

Периодическая геттерная очистка внутриприборной газовой среды

06, июнь 2014

DOI: 10.7463/0614.0715485

профессор Матвеев В. А.¹, профессор, д.т.н. Басараб М. А.¹, Лунин Б. С.²,
Захарян Р. А.³, Чуманкин Е. А.⁴

УДК 665.939.5

¹Россия, МГТУ им. Н.Э. Баумана

²МГУ им. М.В. Ломоносова

³Институт общей физики РАН, Тарусский филиал

⁴ОАО "АНПП "Темп-Авиа"

nika@bmstu.ru

bmic@mail.ru

luninboris@yandex.ru

razleib@yandex.ru

che54@mail.ru

Введение

В последние годы получили широкое развитие новые типы электронно-механических приборов, предназначенные для работы в качестве датчиков угловых перемещений и скоростей. Все они, как правило, содержат механические резонаторы различных типов, колебания которых чувствительны к вращательному движению. Достижение стабильных и высоких характеристик таких приборов требует поддержания в них внутриприборного вакуума на уровне $1\dots10^{-4}$ Па. В технологии сборки таких приборов часто используют клеи и герметики – они позволяют просто и надежно соединять детали из различных материалов и исключают риск их термического или механического повреждения, но вместе с тем kleевые швы обладают значительным газовыделением, ухудшающим внутриприборный вакуум. Хотя сегодня мировая индустрия выпускает большое число kleев различных типов с малым газовыделением (см. например, базу данных NASA [1]), проблема обеспечения вакуума в приборах с внутренними kleевыми соединениями остается до конца нерешенной. В литературе имеются данные, характеризующие газовыделение из некоторых термостойких kleев [2-7], которые показывают, что даже небольшое остаточное газовыделение существенно ухудшает внутриприборный вакуум. Диаграмма,

рассчитанная по данным [6,7] и представленная на рис.1, показывает состав и парциальное давление газовых компонент при комнатной температуре внутри прибора, содержащего kleевые соединения (клей EPO-TEK H74UNF), через 10 лет его эксплуатации. В расчете площадь kleевых швов составляет $S=1 \text{ мм}^2$, внутренний объем прибора $V=100 \text{ см}^3$, удельные скорости газовыделения равны [3]: $v(\text{H}_2\text{O})=6.9 \cdot 10^{-6} \text{ Па}\cdot\text{м}/\text{с}$; $v(\text{CO}_2)=8.9 \cdot 10^{-8} \text{ Па}\cdot\text{м}/\text{с}$; $v(\text{CO})=1.7 \cdot 10^{-7} \text{ Па}\cdot\text{м}/\text{с}$; $v(\text{C}_x\text{H}_y)=10^{-6} \text{ Па}\cdot\text{м}/\text{с}$; $v(\text{H}_2)=1.2 \cdot 10^{-6} \text{ Па}\cdot\text{м}/\text{с}$; $v(\text{O}_2)=1.3 \cdot 10^{-10} \text{ Па}\cdot\text{м}/\text{с}$; $v(\text{HF})=1.4 \cdot 10^{-8} \text{ Па}\cdot\text{м}/\text{с}$. Как видно из диаграммы, в течение 10 лет после изготовления общее давление внутри такого прибора возрастет до $\sim 30 \text{ Па}$, что неизбежно приведет к потере его работоспособности.

