



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 193 254** <sup>(13)</sup> **C2**  
(51) МПК<sup>7</sup> **H 01 J 41/12, 7/18, 9/18**

РОССИЙСКОЕ АГЕНТСТВО  
ПО ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

(21), (22) Заявка: 99100321/09, 18.06.1997  
(24) Дата начала действия патента: 18.06.1997  
(30) Приоритет: 19.06.1996 FR 96/07625  
(43) Дата публикации заявки: 27.12.2000  
(46) Дата публикации: 20.11.2002  
(56) Ссылки: EP 0426277 A1, 08.05.1991. SU 1814818 A3, 05.10.1995. EP 0496711 A1, 27.07.1988. WO 9402957 A1, 03.02.1994.  
(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу: 19.01.1999  
(86) Заявка РСТ: EP 97/03180 (18.06.1997)  
(87) Публикация РСТ: WO 97/49109 (24.12.1997)  
(98) Адрес для переписки: 103064, Москва, ул. Казакова 16, НИИР Канцелярия "Патентные поверенные Квашнин, Сапельников и Партнеры", Д.А.Сапельникову

(71) Заявитель: ОРГАНИЗАСЬОН ЭРОПЕЕН ПУР ЛЯ РЕШЕРШ НЮКЛЕЭР (CH)  
(72) Изобретатель: БЕНВЕНИУТИ Кристофоро (FR)  
(73) Патентообладатель: ОРГАНИЗАСЬОН ЭРОПЕЕН ПУР ЛЯ РЕШЕРШ НЮКЛЕЭР (CH)  
(74) Патентный поверенный: Сапельников Дмитрий Алексеевич

(54) ОТКАЧИВАЮЩЕЕ УСТРОЙСТВО, ПРЕДУСМАТРИВАЮЩЕЕ ПРИМЕНЕНИЕ НЕИСПАРЯЮЩЕГОСЯ ГЕТТЕРА, И СПОСОБЫ ПРИМЕНЕНИЯ ДАННОГО ГЕТТЕРА

(57) Изобретение относится к устройствам создания сверхвысокого вакуума. Техническим результатом является повышение эффективности откачивающего устройства. Откачивающее устройство предусматривает применение испаряющегося геттера для создания сверхглубокого вакуума в камере, внутренняя металлическая поверхность которой покрыта тонким слоем испаряющегося геттера, способного поглощать газы, который нанесен в вакууме путем катодного распыления. Способ образования тонкого слоя испаряющегося геттера предусматривает следующие один за другим этапы: тонкий слой испаряющегося геттера накладывают

путем катодного распыления на по меньшей мере наибольшую часть поверхности стенки камеры, соединяют камеру с вакуумной системой, создают вакуум с помощью вакуумной системы, просушивают вакуумную систему при заданной температуре, поддерживая при этом температуру камеры ниже температуры активации испаряющегося геттера, заканчивают просушку вакуумной системы и одновременно поднимают температуру камеры до температуры активации, поддерживают эту температуру в течение заранее рассчитанного времени, за которое испаряющийся геттер становится чистым, затем понижают температуру до температуры окружающей среды. 2 с. и 3 з.п. ф-лы.

RU 2 1 9 3 2 5 4 C 2

RU 2 1 9 3 2 5 4 C 2



(19) **RU** <sup>(11)</sup> **2 193 254** <sup>(13)</sup> **C2**  
 (51) Int. Cl.<sup>7</sup> **H 01 J 41/12, 7/18, 9/18**

RUSSIAN AGENCY  
FOR PATENTS AND TRADEMARKS

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: 99100321/09, 18.06.1997  
 (24) Effective date for property rights: 18.06.1997  
 (30) Priority: 19.06.1996 FR 96/07625  
 (43) Application published: 27.12.2000  
 (46) Date of publication: 20.11.2002  
 (85) Commencement of national phase: 19.01.1999  
 (86) PCT application:  
EP 97/03180 (18.06.1997)  
 (87) PCT publication:  
WO 97/49109 (24.12.1997)  
 (98) Mail address:  
103064, Moskva, ul. Kazakova 16, NIIR  
Kantseljarija "Patentnye poverennye  
Kvashnin, Sapel'nikov i Partnery",  
D.A.Sapel'nikovu

