



MINISTERIE VAN ECONOMISCHE ZAKEN

PUBLIKATIENUMMER : 1008338A5
INDIENINGSNUMMER : 09400433
Internat. klassif. : C23C H01J
Datum van verlening : 02 April 1996

De Minister van Economische Zaken,

Gelet op de wet van 28 Maart 1984 op de uitvindingsoctrooien
inzonderheid artikel 22;
Gelet op het Koninklijk Besluit van 2 December 1986, betreffende het aanvragen,
verlenen en in stand houden van uitvindingsoctrooien, inzonderheid artikel 28;

Gelet op het proces-verbaal opgesteld door de Dienst voor Industriële Eigendom op
28 April 1994 te 10u30

BESLUIT :

ARTIKEL 1.- Er wordt toegekend aan : COBRAIN N.V.
Kapeldreef 60, B-3001 LEUVEN-HEVERLEE (BELGIË)

vertegenwoordigd door : LAND Addick, OCTROOIBUREAU ARNOLD & SIEDSMA B.V.B.A.,
Hamoirlaan, 21a - B 1180 BRUSSEL.

een uitvindingsoctrooi voor de duur van 20 jaar, onder voorbehoud van de betaling van
de jaartaksen voor : MULTIFREQUENTE INDUCTIEVE WERKWIJZE EN INRICHTING VOOR HET
BEWERKEN VAN MATERIAAL.

UITVINDER(S) : Daviet Jean-François, avenue Beauregard 7, F-74960 Cran-Gevrier (FR)

ARTIKEL 2.- Dit octrooi is toegekend zonder voorafgaand onderzoek van zijn
octrooieerbaarheid, zonder waarborg voor zijn waarde of van de juistheid van
de beschrijving der uitvinding en op eigen risico van de aanvrager(s).

Brussel, 02 April 1996
BIJ SPECIALE MACHTIGING :

L. WILLEMS
ADVISEUR

MULTIFREQUENTE INDUCTIEVE WERKWIJZE EN INRICHTING
VOOR HET BEWERKEN VAN MATERIAAL

Chemical Vapour Deposition (CVD) wordt op grote
schaal in de industrie gebruikt voor het bij een temperatuur
van 800 °C of hoger laten neerslaan van lagen op een
5 substraat uit een bepaald materiaal of op een ander
voorwerp. Bij lagere temperatuur kan gebruik worden gemaakt
van Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition (PECVD).
Hierbij doet zich echter het probleem voor van gebrek aan
uniformiteit indien neerslag dient plaats te vinden op
10 voorwerpen met drie dimensies. PECVD wordt derhalve
hoofdzakelijk toegepast bij neerslag op vlakke substraten.
Voor uniformiteit bij lage temperatuur en hoge neerslag
wordt ook wel gebruik gemaakt van een zogeheten Distributed
Electronic Cyclotron Resonance Reactor (DECR). DECR-
15 apparatuur is voor industriële toepassingen echter complex
en kostbaar, terwijl ook de neerslagsnelheid nog te laag is
voor dergelijke industriële toepassingen.

De onderhavige uitvinding betreft een werkwijze en
inrichting, waarbij bij relatief lage temperatuur,
20 aanzienlijk onder 800 °C, op het voorwerp of op het
materiaal lagen kunnen worden neergeslagen, terwijl een hoge
neerslagsnelheid wordt bereikt, een excellente
neerslaguniformiteit ook in drie dimensies wordt bereikt, de
micro-structuur van de neergeslagen laag nauwkeurig kan
25 worden gestuurd, en/of elektrisch geleidende lagen kunnen
worden neergeslagen.

In het Amerikaans octrooischrift US-A-4388344 is
een werkwijze en inrichting beschreven, waarbij het
materiaal van een substraat wordt verwarmd door middel van
30 inductie bij relatief lage frequentie en waarbij een
elektrische stroom van relatief hoge frequentie wordt
gebruikt voor het verder bewerken van het materiaal. Bij

deze bekende werkwijze en inrichting is ook de uniformiteit van de neergeslagen laag in het bijzonder voorbeeld 3 voor wat betreft drie dimensies, beperkt en is het ook moeilijk de microstructuur van een neergeslagen laag nauwkeurig te 5 sturen.

Ook bij het Amerikaanse octrooischrift US-A-4.664.746 en de Japanse octrooipublicatie JP-A-62188783 laten snelheid en neerslaguniformiteit te wensen over.

