



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 295 640**

51 Int. Cl.:
C23C 14/24 (2006.01)
C30B 23/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03760059 .0**
86 Fecha de presentación : **18.06.2003**
87 Número de publicación de la solicitud: **1518005**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **30.03.2005**

54 Título: **Cámara de evaporación de materiales bajo vacío con bombeo diferencial.**

30 Prioridad: **18.06.2002 FR 02 07501**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2008

73 Titular/es: **RIBER**
133, boulevard National
F-92500 Rueil-Malmaison, FR

72 Inventor/es: **Chaix, Catherine;**
Jarry, Alain;
Nutte, Pierre-André;
Locquet, Jean-Pierre;
Fompeyrine, Jean y
Sieglwart, Heinz

74 Agente: **Curell Suñol, Marcelino**

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Cámara de evaporación de materiales bajo vacío con bombeo diferencial.

La presente invención se refiere a una cámara de evaporación de materiales bajo vacío.

El estado de limpieza de una superficie o de pureza de una película depositada son primordiales en unos campos técnicos tales como las nanotecnologías, la química catalítica, las biotecnologías.

En las nanotecnologías, por ejemplo, cuyo campo de aplicación se refiere a unos objetos del orden de algunos nanómetros a algunos micrómetros, la comprensión de fenómenos tales como el crecimiento de películas, las reacciones fotoinducidas en dichas películas sólo puede hacerse si las películas y, los sustratos sobre los cuales se han formado, están vírgenes de toda contaminación.

En el campo de los semiconductores, el crecimiento de películas que presenten pocas impurezas, y por tanto pocos dopantes no intencionados, es también esencial. El depósito de materiales puros en cantidad conocida sobre unas superficies semiconductoras es, en efecto, particularmente importante para la realización de uniones metal-semiconductores y heteroestructuras semiconductoras. Las primeras se encuentran de nuevo en todos los contactos metálicos de los dispositivos semiconductores, por ejemplo, los contactos óhmicos de detector electrónico. Las segundas son importantes para los dispositivos optoelectrónicos.

Finalmente, las heteroestructuras metálicas tienen también interés marcado por sus aplicaciones posibles en unos campos tales como el magnetismo.

Una de las técnicas corrientes para preparar dichas estructuras bajo ultravacío es la Epitaxia por Chorro Molecular ("MBE" - Molecular Beam Epitaxy). Con esta técnica, unas capas epitaxiales se obtienen por el transporte del material, que contiene los elementos constitutivos de la capa a formar, hasta un sustrato, metálico o semiconductor, donde se adsorbe. La Epitaxia por Chorro Molecular permite obtener, en particular para los semiconductores, un crecimiento de capas controladas de dopado y cuya composición química puede ser variada en profundidad en el espacio de algunos angströms.

Una cámara de evaporación comprende por tanto varias fuentes de material 1 (figura 1). Estas fuentes 1 son utilizadas alternativamente en función del apilamiento de capas a formar. Pueden ser previstas diferentes fuentes de material 1, siendo la más corriente la evaporación a partir de una célula que comprende un crisol calentado por efecto Joule. Otras posibilidades comprenden la utilización de una fuente de plasma cuyo gas es, por ejemplo, el oxígeno (O_2), el hidrógeno (H_2), el nitrógeno (N_2) u otros, o unos inyectores de gas o también unos cañones de evaporación por bombardeo electrónico. Cuando estas fuentes 1 son unas células, sus crisoles tienen generalmente una forma cilíndrica o cónica u otra, abierta por un extremo 2 y están montados de tal manera que dicha abertura 2 está dispuesta frente al sustrato 3 sobre el cual debe ser realizado el depósito de material.

Como se ha descrito anteriormente, uno de los imperativos de estos sistemas de deposición es la baja contaminación de las películas formadas. Además del depósito de material en una cámara 4 bajo vacío y preferentemente bajo ultravacío, es decir a una presión inferior a 10^{-9} Torr (1 Torr = 133,3 Pa), las fuentes de material 1 no deben, a su vez, ser una fuente eventual de contaminación. Las mismas son por tanto objeto de un desgasificado elevado.

