PCT ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE
Bureau international

DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIEE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

(51) Classification internationale des brevets[4] : C23C 8/36, 16/50, H01J 37/32

A1

(11) Numéro de publication internationale: WO 87/ 01738

(43) Date de publication internationale: 26 mars 1987 (26.03.87)

(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR86/00322

(22) Date de dépôt international: 23 septembre 1986 (23.09.86)

(31) Numéro de la demande prioritaire: 85/14138

(32) Date de priorité: 24 septembre 1985 (24.09.85)

(33) Pays de priorité: FR

(71) Déposant *(pour tous les Etats désignés sauf US):* CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE (C.N.R.S.) [FR/FR]; 15, quai Anatole France, F-75007 Paris (FR).

(72) Inventeur; et
(75) Inventeur/Déposant *(US seulement) :* VANDENBULCKE, Lionel, Gérard [FR/FR]; 131bis, rue Demay, F-45650 Saint Jean Le Blanc (FR).

(74) Mandataires: POLUS, Camille etc.; Cabinet Lavoix, 2, place d'Estienne d'Orves, F-75441 Paris Cédex 09 (FR).

(81) Etats désignés: AT (brevet européen), BE (brevet européen), CH (brevet européen), DE (brevet européen), FR (brevet européen), GB (brevet européen), IT (brevet européen), JP, LU (brevet européen), NL (brevet européen), SE (brevet européen), US.

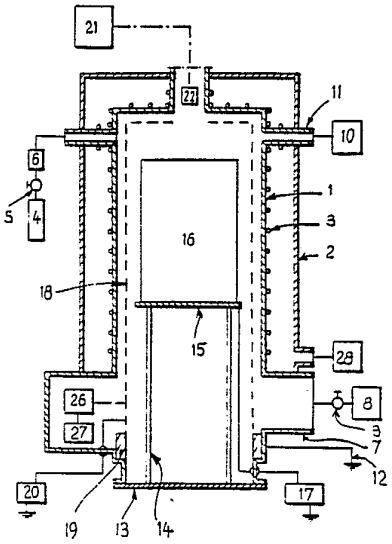
Publiée
Avec rapport de recherche internationale.
Avant l'expiration du délai prévu pour la modification des revendications, sera republiée si de telles modifications sont reçues.

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR CHEMICAL TREATMENT, PARTICULARLY THERMOCHEMICAL TREATMENT AND CHEMICAL DEPOSITION IN A LARGE VOLUME HOMOGENEOUS PLASMA

(54) Titre: PROCEDE ET DISPOSITIF DE TRAITEMENT CHIMIQUE, NOTAMMENT DE TRAITEMENT THERMOCHIMIQUE ET DE DEPOT CHIMIQUE DANS UN PLASMA HOMOGENE DE GRAND VOLUME

(57) Abstract

The disclosed method for the chemical treatment, particularly thermochemical treatment of chemical deposition in an homogeneous plasma on substrates arranged on one or a plurality of substrate holders (15) is characterized by the simultaneous association of a plasma at very low pressure comprised between 1.33 and 0.00133 Pa and an independent heating (3), the plasma being obtained by excitation of a reactant gaseous medium by means of a thermo-emissive filament or hyperfrequency waves (21, 22), and maintained inside a housing (1) by a magnetic containment (18), the independent heating (3) being such that it makes it possible to bring a portion of the housing content to a temperature at the most equal to about 550°C, the proportion of calories brought by the plasma alone to the heating of the substrates being negligible.



(57) Abrégé

Ce procédé de traitement chimique, notamment de traitement thermochimique ou de dépôt chimique sous plasma, sur des substrats disposés sur un ou plusieurs porte-substrats (15) est caractérisé par l'association simultanée d'un plasma à très basse pression, comprise entre 1,33 et 0,00133 Pa et d'un chauffage indépendant (3), le plasma étant obtenu par l'excitation d'un milieu gazeux réactif à l'aide d'un filament thermoémissif ou d'ondes hyperfréquences (21, 22), et maintenu à l'intérieur d'une enceinte (1) par un confinement magnétique (18), le chauffage indépendant (3) étant tel qu'il permette de porter une partie du contenu de l'enceinte à une température au plus égale à environ 550°C, la proportion des calories apportées par le seul plasma au chauffage des substrats étant négligeable.

UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	**GA**	Gabon	**MR**	Mauritanie
AU	Australie	**GB**	Royaume-Uni	**MW**	Malawi
BB	Barbade	**HU**	Hongrie	**NL**	Pays-Bas
BE	Belgique	**IT**	Italie	**NO**	Norvège
BG	Bulgarie	**JP**	Japon	**RO**	Roumanie
BR	Brésil	**KP**	République populaire démocratique de Corée	**SD**	Soudan
CF	République Centrafricaine			**SE**	Suède
CG	Congo	**KR**	République de Corée	**SN**	Sénégal
CH	Suisse	**LI**	Liechtenstein	**SU**	Union soviétique
CM	Cameroun	**LK**	Sri Lanka	**TD**	Tchad
DE	Allemagne, République fédérale d'	**LU**	Luxembourg	**TG**	Togo
DK	Danemark	**MC**	Monaco	**US**	Etats-Unis d'Amérique
FI	Finlande	**MG**	Madagascar		
FR	France	**ML**	Mali		

Procédé et dispositif de traitement chimique, notamment de traitement thermochimique et de dépôt chimique dans un plasma homogène de grand volume.-

La présente invention est relative aux traitements chimiques et notamment à la formation de revêtements de diffusion par traitement thermochimique et à la formation de couches minces par dépôt chimique, sur de nombreux substrats de formes quelconques, dans un plasma homogène de grand volume formé à partir d'un milieu gazeux adéquat s'écoulant dans une enceinte à parois chaudes ou froides.

