



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

221231  
(11) (B1)

(51) Int. Cl.<sup>5</sup>  
C 23 C 13/00

(22) Přihlášeno 23 10 81  
(21) (PV 7772-81)

(40) Zveřejněno 15 09 82

(45) Vydáno 15 01 86

(75)

Autor vynálezu

GUROVIČ JĀN ing. CSc., PRAHA, POSPÍŠIL MILAN dr. CSc., ONDŘEJOV

(54) Způsob nanášení ochranné vrstvy na wolframové lodičky pro odpařování kovu

1

2

Způsob nanášení ochranné vrstvy na wolframové lodičky pro odpařování kovu řeší problém netoxického nanášení nitridové vrstvy křemíku na tyto lodičky určené pro odpařování kovů a slitin s odpařovací teplotou nad 1000 °C. Po dočištění lodičky odpařováním ve vakuové peci se na vyhřátou lodičku přivede plynná směs známých reakčních látek, které na povrchu lodičky vytvoří ochrannou vrstvu nitridu křemíku o tloušťce od 0,1  $\mu\text{m}$  do 2  $\mu\text{m}$ . Po zastavení přívodu reakčních látek do prostoru vakuové pece se lodička vyhřeje na teplotu 1200 °C až 1500 stupňů Celsia v časovém rozmezí od 1 do 60 min., načež následuje její pozvolné ochlazení. Výhodou způsobu je skutečnost, že při vytváření ochranné vrstvy z nitridu křemíku odpadá nebezpečí narušení pracovního prostředí jedovatými výpary plynů jako je tomu u dosud známých způsobů s použitím nitridu nebo karbidu bóru. Způsob nanášení ochranné vrstvy podle vynálezu může být výhodně použit v oblasti mikroelektroniky, především v oboru výzkumu a výroby polovodičů, v oblasti strojírenství v oboru namáhání kovových předmětů vysokými teplotami a v oblasti chemie u předmětů vystavených korozivnímu účinku.

Vynález se týká způsobu nanášení ochranné vrstvy na wolframové lodičky pro odpařování kovu nebo slitin ze skupiny kovů zahrnující nikl, kobalt, křemík, niklchrom apod., které vyžadují odpařovací teploty nad tisíc stupňů Celsia.

Je známo, že pro vakuové napařování materiálů, které reagují s těžkotavitelnými kovy, se používají způsoby okamžitého odpaření, při kterém se malé množství odpařované látky vrhne na rozpálenou lodičku, nebo odpařování z kelímku, při kterém je vsázka roztažena buď ohřevem z vnějšku, nebo elektronovým paprskem. Zmíněný způsob odpařování elektronovým paprskem za použití elektronového děla je velmi náročný z hlediska provozu, neboť nárokuje poměrně nákladné zařízení vyžadující kvalifikovanou obsluhu, u něhož je nutno počítat s výskytem poruch a s poměrně velkou energetickou náročností.

Dalším známým způsobem, vhodným i pro výzkumná pracoviště, je pokrytí povrchu odpařovací lodičky tenkou vrstvou, která je nepropustná pro odpařovaný materiál a jejíž tepelný odpor je tak malý, že dovolí zahřátí odpařovaného materiálu na požadovanou teplotu. Pro vytvoření takové vrstvy na wolframových lodičkách je používán především karbid boru nebo nitridu boru.

Nedostatkem tohoto způsobu je skutečnost, že vyžaduje poměrně náročnou technologii přípravy se zřetelem na práci s vysoce toxickými látkami s použitím poměrně nákladného jednoúčelového depozičního zařízení umístěného obvykle v samostatné laboratoři, které je nutno přizpůsobit bezpečnostním podmínkám.