(71) Applicant:  
ORGANIZAS'ON EhROPEEN PUR LJJa  
RESHERSh NJuKLEEHr (CH)  
 (72) Inventor: BENVENJuTI Kristoforo (FR)  
 (73) Proprietor:  
ORGANIZAS'ON EhROPEEN PUR LJJa  
RESHERSh NJuKLEEHr (CH)  
 (74) Representative:  
Sapel'nikov Dmitrij Alekseevich

(54) PUMPING DEVICE IMPLYING USE OF NON-EVAPORATING GETTER AND METHODS FOR USING SAID GETTER

(57) Abstract:  
 FIELD: superhigh vacuum producers.  
 SUBSTANCE: pumping device uses non-evaporating getter for creating superhigh vacuum inside chamber whose inner metal surface is covered with thin layer of non-evaporating gas-absorbing getter deposited in vacuum by cathode spraying. Method for producing thin layer of non-evaporating getter includes following sequential steps: thin layer of non-evaporating getter is applied by cathode spraying to at least small area of chamber wall surface; chamber is joined with vacuum

system; vacuum is built up by means of vacuum system; the latter is dried out at preset temperature at the same time maintaining temperature within chamber below activation temperature of non-evaporating getter; vacuum system drying is ceased while temperature within chamber is raised to activation temperature and this temperature is maintained within predetermined time to allow for making non-evaporating getter clean, whereupon temperature is reduced to ambient value. EFFECT: enhanced efficiency of pumping device. 5 cl

RU 2 1 9 3 2 5 4 C 2

RU 2 1 9 3 2 5 4 C 2

Изобретение относится к усовершенствованиям, внесенным в способ откачки, предусматривающий применение неиспаряющегося геттера (NEG), для создания сверхглубокого вакуума в камере, внутренняя металлическая поверхность которой покрыта тонким слоем неиспаряющегося геттера, способного поглощать газы.

В высушиваемой металлической системе, предназначенной для создания сверхглубокого вакуума (вакуума до  $10^{-10}$  торр и даже вакуума порядка  $10^{-13}$ - $10^{-14}$  торр), металлическая поверхность вакуумной камеры представляет собой неистощимый источник газа. Водород, содержащийся в конструкционном металле (например, нержавеющей стали, меди, алюминиевые сплавы), свободно распространяется по толщине металла и ослабляется на его поверхности, составляющей объем камеры. Если же поверхность вакуумной камеры бомбардируется частицами (синхротронное излучение, электроны или ионы), как например в ускорителях частиц, происходит высвобождение тяжелых молекулярных форм таких, как CO, CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub>, образующихся на поверхности после разложения углеводородов, карбидов и их оксидов.

Следовательно, глубина вакуума, полученного в камере, определяется динамическим равновесием между степенью дегазации на поверхности, составляющей объем камеры, и скоростью откачки используемых насосов. Получение глубокого вакуума предполагает одновременно высокую чистоту поверхности камеры, сокращающую выделение газа, и повышенную скорость откачки. Для вакуумных систем ускорителей частиц, камеры которых обычно имеют малое сечение, насосы должны быть сближены одни с другими. Или же появляется необходимость применения постоянной откачки с целью преодоления ограничения проводимости.

В этих условиях, чтобы добиться получения как можно более сверхглубокого вакуума, необходимо вакуум, полученный откачкой с помощью механических насосов, углубить дополнительным вакуумом, получаемым с помощью геттера, нанесенного на внутреннюю поверхность камеры, способного образовывать химически стабильные соединения, вступающие в реакцию с газами, присутствующими в вакуумной камере (в частности, с H<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>). Данная реакция вызывает исчезновение указанных молекулярных форм, что соответствует эффекту откачки.

Чтобы желаемая химическая реакция была эффективной, было бы необходимо, чтобы поверхность геттера была чистой, чтобы на ней не было никакого пассивирующего слоя, образованного при контакте геттера с окружающим воздухом. В частности, данный пассивирующий слой может быть удален с помощью нагрева, вызывающего диффузию поверхностных газов (в основном O<sub>2</sub>) внутри геттера (процесс активации геттера, называемого после этого неиспаряющимся геттером). Неиспаряющиеся геттеры удобны тем, что они могут быть изготовлены в виде ленты, которую можно уложить практически по всей поверхности вакуумной камеры, добиваясь,

таким образом, дополнительной откачки.

Однако независимо от используемого способа откачки и эффективности дополнительной откачки, которая достигается путем применения неиспаряющегося геттера, глубина вакуума, получаемого в камере, будет определяться динамическим равновесием между скоростью откачки (каковы бы ни были задействованы средства) и степенью дегазации с металлической поверхности камеры (какова бы ни была ее причина); иначе говоря, для данной скорости откачки глубина вакуума остается зависимой от степени дегазации в камере.

