

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 476 799**

51 Int. Cl.:

H01L 31/032 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **28.11.2008 E 08020746 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.04.2014 EP 2144296**

54 Título: **Procedimiento para la fabricación de una capa semiconductor**

30 Prioridad:

20.06.2008 EP 08011247

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

15.07.2014

73 Titular/es:

**PROBST, VOLKER (100.0%)
Dorfstrasse 8A, Ebertshausen
82064 Strasslach-Dingharting , DE**

72 Inventor/es:

PROBST, VOLKER

74 Agente/Representante:

CURELL AGUILÁ, Mireia

ES 2 476 799 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

Procedimiento para la fabricación de una capa semiconductor.

5 La invención se refiere a un procedimiento para la fabricación de una capa semiconductor, en el que se introduce al menos un sustrato provisto de una capa metálica, y en particular una pila de sustratos provistos, respectivamente, de una capa metálica, en una cámara de procesado y se calienta hasta una temperatura de sustrato predeterminada.

10 Un procedimiento de este tipo es en principio conocido y se utiliza por ejemplo en la industria de las células solares en la fabricación de células solares CIS. En particular se utiliza un procedimiento conocido de este tipo para la fabricación de capas semiconductoras de compuestos I-III-VI, las denominadas capas semiconductoras de calcopirita. Para ello, por ejemplo sustratos que presentan una capa delgada de molibdeno, por ejemplo sustratos de vidrio, se dotan respectivamente de una capa delgada de metal precursor que comprende cobre, galio e indio y a
15 continuación se calientan en la cámara de procesado alimentando H_2Se y H_2S según un perfil de temperatura predefinido. En una variante, sustratos que presentan una capa delgada de molibdeno se dotan respectivamente de una capa delgada de metal precursor que comprende cobre, galio, indio y selenio y a continuación se calientan en la cámara de procesado alimentando H_2S según un perfil de temperatura predefinido. Mediante una reacción de las capas de metal precursor con el selenio contenido en el H_2Se o el azufre contenido en el H_2S se forman sobre los
20 sustratos capas semiconductoras de $Cu(In,Ga)(Se,S)_2$, las denominadas capas semiconductoras de calcopirita.

Este proceso se denomina también selenización o sulfuración.

25 El documento EP 1 833 097 da a conocer un procedimiento y un dispositivo para la selenización o sulfuración de piezas de trabajo, sometiendo a remolino los gases de reacción por medio de un ventilador.

La utilización de H_2Se y H_2S ha resultado problemática en el sentido de que H_2Se y H_2S son gases no sólo caros en su adquisición, sino también tóxicos y altamente explosivos. Por tanto, estos gases, en la fabricación en masa de células solares CIS, representan un factor económico considerable no sólo debido a sus costes de adquisición, sino
30 también debido a las estrictas medidas de seguridad que deben cumplirse y los costes relacionados con la eliminación de los gases de escape correspondientes. Aparte de eso, estos gases, debido a su toxicidad y explosividad, también a pesar de las medidas preventivas adoptadas, constituyen un riesgo residual para la seguridad del personal que trabaja en la producción que no debe subestimarse.

35 La invención se basa en el objetivo de proporcionar un procedimiento más económico y seguro para la fabricación de una capa semiconductor, en particular una capa semiconductor de calcopirita o una capa intermedia (*buffer*) sobre una capa semiconductor.

40 Para solucionar este objetivo está previsto un procedimiento con las características de la reivindicación 1.

En el procedimiento según la invención se introduce al menos un sustrato provisto de una capa metálica, y en particular una pila de sustratos provistos respectivamente de una capa metálica, en una cámara de procesado y se calienta hasta una temperatura de sustrato predeterminada. El procedimiento según la invención se caracteriza también porque se hace pasar vapor de selenio y/o de azufre elemental procedente de una fuente situada
45 preferentemente fuera de la cámara de procesado, por medio de un gas portador, en particular inerte en condiciones de vacío bajo hasta condiciones de sobrepresión, por la o por cada capa metálica, para hacerla reaccionar químicamente con selenio o azufre de manera controlada.

50 En este contexto, se denominan condiciones de vacío bajo a las condiciones de procesado que reinan a presiones de procesado desde presión ambiental hasta 1 mbar. Sin embargo, el procedimiento según la invención y el dispositivo según la invención pueden aplicarse en principio también con sobrepresión.

Por tanto, según la invención el selenio necesario para la reacción con la capa metálica o el azufre necesario para la reacción con la capa metálica no se proporciona mediante gas H_2Se o H_2S , sino mediante vapor de selenio o de
55 azufre elemental, es decir vapor que contiene selenio elemental o vapor que contiene azufre elemental. Por consiguiente, según la invención se prescinde de la utilización de H_2Se y H_2S .

A diferencia de H_2Se y H_2S , el vapor de selenio elemental y el vapor de azufre elemental no son ni altamente tóxicos, ni explosivos y por tanto son de manipulación considerablemente menos peligrosa, de modo que puede prescindirse de medidas de seguridad complejas y caras. Además, el vapor de selenio elemental y el vapor de
60 azufre elemental pueden obtenerse de manera sencilla por ejemplo a partir de una masa fundida de selenio o de azufre. Por tanto, como resultado, el procedimiento según la invención puede realizarse con un esfuerzo económico considerablemente menor y con una seguridad notablemente aumentada.

65 Configuraciones ventajosas del procedimiento se deducirán de las reivindicaciones dependientes, de la descripción y del dibujo.

Para alcanzar una presión de vapor deseada del vapor de selenio o de azufre, la fuente se mantiene preferentemente a una temperatura de la fuente elevada. A este respecto la temperatura de la fuente es, preferentemente en cualquier momento del paso del vapor de selenio y/o de azufre elemental por el sustrato, menor que la temperatura en la cámara de procesado y en particular menor que una temperatura de sustrato mínima. De este modo se consigue que en la cámara de procesado para cada temperatura de sustrato sea válido que la presión parcial del selenio o azufre es menor que la presión de vapor del selenio o azufre a la respectiva temperatura de sustrato. Así se evita una condensación del vapor de selenio o de azufre sobre el sustrato, lo que constituye un requisito importante para una reacción homogénea para dar una capa semiconductor. Una condensación por ejemplo de vapor de selenio sobre el sustrato tendría como consecuencia concretamente una desreticulación del selenio y por tanto una distribución de grosor de capa lateralmente no homogénea del selenio y un desarrollo de reacción lateralmente no homogéneo.

Según la invención se calienta el sustrato por medio de convección forzada. De este modo se consigue que la distribución de temperatura, visto a través del sustrato, sea especialmente homogénea. Dicho de otro modo se minimizan fluctuaciones de temperatura a través del sustrato.

Según la invención, también el vapor de selenio o de azufre elemental se hace pasar por medio de convección forzada por el sustrato, porque de este modo se consigue un desarrollo de la reacción del selenio o azufre con la capa metálica especialmente homogéneo, visto a través de la superficie del sustrato.

Según una forma de realización adicional, un conducto de alimentación, a través del que se conduce el vapor de selenio y/o de azufre elemental en su recorrido desde la fuente al sustrato, y/o una pared que define la cámara de procesado, se mantiene(n) a una temperatura que es igual o mayor que la temperatura de la fuente. De este modo se garantiza que el vapor de selenio o de azufre no se condensa en el conducto de alimentación o en la pared de la cámara de procesado, sino que exclusivamente reacciona químicamente con la capa metálica que se encuentra sobre el sustrato de manera controlada.

Como fuente puede utilizarse un burbujeador que presenta selenio líquido o azufre líquido, a través del que se conduce el gas portador, o un crisol lleno de selenio o azufre líquido, que presenta un lado que posibilita la vaporización del selenio o azufre, por el que se hace pasar el gas portador. Una fuente de este tipo se caracteriza no sólo por una construcción sencilla y económica, sino que también puede integrarse en instalaciones de procesado ya existentes, de modo que las instalaciones de procesado existentes pueden adaptarse de manera sencilla para la realización del procedimiento según la invención.

Ventajosamente la reacción química del selenio y/o azufre con la capa metálica, es decir, la selenización o sulfuración, se realiza a una presión en la cámara de procesado en el intervalo comprendido entre aproximadamente 1 mbar y aproximadamente 1030 mbar. Estas presiones de procesado son, por un lado, tan bajas que los gases de procesado, en particular el vapor de selenio o vapor de azufre, no pueden salir de la cámara de procesado. Sin embargo, al mismo tiempo, estas presiones de procesado son tan altas que los procesos no son procesos a alto vacío o vacío medio propiamente dichos. Así, pueden exigirse requisitos inferiores a la técnica de vacío y en particular a las bombas existentes para la potencia de bombeo, con lo cual el procedimiento puede realizarse en conjunto de manera aún más económica.

Tanto la presión de vapor de selenio como la de azufre pueden encontrarse, en función de la temperatura de procesado, en el intervalo comprendido entre $1e-7$ mbar y 1000 mbar. Normalmente la presión parcial de selenio o de azufre se encuentran en el intervalo comprendido entre aproximadamente 0,001 mbar y aproximadamente 100 mbar.

Según una forma de realización especial del procedimiento según la invención, que es especialmente adecuada para la fabricación de una capa semiconductor de compuesto I-III-VI o capa semiconductor de calcopirita, el procedimiento comprende las etapas de:

- aumentar la temperatura de sustrato con una tasa de calentamiento de desde aproximadamente 5°C/min hasta 600°C/min, preferentemente desde 10°C/min hasta 60°C/min, desde la temperatura ambiente hasta una temperatura en el intervalo comprendido entre aproximadamente 400°C y 600°C, preferentemente entre 400°C y 500°C;
- alimentar con vapor de selenio elemental la cámara de procesado a partir de una temperatura de sustrato entre 120°C y 300°C y a este respecto regular la temperatura de la fuente de selenio hasta una presión parcial deseada, preferentemente entre 0,001 mbar y 100 mbar;
- mantener la temperatura de sustrato en el intervalo comprendido entre 400°C y 600°C durante un periodo de 1 min a 60 min, preferentemente de 10 min a 30 min;
- desconectar la alimentación de vapor de selenio, y dado el caso de azufre, elemental a la cámara de

procesado tras un primer periodo de tiempo predeterminado;

- vaciar por bombeo y/o lavar al menos una vez la cámara de procesado;

5 - alimentar con vapor de azufre elemental la cámara de procesado;

10 - aumentar adicionalmente la temperatura de sustrato con una tasa de calentamiento de desde aproximadamente 5°C/min hasta 600°C/min, preferentemente desde 10°C/min hasta 60°C/min, hasta una temperatura en el intervalo comprendido entre aproximadamente 450°C y 650°C, preferentemente entre 500°C y 550°C, y regular, de esta manera, la temperatura de la fuente de azufre hasta una presión parcial deseada, preferentemente comprendida entre 0,001 mbar y 100 mbar;

15 - mantener la temperatura de sustrato en el intervalo comprendido entre 450°C y 650°C durante un periodo de 1 min a 60 min, preferentemente durante un periodo de 10 min a 30 min;

- interrumpir la alimentación de vapor de azufre elemental a la cámara de procesado tras un segundo periodo de tiempo predeterminado;

20 - enfriar el sustrato; y

- vaciar por bombeo y/o lavar la cámara de procesado.

