

文章编号: 1672-8785(2022)09-0015-05

吸气剂重复激活次数对吸气效能的影响

岳 晨 闫 杰 付志凯 王 冠

(华北光电技术研究所, 北京 100015)

摘 要: 红外探测器杜瓦的真空可靠性对杜瓦正常工作有重大意义。若吸气剂激活后吸气能力下降, 则杜瓦的长期真空可靠性存在风险。通过测试锆钒铁吸气剂在真空环境中的重复激活次数对吸气剂吸气效能的影响, 获得了相应的吸气量与吸气速率变化数据。结果表明, 随着重复激活次数的增加, 吸气剂的饱和吸气总量无明显变化, 且初始吸气速率略微提高, 最后趋于稳定。实验结果可用于指导后续杜瓦封装工艺。

关键词: 红外探测器; 吸气剂; 杜瓦

中图分类号: TN2 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2022.09.003

Effect of the Getter Repeated Activation Times on the Intake Performance

YUE Chen, YAN Jie, FU Zhi-kai, WANG Guan

(North China Research Institute of Electro-Optics, Beijing 100015, China)

Abstract: The vacuum reliability of the infrared detector dewar is of great significance to the normal operation of the dewar. The long-term vacuum reliability of the dewar is at risk if the intake capability decreases after getter activation. By testing the effect of repeated activation times of ZrVFe getter in a vacuum environment on the intake performance, the corresponding data on the change of the intake amount and the inhalation rate were obtained. The results show that with the increase of the repeated activation times of the getter, the total amount of saturated inhalation has no obvious change, the initial inhalation rate increases slightly, and finally tends to be stable. The experimental results can be used to guide the subsequent dewar packaging process.

Key words: infrared detector; getter; dewar

0 引言

随着红外探测器在航天、民用等众多领域的不断深入, 对探测器杜瓦内部的真空度的要求越来越高^[1]。吸气剂位于杜瓦内部, 真空排气时需激活其表面的活性。表面的多孔结构可以吸附气体并将其扩散至吸气剂内部, 从而实

现吸气功能, 维持杜瓦内部的真空度。

关于吸气剂的吸气性能国内外已有相关研究。李建林等^[2]分析探讨了在特定使用工况下吸气剂的抽气性能参数、激活与再激活对维持杜瓦真空度的影响。熊玉华等^[3]用 X 射线光电子能谱分析法(X-ray Photoelectron Spectroscopy)

收稿日期: 2022-05-20

作者简介: 岳晨(1996-), 男, 北京人, 硕士, 主要从事红外探测器封装技术研究。

E-mail: 2984373027@qq.com

py, XPS)和四极质谱分析法(Quadrupole Mass Spectroscopy, QMS)研究了激活过程中吸气剂放出气体成分的变化。Cui H 等^[4]研究了镍层对吸气剂吸气效能的影响,认为吸气剂外表面镀镍能起催化剂和保护的作用。冯天佑等^[5]研究了锆钒铁吸气剂在不同温度下对氢气的吸附效能。结果表明,在低压条件下低温吸气量大于常温情况。Irving H 等^[6]测试了在 $-77\sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度范围内吸气剂对 H_2 的吸气量与吸气速率。结果表明,锆钒铁吸气剂在低温下仍具有良好的吸气效能。

红外探测器杜瓦在使用一定年限后,吸气剂需要重复激活以维持杜瓦的真空度。若吸气剂多次激活后,吸气剂的吸气速率与吸气量明显下降,则杜瓦的长期真空可靠性存在风险。

本文将对此问题进行理论分析与实验验证,通过实验研究锆钒铁吸气剂重复激活次数对吸气剂吸气效能的影响,以指导杜瓦的封装工艺。

1 实验设备与方法

1.1 实验设备

实验在非蒸散型吸气剂吸气性能测试系统上与产品定容吸气测试系统上进行。如图1所示,非蒸散型吸气剂吸气性能测试系统主要由超高真空获得系统、充气室和试样室三部分组成。该系统用于测量吸气剂的瞬时吸气速率。如图2所示,产品定容吸气测试系统主要由真空获得系统、测试用真空计、充气室和试样室四部分组成。该系统用于测量吸气剂的饱和吸气量。

