

同步辐射光源和原位透射电镜防止氮化硅薄膜窗口破裂的真空度控制策略

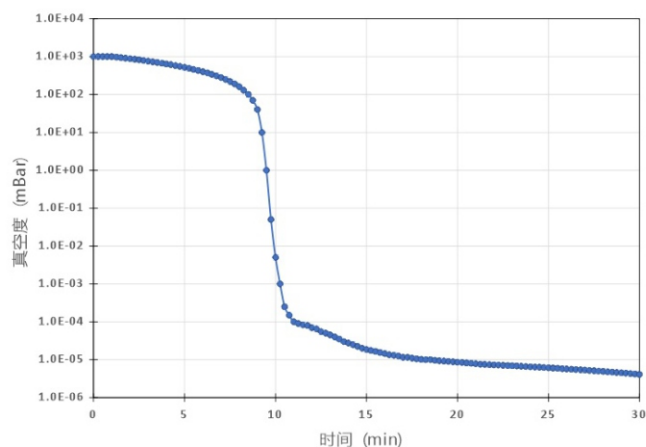
Vacuum Control Strategy for Preventing Window Rupture of Silicon Nitride Film in Synchrotron Radiation Light Source and In-Situ TEM

摘要：氮化硅薄膜窗口广泛应用于同步辐射光源中的扫描透射软X射线显微镜和原位透射电镜，但氮化硅薄膜只有几百纳米的厚度，很容易因真空抽取初期的快速压差变化造成破裂。为此，本文提出了线性缓变压力控制解决方案，即控制安装有氮化硅薄膜窗口的真空腔内的气压，按照固定的速度进行缓慢减压，从而实现氮化硅薄膜窗口的防止。同时本解决方案对以往的高精度控制方案进行了简化，简化为只用一只皮拉尼真空计和只控制电动球阀。

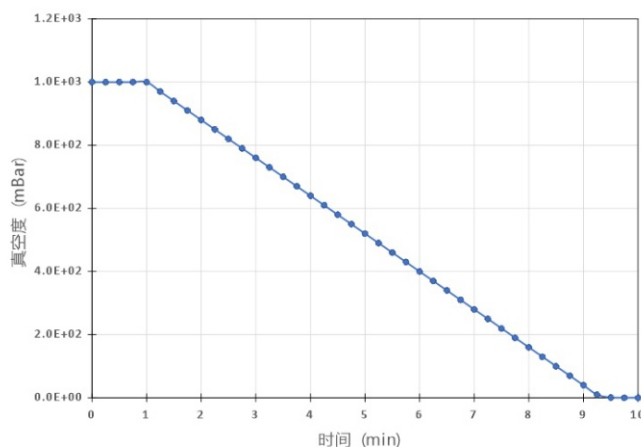
1. 问题的提出

氮化硅 (Si_3N_4) 薄膜作为一种无机非金属材料，具有高强度、高硬度、高耐热性、高耐腐蚀性和低热膨胀系数等特点，这种薄膜是扫描透射软X射线显微成像技术 (STXM) 应用中十分理想的生物样品支持膜，利用同步辐射光源中的STXM技术可以对自然状态下的生物样品进行亚微米级的空间与化学分析。氮化硅薄膜还可作为真空窗口，隔开高真空的软X射线部分与大气压，用于生物活细胞研究，也可作为同步辐射光束线中的污染阻挡层。另外，这种氮化硅薄膜还可以作为液体芯片上的观察窗口可以实现高分辨率的原位透射电镜 (TEM) 的液体观测。

在上述的这些氮化硅薄膜窗口的应用中，普遍需要高真空环境，需要通过氮化硅薄膜将高真空和大气压隔开。氮化硅薄膜一般很薄，最厚也只有500nm，这使得氮化硅薄膜窗口非常脆弱，在正常抽真空时很容易因为窗口两侧快速形成的压差而造成破裂。为此要求在抽真空的初期，也就是在低气压（低真空）阶段要进行慢速抽气，即控制腔室中的压力降低速度，此时这个真空度的典型变化曲线如图1所示。



