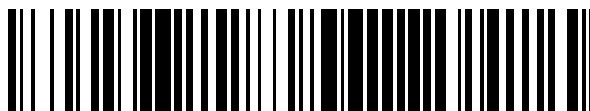


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 735 827**

51 Int. Cl.:

C22C 1/04 (2006.01)
C22C 16/00 (2006.01)
H01J 7/18 (2006.01)
H01J 61/26 (2006.01)
B22F 9/02 (2006.01)
B22F 1/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.05.2017** **PCT/EP2017/062707**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.11.2017** **WO17203015**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.05.2017** **E 17727550 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.04.2019** **EP 3405591**

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

30 Prioridad:

27.05.2016 IT UA20163861

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

20.12.2019

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

GALLITOGNOTTA, ALESSANDRO y
CODA, ALBERTO

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 735 827 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 monóxido de carbono

5 La presente invención se refiere a nuevas aleaciones getter que tienen un rendimiento aumentado de la sorción de hidrógeno y monóxido de carbono a baja temperatura de funcionamiento, a un método para la sorción de hidrógeno con dichas aleaciones y a dispositivos getter que emplean dichas aleaciones para la eliminación de hidrógeno.

10 Las aleaciones que constituyen el contenido de esta invención son particularmente útiles para todas las aplicaciones que requieren condiciones de fabricación o funcionamiento incompatibles con la temperatura de activación térmica requerida típica de la aleación getter en la técnica anterior que tiene una alta tasa de sorción de cantidades significativas tanto de hidrógeno como de monóxido de carbono.

15 Entre las aplicaciones más interesantes para estas nuevas aleaciones de sorción hay paneles aislantes de vacío, bombas de vacío y purificador de gas.

20 Ya se conoce el uso de materiales getter para la eliminación de hidrógeno en estas aplicaciones, pero las soluciones desarrolladas y utilizadas actualmente no son adecuadas para satisfacer los requisitos impuestos por los continuos avances tecnológicos que establecen límites y restricciones cada vez más rígidos.

25 En algunas aplicaciones particulares en el campo de los paneles aislantes de vacío, como por ejemplo botellas térmicas, tuberías para aceite y gas, paneles solares colectores, tubos de vidrio de vacío, se requiere que las aleaciones getter realicen de manera efectiva la sorción de hidrógeno y monóxido de carbono cuando la temperatura está en el intervalo comprendido entre temperatura ambiente (TA) y 300°C

30 Otro campo de aplicación que puede beneficiarse del uso de aleaciones getter que pueden realizar sorción de hidrógeno a altas temperaturas es el de elementos de bombeo getter en bombas de vacío. Este tipo de bombas se describe en varios documentos de patente, tales como los documentos US 5324172 y US 6149392, así como en la publicación de patente internacional WO 2010/105944, todas a nombre del solicitante. La posibilidad de usar el material getter de la bomba a alta temperatura aumenta el rendimiento de la misma en lo que se refiere a la capacidad de sorción frente a otros gases; una cuestión principal en este caso es la obtención de una alta tasa de sorción cuando se opera a una temperatura en el intervalo entre TA y 300°C, así como la capacidad para obtener mejores rendimientos del dispositivo.

35 Otro campo de aplicación que se beneficia de las ventajas de un material getter que puede realizar sorción de hidrógeno y monóxido de carbono con alta tasa de sorción es la purificación de los gases utilizados en las industrias de los semiconductores. De hecho, en particular cuando se requieren flujos altos, normalmente más altos que algunos l/min, el material getter tiene que realizar rápidamente la sorción de especies gaseosas para eliminar contaminantes gaseosos tales como N₂, H₂O, O₂, CH₄, CO, CO₂.

40 Dos de las soluciones más eficaces para la eliminación de hidrógeno se dan a conocer en el documento EP 0869195 y en la publicación de patente internacional WO 2010/105945, ambos a nombre del solicitante. La primera solución hace uso de aleaciones de circonio-cobalto-tierras raras (TR) en las que las TR pueden constituir un máximo del 10% y se seleccionan de entre itrio, lantano y otras tierras raras. En particular, la aleación que tiene los siguientes porcentajes en peso: Zr el 80,8%, Co el 14,2% y TR el 5%, ha sido particularmente apreciada. En cambio, la segunda solución hace uso de aleaciones a base de itrio para maximizar la cantidad de hidrógeno que puede eliminarse a temperaturas por encima de 200°C, aunque sus propiedades de sorción irreversible de gases están limitadas esencialmente con respecto a las necesidades de muchas aplicaciones que requieren condiciones de vacío.

