

335297



MEMORIA DESCRIPTIVA  
para solicitar  
P A T E N T E D E I N V E N C I O N  
e n  
E S P A Ñ A  
por VEINTE años

a nombre de COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE, entidad francesa, establecida en 29, rue de la Fédération, Paris, Francia, por:

" DISPOSITIVO PARA LA OBTENCION DE CAPAS DELGADAS DE UN PRODUCTO DADO POR VAPORIZACION BAJO VACIO Y CONDENSACION SOBRE UN SOPORTE PASIVO "

=====

El presente invento (debido a los Srs. Igor Melnick y Bernard Prumiaux) se refiere a un dispositivo para la obtención de capas delgadas homogéneas de un producto dado por evaporación bajo vacío y condensación sobre un soporte pasivo.

5

La realización de capas delgadas sobre un soporte o sustrato presente un interes muy particular para la fabricación de ciertos componentes electrónicos y especialmente de condensadores y de depósitos resistivos. Ventajosamente



te, tales capas delgadas se obtienen por una evaporación bajo vacío de un cuerpo tal como el aluminio que, en forma metálica, es un buen conductor de la electricidad y que, en forma de alúmina u óxido  $Al_2O_3$ , constituye un dieléctrico de buena calidad.

5

En los procedimientos ya conocidos, se evapora en un recinto previamente puesto bajo vacío una cantidad conveniente de aluminio que se condensa sobre un soporte, actuando, o bien sobre la velocidad de evaporación y de condensación para obtener un depósito resistivo, o bien sobre esta última velocidad disminuyéndola ampliamente y sobre la atmósfera a muy baja presión que reina en el recinto introduciendo allí un oxidante conveniente tal como oxígeno o vapor de agua, para obtener un depósito dieléctrico. Ahora bien, la experiencia muestra que con una velocidad de evaporación muy reducida, del orden de algunos angstróm por segundo, el depósito de aluminio dieléctrico obtenido se presenta en forma de una película de estructura granulosa, que origina, en particular en el caso de condensadores en que esta película está colocada entre dos electrodos metálicos, cortocircuitos entre estos electrodos. Por el contrario, por una velocidad de evaporación mayor, el depósito es mas homogéneo, pero la transformación en alúmina del metal evaporado no es completa, lo que impide la obtención de una capa dieléctrica satisfactoria.

10

15

20

25

El presente invento tiene por finalidad paliar este inconveniente, permitiendo aumentar considerablemente la velocidad de evaporación del producto a condensar tanto para la obtención de un depósito metálico como en forma de óxido de este metal.

30

A este efecto, este procedimiento consiste en confinar



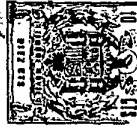
el producto vaporizado, antes de condensación, sobre un sustrato a temperatura regulable, en un espacio delimitado donde es admitido a presión y caudal dados un agente gaseoso de oxidación.

5 Se crea así entre la fuente y el sustrato en el trayecto directo seguido por las moléculas de vapor del producto, un contacto mas estrecho con el agente gaseoso de oxidación, lo que permite velocidades de evaporación mayores y conduce a la obtención de depósitos de óxido dieléctricos cuya granulación es considerablemente disminuida. Actuando ademas sobre el estado  
10 de superficie y sobre la temperatura del sustrato, siendo esta temperatura mas reducida durante depósitos de metal que durante depósitos de óxido, se reduce todavía el tamaño del grano de la película obtenida.

15 Para la puesta en práctica del procedimiento según el invento, se utiliza un dispositivo caracterizado porque incluye en combinación un recinto cerrado colocado bajo un vacio dado, un crisol de evaporación que contiene el producto a evaporar situado en la parte inferior del recinto, un sustrato colocado en un horno dispuesto en la parte superior del recinto en la  
20 vertical del crisol y una chimenea de forma general cilíndrica dispuesta en el trayecto de los vapores entre el crisol y del sustrato y provista de una llegada a presión y caudal regulable de un agente gaseoso de oxidación.

25 Ventajosamente y según otra característica, el dispositivo incluye, dispuesta en la proximidad del sustrato, una pantalla movible intercambiable que permite, por una parte, definir la forma geométrica de los depósitos, y por otra parte, realizar en el curso de un mismo ciclo de evaporación, los electrodos (o los contactos) y el dieléctrico (o la capa resistiva)  
30 de los condensadores (o de las resistencias), evitando la con-

335297



taminación de los depósitos entre cada etapa de la fabricación.

