



УКРАЇНА

(19) UA (11) 31056 (13) U  
(51) МПК (2006)  
B01J 8/04МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІОПИС  
ДО ПАТЕНТУ  
НА КОРИСНУ МОДЕЛЬвидається під  
відповідальність  
власника  
патенту

(54) ГЕНЕРАТОР АЕРОЗОЛЮ ХІМІЧНИХ РОЗЧИНІВ ДЛЯ ПІРОЛІЗУ ТОНКИХ ПЛІВОК

1

2

(21) u200712499

(22) 12.11.2007

(24) 25.03.2008

(46) 25.03.2008, Бюл.№ 6, 2008 рік

(72) ОРЛЕЦЬКИЙ ІВАН ГРИГОРОВИЧ, UA,  
ГОРЛЕЙ ПЕТРО МИКОЛАЙОВИЧ, UA, ТИМКІВ  
ОКСАНА МИХАЙЛІВНА, UA, МИКИТЮК ВАСИЛЬ  
ІВАНОВИЧ, UA(73) ОРЛЕЦЬКИЙ ІВАН ГРИГОРОВИЧ, UA,  
ГОРЛЕЙ ПЕТРО МИКОЛАЙОВИЧ, UA, ТИМКІВ  
ОКСАНА МИХАЙЛІВНА, UA, МИКИТЮК ВАСИЛЬ  
ІВАНОВИЧ, UA

(56)

(57) Генератор аерозолю хімічних розчинів для  
піролізу тонких плівок, що містить робочу камеру з

пульверизатором, під'єднаним до систем подачі газу-носія і розпилюваної рідини, та піролітичний реактор, який **відрізняється** тим, що пульверизатор виконаний у вигляді двох взаємно перпендикулярних сопел, встановлених із можливістю регулювання їх положення по горизонталі і вертикалі, причому вертикальне сопло під'єднане до системи подачі газу-носія під тиском, горизонтальне сопло під'єднане до системи подачі розпилюваної рідини, а піролітичний реактор виконаний у вигляді нагрівача із плоскою робочою поверхнею, розташованого на дні робочої камери.

Корисна модель відноситься до технології отримання аерозолів з хімічних розчинів і може бути використана для створення тонкоплівкових напівпровідникових структур, селективних покриттів сонячних енергоустановок.

Генератори аерозолю використовуються в галузях забезпечення пожежної безпеки, в сільському господарстві для обприскування хімічними речовинами рослин, для обезпилення повітря у житлових та промислових будівлях в якості туманоутворювачів. Дані групи приладів працюють за гідродинамічним способом утворення частинок аерозолю досить великих розмірів і відзначаються високою потужністю. Їх параметри є непридатними для застосування в якості генераторів дрібнодисперсного аерозолю (розмір часток близько 1мкм) при виконанні технологічних операцій з вирощування тонких плівок напівпровідників і діелектриків методом піролізу. Вищеназвані пристрої не задовольняють вимогам високої чистоти технологічного процесу, а їх конструктивні елементи не є стійкими до дії різноманітних агресивних хімічних речовин.

Найбільш близьким до запропонованого рішення є генератор аерозолів [патент США - US №005858313, МПК В01J008/04, А62С013/62, В05В005/00, А61М011/00, опубл. 12.01.1999р.], що містить робочу камеру з пульверизатором,

під'єднаним до систем подачі газу-носія і розпилюваної рідини, та піролітичний реактор. Робота генератора заснована на гідродинамічному розпиленні рідин, проходженні краплин крізь систему фільтрів, розташованих у робочій камері, і подаванні їх у піролітичний реактор. Піролітичний реактор розташований у додатковій робочій камері, яка з'єднана з основною камерою системою трубопроводів. Передбачено дві системи гідродинамічного розпорощування рідини. Швидкість потоку та густина аерозольних частинок рідини регулюється за допомогою вакуумної системи.