50 Una solución particular, útil para desgasificar rápidamente hidrógeno y otros gases no deseados tales como CO, N₂ y O₂, se describe en el documento US 4360445, pero el compuesto intermetálico de circonio-vanadio-hierro estabilizado con oxígeno que se da a conocer en el mismo puede utilizarse satisfactoriamente solo en el intervalo de temperatura particular (es decir de -196°C a 200°C), requiriéndose una gran cantidad de oxígeno y, por lo que se reduce la capacidad y la tasa de sorción por gramo, es decir se limita su campo de posible aplicación.

60 Como alternativa, el documento US 4839085 da a conocer aleaciones getter no evaporables adecuadas para eliminar hidrógeno y monóxido de carbono que se centra en una composición rica en Zr seleccionada del sistema de circonio-vanadio-tercer elemento, en el que el tercer elemento puede seleccionarse de entre níquel, cromo, manganeso, hierro y/o aluminio, estableciéndose estos últimos dados a conocer en los ejemplos preferiblemente como cuarto elemento. Aunque estas aleaciones parecen ser eficaces a la hora de facilitar algunas etapas en el procedimiento de fabricación, la tasa de absorción cuando se expone a H₂ y CO no es suficiente para aplicarse en muchas aplicaciones como, por ejemplo, en bombas getter para sistemas de alto vacío. Además, las aleaciones getter no evaporables dadas a conocer por el documento US 4839035 requieren un procedimiento de sinterización en la fabricación de elementos getter que los contienen, dando como resultado una limitación adicional que descarta la mayoría de las aplicaciones en el campo del aislamiento a vacío, en particular su uso en botellas térmicas.

Por tanto, las características mejoradas de las aleaciones según la presente invención frente al hidrógeno y el monóxido de carbono tienen que entenderse y evaluarse en un posible doble significado, concretamente una tasa de sorción aumentada para H_2 y una presión de equilibrio de hidrógeno baja cuando la temperatura de funcionamiento de dichas aleaciones getter está comprendida en el intervalo entre TA y 300°C. Para las aleaciones más interesantes según la presente invención, esta propiedad debe considerarse y asociarse con un rendimiento de sorción mejorado inesperado con respecto a otras especies gaseosas y con referencia particular al CO. Además, estas aleaciones han mostrado menores temperaturas de activación y menores pérdidas de partículas en combinación con una fragilidad y resistencia mayores al ciclo de hidrógeno.

Por tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar una aleación getter adecuada para su uso en dispositivos getter y que puede superar las desventajas de la técnica anterior. Estos objetos se logran mediante una aleación getter no evaporable ternaria, preferiblemente en forma de polvo, que tiene la siguiente composición en porcentaje atómico:

- a. vanadio desde el 18 hasta el 40%;
- b. aluminio desde el 5 hasta el 25%;
- c. circonio en la cantidad necesaria para completar la aleación al 100%;

concretamente en la que los porcentajes atómicos se calculan con respecto a la aleación.

Opcionalmente, la composición de aleación getter no evaporable puede comprender además, como elementos de composición adicionales, uno o más metales en una concentración atómica total de entre el 0,1 y el 3% respecto al total de la composición de aleación. En particular, este uno o más metales pueden seleccionarse del grupo que consiste en hierro, cromo, manganeso, cobalto y níquel en un porcentaje atómico total comprendido preferiblemente entre el 0,1 y el 2%. A diferencia de la técnica anterior, los inventores han descubierto que este uno o más metales pueden estar contenidos en la composición de aleación en una cantidad menor del 10% del contenido en porcentaje atómico de aluminio.

