

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

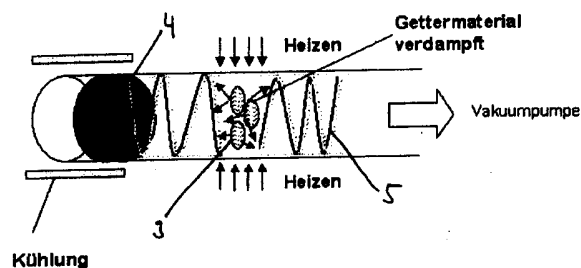
(21) Anmeldenummer: **A 1314/2004** (51) Int. Cl.⁸: **H01J 7/18** (2006.01)
(22) Anmeldetag: **30.07.2004**
(43) Veröffentlicht am: **15.10.2006**

(73) Patentanmelder:

"KONSTANTIN" TECHNOLOGIES GMBH
A-9020 KLAGENFURT (AT)

(54) **NICHT EVAPORIERENDER GETTER**

(57) Ein NEG Behältnis zum Einbringen von Getterschichten in ein geschlossenes System, welches Behältnis ein Gehäuse (1) mit mindestens einer vakuumdicht verschlossenen Öffnung (2, 3) und gegebenenfalls Einbauten umfasst und die einzubringenden Getterschichten (5) enthält, ist dadurch gekennzeichnet, dass die einzubringende Getterschichten an der Innenwand des Gehäuses und/oder gegebenenfalls an den Einbauten angebracht sind und dass die mindestens eine verschlossene Öffnung entweder mit einer temperaturabhängigen Dichtung aus Metall verschlossen ist und durch Erwärmen geöffnet werden kann oder mechanisch geöffnet werden kann.

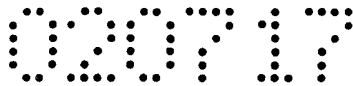




Zusammenfassung:

Ein NEG Behältnis zum Einbringen von Getterschichten in ein geschlossenes System, welches Behältnis ein Gehäuse (1) mit mindestens einer vakuumdicht verschlossenen Öffnung (2, 3) und gegebenenfalls Einbauten umfasst und die einzubringenden Getterschichten (5) enthält, ist dadurch gekennzeichnet, dass die einzubringende Getterschichten an der Innenwand des Gehäuses und/oder gegebenenfalls an den Einbauten angebracht sind und dass die mindestens eine verschlossene Öffnung entweder mit einer temperaturabhängigen Dichtung aus Metall verschlossen ist und durch Erwärmen geöffnet werden kann oder mechanisch geöffnet werden kann.

(Fig. 3)



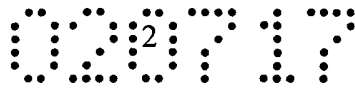
NEG (Nicht evaporierender Getter)

Die vorliegende Erfindung betrifft einen nicht evaporierenden Getter (im folgenden NEG) in Form von voraufgedampften Getterschichten im Innenbereich eines Behältnisses zum Einbringen deselben in ein geschlossenes System, sowie ein Verfahren zu dessen Herstellung. Das NEG Behältnis ist ein Gehäuse mit mindestens einer vakuumdicht verschlossenen Öffnung und umfasst gegebenenfalls Einbauten zur Oberflächenvergrößerung. Weiters ist das Behältnis mit einem Gas bzw. vakuumdichten Verschluss versehen. Dieser Verschluss kann mechanisch geöffnet werden bzw. aus einer temperaturabhängigen Metaldichtung bestehen. Nach Öffnung des Verschlusses in einem Vakuum- bzw. Inertsystem ist die voraufgedampfte Getterschicht im Inneren des Behältnisses zugänglich und der NEG kann bei Raumtemperatur seine Sorptionskapazität entfalten.

