



**MINISTERO DELLE ATTIVITA' PRODUTTIVE**  
**DIREZIONE GENERALE PER LO SVILUPPO PRODUTTIVO E LA COMPETITIVITA'**  
**UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI**

**BREVETTO PER INVENZIONE INDUSTRIALE**

N. 01311129

Il presente brevetto viene concesso per l'invenzione oggetto della domanda sotto specificata:

<i>num. domanda</i>	<i>anno</i>	<i>C.C.I.A.A.</i>	<i>data pres. domanda</i>	<i>classifica</i>
000591	1999	BOLOGNA	04/11/1999	B01L

**TITOLARE** CONSIGLIO NAZIONALE DELLE RICERCHE A ROMA  
**INDIRIZZO** CONSIGLIO NAZIONALE DELLE RICERCHE  
VIA GOBETTI 101  
40100 BOLOGNA  
**TITOLO** REALIZZAZIONE DI UNA CELLA DI EFFUSIONE A  
TEMPERATURA UNIFORME A SINGOLO FILAMENTO  
**INVENTORE** MURGIA MAURO  
MEI PAOLO



Roma, 4 MARZO 2002

IL DIRIGENTE DELL'UFFICIO G7  
F.to ING. RICCARDO COPPO

PER COPIA CONFORME DELL'ORIGINALE

Consegnato il

## **Realizzazione di una cella di effusione a temperatura uniforme a singolo filamento**

### **Riassunto**

Viene trattata la realizzazione di una cella di effusione a singolo filamento da usare per la realizzazione di film sottili in sistemi da vuoto. Il filamento ha una forma e delle caratteristiche tali da indurre una temperatura sostanzialmente costante lungo l'asse del crogiolo della cella, per produrre un flusso uniforme di molecole con una buona stabilità nel tempo e superare problemi di ricondensazione e formazione di gocce sull'orifizio di uscita che ricadono nel materiale da evaporare.

### **SITUAZIONE**

Questa invenzione va inserita tra dispositivi e metodologie per creare flussi riproducibili, uniformi e ultra puri di molecole in vuoto utilizzando una cella di effusione. In particolare viene trattata l'invenzione di un dispositivo per produrre un flusso ultra puro di molecole utilizzando in una cella di effusione un filamento con delle caratteristiche tali da indurre una buona stabilità del flusso nel tempo. La deposizione di materiali organici per flusso da fasci molecolari (OMBD) è una tecnica che permette un preciso controllo dei parametri di deposizione. Per avere una buona crescita, è importante avere un flusso stabile, riproducibile e uniforme per ognuna delle specie di

molecole che andranno a costituire il film. Questo si ottiene attraverso l'uso di celle di Knudsen o di effusione. Una cella di Knudsen ideale è una cavità isoterma con un orifizio di uscita infinitesimale e pareti molto sottili. Le celle di effusione differiscono sostanzialmente dalle celle di Knudsen per il fatto che l'orifizio di uscita non è di dimensioni infinitesimali rispetto al diametro della cella, ma di dimensioni analoghe a quelle della cella stessa, al fine di aumentare la velocità di crescita. Nelle celle convenzionali, il materiale da evaporare, o carica di evaporazione, solido o liquido, è contenuto in una cella di materiale inerte riscaldato per via radiativa da un elemento resistivo o filamento. La temperatura viene mantenuta sotto controllo con un sistema a sensori di temperatura (almeno uno). Nelle celle convenzionali si ha una notevole perdita di calore in prossimità dell'apertura del crogiolo attraverso cui fuoriesce il flusso di molecole, con un conseguente calo della temperatura sull'orifizio o in prossimità, che induce un forte gradiente lungo l'asse del crogiolo. In determinate condizioni dipendenti dal livello di vuoto e dal materiale utilizzato per l'evaporazione, si può avere una ricondensazione all'uscita del crogiolo riducendone le dimensioni. Questo induce un forte cambiamento nella densità del flusso ad una data temperatura che può diminuire o modificare l'uniformità del film. Oppure possono formarsi degli aggregati di molecole che ricadono nel crogiolo sotto forma di gocce che vengono rimesse per reazione termodinamica sotto forma di microgocce che possono atterrare sul substrato

