

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 526 545**

51 Int. Cl.:

**H01J 7/18** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.05.2013 E 13730355 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **19.11.2014 EP 2745305**

54 Título: **Aleaciones getter no evaporables particularmente adecuadas para la sorción de hidrógeno y nitrógeno**

30 Prioridad:

**21.05.2012 IT MI20120872**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**13.01.2015**

73 Titular/es:

**SAES GETTERS S.P.A. (100.0%)  
Viale Italia 77  
20020 Lainate MI, IT**

72 Inventor/es:

**CODA, ALBERTO;  
GALLITOGNOTTA, ALESSANDRO;  
BONUCCI, ANTONIO y  
CONTE, ANDREA**

74 Agente/Representante:

**DURÁN MOYA, Carlos**

**ES 2 526 545 T3**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Aleaciones getter no evaporables particularmente adecuadas para la sorción de hidrógeno y nitrógeno

5 La presente invención se refiere a nuevas aleaciones getter con una mayor capacidad de hidrógeno y nitrógeno, a un procedimiento para la sorción de hidrógeno con dichas aleaciones y a dispositivos sensibles al hidrógeno que utilizan dichas aleaciones para la eliminación del hidrógeno.

10 Las aleaciones objetivo de la presente invención son particularmente útiles para todas las aplicaciones que requieren la sorción de cantidades significativas de hidrógeno y nitrógeno, incluso si se utilizan a temperaturas elevadas. La utilización de aleaciones getter a temperaturas elevadas es importante, ya que esto maximiza la capacidad de las aleaciones frente a las otras impurezas gaseosas, tales como H<sub>2</sub>O, O<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, pero, al mismo tiempo, la utilización de las aleaciones en el estado de la técnica a temperaturas elevadas afecta negativamente a su capacidad de eliminación de hidrógeno, y en algunos casos la propia aleación puede convertirse en una fuente de contaminación por hidrógeno. Además, habitualmente, la eliminación de N<sub>2</sub> con las aleaciones getter conocidas es despreciable o insatisfactoria debido a la bien conocida baja reactividad química de este gas.

15 Entre las aplicaciones más interesantes de estos nuevos materiales de sorción se encuentran los colectores solares, con mención especial de los tubos de recepción, que son una parte integral de dichos sistemas, las lámparas de iluminación, las bombas de vacío y la purificación de gases.

20 La utilización de materiales getter para la eliminación de hidrógeno en estas aplicaciones es conocida, pero las soluciones que se desarrollan y se utilizan actualmente no son adecuadas para satisfacer los requisitos exigidos por los continuos avances tecnológicos, que establecen límites y restricciones cada vez más rígidos.

25 En particular, en el campo de la energía solar por concentración (que se indica habitualmente con la sigla inglesa CSP), resulta perjudicial la presencia de hidrógeno y nitrógeno. También en la nueva generación de concentradores son particularmente importantes los problemas derivados de la presencia de hidrógeno y nitrógeno, con la consiguiente disminución de la eficiencia del colector solar. Otro campo en el que resulta necesaria una eliminación eficaz del hidrógeno es en las lámparas de iluminación, con mención particular de las lámparas de descarga de alta presión y las lámparas de mercurio de baja presión, en las que la presencia no solo de hidrógeno, incluso en cantidades bajas, sino también de nitrógeno, disminuye significativamente el rendimiento de la lámpara. En el documento EP 1704576 se puede encontrar más información sobre los fenómenos de degradación con respecto a un material diferente para la sorción de hidrógeno y nitrógeno residual.

30 En este campo de aplicación concreto, no solo es importante la capacidad del material para sorber eficazmente el hidrógeno a temperaturas elevadas, sino también, en algunas lámparas, la baja temperatura de activación del material en lo que respecta a la sorción de otras especies gaseosas con respecto a las aleaciones NEG convencionales.

35 Otro campo de aplicación que puede beneficiarse de la utilización de aleaciones getter, capaces de sorber hidrógeno a temperaturas elevadas, es el de las bombas getter. Este tipo de bombas se describe en diversas patentes, tales como US 5324172 y US 6149392, así como en la publicación de patente internacional WO 2010/105944, todas ellas a nombre del presente solicitante. La posibilidad de utilizar el material getter de la bomba a una temperatura elevada aumenta su rendimiento en términos de capacidad de sorción de otros gases.

40 Otro campo de aplicación que se beneficia de las ventajas de un material getter capaz de sorber hidrógeno y nitrógeno a temperatura elevada es la purificación de los gases utilizados en la industria de los semiconductores. De hecho, particularmente cuando se requieren caudales elevados, típicamente mayores de unos l/min, el material getter tiene que trabajar a temperaturas elevadas a fin de tener capacidad suficiente para eliminar contaminantes gaseosos, tales como N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, O<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, CO, CO<sub>2</sub>. Es evidente que esta condición resulta al mismo tiempo desfavorable para la sorción de hidrógeno y nitrógeno, por lo que se han aplicado disposiciones para hacer funcionar el sistema de purificación con un gradiente de temperatura. Típicamente, la parte inferior del cartucho que contiene el material getter se enfría o se deja trabajar de cualquier otro modo a una temperatura menor que la parte superior, a fin de favorecer la sorción del hidrógeno. Este tipo de disposición se describe en el documento US 5238469.

45 Dos de las soluciones más eficientes para la eliminación de hidrógeno se describen en el documento EP 0869195 y en la publicación de patente internacional WO 2010/105945, ambos a nombre del presente solicitante. La primera solución utiliza aleaciones de circonio-cobalto-RE (de "rare earths", tierras raras), donde RE puede estar presente en un porcentaje máximo del 10% y se selecciona entre itrio, lantano y otras tierras raras. En particular, se ha apreciado especialmente una aleación que presenta los siguientes porcentajes en peso: Zr 80,8%, Co 14,2% y RE 5%, comercializada por el solicitante con el nombre St 787®. En cambio, la segunda solución utiliza aleaciones a base de itrio a fin de maximizar la cantidad extraíble de hidrógeno también a temperaturas superiores a 200°C, pero sus propiedades de sorción irreversible de gases están esencialmente limitadas para las necesidades de muchas aplicaciones que requieren condiciones de vacío.

Una solución particular útil para sorber rápidamente con un material getter el hidrógeno y otros gases no deseados, tales como CO, N<sub>2</sub> y O<sub>2</sub>, se describe en el documento US 4360445, pero la aleación de circonio-vanadio-hierro estabilizada con oxígeno que se da a conocer en el mismo solo puede utilizarse con éxito en un determinado intervalo de temperatura (es decir, de -196°C a 200°C), lo que limita su campo de posibles aplicaciones.

