

(19)



URZĄD
PATENTOWY
RZECZYPOSPOLITEJ
POLSKIEJ

(10) **PL 245773 B1**

(12)

Opis patentowy

(21) Numer zgłoszenia: **438867**

(22) Data zgłoszenia: **2021.09.02**

(43) Data publikacji o zgłoszeniu: **2023.03.06 BUP 10/2023**

(45) Data publikacji o udzieleniu patentu: **2024.10.14 WUP 42/2024**

(51) MKP:

H01L 21/02 (2006.01)

H01L 21/677 (2006.01)

H01L 31/00 (2006.01)

G01N 1/12 (2006.01)

G01N 1/10 (2006.01)

(73) Uprawniony z patentu:

**INSTYTUT FIZYKI POLSKIEJ AKADEMII NAUK,
Warszawa, PL**

(72) Twórca(-y) wynalazku:

ANDRZEJ MYCIELSKI, Warszawa, PL

MAREK ZUBRZYCKI, Warszawa, PL

DOMINIKA KOCHANOWSKA, Warszawa, PL

(54) Tytuł:

Manipulator do nanoszenia warstw na płytki podłożowe w urządzeniu MBE

PL 245773 B1

Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest manipulator do nanoszenia warstw na płytki podłożowe w urządzeniu MBE (ang. Molecular Beam Epitaxy). Manipulator ten umożliwia osadzanie różnego typu cienkich warstw na powierzchni obu stron podłożowych płytek półprzewodnikowych, w jednym procesie technologicznym, to znaczy bez potrzeby wyjmowania płytek z komory technologicznej na zewnątrz urządzenia czy też do komory przygotowawczej.

W komorach technologicznych znanych urządzeń MBE znajdują się na ogół platformy czy holdery (stoliki) do których przy pomocy kleju lub specjalnych metalowych zaczepów (łapek) mocuje się podłoża na których mają być nanoszone określone cienkie warstwy. Tak mocowane podłoża wsuwane są do komory technologicznej za pomocą różnego typu uchwytów, wysięgników, podajników czy też innych manipulatorów.

Na przykład z opisu zgłoszenia US504179A – General Electric Company, znany jest manipulator, który rozwiązuje problem przeciwdziałania zarastaniu wylotu komórki efuzyjnej, szczególnie tellurowej dla materiałów na bazie telluru. W rozwiązaniu tym komórka grzana jest dwoma grzejnikami; dolny utrzymuje temp. dla właściwego parowania materiału, górny natomiast (przy wylocie komórki) daje wyższą temperaturę nie pozwalając na kondensację materiału przy wylocie z komórki (tzw. hot lip).

Ze zgłoszenia JPS61170569A – Hitachi Ltd., znany jest z kolei sposób mocowania i przesuwania płytki podłożowej wewnątrz urządzenia MBE za pomocą specjalnych uchwytów (rodzaj manipulatora), wykonanych z tego samego materiału co płytka, co z kolei zapobiega wprowadzaniu zanieczyszczeń do osadzanych warstw.

W przypadku, kiedy zachodzi potrzeba nanoszenia warstw z obu stron podłoża, to po osadzeniu warstwy z jednej strony proces przerywa się, a następnie po zapowietrzeniu komory MBE (zlikwidowaniu próżni w komorze) wyjmuje się podłoża z komory technologicznej, odwraca się na drugą stronę (obróć o 180°) i ponownie umieszcza się w komorze technologicznej urządzenia MBE. Następnie, po wtórnie odpompowuje się urządzenie, aby uzyskać wysoką próżnię, po czym prowadzi się osadzanie warstwy na drugiej stronie podłoża. Ponieważ uzyskanie żądanej próżni lepszej od $1,33 \times 10^{-4}$ Pa w komorze MBE zajmuje co najmniej 24 h, to uzyskanie na obu stronach płytki warstw, zwłaszcza warstw amorficznych zajmuje co najmniej 4 dni.

Dwustronne osadzanie warstw na podłożowych płytkach detektorowych jest szczególnie istotne w procesie wytwarzania detektorów półprzewodnikowych promieniowania X i gamma, zwłaszcza w aspekcie uzyskiwania dobrych kontaktów elektrycznych.

