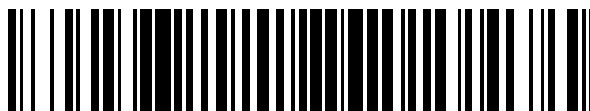


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 429 539**

51 Int. Cl.:

C30B 23/06 (2006.01)

C30B 29/54 (2006.01)

C23C 14/26 (2006.01)

C23C 14/24 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.12.2005 E 05824491 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.07.2013 EP 1825018**

54 Título: **Dispositivo de deposición al vacío con depósito de recarga y procedimiento de deposición al vacío correspondiente**

30 Prioridad:

07.12.2004 FR 0413025

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

15.11.2013

73 Titular/es:

**RIBER S.A. (100.0%)
31, rue Casimir Perier
95873 Bezons Cedex, FR**

72 Inventor/es:

**GUYAUX, JEAN-LOUIS;
STEMMELEN, FRANCK y
BOUCHAIB, PIERRE**

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 429 539 T3

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

Dispositivo de deposición al vacío con depósito de recarga y procedimiento de deposición al vacío correspondiente.

5 La presente invención se refiere al campo de la deposición al vacío. Se refiere más particularmente a la deposición al vacío de películas delgadas de material orgánico, por ejemplo para la fabricación de diodos electroluminiscentes a base de materiales orgánicos (OLED).

10 La estructura de una célula elemental de un dispositivo OLED está constituida por un apilamiento de capas orgánicas muy finas aprisionadas entre un ánodo transparente y un cátodo metálico. La fabricación de estas capas orgánicas se realiza mediante evaporación del o de los materiales que constituyen las capas y mediante deposición al vacío.

15 Uno de los problemas que plantea este procedimiento de fabricación es el de la introducción en un recinto al vacío que contiene el sustrato a tratar del material orgánico evaporado.

20 Un aparato conocido utilizado para realizar este procedimiento, descrito por ejemplo en la patente US nº 4.553.022, comprende una célula de efusión térmica constituida por un crisol que contiene el material orgánico a evaporar y un horno que permite el calentamiento del crisol. Esta célula de efusión térmica puede ser introducida en el recinto. El material contenido en el crisol se calienta entonces a una temperatura dada a la cual el material evaporado se escapa por el orificio del crisol hacia la superficie del sustrato, donde se deposita para formar una película delgada. Para interrumpir la operación de deposición de la película delgada, se interpone entre el crisol y el sustrato un protector que forma un obstáculo para el flujo de vapor. El material se depositará entonces sobre la superficie del protector o sobre las paredes interiores del recinto y, por consiguiente, ya no se puede utilizar.

25 Por otra parte, el horno de calentamiento del crisol se encuentra enfrente del sustrato en el recinto de vacío y el calor que emite corre el riesgo de dañar la película delgada depositada.

30 Por último, es necesario abrir el recinto para recargar el crisol y, por consiguiente, volver a poner este recinto al aire. Es necesario hacer lo mismo para intervenir sobre el horno que se encuentra en el recinto.

35 Existen en el campo técnico de la epitaxia por chorro molecular (MBE) unas patentes, tales como US nº 5.080.870 o US nº 5.156.815, que describen un aparato en el que el recinto principal que contiene el sustrato comunica con un recinto secundario adaptado para recibir un depósito que contiene el material a evaporar. Un tubo de inyección puede ser abierto o cerrado por una válvula. El recinto secundario y el depósito están provistos cada uno de tapas estancas respectivas que permiten un cierre hermético. El recinto secundario y el recinto principal están unidos por una brida estanca. Un dispositivo de calentamiento rodea el depósito, pero también el tubo de inyección.

40 Dicho aparato permite controlar el flujo de vapor por medio de la válvula dispuesta entre el depósito y el recinto principal.

45 No obstante, incluso en este caso, el depósito se puede recargar únicamente después de la apertura de la tapa estanca del recinto secundario, lo cual hace que el conjunto recinto secundario/recinto principal se encuentre puesto en contacto con el aire.