Das Einbringen hochreiner reaktiver oder stabiler Materialien, wie z. B. nicht evaporierender Getter in loser Form, ist ohne eine Sättigung durch Kontakt mit der Umgebungsatmosphäre oder einer Belastung der Atmosphäre des geschlossenen Systems durch lose Partikel heute meist nicht zu bewältigen. Zahlreiche Anwendungen erfordern daher komplizierte Transfersysteme, komplexe Prozesse bzw. spezielle Vorbearbeitung der einzubringenden Stoffe. Einerseits müssen die einzubringenden Materialien häufig vor Verunreinigungen durch Kontamination oder Vermischung mit der Umgebungsatmosphäre aufwendig geschützt werden und andererseits muss die Freigabe des Materials in höchster Reinheit im Vakuumbereich bzw. in einer Inertatmosphäre zu einem bestimmten Zeitpunkt durch einen entsprechenden Öffnungsmechanismus gewährleistet werden. Das direkte Aufdampfen von aktiven Getterschichten in der Getter - Anwendungsumgebung, wie heute bei den Bildschirmröhren üblich, ist in vielen Anwendungen auf Grund der erforderlichen hohen Temperaturen sowie des zum Teil schwer steuerbaren Aufdampfvorganges nicht durchführbar bzw. aus diesen oder anderen Gründen generell ausgeschlossen.

Meist werden diese Anforderungen durch schwächere Werkstoffkombinationen mit geringerer Sorptionsleistung, aufwendigen und kostenintensive Sorptionspumpen oder Transferkammern gelöst, was neben einem nicht unerheblichen Kostenfaktor auch mehrere zeitaufwendige Montage- oder Prozessschritte erfordert.

Bei nicht evaporierenden Gettern (NEGs) werden heute unterschiedliche Ausgangsmaterialien verwendet. Alkali- /Erdalkalimetalle eignen sich als leistungsstarke Getterquellen, sind aber durch ihre hohe Reaktivität schwer zu handhaben, (Scientific Foundations of Vacuum Technique, John Willey & Sons, New York (1962), S. 622; Della P., Vacuum, 1996, 47:771).



Deshalb werden im NEG-Umfeld hauptsächlich Zr-, V- und Fe-Mischungen verwendet, welche neben einer geringen Sorptionskapazität auch nur eine geringe Stickingrate (Behaltdauer) der aufgesaugten Restgase aufweisen (siehe z.B. P. della Porta, Technical Paper TP 202, 1992; US 6,506,319; US 6,672,819; US 6,420,002; US 6,514,430; US 6,322,720; US 6,200,494; B. Ferrario, Vacuum 47 (1996), S. 363; US 6,322,720).

Zu erwähnen sind auch Entwicklungen, bei denen zerkleinerte, sehr aktive Bariumlegierungen als NEG Materialien in Vakuumkammern in fester, stückiger Form eingebracht werden, die nicht aktiviert werden müssen. Ihre Sorptionsleistung von Restgasen wird als sehr hoch beschrieben, ihr Einbringen in den Anwendungsbereich ist jedoch kompliziert und das Problem der losen Partikel ist nicht gelöst.

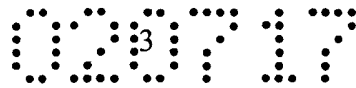
US Pat. 5 312 607 (1994)

US Pat. 5312606 (1994)

Die Erfindung stellt sich somit die Aufgabe, die oben genannten Probleme und Schwierigkeiten des Standes der Technik zu überwinden und einen NEG (Behältnis mit voraufgedampften Getterschichten und Öffnungsmechanismus) der eingangs genannten Art bereit zu stellen, mit dessen Hilfe hochaktive voraufgedampfte Gettermaterialien, in abgeschlossene Systeme und Anwendungen, Vakuumkammern, Druckkammern etc., in einfacher Weise in vorbestimmten Mengen zu einem frei wählbaren Zeitpunkt eingebracht und zu einem frei wählbaren Zeitpunkt zugänglich gemacht werden können, ohne die Reinheit des Systems zu gefährden. Zusätzlich soll dieses Behältnis relativ kostengünstig und ohne zeitaufwendige und arbeitsintensive Produktionsschritte herstellbar sein.

Diese Aufgabe wird beim eingangs erwähnten NEG erfindungsgemäß dadurch gelöst, das, dass das Gettermaterial an der Innenwand des Behältnisses und/oder gegebenenfalls an den Einbauten schichtförmig angebracht ist und daß mindestens eine verschlossene Öffnung entweder mit einer temperaturabhängigen Dichtung aus Metall verschlossen ist und durch Erwärmen geöffnet werden kann oder mechanisch geöffnet werden kann.