causando dei difetti. Per mantenere costante il flusso è necessario aumentare in continuazione la temperatura del filamento. Questo aumento può indurre l'aumento del fondo legato a gas attivi come l'azoto e il monossido di carbonio, che possono essere estremamente dannosi per il materiale da evaporare. In particolare con i materiali organici, in cui spesso è necessario evaporare materiali formati da lunghe catene di atomi, la ricondensazione può raggiungere livelli tali da occludere completamente l'apertura. Per superare questo inconveniente è necessario preparare delle celle in grado di mantenere la temperatura del crogiolo costante lungo il suo asse.

## **SOMMARIO DELL' INVENZIONE**

Il dispositivo presentato in questa invenzione è una cella di effusione a singolo filamento, in grado di generare un flusso di molecole riproducibile ed uniforme, e permette di superare i problemi associati al forte gradiente termico lungo l'asse del crogiolo, che induce una ricondensazione in prossimità dell'uscita del crogiolo e la formazione di gocce sull'orifizio di uscita che ricadono nel materiale da evaporare.

L'oggetto della presente invenzione include un crogiolo cilindrico, avente una parte aperta detta orifizio o apertura ed una parte chiusa, in grado di alloggiare la sostanza da evaporare, da un filamento collocato in modo da avvolgere il crogiolo, con una sezione nella parte alta del filamento, in corrispondenza delle curve e dei tratti immediatamente adiacenti, in prossimità della apertura del crogiolo, di dimensioni

minori rispetto alla sezione nella parte bassa del filamento, in corrispondenza della parte chiusa del crogiolo. Questo crea una zona a temperatura costante intorno all'asse lungo del crogiolo in quanto è la forma stessa del filamento ad indurre una maggiore densità di potenza nella parte alta dello stesso.

Il crogiolo, realizzato con materiali opportuni, inerti alle temperature di lavoro, e trasparenti rispetto alla radiazione infrarossa, deve essere in grado di sopportare forti stress termici e di contenere il materiale da evaporare senza che questi possa diffondere attraverso le pareti.

Il corpo del crogiolo viene inserito in una cavità a lui coassiale detta cilindro interno, almeno della medesima lunghezza del crogiolo, che lo isola meccanicamente dal filamento e dalla luce generata dal filamento stesso qualora il crogiolo sia in quarzo. Il materiale utilizzato per la preparazione di questa cavità cilindrica presenta una conducibilità termica molto elevata alle temperature di lavoro è facilmente lavorabile, non tossico, con una resistenza eccellente agli stress termici.

Il filamento è posto in modo da avvolgere in modo non induttivo l'intero corpo del cilindro interno, senza entrare in contatto con il crogiolo, ed è realizzato partendo da una lamina di materiale resistivo duttile, in modo da poter essere adattato alla forma del cilindro. Viene usato materiale refrattario di elevata purezza opportunamente sagomato.

Il crogiolo, il cilindro interno, il filamento, sono inseriti in un altro cilindro detto cilindro esterno. Anche questo cilindro è coassiale rispetto al tutto e della medesima lunghezza del cilindro interno. Nel cilindro esterno sono ricavate le sedi dei sensori di temperatura (almeno uno). La posizione dei fori in cui inserire i sensori di temperatura é tale da avere l'elemento sensibile ad una distanza del filamento identica alla distanza del filamento dalle pareti del crogiolo. I sensori di temperatura vengono inseriti nei fori realizzati all'interno delle pareti del cilindro esterno. Se sono due in posizione diametralmente opposta, tale da permettere una misura accurata della temperatura lungo l'asse del crogiolo. Per questa ragione sono inseriti ad una profondità tale da andare a campionare la temperatura del crogiolo vicino o in contatto con l'orifizio di uscita e vicino al fondo. La parte inferiore del crogiolo appoggia su un disco di supporto, di diametro uguale al diametro esterno del cilindro esterno. Questo disco serve anche da supporto per il filamento, che risulta costretto tra i due cilindri ed il disco inferiore. In questo sono ricavati anche i fori per l'alimentazione del filamento e dei sensori.