До недоліків указанного генератора аерозолю слід віднести наступні:

- значний шлях руху аерозольних частинок хімічних речовин до підкладки, на якій створюється плівка, що не забезпечує стабільності хімічного складу аерозолю, а це особливо є актуальним при вирощуванні матеріалів потрібних сполук напівпровідників;

- складність вибору пористих фільтрів і їх заміна;

- труднощі виготовлення різних за хімічним складом тонких плівок в одному технологічному процесі при створенні структур;

- складність регулювання й контролю дисперсності аерозольних частинок за допомогою

(13) U

(11) 31056

(19) UA

пористих фільтрів;

- невизначена стійкість до агресивних хімічних середовищ конструкції генератора аерозолі;

- велика кількість конструктивних елементів генератора аерозолі.

В основу запропонованого технічного рішення була поставлена задача підвищити стабільність хімічного складу аерозолі і динаміки руху розпиленних частинок на їх шляху від місця розпилення до осадження за рахунок забезпечення умов для протікання цього процесу в одному фізичному об'ємі, а також оптимізувати конструкцію генератора і зменшити кількість конструктивних елементів.

Поставлена задача вирішена тим, що в генераторі аерозолі, який містить робочу камеру із пульверизатором, під'єднаним до систем подачі газу-носія і розпилюваної рідини, та піролітичний реактор, згідно запропонованого рішення, пульверизатор виконаний у вигляді двох взаємно перпендикулярних сопел, встановлених із можливістю регулювання їх положення по горизонталі і вертикалі, причому вертикальне сопло під'єднане до системи подачі газу-носія під тиском, горизонтальне сопло під'єднане до системи подачі розпилюваної рідини, а піролітичний реактор виконаний у вигляді нагрівача із плоскою робочою поверхнею, розташованого на дні робочої камери.

Технічний результат полягає у забезпеченні стабільності хімічного складу аерозолі та підтриманні сталої динаміки руху частинок розпиленого аерозолі для піролізу, можливості регулювання дисперсності аерозольних частинок та швидкості їх потоку. Це досягається тим, що гідродинамічне розпорошування хімічних розчинів і процес піролізу відбувається у одному фізичному об'ємі, а регулювання і контроль дисперсності аерозольних частинок забезпечується за допомогою змінного взаємного розташування сопел подавання газу-носія і хімічного розчину.

Схематична будова запропонованого генератора приведена на Фіг.1 та Фіг.2.

Конструкція генератора аерозолі включає робочу камеру, яка складається із скляного ковпака 1, герметично розміщеного на металічній основі 2. У робочій камері розташований пульверизатор 3, що виконаний у вигляді двох взаємно перпендикулярних сопел 4, 5, встановлених із можливістю регулювання їх положення по горизонталі та вертикалі. Сопла 4, 5 закріплені на основі 6, яка за допомогою гвинтового з'єднання 7 сполучена з утримувачем 8. Основа 6 виконана у вигляді фторопластового диску. Горизонтальне скляне сопло 4 для подавання розпилюваної рідини закріплене за допомогою гвинта 9 на додатковому фторопластовому утримувачі 10, який, у свою чергу, кріпиться до основи 6 за допомогою різьбового з'єднання. Система подачі розпилюваної рідини виконана у вигляді фторопластової трубки 11, з'єднаної із соплом 4 фторопластовою муфтою 12. Трубка 11 кріпиться на утримувачі 10 за допомогою того ж різьбового з'єднання. Така конструкція дозволяє плавно

регулювати розміщення сопла 4 з метою вибору його оптимального положення. Вертикальне сопло 5 для подавання газу-носія виготовлене із скла і закріплене на основі 6 фторопластовим гвинтом 13. Така конструкція кріплення сопел 4, 5 дозволяє проводити чітке регулювання їх взаємного розміщення. Сопло 5 з'єднане із системою подачі газу-носія, яка виконана у вигляді фторопластової трубки 14, під'єднаної до сопла 5 за допомогою муфти 15 та увімкненої у газову магістраль 16. Утримувач 8 має зубцеподібний профіль, через який він входить у зчеплення із шестернею 17. Шкала 18 для контролю висоти розміщення пульверизатора над робочою поверхнею укріплена зверху над ковпаком 1 робочої камери. Піролітичний реактор розташований на основі 2 робочої камери і виконаний у вигляді електронагрівача 19 із плоскою робочою поверхнею 20. На основі 2 передбачено необхідні виступи для фіксації ковпака 1 та отвори для датчиків температури 21 робочої поверхні 20 електронагрівача 19, а також отвір 22 для введення інертних газів. Трубка 11 сполучена із магістраллю 23 із розчином хімічної речовини, яка в пульверизаторі 3 розпилюється в аерозоль.