Sin embargo, la presencia de varias fuentes 1 en la cámara de evaporación es el origen de otro tipo de contaminación: una contaminación cruzada de las fuentes de material 1. Esta contaminación puede, en parte, ser la de las fuentes sólidas por los gases en presencia (ionizado o no). Cuando es utilizada una de estas fuentes 1 a continuación, no solamente los elementos de dicho crisol son evaporados en dirección al sustrato 3 sino eventualmente también unos elementos contaminadores adsorbidos o que han reaccionado con dicha fuente. La capa así depositada sobre el sustrato 3 contiene entonces unas impurezas no intencionadas que pueden influir en caso de material semiconductor no solamente sobre su dopaje sino también sobre las propiedades del material. La presencia de paneles depósitos 5 con circulación de nitrógeno líquido dispuestos en la proximidad de estas fuentes 1 para condensar los gases y de escudos individuales 6 dispuestos delante de las fuentes 1 no utilizadas no constituye una solución totalmente satisfactoria para evitar esta contaminación cruzada.

El objetivo de la presente invención es proponer una cámara de evaporación de materiales bajo vacío, simple en su concepción y en su modo operativo, que comprende unas fuentes de evaporación de material para el crecimiento de capas sobre un sustrato que se deben proteger de cualquier tipo de contaminación.

A este fin, la invención se refiere a una cámara de evaporación de materiales que comprende una cámara de vacío, una primera unidad de bombeo para bombear dicha cámara y unas fuentes de material. Según la invención,

- una pared que puede asegurar una estanqueidad total o parcial al vacío, delimita en el seno de la cámara de vacío un primer volumen bombeado por dicha primera unidad de bombeo y un segundo volumen bombeado por una segunda unidad de bombeo,
- algunas de dichas fuentes de material que tienen un eje principal están dispuestas en el segundo volumen y otras fuentes están dispuestas en el primer volumen,

ES 2 295 640 T3

- dicha pared presenta unos vaciados, estando cada vaciado centrado sobre el eje principal de una de las fuentes de material que tiene un eje principal, y
- la cámara comprende unos medios para obturar o liberar cada uno de dichos vaciados, siendo dichos medios controlados individualmente para proteger las fuentes de material que tienen un eje principal no utilizadas.

La presente invención se refiere también a las características que resaltarán en el curso de la descripción que sigue y que deberán ser consideradas aisladamente o según todas sus combinaciones técnicamente posibles:

- los medios para obturar o liberar dichos vaciados comprenden unos escudos,
- cuando tiene lugar un crecimiento, el caudal, a través de los vaciados liberados, de los elementos constitutivos de los materiales que vienen del primer volumen es bombeado por la segunda unidad de bombeo.

Se entiende por “crecimiento”, el desarrollo progresivo de capas sobre la muestra por la adsorción de los elementos constitutivos de los materiales evaporados por las fuentes dispuestas en la cámara de evaporación. Se distingue el crecimiento en coevaporación en el cual por lo menos una de las fuentes de material dispuestas en el primer volumen y por lo menos una de las fuentes dispuestas en el segundo volumen son utilizadas simultáneamente y el crecimiento secuencial en el que una sola de las fuentes dispuestas en la cámara de evaporación está en funcionamiento a la vez. En este último caso, cuando tiene lugar la operación de una de las fuentes dispuestas en el primer volumen, los medios para obturar o liberar cada uno de dichos vaciados están en posición de obturación,

