



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 109072410 B

(45) 授权公告日 2021.05.07

(21) 申请号 201780027325.0

E · P · M · 巴克 P · W · 哈泽勒特

(22) 申请日 2017.05.01

D · A · 哈密尔顿 S · J · 威狄斯

(65) 同一申请的已公布的文献号

T · D · 凯泽

申请公布号 CN 109072410 A

(74) 专利代理机构 中国贸促会专利商标事务所
有限公司 11038

(43) 申请公布日 2018.12.21

代理人 许剑桦

(30) 优先权数据

(51) Int.CI.

16168162.2 2016.05.03 EP

C23C 14/16 (2006.01)

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

C23C 14/24 (2006.01)

2018.11.02

H02K 44/02 (2006.01)

(86) PCT国际申请的申请数据

(56) 对比文件

PCT/EP2017/060317 2017.05.01

CN 204805055 U, 2015.11.25

(87) PCT国际申请的公布数据

US 4392786, 1983.07.12

W02017/191083 EN 2017.11.09

WO 2015067662 A1, 2015.05.14

(73) 专利权人 塔塔钢铁荷兰科技有限责任公司

CN 104395495 A, 2015.03.04

地址 荷兰费尔森-诺德

CN 1969056 A, 2007.05.23

(72) 发明人 E · 策斯特贝尔根 C · 科芒德尔

审查员 原霞

R · J · 斯尼耶德斯

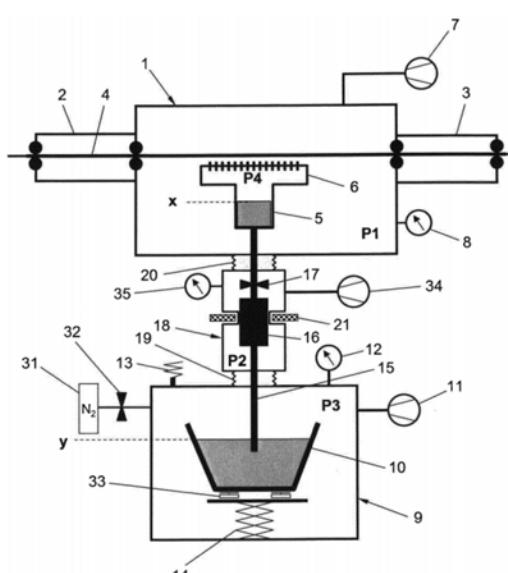
权利要求书1页 说明书6页 附图2页

(54) 发明名称

操作用于将液态金属供给至蒸发器设备的
装置的方法

(57) 摘要

本发明涉及一种操作用于将液态金属供给至在真空腔室中的蒸发器设备的装置的方法，其中，供给管从适于容纳液态金属的容器延伸至蒸发器设备，且电磁泵设置在供给管中，且阀设置在供给管中并在电磁泵和蒸发器设备之间。至少局部气体可透过的电磁泵用于该方法中，该电磁泵包封在压力控制罩中，其中，电磁泵和压力控制罩控制成使得蒸发器设备和供给管的填充和排出能够在不影响真空腔室中的真空压力的情况下完成。



1. 一种操作用于将液态金属供给至在真空腔室中的蒸发器设备的装置的方法,其中,供给管从适于容纳液态金属的容器延伸至蒸发器设备,电磁泵设置在供给管中,阀设置在供给管中且在电磁泵和蒸发器设备之间,其特征在于所述方法包括:

- 设置电磁泵,所述电磁泵至少局部气体可透过;
- 使得电磁泵包封在压力控制罩中,
- 在由液态金属填充电磁泵之前或填充时降低在压力控制罩中的压力或保持在压力控制罩中的真空,
- 在操作过程中在压力控制罩中保持真空,以及
- 在从电磁泵排出液态金属之前或排出时增加压力控制罩中的压力或保持增加的压力。

