



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẢNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0036667

(51)⁸ C23C 14/06; C23C 14/34; C22C 1/05

(13) B

(21) 1-2019-00512

(22) 08/08/2017

(86) PCT/US2017/045895 08/08/2017

(87) WO 2018/038910 01/03/2018

(30) 62/378,031 22/08/2016 US; 15/670,487 07/08/2017 US

(45) 25/08/2023 425

(43) 27/05/2019 374A

(73) HONEYWELL INTERNATIONAL INC. (US)

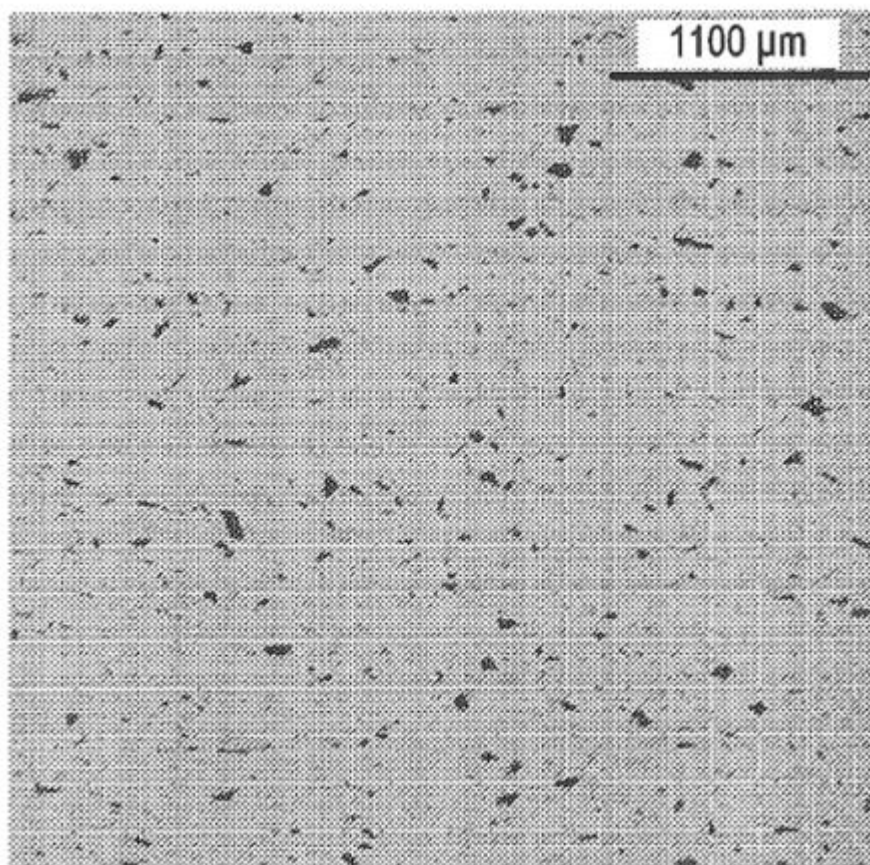
Intellectual Property - Patent Services, 115 Tabor Road, M/S 4D3, P. O. Box 377,
Morris Plains, New Jersey 07950, United States of America

(72) PINTER, Michael R. (US).

(74) Văn phòng Luật sư Ân Nam (ANNAM IP & LAW)

(54) PHƯƠNG PHÁP TẠO BIA PHÚN XẠ CHỨA VẬT LIỆU CHUYỂN PHA

(57) Sáng chế đề cập đến thiết bị lắng đọng hơi vật lý bao gồm bia phun xạ chứa vật liệu chuyển pha bao gồm chất nền sơ cấp và ít nhất một pha bổ sung. Chất nền sơ cấp chứa ít nhất một nguyên tố từ Nhóm VI của bảng tuần hoàn trừ oxy và một hoặc nhiều nguyên tố từ Nhóm IV hoặc nhóm V của bảng tuần hoàn. Pha bổ sung được phân tán về cơ bản là đồng nhất trên chất nền sơ cấp.



Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Sáng chế đề cập đến bia phún xạ chứa chalcogenua. Cụ thể hơn, sáng chế đề cập đến bia phún xạ chứa chất nền sơ cấp chứa các nguyên tố hoặc các hợp chất chalcogenua với một hoặc nhiều pha bổ sung. Sáng chế cũng đề xuất phương pháp tạo bia phún xạ này.

Tình trạng kỹ thuật của sáng chế

Các phương pháp lắng đọng hơi vật lý (Physical vapor deposition - PVD) được sử dụng rộng rãi để tạo ra các màng mỏng vật liệu trên nhiều nền khác nhau. Theo một quy trình PVD, được gọi là phún xạ, các nguyên tử được bắn ra từ bề mặt của bia phún xạ bằng cách bắn phá bằng các ion khí, như plasma. Do đó, bia phún xạ là nguồn vật liệu được lắng đọng trên chất nền.

Vật liệu chuyển pha đang nổi lên là các vật liệu triển vọng để sử dụng trong các thiết bị bộ nhớ bất biến. Vật liệu chuyển pha lưu trữ thông tin ở các pha vô định hình và pha tinh thể của chúng, và có thể được thay đổi nhanh chóng theo kiểu có thể đảo ngược bằng cách áp dụng điện áp cho vật liệu. Nhiều vật liệu chuyển pha chứa ít nhất một nguyên tố từ Nhóm VI của bảng tuần hoàn (tức là, chalcogenua) được kết hợp với một hoặc nhiều nguyên tố từ Nhóm IV hoặc nhóm V của bảng tuần hoàn. Thông thường các nguyên tố trong các vật liệu chuyển pha có các điểm nóng chảy khác nhau và có áp suất hơi cao. Điều này đặt ra các thách thức trong sản xuất các vật liệu chuyển pha trong khi vẫn duy trì độ tinh khiết kim loại cao, hàm lượng oxy thấp, và hệ số tỷ lệ hợp chất mong muốn. Điều này đặc biệt đúng nếu vật liệu chuyển pha chứa một hoặc nhiều nguyên tố có điểm nóng chảy cao.

Có thể sử dụng bia phún xạ chalcogenua trong các ứng dụng bộ nhớ bán dẫn để tạo ra các màng mỏng vật liệu chalcogenua trên chất nền. Một phương pháp tạo bia phún xạ chalcogenua hiện nay liên quan đến sự cố kết của từng loại bột nguyên tố để thu được chế phẩm mong muốn. Phương pháp này có xu hướng tạo ra các mức oxy cao. Ngoài ra, mật độ có thể phải chịu tác động vì yếu tố giới hạn được áp đặt bởi thành phần có nhiệt độ nóng chảy thấp nhất. Phương pháp khác tạo các bia phún xạ chalcogenua sử dụng các ống thạch anh bịt kín làm các bình phản ứng để pha trộn

và hóa rắn toàn bộ chế phẩm. Phương pháp này đắt và khó so sánh tỷ lệ. Ngoài ra, vật liệu thu được có xu hướng tạo ra bia phun xạ xốp do sự tạo thành các hợp chất liên kim loại chống lại sự cố kết.

Bản chất kỹ thuật của sáng chế

Theo một phương án, thiết bị lắng đọng hơi vật lý bao gồm bia phun xạ vật liệu chuyển pha bao gồm chất nền sơ cấp và ít nhất một pha bổ sung được phân tán gần như đồng nhất trong chất nền sơ cấp. Chất nền sơ cấp chứa ít nhất một nguyên tố từ Nhóm VI của bảng tuần hoàn ngoại trừ oxy và một hoặc nhiều nguyên tố từ Nhóm IV hoặc nhóm V của bảng tuần hoàn. Các pha bổ sung thích hợp có thể là các hợp chất hoặc các vật liệu nguyên tố.

Sáng chế cũng đề xuất phương pháp tạo bia phun xạ vật liệu chuyển pha.