- la pared que puede asegurar una estanqueidad total o parcial al vacío comprende una placa,
- la primera unidad de bombeo comprende una bomba primaria y una bomba secundaria,
- la segunda unidad de bombeo comprende una bomba secundaria,
- el primer volumen y el segundo volumen comprenden por lo menos un panel depósito de nitrógeno líquido,
- el segundo volumen delimitado por la pared está a una presión inferior a 10^{-7} Torr,
- la cámara de evaporación comprende unos medios de control de la presión para medir independientemente la presión en el primer volumen y el segundo volumen,
- las fuentes de material que tienen un eje principal dispuestas en el segundo volumen comprenden unas células con crisoles calentados por efecto Joule,
- las fuentes de material que tienen un eje principal dispuestas en el segundo volumen comprenden unos cañones de evaporación por bombardeo electrónico,
- las fuentes dispuestas en el primer volumen comprenden por lo menos una fuente de plasma,
- las fuentes dispuestas en el primer volumen comprenden por lo menos un inyector de gas.

La invención se describirá más en detalle con referencia a los planos anexos, en los cuales:

- la figura 1 es una representación esquemática de una cámara de evaporación de la técnica anterior,
- la figura 2 es una representación esquemática de una cámara de evaporación de materiales, según un modo de realización de la invención,
- la figura 3 es una vista por encima de una pared que puede asegurar una estanqueidad total o parcial al vacío, según un modo de realización de la invención.

La cámara de evaporación de materiales, según la invención, comprende una cámara de vacío 10 que comprende una muestra 11 que puede estar montada sobre un manipulador 12. Esta cámara tiene por objetivo principal el crecimiento de capas por evaporación de materiales puros y en cantidad conocida sobre esta muestra 11. Se trata de cualquier tipo de material que pueda ser usualmente evaporado bajo vacío (Aluminio (Al), Calcio (Ca), Indio (In), Lantano (La), Litio (Li), Galio (Ga), Estroncio (Sr), Titanio (Ti), Ytrio (Y), Zirconio (Zr), ...). Dicha cámara 10 comprende preferentemente unas bridas o uniones de transferencia que permiten unir ésta a otras cámaras para constituir un conjunto único bajo vacío para el tratamiento y la preparación de una muestra 11, e incluso el análisis y la modificación de dicha muestra 11 formada. El transporte de dicha muestra 11 de una cámara a otra es entonces realizado por unos brazos manipuladores.

La cámara de evaporación es bombeada por una primera unidad de bombeo 13. Esta primera unidad de bombeo 13 comprende preferentemente una bomba primaria y una bomba secundaria, por ejemplo, una bomba criogénica o una bomba turbomolecular, u otra. Además, dicha unidad de bombeo 13 puede comprender un sublimador de Titanio

ES 2 295 640 T3

14 y un panel criogénico 15. La cámara 10 puede comprender un panel criogénico general 16 que permite mantener la pureza de las capas. La cámara comprende también unos medios de control de la presión en el seno de ésta. Estos medios de control comprenden, por ejemplo, unas galgas llamadas BAYARD-ALPERT conectadas a un dispositivo externo de control de la presión.

La cámara de evaporación comprende unas fuentes de material. Pueden ser previstas diversas fuentes de material, siendo la más corriente la evaporación a partir de una fuente 17 del tipo Knudsen. Se trata entonces de un crisol calentado por efecto Joule. El crisol que puede ser realizado en nitrato de Boro o en grafito de alta pureza, por ejemplo, presenta una forma cilíndrica o cónica u otra, que tiene un eje principal 18. Uno de los extremos 19 de dicho crisol está abierto y dispuesto frente al manipulador 12. Este efecto Joule puede ser obtenido por la utilización de un elemento resistente, por ejemplo un filamento. El filamento está ventajosamente realizado en Tántalo (Ta) pero puede también ser realizado en otros materiales refractarios (Molibdeno (Mo), Tungsteno (W), ...). En otro modo de realización, la evaporación es generada por el bombardeo electrónico de un material fuente en un cañón de evaporación 20.

La cámara de evaporación comprende también otras fuentes de material 21 tales como unas fuentes de plasma o unos inyectores de gas cuyo producto es susceptible de reaccionar con los materiales de las fuentes 17 que tienen un eje principal 18. Este eje principal 18 define también un eje principal de evaporación. El gas de soporte del plasma o el gas del inyector es entonces elegido entre el oxígeno (O_2), el nitrógeno (N_2), el hidrógeno (H_2), ... Preferentemente, la muestra 11 es también controlada en temperatura, es decir su temperatura puede ser variada según los elementos a depositar sobre la superficie de dicha muestra 11.