De onderhavige uitvinding beoogt bovengenoemde 10 nadelen van de bekende werkwijze te ondervangen, en verschaft een werkwijze voor het bewerken van een substraat uit een bepaald materiaal, waarbij het materiaal wordt verwarmd door middel van inductie met een elektrische stroom van een relatief lage frequentie, waarbij een elektrische 15 stroom van relatief hoge frequentie wordt gebruikt voor het verder bewerken van het materiaal, en waarbij een instelspanning wordt aangelegd aan het substraat.

Voorts verschaft de onderhavige uitvinding een inrichting voor het bewerken van een substraat, waarbij de 20 inrichting omvat:

- een reactorkamer met een buitenwand, die ten minste gedeeltelijk vervaardigd is uit niet-elektrisch geleidend materiaal;
- opstellingsmiddelen voor het opstellen van het 25 substraat in de reactiekamer; en
- een elektrische geleider zowel voor het geleiden van een elektrische stroom van relatief lage frequentie voor inductieverwarming van het substraat als voor het geleiden van een elektrische stroom van relatief hoge frequentie voor 30 het verder bewerken van het materiaal daarvan.

Door de enkele elektrische geleider die dient zowel voor het geleiden van de elektrische stroom voor relatief lage frequentie als voor het geleiden van de elektrische stroom van relatieve hoge frequentie, wordt een 35 complexe en een veel minder complexe inrichting verkregen.

Volgen de oorspronkelijke stukken vanaf bladzijde 2 regel 15.

Op de elektromagnetische winding 2 is een eerste vermogensgenerator 6 van lage frequentie, dat wil zeggen met een frequentie kleiner of gelijk aan 10 kHz via twee filters 7 respectievelijk 8 aangesloten teneinde een inductieve verwarming van het voorwerp 0 via de winding 2 mogelijk te maken. Voorts is op de elektromagnetische winding een hoogfrequente bron of vermogensgenerator 9 voor het opwekken van een frequentie van 13,56 MHz of hoger, waarbij de frequenties dienen voor het opwekken van een plasma als noodzakelijk voor PECVD-bewerking van het voorwerp 0. De laagfrequente vermogensgenerator 6 kan bijvoorbeeld een vermogen leveren van ongeveer 20 kWatt terwijl de hoogfrequente vermogensgenerator bijvoorbeeld een instelbaar vermogen van ongeveer 5kWatt kan leveren. Het voorwerp 0 is aangesloten op een vermogensinstelgenerator 13 voor hoge frequentie, zodat geschikte werking voor de nauwkeurige besturing van ionenergie die op het oppervlak van het voorwerp invalt, kan optreden. De instelgenerator 13 kan in fase vergrendeld zijn met de hoogfrequente generator 9.

Een eerste voorgesteld voorbeeld van een werkwijze volgens de onderhavige uitvinding betreft het neerslaan van een kubische boron nitride film op een geleidend voorwerp, waartoe een gasmengsel uit N_2 met een stroomsnelheid van 90 sccm (standard cubic centimetre per minute), uit H_2 met een stroomsnelheid van 10 sccm, en uit WF_6 met een stroomsnelheid van 5 sccm in de reactorkamer 1 wordt gebracht bij een druk van 800 Pascal met een radiofrequent regelbaar vermogen bij 13,56 MHz dat door de generator 9 wordt geleverd, van ongeveer 100 Watt waardoor een vermogensdichtheid bij het voorwerp gerealiseerd wordt van 500 mW/cm^2 . De instelbron 13 is vereist voor bij het besturen instelspanning op het voorwerp te verschaffen, bijvoorbeeld een aantal honderden Volts. Met behulp van de laagfrequente vermogensgenerator 6 dient het voorwerp 0 in een temperatuurgebied van 200-500°C te worden gehouden, waartoe in de reactorkamer een (niet getoonde)

temperatuursensor is opgenomen die is gekoppeld met een (niet getoonde) besturing voor het vermogen van de laagfrequente generator 6.