Beim Erhitzen des erfindungsgemäßen NEG's auf eine bestimmte Temperatur, die sich in Abhängigkeit vom Material der Dichtung ergibt, wird das Metall der Dichtung geschmolzen und der transferierte Stoff wird an die Umgebung, d.h. im abgeschlossenen System, freigesetzt.



Der erfindungsgemäße NEG ist somit im gesamten Bereich der Vakuumtechnologie einsetzbar, in welcher zur Verbesserung des Vakuums unterschiedliche Getterwirkungen erforderlich sind.

Je nach gewünschter Freigabetemperatur können verschiedene Metalle oder Legierungen für die Dichtung verwendet werden. Vorzugsweise ist die temperaturabhängige Dichtung ausgewählt aus Metallen der Gruppe, bestehend aus Ga, In, Sn, Pb und deren Legierungen.

Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weist die temperaturabhängige Dichtung einen Schmelzpunkt im Bereich von 50°C bis 350°C auf.

Vorteilhaft weist die temperaturabhängige Dichtung im nicht gepressten Zustand eine durchschnittliche Dicke im Bereich von 2-5 mm auf.

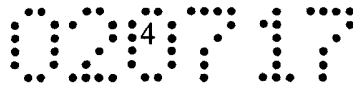
Eine weitere bevorzugte Ausführungsform ist dadurch gekennzeichnet, dass das Behältnis im Anschluss an die temperaturabhängige Dichtung einen weiteren Abschnitt umfasst, welcher mit gasdurchlässigen, aber feststoffundurchlässigen Öffnungen, vorzugsweise Schlitzfen, versehen ist. Zweckmäßig sind die Öffnungen mit einem feinmaschigen Netz oder einer gasdurchlässigen Membran verschlossen.

Vorzugsweise wird der Innenraum und dessen eventuelle Einlagen mit einem oder mehreren Gettermaterialien durch Bedampfung beschichtet. Die voraufgedampften Getterschichten bestehen bevorzugt aus den Metallen Barium, Lithium, Kalzium, Cäsium oder deren Kombinationen. Die aufzudampfende Metallschicht bzw. Masse kann je nach Anwendung variiert werden.

Besonders vorteilhaft ist es weiters, wenn das NEG Behältnis zylinderförmig oder quaderförmig ausgebildet ist. Es sind jedoch auch andere Formen denkbar.

Das Material des NEG Behältnis wird entsprechend der Anwendung gewählt. Im Bereich der Vakuum- und Überdruckenwendungen sind rostfreie Stahl-, Keramik- oder Glasbehälter aufgrund der geringen Ausgasung und der hohen Dichtigkeit besonders geeignet. Die Form des NEG Behältnis unterliegt keiner Beschränkung, solange entsprechende Presswerkzeuge das exakte Pressen und damit die Dichtigkeit des Behältnisses garantieren.

Die Dichtigkeit und die Belastbarkeit der temperaturabhängigen Dichtung ist abhängig vom Ausgangsmaterial, der Materialdichte im Rohzustand und der Verdichtung während des Pressvorganges sowie der abzudichtenden Fläche bzw. dem jeweiligen Innendurchmesser des



Freisetzungsauslasses. Bevorzugte Dichtungsmaterialien sind Ga, In, Sn, Pb bzw. deren Legierungen, wie z. B. InSn.

Für die durchgeführten Versuchsreihen mit einem Stahlrohr mit einem Innendurchmesser von 7,2 mm und einer Wandstärke von 0,5 mm wurden zwischen 35 mg und 45 mg In rein, oder eine homogenen InSn Legierung verwendet. Bei größeren Dichtungsflächen kann auch mit stabilen Zwischenstücken (Ringe, Scheiben oder Rechtecke aus Stahl, Keramik, Glas) eine zusätzliche Stabilisierung der Dichtung erreicht werden.