Mặc dù bản mô tả này bộc lộ nhiều phương án, những người có trình độ hiểu biết trung bình trong lĩnh vực này hiểu rõ vẫn còn nhiều phương án khác theo sáng chế có thể được thực hiện từ phần mô tả chi tiết sau đây, phần này trình bày và mô tả các phương án minh họa theo sáng chế. Theo đó, các hình vẽ và phần mô tả chi tiết được coi là có mục đích minh họa và không giới hạn.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

HÌNH 1 là sơ đồ một phần của thiết bị lắng đọng hơi vật lý ví dụ.

HÌNH 2 là đồ thị về nhiệt độ so với vị trí đầu dò cho vật liệu GeSeAs ví dụ.

HÌNH 3 và 4 là các hình ảnh chụp qua kính hiển vi điện tử quét cho Ví dụ 1.

HÌNH 5 và 6 là các hình ảnh chụp qua kính hiển vi điện tử quét cho Ví dụ 2.

HÌNH 7 là đồ thị phân bố kích thước trung bình cho Ví dụ 2.

HÌNH 8 là các hình ảnh từ phổ tán sắc năng lượng tia X (EDS) cho Ví dụ 2.

HÌNH 9 là hình ảnh chụp qua kính hiển vi điện tử quét cho Ví dụ 4.

Mô tả chi tiết sáng chế

Sáng chế đề xuất các bia phun xạ vật liệu chuyển pha và các phương pháp tạo bia phun xạ này. Sơ đồ một phần của thiết bị lắng đọng hơi vật lý ví dụ 10 được thể hiện trong HÌNH 1. Thiết bị lắng đọng hơi vật lý (Physical vapor deposition - PVD) 10 bao gồm tấm mặt sau 12 có bia phun xạ 14 được gắn vào đó, như bằng liên kết epoxy, liên kết indii, hoặc các dạng liên kết chất hàn khác. Một miếng vật liệu bán

dẫn 18 bên trong thiết bị 10 và được bố trí cách xa bia 14. Bề mặt 16 của bia phún xạ 14 là bề mặt phún xạ. Khi vận hành, vật liệu được phún xạ 22 được chuyển vị từ bề mặt phún xạ 16 của bia phún xạ 14 và tạo ra lớp phủ (hoặc màng mỏng) 20 trên miếng 18. Theo một số phương án, bia phún xạ 14 có thể được sử dụng trong thiết bị PVD 10 mà không có tấm mặt sau 12. Kết cấu này được gọi là kết cấu nguyên khối.

Theo một số phương án, bia phún xạ 14 là bia phún xạ chuyển pha được tạo ra từ hợp chất hợp kim chứa vật liệu hợp kim chính và ít nhất một pha bổ sung. Vật liệu hợp kim chính chứa ít nhất một nguyên tố từ Nhóm VI của bảng tuần hoàn (tức là, chalcogenua) và một hoặc nhiều nguyên tố từ Nhóm IV hoặc nhóm V của bảng tuần hoàn. Các nguyên tố thích hợp từ Nhóm VI bao gồm lưu huỳnh (S), selen (Se), telur (Te) và poloni (Po). Các nguyên tố phù hợp từ Nhóm IV và V bao gồm germani (Ge), asen (As), thiếc (Sn) và antimon (Sb). Vật liệu hợp kim chính có thể biểu hiện trạng thái chuyển thủy tinh theo một số phương án.

Bia phún xạ 14 bao gồm ít nhất một pha bổ sung. Pha bổ sung có thể là hợp chất hoặc vật liệu nguyên tố. Các pha bổ sung thích hợp có thể là các hợp chất như GeSe hoặc các nguyên tố như silic (Si). Theo một số phương án, bia phún xạ 14 có thể bao gồm pha bổ sung và vật liệu nguyên tố bổ sung. Ví dụ, bia phún xạ 14 có thể bao gồm Si và GeSe. Theo một số phương án, bia phún xạ 14 có thể bao gồm hoặc chủ yếu bao gồm selen, germani, asen, và silic hoặc có thể bao gồm hoặc chủ yếu bao gồm germani, asen, telur, và silic, trong đó danh sách này không chỉ ra các tỷ lệ thực nghiệm của các nguyên tố. Tạp chất vi lượng cũng có thể có mặt.

Theo một số phương án, (các) nguyên tố Nhóm VI có thể có mặt trong các thành phần chính của hợp chất hợp kim. Ví dụ, (các) nguyên tố Nhóm VI có thể có mặt với lượng từ khoảng 45% trọng lượng đến khoảng 80% trọng lượng của hợp chất hợp kim. Theo một số phương án, mỗi nguyên tố Nhóm IV hoặc V có thể có mặt với lượng từ khoảng 5% trọng lượng đến khoảng 50% trọng lượng của hợp chất hợp kim. Các hợp chất hợp kim có thể nằm trong khoảng từ các hợp chất hai thành phần đến các hợp chất năm thành phần. Theo một số phương án, các hợp chất hợp kim có thể chứa nhiều hơn năm thành phần (tức là, có thể có bậc cao hơn hợp chất bậc bốn). Các khoảng hợp phần ví dụ của hợp chất hợp kim cho bia phún xạ 14 được trình bày trong Bảng 1.

Bảng 1: Các hợp phần ví dụ

	Ge (% trọng lượng)	As (%trọng lượng)	Te (%trọng lượng)	Se (%trọng lượng)	Si (%trọng lượng)
Ví dụ 1	5-15	20-40	-	45-65	0-10
Ví dụ 2	5-20	20-40	45-65	-	0-10
Ví dụ 3	20-50	0-20	0-25	45-80	0-10

Theo một số phương án, hợp chất hợp kim có thể được cấu thành từ chất nền khôikhô hoặc chất nền sơ cấp, hợp chất này có thể là hợp kim pha đơn hoặc pha cận đơn. Chất nền khô có thể chứa một hoặc nhiều pha bổ sung được phân bố đồng nhất hoặc gần như đồng nhất.

Theo một số phương án, đặc trưng đồng nhất của (các) pha bổ sung được chỉ ra theo hợp phần nguyên tố đồng nhất hoặc gần như đồng nhất. Ví dụ, theo một số phương án, các phép đo FEI được thực hiện trên toàn bề mặt phún xạ của bia phún xạ 14 cho thấy độ lệch nhỏ hơn 1% trong hợp phần cơ bản nguyên tử. Ví dụ, các mẫu từ tâm, nửa bán kính, và cạnh của phôi bia cho thấy độ lệch nhỏ hơn 1% trong hợp phần cơ bản nguyên tử. Theo một số phương án, bia phún xạ có sự phân bố các pha bổ sung gần như đồng nhất được đặc trưng theo sự thu thập tổng số và kích thước pha trong toàn bộ mẫu. Tổng số pha là đồng nhất với độ lệch tương đối nhỏ hơn 10% từ tâm đến cạnh và từng pha riêng biệt đồng nhất với độ lệch tương đối nhỏ hơn 10% từ tâm đến cạnh. Theo một số phương án, kích thước trung bình của các pha là đồng nhất với độ lệch tương đối nhỏ hơn 5% từ tâm đến cạnh. Bia phún xạ ví dụ có các pha bổ sung được phân bố gần như đồng nhất được trình bày trong Bảng 2.

Bảng 2

Vị trí mẫu	Diện tích được quét (mm ²)	Số hạt được đề cập trong diện tích	Số hạt được đề cập trên mỗi mm ²	Tổng số Si	Số hạt Si trên mỗi mm ²	Kích thước trung bình của Si	Tổng số Si-Te	Số hạt Si-Te trên mỗi mm ²	Kích thước trung bình của Si-Te
Tâm	0,478	956	2.000	319	667	16,9	637	1.333	7,88
Nửa bán kính	0,472	953	2.019	325	689	17,74	628	1.331	8,35

Cạnh	0,421	954	2.266	335	796	17,39	619	1.470	7,97
Trung bình			2.095	326	717	17,34	628	1.378	8,07
Độ lệch chuẩn			148	8,08	68,81	0,42	9	80	0,25
Độ lệch tương đối			7,08%	2,48%	9,59%	2,43%	1,43%	5,81%	3,09%

Theo một số phương án, một hoặc nhiều pha bổ sung có thể có đường kính hoặc kích thước trung bình khoảng 200 micron đến nhỏ hơn 10 micron, như khoảng 1 micron. Theo một số phương án, một hoặc nhiều pha bổ sung có thể có kích thước trung bình nhỏ hơn khoảng 40 micron, như từ khoảng 40 micron đến khoảng 1 micron.