5 Por consiguiente, las características mejoradas frente al hidrógeno y el nitrógeno de las aleaciones según la presente invención deben entenderse y evaluarse en un doble significado, esto es, una capacidad total aumentada para el H<sub>2</sub> (con una presión de equilibrio de hidrógeno baja) manteniendo a la vez las propiedades anteriores, presentes cuando las aleaciones se utilizan a baja temperatura (ambiente) y también cuando se utilizan a  
10 temperatura elevada (200°C o mayor). En las aleaciones más interesantes según la presente invención, estas dos propiedades deben considerarse y asociarse con un rendimiento de sorción inesperadamente mejorado con respecto a N<sub>2</sub> cuando trabajan a temperatura elevada.

15 Por consiguiente, un objeto de la presente invención consiste en dar a conocer dispositivos getter basados en la utilización de un nuevo material getter no evaporable, capaz de superar las desventajas de la técnica anterior, en particular, un material capaz de tener una presión de equilibrio de H<sub>2</sub> menor a temperatura elevada y, al mismo tiempo, mejores propiedades de sorción con respecto a N<sub>2</sub>. Además, la composición efectiva de estos materiales se puede seleccionar dentro del intervalo reivindicado a fin de tener diferentes propiedades de sorción relativa de H<sub>2</sub>  
20 con respecto a N<sub>2</sub>, lo que permite una optimización eficaz de la condición de vacío según el gas que se pretende eliminar y, por consiguiente, en una gran variedad de posibles sistemas o dispositivos.

Estos objetivos se alcanzan mediante un dispositivo getter que contiene polvos de una aleación getter no evaporable, en el que dicha aleación getter no evaporable comprende, como elementos compositivos, circonio, vanadio y titanio, y presenta una composición atómica porcentual de dichos elementos que puede variar dentro de  
25 los siguientes intervalos de porcentaje atómico:

a. circonio: entre el 42% y el 85%;

b. vanadio: entre el 8% y el 50%;

c. titanio: entre el 5% y el 30%;

expresándose dichos intervalos de porcentaje atómico con respecto a la suma de circonio, vanadio y titanio en la aleación getter no evaporable.

Opcionalmente, la composición de aleación getter no evaporable puede comprender, además, como elementos compositivos, uno o más metales seleccionados dentro del grupo que comprende hierro, cromo, manganeso, cobalto, níquel y aluminio en un porcentaje atómico total preferentemente comprendido entre el 0,1% y el 7%, más preferentemente entre el 0,1% y el 5%, aunque, para el aluminio, se puede aceptar una cantidad de hasta el 12% o mayor, preferentemente igual o menor al 10%. Además, en la composición de aleación pueden estar presentes pequeñas cantidades de otros elementos químicos únicamente si su porcentaje total es menor del 1% con respecto al total de la composición de aleación.

Estas y otras ventajas y características de las aleaciones y dispositivos según la presente invención serán evidentes para los expertos en la técnica a partir de la siguiente descripción detallada de algunas realizaciones de la misma, donde se hace referencia a las figuras adjuntas, en las que:

la figura 1 muestra las composiciones según la presente invención, representándolas en un diagrama ternario para el sistema Zr-Ti-V: el interés se centra en las composiciones contenidas dentro del polígono dibujado con línea continua;

las figuras 2 a 4 muestran dispositivos hechos con un único cuerpo de aleación, según diferentes realizaciones posibles;

las figuras 5 a 8 muestran otros dispositivos getter a base de polvos de aleación según la presente invención; y

las figuras 9 a 11 muestran los diagramas ternarios de Zr-Ti-V de tres tipos de composiciones preferentes para aplicaciones específicas, estando representados dichos tipos por un polígono menor dibujado con línea continua dentro del polígono mayor, dibujado con línea discontinua, que representa las composiciones según la presente invención.

Las figuras 2 y 3 muestran, respectivamente, un cilindro -20- y una tabla -30-, obtenidos cortando una lámina de aleación con el espesor adecuado o por compresión de polvos de aleación. Para su uso práctico, los dispositivos deben colocarse en una posición fija dentro del recipiente que se pretende mantener sin hidrógeno. Los dispositivos -20- y -30- pueden fijarse directamente a una superficie interior del recipiente, por ejemplo, mediante soldadura por puntos, cuando dicha superficie está constituida por metal. Alternativamente, los dispositivos -20- o -30- se pueden

fijar dentro del recipiente mediante soportes adecuados, y el montaje sobre el soporte se puede llevar a cabo por soldadura o por compresión mecánica.

La figura 4 muestra otra posible realización de un dispositivo getter -40-, en el que se utiliza un cuerpo discreto de una aleación según la presente invención, particularmente para las aleaciones que presentan características de alta plasticidad. En este caso, la aleación se produce en forma de tira, de la que se corta una pieza -41- del tamaño deseado, y dicha pieza -41- se dobla en su parte -42- alrededor de un soporte -43- en forma de alambre metálico. Dicho soporte -43- puede ser lineal, pero preferentemente presenta unas curvas -44-, -44'-, -44''- que facilitan la colocación de la pieza -41-, cuya conformación se puede mantener mediante uno o varios puntos de soldadura (no mostrados en la figura) en la zona de superposición -45-, aunque, teniendo en cuenta la plasticidad de estas aleaciones, una simple compresión durante el doblado alrededor del soporte -43- puede ser suficiente.

Alternativamente, otros dispositivos getter, según la presente invención, pueden producirse mediante la utilización de polvos de las aleaciones. Si se utilizan polvos, éstos tienen preferentemente un tamaño de partículas menor de 500 µm, y aún más preferentemente menor de 300 µm, y en algunas aplicaciones se incluyen tamaños de entre 0 µm y 125 µm.

La figura 5 muestra una vista rota de un dispositivo -50-, que tiene forma de comprimido -51- con un soporte -52- insertado en el mismo; un dispositivo de este tipo se puede producir, por ejemplo, por compresión de polvos en un molde, habiendo preparado el soporte -52- en dicho molde antes de verter el polvo. Alternativamente, el soporte -52- puede estar soldado al comprimido -51-.

La figura 6 muestra un dispositivo -60- formado por polvos de una aleación -61-, según la presente invención, comprimidos en un recipiente metálico -62-; dicho dispositivo -60- puede fijarse a un soporte (no mostrado en la figura), por ejemplo, por soldadura del recipiente -62- al mismo.

Por último, las figuras 7 y 8 muestran otro tipo de dispositivo, que comprende un soporte -70- producido a partir de una lámina metálica -71- con una depresión -72-, obtenido mediante compresión de la lámina -71- en un molde adecuado. A continuación, la mayor parte de la parte inferior de la depresión -72- se extrae cortándola, con lo que se obtiene un orificio -73-, y el soporte -70- se mantiene dentro del molde de prensado, de modo que la depresión -72- se puede llenar con polvos de aleación que, subsiguientemente, se comprimen *in situ*, obteniéndose el dispositivo -80- (que se puede observar en la sección tomada a lo largo de la línea A-A' de la figura 7), en el que el paquete de polvo -81- tiene dos superficies expuestas -82- y -83- para la sorción de gases.