On connait dans l'état de la technique un certain nombre de moyens pour faire diffuser des espèces provenant d'une phase gazeuse dans un solide ou pour effectuer des dépôts chimiques à partir d'un plasma.

Ainsi par exemple, on connait un procédé de nitruration ionique mettant en oeuvre une cathode et une anode dans lequel la cathode sert de support aux pièces à traiter et l'anode est constituée par les parois de l'enceinte. Un plasma se développe au voisinage de la surface des pièces lorsqu'on applique une différence de potentiel comprise entre 300 et 1000 V entre les deux électrodes, un débit de gaz nitrurant étant maintenu en régime dynamique sous une pression de 1 à quelques Torr dans l'enceinte. Ce procédé, où le chauffage des pièces vers 500°C est assuré par un bombardement ionique, n'est pas idéal en ce qui concerne la précision de la température et son homogénéité. Il ne s'applique qu'à de grandes séries de pièces toutes identiques.

Des procédés de nitruration ionique utilisent également des décharges radiofréquences ou micro-ondes, mais ces moyens ne permettent pas d'obtenir un plasma de grand volume homogène.

On connait également des procédés de dépôt chimique dans des décharges continues ou radiofréquences, mais les mêmes inconvénients que ceux cités ci-dessus sont inhérents à ces techniques. Ces métho-

des qui fournissent un plasma de température électronique élevée ne permettent pas non plus de disposer de paramètres indépendants pour la génération du plasma et son interaction avec la surface des substrats. Ils n'ont été appliqués qu'aux traitements de substrats plans pour la microélectronique.

Par ailleurs, on connaît la production de plasmas excités par filament thermoémissif ou par ondes hyperfréquences, qui sont maintenus spatialement par un confinement magnétique associé ou non à un confinement électrostatique. Les plasmas obtenus possèdent une température électronique plus faible, une forte densité et peuvent être homogènes dans un grand volume. Il existe de plus une véritable indépendance des paramètres de génération du plasma et de son utilisation. Lorsque l'excitation est obtenue par filament thermoémissif, divers inconvénients proviennent de la fiabilité dans le temps du filament et de la pollution du milieu ambiant dont il est responsable. Enfin, il est exclu d'utiliser ce type d'excitation en présence d'un milieu gazeux réactif vis-à-vis de la matière constitutive du filament. Lorsque l'excitation est réalisée par ondes hyperfréquences, on dispose d'un plasma de grand volume, homogène, dense, de faible température électronique et gazeuse, produit à partir d'un milieu réactif ou non et dont les paramètres de génération sont indépendants de ceux de son utilisation.

Dans ce dernier cas, on connaît le traitement de substrats divers pour l'industrie microélectronique. Il s'agit alors de substrats plans placés sur un porte-substrats thermostaté. Cette technique ne permet en aucun cas de traiter des pièces métallurgiques de formes quelconques à des températures des

pièces dépassant largement la température obtenue dans le seul plasma, spécialement vers 350-550°C, et présente un inconvénient majeur pour le traitement de nombreux substrats pour le microélectronique à ces mêmes températures.

Toutes les techniques précédentes utilisent soit un chauffage par le plasma lui-même, soit un chauffage par un porte-substrats thermostaté. Elles ne permettent donc pas d'envisager le traitement, sous plasma, de nombreuses pièces de formes quelconques à des températures de quelques centaines de degrés centigrades.

L'objet de la présente invention est de remédier aux inconvénients de la technique antérieure en proposant un procédé et un dispositif basés sur l'association, d'une part d'un plasma froid à très basse pression (10^{-2} à 10^{-5} Torr ou encore 1,33 Pa à 0,00133 Pa), qui lorsqu'il est seul, est caractérisé par une température gazeuse très faible, et apporte une quantité de calories négligeable aux substrats, et d'autre part d'un chauffage indépendant extérieur au plasma, qui élève sa température gazeuse et chauffe les substrats mais qui est disposé de façon à limiter l'interaction des espèces chargées avec les parties les plus chaudes du dispositif qui sont, par exemple, les parois de l'enceinte.

L'invention met donc en oeuvre un traitement thermochimique ou de dépôt chimique sous plasma par exemple en réacteur à parois chaudes et permet ainsi de traiter ensemble des substrats de formes et dimensions quelconques et non identiques. Il s'agit d'un plasma continu, de grand volume homogène, de grande densité à basse pression, excité et maintenu indépendamment de l'interaction avec les substrats et dont la

température gazeuse, proche de celle des substrats, est fixée par un moyen extérieur à une valeur pratiquement indépendante de l'existence du plasma.