Đường kính đương lượng trung bình của pha bổ sung ở dạng vật liệu nguyên tố có thể được điều chỉnh bằng cách sử dụng phương pháp giảm kích thước thông thường, bao gồm nghiền, mài, nghiền bi, và nghiền phản lực trước khi được kết hợp vào vào chất nền khối. Các hạt có thể được sàng bằng sàng Tyler tiêu chuẩn hoặc phương tiện khác để đạt được đường kính trung bình hoặc phân bố kích thước mong muốn. Theo một số phương án, pha thứ capsilic có thể có đường kính hoặc kích thước trung bình là khoảng 40 micron đến nhỏ hơn 10 micron. Việc sử dụng bột được chế biến siêu mịn có thể đạt được các mức phân tán cực mịn của pha thứ cấp bất kỳ.

Bia phún xạ 14 có thể có hàm lượng oxy thấp. Một phương pháp thích hợp để xác định hàm lượng oxy là phép sắc ký khí. Theo một số phương án, hàm lượng oxy có thể nhỏ hơn 2.000 phần triệu (ppm), nhỏ hơn 1.000ppm, nhỏ hơn 300ppm hoặc nhỏ hơn 100ppm. Theo một số phương án, hàm lượng oxy có thể là khoảng 2.000ppm đến khoảng 5ppm, hoặc khoảng 1.000ppm đến khoảng 5 ppm, hoặc khoảng 300ppm đến khoảng 5ppm, hoặc khoảng 5ppm đến khoảng 100ppm.

Bia phún xạ 14 có thể có độ tinh khiết cao. Các phương pháp thích hợp để xác định độ tinh khiết bao gồm quang phổ phát xạ quang plasma cặp cảm ứng (ICP-OES) và khối phổ phóng điện phát sáng (GDMS). Theo một số phương án, bia phún xạ 14 có thể đáp ứng độ tinh khiết 4N hoặc độ tinh khiết 99,99%. Theo các phương

án khác, bia phún xạ 14 có thể đáp ứng độ tinh khiết 4N5 hoặc độ tinh khiết 99,995%. Theo một số phương án, bia phún xạ 14 có thể có độ tinh khiết ít nhất là 99,999%.

Theo một số phương án, bia phún xạ 14 có thể có mật độ ít nhất là 90% mật độ lý thuyết hoặc ít nhất là 95% mật độ lý thuyết. Ví dụ, theo một số phương án, bia phún xạ 14 có thể có mật độ là 98% mật độ lý thuyết hoặc lớn hơn. Theo một số phương án, bia phún xạ 14 có thể đặc hoàn toàn. Có nghĩa là, bia phún xạ 14 có thể không có lỗ rỗng, khoảng không và lỗ rỗng. Chỉ báo độ xốp thô có thể là sự xác nhận các bọt khí trong phép đo mật độ Ácsimét. Phương pháp xác định độ xốp khác liên quan đến việc lấy mẫu tiết diện ngang của vật liệu hợp kim chalcogenua. Vật liệu đặc hoàn toàn sẽ không có các lỗ rỗng. Vật liệu hợp kim chalcogenua không có các trị số mật độ được công bố. Trong khi phương pháp của các hỗn hợp cung cấp ước tính thô, thì sự có mặt của nhiều pha hợp kim hoặc nguyên tố cũng như các trạng thái rắn khác nhau khiến cho khó có thể ước tính mật độ. Ngoài ra, các vùng xung quanh các thành phần pha rắn với các bề mặt góc, như pha bổ sung (tức là silic) khó được lấp đầy trong các vật liệu composít này. Theo một số phương án, bia phún xạ 14 có thể không có các lỗ rỗng hoặc khoảng không, kể cả việc không có các lỗ rỗng hoặc khoảng không giữa chất nền khối và (các) pha bổ sung. Có thể sử dụng bước tạo ảnh SEM để phát hiện các lỗ rỗng hoặc khoảng không giữa chất nền khối và (các) pha bổ sung. Phương pháp xử lý được phát triển lấp đầy hoàn toàn các khoảng trống này.

Bia phún xạ 14 có thể có sự phân bố nguyên tố gần như nhất quán hoặc đồng nhất trong toàn bộ bề mặt phún xạ. Ví dụ, các mẫu được lấy ở cạnh, nửa bán kính hoặc tâm của bề mặt phún xạ có thể có sự phân bố nguyên tố gần như giống nhau. Các phương pháp thích hợp để xác định sự phân bố nguyên tố bao gồm ánh xạ FEI sử dụng phổ tán sắc năng lượng tia X (EDS) của các tiết diện ngang. Theo một số phương án, ánh xạ FEI có thể chỉ ra độ lệch nhỏ hơn 1% trong hợp phần cơ bản nguyên tử từ tâm đến nửa bán kính cho đến cạnh của bia phún xạ 14. Phương pháp thích hợp khác liên quan đến sự phân tích một loạt các mẫu bằng cách sử dụng ICP-OES để theo dõi các thành phần chính ở các vị trí khác nhau. Hình 8 minh họa ánh xạ EDS qua bán kính phôi bia hợp kim bạc bốn. Các nguyên tố được phân tán đều trong mỗi mẫu và trong toàn bộ phôi.

Bia phún xạ 14 có thể được tạo ra bằng cách tổng hợp hợp kim chính, hợp kim này sau đó được giảm kích thước thành bột và được trộn với ít nhất một loại bột hợp kim thứ cấp hoặc bột nguyên tố để tạo ra hỗn hợp bột. Hỗn hợp bột được ép nóng trong chân không đến khi đặc lại và tạo thành bia phún xạ.

Hợp kim chính có thể được tạo ra bằng cách làm nóng chảy các thành phần với các pha hai thành phần hoặc ba thành phần ưu tiên trong chén nung. Theo một số phương án, hợp kim chính là hợp kim hai thành phần có thành phần thứ nhất được chọn từ Nhóm VI của bảng tuần hoàn (trừ oxy) và thành phần thứ hai được chọn từ Nhóm IV hoặc nhóm V của bảng tuần hoàn. Nhiều chalcogenua chứa selen hoặc asen, các nguyên tố có điểm nóng chảy tương đối thấp và áp suất hơi cao. Cần phải thận trọng khi chọn các thành phần có thể giảm thiểu tổn hao hiệu suất và duy trì được thành phần danh định. Hợp kim có thể được tạo ra trong môi trường khí trơ để giảm sự oxy hóa.

Theo một số phương án, hợp kim chính có thể là hợp kim ba thành phần được tạo ra bằng cách bổ sung thành phần thứ ba vào hợp kim hai thành phần đã nóng chảy. Theo một số phương án, nhiệt độ duy trì hợp kim hai thành phần đã nóng chảy có thể được giảm trước khi bổ sung thành phần thứ ba để giảm thiểu sự tổn hao thành phần thứ ba. Theo một số phương án, thành phần thứ ba và một hoặc nhiều thành phần bổ sung được bổ sung vào hợp kim hai thành phần đã nóng chảy. Nhiệt độ duy trì hợp kim hai thành phần đã nóng chảy có thể được giảm trước khi bổ sung thành phần.

Hợp kim chính đã nóng chảy có thể được rót vào khuôn. Theo một số phương án, hợp kim chính hóa rắn nhanh chóng hóa rắn để tạo ra phôi đồng nhất hoặc ít nhất gần như đồng nhất, vô định hình, trong suốt.

Có thể tạo ra bột hợp kim thứ cấp bằng cách sử dụng quy trình tương tự với bột hợp kim chính. Hợp kim thứ cấp có thể biểu lộ các đặc trưng giống thủy tinh tương tự với hợp kim chính hoặc có thể là vật liệu cứng hơn sẽ được bao bọc bởi hợp kim chính trong quá trình cố kết. Bột hợp kim thứ cấp được giảm kích thước thành bột trước khi trộn với bột hợp kim chính. Cũng có thể tạo ra bột hợp kim bổ sung bằng quy trình tương tự.