De hecho, los presentes inventores han descubierto sorprendentemente que las aleaciones ternarias en el sistema Zr-V-Al tienen una tasa de sorción de H_2 y CO mejorada cuando la cantidad de aluminio se selecciona en el intervalo comprendido entre el 5 y el 25%. A diferencia del documento US 4839035, el aluminio se ha elegido como tercer elemento en la composición de aleación ternaria en lugar de otros metales en la lista de níquel, cromo, manganeso y hierro. Más específicamente, los inventores han descubierto que puede encontrarse una mejora mayor en el rendimiento getter de aleaciones basadas en circonio y vanadio cuando se añade aluminio en una cantidad significativa (mayor del 5% en porcentaje atómico) y no como componente minoritario en un sistema ternario Zr-V-X donde X=Ni, Cr, Mn o Fe en una cantidad menor del 7% en porcentaje atómico. De hecho, en dichas composiciones dadas a conocer, cuando se usa aluminio en asociación con otro tercer elemento principal, está claro que su concentración debe ser significativamente menor del 5% en porcentaje atómico que los inventores han descubierto como mínimo para la presente invención.

En un aspecto adicional, los presentes inventores han descubierto que una importante propiedad técnica que puede usarse para obtener los mejores resultados a la hora de superar las desventajas de las aleaciones de la técnica anterior es la razón atómica Zr/V, que debe estar comprendida entre 1 y 2,5. De hecho, cuando dicha razón está comprendida en el intervalo anterior, los inventores han descubierto que el rendimiento de sorción de la aleación no se ve comprometido por procedimientos de sinterización como sucede normalmente con aleaciones existentes previamente. Además, los rendimientos de sorción están particularmente optimizados también en lo que se refiere a las velocidades de sorción y las capacidades de sorción máximas de hidrógeno y monóxido de carbono cuando dicha razón está comprendida entre 1,5 y 2.

Además, pueden estar presentes en la composición de aleación cantidades minoritarias de impurezas de otros elementos químicos si su porcentaje total, entendido como la suma del contenido en porcentaje atómico de todos estos elementos químicos, 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 estarán claras para los expertos en la técnica a partir de la siguiente descripción detallada de algunas realizaciones no limitativas de la misma.

Las aleaciones getter no evaporables según la presente invención pueden usarse en forma de pastillas comprimidas obtenidas por medio de un procedimiento de compactación de polvo. La compactación de polvo es el procedimiento de compactar polvo de aleación en un troquel a través de la aplicación de altas presiones. Normalmente, las herramientas se mantienen en la orientación vertical, formando la herramienta de punzón la parte inferior de la cavidad. Entonces el polvo se compacta para dar una conformación y después se expulsa de la cavidad del troquel. La densidad del polvo compactado en la conformación resultante (normalmente en forma de pastilla) es

directamente proporcional a la cantidad de presión aplicada. Presiones de compresión típicas adecuadas para compactar la aleación getter no evaporable según la presente invención pueden oscilar entre 1 ton/cm² y 15 ton/cm² (entre 1,5 MPa y 70 MPa). En ocasiones puede ser necesario trabajar con múltiples punzones inferiores para obtener la misma razón de compresión a través de un elemento de polvo comprimido que requiere más de un nivel o altura. Se obtiene una pastilla cilíndrica mediante herramientas de un solo nivel. Puede obtenerse una conformación más compleja mediante herramientas comunes de múltiples niveles.

Por ejemplo, pueden obtenerse un cilindro o un tablero realizado mediante el corte de una lámina de aleación de grosor adecuado. Para su uso práctico, los dispositivos deben colocarse en una posición fija en el recipiente que va a mantenerse libre de hidrógeno. Los dispositivos pueden fijarse directamente a una superficie interna del recipiente, por ejemplo mediante soldadura por puntos cuando dicha superficie está compuesta por metal. Alternativamente, los dispositivos pueden colocarse en el recipiente por medio de soportes adecuados; el montaje en el soporte puede llevarse a cabo entonces mediante soldadura o compresión mecánica.

En otra posible realización de un dispositivo getter, se usa un cuerpo discreto de una aleación según la invención particularmente para aquellas aleaciones que tienen características de alta plasticidad. En este caso, la aleación se fabrica en forma de una tira de la que se corta un fragmento del tamaño deseado; entonces se dobla el fragmento en su parte alrededor de un soporte en forma de hilo metálico. El soporte puede ser lineal, pero está dotado preferiblemente de curvas que ayudan en la colocación del fragmento, cuya conformación puede mantenerse por medio de uno o más puntos de soldadura en una zona de superposición, aunque una simple compresión durante el doblado alrededor del soporte puede ser suficiente teniendo en cuenta la plasticidad de estas aleaciones.