Een tweede voorkeursuitvoeringsvorm van de
5 werkwijze volgens de onderhavige uitvinding betreft het neerslaan van diamant-achtige bekleding op een elektrisch geleidend voorwerp met een totale gasstroom van 80 sccm, hoofdzakelijk uit H₂, waarin 7 mol.% CO en 2,2 mol.% O₂ is opgenomen, bij een druk van 250 Pascal. De hoogfrequente
10 vermogensgenerator 9 levert bij dit proces bij een microgolffrequentie van 2,45 GHz een (regelbaar) vermogen van 80 Watt. De instelvermogensgenerator 13 wordt gebruikt voor het verschaffen van instelspanning voor het voorwerp. Bij voorkeur wordt de temperatuur bij dit proces in het
15 gebied van 400-750°C gehouden, door de nauwkeurige inductieve verwarming die wordt verzekerd door de laagfrequente vermogensgenerator 6. Bij deze uitvoeringsvorm wordt een van inductieve koppeling gebruikmakende reactor verschaft, waarbij de spanningen over het plasma laag zijn
20 en bij gevolg de ionen lage energie hebben.

De laagfrequente inductie wordt niet, maar in ieder geval in geringe mate beïnvloedt door het aanwezige plasma. De opgewekte hoogfrequente energie wordt, althans vrijwel volledig, geabsorbeerd door het plasma dat daaruit
25 resulteert.

De bovenbeschreven voorkeursuitvoeringsvormen van de onderhavige uitvinding verschaffen een groot aantal voordelen waarvan een aantal belangrijke de volgende zijn:

- de dichtheid van de plasma kan hoog zijn,
30 bijvoorbeeld tot aan 10¹² deeltjes per cm²;
- het drukgebied waarin gewerkt wordt kan zeer uitgestrekt zijn, bijvoorbeeld van 10⁻⁶ tot 1Torr;
- er wordt een hoge mate van driedimensionale homogeniteit in het plasma bereikt;
- 35 - het voorwerp of het substraat kan voorzien worden van een onafhankelijke instelspanning hetgeen de sturing van de microstructuur van de neergeslagen laag mogelijk maakt;

- door het variëren van de frequenties kan gemakkelijk schaalvergroting of vergroting van de neerslagsnelheid bereikt worden;

- sputtering van de wand wordt voorkomen vanwege
5 de uiterst lage ionenenergie hetgeen een schone technologie verzekert;

- het rendement van de verwarming kan groot zijn, daar weinig energieverlies voor de verwarming optreedt;

- de verwarming kan snel plaatsvinden daar het
10 voorwerp direct wordt verwarmd door zogenoemde eddy stromen zonder dat daarbij een grote mate van thermische traagheid optreedt;

- de temperatuurregeling van het voorwerp of het substraat kan gemakkelijk en nauwkeurig plaatsvinden;

15 - neerslag op de wand wordt vermeden, daar deze koud blijft en elektrische kortsluiting of afscherming van hoogfrequent vermogen wordt voorkomen;

- de opbouw van de inrichting kan compact worden gehouden, terwijl veel instelparameters zoals de
20 verschillende frequenties en temperaturen mogelijk zijn;

- naar verwachting zullen de kosten voor aanschaf laag kunnen zijn, het onderhoud gemakkelijk, de bediening uitblinken door een hoge mate van eenvoud en weinig storingsgevoelig zijn.

25 De gevraagde rechten worden geenszins beperkt door de hiervoor beschreven voorkeursuitvoeringsvormen daarvan; de gevraagde rechten worden allereerst bepaald door de strekking van de navolgende conclusies. In dat verband wordt in het bijzonder opgemerkt dat een niet-beperkend bedoelde
30 variatie ten opzichte van de uitvoeringsvormen betreft het met afzonderlijke spoelwikkelingen laten plaatsvinden van de overdracht van laagfrequent respectievelijk hoogfrequent elektromagnetisch vermogen, alsmede dat ook andere bewerkingen dan PECVD met de inrichting en werkwijze volgens
35 de onderhavige uitvinding mogelijk zijn.

Bijvoorbeeld zijn er een aantal veelbelovende metallurgische toepassingen, waarbij de multifrequente inductie kan worden toegepast om procesresultaten te verkrijgen buiten bereik van andere middelen.

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het bewerken van een substraat uit een bepaald materiaal, waarbij het materiaal wordt verwarmd door middel van inductie met een elektrische stroom van een relatief lage frequentie, waarbij een elektrische
5 stroom van relatief hoge frequentie wordt gebruikt voor het verder bewerken van het materiaal, en waarbij een instelspanning wordt aangelegd aan het substraat.

2. Werkwijze volgens conclusie 1, waarbij de relatief hoge frequentie in staat is voor opwekking van een
10 plasma uit aangevoerd gas zorg te dragen, en waarbij de bewerking PECVD is.

