

真空压力控制:

Application Note 05

微波等离子体化学气相沉积 (MPCVD) 系统中 真空压力控制装置的国产化替代

Localization Substitution of Vacuum Pressure Control Device in Microwave Plasma Chemical Vapor Deposition System



依阳LCV-DS系列



依阳 VCC系列

国产化
替代



MKS 248系列



MKS 250E系列

上海依阳实业有限公司

www.eyoungindustry.com

摘要：目前微波等离子体化学气相沉积（MPCVD）系统中的真空压力控制装置普遍采用美国 MKS 公司的控制阀和控制器。本文介绍了采用 MKS 公司产品在实际应用中存在控制精度差和价格昂贵的现象，介绍了最新研发的真空压力控制装置国产化替代产品，验证了国产化替代产品具有更高的控制精度和价格优势。

1. 问题的提出

在微波等离子体化学气相沉积（MPCVD）系统中，微波发生器产生的微波用波导管传输至反应器，并向反应器中通入不同气体构成的混合气体，高强度微波能激发分解基片上方的含碳气体形成活性含碳基团和原子态氢，并形成等离子体，从而在基片上沉积得到金刚石薄膜。等离子体激发形成于谐振器内，谐振器真空压力的调节对金刚石的合成质量至关重要，现有技术中，真空管路上通常设置可以自动调节阀芯大小的比例阀对谐振腔真空压力进行自动控制，目前国内外比较成熟的技术是比例阀采用美国 MKS 公司的 248 系列控制阀和相应的配套驱动器 1249B 和控制器 250E 等。但在实际应用中，如美国 FD3M 公司发明专利“真空压力控制装置和微波等离子体化学气相沉积装置”（专利号 CN 108517556）中所描述的那样，使用 MSK 公司产品主要存在以下几方面的问题：

(1) 不包括真空计的话，仅真空压力控制至少需要一个 248 系列控制阀、一个配套的驱动器 1249B 和一个真空压力控制器 250E，所构成的闭环控制装置整体价格比较昂贵。

(2) 248 系列控制阀是一种典型的比例阀，这种比例阀动态控制精度难以满足真空压力控制要求，如设定值为 20、30、50、100 和 150Torr 不同工艺真空压力时，实际控制压力分别为 24、33、53、102 和 152Torr，控制波动范围为 1.3~20%。

另外，通过我们的使用经验和分析，在微波等离子体化学气相沉积（MPCVD）系统中采用 MKS 公司产品还存在以下问题：

(1) 美国 MKS 公司 248 系列控制阀，以及 148J 和 154B 系列控制阀，因为其阀芯开度较小，使用中相应的气体流量也较小，所以 MKS 公司将这些控制阀分类为上游流量控制阀。在微波等离子体化学气相沉积（MPCVD）系统中，一般是控制阀安装在工作腔室和真空泵之间的真空管路中，也就是所谓的下游控制模式，而 MKS 公司的下游流量控制阀的最小孔径为 50mm 以上，对 MPCVD 系统而言这显然孔径太大，同时这些下游流

量控制阀价格更加昂贵。因此，选用小孔径小流量的 248 系列控制阀作为下游控制模式中的控制阀实属无奈之举。

(2) 如果将美国 MKS 公司 248 系列上游控制阀用到 MPCVD 系统真空压力的下游控制，所带来的另一个问题是工艺过程中所产生的杂质对控制阀的污染，而采用可拆卸可清洗的下游控制阀则可很好的解决此问题，这也是 MKS 公司下游控制阀的主要功能之一。

针对上述微波等离子体化学气相沉积 (MPCVD) 系统中真空压力控制中存在的问题，上海依阳实业有限公司开发了新型低价的下游真空压力控制装置，通过大量验证试验和实际使用，证明可成功实现真空压力下游控制方式的国产化替代。