Alternativamente, pueden fabricarse otros dispositivos getter según la invención mediante el uso de polvos de las aleaciones. En caso de que se usen polvos, estos tienen preferiblemente un tamaño de partícula menor de 500 µm, e incluso más preferiblemente menor de 300 µm, estando comprendido en algunas aplicaciones entre 0 y 125 µm. Un dispositivo que tiene la conformación de un comprimido con un soporte insertado en el mismo puede obtenerse por ejemplo mediante compresión de polvos en un molde, habiéndose preparado dicho soporte en el molde antes de verter el polvo. Alternativamente, el soporte puede soldarse al comprimido.

Como otra alternativa, puede obtenerse fácilmente un dispositivo formado por polvos de una aleación según la invención prensados en un recipiente metálico; el dispositivo puede fijarse a un soporte, por ejemplo mediante soldadura del recipiente al mismo.

Otro tipo de dispositivo que comprende un soporte puede fabricarse a partir de una lámina metálica con una depresión, obtenida prensando la lámina en un molde adecuado. Casi toda la parte inferior de la depresión se retira entonces cortándola, obteniendo un orificio, y el soporte se mantiene dentro del molde de prensado de modo que la depresión puede llenarse con polvos de aleación que entonces se prensa *in situ*, obteniendo por tanto el dispositivo en el que el paquete de polvo tiene dos superficies expuestas para la sorción de gases.

En el campo de las bombas getter, el requisito principal logrado por la presente invención es una sorción de hidrógeno eficaz incluso cuando se opera a bajas temperaturas si se compara con las usadas normalmente con otras aleaciones getter existentes, sin afectar a la capacidad del material getter de sorber eficazmente también otras impurezas gaseosas, así como N₂, H₂O, O₂, CH₄, CO, CO₂ que podrían estar presentes posiblemente en la cámara que va a evacuarse. En este caso, todas las aleaciones que constituyen el contenido de la presente invención tienen características que son ventajosas en esta aplicación, por lo que las que tienen una mayor afinidad hacia varias impurezas gaseosas son particularmente apreciadas. En particular, los inventores han descubierto que estas aleaciones tienen un rendimiento de sorción para hidrógeno y monóxido de carbono que se ve menos comprometido por el procedimiento de sinterización que se usa normalmente para elementos getter para bombas getter o cartucho de bombeo getter usado en combinación con otros elementos de bombeo (como, por ejemplo, bombas de iones).

La sinterización es el procedimiento de compactación y formación de una masa sólida de material mediante calor y/o presión sin fundirla hasta el punto de licuefacción. Los átomos en los materiales difunden a través de los límites de las partículas, fusionando las partículas entre sí y creando una pieza sólida.

En las bombas getter más comunes, los elementos getter discoidales se ensamblan convenientemente en una pila para obtener un objeto con rendimientos de bombeo aumentados. La pila puede estar equipada con un elemento de calentamiento coaxial con respecto al elemento de soporte y montado sobre un reborde de vacío o fijado en la cámara de vacío por medio de soportes adecuados.

En todos los dispositivos según la invención, los soportes, recipientes y cualquier otra parte metálica que no está formada por una aleación según la invención, está compuesta por metales que tienen una baja presión de vapor, tales como tungsteno, tantalio, niobio, molibdeno, níquel, níquel-hierro o acero con el fin de evitar que estas partes se evaporen debido a la alta temperatura de trabajo a la que están expuestos dichos dispositivos.