3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, waarbij het voorwerp een elektrisch geleidend voorwerp, bijvoorbeeld uit metaal is.

15 4. Werkwijze volgens conclusie 1, 2 of 3, waarbij een gasmengsel uit N_2 nabij het voorwerp wordt gebracht.

5. Werkwijze volgens conclusie 1, 2 of 3, waarbij een gasmengsel omvattende H_2 , CO en O_2 in de reactor wordt gebracht.

20 6. Inrichting voor het bewerken van een substraat, waarbij de inrichting omvat:

- een reactorkamer met een buitenwand, die ten minste gedeeltelijk vervaardigd is uit niet-elektrisch geleidend materiaal;

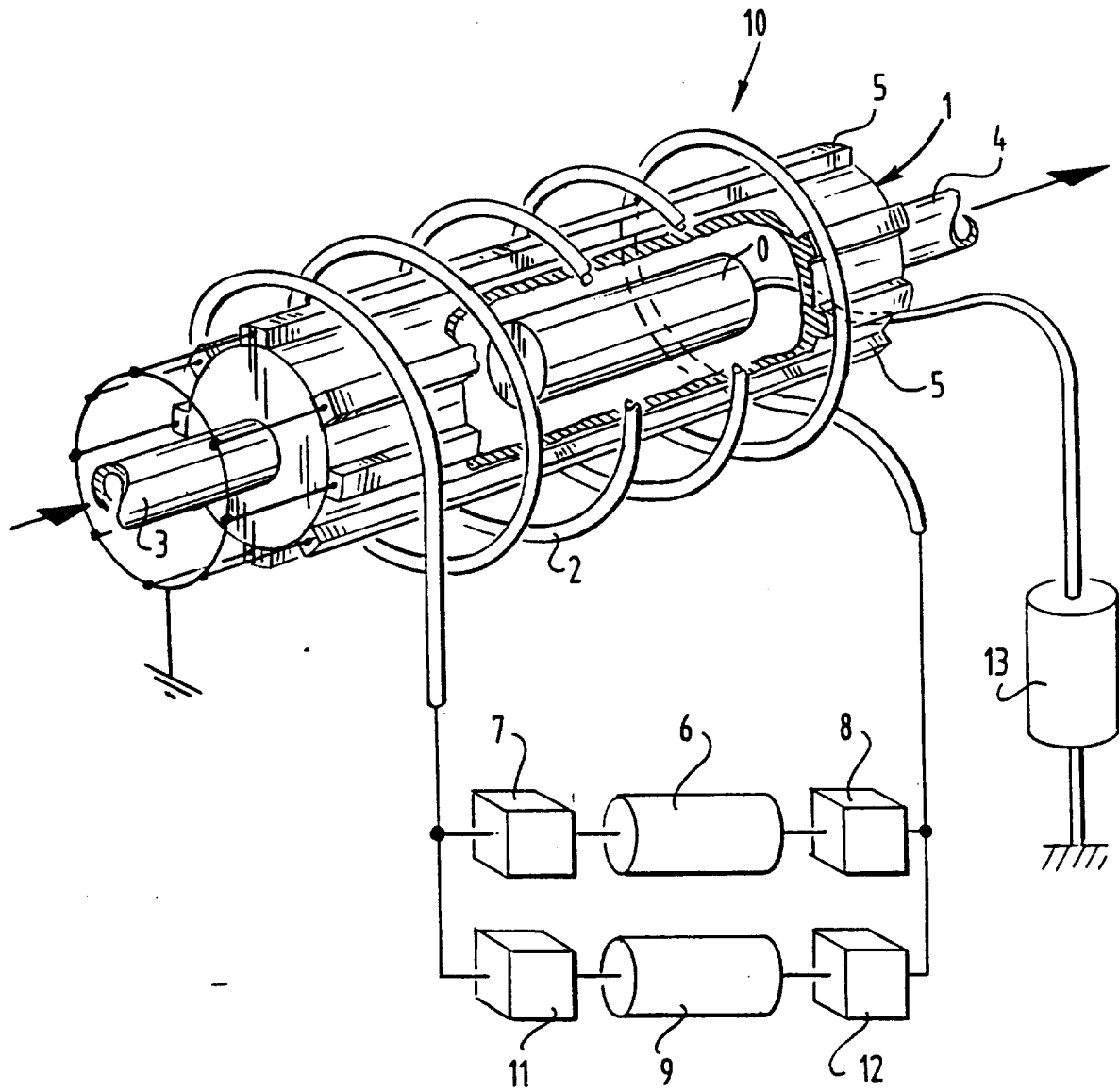
25 - opstellingsmiddelen voor het opstellen van het substraat in de reactiekamer; en

- een elektrische geleider zowel voor het geleiden van een elektrische stroom van relatief lage frequentie voor inductieverwarming van het substraat als voor het geleiden
30 van een elektrische stroom van relatief hoge frequentie voor het verder bewerken van het materiaal daarvan.