(a) 真空度全程变化曲线（对数坐标）



(b) 低真空度范围变化曲线（线性坐标）

图1 设备腔体内的真空度随时间变化曲线

如图1a所示，通常使用每秒几豪巴的抽速就可以保证氮化硅薄膜安全运行，并允许在大约10分钟内达到大约1豪巴，并在大约15分钟内达到 10^{-2} 毫巴范围。在此压力下，再开启涡轮泵可以安全启动并在几分钟内进入 10^{-6} 豪巴的设备高真空工作范围。为了更直观的描述抽真空初期慢速的线性减压，如图1b所示所示用了线性坐标来描述，其中真空度是按照线性进行控制和变化。

为了实现上述低气压阶段的线性减压，本文提出了如下的低气压线性控制解决方案，由此可防止氮化硅薄膜窗口的破裂。

2. 解决方案

针对将真空腔体从大气压1000mBar线性慢速降到1mBar的低气压控制，本文提出解决方案的真空度控制系统结构如图2所示。

在解决方案中采用了由真空计、电动阀门和控制器组成的闭环控制回路，其中低漏率的电控针阀和电控球阀分别用于调节进气和排气流量。

真空压力控制器具有可编程功能的程序控制器，用于采集真空计信号和驱动电控阀门对腔体内的真空度进行控制，使真空度按照设定斜率进行变化。

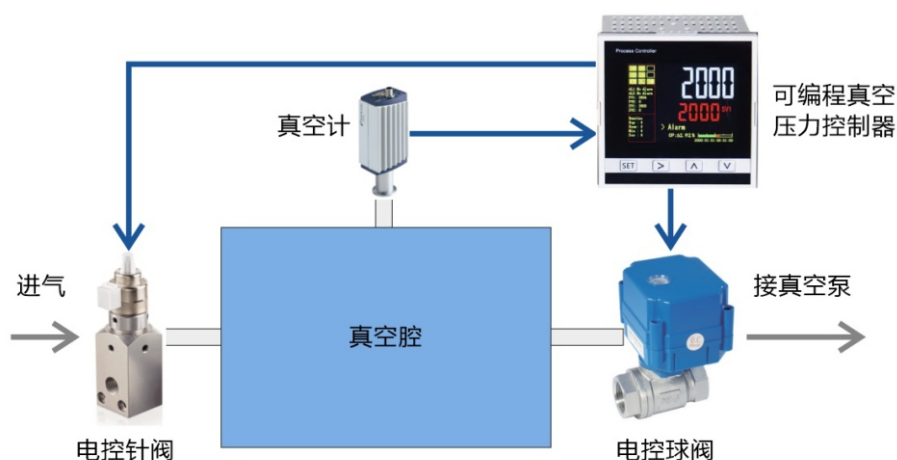


图2 低气压线性变化控制系统结构示意图

由于控制系统的主要功能是控制真空度按照线性变化，并不要求有很高的控制精度，由此对控制系统中的相关部件做了以下几方面的简化：

(1) 由于控制量程是从一个1000mBar大气压线性降到1mBar，如果不考虑测控精度，真空计可以直接采用量程宽泛的皮拉尼真空计，无需采用高精度但量程较窄的电容真空计。由此仅需一只皮拉尼真空计就可覆盖整个所需的真空度范围，而用电容真空计则需要两只才能覆盖量程。

(2) 对于高精度的真空度控制，除了需要采用不同量程的高精度电容真空计之外，还需在不同量程范围内分别调节排气流量和进气流量。如果不考虑控制精度，真空度的线性控制可以仅通过固定进气流量和调节排气流量的方式来实现，由此电控针阀可以用手动针阀来代替，能固定针阀开度保持进气流量恒定即可，这样可以减少一路控制回路并降低成本。

3. 总结

综上所述，通过此解决方案所使用的真空计、电控针阀（手动针阀）、电控球阀和真空压力程序控制器，可很方便的控制低气压范围内的真空度线性变化，从而可有效保证氮化硅薄膜窗口不被损坏。