Die andere Öffnung des Behältnisses wird nach der Befüllung mit dem zu transferierenden Stoff so verschlossen, dass gewährleistet ist, dass sie sich bei der Erhitzung des Behältnisses nicht öffnen kann. Es können unterschiedliche Materialien verwendet werden. Je nach Anwendung können unterschiedliche Techniken eingesetzt werden. Bei den Beispielen wurde das Ende z.B. mechanisch auf 1,5 mm mittels einer Spindelpresse zusammengepresst und dann elektrisch vakuumdicht abgeschweißt.

Prinzip und die Funktion der Erfindung:

- 1.) Je nach gewünschter Freigabetemperatur wird eine Dichtung aus entsprechenden Reinmetallen, wie Ga, In, Sn, Pb, bzw. aus deren Legierungen hergestellt.
- 2.) Mit einer Pressvorrichtung wird das NEG Behältnis, das zwei Öffnungen aufweist - z.B. bei zylindrischem Gehäuse an beiden Enden offen ist - , an einer Öffnung bzw. einem Ende mit der vorgeformten, temperaturabhängigen Dichtung mechanisch dicht verschlossen.
- 3.) Dann wird die gewünschte Getter Verdampferquelle und Bauteile zur Oberflächenvergrößerung eingebracht. Dies kann, wenn notwendig, in einer Schutzgasatmosphäre oder im Vakuum (Glove Box oder ähnliches) durchgeführt werden.

Dann wird die im Behälter befindliche Getter Verdampferquelle unter Vakuum durch Wärmeeinwirkung von außen verdampft und beschichtet dadurch die Innenseite des NEG Behältnisses und die Bauteile (Bleche/Netze) die zur Oberflächenvergrößerung eingebracht wurden.

- 4.) Danach wird der Behälter entweder evakuiert oder mit der im Behälter befindlichen Atmosphäre unter Verhinderung einer Kontamination des Inhaltes dicht abgeschweißt, mechanisch (dichte Presspassung) oder chemisch in Form eines Klebers verschlossen.

5.) Durch direktes oder indirektes Erhitzen des NEG's auf die wählbare Freigabetemperatur schmilzt die Dichtung und die Getterschichten werden zugänglich.. Das Öffnen der Dichtung zur Entfaltung der Sorptionswirkung kann auch durch einen vorgespannten Federmechanismus oder einen Innenkontainer unterstützt werden.

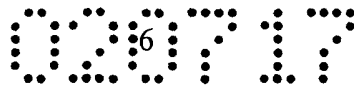
6.) Bei vielen Getteranwendungen ist es wünschenswert und sinnvoll, dass das Gettermaterial nach Aufschmelzen der Dichtung im Gettergehäuse verbleibt und durch eine gasdurchgängige, aber lose Partikel aufhaltende Öffnung mit der Atmosphäre in der Anwendung verbunden ist. Die Öffnung(en) ist(sind) dabei in einem Bereich des Gettergehäuses angeordnet, der vorher nicht durch die Dichtung geschützt war.

Die Erfindung weist somit folgende Vorteile auf:

- das Einbringen von hochaktiven NEG's in Vakuum-, Normal- und Überdruckumgebung;
- die Freisetzung der Getterschichten durch thermische Öffnung der Dichtung zu einem exakten, frei wählbaren Zeitpunkt;
- eine Steuerung des Freisetzungzeitpunktes durch Erwärmung des Behältnisses, der Kammer, des Bauteiles oder der Anwendung;
- eine exakte Steuerung des thermischen Freisetzungsmechanismus mit wählbaren Temperaturen im Bereich von 50°C bis 350°C;
- einen Prozessablauf ohne spezielle Öffnung der Vakuumkammer, der Druckkammer, der Anwendung oder des Bauteiles;

Eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung wird nachfolgend anhand von Beispielen und der Zeichnung näher erläutert.

Gemäß Fig. 1 a) wird eine zylinderförmig vorgeformte temperaturabhängige Dichtung 4 aus Metall, z.B. aus Ga, In, Sn, Pb oder deren Legierungen, an einer Öffnung 2 eines zylinderförmigen Gehäuses 1 angeordnet. Danach wird die Dichtung 4 durch eine Pressvorrichtung 8, welche an den beiden gegenüberliegenden Grundflächen des Dichtungszyinders gleichzeitig Druck ausübt, verpresst (Fig. 1 b)). Durch Verdichtung und laterale Ausdehnung der Dichtung 4 wird ein vakuumdichter Verschluss der Öffnung 2 des Gehäuses 1 erzielt. Das einseitig verschlossene Behältnis mit der gepressten Dichtung 4 ist in Fig. 1 c) dargestellt.