Según la invención, las fuentes de material 17 que tienen un eje principal 18 están dispuestas en un volumen delimitado 22 en el seno de dicha cámara por una pared 23. Esta pared 23 puede asegurar una estanqueidad total o parcial al vacío y el volumen delimitado 22 por la pared 23 es bombeado por una segunda unidad de bombeo 24. Esta pared 23 está en un modo de realización realizada en metal (tántalo, molibdeno, inox ...). Se distinguirá por tanto un primer volumen 25 que contiene las fuentes 21 tales como las fuentes de plasma o inyectores de gas, siendo dicho volumen bombeado por la primera unidad de bombeo 13, y un segundo volumen 22 que comprende las fuentes de materiales 17 que tienen un eje principal 18 tales como unas células con crisol, y unos cañones de evaporación 20 por bombardeo electrónico.

Dicha pared 23 presenta unos vaciados 26, estando cada vaciado 26 centrado sobre el eje principal 18 de una de las fuentes de material 17 que tiene un eje principal 18 dispuestas en el segundo volumen 22. Cuando la fuente de material 17 correspondiente a un vaciado 26 está en funcionamiento, el chorro molecular emitido por esta fuente atraviesa en su transporte hacia la muestra 11 dicho vaciado 26. A fin de mantener un vacío elevado en el segundo volumen 22 delimitado por la pared 23, es decir una presión inferior a 10^{-7} Torr y preferentemente a 10^{-9} Torr, la cámara 10 comprende unos medios 27 para obturar cada uno de dichos vaciados 26. Estos medios 27 son controlados individualmente para liberar el vaciado 26 de una fuente de material 17 seleccionada. Estos medios 27 para obturar cada uno de dichos vaciados 26 son en un modo de realización unos escudos, por ejemplo, de basculación o lineales, u otros. Estos medios 27 permiten proteger las fuentes de material 17 de eventuales contaminaciones. Estas contaminaciones pueden resultar, por ejemplo, de la operación de una de las fuentes 21 (inyector de gas, fuente de plasma, ...) dispuestas en el primer volumen 25. Ventajosamente, la presión parcial p_1 medida en el primer volumen 25 cuando tiene lugar un depósito no afecta sensiblemente a la presión p_2 medida en el segundo volumen 22 bombeado por la segunda unidad de bombeo. En otros términos, cuando tiene lugar un crecimiento, el caudal de los elementos constituyentes del plasma, por ejemplo, a través de los vaciados 26 abiertos es inferior a la velocidad de bombeo S de la segunda unidad 24 de bombeo y es por tanto bombeado por ésta. Sin embargo, incluso si dicho caudal es superior a la velocidad de bombeo, el principio de bombeo diferencial permite por lo menos la protección de las fuentes de materiales 17. En efecto, la cantidad de los elementos constituyentes del plasma que habrá penetrado en la parte baja de la cámara será bombeada por la segunda unidad de bombeo 24, una vez los vaciados 26 de la pared 23 obturados por los escudos 27 cerrados. El tiempo de presencia de los elementos constituyentes del plasma en la proximidad de las fuentes de materiales 17 sólo será limitada. La segunda unidad de bombeo 24 comprende por lo menos una bomba secundaria tal como una bomba criogénica, una bomba turbomolecular u otra. El segundo volumen 22 delimitado por la pared 23 puede también comprender por lo menos un panel depósito 28 con circulación de Nitrógeno líquido. Estas superficies de condensación suplementarias permiten limitar la presencia de impurezas en el chorro molecular y en el segundo volumen 22. Preferentemente, la presión en el segundo volumen 22 delimitado por la pared 23 es medida por unos medios de control de la presión del tipo galga llamada BAYARD-ALPERT.