Dejando aparte estas disposiciones principales, el invento presenta diversas disposiciones secundarias de las cuales se hablará mas explícitamente despues, a través de la descripción que sigue de un ejemplo de realización del dispositivo y de varios ejemplos de puesta en práctica del procedimiento, dados a título indicativo y no limitativo.

En el dibujo, la figura unida es una vista esquemática en corte vertical de un dispositivo según el invento.

Como se ve en esta figura, este dispositivo incluye principalmente un recinto 1 formado por un cilindro o campana 2 de vidrio susceptible de ser obturado de manera estanca por su parte superior por una tapa 3 con interposición de una junta de estanqueridad 4. El interior del recinto 1 puede estar unida por una canalización 5 a un grupo de bombeo 6 que permite realizar en éste un vacío que, según el caso, puede variar entre  $10^{-3}$  y  $10^{-7}$  torr.

En el fondo del recinto 2 está dispuesto un crisol 7 de forma cónica de berilina, cuyo caldeo está asegurado por medio de una espiga 8 de tántalo unida por sus extremos a dos bornes 9 y 10 de alimentación de una corriente cuya intensidad puede alcanzar hasta 250 amperios. Tal crisol puede ser ventajosamente del tipo del que ha sido descrito y representado en la patente española número 307.847 a nombre del COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATOMIQUE.

En su parte superior, el recinto incluye un horno 11 representado muy esquemáticamente en el dibujo y que comprende un sistema de caldeo tal como un filamento eléctrico 12 para un soporte 13 o susstrato sobre el cual seran condensados los vapo-



res procedentes de la evaporación de un cuerpo 14 colocado en el crisol 7.

5 Como se ha indicado en el dibujo, el sustrato 13 se encuentra exactamente situado en el eje del crisol 7, pudiendo ser interrumpido el trayecto entre estos dos órganos parcialmente por medio de una pantalla 15 que incluye una abertura 16 y soportada por un brazo pivotante 17 que permite escamotear o poner en su sitio esta pantalla en el trayecto de los vapores.

10 Conforme al invento, el recinto 1 incluye montada entre el sustrato 13 y el crisol 7 en la parte central del recinto, una chimenea 18 de forma general cilíndrica provista de un conducto 19 que se prolonga por una canalización 20 que atraviesa de manera estanca la tapa 3 del recinto y que incluye una válvula de admisión 21 que permite introducir en el espacio delimitado exteriormente por la chimenea 18 un gas a presión muy reducida que constituye un agente de oxidación para las moléculas de vapor del producto 14.

20 De preferencia, el cuerpo a evaporar contenido en el crisol es aluminio, el sustrato 13 se realiza de vidrio, mientras que el agente de oxidación de los vapores de aluminio es vapor de agua. La temperatura del sustrato regulada por la resistencia 12 en el interior del horno 11, puede variar entre 200°C y 500°C, pudiendo estar comprendida la presión de admisión del vapor en el interior de la chimenea 18 entre  $10^{-3}$  y  $10^{-5}$  torr según la naturaleza del depósito a realizar.

25 El recinto 1 puede estar provisto además de cualquier medio apropiado no explícitamente representado, que permite efectuar un control de las velocidades de evaporación y de condensación, de la clase especialmente de un cuarzo oscilador.

30 Se describen a continuación dos ejemplos particulares



de puesta en práctica del procedimiento con ayuda del aparato de que se ha tratado mas arriba.