2. 根据权利要求1所述的方法,其中:压力控制罩中的真空是低真空。

3. 根据权利要求1或2所述的方法,其中:压力控制罩中增加的压力是大气压或更高压力。

4. 根据权利要求3所述的方法,其中:在电磁泵的填充和排出之前关闭阀。

5. 根据权利要求3所述的方法,其中:压力控制罩包封供给管的至少一部分。

6. 根据权利要求4所述的方法,其中:供给管的、位于电磁泵上面的包封部分至少局部气体可透过。

7. 根据权利要求3所述的方法,其中:电磁泵至少局部由石墨制成。

8. 根据权利要求3所述的方法,其中:供给管的至少包封部分至少局部由石墨制成。

9. 根据权利要求3所述的方法,其中:控制作用在适于容纳液态金属的容器中的液态金属上的力。

10. 根据权利要求3所述的方法,其中:用于电磁泵的磁场从压力控制罩的外部施加。

11. 根据权利要求3所述的方法,其中:设置了从蒸发器设备延伸至所述容器的返回管、在返回管中至少局部气体可透过的电磁泵以及在返回管中位于电磁泵和真空腔室之间的阀,其中,在返回管中的电磁泵设置于压力控制罩中,所述方法包括以下步骤:在从电磁泵排出液态金属之前或排出时增加压力控制罩中的压力或保持增加的压力。

12. 一种用于将液态金属供给至在真空腔室中的蒸发器设备的装置,所述装置还包括:容器,所述容器适于容纳液态金属;供给管,所述供给管从容器至蒸发器设备;以及电磁泵,所述电磁泵设置在供给管中,其特征在于:电磁泵是至少局部气体可透过的电磁泵,且设置了压力控制罩,所述压力控制罩包封电磁泵。

13. 根据权利要求12所述的装置,其中:压力控制罩包封供给管的至少一部分。

14. 根据权利要求12或13所述的装置,其中:气体可透过的电磁泵至少局部由石墨制成。

操作用于将液态金属供给至蒸发器设备的装置的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种操作用于将液态金属供给真空腔室中的蒸发器设备的装置的方法。这种设备例如用于通过物理气相沉积 (PVD) 而在基板上沉积金属涂层。

背景技术

[0002] 对于工业规模的连续或半连续 PVD 涂层处理, 真空涂层设备需要能够长时间地处理大量的涂层材料。而且, 当使用热蒸发时, 在蒸发器设备中的液体的温度必须远高于要蒸发材料的熔点。因此, 希望有小型蒸发器设备和将材料供给到蒸发器设备中以满足需求, 这具有成本效益。能够供给固体或液体材料。不过, 最好的方法是从大型液体储存器来供给液态金属, 这样的优点是在蒸发器中的氧化物含量最小, 且不必在蒸发器设备处提供材料的熔化潜热和比热。

[0003] US2664852 中公开的 PVD 涂层设备具有在真空腔室中的用于液态金属的储存器。使用这种设置, 最大活动长度非常有限。在最近的 PVD 涂层设备中, 液态金属储存器布置在真空腔室外部, 见例如 WO2012081738。不过, 由于在蒸发器设备处的真空和液态金属储存器之间的压力差, 力将施加在储存器中的液态金属上, 这需要进行控制。当储存器中的液面高度下降、蒸发器设备处的真空压力变化或蒸发器设备中的高度变化时, 该力将变化, 需要进行控制, 以便保持恒定供给到蒸发器设备, 以保证恒定的蒸发。

[0004] 液态金属从液态金属容器到蒸发器设备的供给能够以不同的方式来控制。在 US3059612 中, 公开了提升具有液态金属的容器, 以便使得在蒸发器设备中的液态金属表面和在液态金属容器中的液面高度之间的高度差保持恒定。不过, 气压的变化将引起在蒸发器设备中的不同高度, 并因此导致蒸发变化。

[0005] 在 US3581766 中, 在主液态金属容器和蒸发器设备之间设置了附加储存器。在该中间储存器中, 高度通过溢流排出部保持恒定, 通过该溢流排出部, 液体从中间储存器流出, 流回至主液态金属容器。不过, 变化气压的问题仍然存在, 且如何在不破坏真空的情况下启动或停止系统的问题可能会很困难。因此, 首先在液态金属容器和蒸发器设备之间需要阀, 见例如 WO2012081738。它试图使用这种阀来控制流动, 但这是不实际的, 且不可能在实验结束时在不破坏真空的情况下排空蒸发器设备。在 WO2013143692 中公开了一种更好的解决方案, 其中, 阀和泵都用于控制流动。