50 El documento EP 1 357 200 describe también un sistema de deposición al vacío que comprende un recinto adaptado para recibir un sustrato a tratar y a ser puesto al vacío y por lo menos un inyector para generar un chorro molecular de vapor de un material orgánico, comprendiendo dicho inyector un conducto que se encuentra en el interior de dicho recinto y que atraviesa una pared de inyección de dicho recinto para formar un terminal exterior adaptado para ser conectado herméticamente, de manera separable, a un medio de alimentación de material orgánico, caracterizado porque dicho medio de alimentación es una botella y porque dicho dispositivo de deposición comprende, a uno y otro lado de dicha pared de inyección, un dispositivo exterior de calentamiento que rodea dicha botella y un dispositivo interior de calentamiento, permitiendo una válvula regulable regular la conductancia del inyector que interviene en el interior del recinto. No obstante, el gollete no está adaptado para ser introducido en dicho terminal y el dispositivo interior de calentamiento no rodea dicho conducto.

55 La presente invención pretende evitar los inconvenientes de la técnica anterior proponiendo un dispositivo y un procedimiento que permitan producir unos vapores al vacío de materiales orgánicos y en los que se pueda recargar fácilmente un depósito de producto.

60 Con este fin, propone un dispositivo de deposición al vacío que comprende un recinto adaptado para recibir un sustrato a tratar y para ser puesto al vacío y por lo menos un inyector para generar un chorro molecular de vapor de un material orgánico, comprendiendo dicho inyector un conducto que se encuentra en el interior de dicho recinto y que atraviesa una pared de inyección de dicho recinto para formar un terminal exterior adaptado para ser conectado herméticamente, de manera separable, a un medio de alimentación de material orgánico, caracterizado porque dicho medio de alimentación es una botella cuyo gollete está adaptado para ser introducido en dicho terminal y porque

65

dicho dispositivo de deposición comprende, a uno y otro lado de dicha pared de inyección, un dispositivo exterior de calentamiento que rodea dicha botella y un dispositivo interior de calentamiento que rodea dicho conducto, permitiendo una válvula regulable regular la conductancia de inyector que interviene en el interior del recinto.

5 Este dispositivo permite una recarga de materiales orgánicos que se efectúa desde el exterior del recinto de vacío, no obligando la operación de recarga a poner el recinto de vacío en contacto con el aire. La capacidad de materiales orgánicos se puede ajustar cualquiera que sea el tamaño de la cámara.

10 Según otro aspecto de la presente invención, dicho conducto de dicho inyector está provisto de un dispositivo de calentamiento adaptado para impedir la deposición del material orgánico sobre dicho conducto.

Según otro aspecto de la presente invención, dicha válvula está provista de un dispositivo de calentamiento adaptado para impedir la deposición del material orgánico sobre dicha válvula.

15 Ventajosamente, dicho depósito amovible tiene una forma de botella con un cuerpo cilíndrico y un gollete cuyo extremo está adaptado para ser introducido en el extremo exterior de dicho conducto de dicho inyector.

20 Ventajosamente, dicho depósito amovible comprende, en el interior de su cuerpo cilíndrico, una pluralidad de aletas metálicas que se extienden radialmente entre la pared de dicho depósito y un tubo central que se extiende sobre la totalidad de la altura de dicho cuerpo cilíndrico.

Dicho dispositivo permite mejorar la transmisión del calor hacia el interior del depósito con el fin de evitar la acumulación del producto en la zona central del depósito.

25 Según otro modo de realización de la presente invención, dicho depósito amovible tiene un cuerpo cilíndrico de sección anular.

De esta manera, un dispositivo de calentamiento puede ser introducido axialmente por el fondo de dicho depósito. Ésta es otra manera de evitar la acumulación del producto en la zona central del depósito.

30 Ventajosamente, dicho depósito amovible está provisto de una válvula a nivel de su gollete.

35 Según otro aspecto de la presente invención, dicho conducto de dicho inyector es vertical y atraviesa el fondo de dicho recinto de vacío, extendiéndose dicho sustrato horizontalmente en una parte superior de dicho recinto.

Ventajosamente, dicho horno de calentamiento calienta dicho depósito con un gradiente de temperatura entre la base y el gollete de este depósito, entre el gollete y la válvula y entre la válvula y la embocadura interior del conducto.

40 La presente invención se refiere asimismo a un procedimiento de deposición al vacío que utiliza un dispositivo tal como se ha definido anteriormente, caracterizado porque comprende las etapas de recarga que consisten en:

- 45 cerrar dicha válvula;
- separar dicho depósito de dicho inyector;
- recargar dicho depósito;
- conectar dicho depósito a dicho inyector;
- abrir progresivamente la válvula;
- calentar dicho conducto;
- calentar dicha válvula; y
- 50 calentar dicho depósito.