A cet effet, la présente invention a pour objet un procédé de traitement chimique, notamment de traitement thermochimique ou de dépôt chimique, sous plasma, sur des substrats disposés sur un ou plusieurs porte-substrats, caractérisé par l'association simultanée d'un plasma à très basse pression, comprise entre 1,33 Pa et 0,00133 Pa et d'un chauffage indépendant le plasma étant obtenu par l'excitation d'un milieu gazeux réactif à l'aide d'un filament thermoémissif ou d'ondes hyperfréquences et maintenu à l'intérieur d' une enceinte par un confinement magnétique, le chauffage indépendant étant tel qu'il permette de porter une partie du contenu de l'enceinte à une température au plus égale à environ 550°C, la proportion de calories apportées par le seul plasma au chauffage des substrats étant négligeable.

Selon un autre aspect, l'invention a également pour objet un dispositif pour la mise en oeuvre du procédé tel que défini précédemment, caractérisé en ce qu'il comprend :

- une enceinte, étanche et raccordée à un circuit d'apport d'un ou de plusieurs gaz et à un système de pompage éventuellement régulé par l'intermédiaire d'une jauge et d'une vanne, l'ensemble permettant de maintenir dans l'enceinte un débit gazeux sous une pression déterminée, comprise entre 1,33 et 0,00133 Pa,
- des moyens de génération de plasma constitués soit d'un filament thermoémissif disposé à l'intérieur de l'enceinte, soit d'un générateur d'ondes hyperfréquences connecté à un dispositif d'excitation du mileu gazeux,

- une enveloppe de confinement magnétique interne à l'enceinte étanche, dont les propriétés sont maintenues jusqu'à une température au plus égale à environ 550°C, et
- des moyens de chauffage permettant de porter une partie du contenu de l'enceinte à une température au plus égale à environ 550°C, en présence du plasma, la température de la paroi de l'enceinte pouvant être très supérieure à cette température.

L'invention sera mieux comprise à l'aide de la description qui va suivre donnée uniquement à titre d'exemple et faite en se référant aux dessins annexés sur lesquels :

- La Fig. 1 représente une vue schématique générale d'un dispositif à double enceinte conforme à l'invention, et,
- La Fig. 2 représente une paroi chauffée d'une enceinte entrant dans la constitution d'un dispositif selon l'invention.

Sur la Fig. 1, on a représenté une première enceinte chauffée 1, de préférence en matériau amagnétique, par exemple en acier inoxydable, entourée par une seconde enceinte 2 et des moyens de chauffage constitués par une résistance 3 assurant le chauffage dans toute la partie supérieure de la première enceinte. Cette première enceinte est reliée par une tubulure à des moyens de distribution d'un ou de plusieurs gaz provenant de réservoirs 4 qui peuvent être isolés de l'enceinte par une vanne d'arrêt 5. Les débits de gaz sont régulés par des débitmètres 6. L'enceinte 1 est également reliée par une tubulure 7 à un système de pompage 8, une vanne de réglage 9 étant disposée entre cette enceinte et ce système. Une jauge de

pression 10 est également reliée à l'enceinte 1 par l'intermédiaire d'une tubulure 11. Il est ainsi possible de faire circuler un débit de gaz connu sous une pression absolue régulée entre 1,33 et 0,00133 Pa dans l'enceinte 1.

L'enceinte 1 est reliée à la masse 12 par tout moyen connu.

Le volume interne de l'enceinte 1 est accessible par une ouverture ménagée dans le fond de celle-ci, hors de la zone de chauffage et qui est fermée par un panneau amovible 13 qui supporte, par l'intermédiaire de pieds isolants 14, un porte-substrats 15. Les substrats à traiter sont placés dans un volume utile 16 et peuvent être polarisés directement ou, comme il est représenté, par l'intermédiaire du porte-substrats 15, de façon continue ou alternative, par une source de tension 17 reliée à celui-ci. Cependant, les substrats peuvent également être à potentiel flottant.

Le volume interne de l'enceinte 1 contient une enveloppe 18 de confinement magnétique constituée par une cage multipolaire maintenue par des supports isolants 19. Cette cage multipolaire peut être mise à la masse ou polarisée par l'intermédiaire d'une source de tension 20. Cette cage est constituée de barreaux aimantés de façon permanente, placés à l'intérieur de tubes métalliques étanches, de section parallélipédiques, disposés parallèlement et légèrement écartés les uns des autres. Les barreaux aimantés parallépipédiques présentent, en regard du volume interne, une face de polarité successivement différente de façon à créer dans le volume interne un effet réflecteur pour les électrons du plasma qui est ainsi confiné. L'armature métallique, constituée par les tubes et des entre-

toises de maintien en position de ces tubes, est réalisée en matériau amagnétique, par exemple en acier inoxydable.

Il est important que les aimants permanents conservent une aimantation à la température de traitement. Les matériaux employés sont ceux qui ont une perte d'aimantation faible avec la température et conservent leurs propriétés à la température la plus élevée possible, par exemple les alliages Nialco et Ticonal dont le changement de structure n'intervient qu'à une température comprise entre 450 et 500°C pour les premiers, et 550°C pour les seconds, la perte d'aimantation n'étant que de 0,02 % par degré C.