Używane do wytwarzania detektorów tego typu półprzewodniki to przede wszystkim CdTe i (Cd,Zn)Te, ale ostatnio również (Cd,Zn)(Te,Se) i (Cd,Mn)Te. Kryształ z którego wycinana jest podłożowa płytka detektorowa musi mieć własności półizolujące, to znaczy mieć oporność w granicach 1×10^9 – $5 \times 10^{10} \Omega\text{cm}$. Tak wysokie oporności uzyskuje się przez odpowiednie prowadzenie procesów technologicznych i specjalne kompensujące domieszkowanie, neutralizujące elektrycznie aktywne reszkowe domieszki rodzime. Powszechnie używanym procesem w wielu laboratoriach na świecie jest nanoszenie warstwy złota (Au) lub platyny (Pt) na odpowiednio przygotowaną powierzchnię płytki podłożowej. Istnieje bogata literatura dotycząca tego tematu, ale opisywane rezultaty nie są powtarzalne i zadowalające. Przyczyną niepowodzeń jest łączenie powierzchni półizolującego półprzewodnika (o relatywnie dużej pracy wyjścia) z metalem. W rezultacie czego powstają kontaktowe różnice potencjałów, uniemożliwiające wykonanie dobrych kontaktów omowych. Gromadzące się ładunki elektryczne na takich kontaktach elektrycznych zaburzają pracę płytki detektorowej a tym samym niekorzystnie wpływają na stopień wykrywania promieniowania X i gamma.

Poprawienie sprawności detektora uzyskano dzięki oddzieleniu powierzchni półprzewodnika i nakładanego na niego metalu cienką warstwą amorficznego (nanokrystalicznego) odpowiednio domieszkowanego półprzewodnika, jak opisano w patencie PL 218056. Amorficzna warstwa półprzewodnika z jednej strony oddala półizolator od metalu, ale jednocześnie wprowadza pomiędzy omawiane obiekty dużą gęstość różnych energetycznych poziomów zamorfizowanego półprzewodnika użytego w warstwie.

W prowadzonych pracach, dla podłoży z płytek detektorowych z (Cd,Mn)Te stosuje się warstwy amorficzne z ZnTe wysoko domieszkowanego antymonem (Sb) na koncentracje ok $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$. Nanoszenie amorficznej warstwy w temperaturze pokojowej odbywa się w komorze urządzenia MBE przy próżni co najmniej $1,33 \times 10^{-4}$ Pa. Materiał źródłowy umieszczony jest w komórkach efuzyjnych zaopatrzonych w shuttery (otwierane lub zamykane przesłony) umieszczone w dolnej części urządzenia.

Jedna komórka wypełniona jest sproszkowanym czystym ZnTe i pracuje w temperaturze ok. 600°C, a druga komórka jest wypełniona granulami czystego antymonu i pracuje w temperaturze ok. 400°C. Około 30 cm powyżej komórek efuzyjnych umieszczana jest płytka detektorowa. W czasie procesu warstwa amorficzna osadzana jest na dolnej powierzchni (płaszczyźnie) płytki podłożowej (na powierzchni patrzącej na komórki efuzyjne).

Celem wynalazku jest opracowanie manipulatora, możliwego do zastosowania w urządzeniu MBE, który znacznie skróci proces osadzania, umożliwi nanoszenie warstw, zwłaszcza warstw amorficznych po obu stronach płytki podłożowej, warstw o tej samej jakości ponieważ warstwy te osadzane będą w identycznych warunkach.

Manipulator według wynalazku posiada część mocującą płytki w postaci umieszczonej na jednym drążku manipulacyjnym ramki, część zabezpieczającą w postaci umieszczonej na drugim drążku manipulacyjnym przesłony oraz flanszę/tarczę, w której osadzone są umieszczone w próżnioszczelnym przepustach te dwa drążki. Przy czym ramka od strony połączenia z drążkiem posiada na stałe przymocowany do niej element pozycjonujący położenie płytek podłożowych z jednej strony oraz połączony suwliwie z ramką drugi element z wkrętami umieszczonymi w wycięciach ramki, stabilizujący położenie płytek podłożowych z drugiej strony. Natomiast drugi drążek manipulacyjny osadzony jest w flanszy/tarczy nieco poniżej poziomu osadzenia drążka pierwszego i w odległości nieco większej niż połowa szerokości ramki.