[0006] 不过, 还存在上述文献中未涉及的其它问题。在储存器位于真空腔室外部的情况下, 一个问题与供给管必须穿过真空腔室的壁有关。穿过供给管的供给必须能够适应在整个装置加热过程中发生的膨胀差, 但应该使得腔室中的真空条件不受影响。这能够通过波纹管式连接来实现, 见例如 GB1220020, 但同样重要的是这种设置不会产生冷点, 该冷点可能导致熔融物冻结和因此堵塞。

[0007] 另一个要求是所有管和电磁泵应当加热至所需温度, 并在操作过程中保持在该温度。更特别是, 电磁泵的加热需要特别注意, 因为由于电磁泵的结构, 可能很容易产生泵中的冷点。

[0008] 在储存器位于外部的情况下另一问题是来自液体容器的氧化物可能污染供给系统,该氧化物可能引入蒸发器或管中,并产生蒸发或堵塞的问题。在专利JPS5938379中介绍了一种启动程序,它使用还原气体来除去氧化物。不过,这并不适用于所有类型的液体,且在该处理中将改变真空。

[0009] 另一要求是所有的管应当加热至所需的温度,而且如专利US3408224中所述,可能需要在沉积之前使得液体材料脱气,以便保证在蒸发器中不发生这种脱气,该脱气可能干扰蒸发处理。

[0010] 最后,W02015067662中公开的方法使得能够在不破坏真空的情况下排空蒸发器,但在没有另外措施的情况下不能排空在系统中的所有管。

发明内容

[0011] 本发明的目的是提供一种操作用于将液态金属供给至在真空腔室中的蒸发器设备的装置的方法,而不会在操作过程中影响真空腔室中的真空。

[0012] 本发明的另一目的是提供一种操作用于将液态金属供给至在真空腔室中的蒸发器设备的装置的方法,而不会在蒸发器设备的填充过程中影响真空腔室中的真空。

[0013] 本发明的另一目的是提供一种操作用于将液态金属供给至在真空腔室中的蒸发器设备的装置的方法,而不会在蒸发器设备和与蒸发器设备连接的供给管的排出过程中影响真空腔室中的真空。

[0014] 本发明的另一目的是提供一种操作用于将液态金属供给至在真空腔室中的蒸发器设备的装置的方法,而不会影响真空腔室中的真空,该方法能够以直接的方式来操作。

[0015] 根据本发明的第一方面,本发明的一个或多个目的通过提供一种操作用于将液态金属供给至在真空腔室中的蒸发器设备的装置的方法来实现,其中,供给管从适于容纳液态金属的容器延伸至蒸发器设备,且电磁泵提供在供给管中,阀设置在供给管且在电磁泵和蒸发器设备之间,其特征在于该方法包括:

[0016] -提供电磁泵,该电磁泵至少局部气体可透过;

[0017] -使得电磁泵包封在压力控制罩中,

[0018] -在由液态金属填充电磁泵之前和/或填充时降低压力控制罩中的压力和/或保持真空,

[0019] -在操作过程中保持在压力控制罩中的真空,以及

[0020] -在从电磁泵排出液态金属之前和/或排出时增加压力控制罩中的压力和/或保持增加压力。

[0021] 在液态金属从真空腔室外部的容器通过供给管而供给至蒸发器设备的情况下,很可能将影响在真空腔室中的真空。特别是,在蒸发处理(例如PVD处理)开始和结束时最可能这样。在该处理开始时,供给管中的阀将防止在真空腔室和外部环境之间有直接连接。不过,当液态金属从容器通过供给管而供给至蒸发器设备时,在供给管中的阀必须打开,在阀下游的供给管中仍然存在的空气或气体将被吸入真空腔室中。在空气或气体进入真空腔室的情况下,真空腔室中的真空压力将受到影响,并必须再次降低至预定的真空压力,这将花费时间和能量。另一个问题是外部空气污染物可能进入真空腔室。

[0022] 根据本发明的方法具有的优点是,通过使用气体可透过的电磁泵,能够在打开阀

之前用液态金属填充供给管,同时驱除在供给管中存在的大部分空气或气体。

[0023] 以相反顺序,蒸发器设备能够在第一步骤中排空,直到液态金属低于在供给管中的阀,然后阀关闭,且通过使空气或气体经过气体可透过的电磁泵进入供给管,能够完全排空供给管。