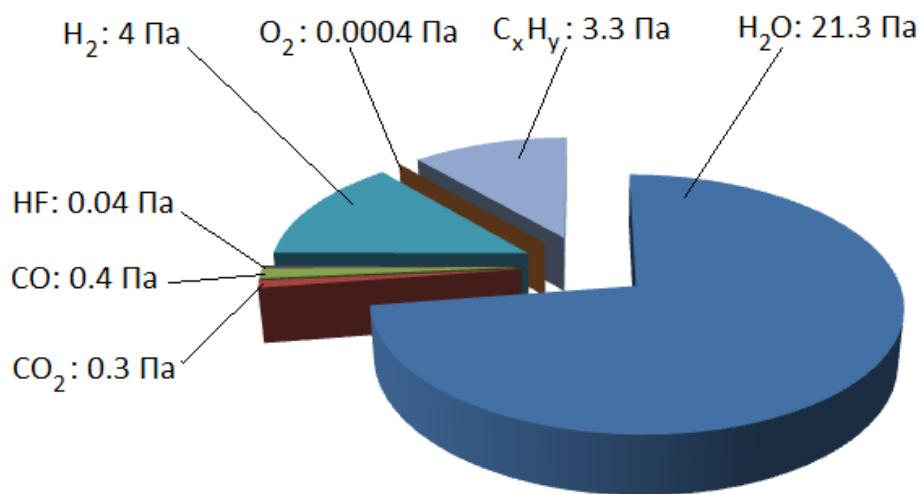


Рис.1. Парциальное давление газовых компонент внутри прибора, содержащего kleевые соединения через 10 лет его эксплуатации

Для обеспечения необходимого вакуума в подобных случаях используют встроенные газопоглотители (геттеры). Геттеры представляют собой высоковакуумные насосы, основанные на высокой сорбционной способности ряда металлов (Ti, Zr, Cd, Nb, Ta, Th, Ва и др.). Сорбированные молекулы образуют в поверхностной зоне твердые растворы, при этом высокая сорбционная емкость достигается за счет высокой удельной поверхности геттерного материала. Хотя в литературе описано большое количество разнообразных геттеров, все они проявляют сорбционные свойства в нормальных условиях лишь в отношении активных газов (O_2 , CO, CO_2 , N_2 , H_2O , H_2), практически не поглощая углеводороды [8-13].

Эта особенность свойств геттеров приводит к тому, что их установка в вакуумные приборы позволяет поглощать во внутреннем объеме все летучие компоненты, за исключением углеводородов C_xH_y , которые и будут образовывать остаточную внутриприборную атмосферу. В рассматриваемом примере парциальное давление углеводородов возрастает практически линейно со временем и достигает величины 3.3 Па спустя 10 лет после сборки прибора. Как показано в [7] длительное обезгаживание (6 суток) при повышенной температуре (200°C) позволяет резко уменьшить выделение углеводородов из kleевых швов и

таким образом обеспечить длительную работоспособность вакуумных приборов с внутренними kleевыми соединениями. Недостатком этого способа является достаточно высокая длительность и трудоемкость процедуры обезгаживания, ведущая к увеличению себестоимости изделия.

Цель работы

Цель настоящей работы состояла в рассмотрении возможности улучшения вакуума в отпаянных приборов за счет особенностей работы геттеров.

Результаты и обсуждение

Известно, что активность геттерных материалов по отношению к углеводородам резко повышается при увеличении температуры. При разогреве большинства геттерных материалов до 450-500⁰C на их поверхности происходит пиролиз молекул углеводородов C_xH_y, адсорбция продуктов их термического распада на активных поверхностных центрах и образование твердых устойчивых соединений. Рассмотрим практические аспекты использования этой особенности геттеров. Технически это решается установкой в вакуумный прибор с внутренними kleевыми соединениями геттера с встроенным электроподогревателем, который позволяет проводить его активацию (а при необходимости и регенерацию), а также обеспечивает в режиме подогрева поглощение углеводородов. Примером такого газопоглотителя может служить ST171/LH1/4-7 с массой геттерного материала 235 мг, снабженный миниатюрным электрическим подогревателем, способным разогревать геттерную массу до 450-900⁰C в зависимости от тока подогревателя [15]. При нагреве геттера до 450-500⁰C углеводороды разрушаются и адсорбируются в течение нескольких минут. Время, в течение которого после этого внутри прибора поддерживается необходимый уровень вакуума P_D можно оценить по простой формуле