En todos los dispositivos, según la presente invención, los soportes, recipientes y cualquier otro componente metálico no formados con una aleación según la presente invención están constituidos por metales con una presión de vapor baja, tales como tungsteno, tántalo, niobio, molibdeno, níquel, níquel-hierro o acero, a fin de evitar que estos componentes se evaporen a consecuencia de la elevada temperatura de trabajo a la que se ven sometidos dichos dispositivos.

Las aleaciones útiles para los dispositivos getter, según la presente invención, pueden obtenerse por fusión de los elementos puros, preferentemente en forma de polvo o trozos, a fin de obtener las relaciones atómicas deseadas. La fusión debe llevarse a cabo en atmósfera controlada, por ejemplo, al vacío o en gas inerte (preferentemente argón), a fin de evitar la oxidación de la aleación que se prepara. Entre las tecnologías de fusión más habituales, aunque sin limitarse a las mismas, se pueden aplicar fusión por arco eléctrico, fusión por inducción en vacío (VIM), refusión por arco en vacío (VAR), fusión en autocrisol por inducción (ISM), refusión por electroescoria (ESR) o fusión por haz de electrones (EBM). También se puede aplicar una sinterización o sinterización a alta presión de los polvos para obtener muchas formas diferentes, tales como discos, barras, anillos, etc., de las aleaciones getter no evaporables, según la presente invención, por ejemplo, para utilizarlas en bombas getter. En una posible realización de la presente invención, además, se pueden obtener productos sinterizados utilizando mezclas de polvos de aleaciones getter con una composición según la reivindicación 1, opcionalmente mezcladas con polvos metálicos, tales como, por ejemplo, de titanio, circonio o mezclas de los mismos, a fin de obtener elementos getter, habitualmente en forma de barras, discos o formas similares, tal como se describe con detalle, por ejemplo, en el documento EP 0719609.

Los presentes inventores han descubierto que los dispositivos getter, según la presente invención, son particularmente ventajosos para algunas aplicaciones, debido a algunas limitaciones o características particulares que las mismas exigen.

En particular, en el caso de un sistema de energía solar de concentración, resulta preferente utilizar aleaciones capaces de sorber hidrógeno incluso a las temperaturas relativamente elevadas de trabajo, de 200°C. En este tipo de aplicación, las aleaciones preferentes son las que tienen un porcentaje atómico de vanadio comprendido entre el 8% y el 23% con respecto a la suma de titanio, vanadio y circonio en la composición de aleación (figura 9).

Aunque la utilización de aleaciones con un porcentaje atómico de vanadio comprendido entre el 28% y el 30% con respecto a la suma de titanio, vanadio y circonio en la composición de aleación (figura 10) es particularmente ventajosa en el caso de las lámparas, los presentes inventores también han observado que dichas aleaciones

5 pueden ser útiles para facilitar el proceso de escape de la lámpara al eliminar el aire residual en la bombilla al final del proceso de producción y para mantener una presión baja durante la vida de la lámpara gracias a la sorción del hidrógeno y el vapor de agua, que suelen desprenderse en las condiciones de trabajo. Además, estas aleaciones pueden ser una buena solución para retrasar el aumento indeseado de presión debido a la posible presencia de una fuga en la estructura de la lámpara.

10 En el campo de la purificación de gases, habitualmente estos materiales están alojados dentro de un recipiente adecuado que presenta una entrada, una salida y medios termorreguladores. En la eliminación de impurezas en un flujo de argón, las aleaciones preferentes presentan un porcentaje atómico de vanadio comprendido entre el 37% y el 47% con respecto a la suma de titanio, vanadio y circonio en la composición de aleación (figura 11).

15 En el campo de las bombas getter, el requisito es el de la sorción del hidrógeno de un modo eficaz trabajando a temperaturas elevadas, por ejemplo a 200°C, de tal manera que el material getter sea capaz de sorber también eficazmente las otras impurezas gaseosas, N<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, O<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, que pueden estar presentes en la cámara que se pretende evacuar. En este caso, todas las aleaciones objeto de la presente invención tienen características que son ventajosas en esta aplicación, siendo particularmente apreciadas las que tienen una mayor afinidad por las impurezas gaseosas a temperaturas más elevadas. Por consiguiente, las aleaciones preferentes son las que tienen un porcentaje atómico de vanadio comprendido entre el 30% y el 47%, y más preferentemente entre el 37% y el 47%, con respecto a la suma de titanio, vanadio y circonio en la composición de aleación (figura 11).

20 En un segundo aspecto, la presente invención consiste en la utilización de un dispositivo getter, tal como se ha descrito anteriormente, para la eliminación de hidrógeno y nitrógeno. Por ejemplo, dicha utilización se puede dirigir a la eliminación del hidrógeno y el nitrógeno en un sistema o dispositivo cerrado, que incluye o contiene sustancias o elementos estructurales sensibles a la presencia de dichos gases. Alternativamente, dicha utilización se puede dirigir a la eliminación del hidrógeno y el nitrógeno en los flujos gaseosos que se utilizan en los procesos de fabricación que comprenden sustancias o elementos estructurales sensibles a la presencia de dichos gases. El hidrógeno y el nitrógeno afectan negativamente a las características o el rendimiento del dispositivo, y dicho efecto no deseado se evita o se limita, como mínimo, mediante un dispositivo getter que contiene una aleación getter no evaporable, que comprende, como elementos compositivos, circonio, vanadio y titanio, y que tiene una composición atómica porcentual de dichos elementos que puede variar dentro de los siguientes intervalos:

- 25 a. circonio: entre el 42% y el 85%;
- 30 b. vanadio: entre el 8% y el 50%;
- 35 c. titanio: entre el 5% y el 30%;

40 expresándose dichos intervalos de porcentaje atómico con respecto a la suma de circonio, vanadio y titanio en la aleación getter no evaporable, que puede comprender, además, como elementos compositivos, uno o más metales seleccionados dentro del grupo que comprende hierro, cromo, manganeso, cobalto, níquel y aluminio, pudiendo estar presentes otros elementos químicos en la composición de aleación únicamente si su porcentaje total es menor del 1% con respecto al total de la composición de aleación.

45 La utilización según la presente invención puede aplicarse utilizando la aleación getter en forma de polvo, polvos comprimidos en pastillas, laminados sobre láminas metálicas adecuadas o colocados dentro de un recipiente adecuado, siendo bien conocidas las posibles variantes por el experto en la materia. Alternativamente, la utilización según la presente invención se puede aplicar utilizando la aleación getter en forma de polvos sinterizados (o sinterizados a alta presión), opcionalmente mezclados con polvos metálicos, tales como, por ejemplo, titanio o circonio, o mezclas de los mismos.