[0024] 使用如上所述的气体可透过电磁泵的前提条件是使得气体可透过的电磁泵封闭在压力控制罩中。在没有这种罩的情况下,空气将在正常操作过程中通过气体可透过的电磁泵而吸入供给管中,真空腔室的真空仍然将受损。

[0025] 压力控制罩中的压力在1-1000毫巴或大约大气压的压力范围内变化。通过填充供给管,在正常操作过程中,压力控制罩中的压力优选是保持在1-200mbar的范围内。在压力控制罩中的压力在该范围内的的情况下,没有空气或其它气体通过供给系统而吸入真空腔室内。

[0026] 通过排空蒸发器设备和供给管,压力控制罩中的压力增加至大气压或更高,以使得空气或其它气体通过气体可透过的电磁泵而进入供给管。在液态金属的液面高度低于供给管中的阀之后,压力控制罩中的压力增加。低于供给管中的阀是直接低于阀或在电磁泵中的这样高度,该高度可以是电磁泵仍然能够在液态金属上施加洛伦兹力的高度。

[0027] 根据本发明的另一方面,压力控制罩还包封供给管的至少一部分。该特征提供了减少热损失的优点,因为通过对流的热损失将在真空中有很大程度的降低。另一优点是,通过使得供给管的、位于电磁泵上面的包封部分至少局部气体可透过,供给管能够用于从供给管中除去空气或其它气体,并在排出供给管的情况下填充供给管和使得空气进入供给管。这特别应用于供给管的、在气体可透过电磁泵和供给管中的阀之间的部分。

[0028] 根据本发明的还一方面,电磁泵至少局部由石墨制成。已经发现,石墨对于气体具有一定的可透过性,气体例如N₂和空气。对于液态金属(例如Zn或Mg或液态金属的混合物),石墨泵是不可透过的。如上所述,石墨的气体可透过性通过控制在压力控制罩中的压力来控制。

[0029] 根据本发明的还一方面,供给管的包封部分至少局部由石墨制成。这具有与对于气体可透过电磁泵所述相同的效果。

[0030] 而且,控制施加在适于容纳液态金属的容器中的液态金属上的力。

[0031] 优选是,适于容纳液态金属的容器是封闭容器,其中,施加在液态金属上的力通过控制在封闭容器中的气体压力来控制。这样,施加在容器中的液态金属上的力能够非常容易地控制,并在需要时能够快速地改变。术语“封闭容器”是指这样的容器,其中,在容器内的气体的压力和/或组分进行控制或能够控制。

[0032] 根据本发明的还一方面,该方法包括提供返回管,该返回管从蒸发器设备延伸至容器,还设置在返回管中的、至少局部气体可透过的电磁泵以及在返回管中且在电磁泵和真空腔室之间的阀,其中,在返回管中的电磁泵设置在压力控制罩中,该方法包括以下步骤:在从电磁泵中排出液态金属之前和/或排出时,增加压力控制罩中的压力和/或保持增加压力。

[0033] 通过供给管和返回管,能够控制蒸发器设备中的液态金属的组分。组分的控制意味着组分尽可能保持恒定,不会由于成分的不同蒸发速率而变化。

[0034] 本发明还包括一种用于该方法的电磁泵,其中,该电磁泵至少局部由气体可透过

材料制成。优选是，气体可透过材料是石墨。

[0035] 本发明提供了一种用于将液态金属供给至在真空腔室中的蒸发器设备的装置，该装置还包括：容器，该容器适于容纳液态金属；供给管，该供给管从容器至蒸发器设备；电磁泵，该电磁泵设置在供给管中，其中，电磁泵是至少局部气体可透过的电磁泵，且设置了压力控制罩，该压力控制罩包封电磁泵。

[0036] 根据本发明的还一方面，压力控制罩包封供给管的至少一部分。

[0037] 气体可透过的电磁泵至少局部由石墨制成。优选是，供给管的、包封在压力控制罩中的至少一部分由石墨制成。

附图说明

[0038] 下面将通过附图中所示的示例进一步解释本发明，附图中：

[0039] 图1表示了装置的示意图，该装置有用于液态金属的容器、在真空罩中的电磁泵以及真空腔室，以及

[0040] 图2A、2B、2C分别表示了用于供给管的电磁泵和用于供给管和返回管的电磁泵的示意图。

具体实施方式

[0041] 图1表示了具有真空腔室1的装置的示意图，该真空腔室在两侧设置有真空锁2、3，条带4引导通过该真空锁2、3。蒸发器设备5位于真空腔室1内部，并与蒸汽分配器6连接。向蒸发器设备供应足够能量的装置（例如感应线圈）也布置在真空腔室内。为了清楚，这些装置在图中未示出。真空腔室还设置有真空泵7和压力计8。