La invención se comprenderá mejor con ayuda de la descripción, dada a continuación a título puramente explicativo, de un modo de realización de la invención, haciendo referencia a las figuras adjuntas, en las que:

55 la figura 1 es una vista esquemática de un dispositivo de deposición al vacío con depósito de recarga según la invención;

60 la figura 2 es una vista esquemática de modos alternativos de realización de depósitos de recarga para el dispositivo de la figura 1; y

la figura 3 es una vista esquemática que ilustra las diferentes etapas de recarga de un procedimiento de deposición al vacío según la presente invención.

65 La figura 1 representa esquemáticamente un dispositivo para la deposición al vacío de películas delgadas. Puede tratarse de deposición de materiales orgánicos o de materiales con fuerte tensión de vapor que se designará a continuación por el término de carga. Dicho dispositivo servirá, por ejemplo, para la fabricación de diodos

electroluminiscentes a base de materiales orgánicos (OLED). La carga es sólida en unas condiciones normales de temperatura y presión.

5 Este dispositivo comprende un recinto 1 adaptado para recibir un sustrato 2 que se extiende horizontalmente en una parte superior del recinto 1. El fondo del recinto comprende un compartimento de inyección 5 de forma cilíndrica abierto arriba sobre el recinto y cerrado abajo por una pared 141.

10 Una célula de inyección 3 está adaptada para inyectar en el recinto 1 una carga en forma de un chorro de vapor que se extiende sustancialmente en forma de un cono cuyas dimensiones son tales que el sustrato 2 forma sustancialmente la base de este cono.

15 La célula de inyección 3 comprende un inyector cilíndrico vertical que atraviesa la pared 141 del compartimento de inyección 5. El inyector puede estar montado de manera permanente sobre el recinto o de manera amovible, con el fin de permitir, en particular, su sustitución por otro inyector, por ejemplo para modificar las características de inyección. El conducto del inyector comprende una parte principal 110 que se extiende en el interior de dicho recinto y un terminal 120 que se extiende en el exterior de dicho recinto.

20 El conducto de inyector 110 tiene una forma adaptada a la generación de un chorro molecular que tiene la forma deseada. Este conducto puede estar terminado por una embocadura en forma de tronco de cono, de difusor extendido de tipo pomo o de farola o cualquier tipo de difusor conocido.

25 El terminal exterior 120 está adaptado para recibir el gollete 11 de un depósito amovible 10 de carga. La parte exterior 120 del conducto que forma el terminal está concebida para ser lo más corta posible en función de las tensiones de enganche del depósito 10.

Una válvula 20 está dispuesta en la parte interior 110 del inyector. Esta válvula está adaptada, en posición cerrada, para cerrar herméticamente el conducto.

30 La válvula 20 está montada deslizante en un alojamiento transversal con el fin de poder desplazarse perpendicularmente al eje del inyector entre una posición de cierre, en la que tapa totalmente el conducto de este inyector, y una posición de apertura. Esta válvula está mandada por un vástago 142 que se extiende transversalmente en el compartimento de inyección 5 y puede estar mandada por un mango que se encuentra en el exterior del recinto 1, estando la travesía del recinto asegurada a través de un dispositivo estanco 6.

35 La válvula 20 permite regular la conductancia del inyector, es decir, hacer variar de manera continua el caudal de moléculas. Ventajosamente, la válvula está pilotada por un motor que actúa sobre el vástago 142. Este motor puede estar subordinado a un controlador que, utilizando una señal procedente de un dispositivo de medición sensible al flujo de moléculas (balanza de cuarzo), ajusta la posición de la válvula con el fin de mantener el flujo de moléculas en un valor predeterminado por el operario. El pilotaje del motor de la válvula permite que un usuario obtenga unos perfiles de flujo de moléculas en función del tiempo predefinidos programando las posiciones sucesivas de la válvula.

45 El depósito amovible 10 de carga tiene globalmente la forma de una botella con un cuerpo cilíndrico 12 y un gollete 11 cuyo extremo está adaptado para ser introducido en el terminal 120 del inyector. El gollete está conectado de manera estanca al terminal del inyector de modo que, una vez instalado el depósito, el conducto del inyector esté aislado de la atmósfera exterior.

Ventajosamente, el gollete se puede roscar en el conducto del inyector.