Một hoặc nhiều bột nguyên tố cũng có thể được bổ sung vào hỗn hợp bột. Ví dụ, có thể bổ sung hạt cắt silic vào hỗn hợp bột. Theo một số phương án, hạt cắt có thể được giảm kích thước ở kích thước hạt trung bình trước khi bổ sung bột nguyên tố vào hỗn hợp bột.

Hợp kim chính và ít nhất một loại bột hợp kim bổ sung (như bột hợp kim thứ cấp) hoặc bột nguyên tố được trộn để đạt được hệ số tỷ lệ mong muốn. Tức là, hỗn hợp bột bao gồm bột hợp kim chính và thêm một loại bột hợp kim bổ sung và/hoặc bột nguyên tố. Theo một số phương án, bột nguyên tố có thể được sản xuất bằng phương thức vật lý từ vật liệu khối để đạt được kích thước hạt mong muốn hoặc có thể được mua dưới dạng bột có kích thước hạt định trước. Theo một số phương án, hỗn hợp bột được tạo ra bằng cách trộn hợp kim ba thành phần ở dạng bột với bột silic. Bột nguyên tố có xu hướng là các vật liệu có nhiệt độ nóng chảy cao làm nâng nhiệt độ chất lỏng lên đến các nhiệt độ sẽ làm bay hơi các thành phần có nhiệt độ nóng chảy thấp hơn.

Hỗn hợp bột được nạp vào máy ép nóng chân không để cố kết và tạo thành phôi bia phun xạ. Theo một số phương án, silic có thể được giảm kích thước theo hệ số hình dạng ngay trước khi được trộn vào hỗn hợp bột. Ví dụ, silic ở dạng hạt cắt có thể được giảm kích thước thành dạng bột. Theo một số phương án, hạt cắt silic ban đầu có thể có đường kính trung bình là 5mm và có thể được giảm kích thước thành bột silic có kích thước theo đơn vị Mesh đương lượng Tyler ít nhất là -140M. Đã phát hiện ra rằng việc làm giảm hệ số hình dạng silic ngay trước khi trộn với hỗn hợp bột sẽ làm giảm hàm lượng oxy của bia phun xạ.

Hỗn hợp bột có thể được ép nóng ở nhiệt độ chuyển thủy tinh của hợp kim chính. Nhiệt độ chuyển thủy tinh là khoảng nhiệt độ mà trên nhiệt độ này vật liệu sẽ chuyển từ trạng thái rắn hoặc cứng sang trạng thái chảy được hoặc nhớt. Nếu nhiệt độ ép nóng quá thấp, thì bia phun xạ sẽ ít đặc hơn. Nếu nhiệt độ ép nóng quá cao, vật liệu có thể bị lèn ra ngoài bộ khuôn. Sự cân bằng chính xác giữa nhiệt độ và áp suất sẽ tạo ra phôi bia chalcogenua mật độ cao.

Khi được ép nóng trong chân không ở nhiệt độ chuyển thủy tinh, thì hợp kim chính sẽ chảy quanh các thành phần cứng hơn để tạo ra phôi bia phun xạ đặc. Các thành phần bổ sung có thể là thủy tinh chalcogenua khác được làm mềm hoặc hợp

kim cứng. Các phần bổ sung còn lại có thể là nguyên tố (tức là, silic) để hoàn thành hợp phần mong muốn. Như được mô tả trong bản mô tả này, bia phún xạ có thể có mật độ ít nhất là 95% mật độ lý thuyết, và theo một số phương án, có thể được làm đặc hoàn toàn mà không có độ xốp.

Phôi bia phún xạ có thể được đưa vào xử lý bề mặt bổ sung và/hoặc được gia công sau khi ép nóng chân không. Ví dụ, bề mặt phôi bia phún xạ có thể được làm sạch. Theo một số phương án, phôi bia phún xạ được xử lý để tạo thành bia phún xạ, bia này có thể được gắn kết vào tấm mặt sau. Ví dụ, bia phún xạ có thể được gắn kết vào tấm mặt sau bằng liên kết epoxy, indi, hoặc các dạng liên kết chất hàn khác.

Ví dụ thực hiện sáng chế

Ví dụ 1 – Bia phún xạ SeAsGeSi

Phôi bia phún xạ được tạo ra từ selen, germani, asen, và silic. Hợp kim hai thành phần được tạo ra bằng cách kết hợp và gia nhiệt asen và selen trong chén nung trong môi trường khí trơ. Hợp kim chính nóng chảy được đổ khuôn và làm mát.

Hợp kim hai thành phần thứ cấp được tạo ra bằng cách kết hợp và gia nhiệt selen và germani trong chén nung trong môi trường khí trơ. Hợp kim hai thành phần thứ cấp đã nóng chảy được đổ khuôn và làm mát.

Các hợp kim chính và thứ cấp là thủy tinh. Sử dụng phân tích nhiệt để xác định nhiệt độ chuyển thủy tinh. Các hợp kim chính và thứ cấp được giảm kích thước theo hệ số hình dạng. Hạt cắt silic được giảm kích thước theo hệ số hình dạng thành kích thước hạt thích hợp để kết hợp với các hợp kim chính và thứ cấp được giảm kích thước theo hệ số hình dạng. Hỗn hợp được ép nóng trong chân không trong các điều kiện được trình bày trong Hình 2.

Trong Thử nghiệm 1, vật liệu SeAsGeSi được ép nóng trong chân không ở nhiệt độ điểm A. Bia phún xạ thu được có độ đặc khoảng 74% và rời rạc. Bia phún xạ thu được không thích hợp.

Trong Thử nghiệm 2, vật liệu SeAsGeSi được ép nóng trong chân không ở nhiệt độ điểm B. Quan sát thấy lượng bị lèn ra ngoài không đáng kể trong khi ép nóng. Bia phún xạ tạo thành có độ đặc lớn hơn 99%.

Trong Thử nghiệm 3, vật liệu SeAsGeSi được ép nóng trong chân không ở nhiệt độ điểm C. Quan sát thấy lượng bị lèn ra ngoài không đáng kể trong khi ép nóng. Bia phún xạ thu được có mật độ là 100%.

HÌNH 3 và 4 là các hình ảnh chụp qua kính hiển vi điện tử quét của hợp chất SeAsGeSi được cố kết. Ba vùng được trình bày trong Hình 4. Cụ thể hơn, pha nguyên tố (tức là, silic) là các vùng màu tối được chỉ ra bằng “E”, pha khối (tức là, SeAs) là các vùng cơ sở màu sáng hơn được chỉ ra bằng pha “B”, và pha bổ sung (tức là, GeSe) là các vùng thứ cấp màu tối hơn được chỉ ra bằng “S” trong Hình 4. Mẫu trong Hình 3 gần như là SeAs với hỗn hợp đồng nhất gồm GeSe và silic nằm rải rác trong đó. Không thấy sự rõ ràng của các lỗ rỗng.

Silic có điểm nóng chảy là 1.410°C , cao hơn điểm sôi của selen và asen. Cụ thể, nhiệt độ cao cần để hòa tan silic có thể làm bay hơi selen và asen dưới dạng hơi có độc tính cao. Trong Ví dụ 1, việc tạo ra các hợp kim hai thành phần thứ nhất và thứ hai khiến cho selen và asen ít bị bay hơi hơn. Việc tạo ra hỗn hợp các hợp kim chalcogenua có nhiệt độ nóng chảy thấp hơn giúp giữ được sự toàn vẹn của hàm lượng selen và asen trong khi cho phép đặc hóa.

Ví dụ 2 và 3 – Bia phún xạ GeAsTeSi

Bia phún xạ được tạo ra từ germani, asen, telur, và silic. Hợp kim ba thành phần được tạo ra bằng cách kết hợp và gia nhiệt gemarni, telur, và asen trong chén nung trong môi trường khí trơ. Hệ số hình dạng vật liệu thô được điều chỉnh để cung cấp điều kiện đúc khuôn tốt nhất.