Las aleaciones útiles para los dispositivos getter según la invención pueden producirse mediante la fusión de los elementos puros, preferiblemente en polvo o fragmentos, con el fin de obtener las razones atómicas deseadas. La

fusión debe llevarse a cabo en una atmósfera controlada, por ejemplo a vacío o en gas inerte (se prefiere argón), con el fin de evitar la oxidación de la aleación que está preparándose. Entre las tecnologías de fusión más habituales, aunque sin limitarse a estas, pueden usarse fusión por arco, 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). Como ejemplo, pueden prepararse lingotes policristalinos mediante fusión por arco de mezclas apropiadas de los elementos constituyentes de alta pureza en atmósfera de argón. El lingote puede molerse con diversos métodos, tales como molino de martillos, molino de impacto o con un molino de bolas tradicional, bajo atmósfera de argón y posteriormente tamizarse hasta obtenerse la fracción de polvo deseada, habitualmente de menos de 500 μm o más preferiblemente de menos de 300 μm . Cuando los polvos según la presente invención se utilizan en un dispositivo getter que está en forma comprimida (por ejemplo pastillas), la razón atómica entre el circonio y el vanadio está comprendida preferiblemente entre 1,5 y 2.

La sinterización o sinterización a alta presión de los polvos también puede emplearse para formar muchas conformaciones diferentes, tales como discos, barras, anillos, etc. de las aleaciones getter no evaporables de la presente invención, por ejemplo, para usarse en bombas getter. Además, en una posible realización de la presente invención, pueden obtenerse productos sinterizados utilizando mezclas de polvos de aleación getter que tienen una composición según la reivindicación 1 mezclados opcionalmente con polvos metálicos elementales tales como, por ejemplo, titanio, circonio o mezclas de los mismos, para obtener elementos getter, habitualmente en forma de barras, discos o formas similares también descritos, por ejemplo, en el documento EP 0719609. Cuando los polvos según la presente invención se usan en un dispositivo getter en una forma comprimida y sinterizada, la razón atómica Zr/V entre el circonio y el vanadio está comprendida preferiblemente entre 1 y 2,5.

En un segundo aspecto de la misma, la invención consiste en el uso de un dispositivo getter tal como se describió anteriormente, para la eliminación de hidrógeno y monóxido de carbono. Por ejemplo, dicho uso puede estar dirigido a la eliminación de hidrógeno y monóxido de carbono de un sistema o dispositivo cerrado que incluye o que contiene sustancias o elementos estructurales que son sensibles a la presencia de dichos gases. Alternativamente, dicho empleo puede estar dirigido a la eliminación de hidrógeno y monóxido de carbono de flujos de gases usados en procedimientos de fabricación que implican sustancias o elementos estructurales que son sensibles a la presencia de dichos gases. El hidrógeno y el monóxido de carbono afectan negativamente a las características o rendimientos del dispositivo y dicho efecto indeseado se evita o limita por medio de al menos un dispositivo getter que contiene una aleación getter no evaporable ternaria que tiene la siguiente composición atómica:

i. vanadio desde el 18 hasta el 40%

ii. aluminio desde el 5 hasta el 25%

iii. circonio en la cantidad necesaria para completar la aleación al 100%;

concretamente en la que los porcentajes atómicos se calculan con respecto a la aleación.

Opcionalmente, la composición de aleación getter no evaporable puede comprender además como elementos de composición adicionales, uno o más metales en una concentración atómica total menor del 3% respecto al total de la composición de aleación, preferiblemente menor del 10% de la concentración en porcentaje atómico de aluminio. En particular, estos metales pueden seleccionarse del grupo que consiste en hierro, cromo, manganeso, cobalto y níquel en un porcentaje atómico total. Además, pueden estar presentes en la composición de aleación cantidades minoritarias de impurezas que consisten en otros elementos químicos si su porcentaje total, entendido como la suma de todos estos elementos químicos, es menor del 1% con respecto al total de la composición de aleación.

El uso según la invención puede aplicarse usando la aleación getter también en forma de polvo, de pastillas de polvos comprimidos, laminados sobre láminas metálicas adecuadas o colocados dentro uno de los recipientes adecuados, conociendo el experto en la técnica posibles variantes, y no solamente para productos sinterizados. En particular, los inventores han descubierto que los rendimientos de sorción se optimizan también en lo que se refiere a las velocidades de sorción y capacidades sorción máximas de hidrógeno y monóxido de carbono cuando dicha razón está comprendida entre 1,5 y 2.

Alternativamente, el uso según la invención puede aplicarse usando la aleación getter en forma de polvos sinterizados (o sinterizados a alta presión), mezclados opcionalmente con polvos metálicos tales como, por ejemplo, titanio o circonio o mezclas de los mismos.

