

非蒸散型吸气剂泵(NEG)对 N_2 气的抽气特性研究

陈千睿^{1,2} 魏萌萌^{1,2} 卢耀文^{1,2*} 杨传森^{1,2} 丁双^{1,2} 闫睿^{1,3} 杨振^{1,2} 康朋伟^{1,2} 陈又琦^{1,2}

(1. 北京市真空计量检测工程技术研究中心 北京 100029; 2. 北京东方计量测试研究所 北京 100029;

3. 杭州中真科技有限公司 杭州 310000)

Pumping Characteristics of N_2 by Non-Evaporable Getter Pumps

CHEN Qianrui^{1,2}, WEI Mengmeng^{1,2}, LU Yaowen^{1,2*}, YANG Chuansen^{1,2}, DING Shuang^{1,2},
YAN Rui^{1,3}, YANG Zhen^{1,2}, KANG Pengwei^{1,2}, CHEN Youqi^{1,2}

(1. Beijing Engineering Technology Research Center of Vacuum Measurement and Test, Beijing 100029, China; 2. Beijing Orient Institute of Measurement and Test, Beijing 100029, China; 3. Hangzhou Zhongzhen Technology Co., Ltd, Hangzhou 310000, China)

Abstract Non-evaporable getter pump (NEG) is a vacuum pump made of the sorption characteristics of transition group metal materials, which is used for obtaining ultra-high/extremely high vacuum environments and gas purification. In this paper, a performance test system for getter pump is developed, the pumping characteristics of non-evaporable getter pump for N_2 gas are studied, and the factors affecting the pumping performance are analyzed. The developed system adopts the standard flow method to test the pumping speed, and provides $(10^{-5} \sim 10^{-8}) \text{ Pam}^3/\text{s}$ standard gas flow rate by constant conductance flowmeter, which can achieve pumping speed test under the gas pressure of $(10^{-2} \sim 10^{-5}) \text{ Pa}$ obtained in the test chamber. The experimental results show that the NEG pump is in the best pumping state after activation, and when the pumping speed decreases, it can be placed under ultra-high vacuum conditions for a period of time to restore the pumping speed to the initial state, but the overall pumping performance of the pump changes to a certain extent. When the pump continuously pumps, the pumping speed gradually decreases with the increase of sorbed quantity, and decreases with the increase of test chamber pressure.

Keywords Non-evaporable getter, Pumping speed, Activation, Standard gas flow

摘要 非蒸散型吸气剂泵(NEG)是采用过渡族金属材料的吸气特性制作成的真空泵,用于超高/极高真空环境的获得及气体的纯化等方面。本文研制出吸气剂泵性能测试系统,研究了非蒸散型吸气剂泵对 N_2 气的抽气特性,分析了影响抽气性能的因素。研制的系统采用标准流量抽速测试方法,采用固定流导法流量计提供 $(10^{-5} \sim 10^{-8}) \text{ Pam}^3/\text{s}$ 的标准气体流量,可在测试罩内获得 $(10^{-2} \sim 10^{-5}) \text{ Pa}$ 的气体压力下实现抽速测试。实验结果表明,NEG 泵激活后处于最佳抽气状态,当抽速下降之后可在超高真空条件下放置一段时间将抽速恢复至初始状态,但泵的整体抽气性能发生一定变化;当泵连续抽气时,抽速随着吸气量的增大而逐渐减小,随着泵抽气压力的增大而减小。

关键词 非蒸散型吸气剂泵 抽速 激活 标准气体流量

中图分类号: TB771

文献标识码: A

doi: 10.13922/j.cnki.cjvst.202212010

非蒸散型吸气剂(Non-evaporable getter, NEG)利用过渡族金属元素合金对活性气体的吸附特性,实现抽气功能。采用 NEG 材料制作的泵在高能物理、半导体、精密仪器、电子器件等超高/极高各领域具有广泛的应用价值^[1-10], NEG 泵是获得超高/极

高真空环境的重要工具之一^[1]。NEG 泵的特点是对 H_2 气及同位素气体的抽速很大,对 N_2 气、 CO 、 O_2 气、 H_2O 等活性气体有一定的抽速^[11-12],但对惰性气体的抽速为零,这种特性也使 NEG 泵应用于高纯气体纯化过程。国际上开展的相关研究表