7. Inrichting volgens conclusie 6, waarbij de reactorkamer voorzien is van één of meer gasinvoeren en één of meer gasuitvoeren.

8. Inrichting volgens conclusie 6 of 7 waarbij 5 stroken uit elektrisch geleidend materiaal in of op de buitenwand zijn aangebracht.

9. Inrichting volgens één van de conclusies 6, 7 of 8, voorzien van een generator voor een instelspanning voor het aanleggen daarvan aan het in de reactiekamer op te stellen voorwerp.



SAMENWERKINGSVERDRAG INZAKE OCTROOIEN

Verslag betreffende het onderzoek van het internationale type
opgesteld krachtens artikel 21 § 9 van de Belgische wet op de
uitvindingsoctrooien van 28 maart 1984

IDENTIFIKATIE VAN DE NATIONALE AANVRAGE		KENMERK VAN DE AANVRAGER OF GEMACHTIGDE	
		H AL/RS/5 cobr	
Belgische nationale aanvraag nr. 9400433		Datum van indiening 28 april 1994	
		Ingeroepen voorrangsdatum	
Aanvrager (Naam) COBRAIN N.V.			
Datum van het verzoek voor een onderzoek van internationaal type 15 juni 1994		Door de Instantie voor Internationaal Onderzoek (ISA) aan het verzoek voor een onderzoek van internationaal type toegekend nr. SN 23683 BE	
I. CLASSIFICATIE VAN HET ONDERWERP (bij toepassing van verschillende classificaties, alle classificatiesymbolen opgeven)			
Volgens de internationale octrooiclassificatie (CIB) of terzelfdertijd volgens de nationale classificatie en de CIB Int.Cl. ⁵ : C 23 C 16/50, C 23 C 16/46, H 01 J 37/32			
II. ONDERZOCHE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK			
Onderzochte minimum documentatie			
Classificatiesysteem		Classificatiesymbolen	
Int.Cl. ⁵ :		C 23 C, H 01 J	
Onderzochte andere documentatie dan de minimum documentatie voor zover dergelijke documenten in de onderzochte gebieden zijn opgenomen			
III. <input type="checkbox"/> MEN IS VAN OORDEEL DAT BEPAALDE CONCLUSIES NIET HET ONDERWERP KONDEN UITMAKEN VAN EEN ONDERZOEK (Opmerkingen op aanvullingsblad)			
IV. <input type="checkbox"/> GEBREK AAN EENHEID VAN UITVINDING EN/OF VASTSTELLING BETREFFENDE DE OMVANG VAN HET ONDERZOEK (Opmerkingen op aanvullingsblad)			

VERSLAG VAN HET NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN
INTERNATIONAAL TYPE

Nummer van het verzoek om een nieuwheidsonderzoek
BE 9400433

A. CLASSIFICATIE VAN HET ONDERWERP
IPC 5 C23C16/50 C23C16/46 H01J37/32

Volgens de Internationale Classificatie van octrooien (IPC) of zowel volgens de nationale classificatie als volgens de IPC.

B. ONDERZOCHETE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK

Onderzochte minimum documentatie (classificatie gevolgd door classificatiesymbolen)
IPC 5 C23C H01J

Onderzochte andere documentatie dan de minimum documentatie, voor dergelijke documenten, voor zover dergelijke documenten in de onderzochte gebieden zijn opgenomen

Tijdens het internationaal nieuwheidsonderzoek geraadpleegde elektronische gegevensbestanden (naam van de gegevensbestanden en, waar uitvoerbaar, gebruikte trefwoorden)

C. VAN BELANG GEACHTE DOCUMENTEN

Categorie *	Geciteerde documenten, eventueel met aanduiding van speciaal van belang zijnde passages	Van belang voor conclusie nr.
X	US,A,4 388 344 (A.J. SHUSKUS) 14 Juni 1983 zie figuur 3 ---	1,2,6,7
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 8738, Derwent Publications Ltd., London, GB; Class G08, AN 87-268976 & JP,A,62 188 783 (SANYO ELECTRIC KK) 18 Augustus 1987	1-3
Y	zie samenvatting ---	6,7,9
	-/--	

Verdere documenten worden vermeld in het vervolg van vak C.