50 La estanqueidad entre el gollete de la botella y el inyector está asegurada por una junta metálica.

55 Este depósito está fabricado en un material inerte químicamente frente al material orgánico y que puede soportar unas temperaturas entre -50°C y $+600^{\circ}\text{C}$ sin que se deforme o que sus cualidades de estanqueidad se vean afectadas. Este depósito 10 puede estar realizado en metal, grafito, vidrio, cuarzo, PBN, PG, alúmina o varios de estos materiales. Ventajosamente, el volumen útil de este depósito puede ir de 1 cm^3 a varios litros.

La superficie interior del depósito presenta una rugosidad muy pequeña.

60 La forma de este depósito es tal que presenta una superficie máxima para el calentamiento.

Ventajosamente, este depósito tiene un diámetro $D > 30\text{ mm}$ y la relación de la altura y el diámetro es superior a dos.

65 El depósito puede estar equipado, además de con un orificio de llenado, con una o varias entradas diferentes que permiten, por ejemplo, la introducción de un gas inerte o reactivo en la recarga y/o que permiten el bombeo del interior de la recarga.

Cuando el depósito está separado del inyector 110 y cerrado por un tapón 130, es estanco con respecto al exterior y puede conservar un vacío del orden de 10^{-8} torr sin bombeo durante 1 semana.

5 La figura 3 representa unos modos alternativos de realización del depósito 10. En todos estos modos de realización, la forma del extremo del gollete es idéntica de modo que cada uno de los depósitos representados puede ser instalado sobre el terminal del inyector 3. Un tapón 130 permite el cierre del depósito cuando no está montado sobre el inyector 3.

10 En un primer modo de realización 10A alternativo, una pluralidad de aletas metálicas 150 se extienden radialmente entre la pared 152 del depósito y un tubo central 151 que se extiende sobre toda la altura de dicho cuerpo cilíndrico.

Este dispositivo permite mejorar la transmisión del calor hacia el interior del depósito, de manera que se evita la acumulación del producto en la zona central del depósito.

15 En un modo de realización 10C, el depósito tiene un cuerpo cilíndrico de sección anular de modo que un alojamiento abierto hacia abajo 170 se extiende a lo largo de su eje. Un dispositivo de calentamiento puede ser introducido axialmente por el fondo con el fin de evitar la acumulación del producto en la zona central del depósito.

20 En un modo de realización 10B, una válvula 160 está instalada a nivel del gollete del depósito.

Evidentemente, las características de estos tres modos de realización se pueden conjugar sobre un mismo depósito.

25 Un horno amovible 50 permite calentar el depósito 10. Este horno está constituido por un cajón cerrado a nivel de su parte inferior y abierto a nivel de su parte superior. El diámetro interior de este horno es adecuado para acoger la botella 10 y para enmangarse sobre la pared exterior 140 del compartimento de inyección 5 de manera que se forma una cavidad cerrada que contiene la botella. Unos elementos calefactores integrados en las paredes de cajón del horno 50 están repartidos en el cajón con el fin de calentar las paredes del depósito 10 y la pared 140 del compartimento de inyección 5. Estos elementos calefactores son, por ejemplo, unas lámparas o unas resistencias calefactoras. El horno 50 comprende un dispositivo de medición de temperatura que permite medir la temperatura del depósito (termopar o sonda de platino). Los elementos calefactores del horno son alimentados en potencia por una alimentación independiente que puede ser regulada en temperatura por medio del dispositivo de medición de temperatura.

35 El horno amovible 50 tiene en particular la función de llevar la carga a la temperatura deseada para la generación del chorro molecular. Ventajosamente, esta temperatura está comprendida entre 50 y 600 grados.

El sistema de calentamiento 50 se encuentra completamente en el exterior del recinto 1 y es independiente de este último.

40 Según otro aspecto de la presente invención, el conducto de la parte interior 110 del inyector se calienta con ayuda de un dispositivo de calentamiento interior 30. Un elemento calefactor, por ejemplo un cable calefactor, rodea la superficie exterior del cilindro de inyector interior 110 y se extiende asimismo (por ejemplo en espiral) contra la superficie interior de la pared inferior 141 del compartimento de inyección 5. De esta manera, el inyector se calienta uniformemente desde su base a nivel de la travesía de tabique hasta su embocadura interior. Un medio de medición de la temperatura a nivel del extremo del inyector (termopar o sonda de platino) permite medir la temperatura a nivel de la embocadura interior del inyector. El elemento calefactor del inyector es alimentado en potencia con ayuda de una alimentación independiente que se puede regular en temperatura por medio del dispositivo de medición de temperatura.

