



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(21) Numer zgłoszenia: 304646

(22) Data zgłoszenia: 12.08.1994

(51) IntCl⁶:
G01N 21/03
B01L 3/00

(54)

Wysokotemperaturowa kuweta gazowa

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
19.02.1996 BUP 04/96

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
27.02.1998 WUP 02/98

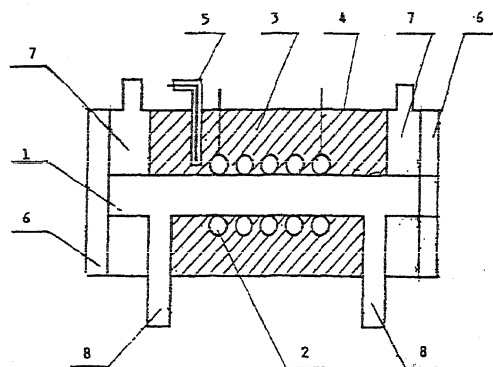
(73) Uprawniony z patentu:
Akademia Górniczo-Hutnicza
im. Stanisława Staszica, Kraków, PL

(72) Twórcy wynalazku:
Stanisława Jonas, Kraków, PL
Andrzej Kamiński, Kraków, PL
Kazimierz Oćwieja, Kraków, PL
Wiesław Płak, Kraków, PL
Władysław Sadowski, Kraków, PL
Edward Walasek, Kraków, PL

(74) Pełnomocnik:
Postołek Elżbieta, Akademia Górniczo-Hut-
nicza im. Stanisława Staszica

(57) 1. Wysokotemperaturowa kuweta gazowa składająca się z cylindrycznego naczynia reakcyjnego w kształcie rurki zamkniętej z obydwu stron okienkami IR, która zaopatrzona jest we wlot i wylot gazów reakcyjnych oraz posiadająca element grzejny zasilany prądem elektrycznym o dużym natężeniu, **znamienna tym**, że posiada płaszcz chłodzący (7) osadzony na obydwu końcach rurki (1), ściśle przylegający do okienek (6), a element grzejny stanowi nawinięta na rurkę (1) spirala grzejna (2), umieszczona w otulinie (3) wypełniającej przestrzeń pomiędzy rurką (1) a osłoną ekranującą (4).

2. Kuweta według zastrz. 1, **znamienna tym**, że średnica zewnętrzna płaszcza chłodzącego (7) jest równa średnicy okienek (6), a jego szerokość wynosi 1/3 długości strefy grzewczej spirali grzejnej (2).



Wysokotemperaturowa kuweta gazowa

Zastrzeżenia patentowe

1. Wysokotemperaturowa kuweta gazowa składająca się z cylindrycznego naczynia reakcyjnego w kształcie rurki zamkniętej z obydwu stron okienkami IR, która zaopatrzona jest we wlot i wylot gazów reakcyjnych oraz posiadająca element grzejny zasilany prądem elektrycznym o dużym natężeniu, **znamienna tym**, że posiada płaszcz chłodzący (7) osadzony na obydwu końcach rurki (1), ściśle przylegający do okienek (6), a element grzejny stanowi nawinięta na rurkę (1) spirala grzejna (2), umieszczona w otulinie (3) wypełniającej przestrzeń pomiędzy rurką (1) a osłoną ekranującą (4).

2. Kuweta według zastrz. 1, **znamienna tym**, że średnica zewnętrzna płaszcz chłodzącego (7) jest równa średnicy okienek (6), a jego szerokość wynosi 1/3 długości strefy grzewczej spirali grzejnej (2).

* * *

Przedmiotem wynalazku jest wysokotemperaturowa kuweta gazowa, pozwalająca na prowadzenie analizy zmian składu chemicznego reaktywnych mieszanin gazowych w warunkach "in situ". Kuweta dostosowana jest do pomiaru metodą fourierowskiej spektroskopii w podczerwieni. Badania przebiegu reakcji w fazie gazowej są niezbędne do wyjaśnienia mechanizmu procesu osadzania warstw związków nieorganicznych (Si_3N_4 , SiC, BN, AlN) metodą chemicznej krystalizacji z fazy gazowej CVD. Jest to zasadniczy problem w projektowaniu szczegółowych technologii dla otrzymywania produktów o optymalnych właściwościach fizycznych i chemicznych.