[0042] 在图1的底部，封闭容器9在其内部设置有用于容纳液态金属的器皿10。封闭容器9还设置有泵11、压力计12和过压继电器13。器皿设置有加热装置（未示出），以便加热和熔化金属和/或将液态金属保持在特定温度。具有阀32的气体供给装置31与封闭容器9连接，以便用非氧化气体（例如氮气）替代最初存在于容器9中的空气。提升装置14设置为用于提升和降低器皿10，以便能够将供给管15的端部浸入液态金属中或将它从液态金属中提起。提升装置14还可以用于控制液态金属到蒸发器设备5的流速，因为通过提升和降低，在器皿中的液面高度和蒸发设备中的液面高度之间的距离变化。

[0043] 器皿10布置在称重装置35上，该称重装置35能够连续地称重器皿10的内容物，这提供了关于液态金属的流速和蒸发速率的额外信息。

[0044] 泵11用于降低封闭容器中的压力。为了防止器皿中液态金属氧化，在封闭容器中的空气能够移除，并完全或部分由惰性气体来替代。通过该操作，在用惰性气体替代之前首先部分地移除空气，随之降低压力，然后，调节和控制在封闭容器中的压力，以便控制液态金属到蒸发器设备的流速。

[0045] 供给管15从封闭容器9内的器皿10沿向上方向延伸至蒸发器设备5，且在供给管中设置了气体可透过的电磁泵16和阀17。气体可透过的电磁泵16和阀17布置在压力控制罩18内。压力控制罩18在操作过程中保持在低真空，这在很大程度上防止了从电磁泵16和从供给管15通过对流的热损失。为此，真空罩18设置有真空泵34和压力计35。

[0046] 在PVD处理开始时，蒸发器设备5通过供给管15而从器皿10提供有液态金属。在此

阶段,阀17关闭。重要的是在填充过程开始之前对所有部件进行彻底加热。压力控制罩18内的压力降低或者已经降低至在1-200mbar范围内的压力。由于气体可透过电磁泵的可透过性,供给管15中存在的空气或气体通过气体可透过电磁泵而驱除。该处理能够通过增加在封闭容器9内的压力、以便迫使液态金属进入供给管15来加速或辅助。还通过使得供给管气体可透过直到至少阀17,在供给管15中的全部或几乎全部空气或气体能够在阀17打开之前驱除。这样,防止了真空腔室中的真空压力受到影响。

[0047] 供给管15的、低于压力控制罩18的部分(也就是供给管的、在波纹管19中和封闭容器9内的部分)应当是气体不可透过。

[0048] 在PVD处理结束时,液态金属从蒸发器设备5中吸出,并返回容器9中的器皿10。为此,控制气体可透过的电磁泵16,以便迫使液态金属进入器皿10。一旦液态金属处于低于阀17的高度,该阀17就关闭,真空腔室不再与阀17下面的系统连接。压力控制罩18内的压力升高,且通过升高的压力,在压力控制罩中的空气或气体将很容易地通过气体可透过的电磁泵和气体可透过的供给管(只要设置)而吸入供给管中。由此,液态金属能够以控制方式从供给管中吸出,而不会引起在器皿10中的液态金属的任何飞溅或干扰。该处理能够通过降低在封闭容器9内的压力、以迫使液态金属进入液体容器来加速或辅助。不过应该注意到不会发生蒸发以及封闭容器因此污染。

[0049] 压力控制罩18通过波纹管19、20而与封闭容器9和真空腔室1连接。通过波纹管19、20而与封闭容器9和真空腔室1的外部连接,而不是与容器9和真空腔室1的内部空间连接。不过,由于在压力控制罩18中的低真空,在通过供给管15来供给至真空腔室1中的、不可避免的真空泄漏将小得多。