$$t = \frac{PV}{Sv_{CxHy}} . \quad (1)$$

Сделаем простые оценки. Пусть, например, в приборе с площадью внутренних kleевых швов S=1 мм² и внутренним объемом V=100 см³ максимально допустимое давление газа не должно превышать P_D=10⁻² Па. Тогда, при v_{CxHy}=10⁻⁶ Па·м/с, согласно (1), период работоспособности изделия после очистки атмосферы составит t=10⁶ с (~11 суток). Это показывает, что после очистки внутренней атмосферы прибора от углеводородов путем подогрева геттера, прибор способен работать достаточно долгое время, даже если обезгаживание kleевых швов после сборки изделия не проводилось и газовыделение из внутренних kleевых швов достаточно велико. С другой стороны очевидно, что периодическое включение геттера не позволяет обеспечить постоянное многолетнее функционирование вакуумного прибора. Действительно, при постоянном поддержании вакуума таким способом, в рассматриваемом примере геттер необходимо включать на кратковременный подогрев с периодом 11 суток, что эквивалентно 33-34 включениям в год. Однако каждое

нагревание геттерного материала приводит к протеканию процессов его деструкции, в связи с чем производители геттеров ограничивают максимальное число его включений (обычно не более 100) после чего его нормальная работа не гарантируется. Отсюда следует, что в таком режиме работы рабочий ресурс прибора ограничивается максимальным числом включений геттера, в рассматриваемом примере он составит около трех лет, а в общем случае рабочий ресурс T вакуумного прибора может быть рассчитан по формуле

$$T = \frac{N_{\text{DV}}}{Sv_{CxH_2}}, \quad (2)$$

где N – максимально допустимое число включений геттера.

Вместе с тем на практике в ряде случаев разнообразные вакуумные электронно-механические приборы включаются сравнительно редко или даже однократно. Примером таких применений может служить, например, навигационное оборудование спасательных шлюпок, аварийных систем и т. п. В таких случаях нет необходимости постоянно поддерживать в приборе высокий вакуум, достаточно обеспечить его непосредственно перед включением прибора, приводя его тем самым в рабочее состояние. В этом случае периодический режим работы геттера позволяет, с одной стороны, обеспечить в приборе необходимый уровень вакуума, а с другой – существенно упростить производственную технологию за счет исключения длительной и трудоемкой процедуры обезгаживания kleевых швов.

Заключение

Периодическое включение геттера позволяет удалять из внутренней атмосферы вакуумного прибора основной остаточный газовый компонент – углеводороды и обеспечить на определенный интервал времени необходимый уровень вакуума. Это позволяет отказаться от трудоемкой операции обезгаживания внутренних kleевых швов для приборов, которые включаются сравнительно редко (менее N раз за время службы) или однократно. Необходимый уровень вакуума при этом обеспечивается кратковременным (несколько минут) включением геттера непосредственно перед использованием прибора.

Список литературы

1. Outgassing Data for Selecting Spacecraft Materials. Available at: <http://www.outgassing.nasa.gov>, accessed 01.05.2014.
2. Астахов П.А., Войтенко Л.И. Клей и компаунды на основе модифицированных эпоксидных смол // Клей. Герметики. Технологии. 2005. № 2. С. 12-15.
3. Лукина Н.Ф., Петрова А.П. Свойства и применение kleев в приборной технике // Клей. Герметики. Технологии. 2005. № 11. С. 11-15.
4. Харитонов Н.П., Веселов П.А., Кузинец А.С. Вакуумплотные композиционные материалы на основе полиорганосилоксанов. Л.: Наука, 1976. 196 с.