La parte superiore della cella viene chiusa con un anello di materiale inerte ed isolante elettricamente, con una buona conducibilità termica, di diametro esterno uguale al diametro esterno del cilindro esterno, di diametro interno uguale al diametro esterno del crogiolo.

Tutto il sistema descritto è inserito in uno schermo di calore che serve a non dissipare verso l'esterno della cella il calore prodotto dal

filamento. Esso avvolge la cella nella parte laterale, inferiore e superiore. Lo schermo laterale circonda il cilindro esterno. Esso è composto da una serie di fogli concentrici isolati termicamente. Il materiale utilizzato è un metallo refrattario inerte, facilmente saldabile con se stesso. La parte inferiore della cella è isolata termicamente mediante l'inserzione di schermi di calore in materiale refrattario, con una forma tale da coprire l'intera superficie del disco di supporto inferiore, fatti salvi i fori necessari per i collegamenti elettrici e per i sensori di temperatura. L'isolamento termico tra gli schermi avviene mediante bulinatura degli schermi e riposizionamento degli stessi con un angolo di sfasatura tra uno schermo ed il successivo tale da garantire un contatto per punti tra gli schermi. La parte superiore della cella è isolata termicamente da uno schermo di calore realizzato con anelli di materiale refrattario, con una forma tale da coprire l'intera superficie dell'anello superiore. Il filamento riscaldante è collegato elettricamente ad un alimentatore di potenza a bassa tensione. La temperatura della cella viene controllata mediante un sistema a feedback tra i sensori di temperatura, l'elemento riscaldante e l'alimentatore. La temperatura di lavoro della cella è compresa tra la temperatura ambiente e 1000°C e può raggiungere per brevi periodi 1200 °C dipendentemente dal materiale utilizzato per la realizzazione del crogiolo. L'intero gruppo di elementi descritti, comprensivo del crogiolo, il cilindro interno, il filamento, il cilindro esterno, il disco di supporto

inferiore, l'anello superiore, gli schermi laterali, gli schermi inferiori e quelli superiori, sono inseriti in un contenitore cilindrico detto involucro esterno, chiuso inferiormente e superiormente, fatto salvo un orifizio nella parte superiore per la fuoriuscita del materiale dal crogiolo, ed i fori per l'alimentazione e per i sensori di temperatura nella parte inferiore. L'involucro esterno della cella è realizzato con materiale duttile ed inerte alle temperature di lavoro, tipicamente acciaio inox, che garantisce una resistenza meccanica alla cella e funge anche da supporto per fissare l'intera cella ad un'opportuna staffa all'interno della camera di deposizione.

Tutti i materiali utilizzati sono stati scelti per la loro capacità di resistere alle alte temperature, di sopportare condizioni di ultra alto vuoto senza inquinare l'ambiente di crescita. L'intera cella descritta nella presente invenzione è adatta all'uso in sistemi MBE e OMBD commerciali. Con le sue caratteristiche, la presente invenzione permette di realizzare un flusso costante di molecole quando una carica di evaporazione posta nel crogiolo della cella viene inserito in un ambiente con una pressione atmosferica ridotta e il filamento viene collegato ad un alimentatore controllato con un sistema in reazione con i sensori di temperatura, inducendo una temperatura quasi costante lungo l'asse del crogiolo, evitando la ricondensazione del materiale in prossimità dell'orifizio di uscita, diminuendo il numero di difetti presenti in un substrato preparato con questa tecnica rispetto al

numero di difetti presente in un substrato preparato con una cella tradizionale.