Nhiệt độ của chén nung được duy trì trong vùng giữa nhiệt độ chất rắn và nhiệt độ chất lỏng cho hợp kim cụ thể này để ngăn asen bay hơi. Hợp kim đã nóng chảy được rót vào khuôn graphit. Sự hóa rắn nhanh làm giảm thiểu sự tách riêng giữa các pha tiềm tàng trong hệ hợp kim ba thành phần.

Hợp kim ba thành phần được kết hợp với silic và hỗn hợp bột được ép nóng trong chân không. Hợp kim ba thành phần này được giảm kích thước theo hệ số hình dạng thành kích thước theo đơn vị Mesh đương lượng Tyler là -100M ngay trước khi kết hợp. Trong Ví dụ 2, silic được giảm kích thước từ kích thước hạt cắt thành kích thước theo đơn vị Mesh đương lượng Tyler là -140M (kích thước trung bình là khoảng $40\mu\text{m}$) ngay trước

khi kết hợp. Trong Ví dụ 3, bột silic mịn (kích thước trung bình là khoảng $8\mu\text{m}$) được sử dụng. Bảng 2 trình bày các phân bố kích thước hạt silic cho một số thử nghiệm trong đó trình bày kích thước hạt trung bình (“Trung bình”), độ lệch chuẩn về kích thước hạt (“Độ lệch chuẩn”), kích thước hạt điểm giữa (“Điểm giữa”), kích thước hạt tối thiểu (“Tối thiểu”), kích thước hạt tối đa (“Tối đa”) và số lượng hạt theo khoảng kích thước hạt (“số lượng hạt”). Số lượng hạt là số hạt nằm trong khoảng kích thước hạt trong đó Nhóm 1 có kích thước nằm trong khoảng từ 1,00 đến $3,10\mu\text{m}$, Nhóm 2 có kích thước nằm trong khoảng từ 3,10 đến $9,61\mu\text{m}$, Nhóm 3 có kích thước nằm trong khoảng từ 9,61 đến $29,79\mu\text{m}$, và Nhóm 4 có kích thước nằm trong khoảng từ 29,79 đến $92,35\mu\text{m}$).

Bảng 2: Phân bố kích thước hạt silic cho một số thử nghiệm

Mẫu	Tổng số hạt	Trung bình	Độ lệch chuẩn	Điểm giữa	Tối thiểu	Tối đa	Số lượng hạt			
							Nhóm 1	Nhóm 2	Nhóm 3	Nhóm 4
Lô #357	453	7,88	3,72	7,30	1,72	28,54	32	312	109	0
Lô #372	404	14,15	7,64	12,72	1,58	50,23	6	131	252	15
Lô #362	232	19,43	7,51	19,15	4,38	48,76	0	22	190	20
Lô #361	356	39,59	17,15	36,89	5,75	110,94	0	6	109	238

Hình 5 và 6 lần lượt là các hình ảnh của các phôi bia phun xạ thu được chụp qua kính hiển vi điện tử quét của Ví dụ 2 và Ví dụ 3. Như được thể hiện, hợp kim GeAsTe là pha cận đơn. Pha thứ cấp silic được phân tán gần như đồng nhất với đường kính trung bình lần lượt là 38 và 8 micron. Không thấy sự rõ ràng của tính xốp.

FEI được sử dụng để đo phân bố kích thước silic của Ví dụ 2 và biểu đồ phân phối được trình bày trong Hình 7. Tổng số các hạt được phân tích là 730. Các hạt có khoảng kích thước trung bình nằm trong khoảng 2 micron đến 174 micron với kích thước trung bình là 31 micron và độ lệch chuẩn là 27,5. Phần lớn các hạt có kích thước trung bình nhỏ hơn 100 micron.

Ảnh xạ FEI của Ví dụ 2 được trình bày trong Hình 8. Các mẫu được cắt tiết diện ngang từ các vùng tương ứng với cạnh, nửa bán kính và tâm của phôi bia. Sự phân phối từng thành phần tại mỗi vị trí gần như đồng nhất.

Sự oxy hóa bị ảnh hưởng bởi môi trường xung quanh, khả năng phản ứng của vật liệu, thời gian, và diện tích bề mặt của từng thành phần. Theo một phương án, IGA bọc lộ mức oxy tăng từ 34ppm đến 82ppm khi kích thước hạt silic được giảm xuống trước khi cô kết lần lượt từ -140M đến -325M.

Ví dụ 4 – Bia phún xạ GeAsSeTe

Bia phún xạ được tạo ra từ germani, asen, selen, và telur. Hợp kim hai thành phần được tạo ra bằng cách kết hợp và gia nhiệt germani và telur riêng biệt với selen và asen trong các chén nung trong môi trường khí trơ. Hệ số hình dạng vật liệu thô được điều chỉnh để cung cấp điều kiện đúc khuôn tốt nhất.

Nhiệt độ của chén nung được duy trì trong vùng giữa nhiệt độ chất rắn và nhiệt độ chất lỏng cho hợp kim SeAs để ngăn sự bay hơi. Hợp kim đã nóng chảy được rót vào khuôn graphit. Sự hóa rắn nhanh làm giảm sự tách riêng giữa các pha tiềm tàng trong hệ hợp kim hai thành phần.

Nhiệt độ của chén nung được duy trì trong vùng giữa nhiệt độ chất rắn và nhiệt độ chất lỏng cho hợp kim GeTe để ngăn sự bay hơi. Hợp kim đã nóng chảy được lấy ra khỏi khuôn graphit.

Hai hợp kim hai thành phần được giảm kích thước xuống thành bột và được trộn theo tỷ lệ để đạt hệ số tỷ lệ mong muốn. Hỗn hợp bột được ép nóng trong chân không. Hợp kim chính (SeAs) và hợp kim thứ cấp (GeTe) được giảm kích thước theo hệ số hình dạng thành kích thước theo đơn vị Mesh đương lượng Tyler là -140M ngay trước khi kết hợp.

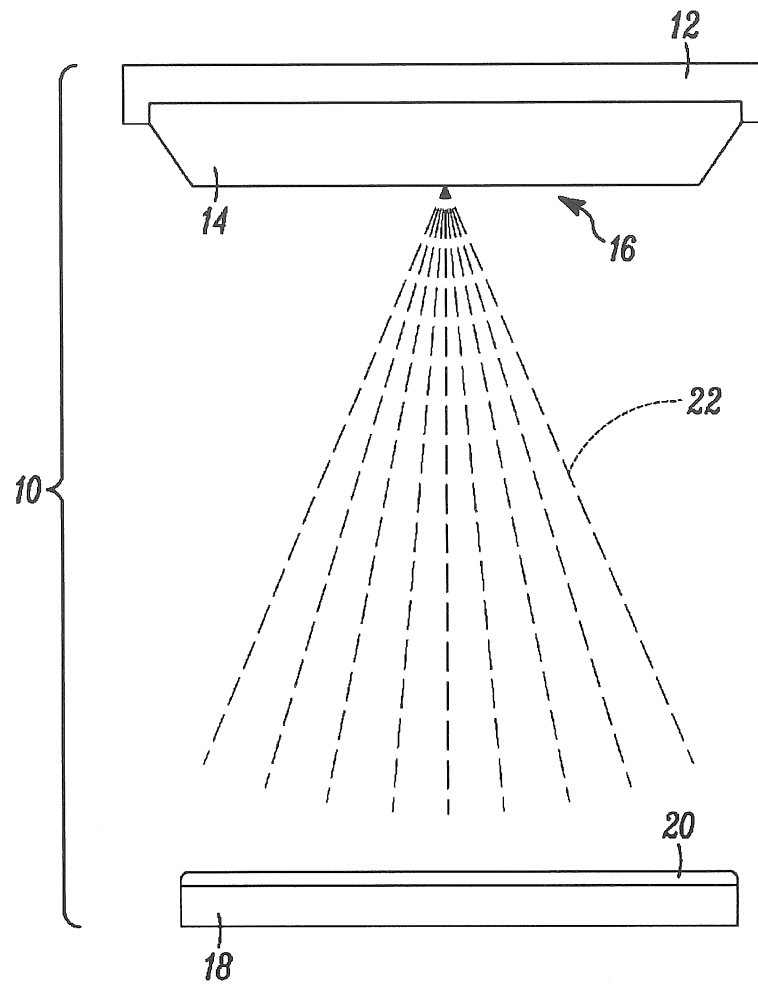
Hình 9 là hình ảnh của phôi bia phún xạ thu được chụp qua kính hiển vi điện tử quét của Ví dụ 4. Chất nền khối được tạo thành từ pha sơ cấp SeAs. Như được thể hiện, hợp kim SeAs là pha cận đơn. Pha thứ cấp là các vùng sáng hơn và là hợp chất GeTe. Pha thứ cấp GeTe được phân tán gần như đồng nhất trong toàn bộ mẫu. Một số germani nguyên tố cũng có mặt và là các vùng màu tối. Không thấy sự rõ ràng của tính xốp.

