

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ для получения пленочных наноматериалов

Ряд физических и химических методов получения пленочных наноматериалов требуют использования **вакуума** (разреженное состояние газа, при котором давление газа в рабочем замкнутом герметичном объеме ниже атмосферного), см. табл. 1.

Таблица 1

Интервал рабочих давлений и уровень вакуума в технологиях синтеза нанопленок

№	Методы синтеза	$P$ , Па	Уровень вакуума
Физические:			
1	Молекулярно-лучевая эпитаксия (МЛЭ)	$10^{-6}-10^{-7}$	Высокий
2	Термовакuumное напыление (ТВН)	$10^{-3}-10^{-4}$	
3	Ионно-плазменное напыление (ИПН)	$10^{-3}-10^{-4}$	
4	Ионно-лучевое напыление (ИЛН)	$10^{-1}-10^{-2}$	Средний
Химические:			
5	Газофазный термолит (ХОГФ)	$10^1-10^0$	Средний
6	Плазмохимическое напыление (ПХН)	$10^2-10^{-1} *$	

\* При  $P > 10$  Па снижается качество нанопленок (загрязняются рабочим газом)

Поэтому в производстве пленочных наноматериалов важное место занимает **вакуумная техника**, обеспечивающая откачку газов в рабочих камерах технологических установок до определенного давления  $P$  (которое определяет степень вакуума).

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ для получения пленочных наноматериалов

## Основные понятия вакуумной техники

**Важнейшим понятием вакуумной техники является средняя длина свободного пути молекул  $\lambda$ , которая зависит от концентрации молекул.**

При высоком (атмосферном) давлении (когда концентрация молекул высока), молекулы газа в результате теплового движения очень часто сталкиваются друг с другом (значение  $\lambda$  мало).

При уменьшении давления (т.е. в процессе удаления воздуха из объема и снижения концентрации) взаимные столкновения молекул происходят реже (значение  $\lambda$  увеличивается). Причем может наступить такой момент, когда взаимные столкновения молекул практически прекратятся и будут происходить лишь их столкновения со стенками рабочей камеры.

Для определения вида столкновений молекул газа, учитывают соотношение между  $\lambda$  и характерным размером  $d$  – диаметром камеры цилиндрической формы и длиной меньшей стороны камеры прямоугольной формы. Поэтому в качестве критерия классификации вакуума (низкий, высокий и средний) взято отношение  $\lambda/d$ .

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ для получения пленочных наноматериалов

## Основные понятия вакуумной техники

**Низкий вакуум ( $P > 10^2$  Па)** характеризуется соотношением  $\lambda \ll d$ . Молекулы при этом испытывают преимущественно постоянные столкновения друг с другом. При столкновении со стенками камеры молекулы газа удерживаются на них, т. е. адсорбируются (в условиях низкого вакуума на стенках камеры постоянно имеется слой адсорбированных молекул).

**Высокий вакуум ( $P = 10^{-2} \div 10^{-7}$  Па)** характеризуется соотношением  $\lambda \gg d$ .

**Средний вакуум ( $P = 10^2 \div 10^{-2}$  Па)** характеризуется тем, что средняя длина свободного пути молекул  $\lambda$  приблизительно равна характерному размеру камеры ( $\lambda \approx d$ ). При этом возможны траектории движения молекул, частично присущие условиям низкого, а частично высокого вакуума.

## Основные понятия вакуумной техники

### Влияние степени вакуума на рост нанопленок:

1). Если вакуум не достаточно высокий, заметная часть частиц, летящих из источника потока, встречает молекулы остаточного газа и в результате столкновения с ними рассеивается, т. е. теряет первоначальное направление своего движения и не попадает на подложку. Это существенно снижает скорость нанесения пленки.

2). Остаточные газы в рабочей камере, поглощаемые растущей на подложке пленкой в процессе ее роста, вступают в химические реакции с наносимым веществом (хемосорбируются), что ухудшает электрофизические параметры пленки (повышается ее сопротивление, уменьшается адгезия, возникают внутренние напряжения и др.).

Таким образом, **чем выше вакуум и чем меньше примеси активных газов в остаточной атмосфере вакуумной камеры, тем слабее их отрицательное влияние на качество наносимых нанопленок, а также на производительность процесса.**

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

## Вакуумные установки

Процесс нанесения нанопленок в вакууме состоит в создании (генерации) потока частиц, направленного в сторону обрабатываемой подложки, и последующей их конденсации (с образованием тонкопленочных слоев на покрываемой поверхности).

