

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

89600

Patent dodatkowy  
do patentu —————

Zgłoszono: 17.12.73 (P. 167393)

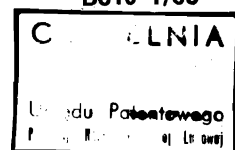
Pierwszeństwo: 27.12.72 Niemiecka  
Republika •  
Demokratyczna

Zgłoszenie ogłoszono: 02.12.74

Opis patentowy opublikowano: 30.08.1977

MKP C23c 11/00  
H01I 7/00  
B01j 1/00

Int. Cl.<sup>2</sup> C23C 11/00  
H01L 29/00  
B01J 1/00



Twórca wynalazku: —————

Uprawniony z patentu: VEB Elektromat,  
Drezno (Niemiecka Republika Demokratyczna)

## Sposób nanoszenia na podłoża cienkich warstw jednorodnych i urządzenie do nanoszenia na podłoża cienkich warstw jednorodnych

Przedmiotem wynalazku jest sposób nanoszenia na podłoża cienkich jednorodnych warstw za pomocą reakcji chemicznej przebiegającej w fazie gazowej lub w stanie pary i wydzielania produktów reakcji na ogrzanych podłożach, oraz urządzenie do stosowania tego sposobu.

Znane są sposoby i urządzenia do nanoszenia cienkich warstw ze związków o wysokiej reaktywności (na przykład związki metaloorganiczne, karbonylowe i nitrozyłowe).

Wszystkie te sposoby w ogólności polegają na tym, że składnik czynny mieszaniny reagującej rozcieńcza się za pomocą obojętnego gazu tak silnie, iż reakcja z innym składnikiem, to jest wydzielanie pożądanej warstwy w reaktorze ogranicza się do powierzchni ogrzanego podkładu.

Według innych znanych sposobów próbuje się nanosić warstwy w ten sposób, że czynny składnik doprowadza się do podłoża za pomocą dyszy i tu miesza się dopiero z drugim składnikiem reakcji, tak że przemiana chemiczna zachodzi w przestrzeni pomiędzy dyszą i podłożem, w bezpośredniej bliskości ogrzanego podłoża.

Wadą pierwszego z wymienionych sposobów jest to, że z powodu bardzo małego stężenia związku, szybkość wydzielania warstwy pożądanej może być zmieniana jedynie w wąskich granicach i ogólnie biorąc jest niewielka, skutkiem czego niemożliwe jest wytwarzanie takich warstw w dużej skali.

Podniesienie stężenia czynnika reagującego prowadzi do reakcji nie tylko na podłożu, ale i w przestrzeni gazowej, przez co dochodzi do wydzielania osadu w postaci proszku na ścianach reaktora i na podkładzie lub przy gwałtownej reakcji może prowadzić do uszkodzeń reaktora.

Sposoby polegające na doprowadzaniu czynnego składnika za pomocą dyszy w bezpośrednie sąsiedztwo podłoża i poddaniu go tam reakcji mają te niedogodności, że nie wykluczają możliwości zatkania dyszy, co ma ten skutek, że szybkość osadzania jest nierównomierna i trudno powtarzalna. Następnie, przy zbyt małej odległości dyszy od podkładu wydzielone warstwy są niejednorodne. Przy zbyt wielkim odstępem pomiędzy wylotem reagującego związku z dyszy i podłożem może ponownie dochodzić do reakcji w przestrzeni gazowej,

które dają ten skutek, że traci się większą część produktu reakcji wytrąconego na ścianach reaktora, część substancji wydzielanej na podłożu zmaleje i może wydzielić się proszek.

Celem wynalazku jest skrócenie czasu osadzania warstw, obniżenie strat substancji osadzanej i nakładów eksploatacyjnych oraz uzyskanie warstwy o poprawionej jakości.

Zadaniem wynalazku jest opracowanie sposobu i urządzenia, za pomocą których przy wysokim stężeniu reagującego związku w stanie gazu lub pary, reakcja poszczególnych składników następuje w bezpośredniej bliskości podłoża przewidzianego do pokrycia. Powinno się też osiągnąć możliwie równomierne i jednorodne pokrycie materiału na ogrzonym podłożu.

Zadanie to rozwiązano według wynalazku w ten sposób, że strumień jednej lub więcej wysoko reaktywnych substancji i strumień jednego lub więcej składników w postaci gazu lub pary, przewidzianych do reakcji chemicznej do ogrzanych jego płytek podłoża tak, że dyfuzja cząstek zdolnych do reakcji następuje dopiero w bezpośredniej bliskości ogrzanych płytek podłoża, co powoduje reakcję i wydzielanie produktów reakcji na ogrzonym podłożu.

Odnosnie urządzenia według wynalazku zadanie to rozwiązano w taki sposób, że w reaktorze znajduje się ogrzewany element podtrzymujący, powyżej którego w regulowanych odległościach znajduje się układ doprowadzania gazu składający się z co najmniej czterech koncentrycznych otworów wlotowych, z których środkowy jest wysunięty w stosunku do pozostałych, ukształtowanych w formie szczelin pierścieniowych usytuowanych wylotami w kierunku płytek podłoża. Korzystnie jest, jeśli strumienie gazów i/lub par wychodzą pionowo z wlotowych gazu a ogrzany element podtrzymujący usytuowany jest symetrycznie względem osi pionowej pod układem doprowadzenia gazu. Pojemnik reaktora posiada ścianki nie podgrzewane.