Die Fig. 2 zeigt das Befüllen des NEG Gehäuses 1, welches die Dichtung 4 aufweist, mit Gettermaterial 3, also z.B. Ba, Li etc. Das Bezugszeichen 5 bezeichnet schematisch Einbauten im Gehäuse, also z.B. ein gefalztes, nicht-rostendes dünnes Blech mit Bohrungen, die etwa 2 mm im Durchmesser sind.

Die Fig. 3 stellt das Verdampfen des Gettermaterials 3 dar, indem das Gehäuse 1 in jenem Bereich, in welchem sich das Gettermaterial 3 befindet, von außen erwärmt wird. Jener Bereich des Gehäuses 1, der die gepresste Dichtung 4 aufweist, wird zweckmäßigerweise gekühlt.

Fig. 4 zeigt das auf die Einbauten schichtförmig aufgedampfte Gettermaterial 6. Nach vollständiger Aufdampfung wird das Ende 7 des Behältnisses gequetscht und elektrisch abgeschweißt um es zu verschließen. Dieses NEG Behältnis kann in jenen Raum verbracht werden, in welchem das Gettermaterial zum Einsatz kommen soll.

In diesem Raum wird die Dichtung 4 erwärmt (Fig. 5). Ist die Schmelztemperatur erreicht, so schmilzt das Metall, wodurch sich das Gehäuse öffnet (Fig. 6). Die Fig. 7 zeigt jenen Zustand, in welchem das Gettermaterial aktiv ist und Stoffe aus dem Raum, in welchem sich das Behältnis befindet, aufnehmen kann. Dies ist in Fig. 7 mit einem Doppelpfeil angedeutet.

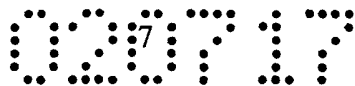
Beispiel 1:

Zur Herstellung des erfindungsgemäßen NEGs wurde ein rohrförmiges Gettergehäuse aus Edelstahl mit einer Länge von 100 mm, einer Wandstärke von 0,5 mm und einem Innendurchmesser von 7,2 mm verwendet.

Als Dichtmaterial wurde eine Passform aus reinem Indium (50 mg) verwendet.

Die Indiumpassform wurde an der gewünschten Stelle (10 mm von einem Rohrende entfernt) positioniert und anschließend durch gleichzeitiges Pressen mittels Werkzeugen von beiden Seiten gleichmäßig verdichtet. Durch die sich ergebende Materialausdehnung des Indiums am Dichtungsrand kam es zu einer dichten Verbindung mit der Behälterinnenwand und dadurch zu einer vakuumdichten Versiegelung.

Das versiegelte Rohr wurde in einer Glovebox mit einer Getterverdampferquelle und den oberflächenvergrößernden Bauteilen befüllt. Das offene Ende des Rohres wurde mittels einer Schlauchklemme abgedichtet, aus der Glovebox ausgeschleust und an einer Vakuumpumpe



im den Bereich von 10-5 mbar evakuiert. Anschließend wurde das Gettermaterial durch Wärmeeinwirkung von außen verdampft und hat sich an der Behältnisinnenseite und dem oberflächenvergrößernden Material niedergeschlagen. Dann wurde die Schlauchklemme zur Sicherung des Vakuums wieder verschlossen, und das Rohrende wurde mit einer Spindelpresse 3 cm nach der Schlauchklemme gepresst und anschließend elektrisch verschweißt.

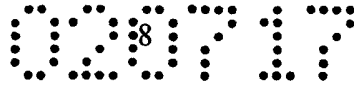
Anschließend wurde der so versiegelte NEG an der Innenwand einer Vakuumkammer fixiert. Nach dem Herstellen des Ausgangsvakuums wurde das NEG Behältnis von außen mittels Industrieföhn über den Wärmetransfer der Vakuumkammerwand über einen Zeitraum von 2 Minuten auf 168°C erhitzt.