Робота запропонованої установки полягає в наступному. Розчин для розпилення із магістралі 23 через трубку 11 подається в горизонтальне сопло 4 пульверизатора 3. До вертикального сопла 5 по трубці 14 із газової магістралі 16 подається під тиском балонний газ-носіє (азот, аргон) або за допомогою компресора повітря. Подавання робочого хімічного розчину і газу-носія у робочу камеру здійснюється за допомогою гнучких фторопластових трубок 11 та 14 відповідно. Необхідний тиск газу регулюється балонним редуктором за показами манометра або пристроями компресора. На виході із сопла 5 газ-носії створює розрідження атмосфери, завдяки чому в сопло 4 втягується попередньо приготовлений розчин. Попадаючи в потік газу розчин розпорошується і направляється в зону протікання піролітичної реакції - на нагріту нагрівачем 19 до відповідної температури робочою поверхню 20, на якій кріпиться підкладка для росту півки. Робоча поверхня електронагрівача 20 виготовлена з кремнієвого диску, що забезпечує достатню хімічну стійкість і стабільність температури при проведенні піролізу. Розмір розпорошених пульверизатором 3 краплинок розчину та якість їх розпилення можна регулювати конфігурацією взаємного налаштування сопел 4, 5 та їх висотою над підкладкою. Крок розташування зубців шестерні 17 і зубцеподібного профілю на утримувачі пульверизатора 8 дозволяє вибирати позицію пульверизатора 3 аерозолі у робочій камері з точністю 1мм. Відлік висоти проводиться за шкалою 18. Виконання із скла і фторопласту складових частин генератора аерозолі хімічних розчинів для піролізу забезпечує їх стійкість до хімічних речовин і уникнення забруднень технологічного процесу.

Розпорошені пульверизатором 3 краплинки розчину, потрапивши на нагріту поверхню підкладки під впливом температури зазнають

піролізу. В результаті цього процесу вивільнені атоми розчину вступають в хімічну реакцію між собою і утворюють тонку плівку напівпровідникового матеріалу. Якщо в хімічній реакції в якості газу-носія беруть участь атоми повітря, тоді на поверхні підкладки формуються оксидні плівки. Джерелом атомів сульфідних сполук є відповідні солі металів і тіомочевина  $(\text{NH}_2)_2\text{CS}$  у розчині.

При експериментальних випробуваннях розробленого генератора з використанням в якості газу-носія фільтрованого повітря методом розпилення розчинів на нагріту підкладку були отримані тонкі плівки оксидів металів  $\text{SnO}_2$ , леговані домішками Sb, F, Mn, Co, Ni, для застосування у пристроях спінтроники. Генератор аерозолів запропонований також для вирощування тонких плівок  $\text{In}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{CdO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , які мають широке застосування у конструкціях фотоелектричних перетворювачів енергії та газових сенсорів. Відзначається висока структурна досконалість плівок оксидів металів, отриманих за допомогою запропонованого генератора аерозолів.

Запропонований генератор аерозолів дозволяє отримувати плівки таких сполук, як  $\text{CdS}$ ,  $\text{In}_2\text{S}_3$ ,  $\text{CuInS}_2$ , при різних технологічних режимах із застосуванням газу-носія - азоту. Зміною молярного складу розчину і температури підкладок отримують плівкові сполуки різної товщини. Була створена структура, яка досить перспективна для сонячних перетворювачів. Захист від дії зовнішнього середовища робочого об'єму камери, де відбувається пульверизація і піроліз, дозволяє уникнути додаткових фазових включень, які мають місце при захопленні даними сполуками кисню з повітря, що значно впливає на їх вихідні характеристики.