2. MPCVD 系统中的真空压力下游控制模式

针对微波等离子体化学气相沉积 (MPCVD) 系统，系统真空腔体内的真空压力采用了下游控制模式，此控制模式的结构如图 2-1 所示。

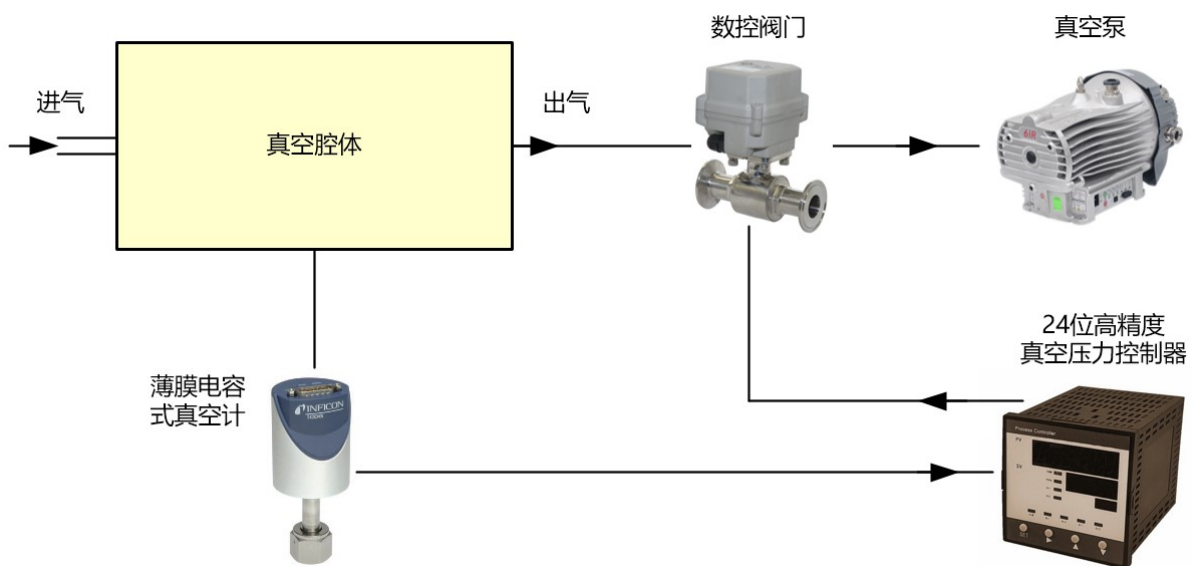


图 2-1 MPCVD 系统真空压力下游控制模式示意图

上述微波等离子体化学气相沉积设备的工作原理和过程为：首先对真空腔抽真空，并向真空腔内通入工艺混合气体，然后通过微波源产生微波，微波经过转换后进行谐振真空腔，最终形成相应形状的等离子体，从而形成气相沉积

装置可以通过调节微波功率、工作气压调节温度。为了进行工作气压的调节，在真空泵和真空腔之间增加一个数字调节阀。当设定一定的进气速率后，调节阀用来控制装置的出气速率由此来控制工作腔室内的真空度，采用薄膜电容真空计来高精度测量绝对真空

度，而调节阀的开度则采用 24 位高精度控制器进行 PID 控制。

3. 下游控制模式的特点

如图 2-1 所示，下游控制模式是一种控制真空系统内部真空压力的方法，其中抽气速度是可变的，通常由真空泵和腔室之间的控制阀实现。

下游控制模式是维持真空系统下游的压力，增加抽速以增加真空度，减少流量以减少真空度，因此，这称为直接作用，这种控制器配置通常称为标准真空压力调节器。

在真空压力下下游模式控制期间，控制阀将以特定的速率限制真空泵抽出气体，同时还与控制器通信。如果从控制器接收到不正确的输出电压（意味着压力不正确），控制阀将调整抽气流量。压力过高，控制阀会增大开度来增加抽速，压力过低，控制阀会减小开度来降低抽速。

下游模式具有以下特点：

(1) 下游模式作为目前最常用的控制模式，通常在各种条件下都能很好地工作。

(2) 下游控制模式主要用于精确控制真空腔体的下游实际出气速率，与真空泵连接的出气口径一般较大，相应的真空管路也较粗，因此下游控制阀的口径一般也相应较大，由此可满足不同大口径抽气速率的要求。