Un générateur 21 d'ondes hyperfréquences (dans la gamme 1 à 10 gigahertz) permet d'exciter le milieu gazeux par tout moyen approprié 22. Le plasma ainsi produit diffuse dans tout le volume délimité par la cage multipolaire. Dans une variante non représentée, le milieu gazeux est excité à partir d'un filament thermoémissif. Ce type d'excitation est évidemment réservé à un milieu gazeux non réactif vis-à-vis de l'élément constitutif du filament.

Lorsque l'excitation du milieu gazeux est réalisée par ondes hyperfréquences, celles-ci peuvent avantageusement être voisines de 2,45 gigahertz.

Pour améliorer le confinement du plasma, l'enveloppe de confinement magnétique est avantageusement complétée par des moyens de confinement électrostatique. Ils comprennent, par exemple, un revêtement isolant recouvrant toutes les parties métalliques de la cage multipolaire 18 tournées vers le volume interne où est maintenu le plasma. Ce revêtement isolant doit évidemment résister aux températures auxquelles est portée cette partie du dispositif.

Pour les températures de traitement les plus élevées, il est nécessaire de refroidir les aimants permanents. La Figure 2 montre la paroi chauffée de l'enceinte 1 et des aimants 23 placés dans des gaines 24, en acier inoxydable par exemple. Les gaines comportent une tubulure étanche permettant le passage d'un fluide thermique 25. Toutes les tubulures sont reliées de façon que le fluide de transfert thermique circule, en circuit fermé, à l'aide d'une pompe 26 (Fig. 1) entre les parties chaudes des gaines et une source froide 27. La pompe et la source froide sont situées dans un logement prévu à cet effet dans l'enceinte 1, et située dans la partie inférieure du dispositif, par exemple diamétralement opposée à la tubulure 7, de façon à laisser entièrement libre l'intérieur de l'enveloppe 18 pour le chargement et le déchargement des substrats.

Divers fluides organiques permettent d'opérer jusqu'à 400°C. Au dessus, les seuls fluides utilisables, mis à part les gaz chauds sont les métaux et les sels fondus. Parmi ceux-ci on peut employer le sel HTS jusqu'à 550°C.

Ainsi la paroi de l'enceinte 1 peut être portée à une température nettement supérieure à 550°C, tout en maintenant à une valeur plus faible la température des aimants de façon à conserver leurs propriétés.

Deux régulations de température non représentées ici permettent de régler et maintenir la température des substrats à une valeur déterminée en agissant sur les moyens de chauffage 3, et de maintenir la température des gaines 24 à une valeur compatible avec les propriétés des aimants et fixée, quelque soit la température de la paroi de l'enceinte 1, en agissant sur la source froide 27.

D'autre part le dispositif est tel que seules les espèces gazeuses neutres peuvent atteindre les parois de l'enceinte portées à température élevée, ce qui limite considérablement l'interaction de celles-ci avec les espèces du plasma.

Enfin la mise en température des pièces à revêtir peut être effectuée sous une pression de gaz inerte très supérieure à la pression employée pendant le traitement, de façon à augmenter les transferts thermiques, et la seconde enceinte 2 peut être refroidie et mise sous vide à l'aide d'un système de pompage 28.

En suite de quoi et quel que soit le mode de réalisation adopté, on dispose d'un procédé et d'un dispositif qui permettent de traiter à une température comprise entre 100 et environ 550°C, des pièces de formes et de dimensions quelconques toutes portées à la même température, dans un plasma continu, de grand volume homogène, de grande densité (de l'ordre de 10^{10} cm^{-3}) à basse pression (1,33Pa à 0,00133Pa), dont les paramètres de génération sont indépendants de ceux de l'interaction du plasma avec la surface des substrats.

L'invention permet deux types de traitements principaux, les traitements thermochimiques et les dépôts chimiques.

Parmi les traitements thermochimiques, on peut citer par exemple la nitruration ionique des alliages métalliques qui est réalisée le plus souvent entre 480 et 550°C suivant les nuances et les structures recherchées. Au contraire de la technique antérieure, l'invention permet de traiter dans une opération différents types de pièces sans précaution particulière quant à leur disposition ou leurs tailles respectives, les calories nécessaires à leur chauffage

provenant principalement de l'enceinte chauffée. Ceci est un avantage important par rapport à la technique antérieure qui ne permet le traitement que de grandes séries de pièces identiques.

Parmi les dépôts chimiques réalisés sur substrats métallurgiques, on peut citer par exemple le dépôt chimique du bore à partir de $B_2H_6+H_2$ ou Ar, réalisé entre 150 et 450°C, et du carbure de titane vers 500°C à partir de $TiCl_4 + CH_4 + Ar$.

Parmi les traitements thermochimiques et de dépôt chimique pour la microélectronique, on peut citer par exemple les traitements de gravure ou d'oxydation, et les dépôts chimiques du silicium mais aussi les dépôts des oxydes, nitrures et oxynitrures de silicium réalisés vers 350°C. Il s'agit alors de substrats plans et toute disposition de ces substrats les uns par rapport aux autres et à l'intérieur du volume utile 16 ainsi que tout système de déplacement ou rotation de ceux-ci font partie intégrante de l'invention. Plusieurs séries de substrats plans, placés parallèlement entre eux, comme en LPCVD, et animés d'un mouvement de rotation, peuvent être disposées par exemple, à une distance égale de l'axe du dispositif, à l'intérieur du volume utile 16, de façon à effectuer un dépôt homogène sur un grand nombre de substrats en une seule opération.

