



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA LOTTA ALLA CONTRAFFAZIONE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

DOMANDA NUMERO	101999900771899
Data Deposito	05/07/1999
Data Pubblicazione	05/01/2001

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
H	01	L		

Titolo

PROCEDIMENTO E APPARECCHIATURA PER LA FORMAZIONE DI STRATI PIANI DI SILICE VETROSA MEDIANTE L'USO DI UNA TORCIA A PLASMA AD ACCOPPIAMENTO INDUTTIVO.
--

Descrizione dell'invenzione avente per titolo:

"Procedimento e apparecchiatura per la formazione di strati piani di silice vetrosa mediante l'uso di una torcia a plasma ad accoppiamento induttivo"

a nome CSELT - Centro Studi e Laboratori Telecomunicazioni S.p.A., Via G. Reiss Romoli 274, 10148 Torino, nazionalità italiana.

Inventori: Cristina PANCIATICH

Domanda N.

99A 000578

Depositata il

5 LUG. 1999

CSELT
Centro Studi e Laboratori Telecomunicazioni S.p.A.

==.==.==.==.==.

La presente invenzione si riferisce alla fabbricazione di componenti per reti di telecomunicazioni ottiche, e più in particolare riguarda un procedimento e un'apparecchiatura per la deposizione di strati piani di silice vetrosa, destinati alla realizzazione di guide ottiche integrate, mediante l'uso di una torcia a plasma ad accoppiamento induttivo.

Una tecnica comunemente usata per la deposizione di strati planari di silice, pura o drogata con ossidi - in particolare ossido di germanio - destinati alla realizzazione di guide ottiche integrate è la cosiddetta deposizione per idrolisi a fiamma (comunemente indicata con la sigla FHD, dalle iniziali di Flame Hydrolysis Deposition), descritta in particolare nell'articolo "Silica waveguides on silicon and their application to integrated-optic components", Optical and Quantum Electronics, n. 22 (1990), pagg. 391-416.

Secondo questa tecnica si depositano su una piastrina di silicio o di silice uno strato di polverino di silice destinato a formare lo strato sottostante la guida vera e propria (noto come buffer o undercladding) e uno strato di silice drogata con TiO_2 o GeO_2 destinato a formare il nucleo della guida, utilizzando come sorgente di calore

una torcia in cui la fiamma è alimentata con H_2 e O_2 . Successivamente alla deposizione occorre poi procedere alla deidratazione e alla vetrificazione del polverino. L'uso di questa tecnica presenta inconvenienti legati all'alimentazione con H_2 e O_2 necessaria per dare origine alla fiamma: infatti, è facile che negli strati depositati restino dei gruppi ossidrilici, che provocano un aumento dell'attenuazione del dispositivo ottico integrato finale: pertanto si rende necessaria una fase di deidratazione del polverino e ciò rende l'operazione lunga e perciò costosa.

In molti campi, tra cui la fabbricazione di fibre ottiche, è anche noto utilizzare come sorgente di calore torce a plasma, in cui si portano allo stato di plasma gas come argon, ossigeno, azoto o aria o loro miscele. E' stato proposto l'uso delle torce a plasma sia per la filatura della fibra, sia per la deposizione degli strati di silice durante la fabbricazione della preforma. Quest'ultima applicazione è descritta p. es. in EP-A 693865, EP-A 727392 o nel documento "Modelling, Project and Numerical Simulation of an Inductively Coupled Plasma Torch for the Deposition of High Purity SiO_2 " presentato da G. Cocito e altri al GEC 1995 Meeting of The American Physical Society. Le torce a plasma garantiscono un riscaldamento uniforme e, dati i gas utilizzati, non danno origine a gruppi ossidrilici.