## **DESCRIZIONE DETTAGLIATA DEGLI ELEMENTI**

### **(Fig.1, Fig.2)**

Il crogiolo 1, avente una parte aperta 20 ed una parte chiusa 21, è in grado di alloggiare la sostanza da evaporare. Esso è realizzato con materiali opportuni, inerti alle temperature di lavoro, e trasparenti rispetto alla radiazione infrarossa. Il crogiolo 1 deve essere in grado di sopportare forti stress termici e di contenere il materiale da evaporare senza che questi possa diffondere attraverso le pareti. Il filamento 2 è realizzato in materiale refrattario, partendo da una lamina di materiale puro. La forma dell'elemento riscaldante è tale da indurre nella parte alta del filamento 2 una maggiore densità di potenza e quindi un maggiore riscaldamento, in misura inversamente proporzionale ai rapporti tra le corrispondenti aree. In corrispondenza delle curve 3 nella parte alta del filamento 2, in prossimità della zona della cella in cui si ha l'apertura 20 del crogiolo 1 da cui fuoriesce il materiale, la lamina che lo costituisce ha una larghezza molto minore della larghezza della lamina in corrispondenza della parte bassa del filamento in prossimità della parte chiusa 21 del crogiolo. Il rapporto tra l'area della metà inferiore, esclusa la parte di filamento 2 utilizzato per i collegamenti elettrici, e l'area della metà superiore è almeno  $> 1,2$

Il filamento 2 viene avvolto a stretto contatto del cilindro interno 4, poco più lungo del filamento 2, e il tutto viene inserito nel cilindro esterno 5, lungo come il cilindro interno 4, con un diametro interno tale da permettere di misura il passaggio del filamento 2 avvolto attorno al cilindro interno 4.

Il cilindro interno 4 è realizzato in materiale fortemente conduttivo termicamente ed isolante elettricamente, inerte alle temperature di lavoro ed a contatto con i materiali circostanti

Il cilindro esterno 5 è realizzato in materiale fortemente conduttivo termicamente ed isolante elettricamente, inerte alle temperature di lavoro ed a contatto con i materiali circostanti. Lungo le pareti del cilindro esterno 5 sono ricavati due fori 6,7 per l'alloggiamento dei sensori di temperatura 17. Il primo foro 7 per alloggiare i sensori di temperatura 17 è collocato in prossimità della parte inferiore del cilindro esterno 5, il secondo foro 6 in prossimità della estremità superiore del cilindro esterno 5. Essi sono ricavati nello spessore della parete del cilindro esterno 5 in modo da permettere una misura corretta della temperatura.

Il disco inferiore 8 è realizzato in materiale fortemente conduttivo termicamente ed isolante elettricamente, inerte alle temperature di lavoro ed a contatto con i materiali circostanti Il diametro esterno del disco è uguale al diametro esterno del cilindro esterno 5. Nel disco sono ricavati i fori per i sensori di temperatura 17 e per l'alimentazione del filamento 2.

L'anello superiore 9 è realizzato in materiale fortemente conduttivo termicamente ed isolante elettricamente, inerte alle temperature di lavoro ed a contatto con i materiali circostanti. Il diametro esterno dell'anello è uguale al diametro esterno del cilindro esterno 5, il diametro interno maggiore del diametro del crogiolo. Lo schermo di calore laterale 10 è costituito da fogli di materiale refrattario, ognuno dei quali avvolto a formare un cilindro. Gli schermi sono disposti in modo coassiale l'uno dentro l'altro e tutti intorno al cilindro esterno 5. Lo schermo di calore inferiore 11 è costituito da dischi di materiale refrattario, con un diametro uguale a quello del cilindro esterno 5. In ogni schermo sono ricavate tre coppie di fori 18,19, in corrispondenza di quelle del disco inferiore 8.

Lo schermo di calore superiore 12 è costituito da anelli di materiale refrattario con una forma tale da coprire l'intera superficie dell'anello superiore 9.

L'involucro esterno 13, tipicamente ma non in modo esclusivo, è realizzato con un foglio d'acciaio inox avvolto su se stesso a formare un cilindro, detto involucro laterale 14. La parte inferiore dell'involucro laterale 14 è chiusa con un disco d'acciaio 15 saldata per punti allo stesso. La parte superiore dell'involucro laterale 14 è chiusa con un anello d'acciaio 16, di diametro interno maggiore del diametro del crogiolo.

