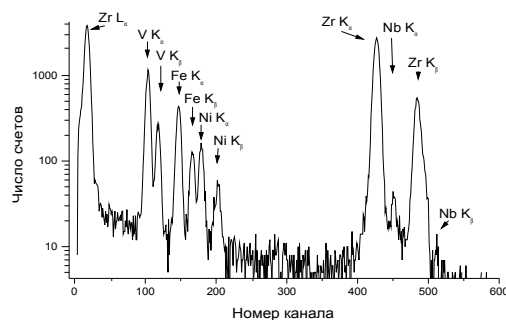


Рис.3. Характерный спектр от образца покрытия, энергия протонов 1,7МэВ. Расстояние от центра ленты 30 мм

На рис.4 характерный спектр PIXE от образца покрытия, взятого на расстоянии 50 мм от центра ленты.

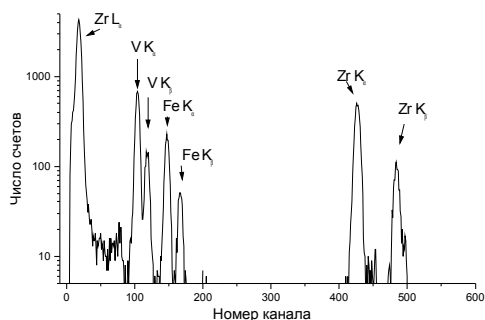


Рис.4. Характерный спектр PIXE от образца покрытия, энергия протонов 1 МэВ. Расстояние от центра ленты 50 мм

В этом спектре не наблюдаются линии никеля, так как глубина анализа меньше толщины покрытия.

Состав напылённой пленки NEG №3 исследовался также методом обратного резерфордского рассеяния ионов гелия с энергией 1,7 МэВ. Результаты приведены на рис.5.

Измеренный спектр рассеянных ионов He представлен совместно с теоретической кривой, изобравлённой сплошной линией.

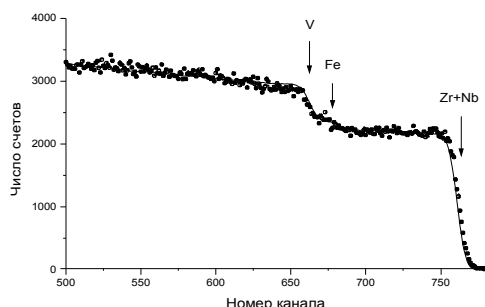


Рис.5. Энергия ионов гелия 1,7МэВ. Точки – экспериментальный спектр. Сплошная линия – теоретическая кривая

Результаты исследования химического состава методами PIXE и RBS приведены в табл.1 и 2.

Таблица 1

Данные PIXE анализа

Образец, элемент	V, мас.%	Fe, мас.%	Zr, мас.%	Nb, мас.%
10 мм	22±1,5	5,7±0,3	72±3,5	0,5±0,15
30 мм	21±1,5	5,5±0,3	73±3,5	0,5±0,15
50 мм	19±1,5	4,7±0,3	76±3,5	0,5±0,15
70 мм	20±1,5	5,2±0,3	75±3,5	0,1±0,06

Таблица 2

Данные RBS анализа

Элемент, образец	V, мас.%	Fe, мас.%	Zr, мас.%
10 мм	25±2	6±1,3	70±2

Результаты RBS и PIXE анализов в пределах ошибок хорошо согласуются между собой.

Были проведены также исследования покрытия из сплава NEG №3 на электронном микроскопе JEM 100CX [11]. Измерения осуществлялись при энергии электронного пучка 100 кэВ. Получены следующие результаты: размер зерна ~ 2 мкм, минимальный размер капель ~0,1 мкм, максимальный размер капель ~6 мкм, структура неоднородна.

С помощью анализатора LINK методом характеристического рентгеновского излучения был измерен химический состав покрытия из NEG №3. Результаты приведены в табл. 3.

Полученные данные по химическому составу на электронном микроскопе хорошо согласуются с данными, полученными методом PIXE и RBS.

Таблица 3

Данные LINK анализатора

Элемент, образец	V, мас.%	Fe, мас.%	Zr, мас.%	Nb, мас.%
5 мм	21,5±2	5,5±0,3	71,5±3	0,3±0,15
10 мм	20,2±2	5,46±0,3	72,5±3	0,3±0,15
20 мм	18,7±2	5,0±0,3	76,4±3	0,45±0,2
25 мм	20,4±2	5,4±0,3	74±3	0,2±0,06

В спектрах RBS протонов с энергией 1,7 МэВ не наблюдалась П-образная ступенька, характерная для спектров рассеяния на пленке конечной толщины, поэтому можно заключить, что толщина покрытия была больше половины пробега протонов в веществе покрытия, т.е. больше 7 мг/см² (если предположить, что плотность вещества равна 5 г/см³, то это соответствует 14 мкм). Следовательно, толщина покрытия ~ 10 мкм.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработаны методика получения сплава геттероспособного материала Zr (75 мас.%), V (19,6 мас.%), Fe (5,4 мас.%) и плазменный метод нанесения этого сплава на тонкие металлические подложки (методом КИБ).