EP-A 693865 e il documento di G. Cocito e altri descrivono inoltre l'uso, per la fabbricazione di preforme, di torce a plasma ad accoppiamento induttivo: rispetto a torce che utilizzano condensatori per creare il campo elettrico necessario alla generazione del plasma, queste presentano il vantaggio di non richiedere elettrodi che possono venire corrosi dal plasma, dando origine a impurità metalliche all'interno degli strati depositati. I due documenti riguardano essenzialmente la struttura della torcia e non forniscono indicazioni sull'apparecchiatura di deposizione in cui la torcia viene impiegata. In ogni caso gli insegnamenti relativi alla fabbricazione di una

preforma, che ha struttura cilindrica, non sono applicabili direttamente o con modifiche ovvie per il tecnico alla fabbricazione di strati piani.

Lo scopo della presente invenzione è quello di fornire un procedimento e un'apparecchiatura per la deposizione di strati di silice, pura o drogata con un opportuno drogante, su un bersaglio piano.

Più in particolare, il procedimento secondo l'invenzione per la formazione di strati di silice vetrosa, pura o drogata, su un bersaglio animato da un movimento di va e vieni in una direzione perpendicolare all'asse della torcia prevede l'uso, come sorgente di calore, di una torcia a plasma ad accoppiamento induttivo, ed è caratterizzato dal fatto che si iniettano reagenti allo stato di vapore in atmosfera libera, nella coda di un plasma ottenuto da gas a pressione sostanzialmente corrispondente alla pressione atmosferica.

L'apparecchiatura per realizzare il procedimento comprende una torcia a plasma (1) ad accoppiamento induttivo come sorgente di calore, mezzi per fornire alla torcia i gas destinati a creare il plasma, sorgenti di reagenti per la formazione dei materiali da depositare, e mezzi per conferire al bersaglio un movimento di va e vieni in una direzione perpendicolare all'asse della torcia, ed è caratterizzata dal fatto che le sorgenti dei reagenti destinati a formare i materiali degli strati depositati sono collegate a un ugello disposto in modo da introdurre detti reagenti nella coda del plasma, in atmosfera libera, e forniscono a tale ugello reagenti allo stato vapore, e i mezzi per fornire alla torcia i gas destinati a creare il plasma sono atti a fornire tali gas a una pressione sostanzialmente corrispondente alla pressione atmosferica.

A maggior chiarimento si fa riferimento ai disegni allegati, in cui:

- la fig. 1 è una rappresentazione schematica dell'apparecchiatura che realizza il procedimento;

- le figure 2 - 4 sono schemi che illustrano le posizioni relative della torcia e della piastrina su cui si depositano gli strati, e
- la fig. 5 è uno schema dei collegamenti delle sorgenti dei gas di alimentazione del plasma e dei gas di reazione,

Con riferimento alla fig. 1, si è indicata con 1 la torcia al plasma che serve da sorgente di calore per la deposizione di strati di vetro di silice pura o drogata con ossido di germanio, a partire da reagenti in fase vapore. La torcia 1 è una torcia ad accoppiamento induttivo in cui la scarica avviene in gas (tipicamente Ar e/o O₂) che vengono iniettati a pressioni prossime alla pressione atmosferica. La bocca della torcia si trova in atmosfera libera. Le caratteristiche di una torcia di questo tipo sono descritte nel documento di G. Cocito e altri citato sopra.

Il substrato è costituito da una piastrina piana 2, p. es. di silice pura, portata da un sistema di supporto 3 tale da disporre la piastrina 2 al di sopra della torcia 1, centrata rispetto all'asse della torcia (si veda anche la fig. 2, dove con 1A è indicato il tubo di confinamento e con 1B il plasma). Il supporto vantaggiosamente comprende un braccio di vetro 4 collegato a una slitta micrometrica 5 che ne consente la traslazione secondo un movimento di va e vieni rispetto alla torcia 1, come indicato dalla freccia F1. Per la deposizione e la vetrificazione potranno essere necessarie diverse passate del supporto sulla torcia 1. Vantaggiosamente il sistema di comando della slitta è tale da consentire spostamenti a velocità diverse a seconda della fase di lavoro: in particolare, si sono rivelate adatte velocità tali da far sì che una corsa completa avvenga in un tempo che può essere compreso fra circa 1 minuto e qualche minuto. Il braccio 4 e la slitta 5 sono montati su una torretta 6 spostabile verticalmente, come indicato dalla freccia F2, in modo che la piastrina 2 possa essere disposta a distanza diversa dalla torcia 1 durante la fase di deposizione e quella di

vetrificazione: in particolare, durante quest'ultima, la piastrina 2 potrà essere avvicinata alla torcia 1, come si vede da un confronto tra le figure 3 (relativa alla fase di deposizione) e 4 (fase di vetrificazione).