25 Ventajosamente ya durante la etapa de selenización, por ejemplo a partir de una temperatura de sustrato de desde 120°C hasta 600°C, se alimenta con vapor de azufre elemental la cámara de procesado, en particular de tal manera que se establece una relación de presión parcial de selenio con respecto a azufre entre 0 y 0,9, preferentemente entre 0,1 y 0,3.

30 Aunque hasta ahora el procedimiento según la invención se ha descrito sobre todo en relación con la selenización o sulfuración de una capa metálica para la fabricación de una capa semiconductor de calcopirita, se indica que el procedimiento según la invención también es adecuado para la fabricación de otras capas semiconductoras. Así, la capa semiconductor que va a fabricarse también puede ser una capa intermedia, por ejemplo una capa de In_2S_3 . En este caso la capa metálica comprendería indio. En concreto, por ejemplo sobre una capa semiconductor I-III-V formada sobre molibdeno podría depositarse una capa delgada de indio, para formar una capa intermedia semiconductor de In_2S_3 sobre el semiconductor I-III-V. Sin embargo, de manera correspondiente también sería concebible que la capa metálica presentara Zn o Mg, con lo cual entonces de manera correspondiente pueden formarse capas de ZnS o MgS.

40 A este respecto, en función de cómo se lleve a cabo el proceso o en función de la capa semiconductor que vaya a fabricarse, puede ser ventajoso añadir al gas portador que contiene el vapor de selenio o de azufre elemental adicionalmente al menos un gas reactivo, como por ejemplo oxígeno o hidrógeno.

Además, un objetivo adicional de la invención es proporcionar un dispositivo de procesado con las características de la reivindicación 11, por medio del cual puede realizarse especialmente bien el procedimiento descrito anteriormente.

45 El dispositivo de procesado según la invención comprende una cámara de procesado que puede evacuarse, para recibir al menos un sustrato que va a procesarse, y en particular una pila de sustratos que van a procesarse, un dispositivo de calentamiento para el calentamiento por convección del sustrato que va a procesarse, una fuente para vapor de selenio y/o de azufre elemental situada fuera de la cámara de procesado y unida a través de un conducto de alimentación con la cámara de procesado, y un dispositivo de regulación de la temperatura, para mantener al menos una subzona de una pared que define la cámara de procesado y al menos un tramo del conducto de alimentación respectivamente a una temperatura predefinida.

55 Mediante el dispositivo de regulación de la temperatura, la pared de la cámara de procesado y el conducto de alimentación pueden mantenerse a una temperatura a la que el material de la pared de la cámara de procesado o el conducto de alimentación no se corroe incluso bajo la influencia de la atmósfera de gas de procesado. Por ejemplo se conoce que un ataque de corrosión aumenta notablemente con la temperatura y, a temperaturas en el intervalo por debajo de 250°C, el acero fino en una atmósfera de gas de procesado que contiene selenio o azufre prácticamente no se corroe de manera perceptible. Debido a las curvas de presión de vapor conocidas para selenio y azufre no cabe esperar que el selenio o azufre a las condiciones de procesado se condense en las paredes de temperatura regulada y térmicamente aisladas de la cámara de procesado. Debido a la regulación de la temperatura, la cámara de procesado puede asociarse al tipo de un reactor de pared caliente, que es estable a largo plazo y no emite partículas perjudiciales para el proceso. Por lo demás, mediante la regulación de la temperatura se garantiza que el proceso puede controlarse muy bien, porque en general los componentes en forma de vapor o gas del gas de procesado y en particular el selenio o azufre durante el desarrollo del proceso no pueden eliminarse por condensación de manera incontrolable ni pueden volver a alimentarse de manera incontrolable al proceso.

La cámara de procesamiento puede estar formada por un material de metal. De este modo, puede fabricarse la cámara de procesamiento no sólo con la misma capacidad de procesamiento, sino sobre todo también con un mayor volumen de cámara con un esfuerzo económico menor que, por ejemplo, un tubo de cuarzo. Mientras que los hornos de difusión de tubos de cuarzo sólo pueden fabricarse con un diámetro de hasta 80 cm, una cámara de procesamiento formada a partir de un material de metal puede adaptarse mediante un correspondiente aumento y ampliación de manera comparativamente sencilla a formatos de material de procesamiento, es decir, superficies de sustrato, mayores.

Ventajosamente, en el lado interno de la pared de la cámara de procesamiento está previsto un material de aislamiento térmico, que en condiciones de procesamiento es preferentemente resistente a la reacción. El material de aislamiento forma, por un lado, una protección adicional de la pared de la cámara de procesamiento, por ejemplo frente a la corrosión, y por otro lado proporciona un determinado desacoplamiento térmico de la pared de la cámara de procesamiento con respecto a la atmósfera de gas que se encuentra en la cámara de procesamiento, de modo que la temperatura de la atmósfera de gas puede controlarse con mayor precisión. El desacoplamiento térmico se basa esencialmente en la baja capacidad térmica específica, la baja conductividad térmica y la baja emisividad en algunos casos, como es típica para materiales de aislamiento. Además el material de aislamiento térmico evita que la pared de la cámara de procesamiento se caliente por gas de procesamiento caliente por encima de la temperatura predefinida o que la emisión de calor se vuelva demasiado grande. El material de aislamiento térmico es ventajoso en particular en el caso de convección forzada a través del dispositivo transportador de gas, porque así se limita notablemente la emisión de calor debido a una transferencia térmica por lo demás buena.

En el caso del material de aislamiento puede tratarse por ejemplo de una cerámica, una cerámica de vidrio, grafito, incluyendo un material de fibras, como por ejemplo carbono reforzado con fibra de carbono (CFC), o un material de aislamiento con contenido en fibras de cerámica, por ejemplo compuesto por fibras de SiO_2 y Al_2O_3 .

Según una forma de realización del dispositivo de procesamiento, la fuente comprende una cámara de fuente que puede calentarse y evacuarse, en la que está dispuesto un crisol lleno de masa fundida de selenio o de azufre, y un conducto para gas portador, en particular precalentado, de tal manera que el gas portador o bien se conduce según el principio de un burbujeador a través de la masa fundida de selenio o de azufre o bien se conduce a través de una superficie de la masa fundida de selenio o de azufre. El crisol que puede calentarse y el conducto que puede calentarse presentan preferentemente un material resistente a la reacción en selenio o azufre y están formados por ejemplo de cerámica, cuarzo o aleaciones especiales resistentes a la corrosión.

Según una forma de realización adicional está previsto un dispositivo transportador de gas para generar un circuito de circulación de gas en la cámara de procesamiento, comprendiendo el dispositivo transportador de gas preferentemente al menos un ventilador. El ventilador puede estar realizado por ejemplo como aireador axial o radial.

El ventilador puede presentar un material resistente a la reacción y estar fijado a un árbol de accionamiento, que llega hasta la cámara de procesamiento y que presenta preferentemente también un material resistente a la reacción. Mediante la utilización del material resistente a la reacción, también el ventilador y/o el árbol de accionamiento están protegidos frente a un ataque por los componentes reactivos del gas de procesamiento y en particular frente a la corrosión.

Ventajosamente el ventilador está dispuesto en la zona de uno de los lados frontales de la pila de sustratos. Esta disposición del ventilador contribuye a un flujo de gas de procesamiento especialmente homogéneo a través de una pila de sustratos y por tanto a una reacción de capas y deposición de capas especialmente homogénea.

Para aumentar la velocidad de circulación y la homogeneidad de la circulación de gas aún adicionalmente, ventajosamente un ventilador adicional está dispuesto en la zona del otro lado frontal de la pila de sustratos. Con esta disposición de dos ventiladores, preferentemente uno de los ventiladores está configurado de tal manera que transporta el gas de procesamiento al interior de la pila de sustratos, mientras que el otro ventilador transporta el gas de procesamiento fuera de la pila de sustratos. Uno de los ventiladores trabaja, dicho de otro modo, en el denominado funcionamiento de empuje, mientras que el otro lo hace en el funcionamiento de succión.

En el caso del material resistente a la reacción del ventilador o del árbol de accionamiento puede tratarse por ejemplo de un material de cerámica, como por ejemplo nitruro de silicio o carburo de silicio.

Preferentemente, el accionamiento del ventilador o los accionamientos de los ventiladores pueden hacerse funcionar en el sentido de giro inverso, de modo que puede invertirse el circuito de circulación de gas. Opcionalmente pueden estar colocados ventiladores radiales en ambos lados de la pila de sustratos, en los que la inversión del sentido de circulación de gas se produce encendiendo el ventilador previamente apagado y apagando el ventilador previamente encendido.

Según la invención, el dispositivo de calentamiento está dispuesto en el circuito de circulación de gas generado por el dispositivo transportador de gas, para calentar un gas que se encuentra en la cámara de procesamiento, en particular el gas portador mezclado con el vapor de selenio o de azufre elemental. Dicho de otro, el dispositivo de

calentamiento está dispuesto dentro de la cámara de procesado, de modo que puede prescindirse de una fuente de calor situada fuera de la cámara de procesado, por ejemplo una fuente de radiación infrarroja, para el calentamiento del gas de procesado. Así, la cámara de procesado no tiene que optimizarse con respecto a la entrada de radiación infrarroja, lo que simplifica considerablemente la construcción de la cámara de procesado y además también
5 posibilita la utilización de un material de metal para la fabricación de la cámara de procesado.

El dispositivo de calentamiento puede comprender al menos un elemento de calentamiento resistente a la corrosión. En particular, el dispositivo de calentamiento puede estar realizado como pila de placas de elementos de calentamiento de resistencia. Por ejemplo, a este respecto pueden utilizarse elementos de calentamiento de grafito o
10 carburo de silicio como calentadores de meandro en forma de placa o como varillas de calentamiento. En función de la configuración de la velocidad de circulación de gas, de la potencia del calentador y de la superficie de la matriz de calentadores pueden alcanzarse tasas de calentamiento de los materiales de procesado de desde algunos grados Celsius por minuto hasta algunos grados Celsius por segundo.