Die gepresste Indiumdichtung schmolz daraufhin, d.h. die Getterschichten wurden zugänglich und der NEG konnte nun seine Aufgabe, die Sorption von Restgasen, erfolgreich erfüllen.

Beispiel 2:

Gleicher Aufbau wie im Beispiel 1. Als Dichtungsmaterial wurde jedoch eine Legierung aus InSn verwendet, deren Masse 80 mg betrug.

Nach dem Herstellen des Ausgangsvakuums wurde der NEG von außen mittels Industrieföhn über den Wärmetransfer der Vakuumkammerwand über einen Zeitraum von 2 Minuten auf 137°C erhitzt. Die gepresste InSn-Dichtung schmolz daraufhin, wodurch sich das Behältnis öffnete und die Getterschichten zugänglich wurden.



Patentansprüche:

1. NEG Behältnis zum Einbringen von Gettermaterial in ein geschlossenes System, welches Behältnis ein Gehäuse (1) mit mindestens einer vakuumdicht verschlossenen Öffnung (2, 3) und gegebenenfalls Einbauten umfasst und das einzubringenden Gettermaterial (5) enthält,

dadurch gekennzeichnet,

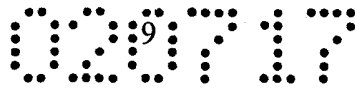
dass das einzubringende Gettermaterial an der Innenwand des Gehäuses und/oder gegebenenfalls an den Einbauten schichtförmig angebracht ist und dass die mindestens eine verschlossene Öffnung entweder mit einer temperaturabhängigen Dichtung aus Metall verschlossen ist und durch Erwärmen geöffnet werden kann oder mechanisch geöffnet werden kann.

2. NEG Behältnis nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die temperaturabhängige Dichtung (4) ausgewählt ist aus Metallen der Gruppe, bestehend aus Ga, In, Sn, Pb und deren Legierungen.

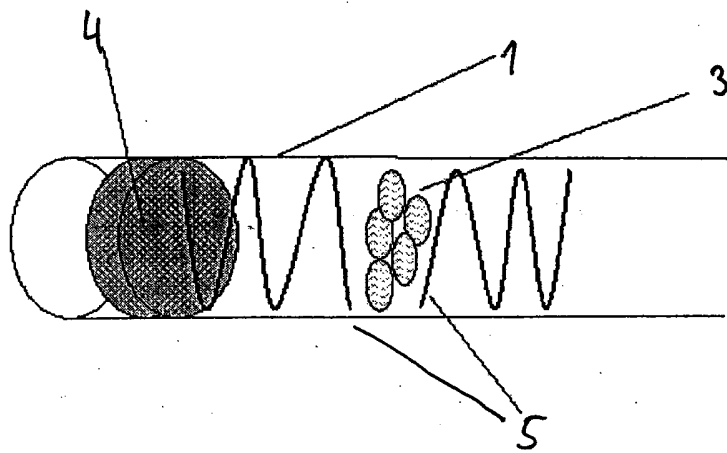
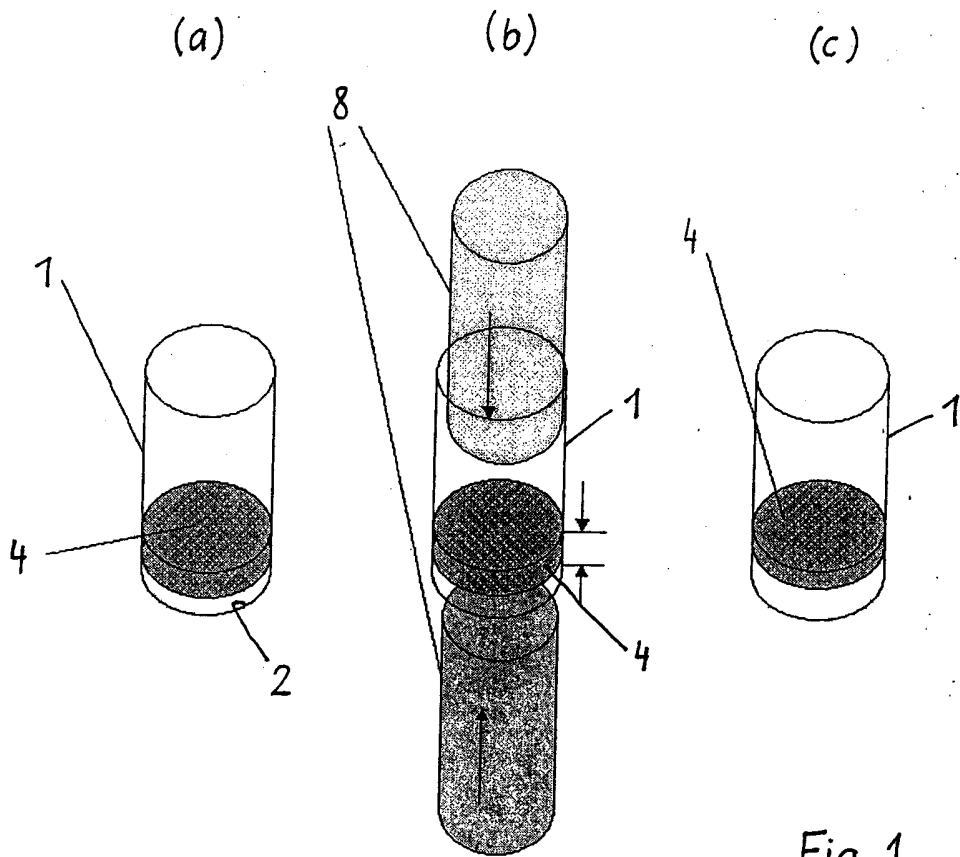
3. NEG Behältnis nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die temperaturabhängige Dichtung (4) einen Schmelzpunkt im Bereich von 50°C bis 350°C aufweist.