Diverses variantes permettent de compléter le procédé et le dispositif décrits précédemment.

Une variante du dispositif consiste en l'utilisation de tubes amovibles contenant les aimants permanents placés eux-mêmes à l'intérieur de tubes étanches fixes sortant de l'enceinte étanche 1 et des moyens de chauffage, de façon que les tubes intérieurs contenant les aimants puissent être sortis sans arrê-

ter la circulation de gaz sous pression réduite, ni les moyens de chauffage. Des traitements thermiques sous atmosphère contrôlée à une pression quelconque, ou sous vide, peuvent alors être réalisés à température très supérieure à 550°C.

Cette variante permet, par exemple, d'effectuer un dépôt de bore sur un alliage puis de le faire diffuser à une température comprise entre 550 et 750°C de façon à obtenir un ou plusieurs borures. On obtient ainsi 8 µm de borure de fer en 5 heures à 600°C sur un acier XC 48. Il s'agit d'une couche uniforme qui ne présente pas les irrégularités, dues aux cristaux en aiguille de Fe_2B, des couches de borures réalisées par les méthodes classiques de boruration à température élevée.

Un autre mode de réalisation du dispositif consiste à placer les gaines contenant les aimants permanents à l'extérieur de l'enceinte étanche 1, éventuellement isolées de celle-ci par un feutre de quelques millimètres d'épaisseur et refroidies par ventilation ou circulation d'un liquide. Le chauffage est alors effectué à l'intérieur de l'enceinte 1 par de multiples résistances chauffantes, gainées en Inconel ou en acier inoxydable et maintenues entre elles de façon à constituer une enveloppe chauffante située à l'intérieur de l'enceinte 1 à une distance de l'ordre de quelques millimètres des parois internes de celle-ci. De façon à limiter l'impact des électrons sur cette enveloppe, elle peut être revêtue d'une couche isolante et les gaines chauffantes sont de préférence positionnées en face des espaces ménagés entre les gaines contenant les aimants. Ainsi des températures de traitement plus élevées que les températures d'utilisation des aimants sont produites dans le volu-

me utile 16 sans avoir nécessairement recours à un refroidissement localisé comme dans le mode de réalisation précédent.

La température limite d'utilisation des aimants sera évidemment repoussée en fonction de l'utilisation d'aimants conservant leurs propriétés jusqu'à des températures plus élevées.

L'invention n'est pas limitée aux exemples décrits et représentés car diverses modifications particulières peuvent y être apportées, et des milieux réactifs divers utilisés, sans sortir de son cadre.

Un exemple de modification conforme à l'invention concerne le panneau de fermeture 13 qui ferme l'enceinte 1 vis-à-vis de l'air ambiant. Il peut avantageusement la faire communiquer avec un poste de chargement et de déchargement des substrats de façon qu'aucune remise à l'air de l'enceinte 1 n'intervienne entre deux traitements.

Dans tous les modes de réalisation précédents, les espèces chargées du plasma sont confinées et ne peuvent arriver en contact avec les parois à température élevée. Par contre, les espèces neutres, atomes, radicaux ou molécules, peuvent réagir à la surface de ces parois à température élevée. Ceci peut, dans certains cas, être un inconvénient non négligeable qui doit être évité.

Il faut alors que le chauffage indépendant soit tel que seuls les substrats soient portés, par exemple par rayonnement, à une température au plus égale à environ 550°C, indépendamment de l'existence du plasma. Les parois du réacteur sont alors froides.

On place alors les gaines contenant les aimants permanents à l'intérieur de l'enceinte étanche 1 et on les refroidit par circulation d'un fluide tel

que 25. Entre ces gaines, on dispose un moyen de chauffage par rayonnement, à l'intérieur de l'enceinte 1, le rayonnement étant dirigé vers l'intérieur de celle-ci à l'aide d'un réflecteur approprié pour chaque source de rayonnement. L'enveloppe extérieure transparente des sources de rayonnement, en silice par exemple, les réflecteurs et les gaines contenant les aimants, sont refroidis de façon à constituer une périphérie froide, à l'intérieur de l'enceinte étanche 1, pour le plasma. Seules les pièces à revêtir sont portées à température et aucune interaction ou dépôt ne peut s'effectuer sur le dispositif lui-même que ce soit à partir des espèces chargées ou des neutres.

REVENDICATIONS

1. Procédé de traitement chimique, notamment de traitement thermochimique ou de dépôt chimique sous plasma, sur des substrats disposés sur un ou plusieurs porte-substrats, caractérisé par l'association simultanée d'un plasma à très basse pression, comprise entre 1,33 et 0,00133 Pa et d'un chauffage indépendant, le plasma étant obtenu par l'excitation d'un milieu gazeux réactif à l'aide d'un filament thermoémissif ou d'ondes hyperfréquences, et maintenu à l'intérieur d'une enceinte par un confinement magnétique, le chauffage indépendant étant tel qu'il permette de porter une partie du contenu de l'enceinte à une température au plus égale à environ 550°C, la proportion des calories apportées par le seul plasma au chauffage des substrats étant négligeable.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on effectue le traitement dans un réacteur à parois chaudes, le chauffage indépendant étant disposé à l'extérieur de l'enceinte.