Según aún otra forma de realización, un dispositivo de enfriamiento para enfriar un gas que se encuentra en la cámara de procesado, en particular el gas portador mezclado con el vapor de selenio o de azufre elemental, está dispuesta en el circuito de circulación de gas generado por el dispositivo transportador de gas.
15

El dispositivo de enfriamiento puede comprender al menos un elemento de enfriamiento y en particular un enfriador de placas apiladas o un enfriador de haz tubular. El elemento de enfriamiento puede mantenerse, por ejemplo por medio de un aparato de regulación de la temperatura de aceite a una temperatura de por ejemplo aproximadamente 200°C. En función de la velocidad de circulación de gas, la potencia del calentador y la superficie de la disposición de calentadores pueden alcanzarse tasas de enfriamiento de hasta algunos grados Celsius por minuto en los materiales de procesado.
20

Según aún otra forma de realización, están previstos elementos de desviación de gas, a través de los que puede desviarse el circuito de circulación de gas de tal manera que o bien el dispositivo de calentamiento o bien un dispositivo de enfriamiento está dispuesto en el circuito de circulación de gas. Los elementos de desviación de gas
25 posibilitan, con un ajuste correspondiente, un calentamiento o enfriamiento especialmente rápido de los materiales de procesado hasta una temperatura deseada y de ese modo finalmente la implementación de casi cualquier perfil de temperatura en la cámara de procesado.
30

Adicionalmente al dispositivo transportador de gas, el dispositivo de procesado puede presentar un dispositivo conductor de gas, que recibe una pila de sustratos y que está dispuesta en la cámara de procesado de tal manera que al menos una parte del circuito de circulación de gas generado discurre a través del dispositivo conductor de gas. El dispositivo transportador de gas y el dispositivo conductor de gas se encargan por un lado de un calentamiento y enfriamiento especialmente homogéneos de la pila de sustratos mediante convección forzada y por otro lado de una distribución de gas especialmente homogénea y de este modo finalmente de una formación de capas especialmente homogénea, por ejemplo de un semiconductor de calcopirita, sobre los sustratos.
35

La combinación de dispositivo transportador de gas, dispositivo conductor de gas y dispositivo de calentamiento posibilita una velocidad de calentamiento y enfriamiento elevada, con lo que son posibles tiempos de procesado más cortos y así un mayor volumen de paso de materiales de procesado.
40

El dispositivo conductor de gas puede presentar al menos una placa de separación superior, que define una primera zona de cámara en la cámara de procesado por encima del dispositivo conductor de gas que recibe la pila de sustratos, y una placa de separación inferior, que define una segunda zona de cámara en la cámara de procesado por debajo del dispositivo conductor de gas que recibe la pila de sustratos. Adicionalmente, el dispositivo conductor de gas también puede presentar dos placas de separación laterales.
45

Preferentemente el dispositivo conductor de gas presenta al menos un dispositivo de distribución para la distribución, uniforme por la superficie, de la circulación de gas, estando dispuesta la pila de sustratos preferentemente aguas abajo del dispositivo de distribución. En el caso del dispositivo de distribución puede tratarse por ejemplo de una placa, que está dotada de hendiduras y/u orificios. El dispositivo de distribución y el dispositivo conductor de gas
50 están compuestos preferentemente por un material resistente a la reacción, como por ejemplo por una cerámica de vidrio, carburo de silicio, cuarzo o nitruro de silicio.
55

De manera similar a la pared de la cámara de procesado, también las superficies del dispositivo conductor de gas pueden estar dotadas de un material de aislamiento térmico, que es preferentemente resistente a la reacción en condiciones de procesado. De este modo también el dispositivo conductor de gas está desacoplado térmicamente al menos en su mayor parte con respecto a la atmósfera de gas en la cámara de procesado, de modo que el dispositivo de procesado, en particular en el caso dinámico de un cambio teórica de temperatura, presenta en conjunto una masa térmica menor, con lo que puede controlarse la temperatura del gas de procesado en la cámara de procesado aún más rápido y con mayor precisión. Debido a su resistencia a la reacción con respecto a los componentes reactivos del gas de procesado, el material de aislamiento forma además una protección adicional para el dispositivo conductor de gas, por ejemplo frente a la corrosión.
60
65

5 Un objetivo adicional de la invención es, además, proporcionar una instalación de procesado para procesar materiales de procesado apilados con al menos un dispositivo de procesado del tipo descrito anteriormente, presentando el dispositivo de procesado una abertura de carga, a través de la que puede introducirse la pila de materiales de procesado en el dispositivo conductor de gas, y una abertura de descarga, a través de la que puede extraerse la pila de materiales de procesado del dispositivo conductor de gas.

10 Ventajosamente, la instalación de procesado comprende un dispositivo de procesado adicional, que está dispuesto adyacente en relación con el dispositivo de procesado y que presenta una abertura de carga, que está alineada con la abertura de descarga del dispositivo de procesado. La abertura de carga y/o la abertura de descarga puede(n) cerrarse a este respecto mediante una puerta, en particular una válvula de disco.

15 Preferentemente, el dispositivo de procesado adicional es un dispositivo de enfriamiento, que presenta un dispositivo de enfriamiento que está dispuesto en un circuito de circulación de gas que se genera en una cámara de procesado, que puede evacuarse, del dispositivo de enfriamiento a través de un dispositivo transportador de gas. Además la instalación de procesado puede comprender una cámara de introducción dispuesta aguas arriba del primer dispositivo de procesado, visto en el sentido de paso.

20 Mediante la disposición adyacente de varios dispositivos de procesado, la instalación de procesado forma una instalación continua para la pila de materiales de procesado que va a procesarse. Por tanto, se trata en cierto modo de una "instalación en línea por lotes", que une las ventajas de un funcionamiento continuo con las de un funcionamiento por lotes.

25 Se entiende por sí mismo que el número de dispositivos de procesado no está limitado a dos. Más bien, la instalación de procesado puede comprender por ejemplo un número n de dispositivos de procesado y un número m de dispositivos de enfriamiento, siendo n y m números naturales y siendo válido, sólo para la variante más sencilla de una instalación de procesado de combinación en línea por lotes, que $n = m = 1$.

30 A continuación, se describe la invención mediante una forma de realización ventajosa meramente a modo de ejemplo y haciendo referencia al dibujo adjunto, en el que:

la figura 1 muestra una representación esquemática de un dispositivo de procesado según la invención;

35 la figura 2 muestra curvas de presión de vapor de selenio y azufre en función de la temperatura de la fuente;

la figura 3 muestra el desarrollo temporal de la temperatura de sustrato y la temperatura de la fuente durante un procedimiento realizado en el dispositivo de la figura 1 para la fabricación de un semiconductor de calcopirita;

40 la figura 4 muestra una vista en corte longitudinal esquemática del dispositivo de procesado a lo largo de la línea A-A de la figura 1;

la figura 5 muestra una vista en corte longitudinal esquemática de una instalación de procesado con un dispositivo de procesado del tipo mostrado en la figura 1 y un dispositivo de enfriamiento dispuesto al lado; y

45 la figura 6 muestra una vista en corte longitudinal esquemática de una forma de realización alternativa de una instalación de procesado con una cámara de introducción dispuesta aguas arriba del dispositivo de procesado y un dispositivo de enfriamiento dispuesto aguas abajo del dispositivo de procesado.

50 En la figura 1 se representa un dispositivo de procesado 10 según la invención, que está previsto para la formación de capas delgadas semiconductoras de $\text{Cu(In, Ga)(Se, S)}_2$ sobre sustratos 12 que se utilizarán para la fabricación de células solares.

55 El dispositivo de procesado 10 comprende una cámara de procesado 14 que puede evacuarse, que está delimitada por una pared de la cámara de procesado 16. La pared de la cámara de procesado 16 está formada por acero fino y se mantiene, a través de un dispositivo de regulación de la temperatura 18, a una temperatura en el intervalo comprendido entre 150°C y 250°C.

60 En el presente ejemplo de forma de realización, el dispositivo de regulación de la temperatura 18 está formado por conductos tubulares 20 colocados en el lado externo de la cámara de procesado 14, soldados en particular a la pared de la cámara de procesado 16 y que discurren alrededor de la cámara de procesado 14 en forma de meandros, a través de los cuales fluye un aceite caliente adecuado. Alternativa o adicionalmente, sin embargo, el aceite caliente también puede fluir a través de canales (no mostrados) realizados de manera correspondiente en la pared de la cámara de procesado 16. Adicionalmente, el lado externo de la pared de la cámara de procesado 16 puede estar provisto de un material de aislamiento térmico.

65 En un lado interno de la pared de la cámara de procesado 16, la cámara de procesado 14 está revestida al menos

5 casi completamente con un material 22 de aislamiento térmico con una concentración de partículas baja, anticorrosivo. En el caso del material 22 de aislamiento térmico puede tratarse de una cerámica, una cerámica de vidrio, de grafito, incluyendo un material de fibras, como por ejemplo carbono reforzado con fibra de carbono (CFC), o de un material de aislamiento con contenido en fibras de cerámica, que por ejemplo se compone de fibras de SiO₂ y Al₂O₃.

10 En una zona central de la cámara de procesado 14 está dispuesto un dispositivo conductor de gas 24. El dispositivo conductor de gas 24 comprende una placa de separación superior 26 y una placa de separación inferior 28. Adicionalmente a la placa de separación superior e inferior 26, 28 puede estar prevista una placa de separación anterior y una posterior (no mostradas). Habitualmente, sin embargo, están ausentes la placa de separación anterior y posterior, porque su función la cumplen las paredes laterales de la cámara, aisladas térmicamente, incluyendo puertas dispuestas en las mismas o válvulas de vacío.

15 La placa de separación superior e inferior 26, 28 así como dado el caso también la placa de separación anterior y posterior están formadas preferentemente por un material anticorrosivo, como por ejemplo un material de cerámica, como por ejemplo carburo de silicio o nitruro de silicio, o un material de cerámica de vidrio. Además todas las placas de separación están revestidas respectivamente con una capa del material 22 de aislamiento térmico ya mencionado.

20 El dispositivo conductor de gas 24 comprende además un primer dispositivo de distribución 30, que está dispuesto en la zona de un primer lado frontal (en la figura 1 izquierdo) del dispositivo conductor de gas 24 entre las placas de separación 26, 28, y un segundo dispositivo de distribución 32, que está dispuesto en la zona de un segundo lado frontal (en la figura 1 derecho) del dispositivo conductor de gas 24 entre las placas de separación 26, 28. Los dispositivos de distribución 30, 32 están formados respectivamente por un material anticorrosivo, como por ejemplo carburo de silicio, nitruro de silicio o un material de cerámica de vidrio. En el caso de los dispositivos de distribución 30, 32 se trata, en el presente ejemplo de forma de realización, respectivamente, de una placa que está dotada de una pluralidad de hendiduras 33 verticales y alineadas en particular con los sustratos 12. Alternativa o adicionalmente, en la o en cada placa también pueden estar configurados una pluralidad de orificios.

30 La placa de separación superior e inferior 26, 28, el primer y segundo dispositivo de distribución 30, 32 y dado el caso también la placa de separación anterior y posterior, no mostradas, forman un alojamiento para los sustratos 12, que al menos aproximadamente está realizado con obturación por intersticios, para que un flujo 35 de gas que fluye a través del dispositivo conductor de gas 24 se guíe en el alojamiento y no pueda salirse lateralmente del mismo.

35 En una zona de cámara superior 34 situada entre la placa de separación superior 26 y la pared de la cámara de procesado 16 está dispuesto un dispositivo de calentamiento 36, por ejemplo una matriz de calentadores de meandros de carburo de silicio, mientras que en una zona de cámara inferior 38 situada entre la placa de separación inferior 28 y la pared de la cámara de procesado 16 está dispuesto un dispositivo de enfriamiento 40, por ejemplo un enfriador de placas apiladas. Alternativamente, el dispositivo de enfriamiento 40 puede estar dispuesto en la zona de cámara superior 34 y el dispositivo de calentamiento 36 en la zona de cámara inferior 38, o el dispositivo de calentamiento y de enfriamiento pueden estar dispuestos uno sobre otro en la zona de cámara superior o inferior (no mostradas). En este último caso sólo es necesaria una placa de separación y un par de elementos de desviación de gas. La placa de separación está dispuesta entonces entre el dispositivo de calentamiento y de enfriamiento, y los elementos de desviación de gas están dispuestos en los lados frontales de la placa de separación.