Исследованы его элементный состав и основные свойства. Начаты исследования геттерных свойств полученного сплава: температура активации, скорость откачки различных газов, предельно достижимый вакуум и т.д.

ЛИТЕРАТУРА

- 1.В.Г. Падалка, Г.Н. Гутник. Метод КИБ и установки "Булат" (итоги и перспективы). М.: «ЦНИИатоминформ», 1986.
- 2.G.M. Lafferty. Foundation of Vacuum Science and Technology //Gohn Wiley & Sons, Inc, New York, 1998.
- 3.Н.С. Hseuh, С. Lanni. Brookhaven Nathinal Laboratory, Upton, New York 11973 //J.Vac.Sci.Technol. А. 1983, v. 1 (2) p. 1283–1287.

- 4.T.A. Giorgi, Ipn I. // *Appl. Phys. Suppl.* 1974, v. 2, p. 1–53.
- 5.P. Della Porta, T.A. Giorgi, S. Origlio and F. Ricca // *Trans. of the 8th Nat. Vac. Symp. on Fusion Technology* (Pergamon, New York, 1962) p. 229.
- 6.D. Ferrario, A. Barosi, M. Borghi and T.A. Giorgi // *Proc. of the 9th Symp. on Fusion Technology* (Pergamon, New York, 1976) p. 51.
- 7.C. Benvenuti // *Nucl. Instrum. Methods.* 1983, v. 205, p. 391.
- 8.C. Benvenuti and P. Chiggiato // *Vacuum.* 1993, v. 44, p. 511.
- 9.C. Benvenuti, P. Chiggiato, F. Cicoira and Y. L'Aminot // *J.Vac.Sci.Technol. A* .1998, v. 16(1), p. 48.
- 10.C. Benvenuti, P. Chiggiato, F. Cicoira and V. Ruzimov // *Vacuum.* 1998, v. 50(1-2), p. 57.
- 11.П.С. Гвоздовер и Л.Ф. Комоловой. *Растровая электронная микроскопия и рентгеновский анализ* /Перевод с английского /Под ред. канд. физ-мат. наук В.И. Петрова. В 2-х т. М: "Мир", 1984.
- 12.В.Н. Бондаренко, Л.С. Глазунов, А.В. Гончаров., А.В. Заяц, В.Я. Колот, В.В. Кузьменко, В.В. Левенец, А.П. Омельник, В.М. Пистряк, В.И. Сухоставец, А.А. Щур. Аналитическая установка для ядерно-физических методов анализа // *Научные ведомости*. Белгородский госуниверситет, серия «Физика», 2001, №2(15), с. 86–92.

ОДЕРЖАННЯ І ДОСЛІДЖЕННЯ СКЛАДУ НЕРОЗПИЛЮЮЧОГО ГЕТЕРА НА ОСНОВІ СПЛАВУ ЦИРКОНІЮ, ВАНАДІЮ І ЗАЛІЗА

В.М. Ажажа, В.В. Брик, Н.В. Гончаров, В.Г. Гревцев, Т.Г. Емлянинова, І.І. Карнаухов

Розроблено технологію здобуття нерозпилюючого гетерного матеріалу та дослідження його властивостей. Методом дугової плавки в середовищі очищеного аргону виготовлено сплав з компонентів попередньо очищених металів Zr, V, Fe і Nb для використання його в якості нерозпилюючого гетера (NEG). Для досягнення однорідності хімічного складу сплав піддавався подвійному переплаву. Для нанесення тонкого шару сплаву на підкладку використовувався вакуумно-плазменний метод формування покриттів (метод КІБ), розроблений у ННЦ ХФТІ [1]. Досліджено структуру і мікротвердість покриття, хімічний його склад методами спектрометрії зворотнього резерфордовського розсіювання протонів та іонів гелію і спектрометрії рентгенівського характеристичного випромінювання, порушеного протонами [2]. Досліджувався сплав, який містить основні елементи 74,25 Zr, 19,4 V, 4,86 Fe та 1,49 мас.% Nb.

DEVELOPMENT AND RESEARCH OF NOT EVAPORATED GETTER ALLOY BASED ON Zr, V AND Fe

V.M. Azhaza, V.V. Bryk, N.V. Goncharov, V.G. Grevzev, T.G. Yemlyaninova, I.I. Karnaukhov

The technology of production not evaporated getter material is developed and its properties are investigated. The method arc meltiness in cleared Ar makes an alloy of components previously of cleared metals Zr, V, Fe and Nb for use it as not evaporated getter (NEG). For achievement of uniformity of chemical structure the alloy was exposed double meltiness. For deposition a thin layer of an alloy on a substrate the vacuum-plasma method of formation of coverings was used, developed in NSC KIPT [1]. The structure and microhardness of a covering is investigated, its chemical structure by methods rutherford back scattering protons and ions gelium and spectroscopy of x-ray characteristic radiation raised by protons [2]. The alloy containing basic elements (of % of weights) 74,25 Zr, 19,4 V, 4,86 Fe and 1,49 Nb was investigated.