50 Las consideraciones anteriores, relativas a la colocación del material getter, según la presente invención, son generales y adecuadas para su utilización independientemente del modo de uso del material o de la estructura concreta de su contenedor.

55 En un tercer aspecto, la presente invención se refiere a un dispositivo sensible al hidrógeno, en el que se eliminan el hidrógeno y el nitrógeno mediante un dispositivo getter a base de una aleación getter no evaporable que comprende, como elementos compositivos, circonio, vanadio y titanio, y que tiene una composición atómica porcentual de dichos elementos que puede variar dentro de los siguientes intervalos:

- 60 a. circonio: entre el 42% y el 85%;
- 65 b. vanadio: entre el 8% y el 50%;
- c. titanio: entre el 5% y el 30%;

expresándose dichos intervalos de porcentaje atómico con respecto a la suma de circonio, vanadio y titanio en la aleación getter no evaporable, que puede comprender, además, como elementos compositivos, uno o más metales seleccionados dentro del grupo que comprende hierro, cromo, manganeso, cobalto, níquel y aluminio, pudiendo estar presentes otros elementos químicos en la composición de aleación únicamente si su porcentaje total es menor del 1% con respecto al total de la composición de aleación.

Entre los ejemplos no limitativos de dispositivos sensibles al hidrógeno que pueden beneficiarse particularmente de la utilización de los dispositivos getter descritos anteriormente se incluyen receptores solares, botellas de vacío, conductos aislados al vacío (por ejemplo, para la inyección de vapor), tubos electrónicos, termos, etc.

Se pueden preparar lingotes policristalinos mediante fusión por arco de mezclas apropiadas de los elementos constitutivos de alta pureza en atmósfera de argón. A continuación, el lingote se puede moler en un molino de bolas dentro de un recipiente de acero inoxidable en atmósfera de argón y, posteriormente, tamizarse hasta obtener la fracción de polvo deseada, habitualmente con un tamaño de partículas menor de 500  $\mu\text{m}$  o, más preferentemente, menor de 300  $\mu\text{m}$ .

A continuación, la presente invención se ilustra con más detalle a través del siguiente ejemplo. Dicho ejemplo no limitativo ilustra algunas realizaciones destinadas a mostrar al experto en la materia cómo poner en práctica la presente invención.

#### Ejemplo 1

Se comprimieron 150 mg de cada una de las aleaciones indicadas en la tabla 1 (véase a continuación) en recipientes anulares a fin de obtener las muestras, designadas muestra A, B, C, D, E, F, G (según la presente invención) y referencia 1, 2 y 3. Se comparó su rendimiento de sorción con respecto al hidrógeno y el nitrógeno.

El ensayo para la evaluación de la capacidad de sorción de  $\text{N}_2$  se lleva a cabo en un banco de vacío ultraalto. La muestra getter se fija dentro de una bombilla y un medidor de iones permite medir la presión sobre la muestra, mientras que otro medidor de iones permite medir la presión antes de una conductancia situada entre los dos medidores. El getter se activa con un horno de radiofrecuencia a 400°C x 60 min, y a continuación se enfría y se mantiene a 200°C. Se hace pasar un flujo de  $\text{N}_2$  sobre el getter a través de la conductancia conocida manteniendo una presión constante de  $10^{-5}$  torr. Midiendo la presión antes y después de la conductancia e integrando el cambio de presión en función del tiempo, se pueden calcular la velocidad de bombeo y la cantidad sorbida por el getter. Los datos registrados se indican en la tabla 1.

El ensayo para la medición de la isoterma de equilibrio de  $\text{H}_2$  se lleva a cabo en un banco de alto vacío equipado con un volumen de muestra y un volumen de carga separados por una válvula. La muestra getter, fijada en una bombilla en el volumen de muestra, se activa con un horno de radiofrecuencia a 700°C x 60 min, tras lo cual la muestra se enfría y se mantiene a 200°C. Tras aislar el sistema de las bombas, el getter se expone a varias dosis de  $\text{H}_2$  del volumen de carga. Tras la sorción de cada dosis se registra la presión de equilibrio. Los datos obtenidos representan las isotermas de la presión de equilibrio de  $\text{H}_2$  en función de la concentración de hidrógeno, y la capacidad final a una presión fija se ha calculado y se indica en la tabla 1.

En la tabla 2, haciendo referencia a las composiciones mostradas en la tabla 1, se han indicado los porcentajes atómicos relativos de cada elemento seleccionado entre Zr, Ti y V con respecto al porcentaje atómico de la suma de estos tres elementos en las aleaciones getter no evaporables.

ES 2 526 545 T3

Tabla 1

Muestra	Zr (% at.)	Ti (% at.)	V (% at.)	Al (% at.)	Fe (% at.)	Co (% at.)	RE (% at.)	Capacidad de N <sub>2</sub> cm <sup>3</sup> ·Torr/g	Capacidad de H <sub>2</sub> Torr-l/g
muestra A	43	14	43	-	-	-	-	3.206	135
muestra B	62	9	29	-	-	-	-	482	156
muestra C	69	8	23	-	-	-	-	70	160
muestra D	45	15	30	10	-	-	-	208	120
muestra E	68	17	12,5	-	2,5	-	-	22	167
muestra F	49	16	29,2	-	5,8	-	-	50	119
muestra G	40	15	33,8	11,2	-	-	-	170	110
referencia 1	29	14	57	-	-	-	-	9	80
referencia 2	47	12	41	-	-	-	-	36	101
referencia 3	81	-	-	-	-	14	5	2	97

Tabla 2

Muestra	Zr/Zr+Ti+V (% at.)	Ti/Zr+Ti+V (% at.)	V/Zr+Ti+V (% at.)
muestra A	43	14	43
muestra B	62	9	29
muestra C	69	8	23
muestra D	50	17	33
muestra E	70	17	13
muestra F	52	17	31
muestra G	45	17	38
referencia 1	29	14	57
referencia 2	47	12	41
referencia 3	100	0	0