45 En la zona de un extremo (en la figura 1, el extremo derecho) del dispositivo de calentamiento 36 está dispuesto un dispositivo de entrada de gas 42, que se extiende a través de la pared de la cámara de procesado 16 y permite alimentar a la cámara de procesado 14, desde fuera, un gas de procesado 44, en el presente ejemplo de forma de realización un gas que presenta vapor de selenio o de azufre elemental. Aunque en principio el dispositivo de entrada de gas 42 puede estar dispuesto en cualquier lugar de la cámara de procesado 14, la disposición mostrada en la figura 1 es especialmente ventajosa, porque el gas de procesado 44 alimentado a través del dispositivo de entrada de gas 42, en un funcionamiento normal, inicialmente atraviesa el dispositivo de calentamiento 36 y así se calienta inmediatamente después de la entrada en la cámara de procesado 14.

50 El dispositivo de entrada de gas 42 está unido a través de un conducto de alimentación 100 con una fuente 102 para vapor de selenio elemental y con una fuente 104 para vapor de azufre elemental. A la fuente 102 para vapor de selenio elemental y a la fuente 104 para vapor de azufre elemental está asociada respectivamente una válvula 106 o 108, dispuesta en el conducto de alimentación 100, que posibilita conectar la fuente 102 para vapor de selenio elemental o la fuente 104 para vapor de azufre elemental de manera selectiva y así alimentar la cámara de procesado 14 opcionalmente con vapor de selenio elemental y/o vapor de azufre elemental.

60 La fuente 102 para vapor de selenio elemental comprende una cámara de fuente 110 que puede evacuarse, en la que está dispuesto un crisol 114 lleno de masa fundida de selenio 112. Además, la fuente 102 comprende un conducto 116 para un gas portador 118 inerte precalentado, por ejemplo nitrógeno o argón. El precalentamiento puede regularse de tal manera que la temperatura del gas portador no quede por debajo de la temperatura del crisol.

En el ejemplo de forma de realización representado, el conducto 116 está dispuesto de tal manera que el gas portador 118 se conduce según el principio de un burbujeador a través de la masa fundida de selenio 112. Alternativamente, sin embargo, también sería posible disponer el conducto 116 de tal manera que el gas portador se conduzca a través de la superficie de la masa fundida de selenio 112. Finalmente, en el caso de la configuración de la fuente 102, es importante sobre todo que el gas portador se guíe a través de la fuente 102 de tal manera que transporte el vapor de selenio elemental, que se vaporiza a partir de la masa fundida de selenio 112, a la cámara de procesado 14.

Para garantizar una vaporización suficiente del selenio elemental a partir de la masa fundida de selenio 112, es decir una presión de vapor suficiente, se mantiene la masa fundida de selenio 112, por medio de un dispositivo de calentamiento no representado, a una temperatura de la fuente de selenio predefinida. Alternativamente puede establecerse un perfil de temperatura de la fuente, que posibilite el desarrollo de presión parcial de selenio necesario para el proceso.

Tal como puede deducirse a partir de la curva de presión de vapor de selenio mostrada en la figura 2 (curva a), se alcanzan presiones de vapor significativas mayores de 1 Torr (1 Torr = 1,3 mbar) sólo con una temperatura de la fuente de selenio a partir de aproximadamente 360°C. Sin embargo, el proceso de selenización puede realizarse, tal como se explica en más detalle a continuación, en condiciones de vacío bajo, presión ambiental o sobrepresión, por ejemplo a una presión de la cámara de procesado o a una presión total de al menos 900 mbar.

En el ejemplo de forma de realización representado, la presión de la cámara de procesado necesaria se ajusta principalmente a través de la presión del gas portador 118, que transporta el vapor de selenio, con una presión total como suma de la presión del gas portador y la presión del vapor de selenio de manera correspondiente a la temperatura de la fuente, a la cámara de procesado 14. Por ejemplo, con una presión total de 900 mbar, la presión parcial de selenio puede ajustarse a aproximadamente 30 mbar (1 mbar = 0,7501 Torr), ajustándose la temperatura del crisol de selenio a aproximadamente 450°C, ajustándose el gas portador a al menos 450°C y no alcanzando la temperatura sobre las superficies internas de la cámara de procesado 14 y en particular sobre los sustratos 12 en ningún punto los 450°C, para evitar la condensación de selenio. La condición, esencial para un proceso reproducible y que pueda controlarse muy bien, de evitar una condensación de los vapores de procesado puede implementarse especialmente de manera satisfactoria con la disposición de cámaras según la invención utilizando la convección forzada.

La fuente 104 para vapor de azufre elemental presenta una construcción correspondiente a la fuente 102, es decir también la fuente 104 comprende una cámara de fuente 110' que puede evacuarse, en la que está dispuesto un crisol 114', que en este caso sin embargo contiene una masa fundida de azufre 120. En el presente ejemplo de forma de realización, la fuente 104 también comprende un conducto 116', para conducir gas portador 118 precalentado, por ejemplo nitrógeno, a través de la masa fundida de azufre 120. Sin embargo, como en el caso de la fuente 102, el conducto 116' de la fuente 104 también puede estar dispuesto de tal manera que el gas portador se conduzca a través de una superficie de la masa fundida de azufre 120.

Además, la masa fundida de azufre 120 de la fuente 104 también se mantiene, por medio de un dispositivo de calentamiento no representado, a una temperatura de la fuente predefinida, para garantizar una vaporización suficiente de vapor de azufre elemental o una presión de vapor suficiente. Alternativamente también puede establecerse en este caso un perfil de temperatura de la fuente que posibilite el desarrollo de presión parcial de azufre necesario para el proceso.

Tal como puede deducirse a partir de la curva de presión de vapor de azufre mostrada en la figura 2 (curva b), a diferencia de en el caso del selenio, se alcanza una presión de vapor de 30 mbar en el caso del azufre ya a una temperatura de la fuente de azufre a partir de aproximadamente 280°C.

Sin embargo, de manera similar a en el caso de la fuente 102 para vapor de selenio elemental, también en el caso de la fuente 104 para vapor de azufre elemental según el ejemplo de forma de realización representado, la presión de la cámara de procesado necesaria se ajusta principalmente a través de la presión del gas portador 118, que transporta el vapor de azufre, con una presión total como suma de la presión del gas portador y la presión del vapor de azufre de manera correspondiente a la temperatura de la fuente, a la cámara de procesado 14.

Para evitar que el vapor de selenio o de azufre elemental se condense en las paredes 122, 122' de las cámaras de fuente 110, 110' o en la pared del conducto de alimentación 100, se mantienen las paredes de cámara de fuente 122, 122' y el conducto de alimentación 100, respectivamente por medio de un dispositivo de regulación de la temperatura 124, 124', 126, a una temperatura predefinida. A este respecto, las temperaturas del dispositivo de entrada de gas 42, del conducto de alimentación 100 y de la pared de cámara de fuente 122 deben ser al menos tan elevadas como la del crisol 114 para vapor de selenio elemental y las temperaturas del conducto de alimentación 100 y la pared de cámara de fuente 122' deben ser al menos tan altas como la del crisol 114' para vapor de azufre elemental.

Además, el crisol 114, la pared de cámara de fuente 122, la válvula 106 y el conducto 116 de la fuente 102

presentan un material resistente a la reacción en selenio, mientras que el crisol 114', la pared de cámara de fuente 122', la válvula 108 y el conducto 116' de la fuente 104 presentan un material resistente a la reacción en azufre. De manera correspondiente, también el conducto de alimentación 100 y el dispositivo de entrada de gas 42 están formados por un material resistente a la reacción en selenio y azufre. En el caso de los materiales resistentes a la reacción puede tratarse, por ejemplo, de una cerámica, cuarzo, una aleación especial resistente a la corrosión o un metal o aleación de metal recubierto con una capa anticorrosiva. La fuente de selenio y de azufre así como los conductos de admisión y descarga se dotan de alojamientos estancos a los gases aislados térmicamente (no mostrados) que, en caso de una rotura de los materiales anticorrosivos, evitan una salida de selenio y azufre al entorno. Al espacio intermedio entre el alojamiento y los materiales anticorrosivos se le puede aplicar por ejemplo nitrógeno, para evitar una entrada de aire a la cámara de procesado. Para monitorizar una posible fuga en la fuente de selenio o de azufre puede una monitorizarse la presión de la aplicación de nitrógeno.

Tal como muestra la figura 1, en la zona del primer lado frontal del dispositivo conductor de gas 24, al menos un primer ventilador 46 está dispuesto aguas arriba del primer dispositivo de distribución 30, que se acciona mediante un primer árbol de accionamiento 48 que se extiende a través de la pared de la cámara de procesado 16. En el lado opuesto del dispositivo conductor de gas 24 están dispuestos dos segundos ventiladores 50 en la zona del segundo dispositivo de distribución 32, que se accionan mediante segundos árboles de accionamiento 52 que se extienden a través de la pared de la cámara de procesado 16. Sin embargo, la disposición también puede realizarse con ventiladores sólo en un lado, por ejemplo con ventiladores 50.

Tanto los primeros y segundos ventiladores 46, 50 como los primeros y segundos árboles de accionamiento 48, 52 están formados por un material resistente a la corrosión, como por ejemplo un material de cerámica, en particular nitruro de silicio o carburo de silicio o un material recubierto con un recubrimiento anticorrosivo como metal o una aleación de metal. Los primeros ventiladores 46 se accionan de tal manera que transportan gas al interior del dispositivo conductor de gas 24, mientras que los segundos ventiladores 50 se hacen funcionar al mismo tiempo de tal manera que transportan gas fuera del dispositivo conductor de gas 24. Así, mediante el funcionamiento de los ventiladores 46, 50 se genera un circuito de circulación de gas que, en la vista mostrada en la figura 1, se orienta en sentido antihorario. Es decir, el gas de procesado 44 introducido en la cámara de procesado 14 a través del dispositivo de entrada de gas 42 fluye de derecha a izquierda a través del dispositivo de calentamiento 36, después hacia abajo y de izquierda a derecha a través del dispositivo conductor de gas 24 y a continuación hacia arriba y de nuevo de derecha a izquierda a través del dispositivo de calentamiento 36.

Para el control adicional de la circulación de gas en la cámara de procesado 14 están previstos un par superior de elementos de desviación de gas 54, que pueden conmutarse, y un par inferior de elementos de desviación de gas 56 que pueden conmutarse. Los elementos de desviación de gas superiores 54 están dispuestos de tal manera que pueden permitir, estrangular o impedir totalmente la circulación del gas de procesado 44 desde el dispositivo conductor de gas 24 a la zona de cámara superior 34 o desde la zona de cámara superior 34 al dispositivo conductor de gas 24. De manera correspondiente, los elementos de desviación de gas inferiores 56 están dispuestos de tal manera que pueden permitir, estrangular o impedir totalmente una circulación del gas de procesado 44 desde el dispositivo conductor de gas 24 a la zona de cámara inferior 38 o desde la zona de cámara inferior 38 al dispositivo conductor de gas 24.