Per l'alimentazione dei gas di processo, un primo condotto 7 porta alla torcia argon di confinamento mentre un secondo condotto 8 porta Ar e/o O₂ richiesti per la formazione del plasma. Le portate di Ar e O₂ sono controllabili individualmente, in modo che sia possibile utilizzare come gas di plasma una miscela di questi due gas in qualsiasi percentuale, a partire da argon puro durante la fase di accensione della torcia, fino all'ossigeno puro impiegato durante le deposizioni.

I reagenti (tipicamente SiCl₄ e GeCl₄, supponendo un eventuale drogaggio con Ge, e O₂) sono forniti in fase vapore tramite una linea 23 all'interno di una corrente di O₂ di trascinamento, e sono introdotti nel plasma utilizzando un ugello 9 disposto in modo che il flusso di vapori arrivi nella coda del plasma: l'ugello 9 è disposto immediatamente a monte della torcia 1, con riferimento alla direzione di spostamento della piastrina, ed è portato da un supporto indicato nel suo complesso con 10, che consente di regolarne la posizione e l'orientamento rispetto alla bocca della torcia 1.

La figura 5 illustra con maggiori dettagli il sistema di alimentazione dei gas. Ar e O₂ sono portati, attraverso rispettive linee 11, 12, ai flussimetri di massa 13 - 18 per il controllo individuale dei flussi di Ar e O₂ per la torcia 1 (flussimetri 13 - 15), e dei flussi di O₂ di reazione e di trasporto dei reagenti (flussimetri 16 - 18). I reagenti, p. es. SiCl₄ e GeCl₄, sono contenuti a loro volta in contenitori 19, 20 (tipicamente bottiglie Drechsler) da cui sono fatti evaporare e introdotti attraverso rispettive linee di trasporto 21, 22 nella corrente.

L'uso di Ar e/o O₂ e l'utilizzo di reagenti in fase vapore, quindi molto puri, garantisce, purché si operi in atmosfera controllata, che non si formino gruppi ossidrilici

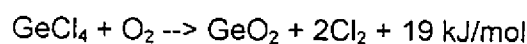
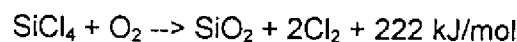
negli strati depositati. E' quindi possibile eliminare la fase di deidratazione della silice depositata. Inoltre, come detto, l'uso di una torcia ad accoppiamento induttivo presenta il vantaggio di non richiedere elettrodi che possono venire corrosi dal plasma dando origine a impurità all'interno degli strati depositati. Lavorando a pressione atmosferica tutte le particelle all'interno del plasma hanno sostanzialmente la stessa temperatura (condizioni di equilibrio termico locale) che, in prossimità della coda del plasma (dove vengono iniettati i reagenti), è sostanzialmente uguale alla temperatura di fusione della silice. In questo modo si rende possibile depositare direttamente silice vetrosa sul substrato.

Si descriverà ora la formazione di uno strato vetroso con l'impiego dell'invenzione. In tale formazione si possono distinguere, concettualmente, tre fasi successive:

CSELT
Centro Studi e Laboratori Telecomunicazioni S.p.A.

- 1) sintesi della silice;
- 2) deposizione di uno strato di polverino di silice, eventualmente drogato (che coincide praticamente con la fase di sintesi);
- 3) consolidamento e vetrificazione dello strato.