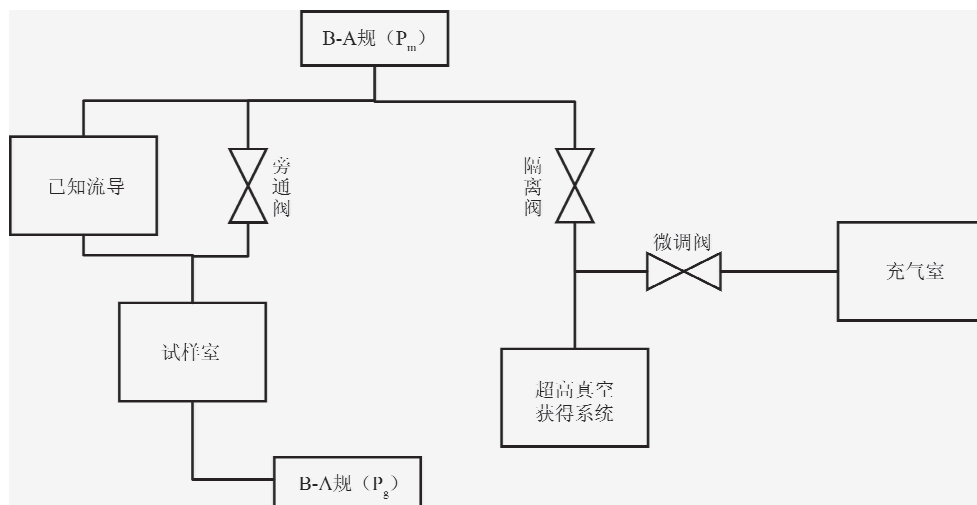


图1 非蒸散型吸气剂吸气性能测试系统的结构示意图

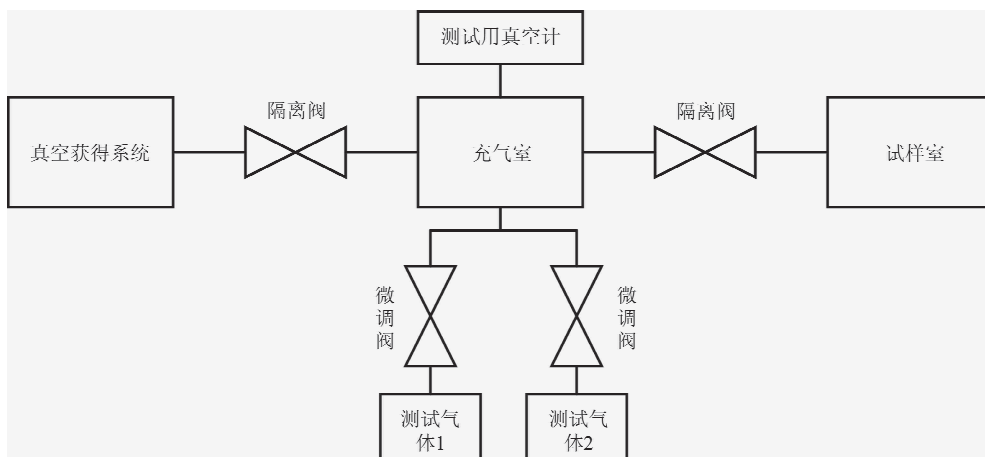


图2 产品定容吸气测试系统的结构示意图

表 1 1 号吸气剂与 2 号吸气剂的基本性能参数对比表

	1 号吸气剂	2 号吸气剂
吸气剂材料	St172-Zr	St172-Zr
热子材料	钼	钼+47.5wt%铈
绝缘层材料	氧化铝	氧化铝
总重量/mg	347.3	438.8
粉体直径/mm	3.98	3.99
粉体长度/mm	7.92	7.18
总长度/mm	17.2	16.8
冷态电阻/mΩ	107.4	181.4
850 °C 激活电流/A	3.6	4.4