4. NEG Behältnis nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die temperaturabhängige Dichtung (4) im nicht gepressten Zustand eine durchschnittliche Dicke im Bereich von 2-5 mm aufweist.

5. NEG Behältnis nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Gehäuse (1) im Anschluss an die temperaturabhängige Dichtung (4) einen weiteren Abschnitt (6) umfasst, welcher mit gasdurchlässigen, aber feststoffundurchlässigen Öffnungen (7), vorzugsweise Schlitzfen, versehen ist.



6. NEG Behältnis nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, dass die Öffnungen (7) mit einem feinmaschigen Netz oder einer gasdurchlässigen Membran verschlossen sind.
7. NEG Behältnis nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der einzubringende Stoff (5) ein Gettermaterial ist und bevorzugt im Innenteil der Behältnisses und den oberflächenvergrößernden Bauteilen aufgedampft ist.
8. NEG Behältnis nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, das ,das aufgedampfte Gettermaterial bevorzugt aus den Metallen der Gruppe der Gruppe IA,IIA,IIIB oder deren Kombinationen besteht.
9. NEG Behältnis nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, das ,das aufgedampfte Gettermaterial bevorzugt aus den Metallen Ba, Li, Ca, Cs oder deren Kombinationen besteht.
10. Behältnis nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass das Gehäuse (1) zylinderförmig oder quaderförmig ausgebildet ist.