Il processo di sintesi della silice avviene, come detto, all'interno della coda del plasma che funge da sorgente termica. Una volta che i reagenti vengono iniettati in questa zona calda, hanno luogo le ben note reazioni esotermiche di ossidazione dei tetracloruri di silicio e del germanio, riportate qui di seguito:



Le particelle solide di SiO_2 e GeO_2 (se presente) formatesi, di dimensioni pari a circa 1-10 nm, si depositano sulla piastrina 2 sospesa sopra la bocca della torcia 1 sotto forma di un polverino bianco. La posizione della piastrina 2 rispetto alla bocca

della torcia 1 è tale da favorire una deposizione uniforme su di una zona la più ampia possibile, grazie anche al movimento orizzontale ottenuto con l'ausilio della slitta micrometrica 5. La stessa disposizione è mantenuta per la fase di consolidamento e vetrificazione del polverino, con l'unica differenza che la piastrina 2 può venire abbassata in modo da raggiungere temperature più elevate che favoriscano una più rapida ed efficace vetrificazione del polverino deposto.

Le condizioni operative per la torcia 1 e per i flussi di reagenti sono riportate nelle tabelle che seguono.

TABELLA 1: CONDIZIONI OPERATIVE DELLA TORCIA

m_{Ar}	0 sccm
m_{O_2}	100 - 350 sccm
M_{Ar}	1800 - 2100 sccm
P	1700 - 2300 W

(m = gas di plasma, M = gas di confinamento, P = potenza, sccm = standard centimetri cubi/minuto).

Le stesse condizioni operative sono mantenute sia durante la deposizione che durante la vetrificazione.

TABELLA 2: PORTATE DEI GAS REAGENTI NEL PROCESSO DI DEPOSIZIONE

A) deposizione di silice pura

gas	portate (sccm)
O ₂ principale	100
O ₂ + SiCl ₄	5 - 10

B) deposizione di silice drogata con GeO₂

gas	portate (sccm)
O ₂ principale	100

CSELT
Centro Studi e Laboratori Telecomunicazioni S.p.A.

$O_2 + SiCl_4$ 5 - 25

$O_2 + GeCl_4$ 5 - 15

Naturalmente, una volta completata la deposizione di uno strato, le operazioni possono essere ripetute identiche per la formazione di uno strato successivo.

E' evidente che quanto descritto è dato unicamente a titolo di esempio non limitativo e che varianti e modifiche sono possibili senza uscire dal campo di protezione dell'invenzione. In particolare, anche se nella descrizione si è fatto riferimento a una fase di deposizione e a una fase di vetrificazione, con un'opportuna scelta delle condizioni di reazione si possono eseguire le due fasi in una stessa passata, riducendo ulteriormente i tempi del processo.

CSELT
Centro Studi e Laboratori Telecomunicazioni S.p.A.

Rivendicazioni

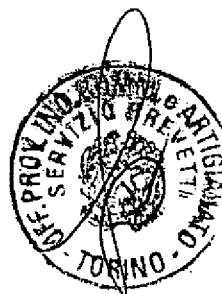
1. Procedimento per la formazione di strati di silice vetrosa, pura o drogata, su un bersaglio (2) mediante l'uso di una torcia a plasma (1) ad accoppiamento induttivo, il bersaglio essendo animato da un movimento di va e vieni in una direzione perpendicolare all'asse della torcia (1), caratterizzato dal fatto che, per la formazione di strati su un bersaglio planare (2), si iniettano reagenti allo stato di vapore in atmosfera libera, nella coda di un plasma ottenuto da gas a pressione sostanzialmente corrispondente alla pressione atmosferica.
2. Procedimento secondo la riv. 1, caratterizzato dal fatto che detto spostamento di va e vieni avviene con velocità scelte in un intervallo tale che il bersaglio compia un ciclo completo in un tempo compreso tra circa 1 minuto e circa 10 minuti
3. Procedimento secondo la riv. 1 o 2, caratterizzato dal fatto che il bersaglio (2) compie più passate davanti alla torcia (1).
4. Procedimento secondo una qualsiasi delle rivendicazioni precedenti, caratterizzato dal fatto che in una stessa passata si eseguono la deposizione di uno strato di silice e la sua vetrificazione.
5. Procedimento secondo una qualsiasi delle rivendicazioni da 1 a 3, caratterizzato dal fatto che il bersaglio si sposta in un piano posto a una prima distanza dalla bocca della torcia per una fase di deposizione, e a una seconda distanza, inferiore alla prima, per una fase di vetrificazione.
6. Apparecchiatura per la formazione di strati di silice vetrosa, pura o drogata, su un bersaglio, comprendente una torcia a plasma (1) ad accoppiamento induttivo, mezzi (7, 8, 13-15) per fornire alla torcia (1) i gas destinati a creare il plasma e sorgenti (19, 20) di reagenti per la formazione dei materiali da depositare, e mezzi (3, 5) per conferire al bersaglio un movimento di va e vieni in una direzione