50 Según otro aspecto de la presente invención, la válvula 20 se calienta con ayuda de un dispositivo de calentamiento de válvula 40 que interviene en el interior del compartimento de inyección 5. Un elemento calefactor, por ejemplo un cable calefactor, rodea el vástago de mando 142, transmitiéndose el calor al cuerpo de la válvula por conducción. Un dispositivo de medición de temperatura está instalado sobre el cuerpo de la válvula. El elemento calefactor de la válvula es alimentado en potencia con ayuda de una alimentación independiente que se puede regular en temperatura por medio del dispositivo de medición de temperatura.

60 El dispositivo de calentamiento 30 calienta las paredes del inyector de manera que la carga no se deposite sobre estas paredes, y el dispositivo de calentamiento 40 calienta la válvula 30 de modo que la carga no se deposite sobre esta válvula. Los dispositivos de calentamiento 30 y 40 son independientes uno de otro y del dispositivo de calentamiento 50.

Según un modo de realización alternativo contemplado, los dispositivos de calentamiento permiten también un enfriamiento de los diferentes elementos del inyector.

65 Según otro aspecto de la presente invención, los dispositivos de calentamiento 50, 40 y 30 calientan, respectivamente, el depósito, la válvula y el inyector de manera que haya un gradiente de temperatura entre la base

5 y el gollete del depósito, entre el gollete y la válvula y entre la válvula y la embocadura interior del inyector. Dicho de
otra forma, la temperatura de la base del depósito es inferior a la temperatura a nivel del gollete, siendo a su vez
inferior a la de la válvula e inferior a su vez a la de la embocadura interior del inyector. El control del gradiente está
asegurado por medio de las alimentaciones independientes de los tres medios de calentamiento asociados a unos
10 sensores de temperatura. Los elementos calefactores en el depósito 50 están dispuestos de manera que calienten
más la parte baja que la parte alta del depósito. Asimismo, la distribución de las longitudes de enrollamiento del
cable calefactor 30 se elige con vistas a proporcionar una distribución de potencia sobre la altura del inyector que
asegura este gradiente. El hecho de que el calentamiento del depósito permita calentar desde el exterior la
superficie exterior 140 de la pared inferior del compartimento de inyección 5 y que el calentamiento del inyector
15 permita calentar desde el interior la superficie interior 141 de esta misma pared permite garantizar la continuidad del
gradiente de temperatura del conducto del inyector entre el exterior y el interior.

La figura 3 representa esquemáticamente varias etapas de carga o de recarga en el marco de un procedimiento de
deposición al vacío. Estas etapas de carga o de recarga intervienen mientras que el recinto 1 está al vacío, cerrando
15 la válvula 20 el orificio del inyector.

REIVINDICACIONES

1. Dispositivo de deposición al vacío que comprende un recinto (1) adaptado para recibir un sustrato (2) a tratar y para ser puesto al vacío y por lo menos un inyector (110) para generar un chorro molecular de vapor de un material orgánico, comprendiendo dicho inyector (110) un conducto que se encuentra en el interior de dicho recinto y que atraviesa una pared de inyección (141) de dicho recinto para formar un terminal exterior (120) adaptado para ser conectado herméticamente, de manera separable, a un medio de alimentación de material orgánico, caracterizado porque dicho medio de alimentación es una botella (10) cuyo gollete (11) está adaptado para ser introducido en dicho terminal (120), y porque dicho dispositivo de deposición comprende, a uno y otro lado de dicha pared de inyección (141), un dispositivo exterior de calentamiento (50) que rodea dicha botella y un dispositivo interior de calentamiento (30) que rodea dicho conducto, permitiendo una válvula (20) regulable regular la conductancia del inyector que interviene en el interior del recinto.
2. Dispositivo de deposición al vacío según la reivindicación 1, caracterizado porque dicha válvula (20) de dicho inyector (110) está provista de un dispositivo de calentamiento (40) adaptado para impedir la deposición del material orgánico sobre dicha válvula.
3. Dispositivo de deposición al vacío según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicho depósito amovible (10) puede ser llenado con material orgánico sólido, puesto al vacío y cerrado por un tapón (130) de manera que conserve un vacío del orden de 10^{-8} torr durante una semana.
4. Dispositivo de deposición al vacío según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicha botella (10A) comprende una pluralidad de aletas metálicas (150) que se extienden radialmente entre la pared (152) de dicho depósito y un tubo central (151) que se extiende sobre la totalidad de la altura de dicho cuerpo cilíndrico.
5. Dispositivo de deposición al vacío según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicha botella (10C) tiene un cuerpo cilíndrico de sección anular.
6. Dispositivo de deposición al vacío según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicha botella (10B) está provista de una válvula (160) a nivel de su gollete.
7. Dispositivo de deposición al vacío según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicho conducto de dicho inyector (110) es vertical y atraviesa el fondo de dicho recinto de vacío (1), extendiéndose dicho sustrato (2) horizontalmente en una parte superior de dicho recinto.
8. Dispositivo de deposición al vacío según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicho horno de calentamiento (50) calienta dicha botella (10) con un gradiente de temperatura entre la base y el gollete (11) de esta botella, entre dicho gollete (11) y dicha válvula (20) y entre dicha válvula (20) y la embocadura interior de dicho inyector (120).
9. Procedimiento de deposición al vacío que utiliza un dispositivo según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque comprende las etapas de recarga que consisten en:
- cerrar dicha válvula (20);
 - separar dicha botella (10) de dicho inyector (110);
 - recargar dicha botella (10);
 - conectar otra botella (10) a dicho inyector (110);
 - abrir progresivamente la válvula (20);
 - calentar dicho conducto (113) de dicho inyector (110);
 - calentar dicha válvula (20); y
 - calentar dicha otra botella (10).