Leden van dezelfde octroofamilie zijn vermeld in een bijlage

* Speciale categorieën van aangehaalde documenten

"A" document dat de algemene stand van de techniek weergeeft, maar niet beschouwd wordt als zijnde van bijzonder belang

"E" eerder document, maar gepubliceerd op de datum van indiening of daarna

"L" document dat het beroep op een recht van voorrang aan twijfel onderhevig maakt of dat aangehaald wordt om de publicatiedatum van een andere aanhaling vast te stellen of om een andere reden zoals aangegeven

"O" document dat betrekking heeft op een mondelinge uiteenzetting, een gebruik, een tentoonstelling of een ander middel

"P" document gepubliceerd voor de datum van indiening maar na de ingeroepen datum van voorrang

"T" later document, gepubliceerd na de datum van indiening of datum van voorrang en niet in strijd met de aanvraag, maar aangehaald ter verduidelijking van het principe of de theorie die aan de uitvinding ten grondslag ligt

"X" document van bijzonder belang; de uitvinding waarvoor uitsluitende rechten worden aangevraagd kan niet als nieuw worden beschouwd of kan niet worden beschouwd op inventiviteit te berusten

"Y" document van bijzonder belang; de uitvinding waarvoor uitsluitende rechten worden aangevraagd kan niet worden beschouwd als inventief wanneer het document beschouwd wordt in combinatie met één of meerdere soortgelijke documenten, en deze combinatie voor een deskundige voor de hand ligt

"&" document dat deel uitmaakt van dezelfde octroofamilie

Datum waarop het nieuwheidsonderzoek van internationaal type werd voltooid

13 December 1994

Verzenddatum van het rapport van het nieuwheidsonderzoek van internationaal type

Naam en adres van de instantie

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,
Fax (+31-70) 340-3016

De bevoegde ambtenaar

Ekhult, H

VERSLAG VAN HET NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN
INTERNATIONAAL TYPE

Nummer van het verzoek om een nieuwheidsonderzoek
BE 9400433

C.(Vervolg). VAN BELANG GEACHTE DOCUMENTEN		
Categorie *	Geciteerde documenten, eventueel met aanduiding van speciaal van belang zijnde passages	Van belang voor conclusie nr.
X	JAPANESE JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, JULY 1969, JAPAN, VOL. 8, NR. 7, PAGE(S) 876 - 882, ISSN 0021-4922 Kuwano Y 'Some properties of silicon nitride films produced by radio frequency glow discharge reaction of silane and nitrogen' zie figuur 1 ---	6,7
Y	US,A,4 664 747 (A. SEKIGUCHI) 12 Mei 1987 zie kolom 3, regel 10 - regel 44	6,7,9
A	zie kolom 6, regel 63 - kolom 7, regel 27 ---	4
A	EP,A,0 457 076 (HITACHI LTD) 21 November 1991 zie voorbeeld 1 ---	5
A	US,A,2 793 140 (B. OSTROFSKY) 21 Mei 1957 zie kolom 4, regel 1 - regel 9 ---	8
A	THIN SOLID FILMS, 15 APRIL 1980, SWITZERLAND, VOL. 67, NR. 2, PAGE(S) 321 - 324, ISSN 0040-6090 Olcaytug F et al 'A low temperature process for the reactive formation of Si/sub 3/N/sub 4/ layers on InSb' zie figuur 1 ---	9
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 005, no. 086 (E-060) 5 Juni 1981 & JP,A,56 033 839 (HITACHI LTD) 4 April 1981 zie samenvatting -----	1-9

**VERSLAG VAN HET NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN
INTERNATIONAAL TYPE**

Informatie over leden van dezelfde octrooifamilie

Nummer van het verzoek om een nieuwheidsonderzoek
BE 9400433

In het rapport genoemd octrooigescrift	Datum van publicatie	Overeenkomend(e) geschrift(en)	Datum van publicatie
US-A-4388344	14-06-83	GEEN	
US-A-4664747	12-05-87	JP-B- 4071575 JP-A- 61222534	16-11-92 03-10-86
EP-A-0457076	21-11-91	JP-A- 4214094	05-08-92
US-A-2793140		GEEN	