(3) 在下游模式控制过程中，其有效性有时可能会受到“外部”因素的挑战，如入口气体流速的突然变化、等离子体事件的开启或关闭使得温度突变而带来内部真空压力的突变。此外，某些流量和压力的组合会迫使控制阀在等于或超过其预期控制范围的极限的位置上运行。在这种情况下，精确或可重复的压力控制都是不可行的。或者，压力控制可能是可行的，但不是以快速有效的方式，结果造成产品的产量和良率受到影响。

(4) 在下游模式中，会在更换气体或等待腔室内气体沉降时引起延迟。

4. 下游控制用真空压力控制装置

下游控制模式用的真空压力控制装置包括数字式控制阀和 24 位高精度 PID 控制器。

4.1. 数字式控制阀

数字式控制阀为上海依阳公司生产的 LCV-DS-M8 型数字式调节阀，如图 4-1 所示，其技术指标如下：

- (1) 公称通径：快卸：DN10-DN50、活套：DN10-DN200、螺纹：DN10-DN100。
- (2) 适用范围 (Pa)：快卸法兰 (KF) $2 \times 10^5 \sim 1.3 \times 10^{-6}$ /活套法兰 $6 \times 10^5 \sim 1.3 \times 10^{-6}$ 。
- (3) 动作范围： $0 \sim 90^\circ$ ；动作时间：小于 7 秒。
- (4) 阀门漏率 (Pa.L/S)： $\leq 1.3 \times 10^{-6}$ 。
- (5) 适用温度： $2^\circ\text{C} \sim 90^\circ\text{C}$ 。
- (6) 阀体材质：不锈钢 304 或 316L。
- (7) 密封件材质：增强聚四氟乙烯。
- (8) 控制信号：DC $0 \sim 10\text{V}$ 或 $4 \sim 20\text{mA}$ 。
- (9) 阀体可拆卸清洗。



图 4-1 依阳 LCV-DS-M8 数字式调节阀



图 4-2 依阳 24 位真空压力控制器

4.2. 真空压力 PID 控制器

真空压力控制器为上海依阳公司生产的 EYOUNG2021-VCC 型真空压力 PID 控制器，如图 4-2 所示，其技术指标如下：

- (1) 控制周期：50ms/100ms。

- (2) 测量精度：0.1%FS（采用 24 位 AD）。
- (3) 采样速率：20Hz/10Hz。
- (4) 控制输出：直流 0~10V、4-20mA 和固态继电器。
- (5) 控制程序：支持 9 条控制程序，每条程序可设定 24 段程序曲线。
- (6) PID 参数：20 组分组 PID 和分组 PID 限幅，PID 自整定。
- (7) 标准 MODBUS RTU 通讯协议。两线制 RS485。
- (8) 设备供电：86~260VAC（47~63HZ）/DC24V。