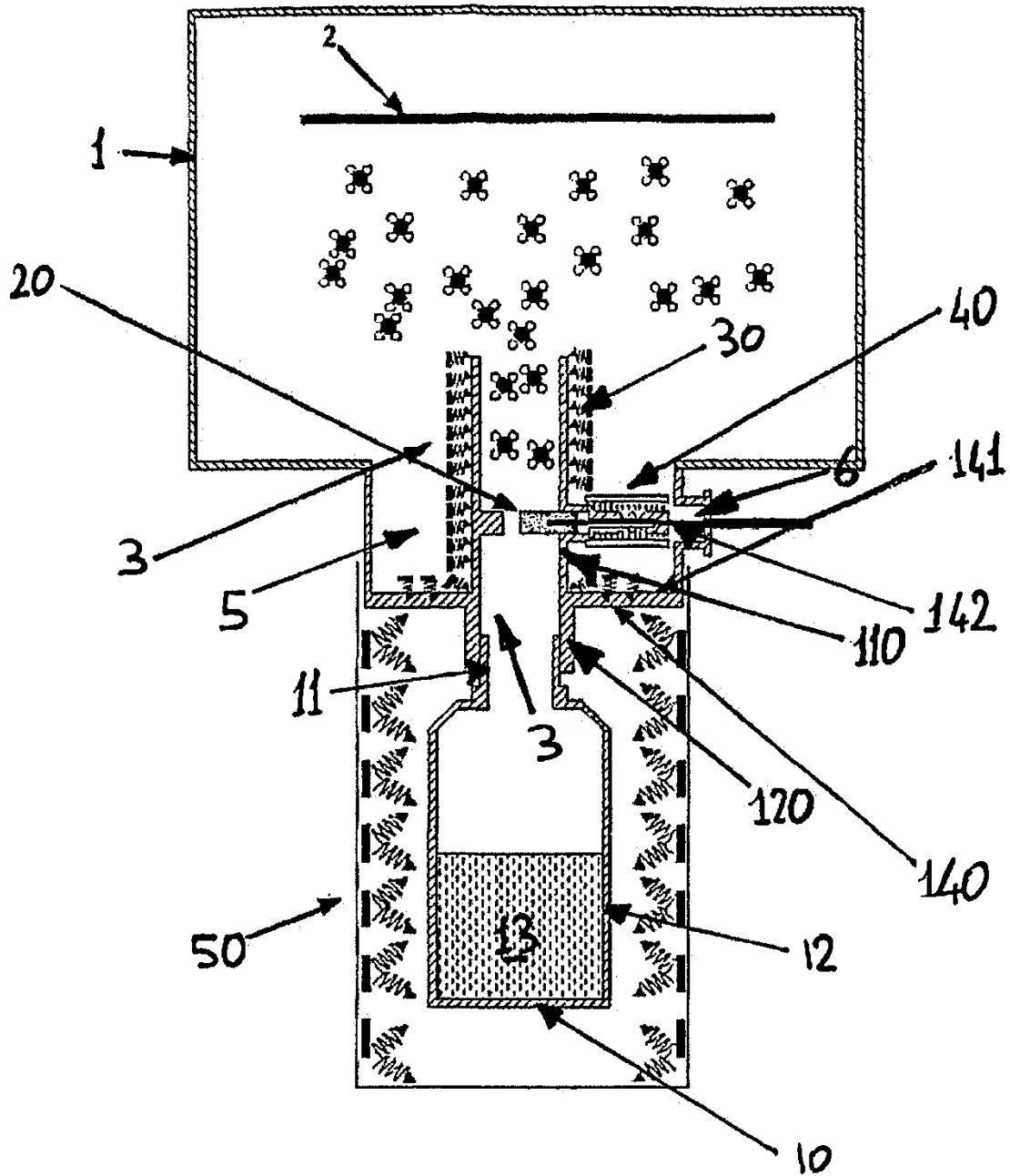


FIG. 1