Korzystnie jest jeżeli elementy pozycjonujące położenie płytki podłożowej w ramce pokryte są miękką warstwą filcu polerskiego.

Próżnioszczelne przepusty manipulatora posiadają korpus z jednej strony połączony trwale z flanszą/tarczą a z drugiej strony zamknięty nakrętką dociskającą. Natomiast wewnątrz korpusu drążki manipulacyjne otaczają podwójne gumowe uszczelki i metalowe, mosiężne pierścienie o średnicy nieco większej niż średnice drążków manipulacyjnych.

Manipulator według wynalazku znacznie skraca czas pracy urządzenia MBE, ponieważ wyeliminowany jest proces dochodzenia do odpowiedniej próżni w urządzeniu a przez to skrócony proces osadzania warstw na płytkach podłożowych. Umożliwia także nanoszenie po obu stronach płytek podłożowych warstw zwłaszcza warstw amorficznych o tej samej jakości ponieważ warstwy te osadzane są w identycznych warunkach.

Wynalazek zostanie bliżej objaśniony na przykładzie wykonania pokazanym na rysunku. Fig. 1 rysunku pokazuje widok manipulatora. Fig. 2 przedstawia próżnioszczelny przepust manipulatora. Fot. 1 pokazuje osadzenie drążków manipulacyjnych w flanszy/tarczy przytwierdzonej do komory technologicznej urządzenia MBE.

Manipulator według wynalazku składa się z części mocującej płytki podłożowej w postaci umieszczonej na drążku manipulacyjnym 1 ramki 2, z umieszczonej na drążku manipulacyjnym 3 przesłony 4 oraz z flanszy/tarczy 5, w której osadzone są drążki manipulacyjne 1 i 3. Ramka 2 od strony połączenia z drążkiem 1 posiada na stałe przymocowany do niej element 6 pozycjonujący położenie płytek detektorowych 7 z jednej strony oraz połączony suwliwie z ramką 2 element 8 z wkrętami 9 umieszczonymi w wycięciach 10, stabilizujący położenie płytek detektorowych 7 z drugiej strony. Zamocowana na drążku 3 przesłona 4 znajduje się w pobliżu ramki 2, w takiej odległości aby po odpowiednim ustawieniu drążka 3 przesłaniała od dołu płytki 7 umieszczone na ramce 2. Obydwa drążki 1 i 3 zamocowane są w flanszy/tarczy 5 w próżnioszczelnym przepustach składających się z korpusu 11 i nakrętki 12 umożliwiających ich obrót po przytwierdzeniu flanszy/tarczy 5 do urządzenia MBE. Odległość pomiędzy umieszczonymi w przepustach drążkami 1, 3, zamocowanymi w flanszy/tarczy 5 jest nieco większa niż połowa szerokości ramki 2. Odległość ta jest tak dopasowana aby przesłona 4 w jednym położeniu zasłaniała od spodu umieszczone na ramce 2 pomiędzy elementami 6 i 8 płytki detektorowe 7. Natomiast w drugim położeniu, po przekręceniu drążka 3 o 180° aby całkowicie odsłaniała powierzchnię płytek detektorowych. W rozwiązaniu tym drążek manipulacyjny 3 osadzony jest w flanszy/tarczy 5 nieco poniżej poziomu osadzenia drążka 1 (Fot.).

Wewnątrz korpusu próżnioszczelnego przepustu 11 znajdują się podwójne gumowe uszczelki (o-ringi) 13 oraz mosiężne pierścienie 15, uszczelniające drążki 1 i 3 i umożliwiające ich obrót bez psucia próżni w komorze MBE. Dla ułatwienia obracania drążkami z zewnątrz ich końce zaopatrzone są w poprzeczne występy 14, które nie tylko ułatwiają obrót, ale jednocześnie wskazują płaszczyznę położenia ramki 2 z płytkami podłożowymi 7 i położenie przesłony 4 znajdujących się wewnątrz komory technologicznej.

