

ДИЛАТОМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ КОМПАКТНОГО И ПОРИСТОГО ТИТАНА

А.А. Полунина

Московский государственный институт электроники и математики (технический университет)

E-mail: kaa-miem@mail.ru

The porous getters from titanium as working element of embedded vacuum pumping have wide using in work volume of electronic tube and in electrophysical and research equipment. Powder for getter production is produced under the technology of hydride calcium reduction with following compacting, baking and rolling till 0.8 mm thickness.

According to scanning electron microscopy, getter from titanium has the specific porosity that is a conglomerate of titaniums wires with 10 m profile of gage.

Comparative measurements with titanium foil were realized for estimation of integral elongation of porous titanium. The temperature dependence of dilatation temperature coefficient for getter and compact titanium is calculated under the results of measurements has a different mode on certain thermal sections.

В настоящее время в рабочих объёмах электровакуумных приборов, в камерах электрофизической и исследовательской аппаратуры широко используются пористые геттеры из титана в качестве рабочего тела встроенного вакуумного насоса.

В данной работе исследовалось термическое расширение титанового геттера. Для оценки интегрального относительного удлинения пористого титана были проведены сравнительные измерения с титановой фольгой.

Геттер из титана представлял собой прямоугольную пластинку с размерами 31Ч10Ч0,8 мм. Порошок для его изготовления производится по технологии гидридно-кальциевого восстановления, с последующим прессованием, спеканием и прокаткой до толщины 0,8 мм. Из проведённых ранее исследований методами растровой электронной микроскопии [1, 2] обнаружено, что титановый геттер обладает специфической пористостью, представляющей собой конгломерат титановых проволок с сечением ~10 мкм. Также с помощью рентгеновского микроанализа в составе нераспыляемого геттера были обнаружены 2 типа примесных включений:

- 1) наличие в порах фрагментов металлического кальция;
- 2) наличие в толще пористого тела включений второй фазы, состоящей из железа и никеля (выявленной при химическом травлении).

Образец компактного титана также имеет длину $l_0 = 31$ мм и был изготовлен из фольги толщиной 0,1 мм. Перед измерениями он был подвергнут вакуумному отжигу при 1000°С в течение 1 часа при давлении остаточных газов $1 \cdot 10^{-5}$ Па.

Для исследования термического расширения тонких образцов схема дилатометра «на сжатие» не приемлема, т.к. может привести к деформации образца, что будет причиной искажения результатов измерений. В данной работе при выборе конструктивной схемы дилатометра была использована

схема «на растяжение» [3], что позволило проводить измерения относительного удлинения на образцах толщиной от 10 мкм и более.

Конструктивно dilatометр выполнен в виде приставки к установке термогравиметрического анализа и представляет собой цилиндрическую кварцевую трубку с внутренним диаметром 10 мм и длиной 300 мм. К нижнему краю трубки через короткую кварцевую нить прикрепляется нижняя часть тонкого образца. К верхней части образца прикрепляется длинная кварцевая нить, которая своим верхним концом прикрепляется к коромыслу микровесов. При такой схеме приложения измерительного усилия, величина измерительного усилия задается весом грузика противовеса микровесов. Измерение термического расширения заключается в определении положения верхней части длинной кварцевой нити с помощью инструментального микроскопа ОМС-6 со спиральным нониусом с ценой деления 1 мкм, рис. 1.