Las consideraciones anteriores relativas a la colocación del material getter según la presente invención son generales y adecuadas para el empleo del mismo independientemente del modo de uso del material o de la estructura particular de su recipiente.

Ejemplos no limitativos de sistemas sensibles al hidrógeno que pueden obtener beneficios particulares a partir del uso de los dispositivos getter descritos anteriormente son cámaras de vacío, transporte de líquidos criogénicos (por ejemplo hidrógeno o nitrógeno), receptores solares, botellas de vacío, líneas de flujo aisladas a vacío (por ejemplo

para inyección de vapor), tubos electrónicos, vasos Dewar, etc. tuberías para aceite y gas, paneles solares colectores, tubos de vidrio de vacío.

A menos que se defina de otro modo, se pretende que todos los términos de técnica, notaciones y otra terminología científica usada en el presente documento tengan los significados entendidos normalmente por los expertos en la técnica a la que pertenece esta divulgación. En algunos casos, los términos con significados entendidos normalmente se definen en el presente documento por motivos de claridad y/o para referencia rápida; por tanto, no debe interpretarse que la inclusión de tales definiciones en el presente documento representa una diferencia sustancial con respecto a lo que generalmente se entiende en la técnica.

Los términos “que comprende”, “que tiene”, “que incluye” y “que contiene” deben interpretarse como términos abiertos (es decir, que significan “que incluye, pero sin limitarse a”) y deben considerarse que ofrecen apoyo también para términos como “consiste esencialmente en”, “que consiste esencialmente en”, “consiste en” o “que consiste en”.

Los términos “consiste esencialmente en”, “que consiste esencialmente en” deben interpretarse como términos semicerrados, lo que significa que no está incluido ningún otro componente que afecte materialmente a las características básicas y novedosas de la invención (por tanto, pueden estar incluidas posibles impurezas).

Los términos “consiste en”, “que consiste en” deben interpretarse como términos cerrados.

La invención se ilustrará adicionalmente mediante los siguientes ejemplos. Estos ejemplos no limitativos ilustran algunas realizaciones destinadas a enseñar al experto cómo poner en práctica la invención.

Ejemplos

Se prepararon varios lingotes policristalinos mediante fusión por arco de mezclas apropiadas de los elementos constituyentes metálicos de alta pureza en una atmósfera de argón. Después, cada lingote se molió mediante un molino de bolas en atmósfera de argón y posteriormente se tamizó hasta obtener la fracción de polvo deseada, es decir menor de 300 μm .

Se prensó 1 g de cada aleación indicada en la tabla 1 (véase a continuación) en un troquel con el fin de obtener las muestras (pastilla) designadas como muestra A, B, C (según la presente invención) y muestras comparativas designadas de 1 al 7.

Tabla 1

	Zr	V	Al	Ni	Cr	Mn	Fe
Comparativa 1	50	35	-	15	-	-	-
Comparativa 2	57	35,8	-	7,2	-	-	-
Comparativa 3	57	35,8	-	-	7,2	-	-
Comparativa 4	57	35,8	-	-	-	7,2	-
Comparativa 5	57	35,8	-	-	-	-	7,2
Muestra A	52,5	32,3	15,2	-	-	-	-
Muestra B	53	27	20	-	-	-	-
Muestra C	58,5	34,5	7	-	-	-	-
Comparativa 6	63	17	20	-	-	-	-
Comparativa 7	40	20	40	-	-	-	-

Se compararon sus rendimientos de sorción frente a hidrógeno y monóxido de carbono en forma de pastillas comprimidas de polvo getter (diámetro 10 mm y altura 3 mm) y en forma de disco getter sinterizado, obtenidos tras prensado y a una temperatura del procedimiento de sinterización y prensado menor de 1250°C.