En la situación representada en la figura 1, los elementos de desviación de gas superiores 54 se encuentran en una posición abierta, de modo que es posible una circulación del gas de procesado a través de la zona superior de la cámara de procesado 14, es decir a través del dispositivo conductor de gas 24 y del dispositivo de calentamiento 36.

Los elementos de desviación de gas inferiores 56 se encuentran por el contrario en una posición cerrada, es decir, impiden una circulación del gas de procesado 44 a través de la zona inferior de la cámara de procesado 14 y en particular a través del dispositivo de enfriamiento 40. Por tanto, en la situación representada en la figura 1, sólo circula gas de procesado caliente, lo que contribuye a mantener una temperatura de procesado deseada, por ejemplo en el intervalo comprendido entre 400°C y 600°C. Si por el contrario se cierran los elementos de desviación de gas superiores 54 y se abren los elementos de desviación de gas inferiores 56, entonces el gas de procesado 44 fluye a través del dispositivo de enfriamiento 40, y los sustratos 12 se enfrían hasta una temperatura reducida, por ejemplo 250°C.

Para cargar la cámara de procesado 14, el dispositivo de procesado 10 presenta en su lado anterior una abertura de carga 60 realizada en la pared de la cámara de procesado 16, que puede cerrarse mediante una válvula de disco 62 u otra puerta adecuada (figura 4).

Los sustratos 12 que van a procesarse se orientan verticalmente en un soporte 64, por ejemplo un carro apoyado sobre rodillos, y se disponen distanciados entre sí, para formar una pila 66 de sustratos, también denominada lote. La pila 66 de sustratos se desplaza a través de la abertura de carga 60 al interior de la cámara de procesado 14 y se coloca en el dispositivo conductor de gas 24. Tras el cierre de la abertura de carga 60 se produce una evacuación y lavado repetidos de la cámara de procesado 14, para reducir el oxígeno y el contenido en agua en la cámara de procesado 14 lo máximo posible.

Para evacuar la cámara de procesado 14, la pared de la cámara de procesado 16 está dotada de una abertura de succión inclinada (no mostrada), a la que está conectada una instalación de bombeo tampoco mostrada. Para lavar la cámara de procesado 14 está prevista una entrada de gas adecuada en la pared de la cámara de procesado 16, a través de la que puede introducirse un gas de lavado, como por ejemplo N₂, en la cámara de procesado 14.

Una vez que la atmósfera en la cámara de procesado 14 presenta un estado inicial definido adecuado, se encienden los ventiladores 46, 50, se activa el dispositivo de calentamiento 36 y entra gas nitrógeno en la cámara de procesado 14. En este momento, los elementos de desviación de gas superiores 54 están abiertos y los elementos de desviación de gas inferiores 56 están cerrados, tal como se representa en la figura 1, para posibilitar un calentamiento de los sustratos 12. Al mismo tiempo se mantiene la fuente de selenio a una temperatura base de por ejemplo desde 150°C hasta 300°C (curva A en la figura 3).

Una vez que la temperatura en la cámara de procesado 14 ha alcanzado la temperatura de inicial de reacción necesaria, por ejemplo entre temperatura ambiente y 400°C y preferiblemente entre 150°C y 300°C, se abre la válvula 106 asociada a la fuente 102 para vapor de selenio elemental y se introduce el vapor de selenio elemental mezclado con el gas portador 118 como gas de procesado 44 a través del dispositivo de entrada de gas 42 en la cámara de procesado 14. A este respecto se cumple la condición de evitar una condensación de selenio sobre los sustratos. Esto se consigue porque la presión parcial de selenio en la cámara de procesado no supera la presión de vapor de selenio de manera correspondiente al valor de presión de vapor a la temperatura de sustrato actual. Midiendo la presión del gas portador y la temperatura del gas portador en la cámara de procesado antes de la entrada del vapor de selenio y conociendo el volumen de la cámara de procesado, así como midiendo la temperatura de sustrato, el flujo de gas portador a través de la fuente de selenio y la temperatura del crisol de selenio, puede determinarse la presión parcial de selenio en la cámara por ejemplo por medio de un ordenador y transmitirse a la regulación de la fuente de selenio. Entonces ésta reajusta el flujo del gas portador 118, las temperaturas del crisol, de la pared de la fuente así como del tubo de admisión y descarga teniendo en cuenta la curva de presión de vapor. Una condición suficiente para evitar la condensación de selenio es, por ejemplo, que la temperatura de la fuente de selenio (curva A en la figura 3) no sea mayor que la temperatura en la cámara de procesado 14 y en particular no sea mayor que una temperatura de sustrato mínima (curva B en la figura 3).

Para influir en la banda prohibida del semiconductor de compuesto I-III-VI de manera controlada y de este modo aumentar el rendimiento del módulo solar, ya en esta fase puede alimentarse con azufre el flujo de selenio mediante conexión de la fuente de azufre, de tal manera que se establezca una relación de presión parcial de selenio con respecto a azufre de entre 0 y 0,9, preferentemente entre 0,1 y 0,3. La regulación de la fuente de azufre se produce a este respecto de manera análoga a la regulación descrita de la fuente de selenio. Después de que el gas de procesado 44 haya fluido a través de los sustratos 12 durante un determinado periodo de tiempo, a una presión de la cámara de procesado en el intervalo comprendido entre, por ejemplo, 100 mbar y la presión ambiental, preferentemente entre 700 mbar y 950 mbar, a un perfil de temperatura deseado (figura 3), a una velocidad de circulación de gas deseada y a las presiones parciales de selenio o azufre deseadas, por ejemplo en el intervalo comprendido entre 0,001 mbar y 100 mbar, se detienen la alimentación de vapor de selenio y de azufre elemental, eventualmente se desconectan los ventiladores 46, 50, y se evacua y/o lava al menos una vez la cámara de procesado 14. Alternativamente puede detenerse sólo la alimentación del vapor de selenio. La temperatura de la fuente de selenio se reduce mientras tanto de nuevo hasta su temperatura base de desde por ejemplo 150°C hasta 300°C.

A continuación se abre la válvula 108 asociada a la fuente 104 para vapor de azufre elemental y se introduce el vapor de azufre elemental mezclado con el gas portador 118 como gas de procesado 44 a través del dispositivo de entrada de gas 42 en la cámara de procesado 14. En el funcionamiento alternativo, la válvula 108 permanece abierta. Al mismo tiempo vuelven a encenderse los ventiladores 46, 50, en caso de que se hayan desconectado antes. La temperatura de procesado se aumenta adicionalmente, por ejemplo hasta entre 400°C y 600°C, y durante un determinado periodo de tiempo se mantiene a una temperatura teórica (figura 3). A una presión de la cámara de procesado en el intervalo de vacío bajo, presión ambiental o sobrepresión se ajustan la velocidad de circulación de gas y la concentración de azufre deseadas, esta última por ejemplo en el intervalo comprendido entre 0,01 mbar y 100 mbar.

También en esta etapa de procesado se cumple la condición de que la presión parcial de azufre en la cámara de procesado no sobrepasa la presión de vapor de azufre a la temperatura de sustrato correspondiente, para evitar la condensación de azufre. Las reglas y medidas indicadas en la descripción para la fuente de selenio se aplican en este caso de manera análoga. También en este caso es una medida suficiente que la temperatura de la fuente de azufre (curva C en la figura 3) no sea mayor que la temperatura en la cámara de procesado 14 y en particular no sea mayor que una temperatura de sustrato mínima (curva B en la figura 3). La temperatura de la fuente de azufre se mantiene o regula para ello por ejemplo en el intervalo de temperatura comprendido entre 100°C y 450°C, preferentemente entre 150°C y 350°C.

Tras finalizar la operación de calentamiento se llevan los elementos de desviación de gas superiores 54 a su posición cerrada y se abren los elementos de desviación de gas inferiores 56, de modo que ahora el gas de procesado 44 se conduce a través del dispositivo de enfriamiento 40 y se produce un enfriamiento de los sustratos

12 hasta una temperatura por ejemplo en el intervalo comprendido entre 350°C y 150°C, por ejemplo 250°C.

Tras un nuevo vaciado por bombeo de la cámara de procesado 14 y llenado con nitrógeno se termina el procesamiento de la pila 66 de sustratos, de modo que puede extraerse de la cámara de procesado 14.

Las tasas de calentamiento y de enfriamiento que pueden alcanzarse con el dispositivo de procesado 10 y que pueden ajustarse en un intervalo amplio, por ejemplo comprendido entre 5°C/min y 600°C/min, permiten realizar el procesamiento de la pila 66 de sustratos en la cámara de procesado 14, es decir en el presente ejemplo de realización la selenización y sulfuración de los sustratos 12 de vidrio recubiertos con metal, en menos de 2 horas.

En principio es posible extraer la pila 66 de materiales de procesado a través de la abertura de carga 60 en el lado anterior 58 del dispositivo de procesado 10.

Sin embargo, en el presente ejemplo de forma de realización, el dispositivo de procesado 10 presenta en su lado posterior 68 una abertura de descarga 70 realizada en la pared de la cámara de procesado 16, que puede cerrarse de manera similar a la abertura de carga 60 a través de una válvula de disco 72 u otra puerta adecuada (figura 4). El equipamiento del dispositivo de procesado 10 con una abertura de carga 60 y una abertura de descarga 70 opuesta presenta la ventaja de que el dispositivo de procesado 10 puede utilizarse como dispositivo continuo y acoplarse con otros dispositivos de procesamiento.

En la figura 5 se muestra por ejemplo una instalación de procesado que comprende un dispositivo de procesado 10 y un dispositivo de enfriamiento 10' conectado al mismo en el lado de salida. El dispositivo de enfriamiento 10' está configurado de manera similar al dispositivo de procesado 10 con la única diferencia de que está ausente la zona de cámara superior 34 con el dispositivo de calentamiento 36 dispuesto en la misma. Como el dispositivo de enfriamiento 10' sólo está previsto para enfriar el sustrato 12 de vidrio y debe fluir un gas de enfriamiento, en particular un gas inerte, como por ejemplo gas nitrógeno, exclusivamente a través del dispositivo conductor de gas 24' y la zona de cámara inferior 38' que comprende el dispositivo de enfriamiento 40', están ausentes además los elementos de desviación de gas superiores e inferiores 54, 56. Para una mayor claridad en la figura 5 no se han representado segundos dispositivos de distribución 32.

El dispositivo de enfriamiento 10' está acoplado a través de un tramo 74 de unión con el dispositivo de procesado 10 y está dispuesto al lado de éste de tal manera que una abertura de carga 60' del dispositivo de enfriamiento 10' está alineada con la abertura de descarga 70 del dispositivo de procesado 10. La abertura de carga 60' del dispositivo de enfriamiento 10' puede abrirse y cerrarse mediante una válvula de disco 62' al mismo tiempo que o independientemente de la abertura de descarga 70 del dispositivo de procesado 10.