Zalety sposobu według wynalazku polegają na tym, że przy dużej wydajności wydzielania osadza się jednorodna warstwa wolna od utrać proszkowych, przy czym nie występują reakcje w przestrzeni poza podłożem i osadzanie na ściankach reaktora. Wyeliminowanie tych ubocznych zjawisk umożliwia większe wykorzystanie urządzenia i surowców a wyeliminowanie dysz zapobiega zakłóceniom w pracy urządzenia oraz umożliwia jednoczesne osadzanie na całej powierzchni podłoża, a tym samym jednorodną budowę warstwy.

Przedmiot wynalazku wyjaśniono bliżej w przykładzie wykonania na rysunku, na którym przedstawiono w pionowym przekroju obrotowo symetryczne urządzenie do osadzania na podłożach, cienkich jednorodnych warstw, zgodnie ze sposobem według wynalazku.

W górnej części pojemnika reaktora 1 znajduje się osadzony przesuwnie układ doprowadzania gazu 2 a w dolnej części, pionowo pod układem doprowadzania gazu 2 jest ogrzewany element podtrzymujący 3 do umieszczania płytek 4, przeznaczonych do pokrycia warstwą.

Układ doprowadzania gazu 2 składa się z co najmniej czterech koncentrycznych wlotów 5, 6, 7, 8. W korzystnym przykładzie wykonania środkowy otwór wlotowy 5 znajduje się około 5–30 mm poniżej pozostałych otworów wlotowych 6, 7 i 8, wykonanych jako pierścieniowe szczeliny. Odstęp pomiędzy otworami wlotowymi 6, 7 i 8 i płytkami 4 leżącymi na ogrzewanym elemencie podtrzymującym 3 wynosi 50–250 mm.

W dolnej części pojemnika reaktora 1 znajdują się otwory wylotowe 9 gazu nośnego, gazu lub pary obojętnej i nadmiaru nie przereagowanych substratów.

Sposób według wynalazku można zilustrować następującym przykładem. Na podłożu krzemowe należy nanieść warstwę glinu. Jako związek reagujący stosuje się ograniczony związek glinu – trójetyloglin i tlen lub związek wydzielający tlen. W nie uwidocznionym na rysunku parowniku powierzchniowym nasycy się gaz nośny, na przykład azot, trójetyloglinem i wprowadza przez wlot 7. Tlen wprowadza się wlotem 5. W celu niedopuszczenia do przedwczesnej reakcji, wlotem 6 wprowadza się rozdzielający strumień obojętnego gazu na przykład azotu, a przez wlot 8 strumień obojętnego gazu ukierunkowującego przepływ trójetyloglinu, również azotu. Przy dobraniu szybkości przepływu i stężenia doprowadzanych gazów i/lub par, temperatury płytek podłoża i odstępów pomiędzy wlotami układu doprowadzania gazu i ogrzonym podłożem, dyfuzja reagujących gazów i/lub par zachodzi bezpośrednio nad ogrzonym podłożem, tak że wydzielanie produktu reakcji – tlenku glinu – następuje w znacznym stopniu lub wyłącznie na ogrzanych płytkach.

Wylot gazu nośnego, gazów lub par obojętnych i nadmiaru reagentów znajduje się w pobliżu ogrzewanego podłoża.

#### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób osadzania na podłożu cienkich jednorodnych warstw za pomocą reakcji chemicznej przebiegającej w fazie gazowej lub w stanie pary i wydzielania produktów reakcji na ogrzanych elementach podłoża, z n a m i e n n y t y m, że doprowadza się do ogrzanych elementów podłoża, strumień jednej lub więcej wysoko reaktywnych substancji i strumień jednego lub więcej składników właściwych dla reakcji

chemicznej z tymi substancjami w postaci gazu lub pary, rozdzielone strumieniem obojętnego gazu lub par tak, że dyfuzja cząstek zdolnych do reakcji następuje dopiero w bezpośredniej bliskości ogrzanego podłoża.

2. Urządzenie do stosowania sposobu, według zastrz. 1, z n a m i e n n e t y m, że w pojemniku reaktora (1) znajduje się ogrzewany element podtrzymujący (3) do umieszczania płytek podłoża (4) i elementu podtrzymującego (3), co najmniej jeden otwór wylotowy gazu (9) znajdujący się w obudowie reaktora, przy czym powyżej ogrzewanego elementu podtrzymującego (3) znajduje się w nastawnej odległości układ doprowadzania gazu (2) złożony z co najmniej czterech koncentrycznych wlotów (5, 6, 7, 8), z których wlot środkowy (5) w stosunku do pozostałych wlotów (6, 7, 8), ukształtowanych jako szczeliny pierścieniowe, jest wysunięty w kierunku ogrzewanego elementu podtrzymującego.

3. Urządzenie, według zastrz. 2, z n a m i e n n e t y m, że wloty układu doprowadzania gazu usytuowane są pionowo.

4. Urządzenie, według zastrz. 2, z n a m i e n n e t y m, że ogrzewany element podtrzymujący (3) usytuowany jest pod układem doprowadzania gazu, symetrycznie względem osi pionowej.