Przykładowa ramka 2 umożliwia przytrzymanie płytki podłożowej o wymiarach nawet $60 \times 60 \text{ mm}^2$ lub jednocześnie dwóch płytek o wymiarach $30 \times 30 \text{ mm}^2$ bądź jak pokazano na Fig. 1 rysunku trzech płytek o wymiarach $20 \times 20 \text{ mm}^2$. Położenie płytek ustalane jest za pomocą elementu 6 związanego trwale z jednym boki ramki 2 i przy pomocy elementu 8 w postaci przesuwnej listwy. Oba elementy 6 i 8, w przykładowym rozwiązaniu pokryte są paskami polerskiego filcu (polishing cloths) firmy Logitech Ltd, który umożliwia trzymanie płytki (płytek) bez zasłaniania ich brzegów. Paski filcu przymocowane są do elementów 6 i 8 za pomocą kleju. Płytką jest więc ściskana z dwóch przeciwległych stron poprzez warstwę filcu, co zapewnia skuteczne i bezpieczne jej trzymanie. W innym rozwiązaniu elementy 6 i 8 pokryto warstwą gumy. Jak wspomniano ramka 2 na drążku 1 może być obracana z zewnątrz komory urządzenia MBE, umożliwiając w ten sposób nanoszenie warstwy amorficznej na obu stronach płytek podłożowych bez konieczności wyjmowania manipulatora z urządzenia.

Przed włożeniem manipulatora do urządzenia MBE, przy pomocy dwóch śrubek najpierw do ramki 2 mocuje się pomocniczą blaszaną płytkę i na niej kładzie się płytki detektorowe. Po dokładnym ustawieniu i zamocowaniu płytek podłożowych w elementach 6 i 8 blaszana płytka jest odczepiana od ramki 2 pozostawiając dolną powierzchnię płytek 7 odsłoniętą (na tej powierzchni będzie osadzana warstwa amorficzna). W przykładowym procesie, warstwy amorficzne nanoszono na obie strony detektorowej płytki z (Cd,Mn)Te. Płytki były prostokątne, (jeśli nie są prostokątne to długości jej prawego i lewego boku nie powinny się różnić o więcej niż 2–3 mm. Jeśli chcemy umieścić więcej niż jedną płytkę, prostokątność płytek jest wymagana i wymiary płytek nie powinny się różnić więcej niż o $\pm 0,2 \text{ mm}$, w przeciwnym razie próbki mogą wypaść z pokrytych filcem elementów trzymających. Powierzchnia płytek powinna być czysta i odpowiednio chemicznie przygotowana. Zwykle po mechanicznym szlifowaniu i polerowaniu jest ona polerowana w roztworze bromu w metanolu – najpierw bardziej stężonym 2–5%, a potem słabym 0,1%. Tak przygotowane i zamocowane w manipulatorze płytki wprowadzamy do komory MBE i za pomocą flanszy/tarczy 5 mocujemy manipulator do komory urządzenia MBE. Rozpoczynamy pompowanie komory i za pomocą zamocowanej na drążku 3 przesłony 4 zasłaniamy dolną powierzchnię płytek 7 w czasie rozgrzewania komórek efuzyjnych do właściwej temperatury ich pracy. Czas rozgrzewania i stabilizacji temperatury komórek efuzyjnych nie przekracza 1 godziny. W zależności wymaganej grubości warstwy amorficznej ($0,5\text{--}1 \mu\text{m}$), jednostronny proces nanoszenia warstwy trwa odpowiednio od 0,5 do 1 godziny.