Sự oxy hóa bị ảnh hưởng bởi môi trường xung quanh, khả năng phản ứng của vật liệu, thời gian, và diện tích bề mặt của từng thành phần. Theo phương án này, IGA bọc lộ mức oxy là 190ppm.

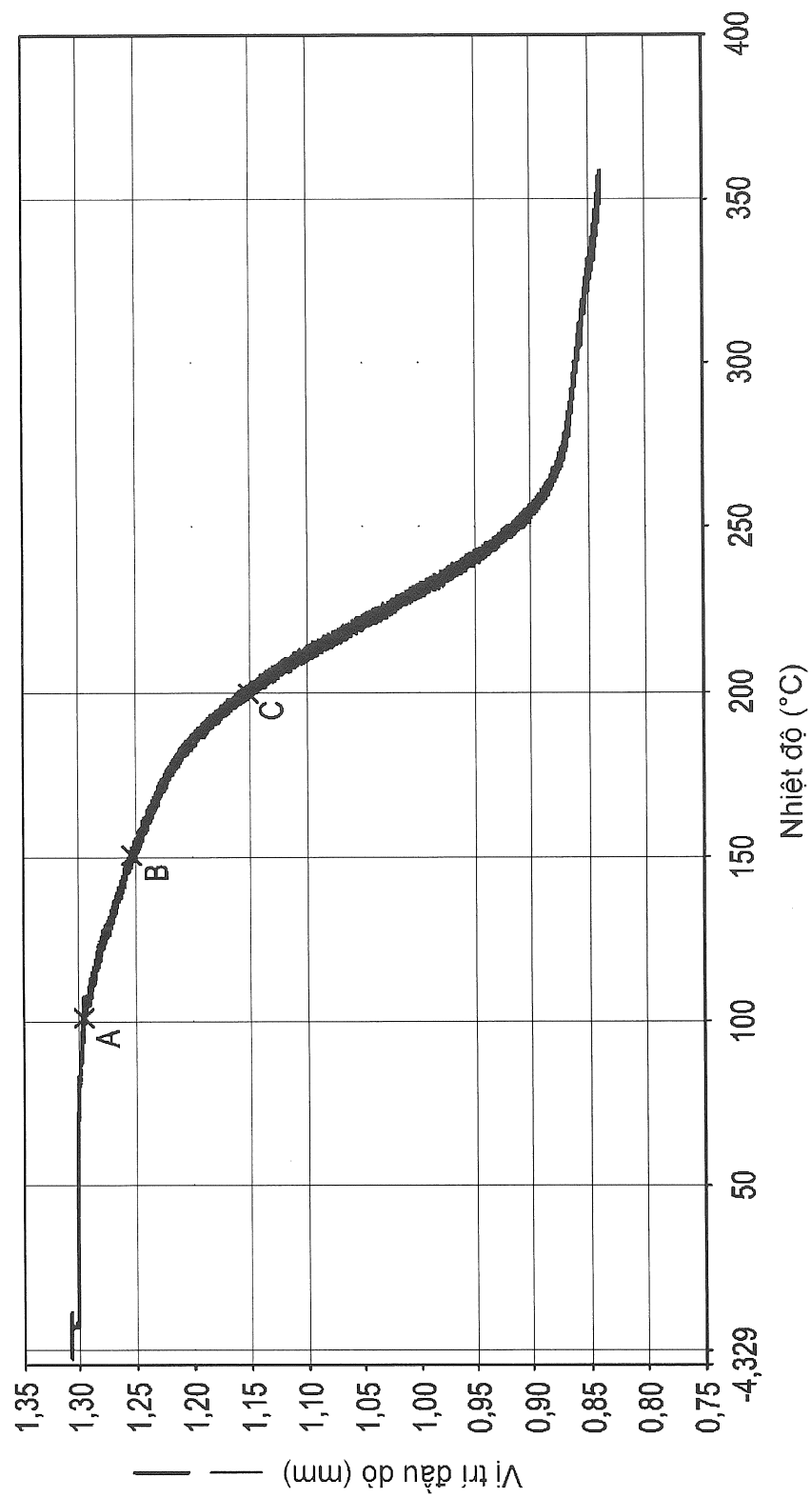
Có thể thực hiện các cải biến và bổ sung khác nhau cho các phương án ví dụ được trình bày trong bản mô tả miễn là rời khỏi nội dung của sáng chế. Ví dụ, mặc dù các phương án được mô tả ở trên đề cập đến các dấu hiệu kỹ thuật cụ thể, phạm vi của sáng chế còn bao gồm các phương án có các tổ hợp dấu hiệu kỹ thuật khác và các phương án không bao gồm tất cả dấu hiệu kỹ thuật được mô tả ở phần trên.

YÊU CẦU BẢO HỘ

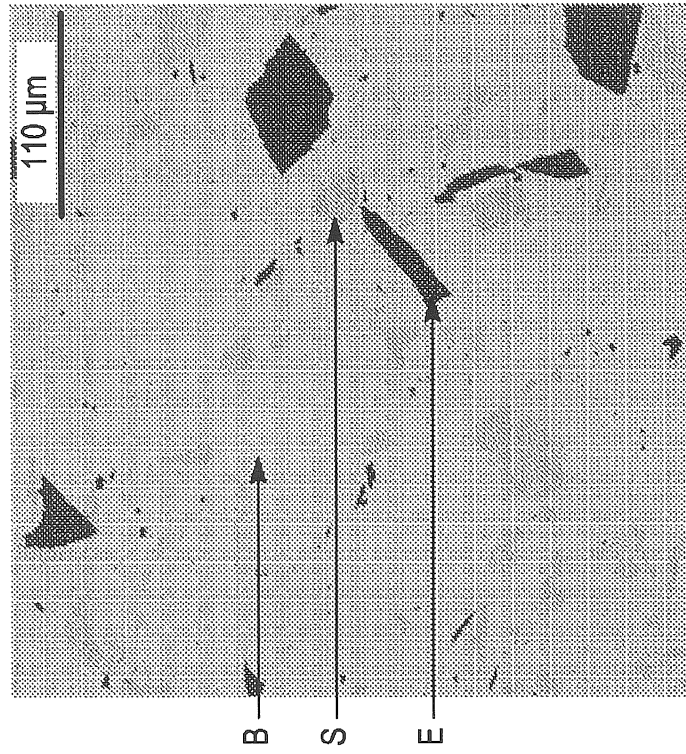
1. Phương pháp tạo bia phún xạ chứa vật liệu chuyển pha, phương pháp này bao gồm:
 - bước tạo hợp kim chính chứa ít nhất một nguyên tố từ Nhóm VI của bảng tuần hoàn trừ oxy và ít nhất một nguyên tố từ Nhóm IV hoặc nhóm V của bảng tuần hoàn;
 - bước giảm kích thước hợp kim chính để tạo bột hợp kim;
 - bước tạo hỗn hợp bột bằng cách trộn bột hợp kim với thành phần bột bổ sung;
 - và
 - bước ép nóng hỗn hợp bột để tạo bia phún xạ, trong đó hỗn hợp bột được ép nóng ở nhiệt độ chuyển pha thủy tinh của hợp kim chính.
2. Phương pháp theo điểm 1, trong đó bột bổ sung là bột hợp kim hoặc bột nguyên tố.
3. Phương pháp theo điểm 1, và phương pháp này còn bao gồm:
 - bước tạo hợp kim thứ cấp chứa ít nhất một nguyên tố từ Nhóm VI của bảng tuần hoàn trừ oxy và ít nhất một nguyên tố từ Nhóm IV hoặc nhóm V của bảng tuần hoàn; và
 - bước giảm kích thước hợp kim thứ cấp để tạo bột hợp kim thứ cấp, và trong đó hỗn hợp bột được tạo thành bằng cách trộn bột hợp kim chính, bột hợp kim thứ cấp và tùy chọn một hoặc nhiều thành phần bột bổ sung.
4. Phương pháp theo điểm 3, trong đó hợp kim thứ cấp có độ cứng cao hơn hợp kim chính.