perpendicolare all'asse della torcia (1), caratterizzata dal fatto che, per la deposizione di strati su un bersaglio planare (2), dette sorgenti (19, 20) di reagenti sono collegate a un ugello (9) disposto in modo da introdurre detti reagenti nella coda del plasma, in atmosfera libera, e forniscono a tale ugello reagenti allo stato vapore, e i mezzi (7, 8, 13-15) per fornire alla torcia (1) i gas destinati a creare il plasma sono atti a fornire tali gas a una pressione sostanzialmente corrispondente alla pressione atmosferica.

7. Apparecchiatura secondo la riv. 6, caratterizzata dal fatto che il bersaglio (2) è portato da un supporto (3, 4) atto a mantenere il bersaglio centrato rispetto all'asse della torcia durante detto movimento di va e vieni.
8. Apparecchiatura secondo la riv. 6 o 7, caratterizzata dal fatto che detto supporto (3, 4) è collegato a mezzi (6) per variare la distanza del bersaglio dalla bocca della torcia (1) tra una prima distanza, che il bersaglio (2) assume durante una fase di deposizione, e una seconda distanza, inferiore alla prima, che il bersaglio (2) assume durante una fase di vetrificazione.
9. Apparecchiatura secondo una qualsiasi delle rivendicazioni da 6 a 8, caratterizzata dal fatto che detto supporto comprende un braccio di vetro (4) collegato ai mezzi (5, 6) di spostamento orizzontale e verticale.

P.P. CSELT - CENTRO STUDI E LABORATORI TELECOMUNICAZIONI S.p.A.


(dr. Stefano CORNAGLIA)