Европейская патентная заявка EP-A-0426277 описывает устройство вакуумной камеры для ускорителя частиц, в которой внутренняя поверхность покрыта слоем геттерного материала.

Однако при изготовлении камеры из металлического листа, форма которому придается путем гнутья, прокатки, загибания,....., слой геттерного материала наносится на плоский металлический лист до придания ему формы: во время операции придания формы металлическому листу слой геттера может быть сильно поврежден, местами даже вырван.

Кроме этого, если конструкция камеры состоит из нескольких сборочных деталей (например, скрепляемых с помощью болтов), геттерный материал наносится индивидуально на каждую деталь до их сборки. В этом случае обрабатываются только самые большие детали, маленькие детали остаются без обработки; при этом слой геттера может быть поврежден в процессе сборки; другими словами можно сказать, что слой геттера не покрывает равномерно всю внутреннюю поверхность камеры.

И наконец, с учетом того, что только одна сторона металлического листа или отдельных деталей покрывается геттерным материалом, образование слоя путем нанесения покрытия в вакууме не является возможным (например, катодное напыление), а только способно привести к образованию тонкого слоя. Следовательно, при нанесении с помощью другой техники слой геттера будет толстым. Поэтому эффективность такого слоя будет незначительной.

В публикации патентной заявки DE-A1-3814389 описывается способ снижения остаточной газовой плотности в камере с повышенным вакуумом. Для этого геттерный материал активируется плазменным разрядом; поверхность, полученная после этого, освобождена от кислорода и имеет слабую степень дегазирования под облучением. Однако углерод не оказывает никакого геттерного действия на такие вещества как H<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, которые являются остаточными газами, присутствующими в сверхвысокой вакуумной системе после удаления воды.

В этих условиях нанесенный с помощью этого известного способа слой не может быть реактивирован простым нагревом в вакууме: речь не идет о неиспаряющемся геттере. Кроме того, даже если указанный материал может быть квалифицирован как геттер, он не способен, конечно, обеспечить геттерное действие в металлической камере со сверхвысоким вакуумом в такой, как камера

ускорителя частиц.

Следовательно, в основу настоящего изобретения положена задача разработать способ и устройство, которые позволили бы разрешить эту проблему, и которые, в зависимости от степени дегазации в камере, значительно увеличивали бы эффективность используемых откачивающих средств и в конечном итоге привели бы к увеличению на несколько порядков глубины вакуума, который может быть создан в камере.

Эта задача решена согласно настоящему изобретению путем покрытия в вакууме по существу всей металлической поверхности, определяющей объем камеры, тонким слоем неиспаряющегося геттера, получаемым, в частности, с помощью катодного напыления.

Данный слой геттера представляет собой экран, не позволяющий не только иметь место процессу дегазации с металлической поверхностью камеры, но и не допускающий в свою очередь ее возникновения. Кроме того, в камерах ускорителей частиц именно этот слой, подвергаясь ударам движущихся частиц, образует экран, не позволяющий высвобождению молекулярных форм, способствующих загрязнению вакуума в камере. Следовательно, таким образом не допускается, значительной степени, дегазация в камере, какова бы ни была ее причина.

Кроме этого, нанесенный слой геттера имеет преимущество, заключающееся в дополнительной и равномерной откачке, так как он менее подвержен, как например слой пресспоршка, высвобождению твердых частиц, эффект которых может быть вредным для некоторых покрытий.

Наконец, слой геттера практически не изменяет геометрического объема камеры и вызывает дополнительный откачивающий эффект при нулевых габаритах, что позволяет его использовать даже в случаях, когда геометрические напряжения не позволяют применять геттер в виде ленты. Кроме этого, конструкция вакуумной камеры в электронных устройствах сможет стать намного упрощенной из-за ликвидации бокового откачивающего канала, нужда в котором отпадает.

Для того чтобы эффективность тонкого слоя геттера могла дать оптимальный откачивающий эффект, характеристика используемого материала должна обладать определенными единичными или комбинированными свойствами в полном объеме или частично.

Естественно, материал должен обладать высокой адсорбционной способностью для химически реактивных газов, присутствующих в камере, несмотря на загрязняющий эффект, созданный тонким слоем геттера.