3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce qu'on maintient, en outre, le plasma par un confinement électrostatique.

4. Procédé selon l'une des revendications 2 ou 3, caractérisé en ce que les substrats sont à potentiel flottant.

5. Procédé selon l'une des revendications 2 ou 3, caractérisé en ce que les substrats ou le ou chaque porte-substrats sont reliés à une source de polarisation continue ou radiofréquence.

6. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que les ondes hyperfréquences servant à exciter le milieu sont des ondes comprises dans la gamme 1 à 10 gigahertz.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que les ondes hyperfréquences sont voisines de 2,45 gigahertz.

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on effectue le traitement dans un réacteur à parois froides, seuls les substrats étant portés par rayonnement à une température au plus égale à environ 550°C.

9. Dispositif pour la mise en oeuvre du procédé tel que défini dans les revendications précédentes, caractérisé en ce qu'il comprend une enceinte (1) étanche et raccordée à un circuit d'apport (4,6) d'un ou de plusieurs gaz et à un système de pompage (8) éventuellement régulé par l'intermédiaire d'une jauge (10) et d'une vanne (9), l'ensemble permettant de maintenir dans l'enceinte un débit gazeux sous une pression déterminée, comprise entre 1,33 et 0,00133 Pa, des moyens de génération de plasma constitués soit d'un filament thermoémissif disposé à l'intérieur de l'enceinte, soit d'un générateur d'onde hyperfréquences (21) connecté à un dispositif d'excitation (22) du milieu gazeux, une enveloppe de confinement magnétique (18) interne à l'enceinte étanche, dont les propriétés sont maintenues jusqu'à une température au plus égale à 550°C, et, des moyens de chauffage (3), permettant de porter une partie du contenu de l'enceinte, à une température au plus égale à environ 550°C, en présence du plasma, la température de la paroi de l'enceinte pouvant être très supérieure à cette température.

10. Dispositif selon la revendication 9, caractérisé en ce que ladite enceinte (1) est chauffée, les moyens de chauffage (3) étant disposés à l'extérieur de cette enceinte.

11. Dispositif selon la revendication 10,

caractérisé en ce que l'enceinte comporte une ouverture fermée par un panneau (13) et située hors de la zone chaude du dispositif, ce panneau (13) pouvant fermer l'enceinte (1) vis-à-vis de l'air ambiant ou la faire communiquer avec un poste de chargement et de déchargement des substrats de façon qu'aucune remise à l'air de l'enceinte (1) n'intervienne entre deux traitements.

12. Dispositif selon l'une des revendications 10 ou 11, caractérisé en ce qu'il comporte, en outre, une source de polarisation continue ou radiofréquence (17) connectée aux substrats ou à un ou plusieurs porte-substrats.

13. Dispositif selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'enveloppe de confinement magnétique (18) est constituée par une cage multipolaire formée par des aimants permanents (23) dont la structure ne change pas jusqu'à environ 550°C, eux-mêmes entourés par des gaines étanches en matériau amagnétique (24) disposées parallèlement, les aimants présentant d'une gaine à l'autre, en face du volume interne (16) de l'enceinte, une face de polarité successivement différente.

14. Dispositif selon l'une des revendications 9 ou 13, caractérisé en ce que les gaines en matériaux amagnétique (24) contenant les aimants (23) sont amovibles et peuvent être sorties de l'enceinte (1) sans établir de communication avec l'air ambiant.

15. Dispositif selon l'une des revendications 13 ou 14, caractérisé en ce que l'enveloppe de confinement magnétique comporte des moyens de confinement électrostatique constitués par des couches de matières isolantes supportant la température régnant dans cette partie de l'enceinte.

16. Dispositif selon l'une quelconque des revendications 13 à 15, caractérisé en ce que les gaines (24) comportent une tubulure étanche permettant le passage d'un fluide thermique (25).

17. Dispositif selon la revendication 16, caractérisé en ce que le fluide thermique s'écoule en circuit fermé, à l'aide d'une pompe (26), entre la partie chaude des gaines (24) et une source froide (27).

18. Dispositif selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'enceinte étanche (1) et le système de chauffage extérieur à cette enceinte sont entourés par une enceinte extérieure (2) refroidie, étanche et raccordée à un circuit de pompage (28) permettant de faire le vide entre l'enceinte (1) et l'enceinte extérieure refroidie (2).

19. Dispositif selon la revendication 9, caractérisé en ce que les moyens de chauffage sont constitués par plusieurs sources de rayonnement disposées entre les gaines, à l'intérieur de l'enceinte (1), le rayonnement étant dirigé vers l'intérieur de celle-ci à l'aide d'un réflecteur prévu pour chaque source, l'enveloppe extérieure transparente des sources et les réflecteurs étant refroidis.