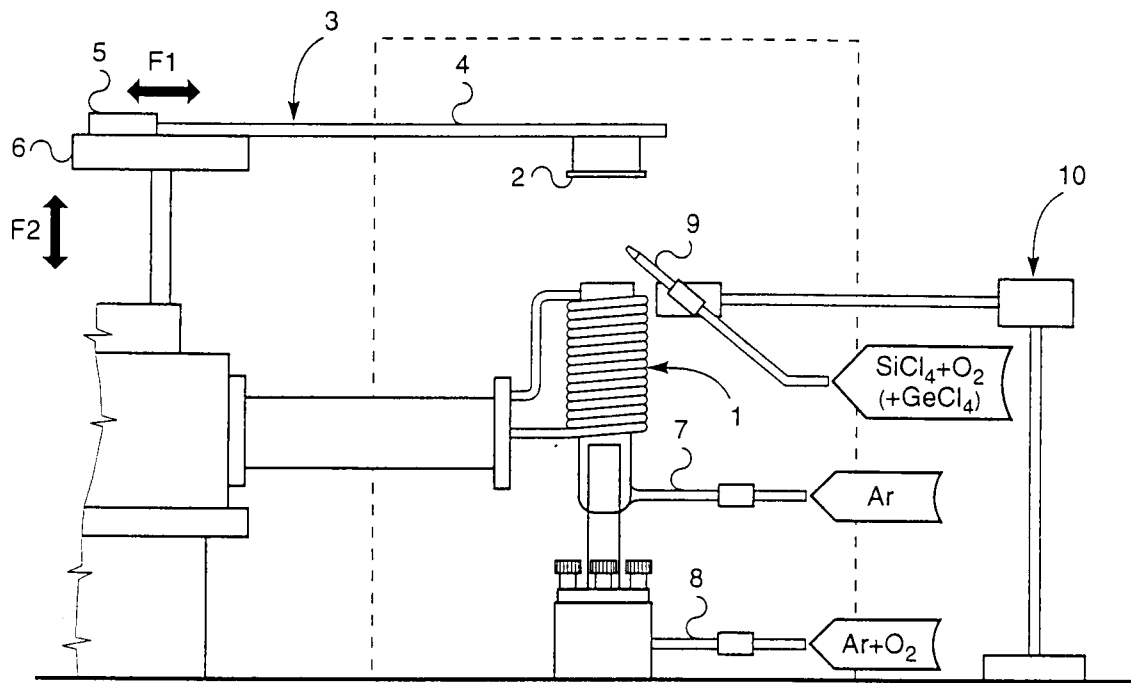


Fig. 1

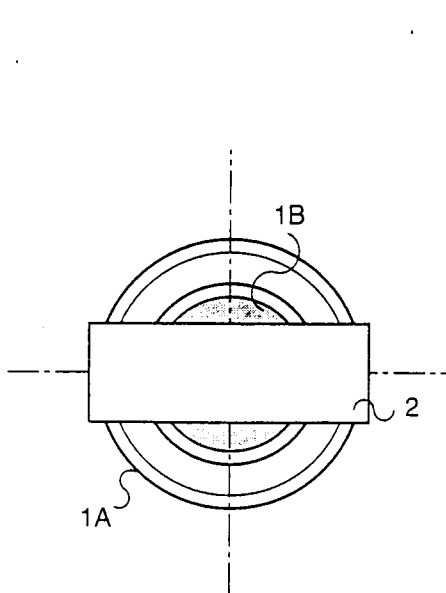


Fig. 2

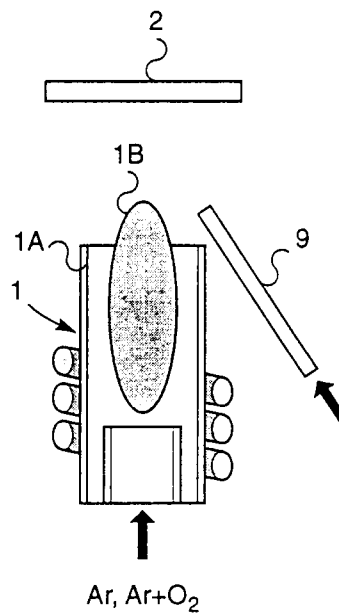


Fig. 3

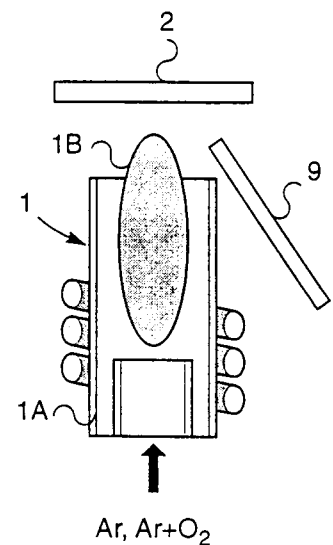
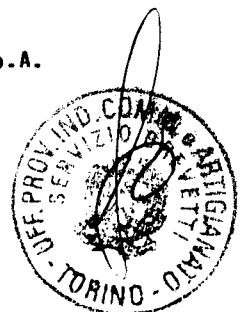


Fig. 4

P.P. CSELT - CENTRO STUDI E LABORATORI TELECOMUNICAZIONI S.p.A.