5. Gerlach A., Keller W., Schulz J., Schumacher K. Gas permeability of adhesives and their application for hermetic packaging of microcomponents // Microsystem Technologies. 2001. Vol. 7, iss. 1. P. 17-22. DOI: [10.1007/s005420000056](https://doi.org/10.1007/s005420000056)
6. Крейсберг В.А., Лунин Б.С., Захарян Р.А. Газовыделение в вакууме из некоторых термостойких kleев // Клеи. Герметики. Технологии. 2013. № 11. С. 11-14.
7. Матвеев В.А., Басараб М.А., Крейсберг В.А., Лунин Б.С., Захарян Р.А. Обеспечение вакуума в приборах с внутренними kleевыми соединениями // Вестник МГТУ им. Н.Э. Баумана. Сер. Приборостроение. 2014. № 4. (в печати).
8. Быков Д.В., Лясников В.Н., Филимонов С.А. Плазменные нераспыляемые газопоглотители в производстве изделий электронной техники // Обзоры по электронной технике. Сер. 7. Технология, организация производства и оборудование. 1989. Вып. 1(1423). С. 1-62.
9. Саксаганский Г.Л., Уколов С.И. Вакуумно-технологические характеристики нераспыляемых геттеров и средства откачки на их основе. М.: ЦИНТИхимнефтемаш, 1991. 56 с. (Сер. ХМ-6. Криогенное и вакуумное машиностроение. Обзорная информация).
10. Boffito C., Sartorio E. Un update of non-evaporable getters in electron tubes // VAKUUM-Technik. 1986. Vol. 35, no. 7. P. 212-217.
11. Ferrario B., Figini A., Borghi M. A new generation of porous non-evaporable getters // Vacuum. 1985. Vol. 35, no. 1. P.13-17. DOI: [10.1016/0042-207X\(85\)90070-3](https://doi.org/10.1016/0042-207X(85)90070-3)
12. Parcash S., Vijendran P. Sorption of Active Gases by Nonevaporable Getter // Vacuum. 1983. Vol. 33, no. 5. P. 295-299. DOI: [10.1016/0042-207X\(83\)90095-7](https://doi.org/10.1016/0042-207X(83)90095-7)
13. Verhoeven J., Doveren H. Interactions of residual gases with a barium getter film as measured by AES and XPS // J. Vac. Sci. Technol. 1982. Vol. 20, no.1. P. 64-74.
14. SAES Technical Product Reports // SAES group: website. Available at: <http://www.saesgetters.com>, accessed 01.05.2014.

SCIENCE and EDUCATION

EL № FS77 - 48211. №0421200025. ISSN 1994-0408

electronic scientific and technical journal

Periodical getter cleaning of the gas environment inside a device

06, June 2014

DOI: 10.7463/0614.0715485

V.A. Matveev¹, M.A.Basarab¹, B.S.Lunin², R.A. Zakharyan³,
E.A.Chumankin⁴

¹Bauman Moscow State Technical University, 105005, Moscow, Russian Federation

²Lomonosov Moscow State University, 119991, Moscow, Russian Federation

³Tarusa Branch of A. M. Prokhorov General Physics Institute, Russian Academy of Sciences,
249100, Tarusa, Russian Federation

⁴OAO "Arzamasskoe Nauchno-Proizvodstvennoe Predpriyatiye "Temp-Avia", 607220, Arzamas,
Russian Federation

nika@bmstu.ru

bmic@mail.ru

luninboris@yandex.ru

razleib@yandex.ru

che54@mail.ru

Introduction

Recent years have seen extensive development of new types of electro-mechanical devices, intended for use as sensors rotations and angular rates. They all tend to comprise any type of mechanical resonators which are sensitive to fluctuations in the rotational motion. Achievement of stable characteristics and high performance of these devices requires maintaining of the vacuum inside them at the level of $1\dots10^{-4}$ Pa. In the technology of assembly of such devices different adhesives and sealants are often used. They allow to connect easily and safely parts of different materials and eliminate the risk of thermal or mechanical damage, but at the same time adhesive joints have significant outgassing worsening vacuum inside the device. Although today's global industry produces a large number of different types of adhesives with low outgassing (see, for example, the NASA database [1]), the problem of providing vacuum in devices with internal adhesive joints remains unresolved until the end. The literature contains data describing the outgassing of some heat-resistant adhesives [2-7], which show that even small residual outgassing significantly worsens vacuum inside the device. The diagram (Fig. 1) evaluated according to the data presented in [6, 7] shows the composition and the partial pressure