La figura 2 muestra un modo de realización de la invención. El volumen de la cámara de evaporación está dividido en un primer volumen 25 y un segundo volumen 22 por una pared 23. Esta pared 23 es una placa de molibdeno que está fijada sobre las paredes laterales 29 del recinto 10 de manera que asegure una estanqueidad total o parcial al vacío. La misma está en este caso soldada o fijada a dichas paredes 29. Esta placa 23 presenta unos vaciados 26 de los que uno solo está esquematizado en la figura 2 por simplificación. Este vaciado 26 está centrado sobre el eje principal 18 de una fuente de material 17 dispuesta en el segundo volumen 22 delimitado por la placa 23, en la parte baja de la cámara de evaporación. Unos medios 27 permiten obturar y liberar dicho vaciado 26. Estos medios 27 comprenden un escudo con basculación activado por un dispositivo externo de basculación 30. Cada escudo 27 está controlado individualmente. Cuando un escudo 27 está en posición de obturación, la lámina 31 del escudo está paralela a la superficie de la placa 23 alrededor del vaciado 26 considerado, de manera que asegure un contacto perfecto entre dicha superficie y el escudo 27. Esta estanqueidad está también reforzada por la diferencia de presión que existe entre el primer volumen 25 y el

ES 2 295 640 T3

segundo volumen 22 cuando tiene lugar la operación de una de las fuentes 21 tales como una fuente de plasma o un inyector de gas, dispuestas en el primer volumen 25.

5 El primer volumen 25 de la cámara de evaporación es bombeado por una primera unidad de bombeo 13 constituida por una cavidad de bombeo 32 que comprende un panel criogénico 15 ofreciendo así una superficie de condensación, sirviendo una o varias bombas secundarias criogénicas a la vez para el descenso del vacío de la cámara y para el bombeo de los elementos presentes cuando tiene lugar el crecimiento de capas, un sublimador de Titanio 14 para asegurar el descenso del vacío. El segundo volumen 22 delimitado por la placa 23 es por otra parte bombeado por una bomba turbomolecular 24 y un panel depósito 28 con circulación de Nitrógeno líquido para el bombeo de las especies presentes cuando tiene lugar el crecimiento de capas y cuando tiene lugar la apertura del escudo 27 de la fuente seleccionada correspondiente.

15 La figura 3 muestra una vista por encima de la placa 23 descrita en el modo de realización anterior y correspondiente a la figura 2. Esta placa 23 presenta unos vaciados 26 que tienen una forma elíptica. Esta forma elíptica resulta de la toma en consideración de la forma tubular de las fuentes de material 17 y de la inclinación de su eje principal 18 con respecto a la placa 23. El doble trazo 33 esquematiza el escalonado de la placa 23 en su centro, aparente en la figura 2.

20 Las fuentes de material 17 que tienen un eje principal 18 dispuestas en el segundo volumen 22 delimitado por la pared 23 y las fuentes 21 tales como una fuente de plasma o inyector de gas dispuestas en el primer volumen 25 son utilizadas en esta cámara de evaporación para obtener el crecimiento de capas de óxido, de nitruro o de semiconductores.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