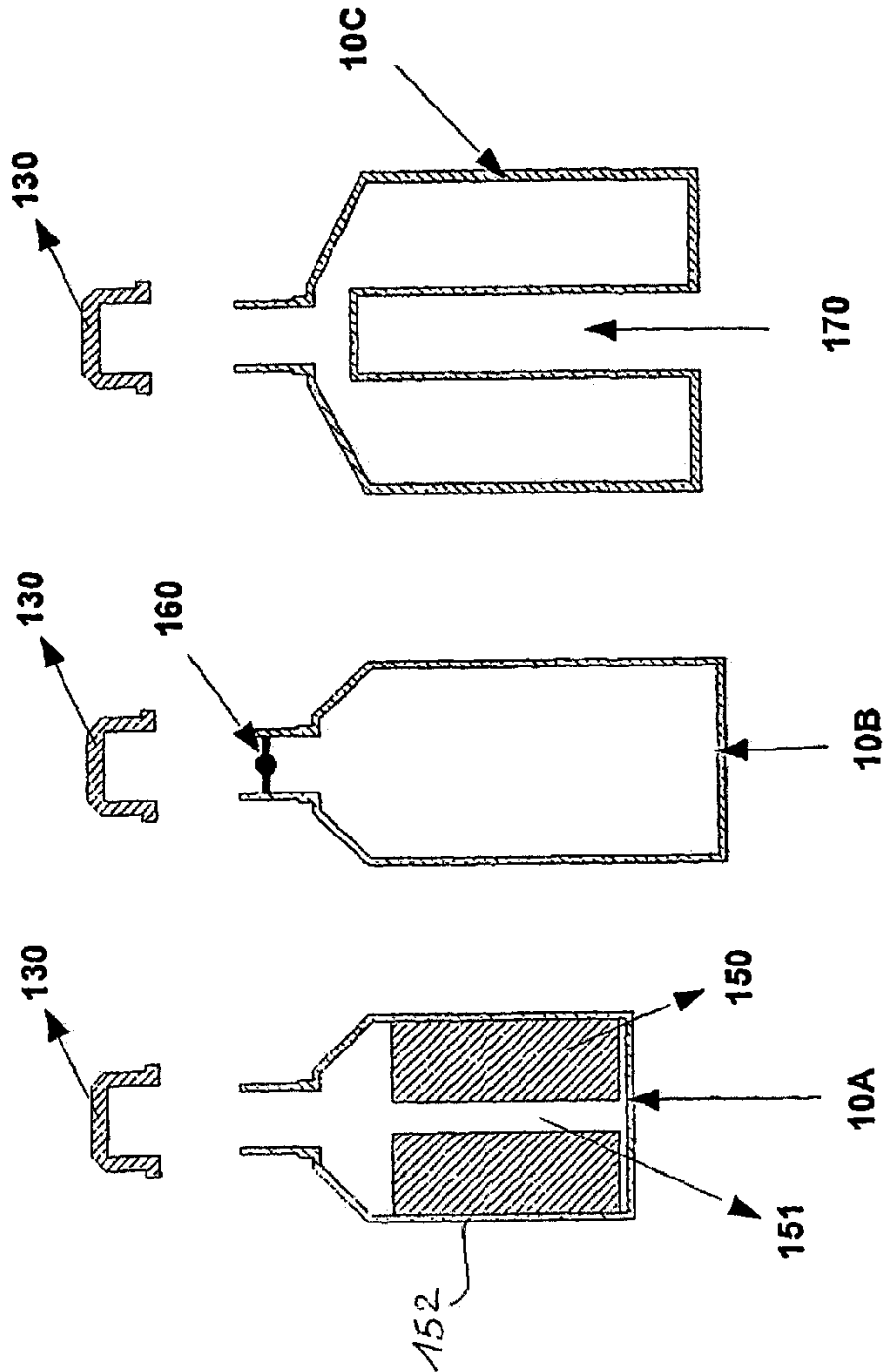


FIG. 2