收稿日期: 2022-12-08

基金项目: 北京市科技新星项目 (2022115); 中关村科技园概念验证项目 (20210421075)

* 联系人: E-mail: gsluyw@163.com

明^[13-17], 在 NEG 泵抽气达到饱和之前, 它对 H_2 气的抽速基本保持不变, 但对 N_2 、 CO 、 O_2 、 H_2O 等活性气体的抽气行为比较复杂, 与抽气过程及所处的抽气压力条件等相关, 为此在不同的压力和连续抽气时间条件下, 出现不同的抽速。关于 NEG 泵对 N_2 气的抽气特性国内外开展的研究工作较少, 但真空计量中常用 NEG 泵作为超高/极高真空获得的抽气工具, 为此研究 NEG 泵对 N_2 气的抽气特性, 对真空计量设备的设计和应用具有一定的参考价值。

1 吸气剂泵性能测试系统

设计的测试系统原理结构如图 1 所示^[18], 主要由测试罩模块、标准气体流量计等部分组成。

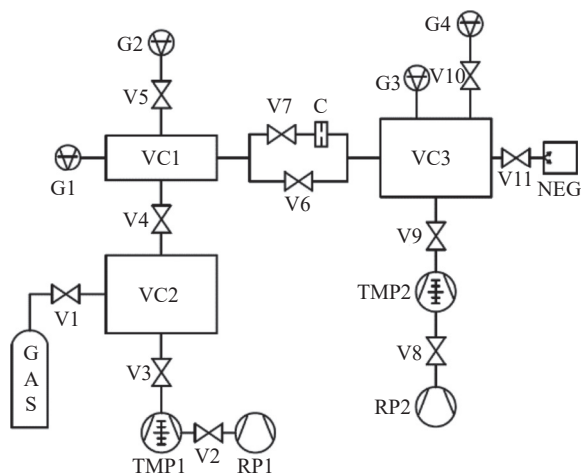


图1 测试系统原理结构示意图

Fig. 1 The schematic of the test system

测试罩模块主要由测试罩 VC3、阀门 V9-V11、真空计 G3 和 G4、机械泵 RP2、分子泵 TMP2 和阀门 V8 等及待测 NEG 泵等组成, 其外观如图 2 所示。

G3 为全量程真空计, 用于监测 VC3 中的真空

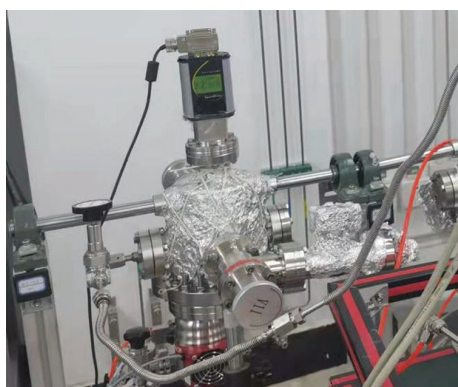


图2 测试罩模块外观图

Fig. 2 Photo of the test chamber

度, 其测量范围为 $(10^5 \sim 10^9)$ Pa。G4 为副参考标准真空计, 用于测量标准气体流量引入 VC3 后的气体压力大小, 其测量范围为 $(10^{-1} \sim 10^{-9})$ Pa。

标准气体流量计^[19-23]主要由稳压室 VC1 和 VC2、供气气源 GAS、电容薄膜真空计 G1 和 G2、流导元件 C、阀门 V1-V7、机械泵 RP1、分子泵 TMP1 等组成, 其外观如图 3 所示。



图3 标准气体流量计外观图

Fig. 3 Photo of the standard flowmeter

设计的气体流量计可提供 $(10^{-5} \sim 10^{-8})$ Pam^3/s 范围的标准气体流量, 为此系统可实现 $(1 \sim 80)$ L/s 范围的抽速测试。