Znane amerykańskie firmy Graseby Specac i Harrick Scientific Corporation, specjalizujące się w produkcji urządzeń do badań metodą spektroskopii w podczerwieni, oferują kuwety gazowe pozwalające na pomiary w temperaturach zaledwie do 500°C . Kuwety produkowane przez te firmy, mają postać cylindrycznego naczynka wykonanego z trudno topliwego materiału, w którym umieszczone są okienka IR, odpowiednio ustalone i uszczelnione. Kuwety zaopatrzone są we wlot i wylot gazu reakcyjnego, zamykane przez odpowiednie kurki odcinające. Kuwety ogrzewane są do odpowiedniej temperatury poprzez zamocowane na zewnątrz kuwety lub w jej wnętrzu, elementy grzejne, zasilane prądem elektrycznym o dużym natężeniu.

Niedogodnością opisanych kuwet jest ich nieprzydatność do badań reakcji w układach CVD, ze względu na ich niskie temperatury pracy.

Istotą kuwety według wynalazku jest to, że posiada płaszcz chłodzący osadzony na obydwu końcach rurki stanowiącej naczynie reakcyjne, który ściśle przylega do okienek. Element grzejny stanowi nawinięta na rurkę spirala grzejna, umieszczona w otulinie wypełniającej przestrzeń pomiędzy rurką a osłoną ekranującą. Średnica zewnętrzna płaszcz chłodzącego jest równa średnicy okienek, a jego szerokość korzystnie wynosi 1/3 długości strefy grzewczej spirali.

Zaletą kuwety według wynalazku jest możliwość dokonywania bezpośrednich pomiarów w warunkach "in situ" zmian składu fazy gazowej do temperatur 1000°C . Ponadto umożliwia ona analizę składu tych gazów w warunkach przepływowych oraz w układzie zamkniętym.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładzie wykonania na rysunku przedstawiającym kuwetę w przekroju wzdłużnym.

Zasadniczą częścią kuwety jest rurka 1 wykonana ze szkła kwarcowego, na której nawinięta jest spirala grzejna 2 o mocy 100 W, co zapewnia uzyskanie maksymalnej temperatury gazów wewnątrz kuwety do 1000°C . Dla izolacji cieplnej rurka 1 otoczona jest otuliną 3, wykonaną z włókien Al_2O_3 i osłonięta jest osłoną ekranującą 4, która w tym układzie zapobiega również stratom cieplnym wskutek promieniowania. Pomiary temperatury gazów wykonuje się stosując termoelement 5 w osłonie kwarcowej. Rurkę 1 zamykają z obydwu stron szczelnie

przylegające okienka IR 6 z KBr, przepuszczające promieniowanie podczerwone w zakresie częstotliwości odpowiednich dla badanych układów gazowych. Okienka te przyklejone są do płaszcza chłodzącego 7, którym jest chłodnica wodna wykonana z miedzi, tak, że wyklucza ona możliwość kontaktu gorących gazów z materiałem klejącym. Średnica płaszcza chłodzącego 7 jest równa średnicy okienek 6, a jego szerokość wynosi korzystnie $1/3$ długości strefy grzewczej spirali 2. Doprowadzenie reagentów z układu dozującego, niewidocznego na rysunku oraz odprowadzenie gazów poreakcyjnych odbywa się poprzez rurki 8, wykonane ze szkła kwarcowego.

W warunkach eksploatacyjnych kuweta o długości 155 mm, średnicy rurki 21 mm, średnicy okienka 53 mm i szerokości płaszcza chłodzącego 20 mm, została użyta do badań mechanizmu reakcji chemicznych podczas osadzania warstw SiC, Si₃N₄ i TiO₂ z reaktywnych mieszanin gazowych, odpowiednio CH₃SiCl₃ + Ar + H₂, NH₃ + SiH₄ + Ar, TiCl₄ + O₂ + Ar, w temperaturach do 1000°C. W wyniku pomiaru uzyskano obrazy widm w warunkach "in situ", które pozwoliły na określenie przebiegu reakcji chemicznych w powyższych układach oraz dostarczyły bezpośrednich danych dotyczących mechanizmu wzrostu warstw.

