

中华人民共和国国家标准

GB/T 8763—2020
代替 GB/T 8763—1988

非蒸散型吸气材料及制品 吸气性能测试方法

Test methods for gas absorption characteristic
of non-evaporation gettering materials and products

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 8763—1988《非蒸散型吸气材料及制品吸气性能测试方法》。本标准与 GB/T 8763—1988 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 修改了范围的内容(见第 1 章,1988 年版的第一段);
- 增加了规范性引用文件(见第 2 章);
- 增加了术语和定义(见第 3 章);
- 修改了原理的内容(见第 4 章,1988 年版的第 1 章);
- 一氧化碳气体纯度由“99.5%”修改为“纯度不小于 99.99%”(见 5.3,1988 年版的第 3 章);
- 修改了真空系统的要求(见 6.1,1988 年版的 2.1);
- 超高真空计量程由“ 10^{-2} Pa~ 10^{-8} Pa”修改为“ 1×10^{-1} Pa~ 5×10^{-8} Pa”(见 6.4,1988 年版的 2.4);
- 修改了样品加热方式(见 6.5,1988 年版的 2.5);
- 升温速率由“1 °C/s,1.5 °C/s,3 °C/s 任意选择”修改为“1 °C/s~3 °C/s”(见 6.5,1988 年版的 2.5);
- 删除了压强自动控制系统(见 1988 年版的 2.6);
- 修改了带材样品要求(见 7.1.1,1988 年版的 4.1);
- 增加了红外测温样品(见 7.1.2);
- 修改了测试准备(见 8.1,1988 年版的 5.1);
- 增加了试验报告(见第 10 章)。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:有研工程技术研究院有限公司、国核宝钛锆业股份公司、北京翠铂林有色金属技术开发中心有限公司、国合通用测试评价认证股份公司。

本标准主要起草人:徐晓强、张艳、郭德宇、杨志民、罗远辉、王晨阳、吕保国、杨银。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8763—1988。

非蒸散型吸气材料及制品 吸气性能测试方法

1 范围

本标准规定了真空器件用锆铝合金粉、吸气用锆铝合金环件和片件、吸气用锆铝合金复合带材、释汞吸气用钛汞-锆铝合金复合带材、室温吸气用锆石墨材料和制品等非蒸散型吸气材料及制品的吸气速率和吸气量的检测方法、检测结果的处理及试验报告。

本标准适用于真空器件用锆铝合金粉、吸气用锆铝合金环件和片件、吸气用锆铝合金复合带材、释汞吸气用钛汞-锆铝合金复合带材、室温吸气用锆石墨材料和制品等非蒸散型吸气材料及制品的吸气速率和吸气量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4314 吸气剂术语

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

GB/T 4314 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理



当测试真空系统处于分子流状态时,气体流过已知流导的流导元件,由于吸气材料的吸气作用,在流导元件两端出现压强差。采用“定压法”,恒定一端压强,测试另一端压强随时间的变化值,通过计算可得出吸气速率和吸气量。

5 材料

5.1 氢气(体积分数不小于 99.999%)。

5.2 氮气(体积分数不小于 99.999%)。

5.3 一氧化碳(体积分数不小于 99.99%)。

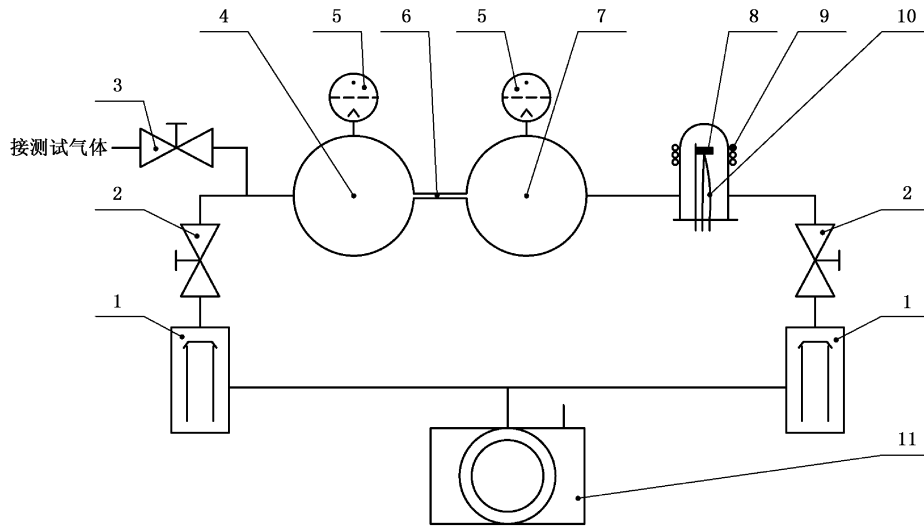
6 仪器设备

6.1 真空系统如图 1 所示,应满足以下要求:

——真空球直径 100 mm~160 mm;

——流导元件流导值的选择应以进气室具有最大吸气速率时,测试气体仍以分子流状态通过流导

- 元件,并且可保证准确测量进气室压强直至吸气速率降低至初始吸气速率的 5%;
- 吸气室工作本底压强: $\leq 5 \times 10^{-6}$ Pa;
- 系统漏放率需满足 $dP/dt \leq Q/(1\,000 \times t \times V_T)$ [Q 为吸气剂在 t 时间内的吸气量,单位为帕升 ($\text{Pa} \cdot \text{L}$); P 为测试系统压强,单位为帕 (Pa); t 为测量压升的时间,单位为秒 (s); V_T 为测试系统容积,单位为升 (L)];
- 吸气室压强 (P_g) 恒定精度: $\leq \pm 1\%$;
- 样品加热温度恒定精度: $\leq \pm 1\%$;
- 样品吸气速率测定重复性(用相对标准偏差表示): $\leq \pm 5\%$ 。



说明:

- | | |
|---------------|------------|
| 1——复合分子泵或扩散泵; | 7——吸气室; |
| 2——超高真空阀; | 8——样品; |
| 3——电动平面微调阀; | 9——高频加热线圈; |
| 4——进气室; | 10——热偶丝; |
| 5——B-A 规; | 11——机械真空泵。 |
| 6——流导元件; | |

图 1 测试仪真空系统示意图

6.2 点焊机。

6.3 秒表。

6.4 超高真空计,应定期送计量部门校正,测试性能应满足以下要求:

- 量程: 1×10^{-1} Pa $\sim 5 \times 10^{-8}$ Pa;
- 反应时间:0.1 s。

6.5 加热系统,应满足以下要求:

- 样品加热方式:根据测试温度和样品形式,可选择高频感应加热、电阻加热、红外加热、激光加热等;
- 温度控制范围:室温 $\sim 1\,200$ °C;
- 温度恒定精度: ± 5 °C;
- 升温速率:1 °C/s ~ 3 °C/s。

6.6 游标卡尺:分度值为 0.02 mm。

6.7 工具显微镜:读数精确度 0.001 mm。

6.8 分析天平:感量为 0.1 mg。

7 样品

7.1 样品类型

7.1.1 热电偶测温样品应满足以下要求：

- 带材样品：选取适于样品室放置的带材，同时应根据其吸气性能选择尺寸大小，进气室具有最大吸气速率时，测试气体仍以分子流状态通过流导元件，并且可保证准确测量进气室压强直至吸气速率降低至初始吸气速率 5%。除去搭接部分的粉层，用点焊机焊接成圆环，在无粉层处点焊上直径不大于 0.3 mm 的热偶丝，并将样品点焊或架在镍杆上，热偶丝分别与同种材料制成的补偿引出杆连接；
- 环件和片件样品：对于不同尺寸的环件和片件，选取适当面积，将热偶丝和支持镍杆直接点焊在无粉层处制成样品；
- 热子型和柱型样品：将一对热偶丝对称点焊在紧裹样品的镍带上（镍带宽 1.5 mm），将热偶丝和热子引线分别与热丝引出杆和电极杆连接；
- 粉状样品：选取适当质量的样品，置于样品槽内，将热偶丝点焊在样品槽上。