В соответствии с этим **ВАКУУМНЫЕ УСТАНОВКИ** для нанесения нанопленок (несмотря на многообразие их назначения и конструктивного оформления) состоят из следующих основных элементов:

- 1) *источника генерации потока частиц осаждаемого материала;*
- 2) *вакуумной системы, обеспечивающей требуемые условия для проведения технологического процесса;*
- 3) *транспортно-позиционирующих устройств, обеспечивающих ввод подложек в зону нанесения нанопленок и их ориентирование относительно потока частиц наносимого материала.*

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

## Вакуумные системы и вакуумные насосы

Основным элементом вакуумных систем для получения пленочных наноматериалов являются *вакуумные насосы*.

**ВАКУУМНЫЕ НАСОСЫ** предназначены:

- 1) для создания требуемого вакуума в камерах установок, а также
- 2) для поддержания рабочего давления при проведении технологического процесса.

**Широкое применение в вакуумных установках находят:**

- механические роторные форвакуумные насосы;
- механические турбомолекулярные высоковакуумные насосы;
- струйные паромасляные (диффузионные) высоковакуумные насосы;
- криогенные (конденсационные) высоковакуумные насосы.

Ни один из указанных насосов не может самостоятельно обеспечить откачку от атмосферного давления ( $10^5$  Па) до высокого вакуума ( $10^{-5}$  Па и ниже) по следующим причинам:

во-первых, из-за различия насосов по условиям (параметрам) откачки.

во-вторых, из-за избирательности насосов по отношению к различным газам, входящим в состав воздуха.

Для создания широко используемого технологического вакуума ( $10^{-5}$  Па) включают каскадно несколько насосов различных типов.

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

## Виды вакуумных насосов по степени (глубине) вакуума

- **1. Низковакуумные насосы** – вакуумные насосы, предназначенные для понижения давления в откачиваемой системе и создающие и поддерживающие давление, характерное для низкого вакуума ( $P > 10^2$  Па).
- **2. Форвакуумные насосы** – вакуумные насосы, работающие на ступени давления откачиваемой системы, характерного для среднего вакуума ( $P = 10^2 \div 10^{-2}$  Па), и преимущественно поддерживающие давление  $P < 10^{-1}$  Па, в т.ч. поддерживающие давление в выходном сечении другого насоса более высокого вакуума ( $P \sim 10^{-1}$  Па), при котором последний может обеспечивать заданные параметры откачки.
- **3. Высоковакуумные насосы** – вакуумные насосы, работающие на ступени самого низкого давления ( $P = 10^{-6} \div 10^{-7}$  Па) откачиваемой системы (состоящей из двух или более последовательно соединенных насосов), и преимущественно поддерживающие  $P < 10^{-5}$  Па.

