

(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2022 00785

(22) Data de depozit: 29/11/2022

(41) Data publicării cererii:
30/05/2024 BOPI nr. 5/2024

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE CERCETARE
DEZVOLTARE PENTRU FIZICA
MATERIALELOR, STR.ATOMIȘTILOR,
NR.405A, CP.MG-7, MĂGURELE, IF, RO

(72) Inventatori:
• BORCA BOGDANA LENUȚA,
STR.GHEORGHE ȘINCAI, NR.47, AP.1,
SIGHETU MARMAȚIEI, MM, RO;
• IACOB NICUȘOR, STR.URANUS, NR.42D,
BL.4, ET.2, AP.15, VÂRTEJU, MĂGURELE,
IF, RO;

• IVAN IOAN ALEXANDRU,
B-DUL INDEPENDENȚEI, NR.22, BL.4,
SC.B, AP.38, TÂRGOVIȘTE, DB, RO;
• TRUPINĂ LUCIAN, ȘOS. ALEXANDRIA
NR. 20, BL. L6, SC. B, AP. 76, SECTOR 5,
BUCUREȘTI, B, RO;
• MIHAI MIHAIL, STR.GORANI, NR.30,
SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO;
• LECA AUREL, STR. PĂPUȘOIULUI NR. 9,
SECTOR 5, BUCUREȘTI, B, RO

(54) PROCEDU DE DEPNUTERE A ELECTRODULUI SUPERIOR
ÎN JONȚIUNI ORGANICE VERTICALE

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un dispozitiv de depunere a unui film subțire metalic folosit ca electrod superior pe un film organic, într-o joncțiune verticală, cu o interfață cât mai netedă, fără canale de difuzie și pătrundere a acestuia prin filmul organic. Dispozitivul conform invenției cuprinde un evaporator (3) constituit dintr-un fir (4) de wolfram sau molibden, având rol de filament, pe care se înfășoară un material de evaporat care are forma unui fir (5) cu diametrul mult mai mic decât al filamentului, căruia i se dă o formă helicoidală conică, cu câteva spire, capetele filamentului fiind sertizate în tuburi (6a) standard de conectare electrică în care se fixează niște pini (6b) ai unui conector (7) electric instalat într-o flanșă (8) care se poate instala într-o încăpăre cu vid înalt sau ultra-înalt, pe flanșă (8) fiind montat și un sistem (9) de răcire.

Revendicări: 3

Figuri: 5

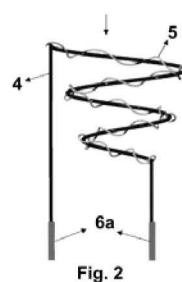


Fig. 2

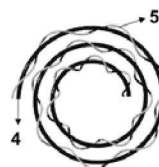


Fig. 3

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



Descrierea brevetului de invenție

24

a. Titlul: **Procedeu de depunere a electrodului superior în joncțiuni organice verticale**

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI	
Cerere de brevet de invenție	
Nr.	2022 00785
Data depozit	29-11-2022

b. Domeniul de aplicație a invenției.

Prezenta invenție se referă la un procedeu de evaporare metalică lentă pentru a evita difuzia și pătrunderea electrodului metalic superior în filmul organic în cadrul joncțiunilor organice verticale. Joncțiunile organice verticale sunt constituite dintr-o succesiune de filme subțiri de metal/material-organic/metal, depuse pe diferite substraturi. În funcție de componența joncțiunii, acestea pot avea diferite proprietăți și pot fi folosite pentru fabricarea unor tranzistori organici cu efect de câmp, elemente fotovoltaice, diode organice emițătoare de lumină, iar în cazul în care se folosesc electrozi metalici magnetici, acestea servesc la fabricarea unor valve de spin organice, joncțiuni spintronice și memristori.

c. Stadiul cunoscut al tehnicii în domeniul obiectului invenției, cu menționarea dezavantajelor soluțiilor tehnice cunoscute.

Pentru prepararea joncțiunilor organice verticale, datorită fragilității stratului organic, la depunerea filmului metalic al electrodului superior nu se pot folosi metode fizice de depunere a filmelor subțiri metalice din stare de vapori precum pulverizarea catodică sau depunerea prin ablație laser, deoarece acestea fiind foarte energetice pătrund prin filmul organic. Metoda care poate fi utilizată pentru depunerea filmelor metalice ale electrodului superior este evaporarea termică.