20. Dispositif selon la revendication 19, caractérisé en ce que l'enveloppe extérieure des sources est en silice.

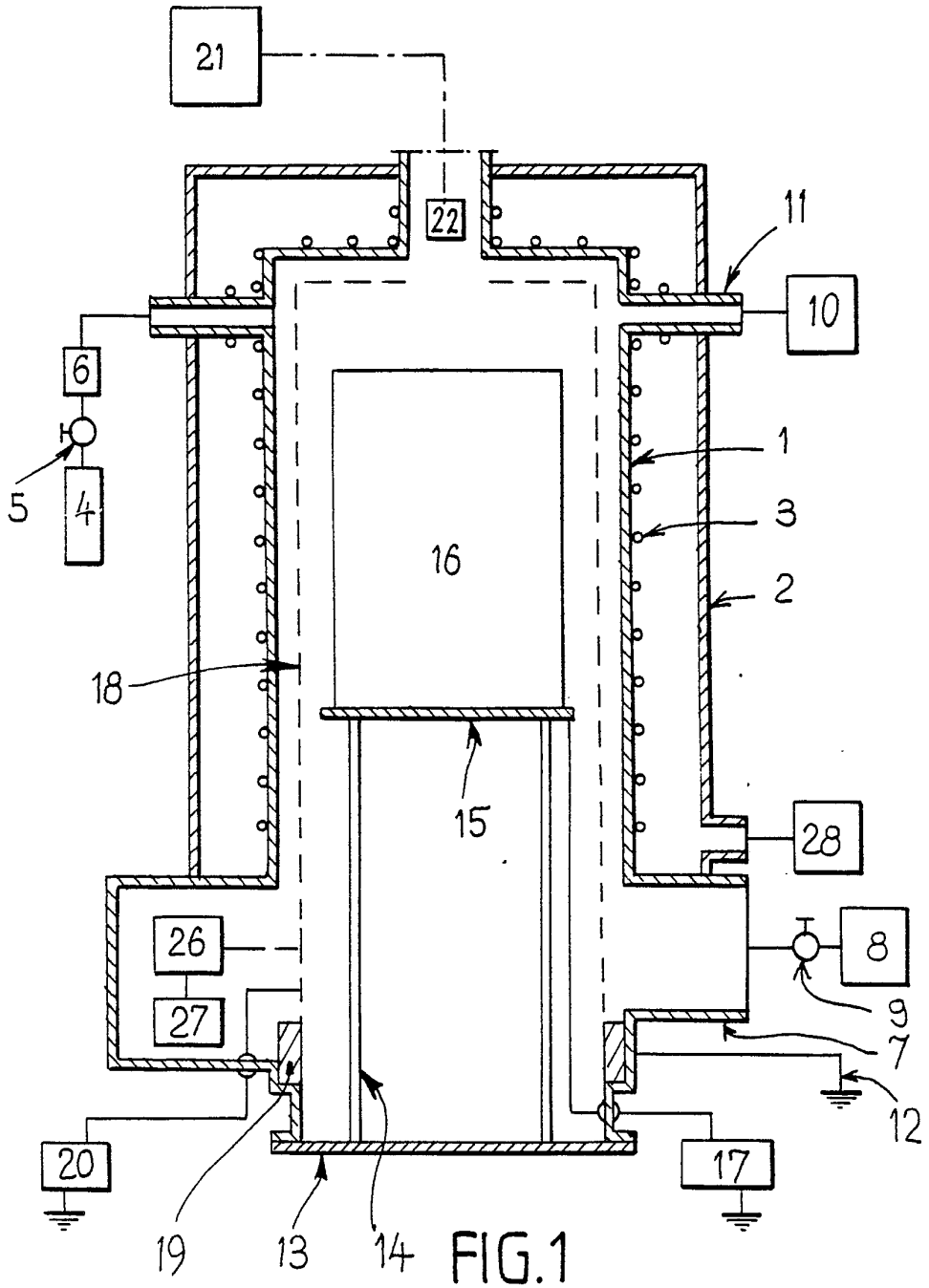


FIG.1

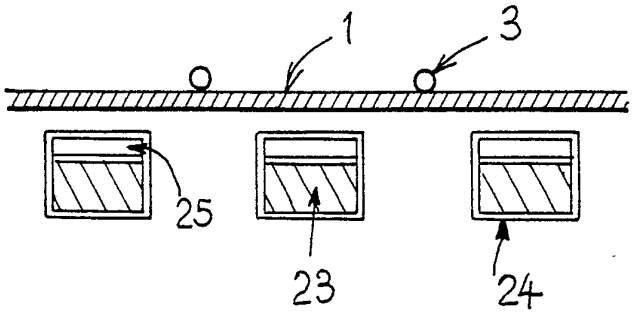


FIG. 2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT PCT/FR86/00322

International Application No

I. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER (if several classification symbols apply, indicate all) [6]

According to International Patent Classification (IPC) or to both National Classification and IPC

Int.Cl.[4] C 23 C 8/36; C 23 C 16/50; H 01 J 37/32

II. FIELDS SEARCHED

Minimum Documentation Searched [7]

Classification System	Classification Symbols
Int.Cl.[4]	C 23 C; H 01 J

Documentation Searched other than Minimum Documentation to the Extent that such Documents are Included in the Fields Searched [8]

III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT [9]