5. 控制效果

为了考核所研制的控制阀和控制器的集成控制效果，如图 5-1 所示，在一真空系统上进行了安装和考核试验。

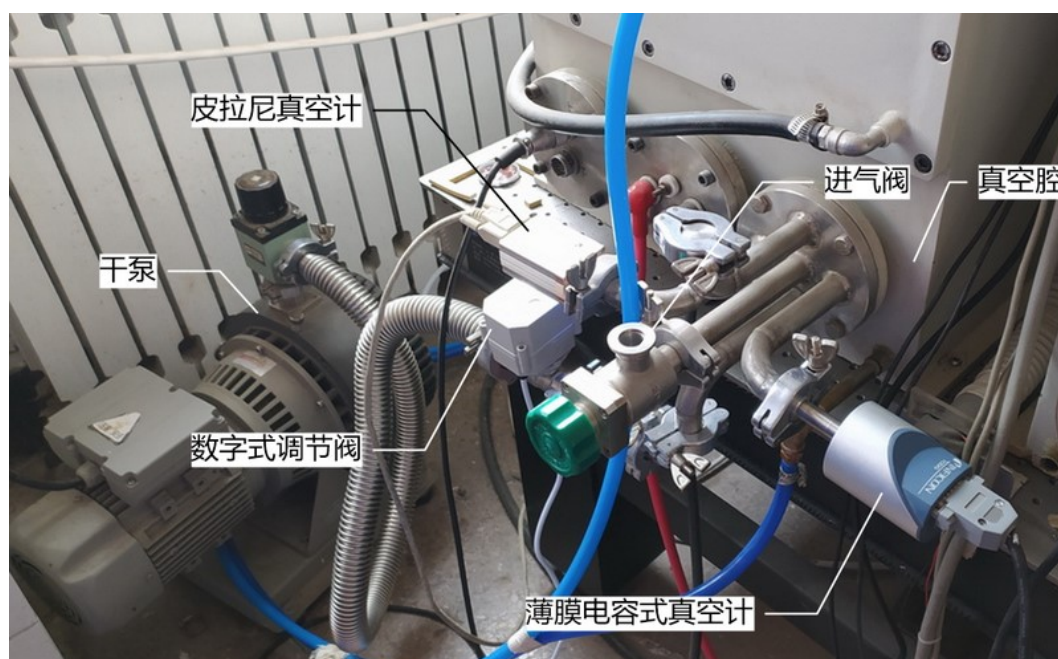


图 5-1 真空压力下控制模式试验考核

在考核试验中，先开启真空泵和控制阀对样品腔抽真空，并按照设定流量向真空腔充入相应的工作气体，真空度分别用薄膜电容式真空计和皮拉尼真空计分别测量，并对真空腔内的真空压力进行恒定控制。在整个过程中真空腔内的真空度按照多个设定值进行控制，如 71、200、300、450 和 600Torr，整个过程中的真空压力变化如图 5-2 所示。

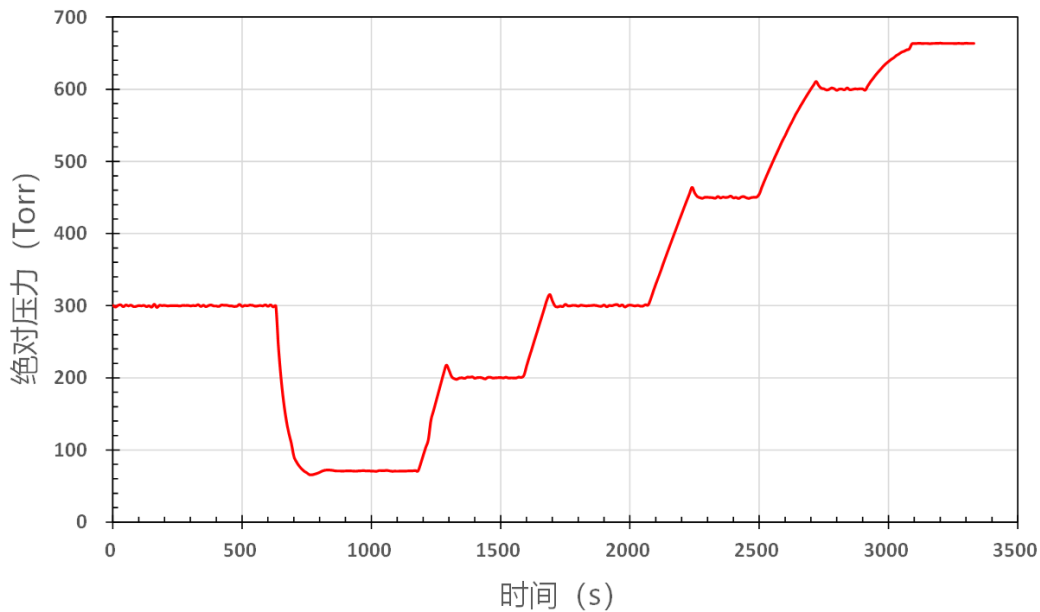


图 5-2 考核试验过程中的不同真空度控制结果

为了更好的观察考核试验结果，将图 5-2 中真空度 71Torr 处的控制结果放大显示，如图 5-3 所示。从图 5-3 所示结果可以看出，在 71Torr 真空压力恒定控制过程中，真空压力的波动最大不超过 ± 1 Torr，波动率约为 $\pm 1.4\%$ 。同样，也可以由此计算其他设定值下的真空压力控制的波动率，证明都远小于 $\pm 1.4\%$ ，由此证明控制精度要比 MKS 公司产品高出一个数量级，可见国产化替代产品具有更高的准确性。