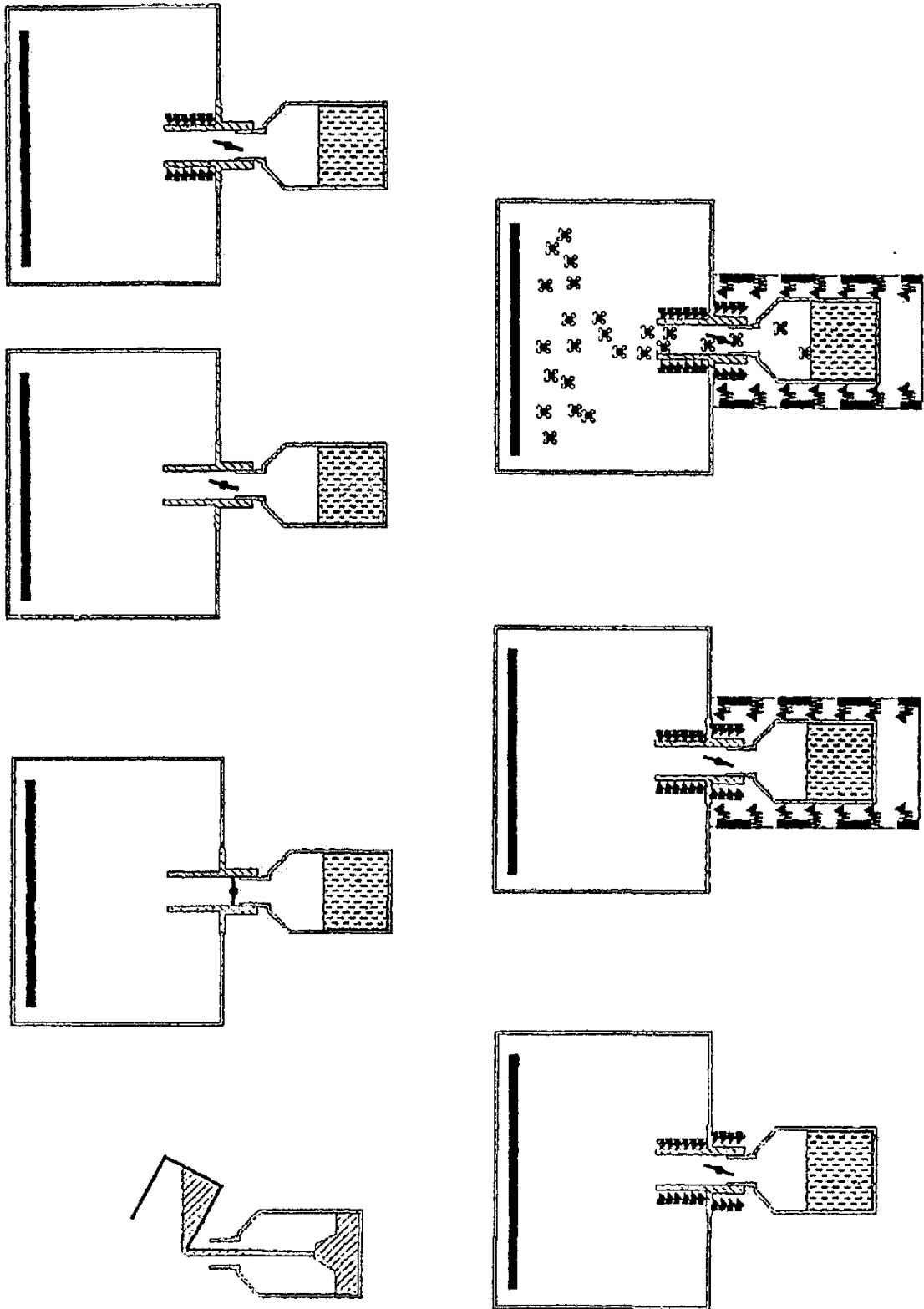


FIG. 3