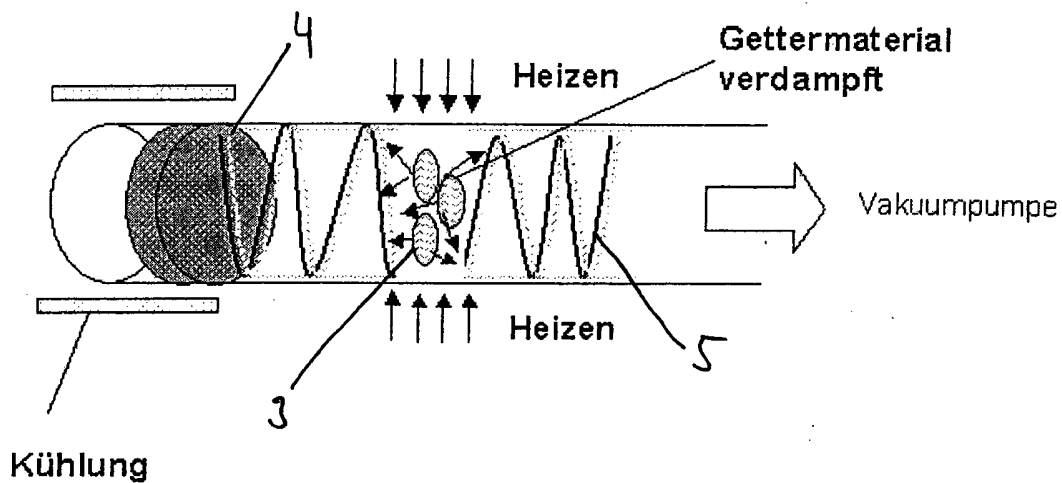


Fig. 3

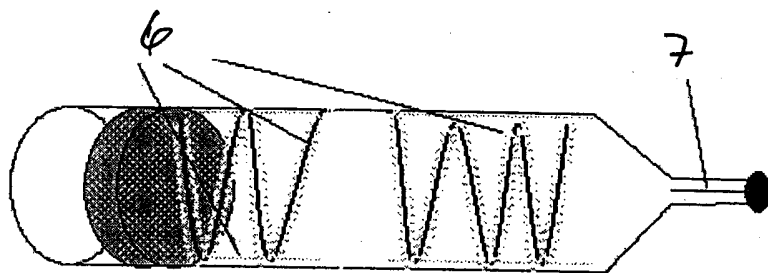


Fig. 4

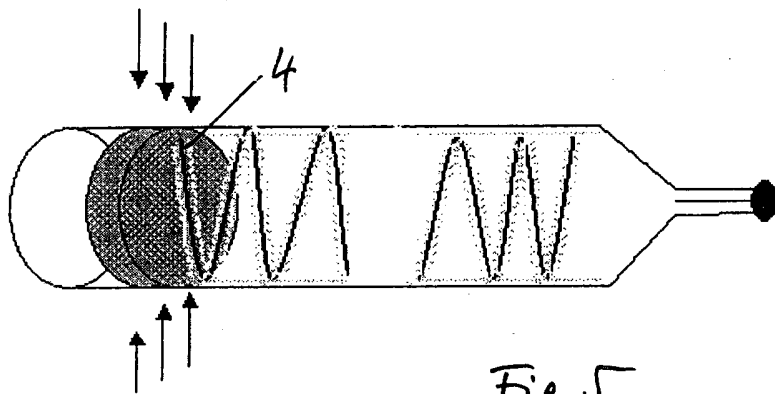


Fig. 5

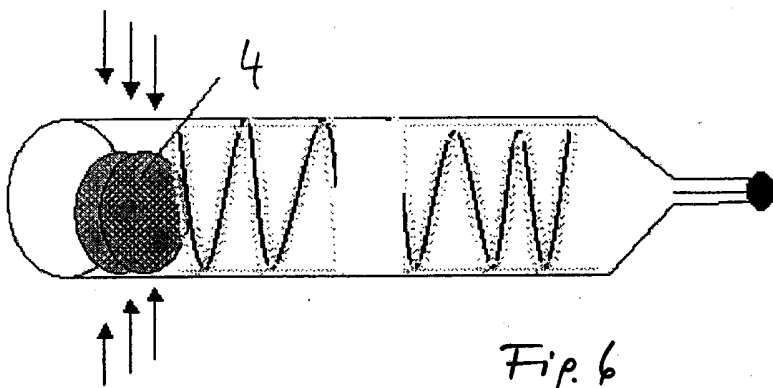


Fig. 6

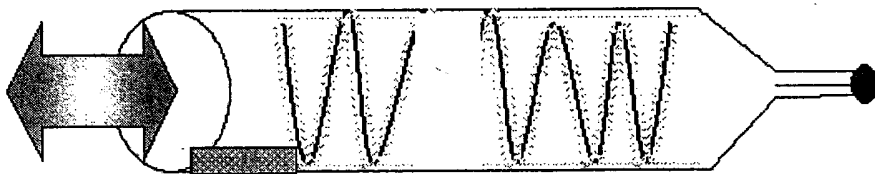


Fig. 7