抽速测试原理是: 通过流导元件 C 将标准气体流量引入 VC3 中, 在切断除待测 NEG 泵之外的所有抽气路径后, 在 VC3 中气体压力稳定后, 记录 G4 的测量数值, 通过式(1)计算得到抽速为

$$S = \frac{Q}{p_g} \quad (1)$$

式(1)中, S 为抽速, 单位为 m^3/s ; Q 为标准气体流量, 单位为 Pam^3/s ; p_g 为 VC3 中的气体压力, 单位为 Pa。

另外, 基于固定流导法原理的标准气体流量^[18] Q 的计算公式为

$$Q = (p_m - p_g)f \quad (2)$$

在式(2)中, f 为流导元件 C 的分子流导值, 单位为 m^3/s ; p_m 为流导元件入口处气体压力, 单位为 Pa; p_g 为流导元件出口压力, 单位为 Pa。

一般情况下, 由于 $p_m \gg p_g$, 式(2)简化为

$$Q = p_m f \quad (3)$$

NEG 泵在一定时间内的吸气量为

$$Q = \int_0^t (p_m - p_g) f dt \quad (4)$$

在式(4)中, t 为 NEG 泵的连续抽气时间, 单位为 s, Q 为 NEG 泵在时间段 t 内的吸气量, 单位为 Pam³。

2 NEG 泵对 N₂ 气的抽气性能试验

2.1 NEG 泵对 N₂ 气的抽速实验结果

在实验开始前, 对被测 NEG 泵进行激活。实验在 VC3 中引入不同压力的 N₂ 气, 通过四组实验过程开展研究, 每组实验结束后, 均没有对 NEG 泵进行激活, 而是将 NEG 泵放置在超高真空条件下 24 h 后继续实验, 其结果如图 4 所示。

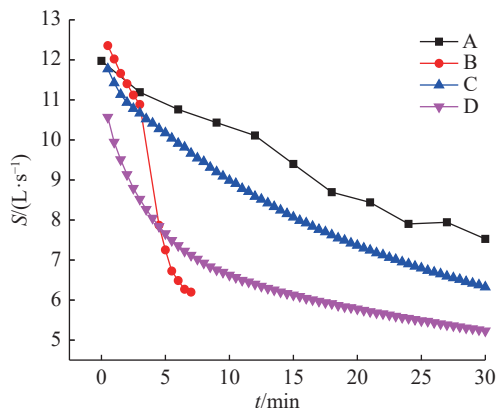


图4 NEG 泵对 N₂ 气的抽速测试结果

Fig. 4 The test results of pumping speed of NEG pump for N₂ gas

第一组实验(A)是对 VC3 连续抽气且真空度小于 1×10^{-5} Pa 后, 通过流量计向 VC3 中引入气体流量, G4 的指示值稳定后记录 VC3 中的压力值, 测试过程是每隔 3 min 向 VC3 中增大气体流量, G4 的指示值从 2.6×10^{-5} Pa 逐步增加到 1.0×10^{-3} Pa, 随着 VC3 中气体压力的增大, 被检测泵的抽速从 12 L/s 逐渐减小到 7.5 L/s, 抽速减小了 38%。

第二组实验(B)是对 VC3 连续抽气且真空度小于 1×10^{-5} Pa 后, 向 VC3 中引入气体流量, G4 的指示值为 2.7×10^{-5} Pa, 此时测量获得泵的抽速为 12 L/s, 3 min 之后向 VC3 中快速引入较大的气体流量, 此时 G4 的指示值在 30 s 内下降到 1.8×10^{-3} Pa, 抽速减小到 7.9 L/s, 并在该压力下持续 3 min, 测得泵的抽速为 6.2 L/s, 抽速减小了 48%。

第三组实验(C)是对 VC3 连续抽气且真空度小于 1×10^{-5} Pa 后, 向 VC3 中引入气体流量并且稳定, G4 的指示值为 2.9×10^{-5} Pa, 此时泵的抽速为 12 L/s; 保持引入 VC3 中的气体流量不变, 30 min 后 G4 的指示值为 5.0×10^{-5} Pa, 得到泵的抽速由 12 L/s 减小到 6.5 L/s, 抽速减小了 46%。