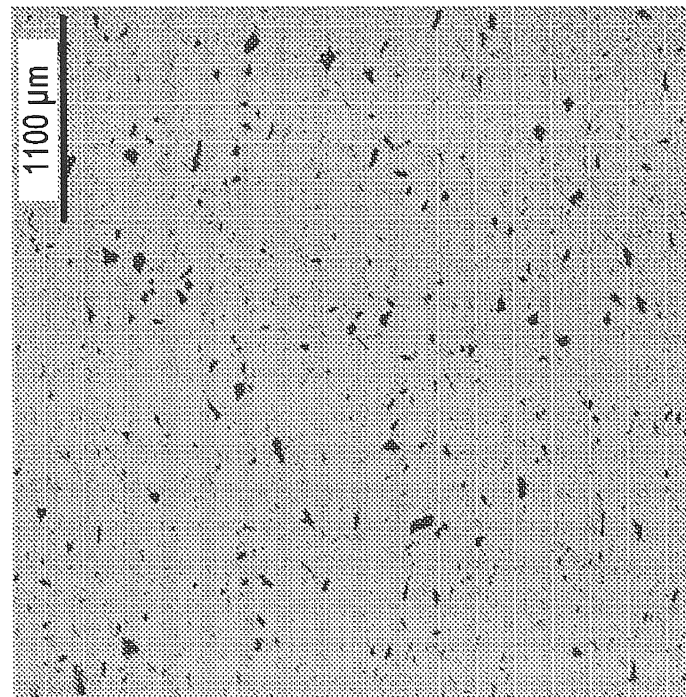
HÌNH 1



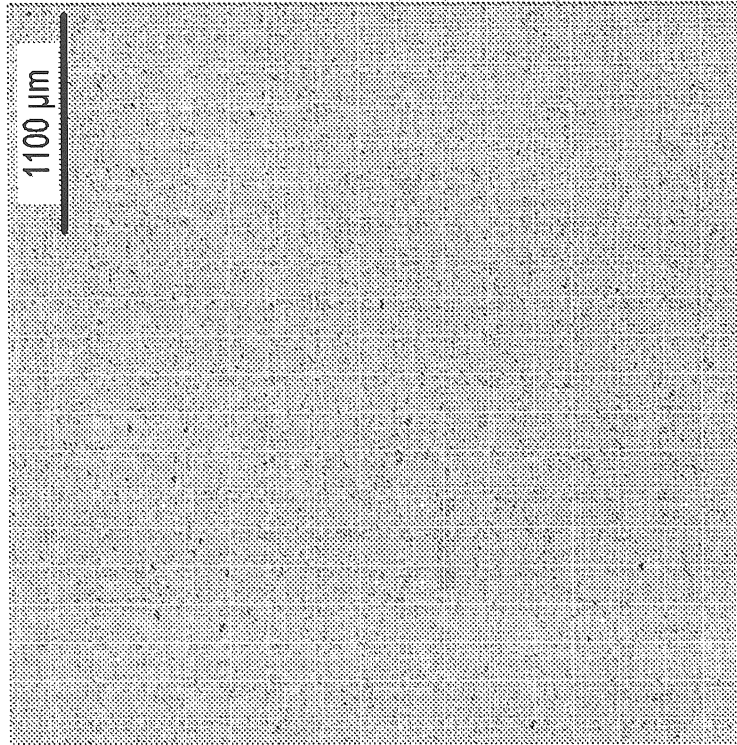
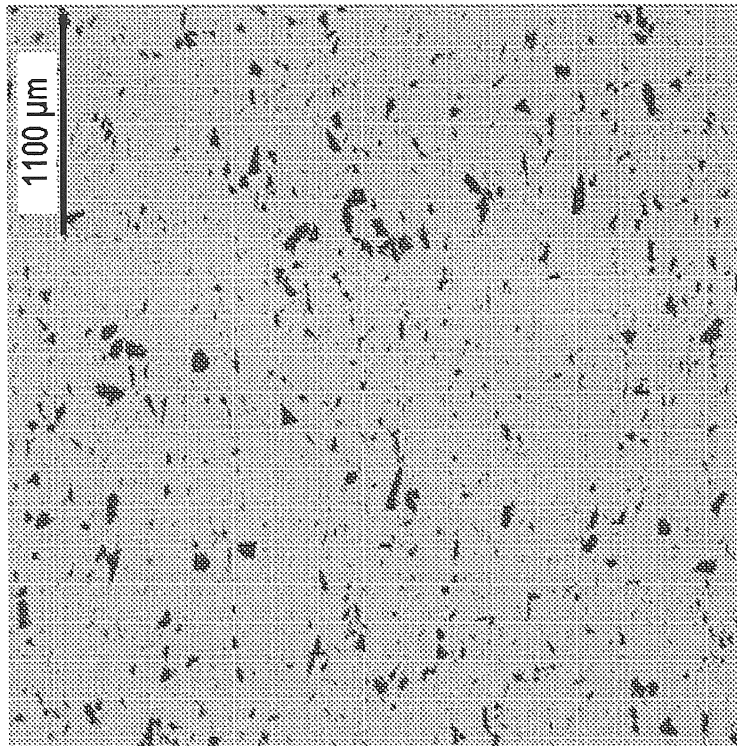
HÌNH 2