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

## Группы вакуумных насосов по откачивающему действию

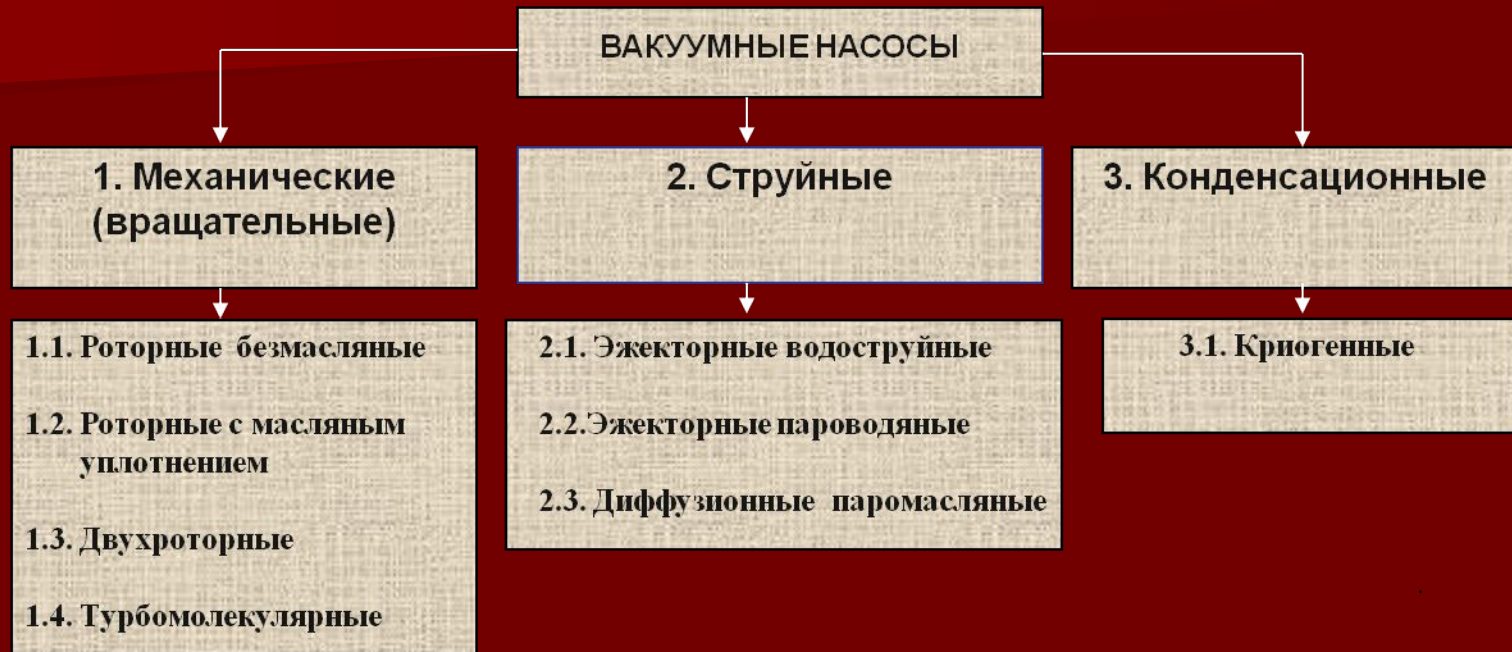


Рис. 1 Классификация вакуумных насосов по откачивающему действию



# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

## Откачивающее действие вакуумных насосов (механизм вытеснения газа из рабочей камеры)

- Механические (роторные) – за счет периодического изменения объема газа в рабочих частях насоса, вызываемого механическим вращением.
- Эжекторные (водоструйные) – за счет увеличения давления газового потока, вызываемого водяной струей высокого напора.
- Диффузионные (паромасляные) – за счет диффузии молекул откачиваемого газа в области струи паров масла, вызванной большим перепадом их парциальных давлений.
- Криогенные – за счет поглощения газа сильно охлажденной поверхностью (жидкого водорода)

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

## Основные параметры вакуумных насосов:

1) наибольшее давление запуска – это наибольшее давление во входном патрубке, при котором насос начинает нормально работать, т. е. откачивать подсоединенную вакуумную камеру.

Имеются два типа вакуумных насосов по этому параметру ( не нуждающиеся и нуждающиеся в предварительном разрежении);

2) наибольшее выпускное давление – это наибольшее давление в выходном патрубке, при котором насос еще может выполнять откачку (т. е. при превышении которого откачка прекращается). Для механических форвакуумных насосов оно превышает атмосферное, а для насосов, требующих предварительного разрежения, приблизительно равно наибольшему давлению запуска;

3) предельное остаточное давление – это наименьшее давление, которое может быть создано данным насосом при закрытом входном патрубке (*параметр поддержания вакуума*);

4) производительность – это объем газа, откачиваемый в единицу времени ( $\text{м}^3/\text{ч}$  или л/с) *при данном давлении на входе в насос* (в сечении входного патрубка).

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

## Типы вакуумных насосов по наибольшему давлению запуска

- 1) вакуумные насосы, не требующие предварительного разряжения. Наибольшее давление их запуска равно атмосферному:  $P_{\text{макс}} = 10^5$  Па (механические форвакуумные).
- 2) вакуумные насосы, требующие для работы предварительного разрежения. Предварительное разряжение (обычно  $P_{\text{макс}} = 10^{-1} - 10^{-2}$  Па) создается дополнительным насосом, называемым *насосом предварительного вакуума* (механическим форвакуумным).
- *Насос предварительного вакуума* присоединяют впускным патрубком к выпускному патрубку насоса, нуждающегося в предварительном разрежении.

**Выбор вида вакуумного насоса** (для поддержания вакуума при обеспечении заданного процесса) определяется:

- рабочим диапазоном давлений насоса;
- предельным давлением насоса;
- производительностью откачки насоса (в заданном диапазоне).