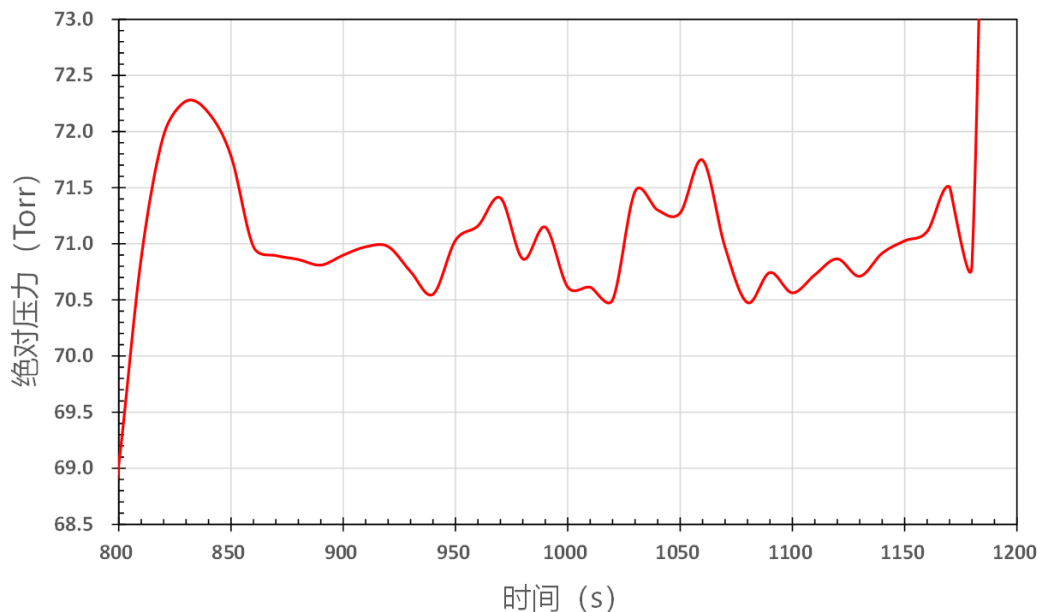


图 5-3 考核试验中设定值为 71Torr 时的控制结果

另外，还将国产化替代产品安装到微波等离子体热处理设备上进行实际应用考核。在热处理过程中，先开启真空泵和控制阀对样品真空腔抽真空，并通惰性气体对样品真空腔

进行清洗，然后按照设定流量充入相应的工作气体，并对样品腔内的真空压力进行恒定控制。真空压力恒定后开启等离子源对样品进行热处理，温度控制在几千度以上，在整个过程中样品腔内的真空压力始终控制在设定值几百 Torr 上。整个变温前后阶段整个过程中的真空压力变化如图 5-4 所示。