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Dispositivo getter que contiene polvos de aleación getter no evaporable con una elevada eficiencia de sorción de gases, particularmente de hidrógeno y nitrógeno, en el que dichos polvos de aleación comprenden, como elementos compositivos, circonio, vanadio y titanio, y presentan una composición atómica porcentual de dichos elementos que puede variar dentro de los siguientes intervalos:
- a. circonio: entre el 42% y el 85%;
  - 10 b. vanadio: entre el 8% y el 50%;
  - c. titanio: entre el 5% y el 30%;
- 15 expresándose dichos intervalos de porcentaje atómico con respecto a la suma de circonio, vanadio y titanio en la aleación getter no evaporable, que puede comprender, además, como elementos compositivos, uno o más metales seleccionados dentro del grupo que comprende hierro, cromo, manganeso, cobalto, níquel y aluminio, caracterizado porque pueden estar presentes otros elementos químicos en la composición de aleación únicamente si su porcentaje total es menor del 1% con respecto al total de la composición de aleación.
- 20 2. Dispositivo getter, según la reivindicación 1, en el que el porcentaje atómico de vanadio está comprendido entre el 30% y el 47%.
- 25 3. Dispositivo getter, según la reivindicación 2, en el que el porcentaje atómico de vanadio está comprendido entre el 37% y el 47%.
4. Dispositivo getter, según la reivindicación 1, en el que el porcentaje atómico de vanadio está comprendido entre el 28% y el 30%.
- 30 5. Dispositivo getter, según la reivindicación 1, en el que el porcentaje atómico de vanadio está comprendido entre el 8% y el 23%.
- 35 6. Dispositivo getter, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dicha aleación comprende en su composición, además, uno o más elementos adicionales seleccionados dentro del grupo que comprende hierro, cromo, manganeso, cobalto o níquel en una composición atómica porcentual comprendida entre el 0,1% y el 7%, más preferentemente entre el 0,1% y el 5% con respecto a la composición total de aleación.
- 40 7. Dispositivo getter, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que dicha aleación comprende en su composición, además, aluminio como elemento adicional en una composición atómica porcentual comprendida entre el 0,1% y el 12%, más preferentemente entre el 0,1% y el 10% con respecto a la composición total de aleación.
- 45 8. Dispositivo getter, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que dichos polvos de aleación getter se mezclan con polvos metálicos, seleccionándose preferentemente dichos polvos metálicos entre titanio y circonio, o mezclas de los mismos.
- 50 9. Dispositivo getter, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que dichos polvos de aleación tienen un tamaño de partículas menor de 500  $\mu\text{m}$ , preferentemente menor de 300  $\mu\text{m}$ .
10. Utilización de un dispositivo getter, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, para la eliminación de hidrógeno y nitrógeno.
11. Dispositivo sensible al hidrógeno, que contiene un dispositivo getter, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9.