1.2 吸气性能测试原理

吸气剂吸气性能测试参考国标《吸气剂气体吸放性能测试方法》^[7]进行。锆钼铁吸气剂吸气速率测试采用定压法进行: 实验气体在分子流状态下流过已知流导的真空元件进入试样室时, 在其两端会出现压差现象; 恒定一端压强, 测试另一端随时间变化的压强值, 据此计算出瞬时吸气速率与吸气量。

吸气速率的计算公式为

$$S = \frac{F(P_m - P_g)}{P_g} \quad (1)$$

式中, S 为吸气速率(L/s); F 是已知流导值, 系统的测试流导为 7.7 ml/s; P_m 为供气端压强(Pa); P_g 为试样室气体压强(Pa)。

吸气量的计算公式为

$$C = F \int_0^t (P_m - P_g) dt \quad (2)$$

式中, C 为 t 时间内的吸气量(Pa·L); t 为吸气时间(s); F 为已知流导值, 系统的测试流导为 7.7 ml/s。

用定压法进行吸气性能测试时, 产品在需要检测吸气性能的轮次, 对测试系统进行 12 h 以上的彻底烘烤, 以保证系统的漏放率。实验按照预期进行。在不需要检测吸气性能的轮次, 不对测试系统进行烘烤。产品激活后将其冷却至室温, 对产品进行压强为 1×10^{-2} Pa 的模拟吸气(5 min)。

锆钼铁吸气剂饱和吸气量测试采用定容法进行。定容法的实验原理是, 利用充放气装置向已知体积的真空腔室内注入一定量的测试气

体, 通过气体体积的变化, 达到起始测试压强后, 测量试样室随时间变化的压强值, 由此计算出不同时间的吸气量。

吸气量的计算公式为

$$G = V \times dP/dt \quad (3)$$

式中, G 为吸着速度(Pa·L/s); V 为试样室的系统体积(L); dP 为规定时间内的压强变化(Pa); dt 为规定的时间段(s)。

1.3 实验方案

实验共选取了两个厂家的锆钼铁吸气剂: 1 号吸气剂和 2 号吸气剂。每种吸气剂各选 4 个样品, 每种吸气剂的规格参数如表 1 所示。待测样品如图 3 所示。

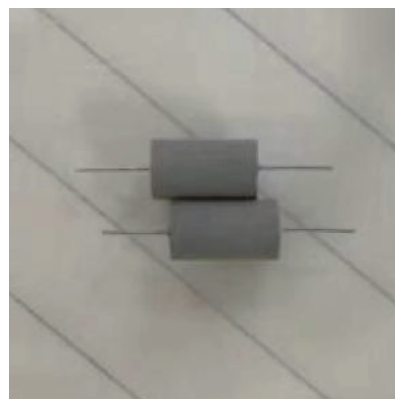


图 3 待测样品

根据杜瓦寿命中吸气剂可能被激活的次数, 选取吸气剂的激活次数为 1、3、5 次。利用定压法可以测得吸气剂的初始吸气速率与对应 5% 初始吸气速率的吸气量。利用定容法可以测得吸气剂的饱和吸气量。每种吸气剂分别选取两个进行定压法吸气性能试验, 另外两个

表 2 两种吸气剂的饱和吸气量对比表

激活次数	1 号吸气剂		2 号吸气剂	
	总吸气量 /(Pa·L)	单个产品吸气量 /(Pa·L)	总吸气量 /(Pa·L)	单个产品吸气量 /(Pa·L)
第 1 次	5.32	2.66	3.97	1.99
第 3 次	5.08	2.54	3.89	1.95
第 5 次	5.26	2.63	3.76	1.88

表 3 两种吸气剂的初始吸气速率与对应 5% 初始吸气速率的吸气量对比表

激活次数	1 号吸气剂		2 号吸气剂	
	初始吸气速率 /(mL/s)	对应 5% 初始吸 气速率的吸气量 /(Pa·L)	初始吸气速率 /(mL/s)	对应 5% 初始吸 气速率的吸气量 /(Pa·L)
第 1 次	282.9	1.78	139.5	1.09
第 3 次	293.1	1.86	170.2	0.99
第 5 次	293.1	1.88	170.2	1.04