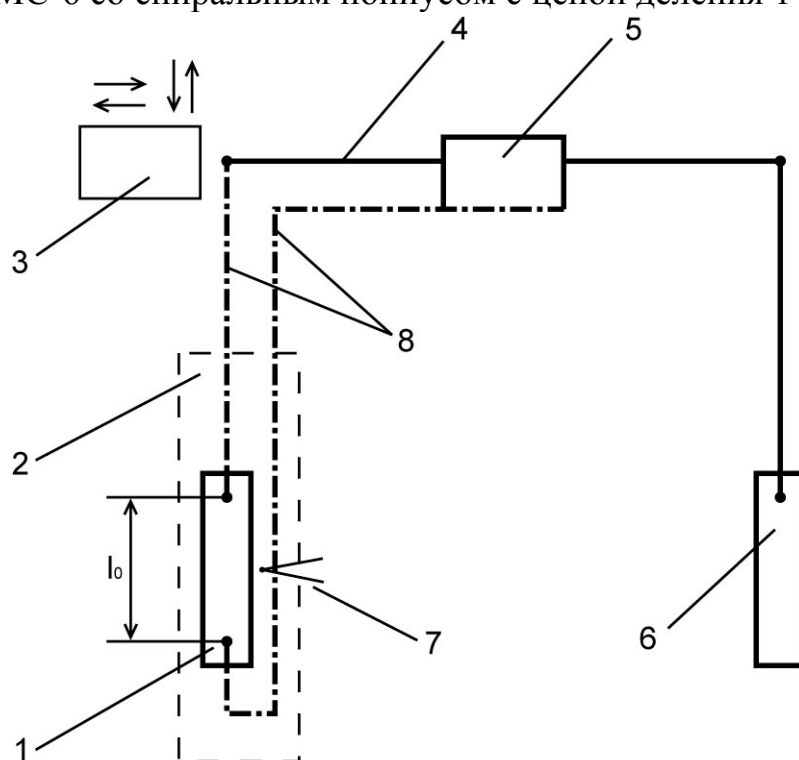


Рис. 1. Схема вакуумного dilatометра: 1 – исследуемый образец, 2 – рабочая зона вакуумного нагревателя, 3 – отсчётный микроскоп, 4 – коромысло микровесов, 5 – корпус центрального торсиона, 6 – противовес, 7 – термopара, 8 – элементы конструкции, выполненные из кварца (штрихпунктирные линии).

Измерения термического расширения обоих образцов проводились при неизотермическом нагревании по линейному закону со скоростью 10°/мин в интервале температур (20 – 620)°С. Результаты измерений в виде зависимости $\Delta l/l_0 = f(\Delta T)$ представлены на рис. 2.

По данным рис. 2 была определена температурная зависимость коэффициента термического расширения (рис. 3).

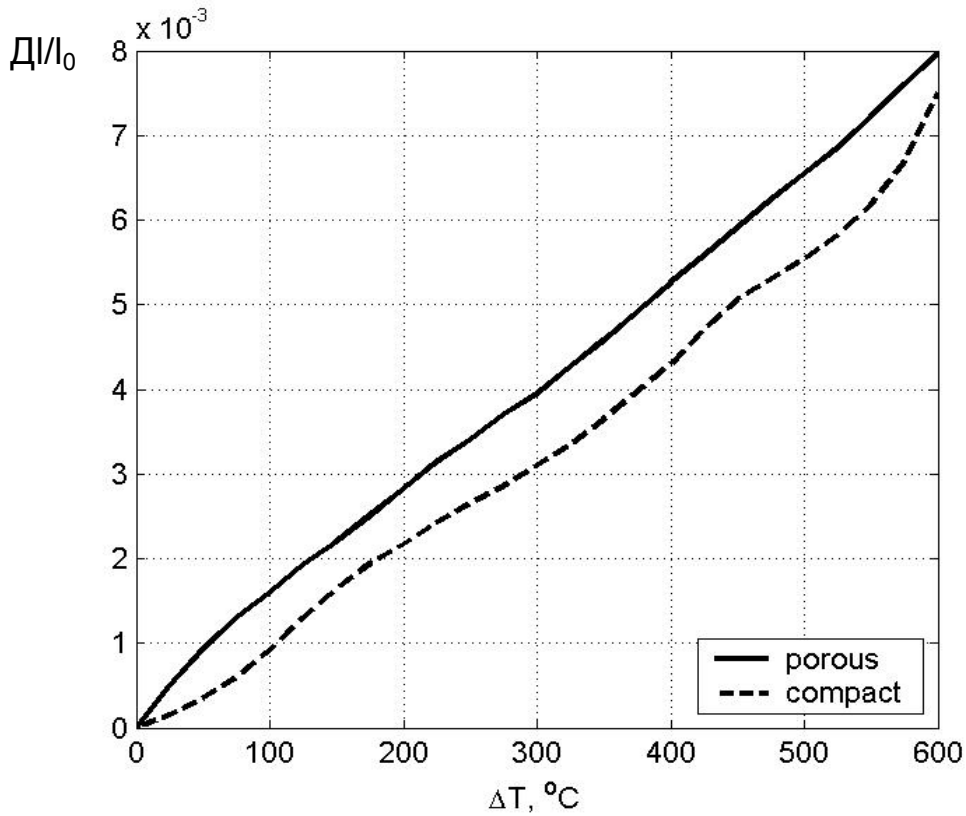


Рис. 2. Температурная зависимость относительного удлинения образцов пористого (porous) и компактного титана (compact).