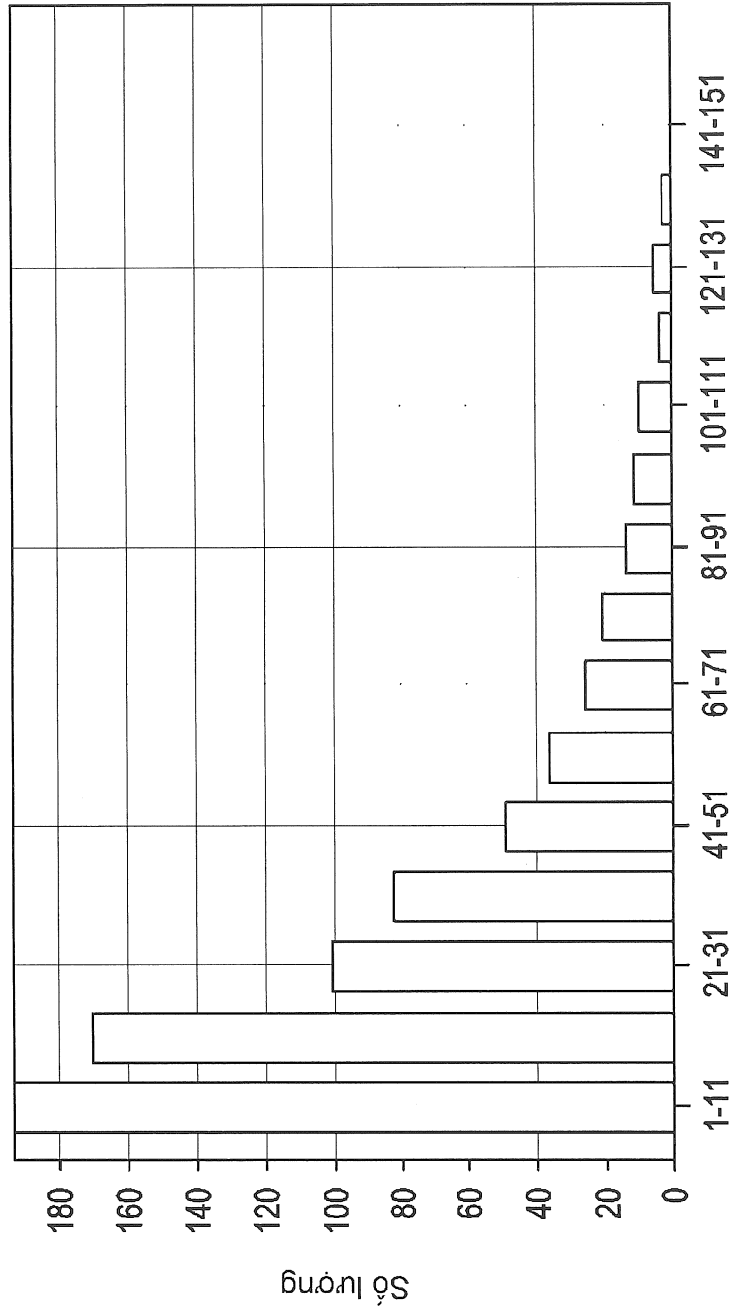


HÌNH 4



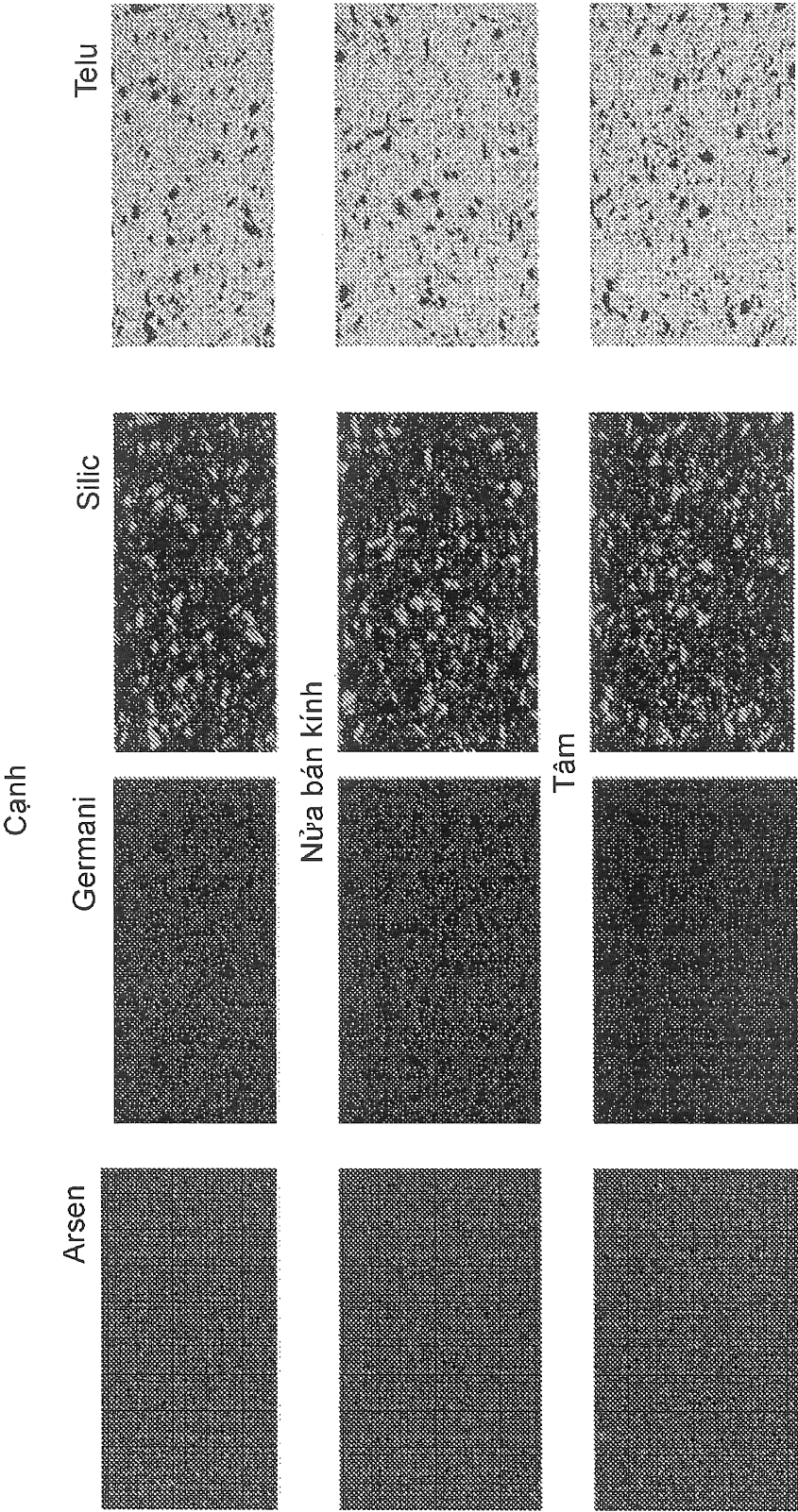
HÌNH 3

*HÌNH 6**HÌNH 5*

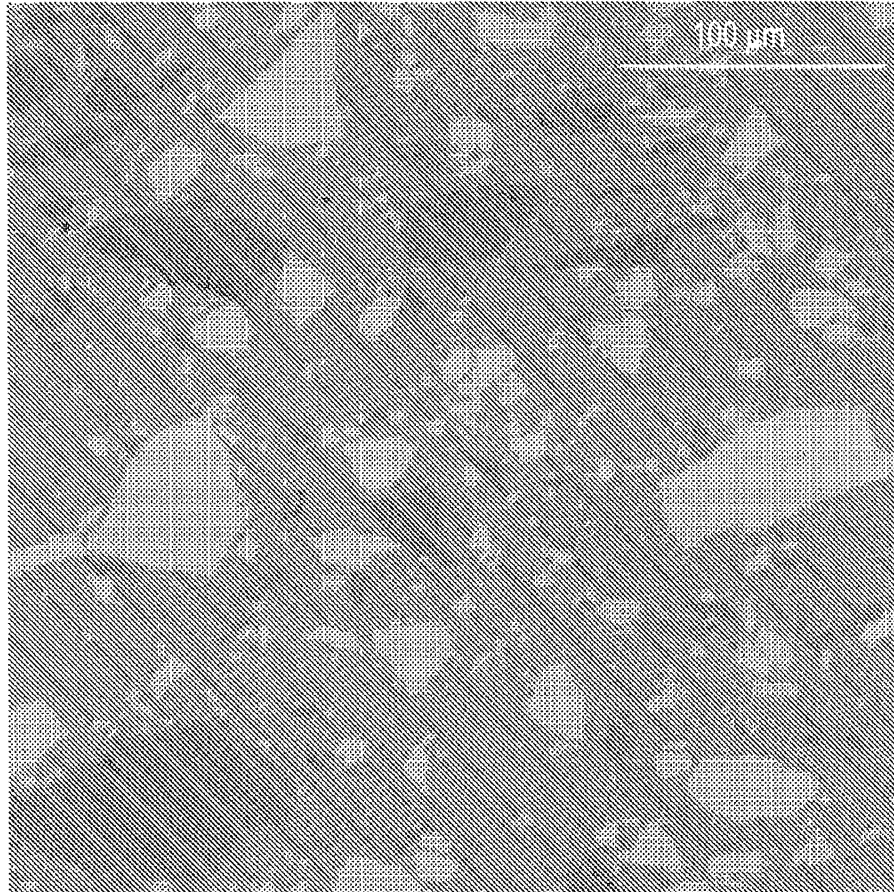


DAVE

HÌNH 7



HÌNH 8



HÌNH 9