#### EJEMPLO 1

Se desea realizar sobre un sustrato de vidrio una capa delgada de una mezcla homogénea aluminio-alúmina, con vistas a obtener la formación de un depósito resistivo. Se procede en primer lugar al depósito sobre el sustrato de una subcapa de alúmina que permite mejorar la condición plana del soporte cuyo estado de superficie puede ser defectuoso. A este efecto, se evapora el metal, al mismo tiempo que se introduce en el recinto, en el interior de la chimenea, una cantidad conveniente de vapor de agua a baja presión. Después de la formación sobre el sustrato de la subcapa de alúmina, se purga la atmósfera del recinto y se condensa sobre el sustrato la capa de mezcla aluminio-alúmina, regulando la velocidad de evaporación en el crisol de tal manera que se obtenga un espesor de la capa aumentando aproximadamente  $5 \frac{\text{Å}}{\text{seg}}$ . Para una presión en el recinto de  $5 \cdot 10^{-5}$  torr, una temperatura del sustrato de  $200^{\circ}\text{C}$  y un espesor de la capa de metal del orden de  $800 \text{ Å}$ , se obtiene una capa resistiva cuya resistencia cuadrada es igual a  $1000 \Omega$  al cuadrado, siendo la resistividad igual a  $8000 \mu\Omega \text{ cm}$ .

Naturalmente, para cada caso particular, conviene establecer un compromiso entre las necesidades de una gran velocidad de evaporación, de un espesor importante del depósito y de una estructura tan poco granulosa como sea posible, debiendo conservar la capa resistiva una resistencia cuadrada elevada.

#### EJEMPLO 2

Se propone en este caso realizar un condensador cuyos electrodos son de aluminio y el dieléctrico de alúmina. Después de haber realizado, como en el ejemplo precedente, un depósito

335297



previo o subcapa de alúmina de un espesor del orden de 5000 Å<sup>o</sup> aproximadamente sobre el sustrato, se determina la formación de un primer electrodo metálico de 2000 Å<sup>o</sup> de espesor aproximadamente, luego se admite en la chimenea una presión suficiente de vapor de agua que actúa en relación estrecha con las moléculas de vapor de aluminio produciendo alúmina que se deposita sobre el sustrato condensándose allí. Hay que señalar que la disposición de la chimenea en el eje del crisol aumenta considerablemente el rendimiento de la oxidación. Realizada esta operación, se efectúa la formación del segundo electrodo metálico que se puede recubrir a su vez de una capa de alúmina de protección. En el curso de estas diversas operaciones, la pantalla amovible se utiliza en diversas posiciones con objeto de delimitar la geometría de las diversas capas y protegerlas unas de otras en el curso de las diversas fases de depósito.

Con una velocidad de evaporación de 15 Å<sup>o</sup>/seg y una presión en el interior del recinto igual a  $5 \cdot 10^{-4}$  torr, la capa dieléctrica realizada entre los dos electrodos del condensador, cuyo espesor puede estar comprendido entre 1500 y 4000 Å<sup>o</sup>, proporciona una capacidad del orden de 10.000 pF/cm<sup>2</sup> con un ángulo de pérdida comprendiendo entre 0,02 y 0,0005 a 55 kHz. Para la preparación de las diversas capas de tales condensadores, la temperatura del sustrato es igual a 100°C para los depósitos de alúmina y a 50°C para los depósitos metálicos de los electrodos después de la desgasificación del sustrato a 200°C durante una hora. Estos condensadores soportan sin perforación tensiones que van 60 a 100 voltios, siendo su tensión dieléctrica igual a 3 megavoltios/cm aproximadamente.

Naturalmente, el invento no se limita en absoluto a los ejemplos de realización mas especialmente considerados;

335297



abarca por el contrario todas sus variantes.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia el 18 de enero de 1.966 N<sup>o</sup> PV 46.341, se acoge a los beneficios del art<sup>o</sup> 51 del vigente estatuto sobre Propiedad Industrial.

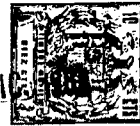
#### N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años son los siguientes:

1.- Dispositivo para la obtención de capas delgadas de un producto dado por vaporización bajo vacío y condensación sobre un soporte pasivo, caracterizado porque incluye en combinación un recinto cerrado colocado bajo un vacío dado, un crisol de evaporación que contiene el producto a evaporar situado en la parte inferior del recinto, un sustrato colocado en un horno dispuesto en la parte superior del recinto en la vertical del crisol y una chimenea de forma general cilíndrica dispuesta sobre el trayecto de los vapores entre el crisol y el sustrato y provista de una llegada a presión y caudal regulable de un agente gaseoso de oxidación.

2.- Dispositivo según la reivindicación 1, caracterizado porque una pantalla amovible está montada en la proximidad del sustrato para proteger los depósitos y definir su forma geométrica.