**Рассмотрим краткую характеристику механических и диффузионных насосов.**

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

## Механические форвакуумные насосы

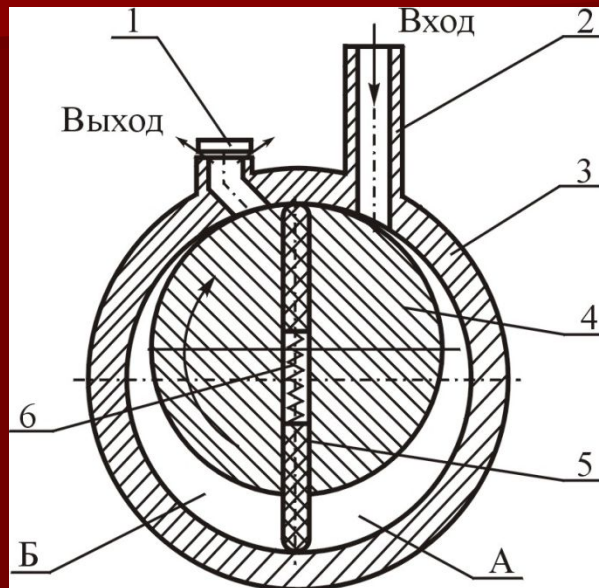


Рис. 2. Схема механического (пластинчато-роторного) форвакуумного насоса: 1 – клапан выхлопной; 2 – патрубок входной; 3 – цилиндр; 4 – ротор; 5 – пластина; 6 – пружина

4

Работают в области среднего вакуума. Их применяют в вакуумных установках для создания вакуума около  $10^{-1}$  Па при быстроте действия  $\sim 8-80$  л/с.

Наибольшее распространение получили пластинчато-роторные механические насосы с масляным уплотнением (рис. 2). Процесс откачки основан на механическом всасывании и выталкивании газа вследствие периодического изменения двух полостей рабочей камеры, образуемой цилиндром и движущимися частями насоса – ротором и пластинами.

В цилиндре 3 вращается в направлении, указанном стрелкой, эксцентрично установленный ротор 4. В прорези ротора помещены пластины 5, которые пружинами 6 прижимаются к поверхности цилиндра 3. При вращении ротора пластины скользят по поверхности цилиндра. Пустота, образованная цилиндром, ротором и торцевыми крышками, делится пластиной на полости А и Б.

При вращении ротора объем полости А периодически увеличивается и в нее поступает газ из откачиваемой системы.

Объем полости Б периодически уменьшается, в ней происходит сжатие газа, и сжатый газ выбрасывается через клапан 1.

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

## Диффузионные паромасляные насосы

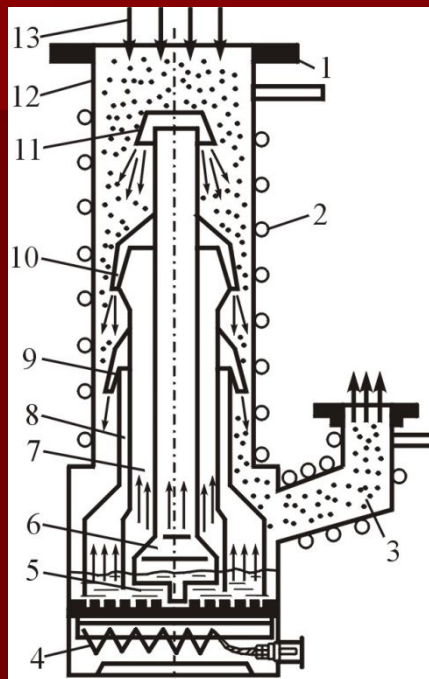


Рис. 3. Схема диффузионного паромасляного трехступенчатого насоса: 1 – присоединительный фланец; 2 – змеевик водного охлаждения; 3 – выпускной патрубок; 4 – электронагреватель; 5 – масло; 6, 7, 8 – паропроводы первой, второй и третьей ступеней; 9, 10, 11 – сопла третьей, второй и первой ступеней; 12 – корпус; 13 – направление откачки

**Являются наиболее распространенным высоковакуумным средством откачки и позволяют создавать вакуум до  $10^{-6}$  Па.**

Трехступенчатый диффузионный паромасляный насос (рис. 3) имеет цилиндрический корпус 12, охлаждаемый холодной водой, протекающей по змеевику 2. Входной патрубок 1 в верхней части корпуса служит для присоединения насоса к откачиваемому объему. Выпускной патрубок 3 расположен в нижней части корпуса, которая представляет собой кипятыльник, куда заливается масло 5, подогреваемое снаружи электронагревателем 4. Паропроводы 6, 7, 8 расположены в корпусе насоса и заканчиваются зонтичными соплами 9, 10, 11.