7.1.2 红外测温样品：除不焊接热偶丝外，红外测温样品制备方法与热电偶测温样品制备一致。焊接样品时确保红外光斑可以落在样品表面。

7.2 样品表面积或质量测量

用游标卡尺或工具显微镜量出样品尺寸，以计算表面积，面积误差应不大于 1%；或用分析天平称出样品质量，称量误差应不大于 1%。

7.3 样品制备注意事项

在制样过程中，操作者应带无尘手套，使用工具、量具和测试环境都应符合真空卫生要求，防止样品污染。

8 试验步骤

8.1 测试准备

8.1.1 将样品封入样品室，样品位置不应直对气流入口。

8.1.2 启动机械泵，系统抽真空。真空度降为 1 Pa 以下时启动复合分子泵或扩散泵。

8.1.3 系统真空抽至 5×10^{-3} Pa 以下时，启动烘箱对系统进行烘烤，烘烤温度和烘烤时间以使本底真空满足测试要求为宜（推荐的烘烤温度宜为 $340 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ，烘烤恒温时间宜为 2 h~4 h）。

8.1.4 停止烘烤，并对 B-A 规加热除气。

8.1.5 待系统抽至所要求本底压强时，关闭与测试球连接的超高真空阀，对吸气室进行漏放率测定，如符合要求，开启阀门，系统抽至所要本底压强，准备测试。如不符合要求，应对规管除气或对系统进行检漏。

8.2 测试条件

8.2.1 锆铝吸气材料及制品测试条件：

- 吸气室压强 (P_g) 恒定值（对氢气、氮气和一氧化碳）： 4×10^{-4} Pa；
- 激活温度： $900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ；

- 激活时间:1 min;
- 测试温度:400 °C。

8.2.2 锆石墨吸气材料及制品测试条件:

- 吸气室压强(P_g)恒定值(对氢气、氮气和一氧化碳): 4×10^{-4} Pa;
- 激活温度:900 °C;
- 激活时间:10 min;
- 测试温度:25 °C。

8.2.3 非蒸散型吸气材料及制品测试条件也可依实际需求情况由供需双方协商确定。

8.3 测试步骤

8.3.1 在吸气室压强不大于 1×10^{-3} Pa 条件下,对样品匀速升温。按规定条件进行激活,然后将样品温度降至工作温度。

8.3.2 开启并调节电动平面微调阀,将吸气室压强设在规定值,启动进气开关,在 45 s 内使吸气室压强(P_g)恒定在规定值,开始记录进气室压强(P_m)变化,在 1 min 内,每隔 15 s 读取一次数据;在 1 min~5 min 内,每隔 30 s 读取一次数据;在 5 min~30 min 内,每隔 1 min 读取一次数据;30 min 以后,每隔 5 min 读取一次数据,直至测试结束,测试时间不低于 2 h。

8.3.3 样品吸气速率、吸气量取三次测试结果的平均值。

9 试验数据处理

9.1 吸气速率 S 按式(1)计算:

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

式中:

- S ——吸气速率,单位为升每秒(L/s);
- F ——流导,单位为升每秒(L/s);
- P_m ——进气室压强,单位为帕(Pa);
- P_g ——吸气室压强,单位为帕(Pa)。

9.2 某一时间 t 内的吸气量 Q 按式(2)计算:

$$Q = \sum_0^t F(P_m - P_g) \Delta t \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- Q ——吸气量,单位为帕升每秒(Pa·L/s);
- F ——流导,单位为升每秒(L/s);
- P_m ——进气室压强,单位为帕(Pa);
- P_g ——吸气室压强,单位为帕(Pa);
- Δt ——时间间隔,单位为秒(s)。

9.3 吸气速率 S 和吸气量 Q 在试验报告中需用比吸气速率 S [单位:L/(s·cm²)或 L/(s·mg)]和比吸气量 Q (单位:Pa·L/cm²,或 Pa·L/mg)表示,单位中 L 可以换算为 mL。试验报告应给出第 10 min 的吸气速率 S_{10} 。

9.4 吸气速率和吸气量的数值按 GB/T 8170 的规定修约至小数点后两位数。

9.5 S - t 特性曲线绘制:用吸气速率数值(S)为纵坐标,吸气时间(t)为横坐标,绘制出 S - t 特性曲线。

9.6 S - Q 特性曲线绘制:用吸气速率数值(S)为纵坐标,吸气量(Q)为横坐标,绘制出 S - Q 特性曲线。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 本标准编号；
 - 样品编号；
 - 样品材质及状态；
 - 吸气剂型号；
 - 仪器类型；
 - 试验结果；
 - 可能影响试验结果的任何细节。
-

库七七 www.k99w.com 提供下载