Mediante la disposición del dispositivo de procesado 10 y del dispositivo de enfriamiento 10' en serie es posible mover la pila 66 de materiales de procesado, tras finalizar el procesamiento en el dispositivo de procesado 10, a través de la abertura de descarga 70 y la abertura de carga 60' al dispositivo de enfriamiento 74. La descarga de la pila 66 de materiales de procesado del dispositivo de procesado 10 al dispositivo de enfriamiento 74 puede producirse por ejemplo a una temperatura en el intervalo comprendido entre 400°C y 200°C, en particular entre 300°C y 250°C.

Tras introducir la pila 66 de materiales de procesado en el dispositivo de enfriamiento 10' vuelve a cerrarse la válvula de disco 72 y se proporciona al dispositivo de procesado 10 una nueva pila 66 de materiales de procesado.

Al mismo tiempo, la primera pila 66 de materiales de procesado, que ahora se encuentra en el dispositivo de enfriamiento 10', puede seguir enfriándose, por ejemplo hasta 80°C, haciendo pasar mediante la activación de los ventiladores 50' gas nitrógeno en circulación por los sustratos 12 de vidrio y conduciéndolo a través del dispositivo de enfriamiento 40'. Tras una evacuación final y un último llenado del dispositivo de enfriamiento 10' puede extraerse la pila 66 de materiales de procesado a través de una abertura de descarga 70' del dispositivo de enfriamiento 10'. El dispositivo de enfriamiento 10' está preparado ahora para recibir la siguiente pila 66 de materiales de procesado desde el dispositivo de procesado 10.

Tal como se muestra en la figura 6, aguas arriba del dispositivo de procesado 10 puede estar dispuesta una cámara de introducción 76, a través de la cual se evita que al cargar del dispositivo de procesado 10 con una pila 66 de materiales de procesado entre atmósfera del entorno a la cámara de procesado 14. En la cámara de introducción 76 la pila 66 de materiales de procesado puede precalentarse desde la temperatura ambiente hasta una temperatura en el intervalo comprendido entre 100°C y 200°C, por ejemplo aproximadamente 150°C.

Además, un mecanismo de transporte para el movimiento del soporte 64 que lleva la pila 66 de materiales de procesado a través de la instalación de procesado puede comprender una mecánica de inserción para insertar el soporte 64 y la pila 66 de materiales de procesado desde la cámara de introducción 76 en la cámara de procesado 14 así como un mecanismo de extracción para extraer el soporte 64 y la pila 66 de materiales de procesado desde la cámara de procesado 14 al dispositivo de enfriamiento 10'. De este modo puede evitarse que las partes móviles del mecanismo de transporte entren en contacto con las zonas calientes y corrosivas de la instalación de procesado.

Lista de números de referencia

	10	dispositivo de procesado
5	12	sustrato
	14	cámara de procesado
	16	pared de la cámara de procesado
	18	dispositivo de regulación de la temperatura
	20	conducto tubular
10	22	material de aislamiento térmico
	24	dispositivo conductor de gas
	26	placa de separación superior
	28	placa de separación inferior
	30	primer dispositivo de distribución
15	32	segundo dispositivo de distribución
	33	hendiduras
	34	zona de cámara superior
	35	flujo de gas
	36	dispositivo de calentamiento
20	38	zona de cámara inferior
	40	dispositivo de enfriamiento
	42	dispositivo de entrada de gas
	44	gas de procesado
	46	primer ventilador
25	48	primer árbol de accionamiento
	50	segundo ventilador
	52	segundo árbol de accionamiento
	54	elemento de desviación de gas superior
	56	elemento de desviación de gas inferior
30	60	abertura de carga
	62	válvula de disco
	64	soporte
	66	pila de materiales de procesado
	68	lado posterior
35	70	abertura de descarga
	72	válvula de disco
	74	tramo de unión
	76	cámara de introducción
	100	conducto de alimentación
40	102	fuelle para vapor de selenio elemental
	104	fuelle para vapor de azufre elemental
	106	válvula
	108	válvula
	110	cámara de la fuente
45	112	masa fundida de selenio
	114	crisol
	116	conducto
	118	gas portador
	120	masa fundida de azufre
50	122	pared de la cámara de fuente
	124	dispositivo de regulación de la temperatura
	126	dispositivo de regulación de la temperatura

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la fabricación de una capa semiconductor, en el que se introduce al menos un sustrato (12) provisto de una capa metálica en una cámara de procesado (14) y se calienta hasta una temperatura de sustrato predeterminada, caracterizado por que se hace pasar vapor de selenio y/o de azufre elemental procedente de una fuente (102, 104) situada preferentemente fuera de la cámara de procesado (14) por medio de un gas portador (118), en particular inerte, en condiciones de vacío bajo o condiciones de presión ambiental o condiciones de sobrepresión, por la capa metálica, para hacerla reaccionar químicamente con selenio o azufre de manera controlada, por que se calienta el sustrato (12) por medio de una convección forzada a través de un dispositivo transportador de gas, en particular un ventilador, y se mezcla el vapor de selenio y/o de azufre elemental por medio de una convección forzada a través del dispositivo transportador de gas en el espacio de procesado de manera homogénea y se hace pasar por el sustrato (12), disponiéndose un dispositivo de calentamiento (36) en el circuito de circulación de gas generado por el dispositivo transportador de gas, para calentar el gas que se encuentra en la cámara de procesado (14).
2. Procedimiento para la fabricación de una capa semiconductor según la reivindicación 1, en el que se introduce una pila (66) de sustrato (12) provisto, respectivamente, de una capa metálica en una cámara de procesado (14) y se calienta hasta una temperatura de sustrato predeterminada; y se hace pasar vapor de selenio y/o de azufre elemental procedente de una fuente (102, 104) situada fuera de la cámara de procesado (14) por medio de un gas portador (118) inerte en condiciones de vacío bajo o condiciones de presión ambiental o condiciones de sobrepresión, por cada capa metálica, para hacerla reaccionar químicamente con selenio o azufre de manera controlada, caracterizado por que se calienta el sustrato (12) por medio de una convección forzada a través del dispositivo transportador de gas, en particular el ventilador, y se mezcla el vapor de selenio y/o de azufre elemental por medio de una convección forzada a través del dispositivo transportador de gas en el espacio de procesado de manera homogénea y se hace pasar por el sustrato (12).
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que la fuente (102, 104) se mantiene a una temperatura de la fuente elevada, o se regula a una temperatura de la fuente elevada, que preferentemente es, en cualquier momento del paso del vapor de selenio y/o de azufre elemental por el sustrato (12), menor que la temperatura en la cámara de procesado (14) y menor que una temperatura de sustrato mínima.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que un conducto de alimentación (100), a través del cual se conduce el vapor de selenio y/o de azufre elemental en su recorrido desde la fuente (102, 104) hasta el sustrato (12), y/o una pared (16) que define la cámara de procesado (14) se mantiene(n) a una temperatura que es igual o mayor que la temperatura de la fuente (102, 104).
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que como fuente (102, 104) se utiliza un burbujeador que presenta selenio líquido o azufre líquido, a través del cual se conduce el gas portador (118), y/o un crisol (114) lleno de selenio o azufre líquido, que presenta un lado que posibilita la vaporización del selenio o azufre, por el cual se hace pasar el gas portador (118).
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la reacción química del selenio y/o del azufre con la capa metálica se realiza a una presión total en la cámara de procesado (14) en el intervalo de condiciones de vacío bajo o condiciones de presión ambiental o condiciones de sobrepresión y/o a una presión parcial de vapor de selenio o de azufre en el intervalo comprendido entre aproximadamente 0,001 mbar y aproximadamente 100 mbar.
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que comprende las etapas siguientes:
- aumentar la temperatura de sustrato con una tasa de calentamiento comprendida entre aproximadamente 5°C/min y 600°C/min, preferentemente entre 10°C/min y 60°C/min, entre la temperatura ambiente y una temperatura en el intervalo comprendido entre aproximadamente 400°C y 600°C, preferentemente entre 400°C y 500°C;
 - alimentar con vapor de selenio elemental la cámara de procesado a partir de una temperatura de sustrato comprendida entre 120°C y 300°C y regular, de este modo, la temperatura de la fuente de selenio hasta una presión parcial deseada, preferentemente comprendida entre 0,001 mbar y 100 mbar;
 - mantener la temperatura de sustrato en el intervalo comprendido entre 400°C y 600°C durante un periodo de 1 min a 60 min, preferentemente de 10 min a 30 min;
 - desconectar la alimentación de vapor de selenio, y dado el caso, de azufre, elemental a la cámara de procesado tras un primer periodo de tiempo predeterminado;
 - vaciar por bombeo y/o lavar al menos una vez la cámara de procesado;