[0050] 电磁泵16设置有:永磁体21,用于产生磁场;以及电源,用于使得电流通过在电磁泵中的液态金属。由磁场和电流产生的洛伦兹力将在液态金属上施加力,该力用于控制液态金属的流速。只有液态金属与电磁泵的电极22接触并在永磁体21的磁场内,洛伦兹力才起作用。因此,当迫使液态金属向下时,液态金属的高度不能低于大约电极高度的液面高度。

[0051] 重要的是磁体21不会过热,因为这将导致磁场强度降低。因此,磁体21布置在压力控制罩18的外部,该压力控制罩18至少在磁体和它的磁场的位置处由非铁磁材料制成。

[0052] 液态金属上的向上力由压力差和柱高度给出:

[0053] $P3 - P1 - (X - Y) * \text{液体密度}$, 其中

[0054] $P3 = \text{封闭容器中的压力}$,

[0055] $P1 = \text{真空腔室中的压力}$,

[0056] $X = \text{液态金属的顶部液面高度}$, 它能够在蒸发器设备中或在供给管中的某处, 以及

[0057] $Y = \text{封闭容器中的器皿内的液态金属的液面高度}$ 。

[0058] 一旦蒸发器设备中的液态金属蒸发开始, 用于液态金属的驱动力为:

[0059] $P3 - P4 - (X - Y) * \text{液体密度}$, 其中

[0060] $P4$ 是蒸汽分配器6中的压力, 它将高于真空腔室中的压力。

[0061] 当电磁泵逆着液态金属的向上流动施加力时, 力由下式给出:

[0062] $P3 - P1 - (X - Y) * \text{液体密度} - B * I * C$, 其中:

[0063] B 是磁场, I 是通过液态金属的电流, C 是常数。一旦蒸发开始, 等式变为:

[0064] P3-P4- (X-Y)*液体密度-B*I*C.

[0065] 图2A表示了用于供给管15的电磁泵16的示意图,其中,电极22在相对侧抵靠电磁泵16的本体。电极22与电源23连接,在本例中,该电源是可变DC电源。在这种结构中,电极不与液态金属直接接触,这样的优点是电极将比与液态金属直接接触的电极持续更长时间。前提条件是气体可透过电磁泵的材料为导电,石墨电磁泵就是这种情况。另一优点是电流通过电磁泵的本体,因此,电磁泵能够通过电阻加热来加热。所述方法当然也通过气体可透过的电磁泵来工作,其中,电极与液态金属直接接触。

[0066] 磁体21的磁极与电极22垂直,在这种结构中,磁体21是通过轭铁(未示出)来连接的两个永磁体。代替永磁体,也可以使用电磁体,例如具有DC线圈的电磁体。通过改变经过线圈的电流,可以改变磁场。

[0067] 代替可变DC电源和DC线圈,也能够使用可变AC电源和用于电磁体的AC线圈。

[0068] 图2B表示了具有彼此相邻的供给管15和返回管24的结构,其中,电磁泵18、25分别用于供给管15和返回管24。用于供给管15和返回管24的磁场由相同永磁体21来提供。分开的可变DC电源23、26分别用于供给管15和返回管24,它们反向地与电极连接,这是因为洛伦兹力应当沿相反方向。供给管15和返回管24彼此热接触,但彼此电隔离。返回管中的流速与供给管中的流速相差蒸发速率,因此,通过返回管24的电流将大于通过供给管15的电流。

[0069] 图2C表示了一种结构,其中,供给管15和供给管24的电极22串联连接,这只需要一个电源23,其中相同的电流通过两个供给管。为了控制在各管中的流速,分别控制磁体21、36在各管15、24中的磁场。

[0070] 对于供给管15和返回管24,该供给管15的填充与只有供给管的结构相同。不过优选是,返回管24以与供给管相同的方式填充,以便防止返回管中直至返回管中的阀(该阀设置在气体可透过的电磁泵25和蒸发器设备5之间)的空气或气体在打开返回管中的阀时被吸入真空腔室中。返回管24的排出以与供给管15的排出相同的方式来完成,如对于只有供给管的结构所述。