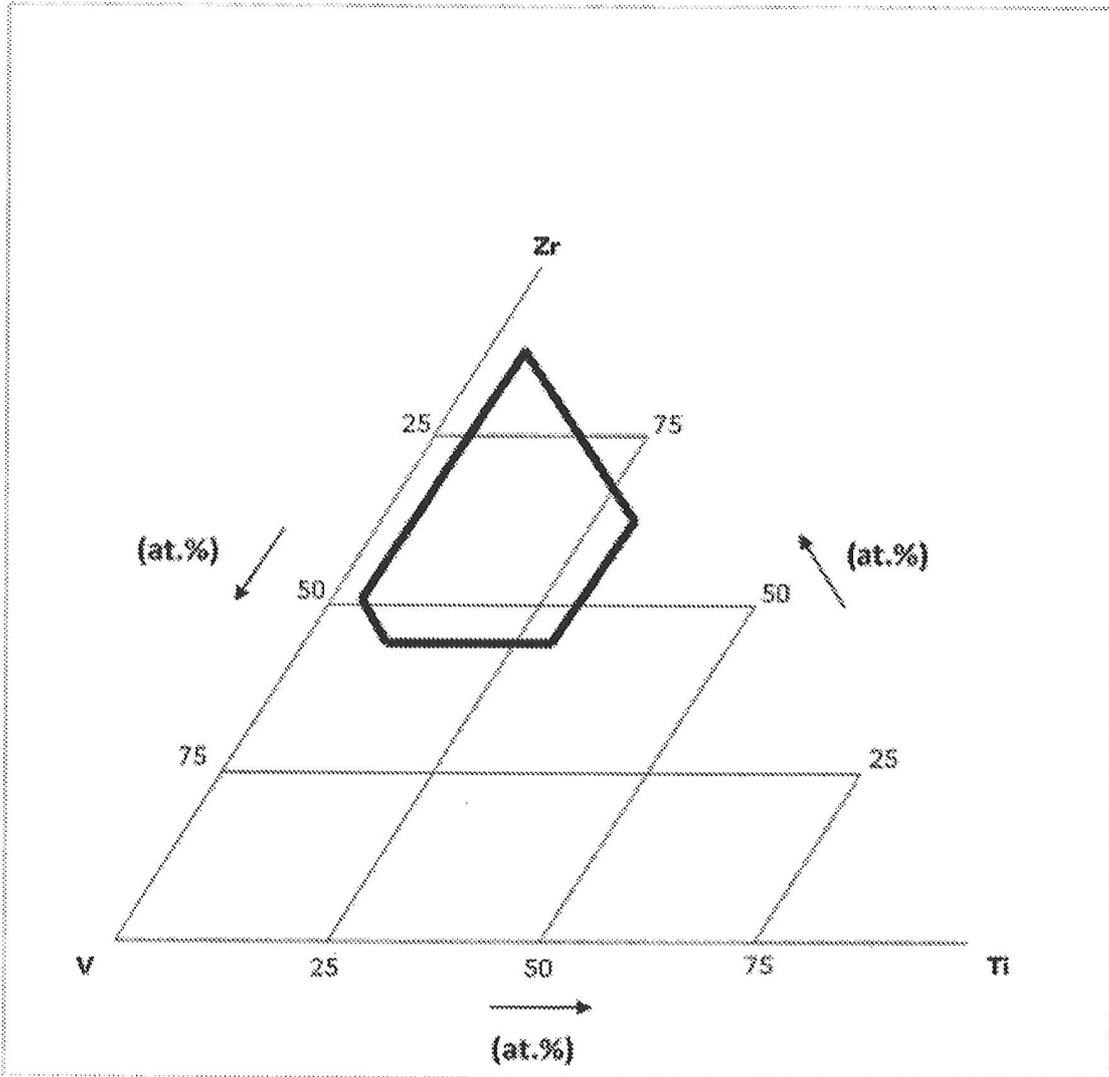


Fig.1

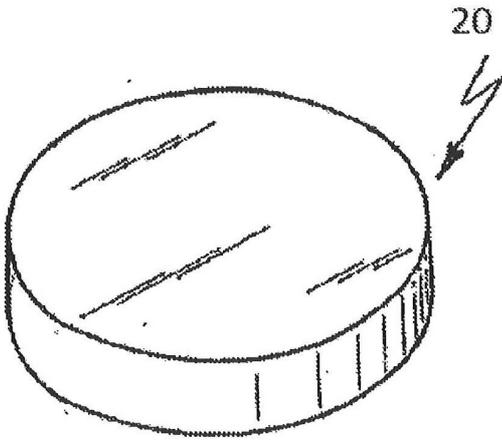


Fig.2

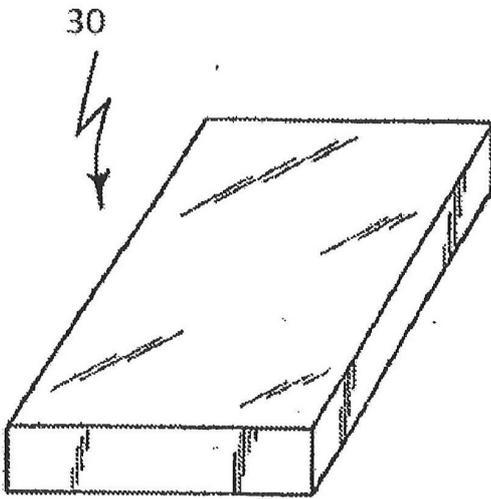


Fig.3

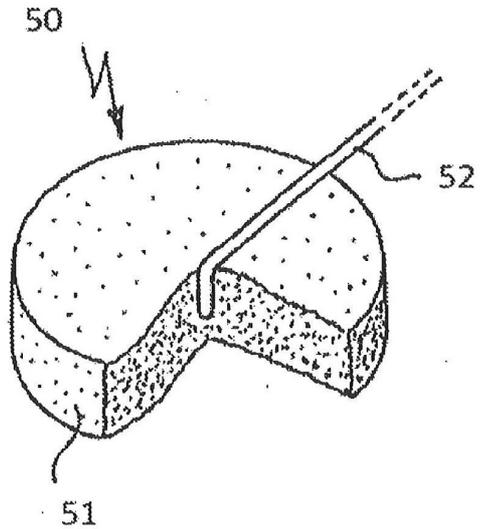