Материал должен обладать в равной степени высокой абсорбционной способностью и высоким коэффициентом диффузии для водорода со способностью формирования гидридной фазы. Кроме того, он должен обладать давлением диссоциации гидридной фазы менее  $10^{-13}$  торр при температуре около  $20^{\circ}\text{C}$ .

Материал должен обладать также как можно более низкой температурой активации, сопоставимой с температурами высушивания вакуумных систем (приблизительно  $400^{\circ}\text{C}$  для камер из нержавеющей стали и

$200-250^{\circ}\text{C}$  для камер из меди и алюминиевых сплавов) и также сохранять свою стабильность при выдержке на воздухе при температуре около  $20^{\circ}\text{C}$ ; кроме того, в этих условиях температура активации должна быть близка к  $400^{\circ}\text{C}$ .

И наконец, материал должен обладать высокой растворимостью, свыше 2%, для кислорода, для поглощения его определенного количества с поверхности при большом числе циклов активации и выдержки на воздухе. Например, при слое неиспаряющегося геттера толщиной 1 мкм и при толщине окисла 20X, образованного на поверхности при каждой выдержке на воздухе, 2-процентная концентрация кислорода в геттере будет достигнута приблизительно после 10 циклов без учета других газов, откаченных во время операции под вакуумом; нанесение более толстых слоев на поверхность камеры требует более длительного времени, а прочность их сцепления может быть не очень высокой.

В конечном счете титан, и/или цирконий, и/или гафний, и/или ванадий, и/или скандий с пределом растворимости для кислорода при комнатной температуре свыше 2% могут образовывать соответствующие тонкослойные неиспаряющиеся геттеры в рамках данного изобретения. Необходимо отметить, что титан, цирконий и гафний имеют растворимость для кислорода около 20%, тогда как ванадий и скандий обладают высоким коэффициентом диффузии для газов. Конечно, можно использовать в равной степени, отдельно или совместно не менее чем с одним из вышеуказанных материалов, любой сплав, включающий не менее одного из материалов с тем, чтобы комбинировать достигнутые эффекты и даже добиваться новых эффектов.

К примеру, титан активирован при температуре  $400^{\circ}\text{C}$ , цирконий при температуре  $300^{\circ}\text{C}$ , а сплав Ti 50% - Zr 50% при температуре  $250^{\circ}\text{C}$ . Активация при этих температурах в течение двух часов уменьшает на четыре порядка значение коэффициента десорбции, вызванной бомбардировкой электронами с энергией в 500 эВ, и обеспечивает скорости откачки для CO и CO<sub>2</sub> порядка  $1 \text{ л/сек}^{-1}$  на квадратный сантиметр поверхности.

Как дополнительное преимущество необходимо отметить, что тонкий слой геттера, сцепленный с металлическим субстратом, играет для последнего роль теплового стабилизатора, способного ограничивать температуру в тонком слое. Такое расположение очень выгодно, поскольку позволяет использовать в качестве геттера материалы с повышенной пирофорностью без возникновения проблемы безопасности, вследствие стабилизационного эффекта, обеспечиваемого субстратом, теплоемкость которого выше, чем теплота сгорания тонкого слоя геттера.

Наконец, можно отметить, что использование тонкого слоя неиспаряющегося геттера дает возможность создания термодинамически нестабильных материалов, что расширяет область выбора оптимального материала для использования в качестве геттера. Эта возможность может быть просто использована путем применения

техники одновременного катодного напыления нескольких материалов с помощью композитного катода, устройство которого будет рассмотрено ниже.

В качестве второго из своих аспектов изобретения предлагает способ использования неиспаряющегося геттера с целью создания сверхглубокого вакуума в камере с металлической поверхностью, способной освободиться от газа.

Данный способ состоит из следующих последовательных этапов:

а) очистка камеры и установка в нее устройства для нанесения тонкого слоя; создание относительного вакуума в камере; высушивание камеры для отвода максимально возможно большей части водяного пара; затем нанесение тонкого слоя геттера на большую часть поверхности камеры;

б) установка атмосферного давления в камере и демонтаж из камеры устройства для нанесения тонкого слоя геттера;

в) соединение камеры с нанесенным тонким слоем геттера с установкой, для которой она предназначена; создание относительного вакуума; высушивание установки при необходимой температуре, выдерживая камеру при температуре, ниже температуры активации геттера;

г) завершение высушивания установки с одновременным увеличением температуры в камере до температуры активации геттера, которую необходимо поддерживать в течение предусмотренного времени (примерно 1-2 часа); наконец, доведение температуры в камере до температуры окружающего воздуха.