第四组实验(D)是对 VC3 中连续抽气且真空度小于 1×10^{-5} Pa 后, 向 VC3 中引入气体流量并且稳定, G4 的指示值为 2.9×10^{-4} Pa, 计算得到泵的抽速为 12 L/s, 保持引入 VC3 中的气体流量不变, 30 min 后 G4 的指示值为 5.8×10^{-4} Pa, 计算得到泵的抽速由 12 L/s 减小到 5.3 L/s, 抽速减小了 56%。

实验结果可以得出: (1) NEG 泵抽速均随着抽气时间的持续而出现下降趋势, 测试罩内气体压力越大则抽速衰减越快, 尤其当测试罩内气体压力急剧增大至 10^{-3} Pa 后, NEG 泵的抽速在短时间内迅速递减 48%; (2) 当测试罩内气体压力小于 10^{-3} Pa 时, 抽速随着抽气时间的积累缓慢下降, 将 NEG 泵放置在相同的超高真空状态 24 h 后开始抽气, 抽速的变化与泵的吸气量和时间的累积相关, 相同时间段内的吸气量越大抽速下降的越快, 引入测试罩内的同一气体流量下, 时间越长抽速下降越大; (3) A 组实验结果表明测试罩内处于 10^{-4} Pa ~ 10^{-3} Pa 的压力条件下, NEG 泵的抽速大于 B 和 C 实验测得抽速, 主要原因是 A 实验是在 NEG 泵激活之后初次抽气, 此时泵处于最大抽气量和最大抽速状态, 而其它实验过程(B、C、D)是对 NEG 泵放置在超高真空条件下一段时间, 通过自身来逐渐恢复泵的抽气性能, 因此泵从激活之后累积的抽气量对 N₂ 气抽速有一定影响。根据上述实验结果, NEG 泵随着抽气时间的累积和抽气量的增加, 其抽速下降的这一现象, 主要原因由泵的抽气物理特性和结构所致。对于刚激活完的 NEG 泵, 其新鲜表面覆盖的气体分子比较少, 并且吸附材料的内部处于最大吸附状态, 为此泵表面内部能迅速吸附大量的气体分子, 随着表面气体分子吸附数量的增多, 吸附能力开始逐渐下降, 引起泵的抽速下降, 一部分泵表面吸附的气体分子不断向内部扩散, 由于向内扩散的速率小于表面吸附速率, 导致一部分气体分子在泵表面累积并逐渐增多, 这样致使泵表面的吸附空位逐渐减少, 从而引起 NEG 泵的抽速下降。NEG 泵新鲜表面保持抽速不变的过程如图 5(a) 所示, 泵的表面

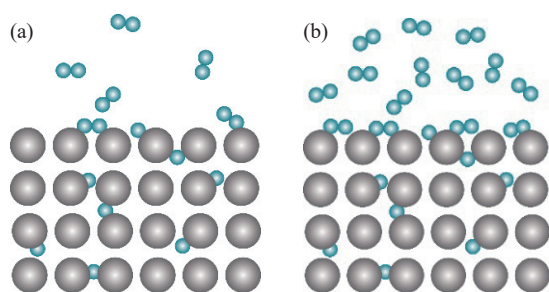


图5 NEG 泵的吸气原理示意图。(a) 新鲜表面状态, (b) 抽速下降时表面状态

Fig. 5 The schematic diagram of adsorption principle of NEG pump. (a) Fresh surface, (b) surface when pumping speed decreases

吸附气体速度大于向内部扩散的过程如图5(b)所示。

2.2 NEG 泵吸气量对 N_2 气抽速的影响

为了验证 NEG 泵抽气并获得明显的抽速下降后, 在超高真空条件下放置一段时间促使恢复抽气能力, 本文 2.1 节的实验根据式(4)计算得到的泵的吸气量对抽速的影响如图6所示。