- alimentar con vapor de azufre elemental la cámara de procesado;
 - 5 - aumentar adicionalmente la temperatura de sustrato con una tasa de calentamiento comprendida entre aproximadamente 5°C/min y 600°C/min, preferentemente entre 10°C/min y 60°C/min, hasta una temperatura en el intervalo comprendido entre aproximadamente 450°C y 650°C, preferentemente entre 500°C y 550°C, y regular, de este modo la temperatura de la fuente de azufre hasta una presión parcial deseada, preferentemente comprendida entre 0,001 mbar y 100 mbar;
 - 10 - mantener la temperatura de sustrato en el intervalo comprendido entre 450°C y 650°C durante un periodo de 1 min a 60 min, preferentemente de 10 min a 30 min;
 - desconectar la alimentación de vapor de azufre elemental a la cámara de procesado tras un segundo periodo de tiempo predeterminado;
 - 15 - enfriar el sustrato; y
 - vaciar por bombeo y/o lavar la cámara de procesado.
- 20 8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que durante la etapa de selenización, por ejemplo a partir de una temperatura de sustrato comprendida entre 120°C hasta 600°C, se alimenta con vapor de azufre elemental la cámara de procesado, de tal manera que se establece una relación de presión parcial del selenio con respecto al azufre comprendida entre 0 y 0,9, preferentemente entre 0,1 y 0,3.
- 25 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que la capa metálica presenta al menos uno de los elementos In, Zn o Mg y/o la capa semiconductor que va a fabricarse es una capa intermedia, una capa de In₂S₃, ZnSe, ZnS, Zn(S,OH) o (ZnMg)O.
- 30 10. Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado por que al menos un gas reactivo, por ejemplo, oxígeno o hidrógeno se añade al gas portador (118) que contiene el vapor de selenio y/o de azufre.
- 35 11. Dispositivo de procesado (10) para la realización de un procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, con una cámara de procesado (14) que puede evacuarse, para recibir al menos un sustrato (12) que va a procesarse, un dispositivo de calentamiento (36) para el calentamiento por convección del sustrato (12) que va a procesarse, una fuente (102, 104) para vapor de selenio y/o de azufre elemental situada fuera de la cámara de procesado (14) y unida a través de un conducto de alimentación (100) con la cámara de procesado (14), y un dispositivo de regulación de la temperatura (18, 126), para mantener al menos una subzona de una pared (16) que define la cámara de procesado (14) y al menos un tramo del conducto de alimentación (100), respectivamente, a una temperatura predefinida, caracterizado por que comprende un dispositivo transportador de gas para generar un
- 40 circuito de circulación de gas en la cámara de procesado (14), comprendiendo el dispositivo transportador de gas preferentemente al menos un ventilador (46, 50), que está dispuesto preferentemente en la zona de uno de los lados frontales del sustrato (12).
- 45 12. Dispositivo de procesado (10) para la realización de un procedimiento según la reivindicación 11 con una cámara de procesado (14) que puede evacuarse, para recibir una pila (66) de sustratos (12) que van a procesarse, un dispositivo de calentamiento (36) para el calentamiento por convección del sustrato (12) que va a procesarse, una fuente (102, 104) para vapor de selenio y/o de azufre elemental situada fuera de la cámara de procesado (14) y unida a través de un conducto de alimentación (100) con la cámara de procesado (14), y un dispositivo de regulación de la temperatura (18, 126), para mantener al menos una subzona de una pared (16) que define la cámara de
- 50 procesado (14) y al menos un tramo del conducto de alimentación (100), respectivamente, a una temperatura predefinida, caracterizado por que comprende un dispositivo transportador de gas para generar un circuito de circulación de gas en la cámara de procesado (14), comprendiendo el dispositivo transportador de gas preferentemente al menos un ventilador (46, 50), que está dispuesto preferentemente en la zona de uno de los lados frontales de la pila (66) de sustratos.
- 55 13. Dispositivo según la reivindicación 11 o 12, caracterizado por que la fuente (102, 104) comprende una cámara de fuente (110) que puede calentarse y evacuarse, en la que está dispuesto un crisol (114) lleno de masa fundida de selenio o de azufre, y un conducto (116) para un gas portador (118) precalentado, de tal manera que el gas portador (118) o bien se conduce según el principio de un burbujeador a través de la masa fundida de selenio o de azufre (112, 120) o bien se conduce a través de una superficie de la masa fundida de selenio o de azufre (112, 120), presentando el crisol (114) y el conducto (116) un material resistente a la reacción en selenio o azufre y estando formados, por ejemplo, a partir de cerámica, cuarzo o aleaciones especiales resistentes a la corrosión o metales con recubrimientos resistentes a la corrosión.
- 60 14. Dispositivo según una de las reivindicaciones 11 a 13, caracterizado por que el dispositivo de calentamiento (36) está dispuesto en el circuito de circulación de gas generado por el dispositivo transportador de gas, para calentar un
- 65

5 gas que se encuentra en la cámara de procesado (14); y/o un dispositivo de enfriamiento (40) para enfriar un gas que se encuentra en la cámara de procesado (14) está dispuesto en el circuito de circulación de gas generado por dispositivo transportador de gas; y/o están previstos unos elementos de desviación de gas (54, 56), a través de los cuales puede desviarse el circuito de circulación de gas, de tal manera que o bien el dispositivo de calentamiento (36), o bien un dispositivo de enfriamiento (40) está dispuesto en el circuito de circulación de gas.

10 15. Instalación de procesado para procesar unos sustratos (12) apilados con al menos un dispositivo de procesado (10) según una de las reivindicaciones 11 a 14, caracterizada por que el dispositivo de procesado (10) presenta una abertura de carga (60), a través de la cual puede introducirse la pila (66) de sustratos en la cámara de procesado (14), y una abertura de descarga (70), a través de la cual puede extraerse la pila (66) de sustratos de la cámara de procesado (14).