La prueba para la evaluación de la capacidad de sorción de H_2 y CO se lleva a cabo en un banco de vacío ultraalto. La muestra getter se monta dentro de una bombilla y un medidor de iones permite medir la presión en la muestra, mientras que otro medidor de iones permite medir la presión aguas arriba de una conductancia ubicada entre los dos medidores. El getter se activa con un horno de radiofrecuencia a 500°C x 10 min; a continuación, se enfría y se mantiene a 25°C. Se hace pasar un flujo de H_2 o CO sobre el getter a través de la conductancia conocida, manteniendo una presión constante de 3×10^{-6} torr. Midiendo la presión antes y después de la conductancia e integrando el cambio de presión en función del tiempo, pueden calcularse la velocidad de bombeo y la cantidad sorbida por el getter. Los datos registrados se indican en la tabla 2 (para discos sinterizados) y en la tabla 3 (para pastillas comprimidas).

Tabla 2

	Sinterizado	
	Tasa de sorción (l/s) de H ₂	Tasa de sorción (l/s) de CO
Comparativo 1	10,0	4,8
Comparativo 2	11,0	6,0
Comparativo 3	10,0	5,2
Comparativo 4	7,5	5,3
Comparativo 5	5,6	5,0
Muestra A	19	8
Muestra B	17	8
Comparativo 6	6,3	6,2
Comparativo 7	6,8	4,7

Tabla 3

	Pastillas 10-3	
	Tasa de sorción (l/s) de H ₂	Tasa de sorción (l/s) de CO
Muestra A	2	1,5
Muestra B	1,7	1
Muestra C	3,5	2,3
Comparativo 6	1,2	0,5
Comparativo 7	0,5	0,3

REIVINDICACIONES

1. Aleación getter no evaporable que consiste en:
 - 5 a. vanadio desde el 18 hasta el 40% en átomos
 - b. aluminio desde el 5 hasta el 25% en átomos
 - 10 c. uno o más elementos adicionales opcionales seleccionados del grupo que consiste en hierro, cromo, manganeso, cobalto o níquel en una cantidad comprendida entre el 0,1 y el 3% en átomos con respecto a la aleación
 - d. circonio en la cantidad necesaria para completar la aleación al 100% en átomos,
 - 15 en la que dicho uno o más elementos adicionales opcionales están en una cantidad menor del 10% del porcentaje atómico de aluminio contenido en la aleación.
2. Aleación getter según la reivindicación 1, en la que el circonio y el vanadio tienen una razón Zr/V de su respectiva cantidad atómica comprendida entre 1 y 2,5.
- 20 3. Aleación getter según la reivindicación 1, en la que dicho uno o más elementos adicionales están en una cantidad comprendida entre el 0,1 y el 2% con respecto a la aleación.
4. Aleación getter según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además impurezas en una cantidad menor del 1% en átomos con respecto a la aleación.
- 25 5. Aleación getter según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizada por estar en forma de polvo.
- 30 6. Aleación getter según la reivindicación 5, en la que dichos polvos de aleación getter se mezclan con polvos de metal, seleccionándose preferiblemente dichos polvos de metal de entre titanio metálico, circonio o mezclas de los mismos.
- 35 7. Aleación getter según la reivindicación 5, en la que dicho polvo tiene un tamaño de partícula menor de 500 μm , preferiblemente menor de 300 μm .
8. Dispositivo getter que comprende una aleación getter no evaporable según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores.
- 40 9. Dispositivo getter según la reivindicación 8, en el que dicha aleación getter está en forma de pastillas de polvo comprimido.
10. Dispositivo getter según la reivindicación 8, en el que el circonio y el vanadio tienen una razón Zr/V de su respectiva cantidad atómica comprendida entre 1,5 y 2
- 45 11. Dispositivo getter según la reivindicación 8, en la que dicho polvo de aleación getter está en forma de un solo elemento getter de cuerpo comprimido y sinterizado.
12. Dispositivo getter según la reivindicación 11, en el que dicho dispositivo getter es una bomba getter, un cartucho para una bomba getter o una bomba que contiene uno o más elementos de bombeo.
- 50 13. Uso de un dispositivo getter según la reivindicación 8, para la eliminación de hidrógeno y monóxido de carbono.
- 55 14. Sistema sensible al hidrógeno seleccionado de cámaras de vacío, transporte de líquidos criogénicos, receptores solares, botellas de vacío, líneas de flujo aisladas a vacío, tubos electrónicos, vasos Dewar, tuberías para aceite y gas, paneles solares colectores y tubos de vidrio de vacío, que contienen un dispositivo getter según la reivindicación 8.