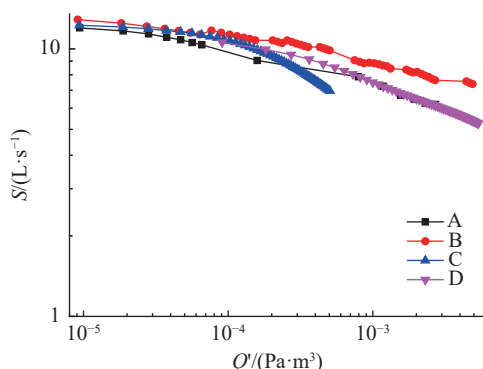


图6 NEG 泵吸气量对 N_2 气抽速的影响

Fig. 6 The influence of the sorbed quantity of NEG pump pumping speed for N_2

由图6的实验结果可知, 在 NEG 泵每次获得初始抽速后, 起初抽速随着吸气量的变化不大, 当吸气量达到一定量之后, 抽速随着泵吸气量的增加呈下降趋势。四组数据是在不同压力下的实验结果, 当在 NEG 泵吸气量相同处, 尽管引入气体量的连续抽气时间不相同, 但 NEG 泵的抽速比较接近, 例如在吸气量为 $1.6 \times 10^{-4} \text{ Pa} \cdot \text{m}^3$ 时, 四次实验获得的抽速分别为 10.7、9.0、9.9、9.9 L/s, 其相对实验偏差不超过 10%, 说明 NEG 泵的抽速受吸气量的影响非常大。A 组实验数据较其它相比, 当泵吸附了与

其它三组实验相同的气体时, 测量获得的抽速相对较大, 其主要原因是 NEG 泵首次实验前进行了激活, 使泵处于良好的初始抽气状态, 在其它几组实验中由于泵是在超高真空条件下放置一段时间恢复抽气能力, 与激活后的抽气能力存在一定差距。

NEG 泵的吸气量对 N_2 气抽速的影响实验可以看出, 其主要原因与 2.1 节所述物理过程基本相同。本文选取测试罩内处于 $10^{-5} \text{ Pa} \sim 10^{-3} \text{ Pa}$ 条件下的抽速性能测试实验, 是为了更好获得抽速与压力及吸气量的影响关系, 如果实验的压力低于 10^{-5} Pa 获得抽速变化的时间较长。为此, 根据实验结果可以推断出 NEG 泵适用于超高/极高真空真空抽气手段, 超高/极高真空环境下通过激活后的泵能够保持稳定抽速的时间比较长; 在真空计量中应用的 NEG 泵, 在泵处于高真空环境抽气时, 对 N_2 气的抽速将很快下降, 在计量装置设计和测量过程中需考虑这一点。

3 结论

为了研究 NEG 泵对 N_2 气的抽气特性, 本文研制出基于标准流量测试抽速的测试系统, 采用固定流导法流量计提供 $(10^{-5} \sim 10^{-8}) \text{ Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 的标准气体流量, 在测试罩内获得 $(10^{-2} \sim 10^{-5}) \text{ Pa}$ 的气体压力下进行了实验。实验结果表明: (1) 影响 NEG 泵对于 N_2 气抽速的最主要因素是 NEG 泵的吸气量, 随着吸气量的增大泵的抽速逐渐下降; (2) NEG 泵对于 N_2 气的抽速受工作压力的影响, 抽气的气体压力越大抽速下降越快; (3) 对于同一台 NEG 泵, 激活之后的抽气能力大于放置一段时间恢复初始抽速之后的抽气能力。

参考文献

- [1] Li D, Cheng Y. Applications of non evaporable getter pump in vacuum metrology[J]. Vacuum, 2011, 85(7): 739-743
- [2] Chuntunov K, Setina J. Reactive getters for MEMS applications[J]. Vacuum, 2016, 123: 42-48
- [3] Yang H, Dai J, Lin C. Application of getter pump in passive hydrogen maser device[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2012, 32(04): 337-340 (杨浩, 戴家瑜, 林传富. 被动型氢原子钟吸气剂泵的应用研究[J]. 真空科学与技术学报, 2012, 32(04): 337-340(in chinese))