Category *	Citation of Document, [11] with indication, where appropriate, of the relevant passages [12]	Relevant to Claim No. [13]
Y	EP,A,0016909(IBM)15 October 1980,see claims 1,2,5,6,8	1,2,9,10
Y	EP,A,0062550(VIDE ET TRAITEMENT)13 October 1982,see the whole document,in particular page 4	1
Y	EP,A,0129490(C.N.R.S.)27 December 1984,see the whole document,in particular claims 1,2,4,6-12;page 6,lines 33-35	1,3-7,9,11, 12,15
Y	EP,A,0149408(ETAT FRANCAIS P.T.T.)24 July 1985,see claims 1,6,7	1
A	DE,A,3322680(HITACHI)05 January 1984	
A	DE,A,2606937(CESKE VYSOKE)23 September 1976	

* Special categories of cited documents: [10]

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&" document member of the same patent family

IV. CERTIFICATION

Date of the Actual Completion of the International Search	Date of Mailing of this International Search Report
20 January 1987(20.01.87)	12 February 1987(12.02.87)
International Searching Authority	**Signature of Authorized Officer**
European Patent Office	

ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT ON

INTERNATIONAL APPLICATION NO. PCT/FR 86/00322 (SA 14607)

This Annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 28/01/87

The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
EP-A- 0016909	15/10/80	US-A-	4232057	04/11/80
		JP-A-	55118639	11/09/80
		CA-A-	1124409	25/05/82
EP-A- 0062550	13/10/82	FR-A,B	2501727	17/09/82
		JP-A-	57210971	24/12/82
		US-A-	4490190	25/12/84
EP-A- 0129490	27/12/84	FR-A-	2547692	21/12/84
		US-A-	4534842	13/08/85
		JP-A-	60246599	06/12/85
		FR-A,B	2547691	21/12/84
EP-A- 0149408	24/07/85	FR-A-	2557149	28/06/85
DE-A- 3322680	05/01/84	JP-A-	59003018	09/01/84
		NL-A-	8302261	16/01/84
		US-A-	4481229	06/11/84
DE-A- 2606937	23/09/76	NL-A-	7602116	07/09/76
		JP-A-	51112182	04/10/76

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale N° PCT/FR 86/00322

I. CLASSEMENT DE L'INVENTION (si plusieurs symboles de classification sont applicables, les indiquer tous) [7]

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

CIB[4]: C 23 C 8/36; C 23 C 16/50; H 01 J 37/32

II. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTÉ

Documentation minimale consultée [8]

Système de classification	Symboles de classification
CIB[4]	C 23 C; H 01 J

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où de tels documents font partie des domaines sur lesquels la recherche a porté [9]

III. DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS [10]

Catégorie *	Identification des documents cités,[11] avec indication, si nécessaire, des passages pertinents [12]	N° des revendications visées [13]
Y	EP, A, 0016909 (IBM) 15 October 1980, voir revendications 1,2,5,6,8	1,2,9,10
Y	EP, A, 0062550 (VIDE ET TRAITEMENT) 13 octobre 1982, voir le document en entier, en particulier page 4	1
Y	EP, A, 0129490 (C.N.R.S.) 27 décembre 1984, voir le document en entier, en particulier revendications 1,2,4,6-12; page 6, lignes 33-35	1,3-7,9, 11,12,15
Y	EP, A, 0149408 (ETAT FRANCAIS P.T.T.) 24 juillet 1985, voir revendications 1,6,7	1
A	DE, A, 3322680 (HITACHI) 5 janvier 1984	
A	DE, A, 2606937 (CESKE VYSOKE) 23 septembre 1976	

---

* Catégories spéciales de documents cités: [11]

« A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent

« E » document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date

« L » document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)

« O » document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens

« P » document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

« T » document ultérieur publié postérieurement à la date de dépôt international ou à la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention

« X » document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive

« Y » document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier.

« & » document qui fait partie de la même famille de brevets

IV. CERTIFICATION

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale
20 janvier 1987	12 FEV. 1987
Administration chargée de la recherche internationale	**Signature du fonctionnaire autorisé**
OFFICE EUROPEEN DES BREVETS	M. VAN MOL

ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE RELATIF

A LA DEMANDE INTERNATIONALE NO. PCT/FR 86/00322 (SA 14607)

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche international visé ci-dessus. Lesdits membres sont ceux contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 28/01/87

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevets		Date de publication
EP-A- 0016909	15/10/80	US-A-	4232057	04/11/80
		JP-A-	55118639	11/09/80
		CA-A-	1124409	25/05/82
EP-A- 0062550	13/10/82	FR-A,B	2501727	17/09/82
		JP-A-	57210971	24/12/82
		US-A-	4490190	25/12/84
EP-A- 0129490	27/12/84	FR-A-	2547692	21/12/84
		US-A-	4534842	13/08/85
		JP-A-	60246599	06/12/85
		FR-A,B	2547691	21/12/84
EP-A- 0149408	24/07/85	FR-A-	2557149	28/06/85
DE-A- 3322680	05/01/84	JP-A-	59003018	09/01/84
		NL-A-	8302261	16/01/84
		US-A-	4481229	06/11/84
DE-A- 2606937	23/09/76	NL-A-	7602116	07/09/76
		JP-A-	51112182	04/10/76