则进行定容法吸气性能试验。分别将 2 个样品串联后进行测试, 然后对测试结果取平均, 即视为单个吸气剂的测试结果。

实验考虑到探测器内部的真空室主要为粘接胶和金属零件, 故本次实验选用 CO 为实验气体, 测试环境温度为 25 ℃, 测试样品上方的压强为 4×10^{-3} Pa。

1.4 吸气剂的激活

在大气中暴露过的吸气剂表面会覆盖一层气体分子, 造成钝化。使用吸气剂前需要加热激活。激活条件如下: 首先将系统的真空度抽至优于 2×10^{-6} Pa; 然后使吸气剂通电激活, 将产品缓慢通电加热至 850 ℃, 维持 10 min, 完成吸气剂的激活过程; 接着将吸气剂自然冷却至室温。样品装夹后激活如图 4 所示。

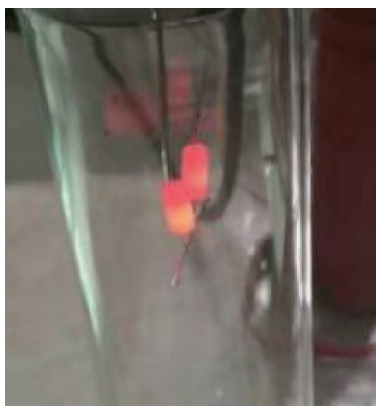


图 4 样品装夹后激活

2 结果与讨论

2.1 吸气剂重复激活次数对饱和吸气量的影响

实验完成了 1 号吸气剂与 2 号吸气剂的 5 次重复激活实验。使用定容法测试了吸气剂第 1、3、5 次激活后的饱和吸气量。实验结果如表 2 所示。可以看出, 吸气剂随激活次数增加, 两种吸气剂单个吸气总量变化均小于 10%, 属于测试误差范围, 即两种型号吸气剂的总吸气量无明显变化。1 号吸气剂的单个饱和平均吸气剂量约为 2.60 Pa·L, 2 号吸气剂的单个饱和平均吸气剂量约为 1.95 Pa·L。

2.2 吸气剂重复激活次数对吸气速率的影响

如表 3 所示, 使用定压法测试了吸气剂第 1、3、5 次激活后的初始吸气速率与对应 5% 初始吸气速率的吸气量。结果表明, 在初始吸气速率方面, 吸气剂多次激活后初始吸气速率会略有提高, 最后趋于稳定。原因是随吸气剂激活次数增加, 吸气剂被激活的程度不断提高, 且最终趋于稳定, 从而影响吸气剂的吸气速率。1 号吸气剂的稳定初始吸气速率为 293.1 mL/s, 2 号吸气剂的稳定初始吸气速率为 170.2 mL/s。

另外在吸气总量方面, 1 号吸气剂对应初始吸气速率 5% 处的平均总吸气量为 1.84 Pa·L, 2 号吸气剂对应初始吸气速率 5% 处的平均总吸气量为 1.04 Pa·L。吸气剂的吸气总

量变化量均小于10%,属于测试误差范围,即吸气总量无显著变化。

在吸气剂激活过程中,吸气量与吸气速率的瞬时变化曲线如图5和图6所示。结果表明,1号吸气剂和2号吸气剂在不同激活次数下的吸气量与吸气速率曲线变化一致,即随吸气量增加,吸气速率呈下降趋势。影响吸气剂吸气速率的主要因素为表面吸附与内部扩散。在测试起始阶段,吸附过程以表面吸附为主,实验气体更容易被吸气剂表面吸收,因而在起始阶段能获得更高的吸气速率;随着吸附过程的进行,吸气量与平衡压力增高,在吸气剂表面捕获了大量的测试气体分子,表面吸附基本达到饱和,此时吸附过程以内部扩散为主,即随吸气剂吸气量的增加,内部扩散速度越慢,吸气速率呈现下降趋势。