Fig.5

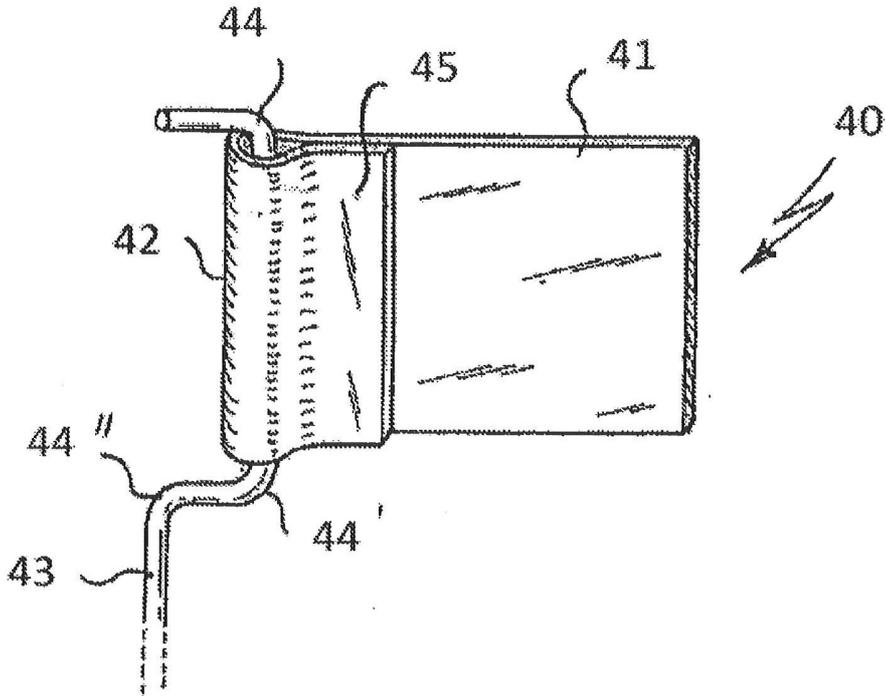


Fig.4

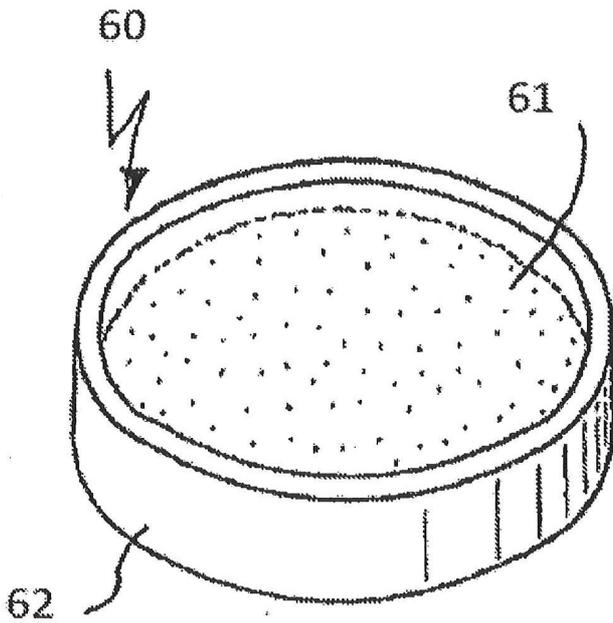


Fig.6

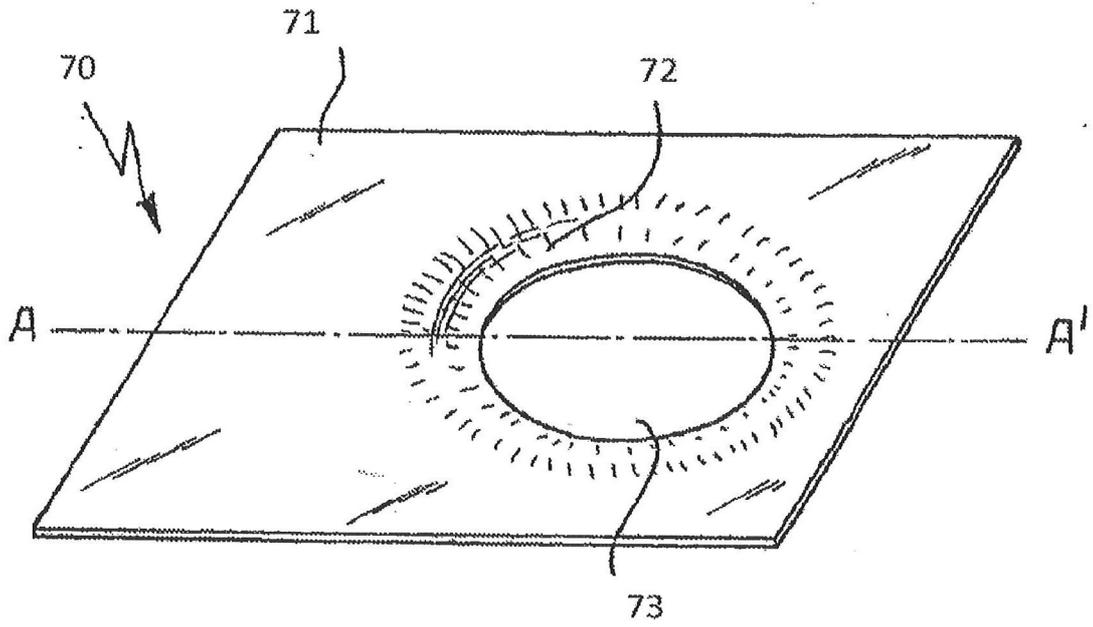


Fig.7