(dr. Stefano CORNAGLIA)



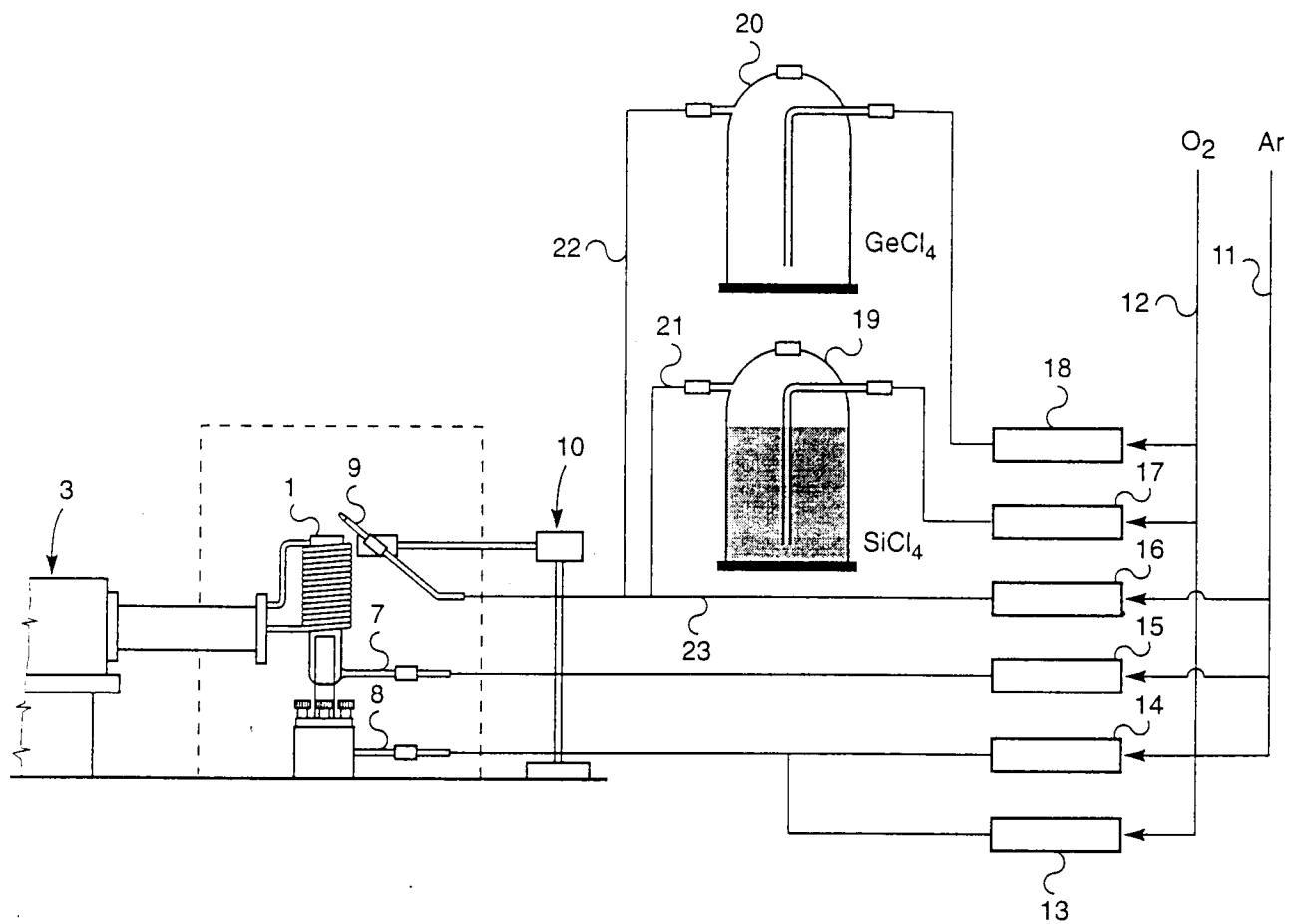


Fig. 5

P.P. CSELT - CENTRO STUDI E LABORATORI TELECOMUNICAZIONI S.p.A.

(dr. Stefano CORNAGLIA)