- [4] Cecchi J L. Impurity control in TFTR[J]. Journal of Nuclear Materials, 1980, 93-94(1): 28-43
- [5] Feng T, Chen L, Zhu J, et al. Research status and development of ZrVFe getter[J]. Vacuum and Cryogenics, 2017, 023(001): 7-12 (冯天佑, 陈联, 朱建炳, 等. 锆钒铁吸气剂的研究现状及进展[J]. 真空与低温, 2017, 023(001): 7-12(in chinese))
- [6] 葛晓琴. 低激活温度的非蒸散型吸气剂薄膜在大型粒子加速器中的应用研究[D]. 合肥: 中国科学技术大学, 2021
- [7] Motojima G, Murase T, Shoji M, et al. New installation of in-vessel Non Evaporable Getter pumps for the divertor pump in the LHD[J]. Fusion Engineering and Design, 2019, 143(JUN.): 226-232
- [8] Br A, Sc A, Fd A, et al. Non-evaporable getter pump operations in the TCV tokamak[J]. Fusion Engineering and Design, 165
- [9] Siviero F, Caruso L, Mura M, et al. Robustness of ZAO based NEG pump solutions for fusion applications[J]. Fusion Engineering and Design, 2021, 166(1): 112306
- [10] Marek Grabski, Eshraq Al-Dmour. Commissioning and operation status of the MAX IV 3GeV storage ring vacuum system[J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2021
- [11] 王欲知, 陈旭. 真空技术[M]. 第2版. 北京: 北京航空航天大学出版社, 2007
- [12] Chen L, Jiang D. Pumping characteristics of mixed gases with non-evaporation getter[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2004(03): 68-72 (陈丽萍, 蒋迪奎. 非蒸散型吸气剂对混合气体的抽气行为研究[J]. 真空科学与技术学报, 2004(03): 68-72(in chinese))
- [13] Audi M, Dolcino L, Doni F, et al. A new ultrahigh vacuum combination pump[J]. Journal of Vacuum Science & Technology A Vacuum Surfaces & Films, 1998, 5(4): 2587-2590
- [14] Erjavec B, Setina J. Investigations of a method for determining pumping speed and sorption capacity of nonevaporable getters based on in situ calibrated throughput[J]. Journal of Vacuum Science & Technology A Vacuum Surfaces & Films, 2011, 29(5): 051602-051602-10
- [15] Siviero F, Caruso L, Porcelli T, et al. Characterization of ZAO® sintered getter material for use in fusion applications[J]. Fusion Engineering and Design, 2019(146): 1729-1732
- [16] Yoshida H. Testing of non-evaporable getter pills for standardization of their pumping performance testing method[J]. Vacuum, 2022(197-): 197
- [17] 张烁. 钛/锆基非蒸散型吸气剂选择性吸气性能研究[D]. 北京有色金属研究总院, 2021
- [18] GB/T 25497-2010. 吸气剂气体吸放性能测试方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2010
- [19] Lu Y, Wu D, Chen C, et al. Novel standard gas flowmeter covering ($10^{-1} \sim 10^{-10}$) $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ range: an instrumentation study[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2020, 40(07): 674-678 (卢耀文, 吴端, 陈春, 等. 一种($10^{-1} \sim 10^{-10}$) $\text{Pa} \cdot \text{m}^3/\text{s}$ 标准气体流量计的设计[J]. 真空科学与技术学报, 2020, 40(07): 674-678(in chinese))
- [20] Li D, Guo M, Ge M, et al. Calibration of Ultra-Low Leak Rate with Constant Conductance Technique[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2006, 26(5): 358-362 (李得天, 郭美如, 葛敏, 等. 固定流导法真空漏孔校准装置[J]. 真空科学与技术学报, 2006, 26(5): 358-362(in chinese))
- [21] Lu Y, Chen X, Li D, et al. Novel type of portable vacuum leak calibrator apparatus[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2013, 33(5): 462-467 (卢耀文, 陈旭, 李得天, 等. 便携式真空计校准装置[J]. 真空科学与技术学报, 2013, 33(5): 462-467(in chinese))
- [22] Lu Y, Qi J, Chen X, et al. A novel type of pressure leak calibration apparatus in constant volume method[J]. Chinese Journal of Vacuum Science and Technology, 2014, 34(06): 579-584 (卢耀文, 齐京, 陈旭, 等. 定容法正压漏孔校准装置[J]. 真空科学与技术学报, 2014, 34(06): 579-584(in chinese))
- [23] Xu chen, Tianbin Huang, Ligong Wang et al. Ultrasensitive leak detection during ultrahigh vacuum evacuation by quadrupole mass spectrometer[J]. J Vac Sci Technol A, 2006, 24(1): 91-94