**При включении насоса рабочая жидкость (специальное масло) нагревается в кипятыльнике, образовавшиеся пары поднимаются по паропроводам 6, 7 и 8, проходят по паропроводам вверх и с большой скоростью выбрасываются в виде струй через (направленные под углом к охлаждаемой стенке насоса) сопла 11, 10 и 9 соответственно первой, второй и третьей ступеней. Молекулы откачиваемого газа диффундируют в струи пара первой ступени и вместе с ними направляются на охлаждаемые водой стенки насоса. При этом пары масла конденсируются и образовавшиеся капли стекают в кипятыльник. Так обеспечивается непрерывная циркуляция рабочей жидкости в насосе. Увлеченный струей пара газ выбрасывается в основном вниз, последовательно диффундирует в струи пара второй и третьей ступеней и выбрасывается через выходной патрубок 3.**

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

## ВАКУУМНЫЕ НАСОСЫ

- Паромасляные диффузионные насосы не работают:
  - без предварительного механического насоса (подсоединяемого к их выходному патрубку и обеспечивающего предварительное разрежение);
  - без водяного охлаждения кожуха (прекращение подачи воды в водяную рубашку может привести к перегреву насоса и сгоранию масла, а следовательно, к нарушению нормальной работы).
- Недостаток диффузионных паромасляных насосов – возможность попадания в откачиваемый рабочий объем молекул масла (за счет пролета в паровой фазе или миграции по стенкам вакуумных трубопроводов), которые оседают на подложках и загрязняют наносимые нанопленки. Поэтому такие насосы ***применяют в технологических вакуумных установках только в сочетании с ловушками паров масла.***

# ВАКУУМНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

## ВАКУУМНЫЕ УСТАНОВКИ

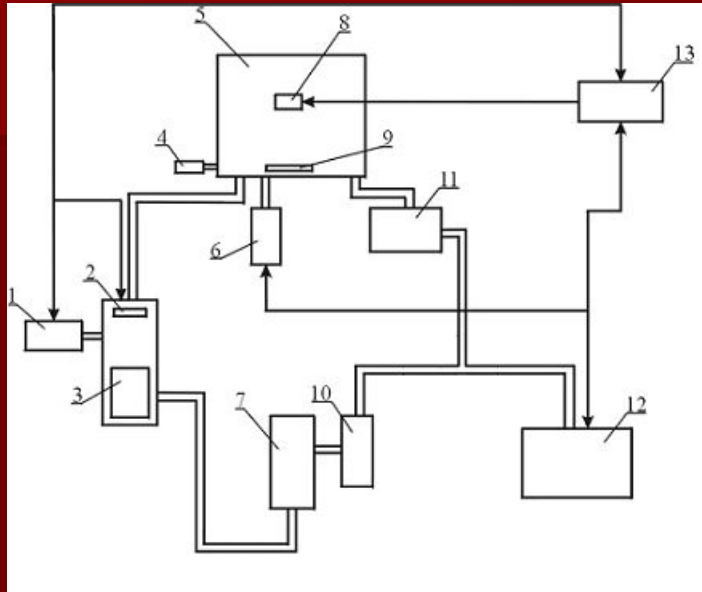


Рис. 4. Схема вакуумной установки периодического действия: 1 – преобразователь манометрический ПМИ-2; 2 – высоковакуумный клапан; 3 – насос вакуумный паромасляный; 4 – клапан напуска воздуха в рабочую камеру; 5 – рабочая камера; 6 – преобразователь манометрический ПМТ-2; 7 – баллон; 8 – испаритель; 9 – подложка; 10 – вентиль откачки баллона; 11 – вентиль откачки рабочей камеры; 12 – насос вакуумный механический; 13 – блок управления

Вакуумные установки периодического действия для нанесения нанопленок (рис. 4) имеют только одну рабочую камеру, в которой периодически проводятся все стадии технологического процесса: загрузка обрабатываемых подложек, откачка рабочей камеры, предварительная обработка подложек (нагрев, очистка), нанесение нанопленки, напуск воздуха до атмосферного давления, выгрузка подложек.

Такие установки наиболее распространены в промышленности, так как они просты по конструкции, легко перенастраиваются и довольно дешевы. К нанопленкам, наносимым на этих установках, предъявляют невысокие требования по уровню воспроизводимости технических параметров.