- 5 1. Cámara de evaporación de materiales, que comprende una cámara de vacío (10), una primera unidad de bombeo (13) para bombear dicha cámara y unas fuentes de material, **caracterizada** porque:
- una pared (23) que puede asegurar una estanqueidad total o parcial al vacío, delimita en el seno de la cámara de vacío (10) un primer volumen (25) bombeado por dicha primera unidad de bombeo (13) y un segundo volumen (22) bombeado por una segunda unidad de bombeo (24),
 - 10 - algunas de dichas fuentes de material (17) que tienen un eje principal (18) están dispuestas en el segundo volumen (22) y otras fuentes (21) están dispuestas en el primer volumen (25),
 - dicha pared (23) presenta unos vaciados (26), estando cada vaciado (26) centrado sobre el eje principal (18) de una de las fuentes de material (17) que tiene un eje principal (18),
 - 15 y porque
 - la cámara comprende unos medios (27) para obturar o liberar cada uno de dichos vaciados (26), siendo dichos medios (27) controlados individualmente para proteger las fuentes de material (17) que tienen un eje principal de evaporación (18) no utilizadas.
 - 20
2. Cámara de evaporación según la reivindicación 1, **caracterizada** porque los medios (27) para obturar o liberar dichos vaciados (26) comprenden unos escudos.
- 25 3. Cámara de evaporación según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizada** porque cuando tiene lugar un crecimiento, el caudal, a través de los vaciados (26) liberados, de los elementos constitutivos de los materiales que vienen del primer volumen (25) es bombeado por la segunda unidad de bombeo (24).
- 30 4. Cámara de evaporación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada** porque la pared (23) que puede asegurar una estanqueidad total o parcial al vacío comprende una placa.
5. Cámara de evaporación según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizada** porque la primera unidad de bombeo (13) comprende una bomba primaria y una bomba secundaria.
- 35 6. Cámara de evaporación según una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizada** porque la segunda unidad de bombeo (24) comprende una bomba secundaria.
7. Cámara de evaporación según las reivindicaciones 5 y 6, **caracterizada** porque el primer volumen (25) y el segundo volumen (22) comprenden por lo menos un panel depósito (16, 26) de nitrógeno líquido.
- 40 8. Cámara de evaporación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizada** porque el segundo volumen (22) delimitado por la pared (23) está a una presión inferior a 10^{-7} Torr.
- 45 9. Cámara de evaporación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizada** porque la cámara de evaporación comprende unos medios de control (16) de la presión para medir independientemente la presión en el primer volumen (25) y el segundo volumen (22).
- 50 10. Cámara de evaporación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizada** porque las fuentes de material (17) que tienen un eje principal (18) dispuestas en el segundo volumen (22) comprenden unas células con crisoles calentados por efecto Joule.
- 55 11. Cámara de evaporación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizada** porque las fuentes de material (17) que tienen un eje principal (18) dispuestas en el segundo volumen (22) comprenden unos cañones de evaporación (20) por bombardeo electrónico.
12. Cámara de evaporación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizada** porque las fuentes (21) dispuestas en el primer volumen (25) comprenden por lo menos una fuente de plasma.
- 60 13. Cámara de evaporación según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizada** porque las fuentes (21) dispuestas en el primer volumen (25) comprenden por lo menos un inyector de gas.