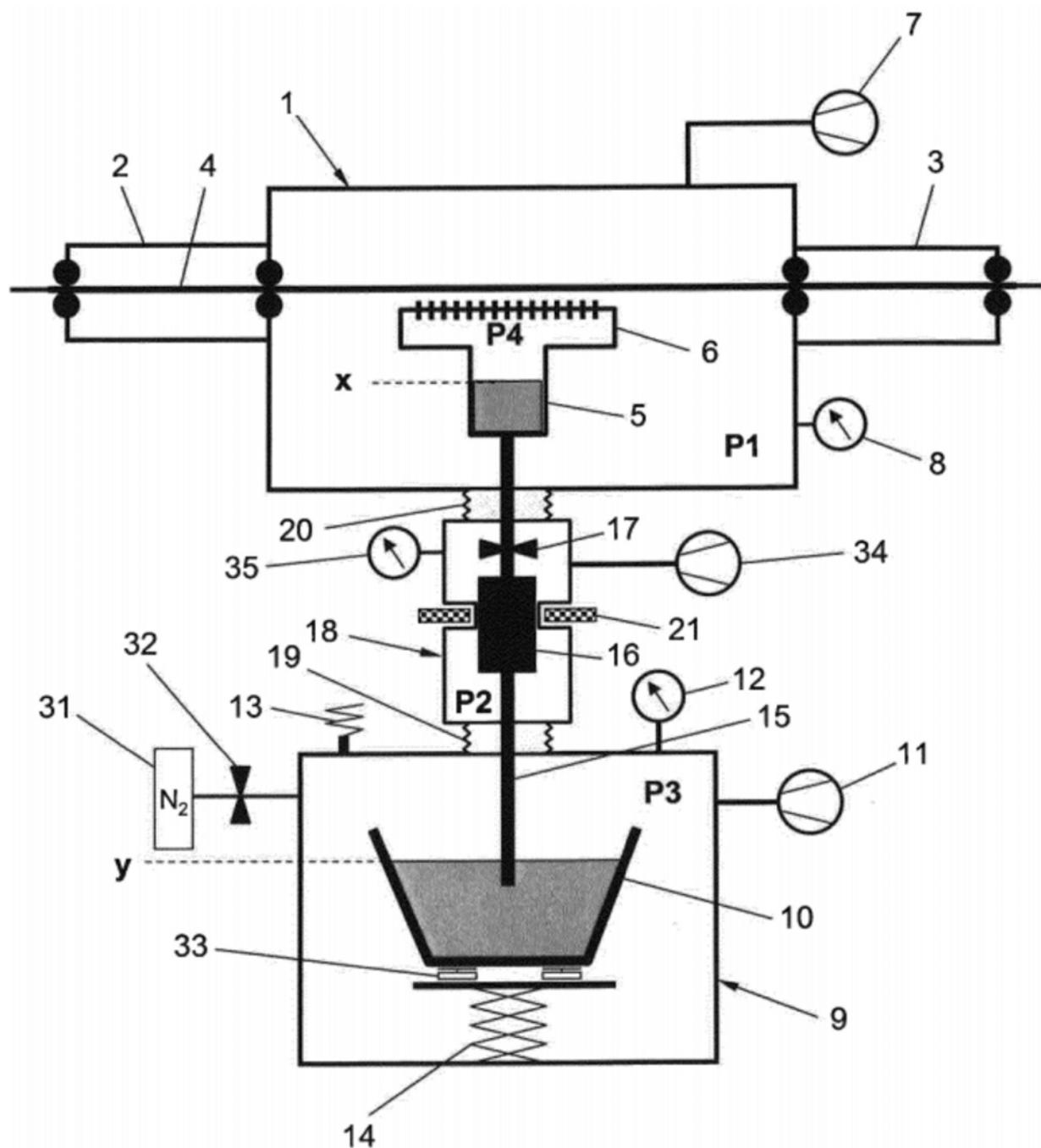


图1

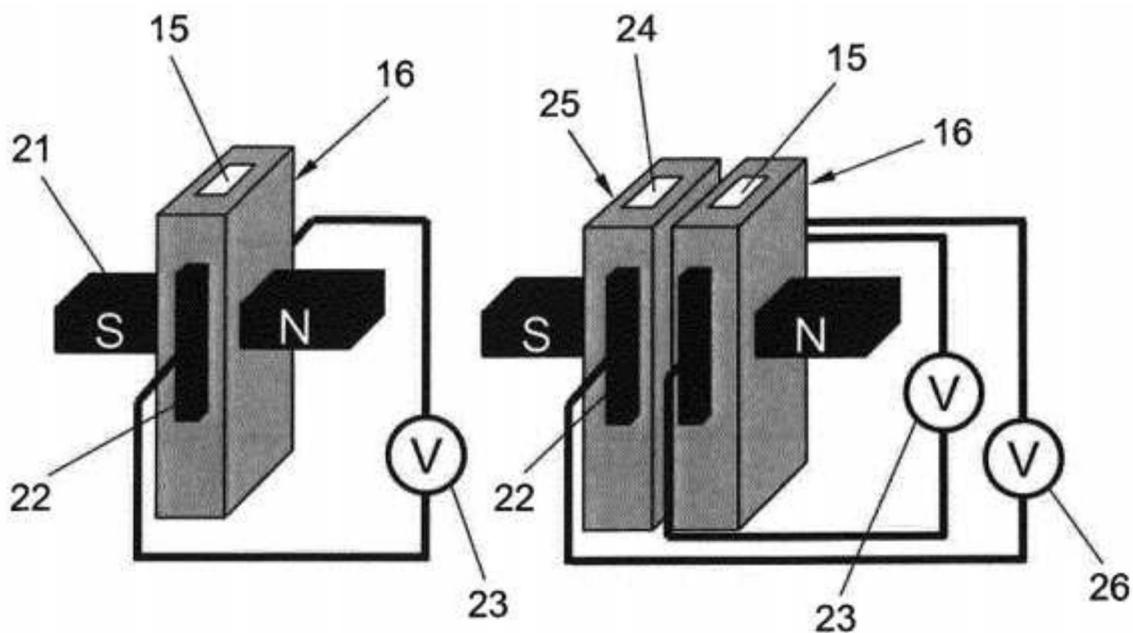