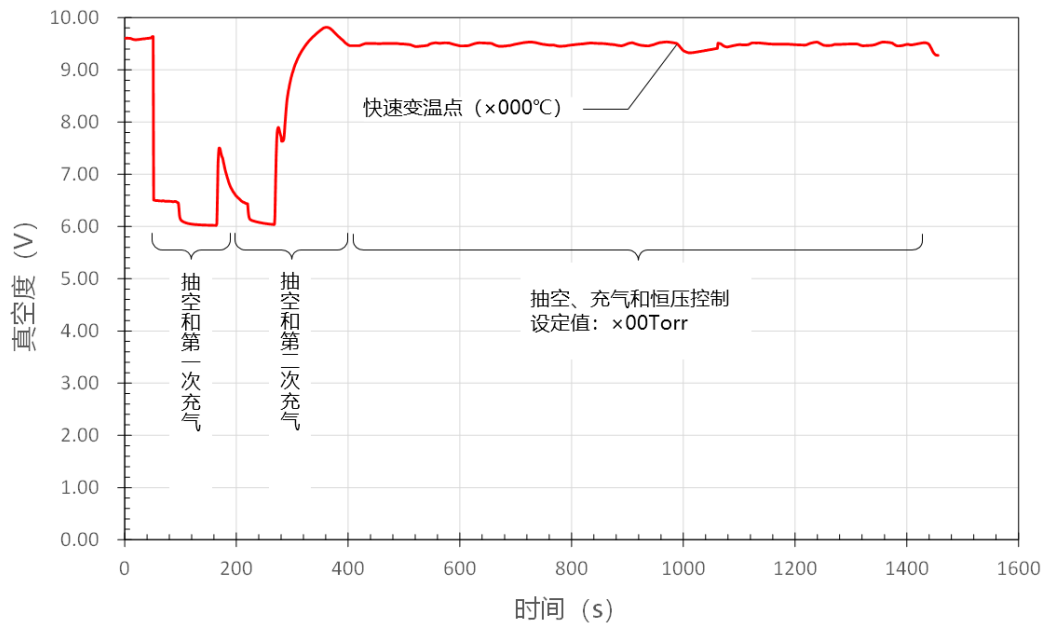


图 5-4 微波等离子体高温热处理过程中的真空压力变化曲线

为了更好的观察热处理过程中真空压力的变化情况，将图 5-4 中的温度突变处放大显示，如图 5-5 所示。

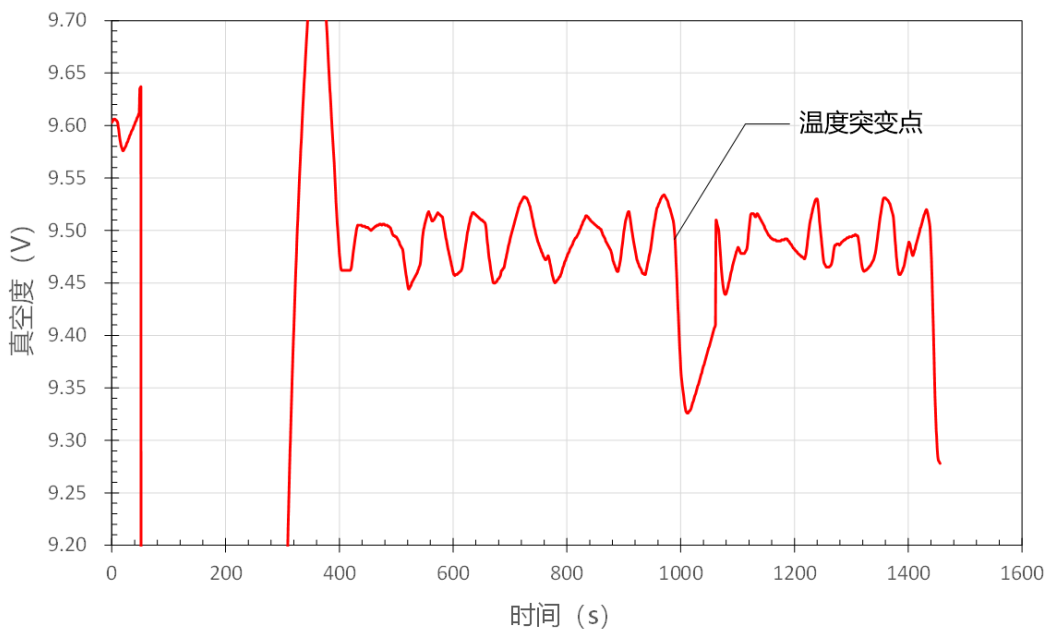


图 5-5 微波等离子体高温热处理过程中温度突变时的真空压力变化

从图 5-5 所示结果可以看出，在几百 Torr 真空压力恒定控制过程中，真空压力的波动非常小，约为 0.5%，由此可见调节阀和控制器工作的准确性。

6. 总结

综上所述，采用了完全国产化的数字式调节阀和高精度控制器，完美验证了真空压力下控制方式的可靠性和准确性，证明了国产化产品完全可以替代美国 MKS 公司相应的真空压力控制产品，并比国外产品具有更高的控制精度和价格优势。