## **RIVENDICAZIONI**

1. Una cella di effusione, comprendente un crogiolo, un elemento riscaldante detto filamento collocato in modo da avvolgere il crogiolo, un cilindro interno che separa il crogiolo dal filamento ed uno esterno che alloggia i sensori di temperatura e mantiene il filamento in posizione, un disco inferiore di supporto per il crogiolo ed il filamento, un anello superiore, uno schermo di calore, un involucro esterno, caratterizzata dal fatto che per la necessità di avere un maggiore riscaldamento della parte superiore dell'elemento riscaldante , in corrispondenza della parte aperta del crogiolo, al fine di assicurare una temperatura uniforme nell'intero volume del crogiolo, la sezione della parte superiore di detto filamento deve essere opportunamente minore della sezione della parte inferiore di detto filamento.
2. Una cella secondo la rivendicazione 1, caratterizzata dal fatto che quando detto filamento è alimentato la sua forma é tale da indurre nella parte alta del filamento una maggiore densità di potenza termica e quindi un maggiore riscaldamento, in misura inversamente proporzionale ai rapporti tra le corrispondenti aree.
3. Una cella secondo la rivendicazione 1, caratterizzata dal fatto che , al fine di assicurare una temperatura uniforme nell'intero volume del crogiolo, lo spessore di detto filamento è costante e la larghezza di detto filamento varia corrispondentemente, dalla parte superiore alla parte inferiore.

4. Una cella secondo la rivendicazione 1, caratterizzata dal fatto che detto filamento il rapporto tra l'area della metà inferiore, esclusa la parte di detto filamento utilizzato per i collegamenti elettrici, e l'area della metà superiore è  $> 1$ .