of gas components at ambient temperature inside the device comprising the adhesive joints (adhesive EPO-TEK H74UNF), after 10 years of its operation. In computations, the area of adhesive joints was $S=1 \text{ mm}^2$, the inner volume was $V=100 \text{ cm}^3$, relative outgassing rates were equal to [3]: $v(\text{H}_2\text{O})=6.9 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}\cdot\text{m/s}$; $v(\text{CO}_2)=8.9 \cdot 10^{-8} \text{ Pa}\cdot\text{m/s}$; $v(\text{CO})=1.7 \cdot 10^{-7} \text{ Pa}\cdot\text{m/s}$; $v(\text{C}_x\text{H}_y)=10^{-6} \text{ Pa}\cdot\text{m/s}$; $v(\text{H}_2)=1.2 \cdot 10^{-6} \text{ Pa}\cdot\text{m/s}$; $v(\text{O}_2)=1.3 \cdot 10^{-10} \text{ Pa}\cdot\text{m/s}$; $v(\text{HF})=1.4 \cdot 10^{-8} \text{ Pa}\cdot\text{m/s}$. As can be seen from the diagram, within 10 years after manufacture the total pressure inside the device increases to about 30 Pa, which inevitably leads to the loss of its functionality.

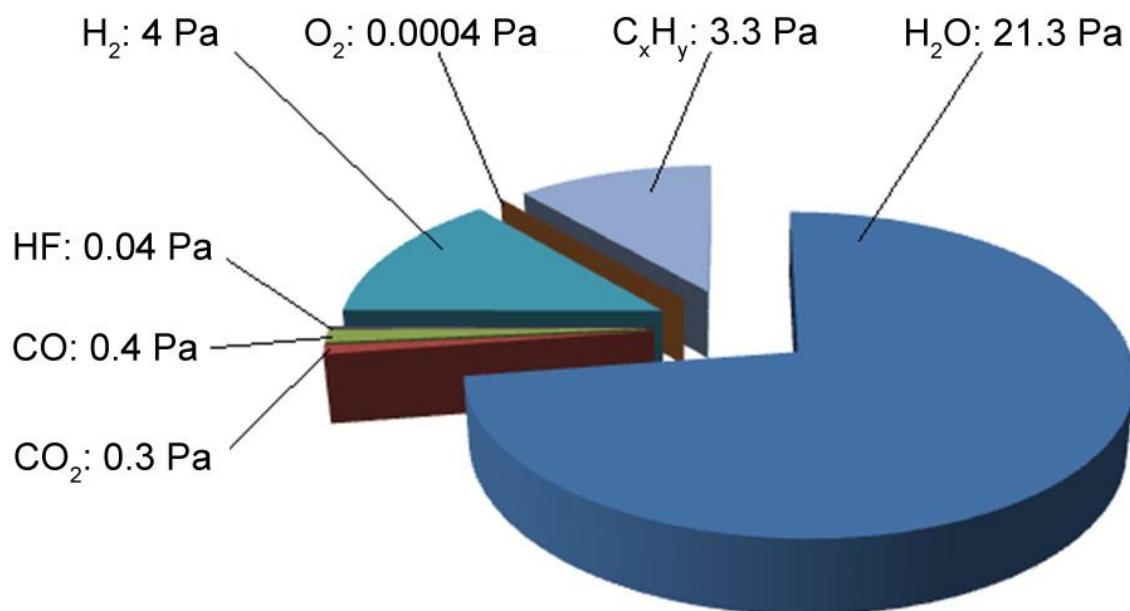


Fig. 1. The partial pressure of gas components inside the device containing adhesive joints (after 10 years of operation)

To ensure the required vacuum in such cases, the built-in gas-absorbers (getters) are used. Getters are the high-vacuum pumps whose principle of operation is based on high sorption properties of some metals (Ti, Zr, Cd, Nb, Ta, Th, Ba, et al.). Adsorbed molecules form solid solutions in a surface area, and high sorption capacity is achieved due to the high relative surface area of the getter material. Although the literature describes a large number of different getters, they exhibit sorption properties in normal conditions only against active gases (O_2 , CO, CO_2 , N_2 , H_2O , H_2), and practically do not absorb hydrocarbons [8-13]. Activity of getters in relation to hydrocarbons takes place at a temperature of $450\text{-}500^\circ\text{C}$, wherein pyrolysis of C_xH_y molecules on the surface of the getter material occurs with adsorption of products of thermal decomposition on active sites of the surface, and then the formation of solid stable compounds takes place.

Due to this feature of getters their installation in vacuum devices allows absorbing all volatile components in the internal volume, except hydrocarbons C_xH_y which form a residual atmosphere inside a device. In this example, the hydrocarbon partial pressure increases almost linearly with respect to time and reaches 3.3 Pa 10 years later after the assembly of the device.