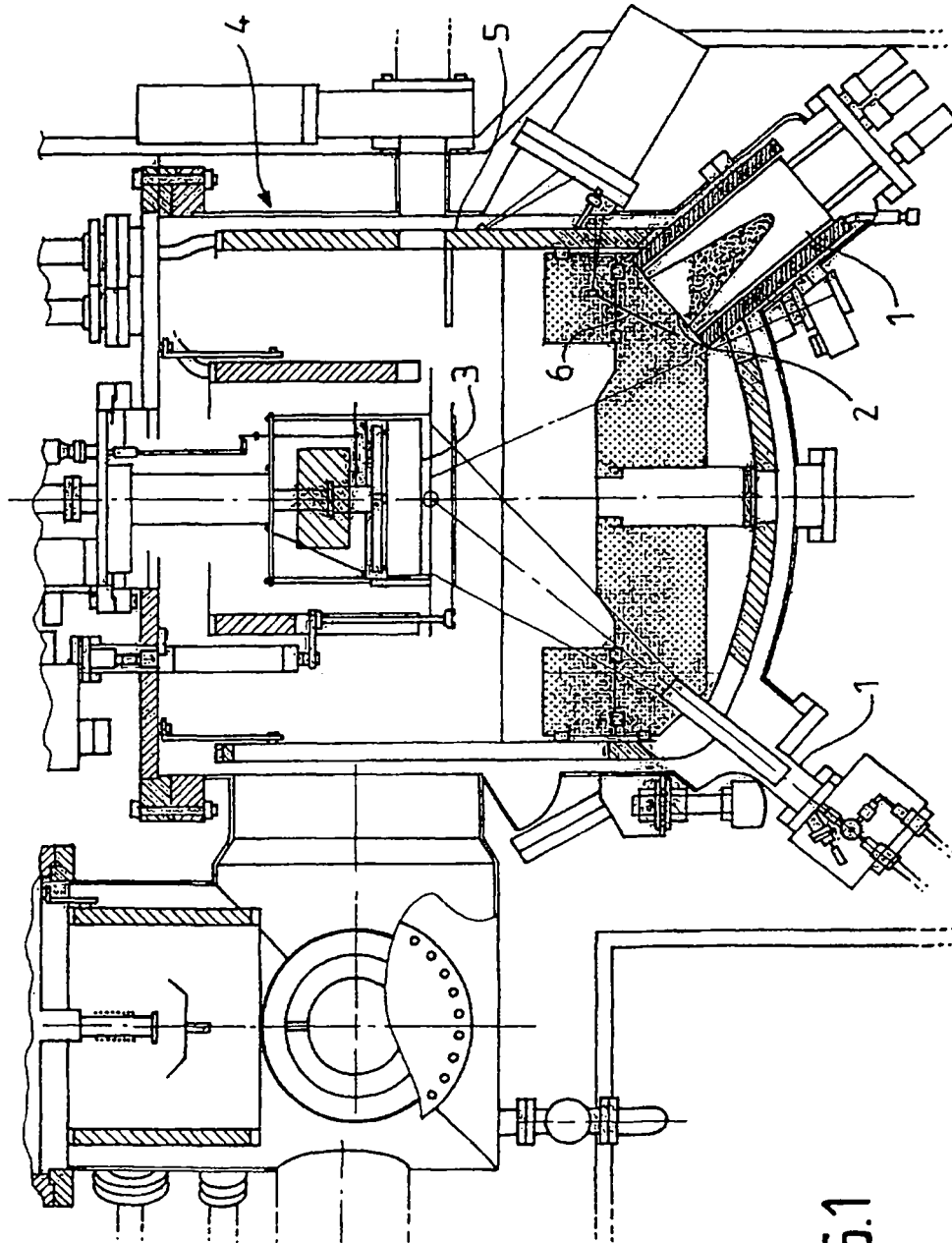


FIG.1

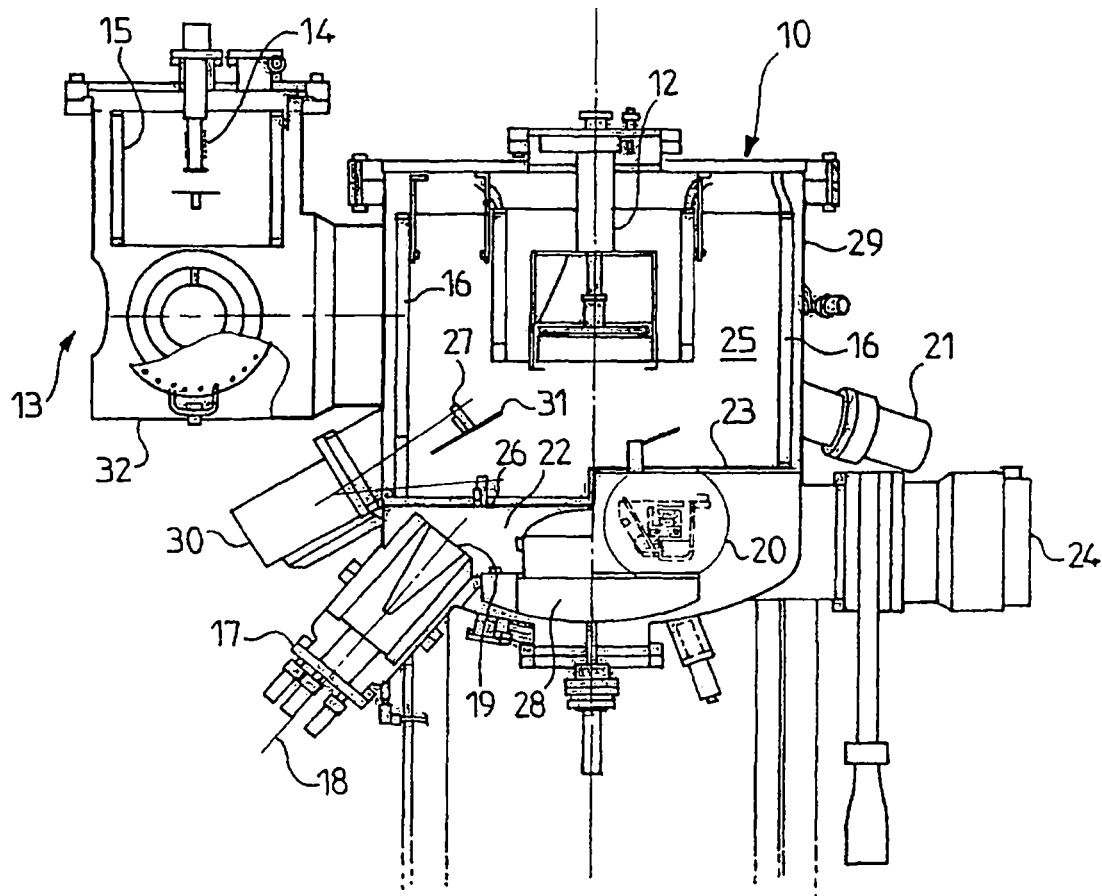