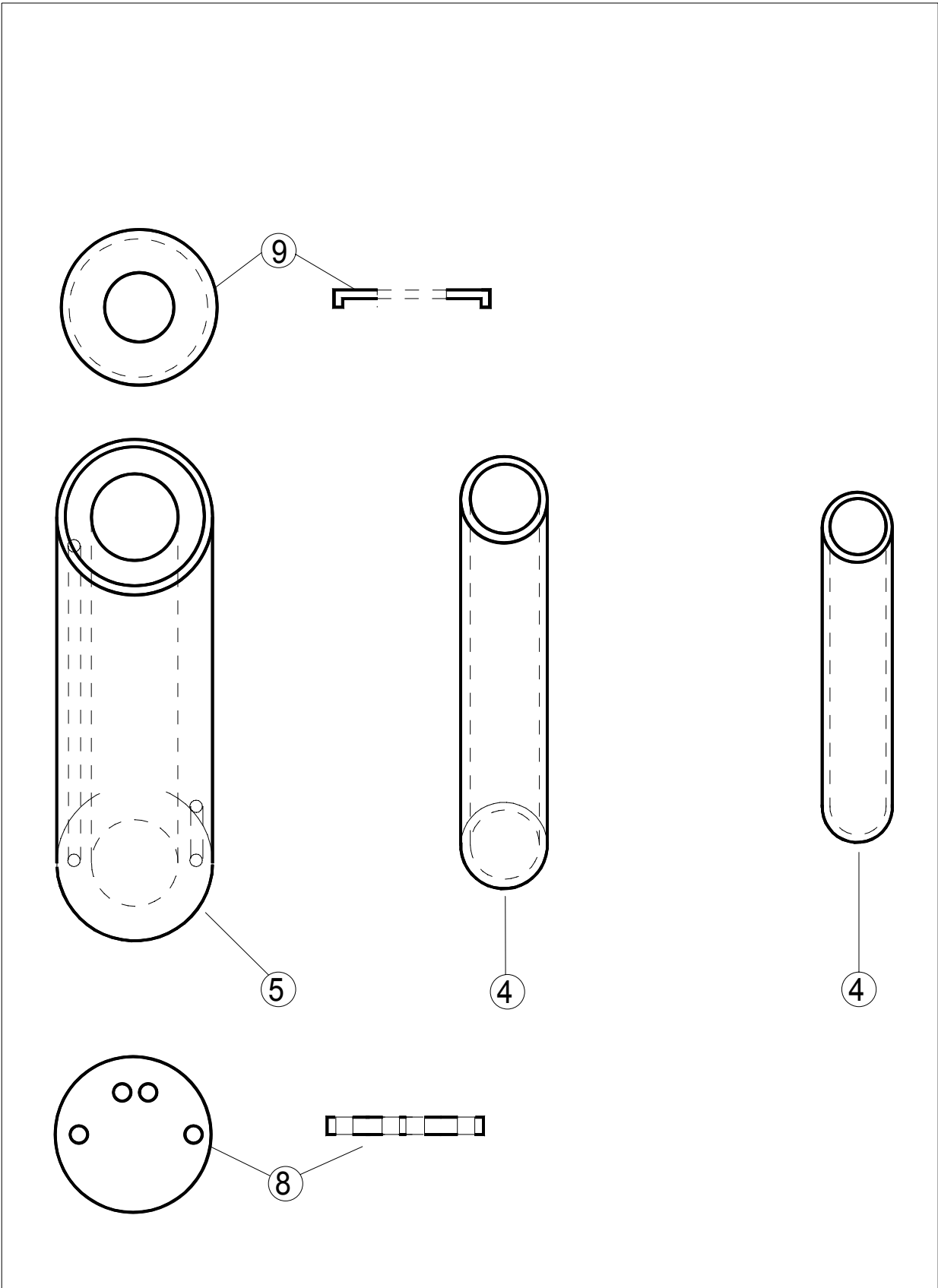


Fig.2

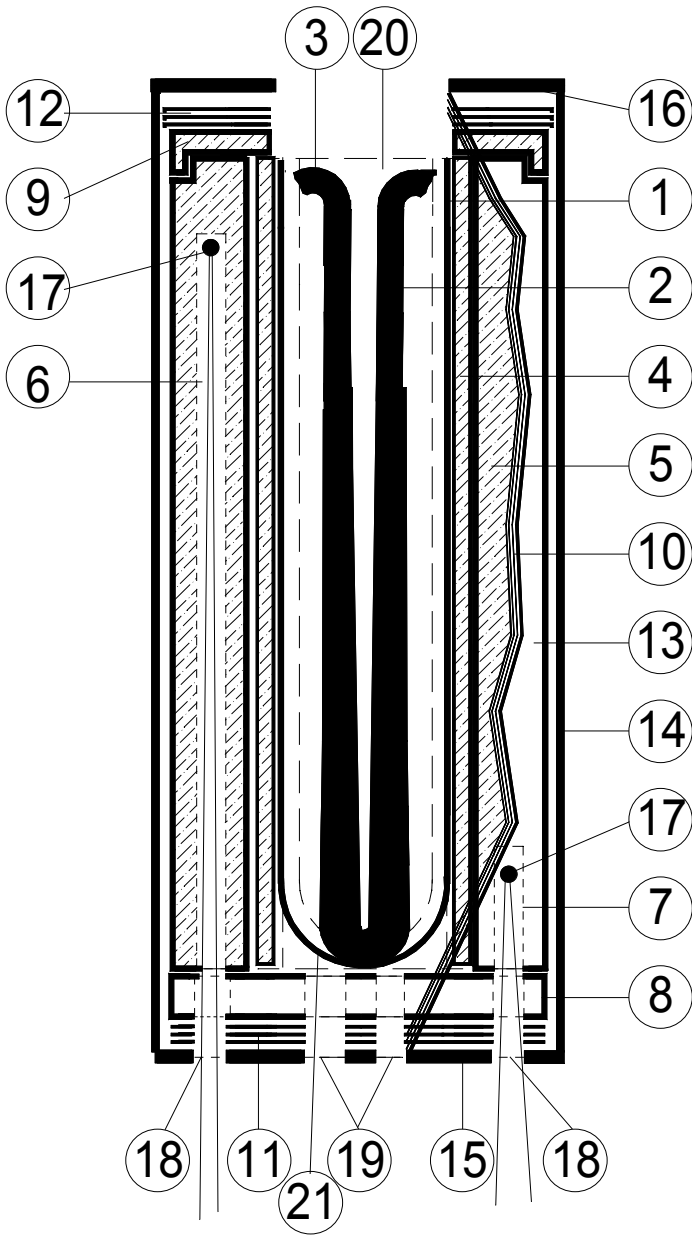


Fig. 1