As was shown in [7], long degassing (6 days) at increased temperature (200°C) can dramatically reduce the emission of hydrocarbons from the adhesive lines and thus ensure long-term performance of vacuum devices with internal adhesive joints. The disadvantage of this method is relatively high duration and complexity of degassing procedures leading to increased cost of the product.

The goal of this work is consideration of possibility of vacuum enhancing in sealed-off devices at the expense of getter features.

Results and Discussion

In practice, in some cases, a variety of vacuum electro-mechanical devices are switched relatively rare or even once. Examples of such applications are, for example, navigation equipment of lifeboats, alarm systems, etc. In such cases there is no need to constantly maintain a high vacuum in the device and it is enough to provide it just before switching the device, thereby bringing it into working condition. Technically, this task is accomplished by setting into the vacuum device with internal adhesive joints the getter with integrated electric heater, which allows its activation (and, if necessary, regeneration), as well as provides absorption of hydrocarbons in the heating mode. An example of such a getter is ST171/LH1/4-7 with getter material weight of 235 mg. This getter is provided with a miniature electric heater capable of warming the getter mass up to 900°C at activation and regeneration and up to 400°C at absorption of hydrocarbons [15]. After switching the getter to the heating mode, the high vacuum inside the device is formed in a few minutes. The time during which the required vacuum level P_D is supported inside the device can be estimated according to the simple formula

$$t = \frac{P_D V}{S v_{\text{CxHy}}} . \quad (1)$$

Let us make straightforward estimates. Suppose, for example, that the maximum gas pressure in the device with internal area of the adhesive seam $S=1 \text{ mm}^2$ and internal volume $V=100 \text{ cm}^3$ should not exceed $P_D=10^{-2} \text{ Pa}$. Then, according to Eq. (1), at $v_{\text{CxHy}}=10^{-6} \text{ Pa}\cdot\text{m/s}$ the product uptime after purification of the atmosphere will be $t=10^6 \text{ s}$ (about 11 days). This shows that after cleaning of the inner atmosphere of the device from hydrocarbons by heating a getter, the device is able to operate for a relatively long time, even if degassing adhesive joints after product assembly was not performed and outgassing from the interior adhesive lines remains sufficiently large. Note that the periodical switching of the getter does not allow continuous operation of the vacuum device over a long time. Indeed, at a constant maintenance of vacuum in this way in this device, the getter must be switched for short-term heating with period of 11 days, which is equivalent to 33-34 switches per year. Recall that each heating the getter material causes its destruction due to which the getters manufacturers limit the maximum number of its switches (typically about 100), after which the normal operation cannot be guaranteed. Therefore, the service life of the device is limited to a maximum number of switches of the getter. In this example it will be about three years, and in the general case, the service life time T for this vacuum device can be calculated using the formula

$$T = \frac{NPV}{S\nu_{CxH_2}}, \quad (2)$$

where N is the maximum number of switches of the getter.

However, in practice, in some cases, a variety of vacuum electronic and mechanical devices are switched relatively rare or even once. Examples of such applications are navigation equipment of lifeboats, alarm systems, etc. In such cases there is no need to constantly maintain a high vacuum in the device, it is sufficient to ensure it just before turning the device, thereby bringing it into working condition. In this case, the periodic working mode of the getter on the one hand, ensures the desired vacuum level inside a device, and on the other hand it is greatly simplifies the production technology by eliminating the time-consuming and laborious procedure of outgassing adhesive joints.

Conclusion

Thus, periodical switches of the getter allow removing hydrocarbons as the main residual gas components from the internal atmosphere of a vacuum device and ensuring the necessary vacuum level during a certain time interval. This gives possibility to abandon the labor-intensive operation of degassing adhesive joints for rarely used devices (occurring once or less than N times during the service life). Here, a desired vacuum level is provided by a short-term (for a few minutes) switching the getter immediately before its use.