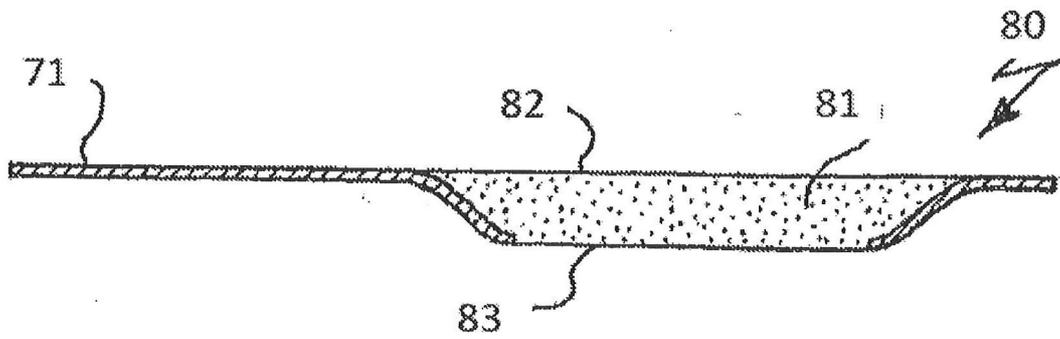


Fig.8

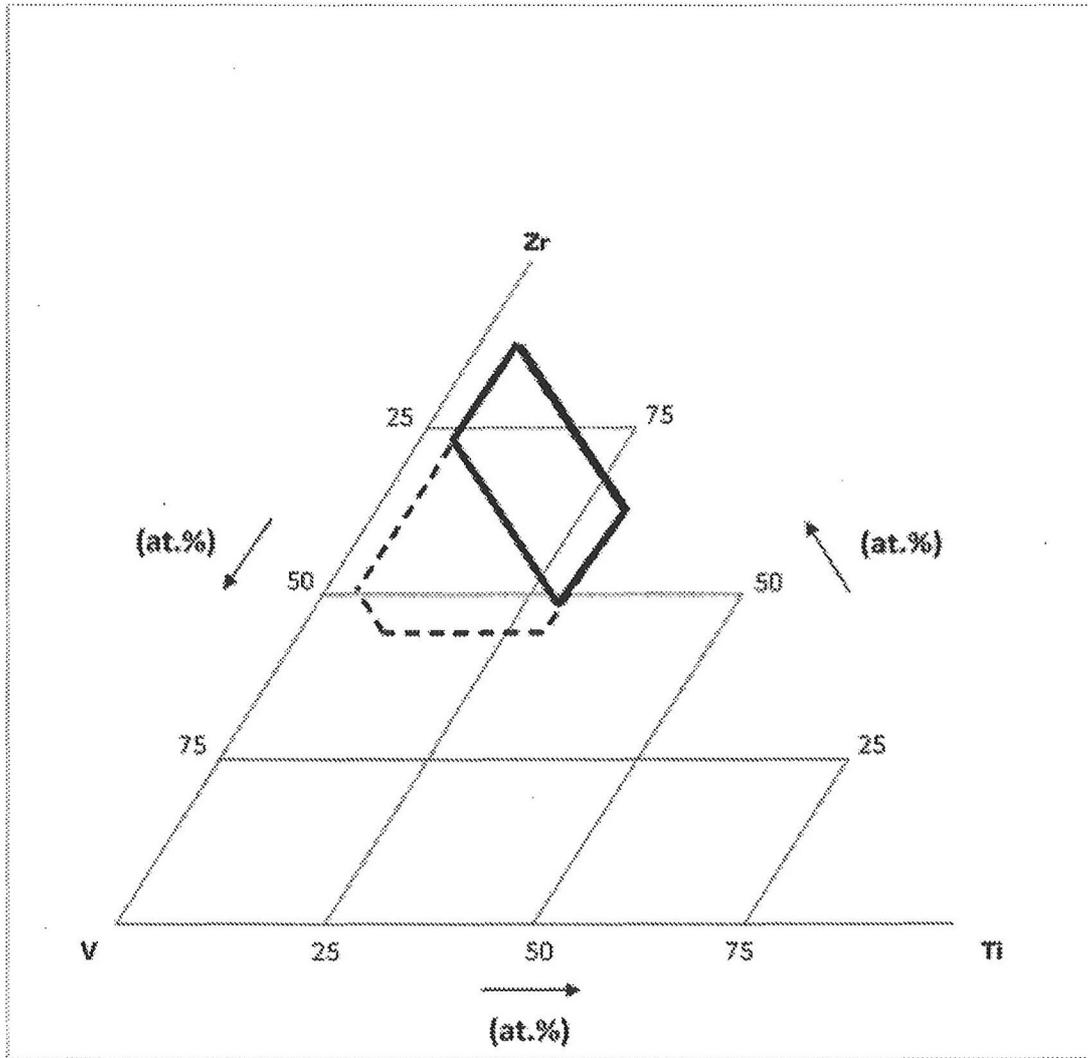


Fig.9

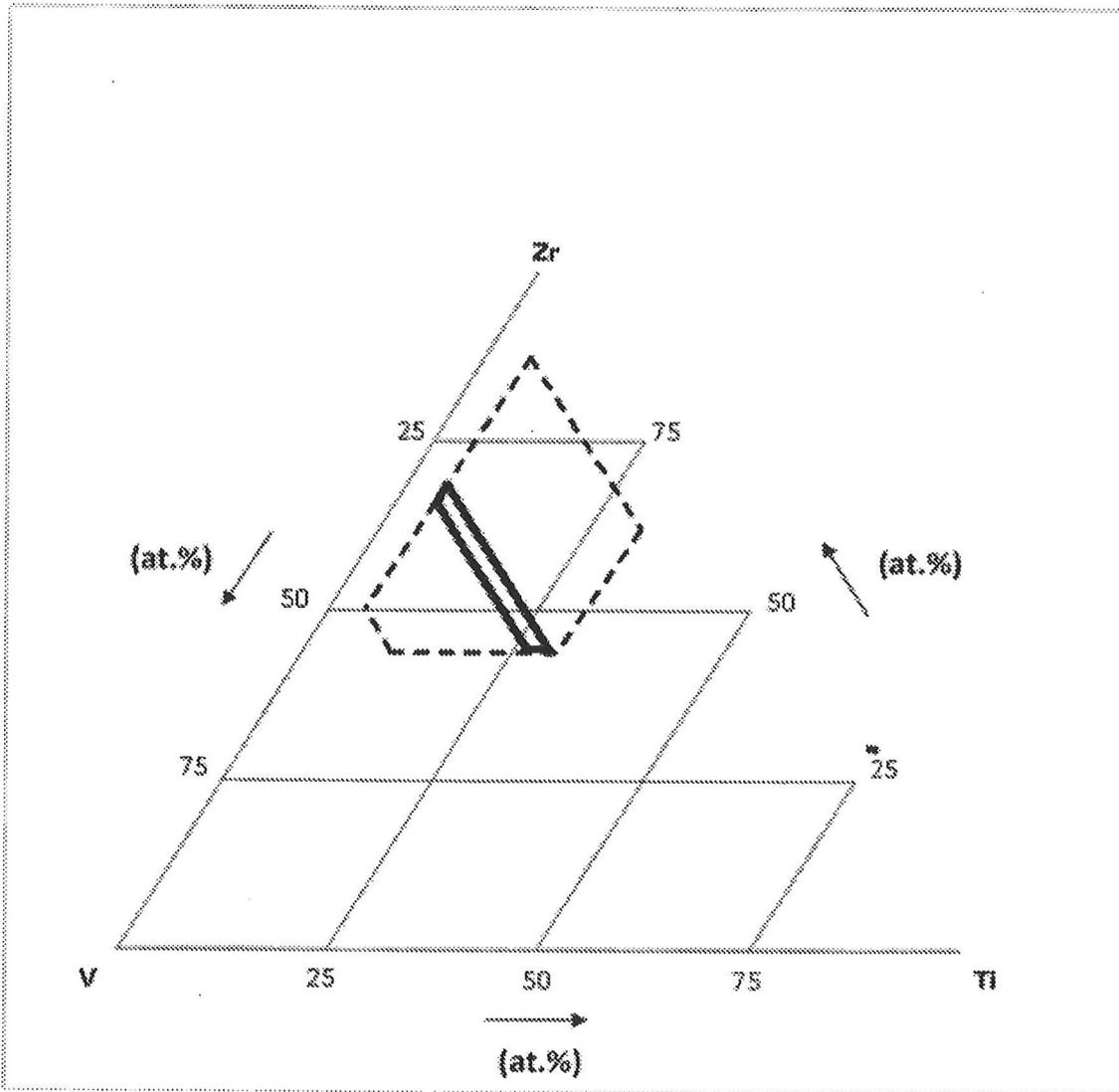


Fig.10

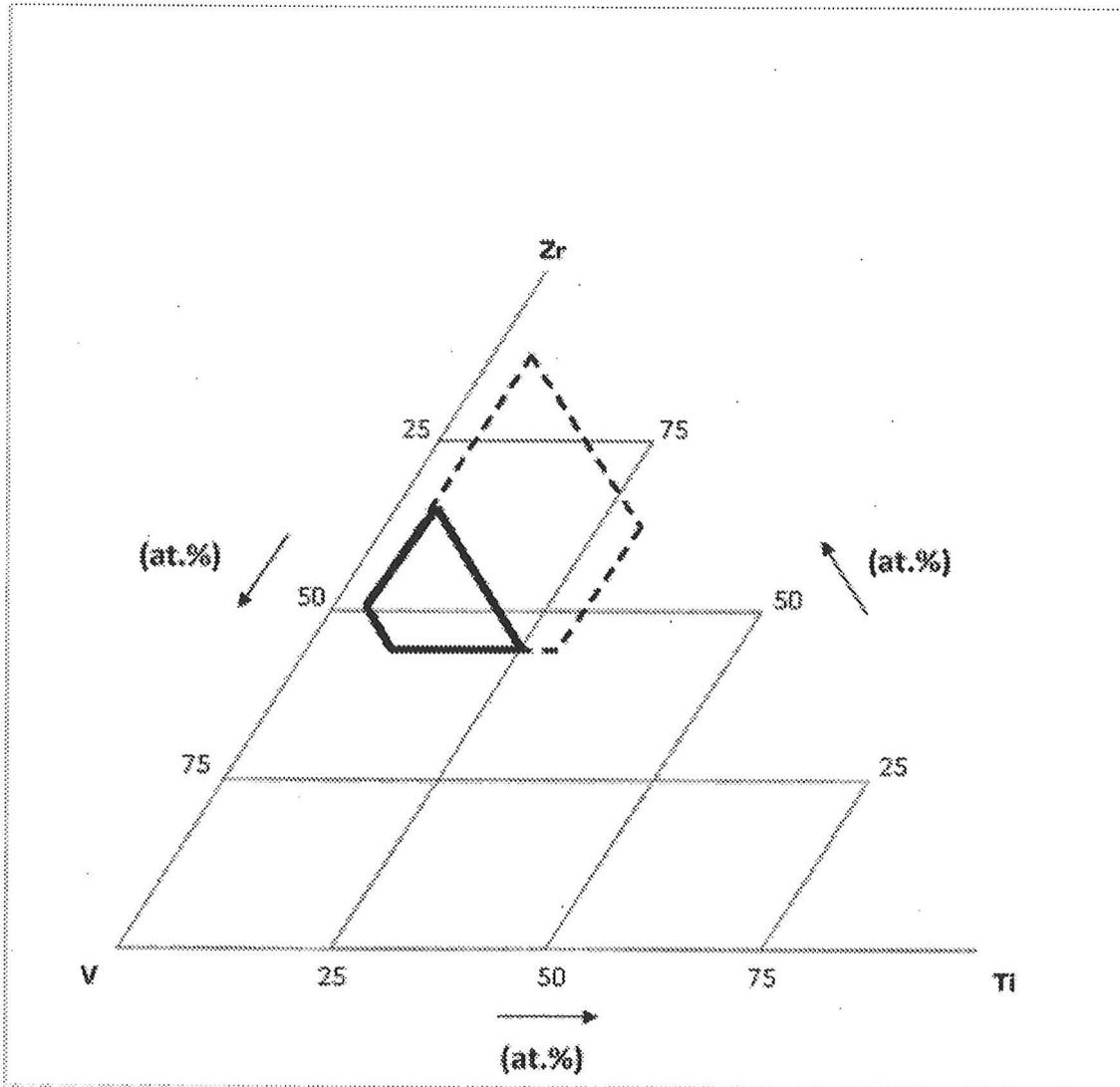


Fig.11