$\alpha \cdot 10^6, \text{град}^{-1}$

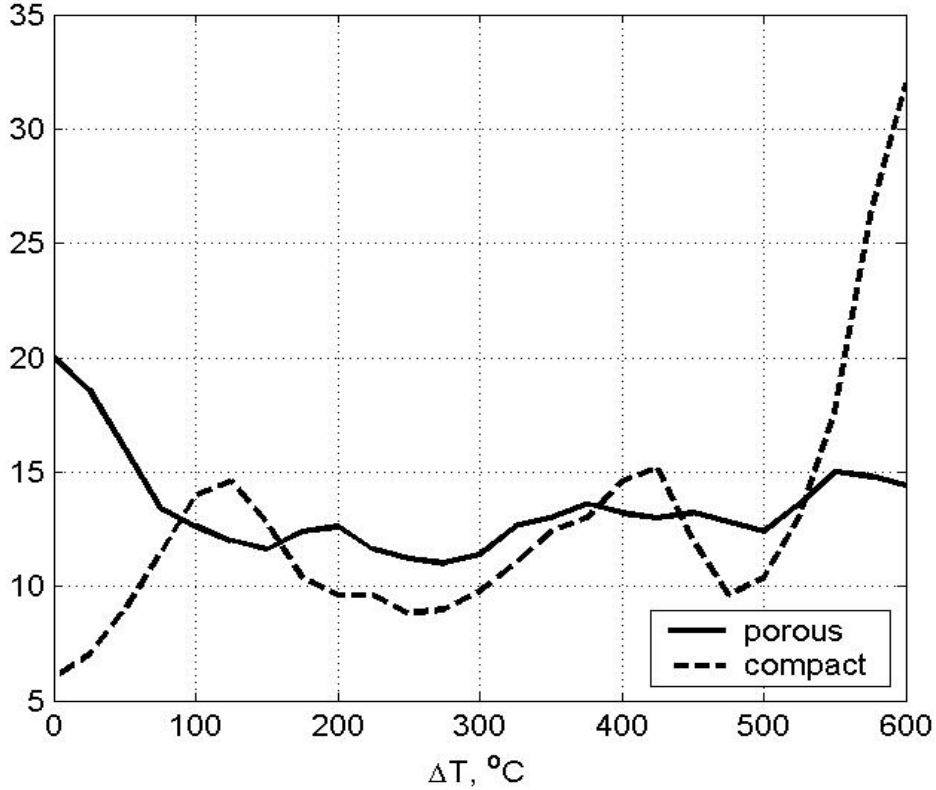


Рис. 3. Температурная зависимость коэффициента термического расширения для двух образцов титана: пористого (porous) и компактного (compact).

Температурная зависимость коэффициента термического расширения для геттера и компактного титана, рассчитанная по результатам измерений, имеет различный характер на определённых температурных участках.

1. А.А.Комкова. Кинетика поглощения водорода пористым титаном при комнатной температуре. Труды VII Межвузовской научной школы молодых специалистов «Концентрированные потоки энергии в космической технике, электронике, экологии и медицине». Москва, МГУ, 2006.– с. 20–24.
2. А.И.Гайдар, В.С.Петров, А.А.Комкова. Исследование кинетики взаимодействия молекулярного водорода с пористым геттером на основе титана методами РЭМ-РМА. XV российский симпозиум по растровой электронной микроскопии и аналитическим методам исследования твёрдых тел. Тезисы докладов. – Черногоровка: Изд-во «Богородский печатник», 2007.– с. 144–145.
3. В.С.Петров, Г.Г.Бондаренко, А.А.Полунина, В.В.Васильевский, А.И.Гайдар, В.Л.Столяров. Разработка вакуумного дилатометра для исследования тонких образцов геттерных материалов. Труды XVII Международного совещания «Радиационная физика твёрдого тела» (Севастополь, 9-14 июля 2007 года), под ред. заслуженного деятеля науки РФ, д.ф.-м.н., проф. Бондаренко Г.Г., М.: ГНУ «НИИ ПМТ», 2007.–684 с.