Następnego dnia, po uzyskaniu próżni $\sim 1,33 \times 10^{-4} \text{ Pa}$ możemy przeprowadzić proces nanoszenia warstw amorficznych. Po rozgrzaniu komórek efuzyjnych: dla ZnTe do $\sim 600^\circ\text{C}$ i dla Sb do $\sim 400^\circ\text{C}$ otwieramy shuttery komórek i odsłaniamy dolną powierzchnię płytek 7. Po określonym czasie; 0,5 h dla warstwy o grubości $\sim 0,5 \mu\text{m}$ lub po 1 h dla warstwy o grubości $\sim 1 \mu\text{m}$ zasłaniamy shuttery komórek efuzyjnych. Obracamy ramkę 2 płytkami 7 za pomocą zewnętrznej części drążka 1 i powtórnie zasłaniamy płytki przesłoną 4 na drążku 3 manipulatora. Powtórnie odsłaniamy przesłony komórek efuzyjnych, a po uzyskaniu właściwych parametrów osadzania, odsłaniamy przesłony 4 za pomocą zewnętrznej części drążka 3 manipulatora i prowadzimy nanoszenie warstwy amorficznej na drugiej stronie płytki. Po zakończeniu procesu, zamykamy przesłony komórek efuzyjnych, które będziemy wychładzać i przesłoną 4 zasłaniamy powierzchnię płytek 7. Po schłodzeniu komórek efuzyjnych zatrzymujemy pompowanie, zapowietrzamy komorę i wyjmujemy manipulator z płytkami z komory urządzenia MBE. Przewidziana, odpowiednia metalizacja kontaktów powinna być prowadzona bezpośrednio po osadzeniu warstwy amorficznej, by nie powstawały szkodliwe tlenki i zabrudzenia na powierzchni płytek detekcyjnych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Manipulator do nanoszenia warstw na płytki podłożowe w urządzeniu MBE **znamienny tym**, że posiada część mocującą, płytki w postaci umieszczonej na jednym drążku manipulacyjnym (1) ramki (2), część zabezpieczającą w postaci umieszczonej na drugim drążku manipulacyjnym (3) przesłony (4) oraz flanszę/tarczę (5), w której osadzone są umieszczone w próżnoscizelnych przepustach dwa drążki (1) i (3); przy czym ramka (2) od strony połączenia z drążkiem (1) posiada na stałe przymocowany do niej element (6) pozycjonujący położenie płytek podłożowych (7) z jednej strony oraz połączony suwliwie z ramką (2) drugi element (8) z wkrętami (9) umieszczonymi w wycięciach (10) ramki, stabilizujący położenie płytek (7) z drugiej

- strony, natomiast drugi drążek manipulacyjny (3) osadzony jest w flanszy/tarczy (5) nieco poniżej poziomu osadzenia pierwszego drążka (1) i w odległości nieco większej niż połowa szerokości ramki (2).
2. Manipulator według zastrz. 1, **znamienny tym**, że elementy (6) i (8) pozycjonujące położenie płytki (7) w ramce (2) pokryte są miękką warstwą, filcu polerskiego lub gumy.
 3. Manipulator według zastrz. 1, **znamienny tym**, że próżnioszczelne przepusty mają korpus (11) z jednej strony połączony trwale z flanszą/tarczą (5) a z drugiej strony zamknięty nakrętką dociskającą (12), natomiast wewnątrz korpusu drążki manipulacyjne (1) i (3) otaczają podwójne gumowe uszczelki (13) i metalowe, mosiężne pierścienie (15) o średnicy nieco większej niż średnice drążków manipulacyjnych.