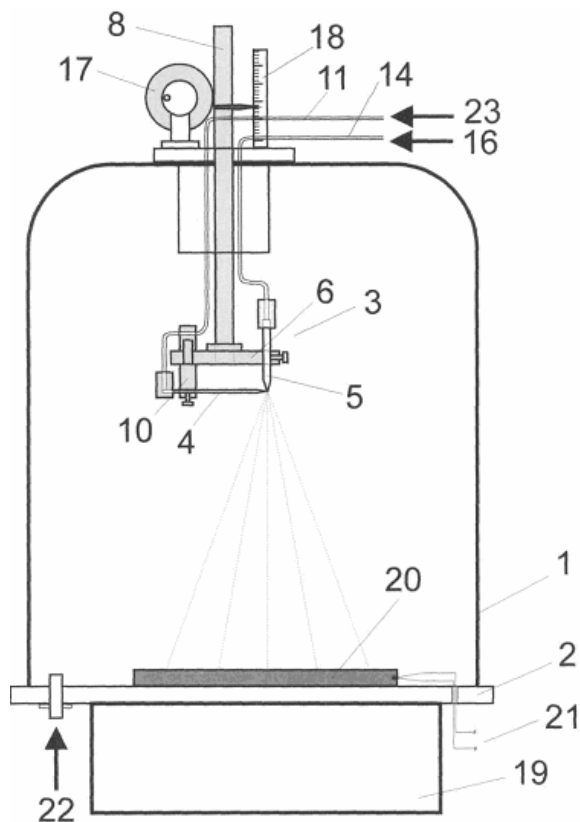
Аналіз проведених випробувань засвідчив переваги запропонованого генератора аерозолів в порівнянні з відомими:

- гідродинамічне розпоршування хімічних розчинів і процес піролізу відбувається у одному фізичному об'ємі;
- можливість виготовлення різних за хімічним складом тонких плівок напівпровідників і діелектриків в одному технологічному процесі при створенні структур;
- зручність регулювання і контролю дисперсності аерозольних частинок за допомогою розташування сопел подавання газу і хімічного розчину;
- можливість контролю швидкості потоку аерозольних частинок і віддалі генератора аерозолів до робочої поверхні, на якій відбувається піроліз;
- стійкість до агресивних хімічних середовищ конструкції генератора;
- захист від дії зовнішнього середовища робочого об'єму камери, де відбувається пульверизація і піроліз;
- нескладна відтворюваність конструкції генератора аерозолів і можливість адаптації до промислового використання;
- зручність очищення конструктивних

складових генератора аерозолів від залишків хімічних речовин.

Крім того, запропонований генератор аерозолів, при відносно простій конструкції з невеликою кількістю конструктивних елементів дозволяє при малих енерговитратах з використанням недорогих хімічних розчинів солей, ефективно отримувати структурно досконалі плівки сульфідів та оксидів металів із напівпровідниковими властивостями.

Робота виконана при частковій підтримці проекту УНТЦ №3098.



Фіг. 1

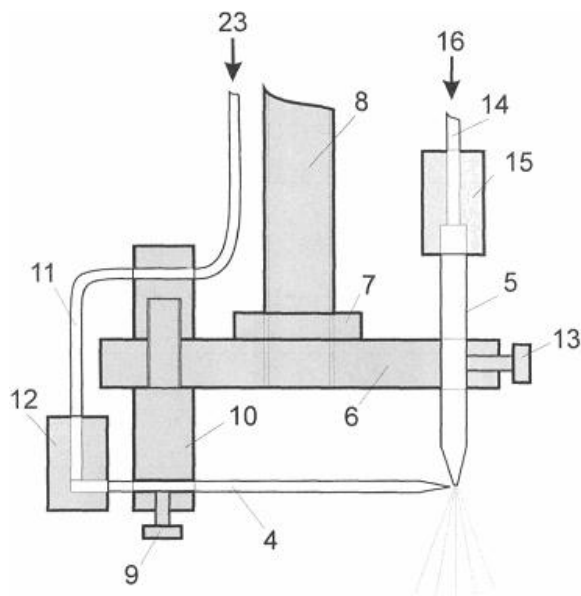


Fig. 2