图 2A

图 2B

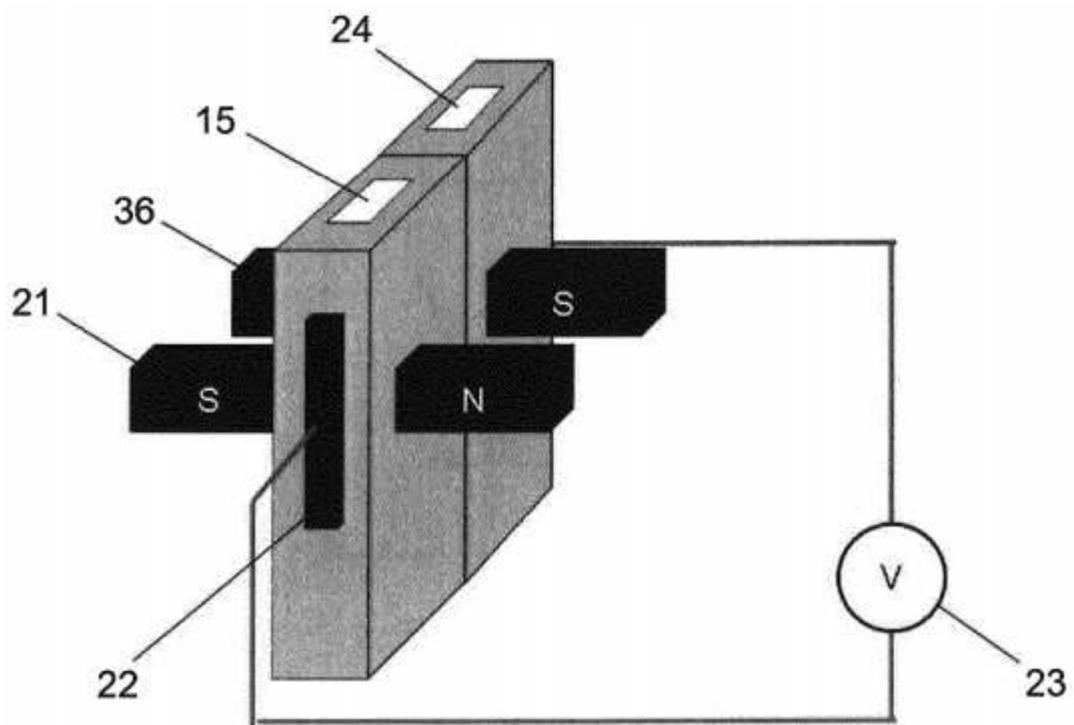


图 2C