FIG. 2

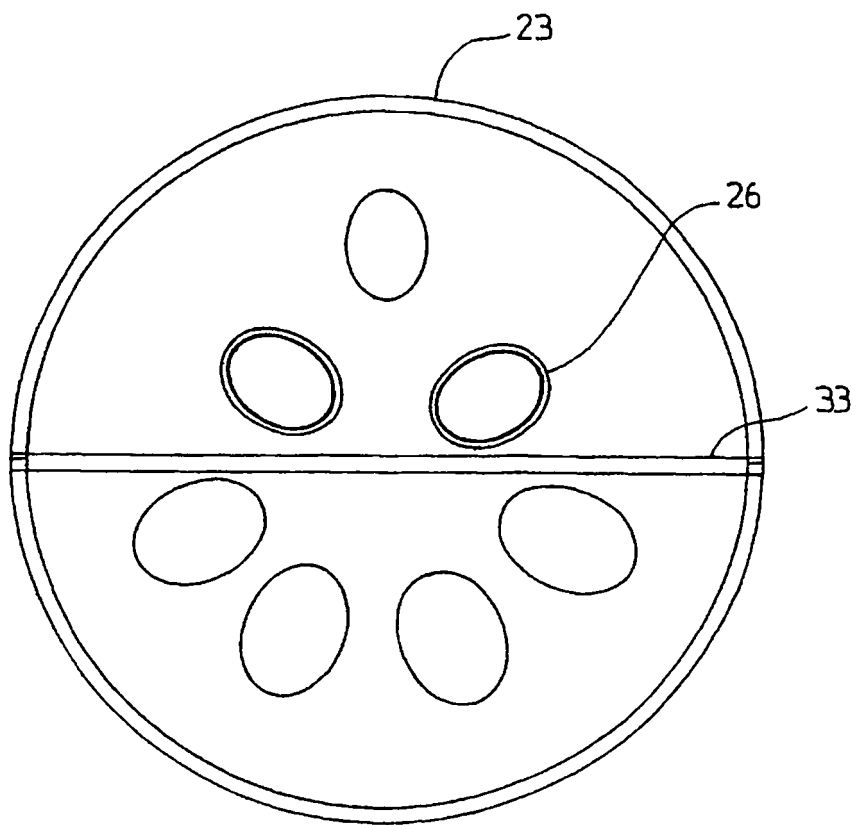


FIG. 3