Výše uvedené nedostatky odstraňuje podle vynálezu způsob nanášení ochranné vrstvy na wolframové lodičky pro odpařování kovu, při němž se wolframové lodičky předem podrobují chemickému čištění. Podstata způsobu spočívá v tom, že wolframová lodička se vloží do vakuové pece a při teplotě v rozsahu 900 až 1500 °C a tlaku v rozsahu 13,33 až 0,13 Pa se provede dočištění odpařováním. Nato se teplota sníží na teplotu depoziace nitridu křemíku a na vyhřátou lodičku se přivede plynná směs známých reakčních látek, například silanu a čpavku, které na povrchu wolframové lodičky vytvoří ochrannou vrstvu nitridu křemíku o tloušťce od 0,1 μm do 2 μm. Potom se přívod reakčních látek do prostoru vakuové pece zastaví a wolframová lodička se vyhřeje na

teplotu v rozsahu od 1200 °C do 1500 °C po dobu 1 až 60 min., načež následuje pozvolné ochlazení wolframové lodičky.

Výhodou způsobu podle vynálezu je, že výroba vrstev nitridu křemíku je levná a zavedená v každé organizaci zabývající se výzkumem, vývojem nebo výrobou polovodičových prvků, což umožňuje pokrývat bez dalších investic již zhotovené lodičky ochrannou vrstvou pro napařování niklu, kobaltu, křemíku a různých slitin, například niklchromu apod., se zárukou vysoké čistoty napařovaných vrstev. Přitom je možno použít jednu wolframovou lodičku zhotovenou tímto způsobem opakovaně několikrát. Vytvoření ochranného povlaku z nitridu křemíku je možno provádět na komerčních zařízeních používaných v polovodičové technice využitím známých technologických postupů. Napařování uvedených kovů je možno provádět na vakuových zařízeních s odporovým topením. Důležitou výhodou je, že při vytváření ochranného povlaku z nitridu křemíku odpadá nebezpečí narušení pracovního prostředí jedovatými výpary plynů, jako je tomu při přípravě nitridu nebo karbidu boru.

Při praktickém provádění způsobu podle vynálezu se zpracovává současně řada wolframových lodiček pro odpařování kovu, které se nejprve podrobí mechanickému a chemickému čištění vytvářením v horkém louhu. Nato se wolframové lodičky vloží do vakuové pece a při teplotě 1200 °C a tlaku 0,13 Pa se provede jejich dočištění odpařením nežádoucích příměsí z kovu, například kyslíčnicku wolframu, nebo přímo jiných kovů, případně kysličníků těchto kovů, po dobu 60 min. Potom se teplota v peci sníží na 900 °C a do pece se přivede reakční směs silanu a čpavku a při tlaku 66,5 Pa se provede depoziace nitridu křemíku na povrch wolframových lodiček. Snížený tlak v reakční atmosféře pece vytváří podmínky, aby se vrstva nitridu křemíku vytvořila i ve vnitřní části lodičky. Depozice se ukončuje při dosažení vrstvy o tloušťce 1 μm. Zjištění tloušťky vrstvy se určuje podle rychlosti depoziace. Nato se zastaví přívod reakčních plynů do pece, která se evakuuje na tlak 0,13 Pa, a wolframové lodičky se ještě jednou vyhřejí na teplotu 1200 °C po dobu 30 min. Účelem tohoto posledního vyhřátí je dosažení dodatečného zhutnění nitridu křemíku a odstranění pnutí ve vrstvě. Potom se wolframové lodičky zvolna ochlazují na pokojovou teplotu, při jejímž dosažení je celý postup ukončen.

## PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob nanášení ochranné vrstvy na wolframové lodičky pro odpařování kovu, při němž se wolframové lodičky předem podrobují chemickému čištění, vyznačený tím, že wolframová lodička se vloží do vakuové pece a při teplotě v rozsahu 900 až 1500 °C a tlaku v rozsahu 13,33 až 0,13 Pa se provede dočištění odpařováním, načež se teplota sníží na teplotu depozice nitridu křemíku, na vyhřátou lodičku se přivede plynná směs

známých reakčních látek, které na povrchu wolframové lodičky vytvoří ochrannou vrstvu nitridu křemíku o tloušťce od 0,1  $\mu\text{m}$  do 2  $\mu\text{m}$ , načež se přívod reakčních látek do prostoru vakuové pece zastaví a wolframová lodička se vyhřeje na teplotu v rozsahu od 1200 °C do 1500 °C po dobu 1 až 60 minut, načež následuje pozvolné ochlazení wolframové lodičky.