По окончании данной процедуры поверхность тонкослойного геттера становится чистой и его тепловая дегазация или дегазация, вызванная бомбардировкой частицами (ионы, электроны или синхротронное излучение), существенно сокращается. Одновременно возникает явление молекулярной откачки, вызванной химической реакцией, происходящей на поверхности слоя геттера с газами, находящимися в камере.

Для нанесения тонкого слоя геттера на внутреннюю поверхность камеры можно прибегнуть в принципе к процессу выпаривания в вакууме; однако такой процесс является трудно контролируемым с точки зрения образования равномерного и однородного слоя и особенно при одновременном нанесении нескольких материалов. Поэтому очевидно, что на практике более применимым является процесс катодного напыления, позволяющий вести более эффективный контроль за условиями образования тонкого слоя.

Кроме этого, процесс катодного напыления позволяет одновременное нанесение нескольких материалов для образования геттера типа сплава, сочетающего материалы с различными оптимальными характеристиками, совмещения которых мы добиваемся, как это указано выше. Для этого берется катод, предназначенный для установки в центре камеры, который может представлять собой скрутку из нескольких (например, из двух или трех) металлических проводов из соответствующих материалов, составляющих

сплав. Использование таким образом собранного композитного катода позволяет осуществить покрытие нескольких металлов и, следовательно, искусственно создать сплав из термодинамически нестабильных материалов, который невозможно получить другими традиционными путями.

Средства, предложенные изобретением, дают несравнимую возможность для создания глубокого вакуума от  $10^{-10}$  до  $10^{-14}$  торр для лабораторного использования, для тепловой и/или фониической изоляции и для систем анализа поверхности, особенно когда они применяются для реактивных материалов. Однако необходимо отметить, что использование изобретения в вакуумных системах, часто подвергающихся воздействию атмосферы или работающих при неглубоких вакуумах, может привести к быстрому насыщению поверхности тонкослойного геттера и вышеуказанные преимущества могут быть не достигнуты.

Особо интересная область использования изобретения создана путем получения и поддержания в течение длительного времени глубокого вакуума в ускорителях/накопителях частиц, период кондиционирования которых вследствие циркуляции пучка частиц будет уничтожен и в которых проблемы нестабильности вакуума будут исключены.

#### Формула изобретения:

1. Устройство для молекулярного откачивания с использованием геттера для получения сверхглубокого вакуума в камере, ограниченной металлической стенкой, способной высвободить газы со своей поверхности, определяющей камеру, содержащее нанесенный на определяющую камеру поверхность металлической стенки методом катодного распыления в вакууме тонкий слой неиспаряющегося геттера, способного поглощать газы.

2. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что неиспаряющийся геттер выполняют из титана, и/или циркония, и/или гафния, и/или ванадия, и/или скандия, и/или сплава, содержащего, по меньшей мере, один из этих металлов.

3. Способ образования тонкого слоя неиспаряющегося геттера для получения сверхглубокого вакуума в камере, ограниченной металлической стенкой, способной высвободить газы с своей поверхности, определяющей камеру, предусматривающий следующие последовательные этапы: а) тонкий слой неиспаряющегося геттера наносят методом катодного распыления на определяющую камеру поверхность металлической стенки; б) соединяют камеру с вакуумной системой, посредством которой создают вакуум, после чего просушивают вакуумную систему при заданной температуре, поддерживая при этом температуру в камере ниже температуры активации неиспаряющегося геттера, в) заканчивают просушку вакуумной системы и одновременно поднимают температуру камеры до температуры активации неиспаряющегося геттера, поддерживают эту температуру в течение заранее рассчитанного времени, за которое неиспаряющийся геттер становится чистым, после чего понижают температуру до температуры окружающей среды.

4. Способ по п. 3, отличающийся тем, что

наносимый на определяющую камеру поверхность металлической стенки тонкий слой неиспаряющегося геттера выполняют из титана, и/или циркония, и/или гафния, и/или ванадия, и/или скандия, и/или сплава, содержащего, по меньшей мере, один из этих металлов.

5. Способ по п. 3 или 4, отличающийся

тем, что для нанесения слоя неиспаряющегося геттера, состоящего из сплава нескольких металлов, используют расположенный в центре камеры катод, который может состоять из нескольких скрученных между собой проводов, выполненных из соответствующих металлов сплава.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

-6-

RU 2 1 9 3 2 5 4 C 2

RU ? 1 9 3 2 5 4 C 2