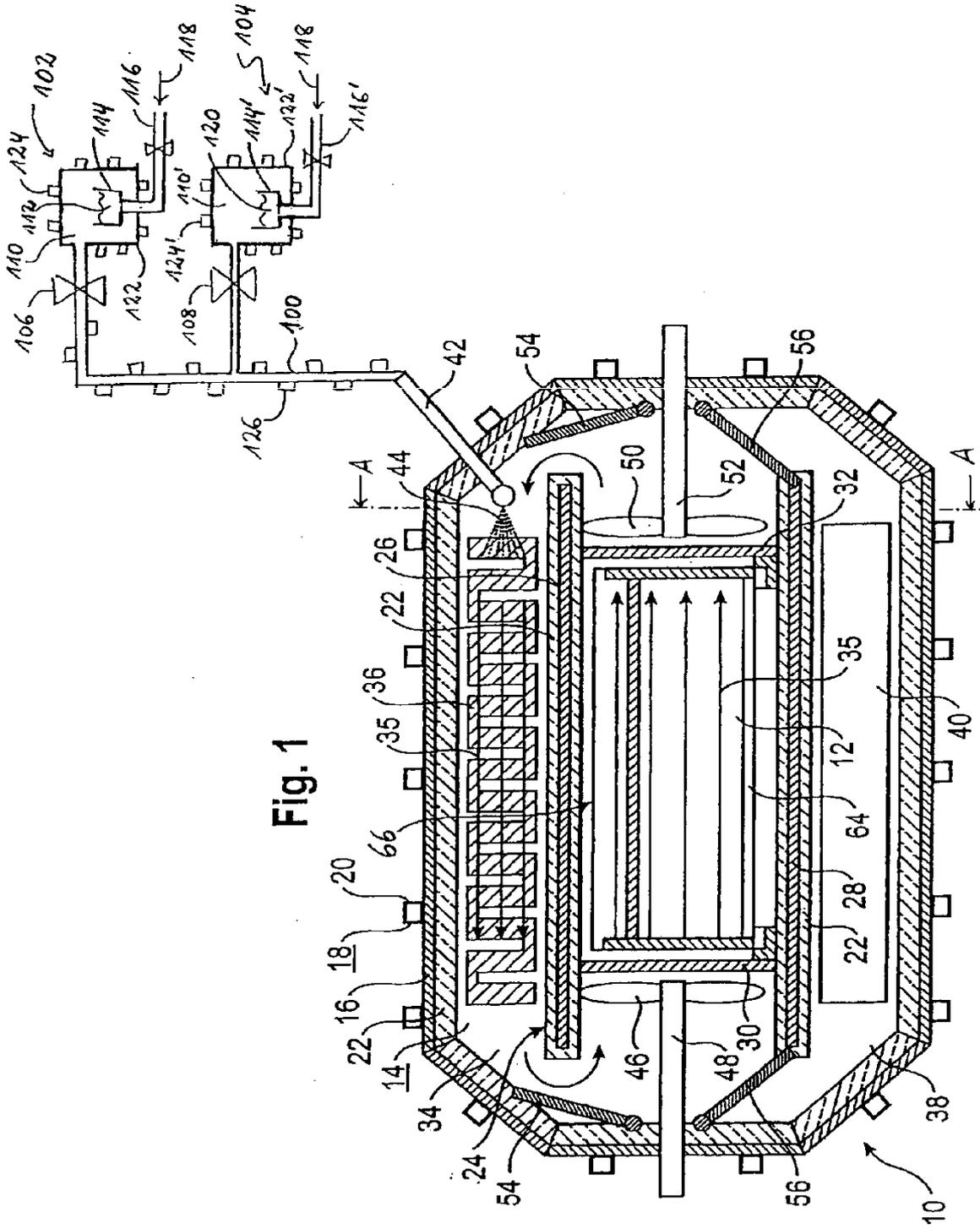


Fig. 1

Fig. 2

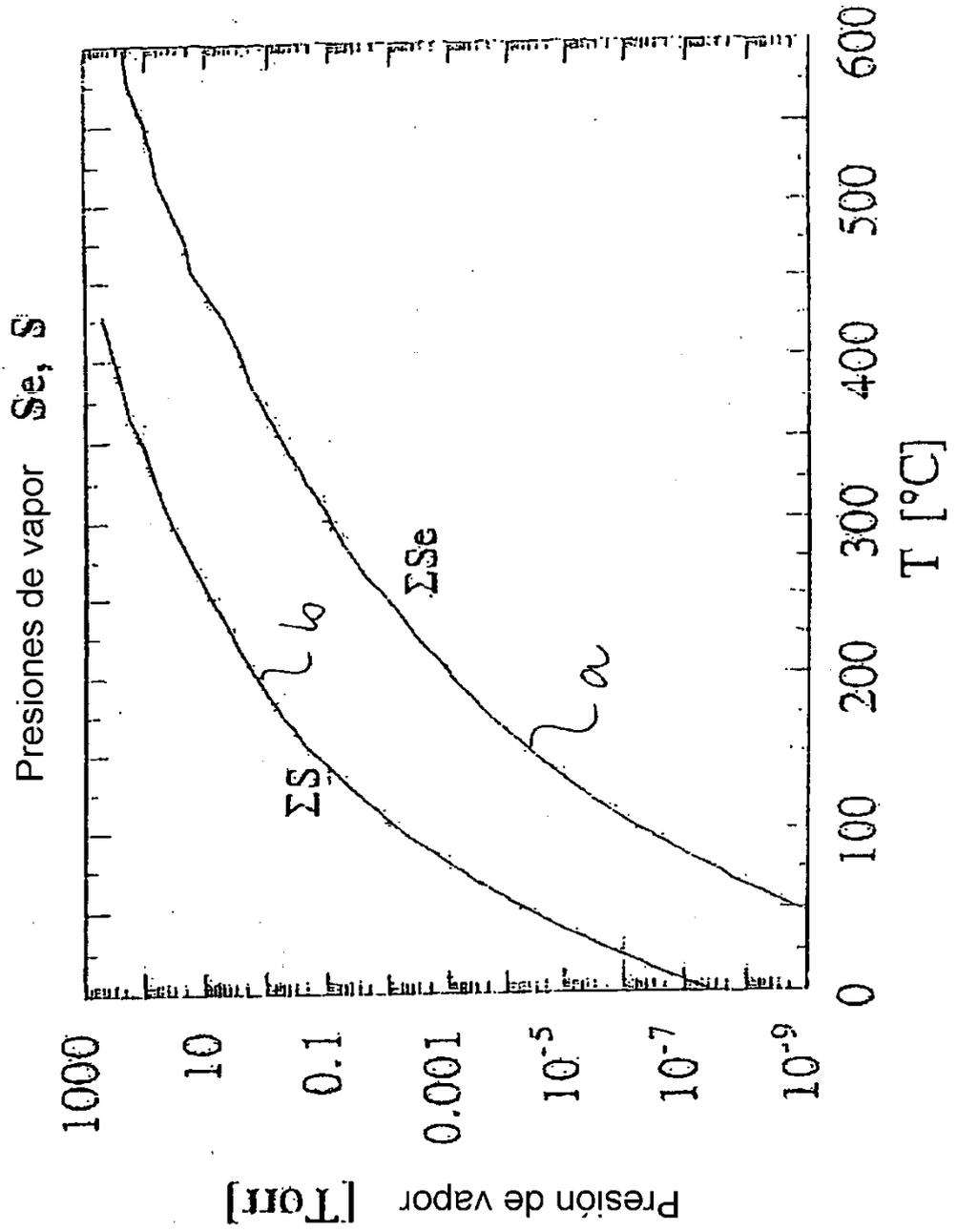
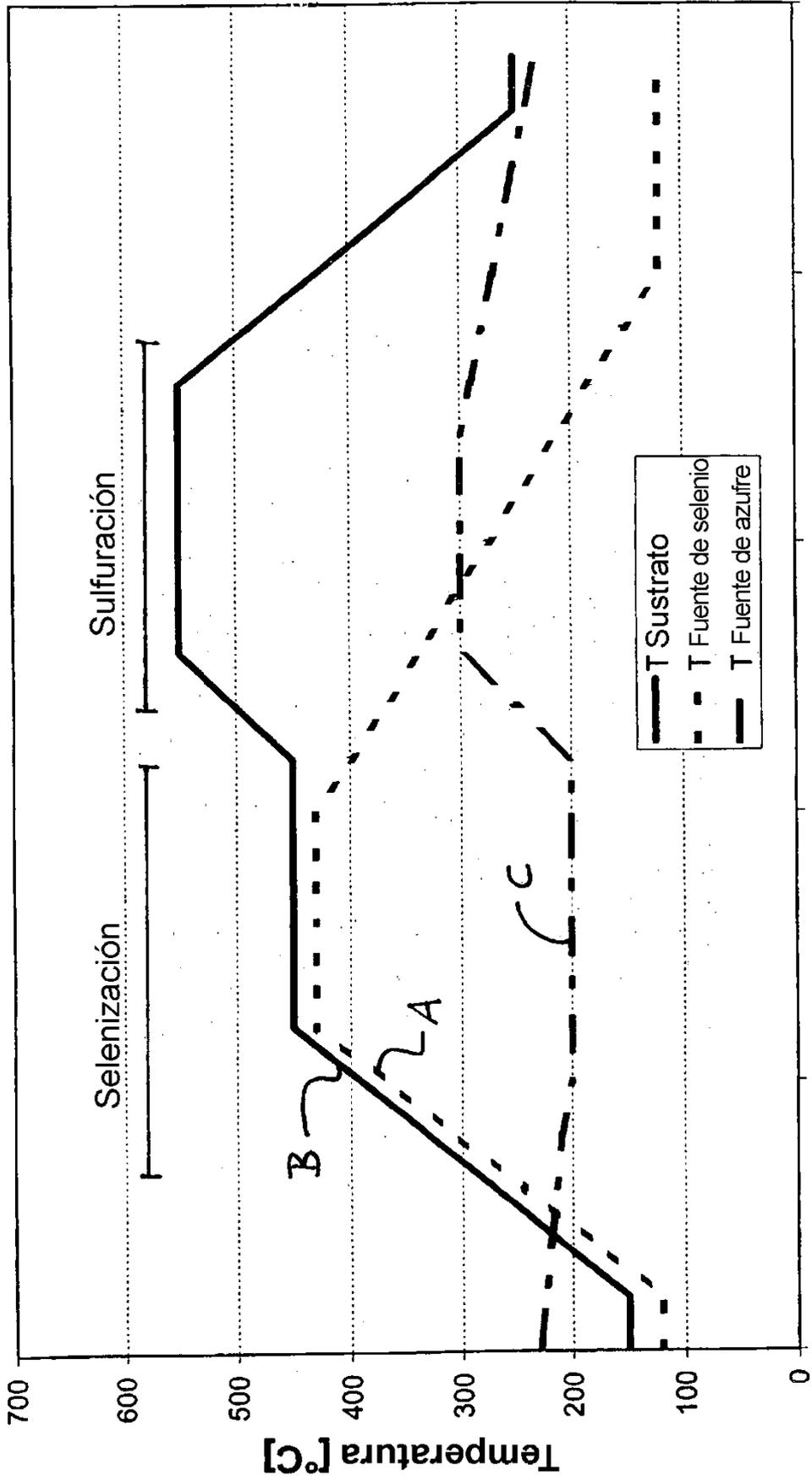


Fig. 3



Tiempo

Fig. 4

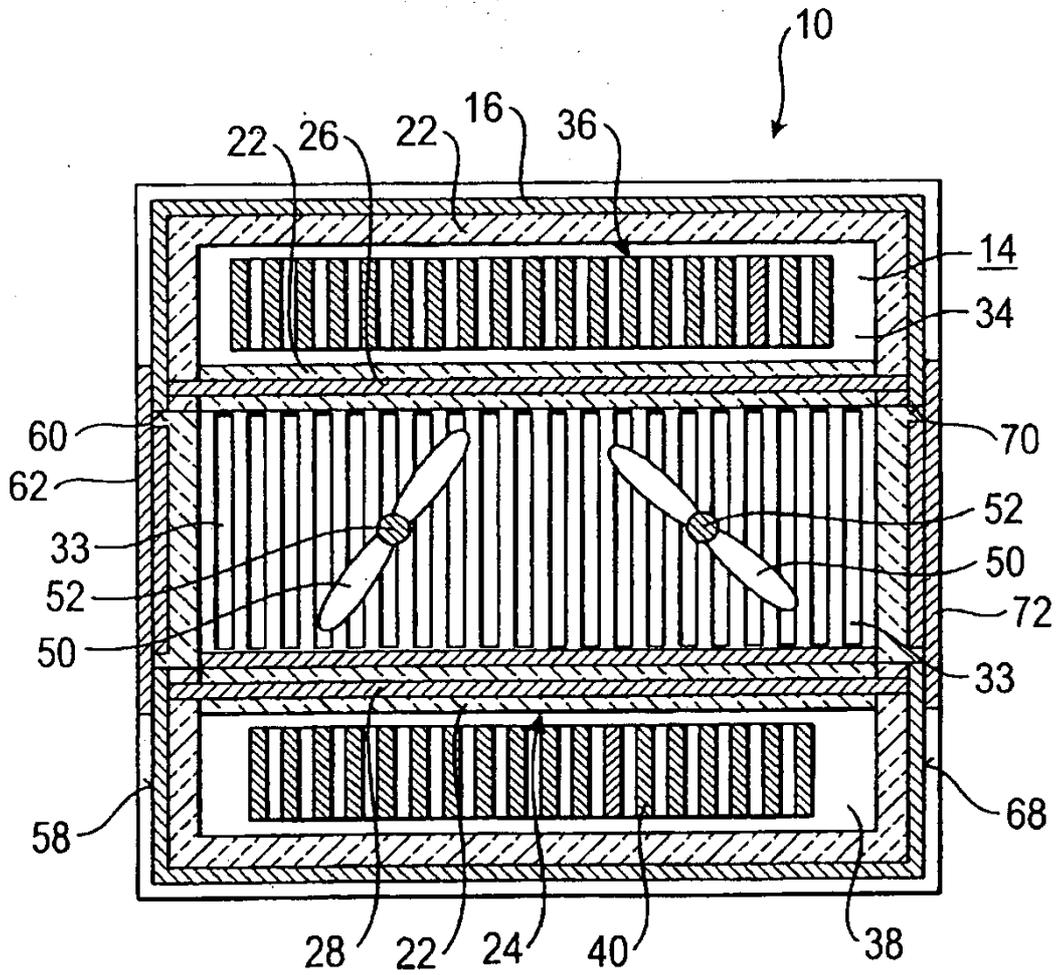


Fig. 5

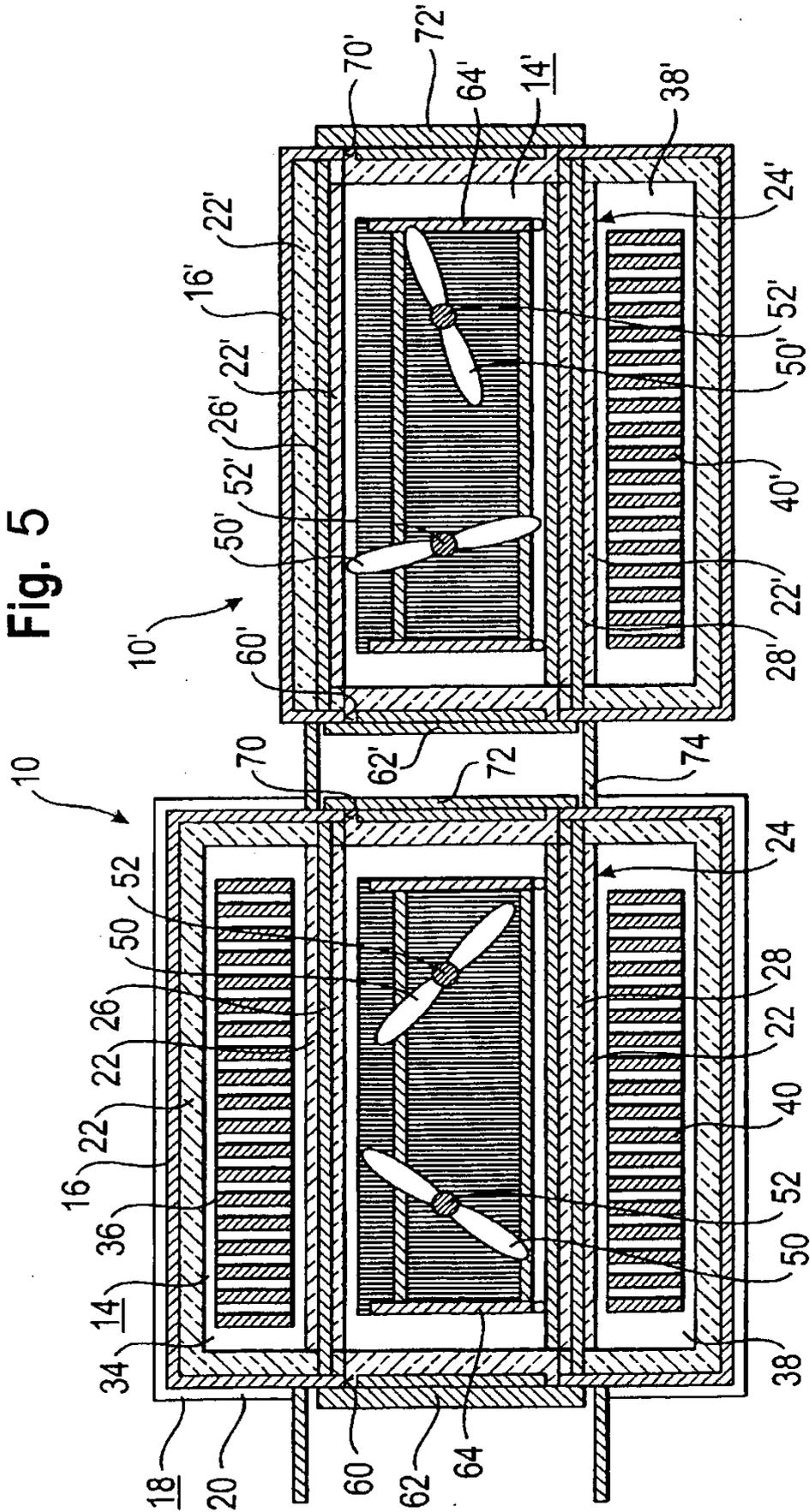


Fig. 6