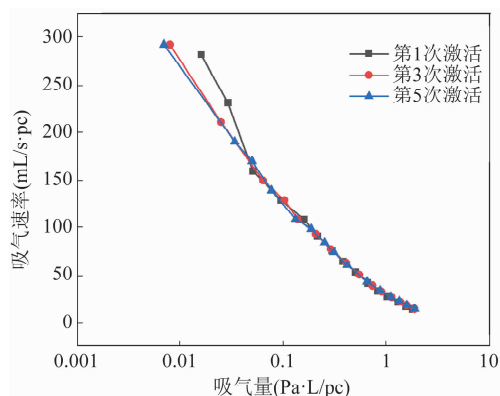


图5 1号吸气剂的吸气速率随吸气量瞬时变化的曲线

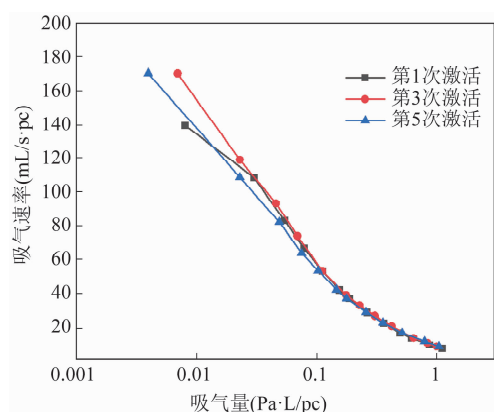


图6 2号吸气剂的吸气速率随吸气量瞬时变化的曲线

3 结束语

实验研究了锆钒铁吸气剂重复激活次数对饱和吸气量以及吸气速率的影响。结果表明,随着重复激活次数的增加,吸气剂的饱和吸气总量无显著变化,且初始吸气速率略微提高,最后趋于稳定。杜瓦在使用一定的年限后,需重复激活吸气剂,以满足真空可靠性的使用要求。本文通过实验验证了吸气剂经多次激活后依旧可以保证原有的吸气量与吸气速率,即吸气剂重复激活次数对杜瓦真空度的维持没有显著影响。

本文还存在一些不足,比如实验只使用CO作为实验气体,杜瓦的真空腔室内会产生其他类别的气体;样品首次激活时未激活完全。后续将就此开展优化工作,研究锆钒铁吸气剂对杜瓦腔室内其它气体的吸附性能以及其它类型吸气剂的吸气特性,拓展吸气剂的使用范围,为杜瓦封装工艺提供参考。

参考文献

- [1] 洪晓麦,王立保,沈星,等. 杜瓦激活对探测器芯片温度影响的理论与试验研究[J]. 红外, 2021, 42(1): 11-15.
- [2] 李建林,李惟夏,徐世春. 非蒸散型吸气剂维持红外焦平面探测器杜瓦组件工作真空度的性能与应用[J]. 红外与激光工程, 2018, 47(10): 119-127.
- [3] 熊玉华,顾为,尉秀英,等. ZrVFe吸气剂激活过程及其机理[J]. 中国有色金属学报, 2008, 18(7): 1358-1363.
- [4] Cui H, Cui J D, Xu Y H, et al. Effects of Electroless Nickel on H_2 , CO , CH_4 Absorption Properties of Zr-V-Fe Powder [J]. Vacuum, 2014, 108(20): 56-60.
- [5] 冯天佑,朱建炳,陈联,等. 锆钒铁不同工作温度下吸氢性能的实验研究[J]. 真空科学与技术学报, 2017, 37(8): 776-780.
- [6] Irving H, Bernice E M. Hydrogen Capacity and AbsorptionRate of the SAES St707TM Non-Evaporable Getter at Various Temperatures [R]. California: Mills Materials Chemistry Department and Sandia National Laboratories, 2010.
- [7] 全国半导体设备和材料标准化技术委员会. 吸气剂气体吸放性能测试方法: GB/T 25497-2010 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2011.