Publications with keywords: [vacuum](#), [adhesive joint](#), [gas generation](#), [vacuum devices](#), [degassing](#)

Publications with words: [vacuum](#), [adhesive joint](#), [gas generation](#), [vacuum devices](#), [degassing](#)

References

1. Outgassing Data for Selecting Spacecraft Materials. Available at: <http://www.outgassing.nasa.gov>, accessed 01.05.2014.
2. Astakhov P.A., Voytenko L.I. [Adhesives and compounds on basis of modified resins]. *Klei. Germetiki.Tekhnologii - Adhesives. Sealants*, 2005, no. 2, pp. 12-15. (in Russian).
3. Lukina N.F., Petrova A.P. [Properties and applications of adhesives in instrument engineering]. *Klei. Germetiki.Tekhnologii - Adhesives. Sealants*, 2005, no. 11, pp. 11-15. (in Russian).
4. Kharitonov N.P., Veselov P.A., Kuzinets A.S. *Vakuumplotnye kompozitsionnye materialy na osnove poliorganosilosanov* [Vacuum-based composite materials on the base of polyorganosiloxane]. Leningrad, Nauka Publ., 1976. 196 p. (in Russian).

5. Gerlach A., Keller W., Schulz J., Schumacher K. Gas permeability of adhesives and their application for hermetic packaging of microcomponents. *Microsystem Technologies*, 2001, vol. 7, iss. 1, pp. 17-22. DOI: [10.1007/s005420000056](https://doi.org/10.1007/s005420000056)
6. Kreysberg V.A., Lunin B.S., Zakharyan R.A. [Gas release from some high-temperature adhesives in vacuum]. *Klei. Germetiki.Tekhnologii - Adhesives. Sealants*, 2013, no. 11, pp. 11-14. (in Russian).
7. Matveev V.A., Basarab M.A., Kreysberg V.A., Lunin B.S., Zakharyan R.A. [Providing vacuum in devices with internal adhesive joints]. *Vestnik MGTU. Ser. Priborostroenie - Herald of the Bauman MSTU. Ser. Instrument Engineering*, 2014, no. 4. (in press, in Russian).
8. Bykov D.V., Lyasnikov V.N., Filimonov S.A. [Plasma non-sprayed getters in manufacturing electronic engineering devices]. *Obzory po elektronnoy tekhnike. Ser. 7. Tekhnologiya, organizatsiya proizvodstva i oborudovanie* [Reviews on electronic engineering. Iss. 7. Technology, production organization and equipment], 1989, iss. 1(1423), pp. 1-62. (in Russian).
9. Saksaganskiy G.L., Ukolov S.I. *Vakuumno-tehnologicheskie kharakteristiki neraspolyayemykh getterov i sredstva otkachki na ikh osnove* [Vacuum-technology characteristics of non-sprayed getters and pump means based on them]. Moscow, TsINTIkhimneftemash Publ., 1991. 56 p. (Ser. KhM-6. *Kriogennoe i vakuumnoe mashinostroenie. Obzornaya informatsiya* [Ser. XM-6. Cryogenic and vacuum engineering. Overview]). (in Russian).
10. Boffito C., Sartorio E. Un update of non-evaporable getters in electron tubes. *VAKUUM-Technik*, 1986, vol. 35, no. 7, pp. 212-217. (in German)
11. Ferrario B., Figini A., Borghi M. A new generation of porous non-evaporable getters. *Vacuum*, 1985, vol. 35, no. 1, pp.13-17. DOI: [10.1016/0042-207X\(85\)90070-3](https://doi.org/10.1016/0042-207X(85)90070-3)
12. Parcash S., Vijendran P. Sorption of Active Gases by Nonevaporable Getter. *Vacuum*, 1983, vol. 33, no. 5, pp. 295-299. DOI: [10.1016/0042-207X\(83\)90095-7](https://doi.org/10.1016/0042-207X(83)90095-7)
13. Verhoeven J., Doveren H. Interactions of residual gases with a barium getter film as measured by AES and XPS. *J. Vac. Sci. Technol.*, 1982, vol. 20, no.1, pp. 64-74.
14. SAES Technical Product Reports. SAES group: website. Available at: <http://www.saesgetters.com> , accessed 01.05.2014.