Rysunki

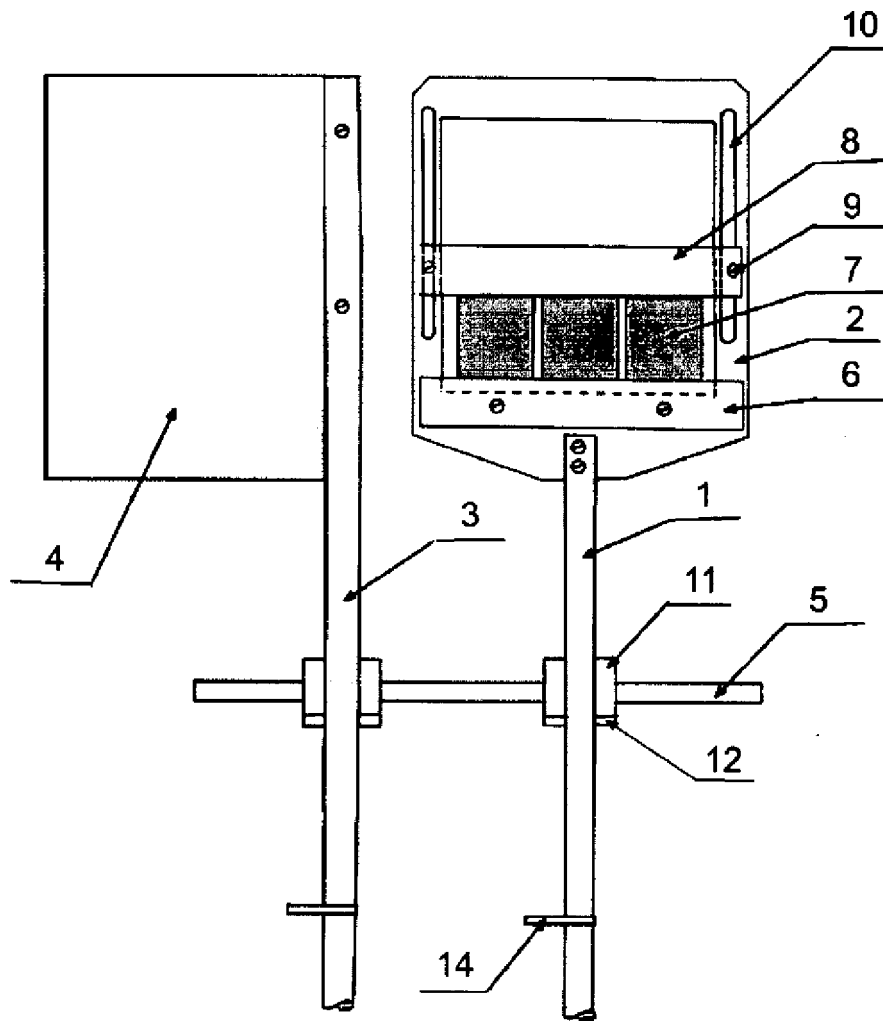


Fig. 1

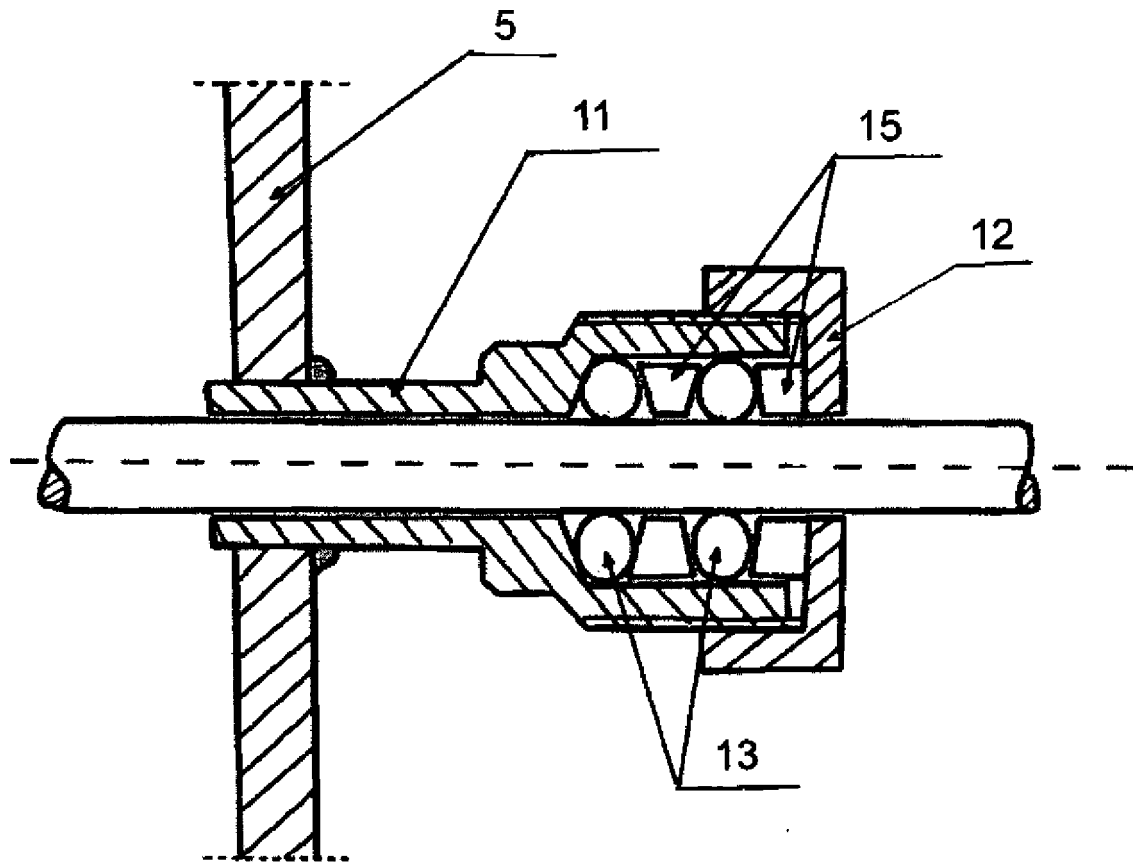


Fig. 2