335297



3.- Dispositivo para la obtención de capas delgadas de un producto dado por vaporización bajo vacío, y condensación sobre un soporte pasivo.

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 1 DIC. 1958.  
P.A.

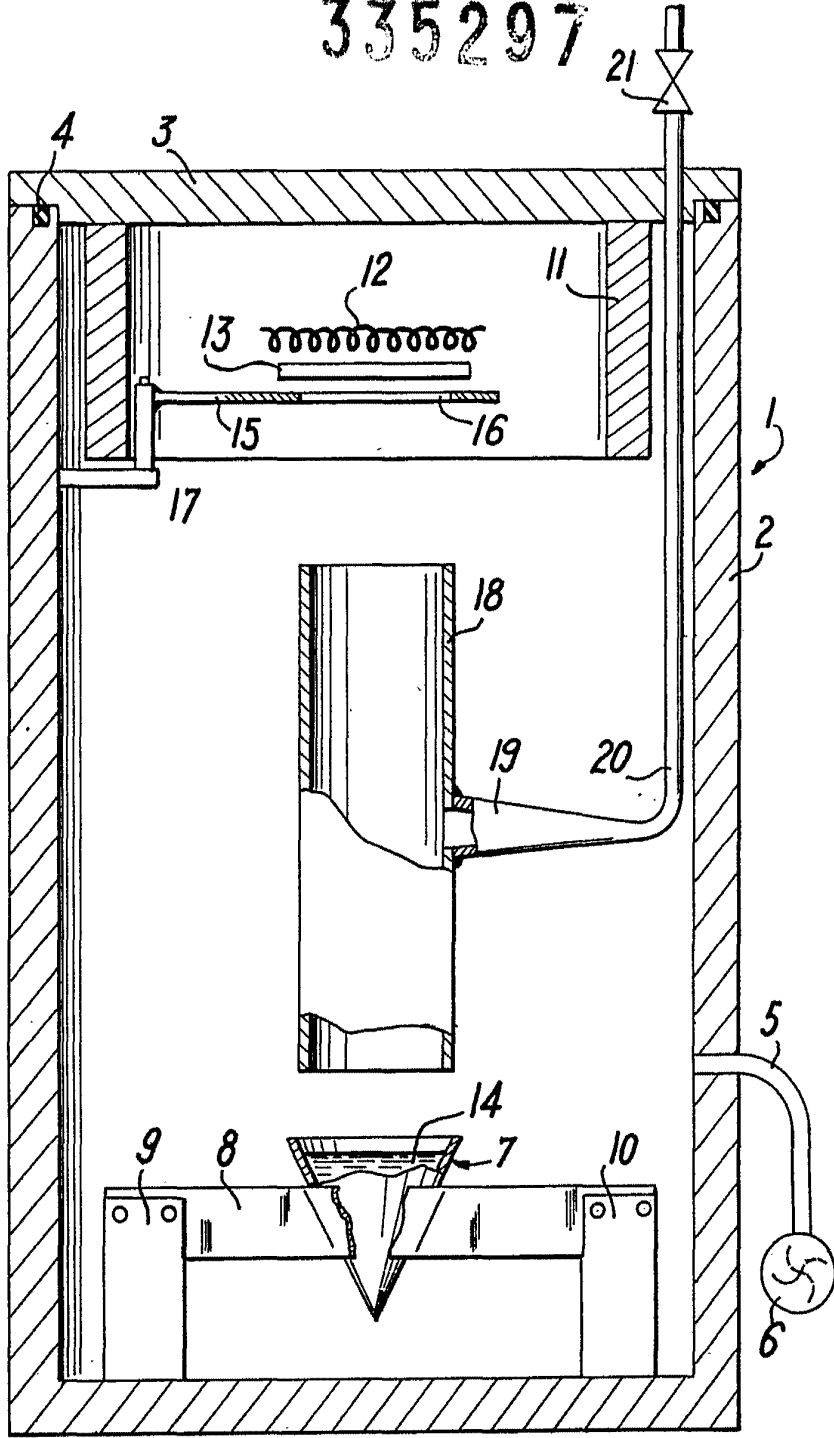
Alfredo A. Elizabari  
C/ P. de la

335297

TRR/.



335297



*Arts*