Este cunoscut (F. Lévy, „Film Growth and Epitaxy: Methods” în „Encyclopedia of Condensed Matter Physics”, 2005, pp 210-222) că principalele metode de evaporare termică a filmelor subțiri metalice sunt: (i) evaporarea dintr-o țintă din materialul de evaporat, sau dintr-un creuzet metalic care conține materialul de evaporat, prin bombardare cu un fascicul de electroni, (ii) evaporarea dintr-un creuzet încălzit rezistiv sau radiativ, care poate avea și forma alungită precum așa-numita „bărcuță”, (iii) evaporare dintr-un filament de obicei din wolfram sau molibden, sub formă de „coșuleț” care poate fi și acoperit cu un material ceramic, care conține materialul de evaporat, (iv) evaporare rezistivă dintr-un filament pe care e înfășurat sau agățat materialul de evaporat.

Prin studiul publicat într-un articol din 2013 (X. Sun, M. Gobbi, A. Bedoya-Pinto, O. Txoperena, F. Golmar, R. Llopis, A. Chuvilin, F. Casanova, L. E. Hueso. „Room-temperature air-stable spin transport in bathocuproine-based spin valves” *Nature Communications* 4, 2794 (2013)) s-a observat că și depunerea electrodului superior prin evaporare folosind

Director general INCDFM

Dr. Ionuț Marius Enculescu



bombardamentul cu fascicul de electroni a dus la difuzia acestuia prin materialul organic al unei joncțiuni organice.

23

Evaporarea prin metodele (ii) și (iii) are dezavantajul că nu pot fi montate în orice geometrie, precum cea verticală cu depunerea de sus în jos, sau cea orizontală, riscând pierderea materialului de evaporat. Un alt dezavantaj al acestor metode poate fi și timpul foarte scurt de depunere a filmului metalic, care în unele cazuri poate fi de ordinul a câteva secunde, evaporarea fiind foarte energetică favorizând astfel formarea canalelor de difuzie prin stratul organic în joncțiunile metal-organice verticale.

În cazul metodei (iv) sunt cunoscute modelele filamentelor sub formă de bobină cilindrică cu materialul de evaporat fiind acoperit firul înfășurat în jurul său (brevetul **US2660540**), sau cu filamentul de tip sfoară îndoit sub diferite forme având materialul de evaporat agățat de filament (brevetele **WO2016187294A1**, **DE1219309B**, **US3246626**). În scopul folosirii acestor metode este important ca fasciculul format prin evaporare să fie cât mai omogen și să aibă fluxul controlabil (J. Safarian, T. A. Engh. „Vacuum Evaporation of Pure Metals”. **Metallurgical and Materials Transactions A 44**, 747–753 (2013)), de preferință foarte redus pentru a evita difuzia filmului metalic prin filmul organic. În plus, modelul trebuie să fie versatil și să permită schimbarea și evaporarea diferitelor materiale metalice. Ultime modele (brevetele **WO2016187294A1**, **DE1219309B**, **US3246626**) sunt robuste și rezistente, neprevăzute a fi schimbabile.

d. Problema tehnică pe care o rezolvă invenția.

Problema pe care o rezolvă invenția de față este dezvoltarea unui procedeu de depunere a electrodului metalic superior prin evaporare termică rezistivă cu ajutorul unui filament, astfel încât interfața metal-organică formată să fie cât mai netedă, fără canale de pătrundere a metalului electrodului prin materialul organic din joncțiunile organice verticale.

e. Soluția tehnică a invenției, cu evidențierea elementelor de creație științifică sau tehnică originale care rezolvă problema tehnică menționată.

Procedeu dezvoltat, conform invenției, se bazează pe o metodă de evaporare termică rezistivă cu o viteză de evaporare destul de redusă a electrodului metalic superior din joncțiunile organice verticale. Dispozitivul de evaporare este conceput pentru încăperi vidate (cu un vid mediu și înalt) și este conceput cu un sistem de răcire, pentru a evita supraîncălzirea radiativă a elementelor învecinate. Evaporatorul funcționează pe baza unui filament schimbabil din wolfram sau molibden pe care este înfășurat un fir din metalul care urmează a fi evaporat, firul fiind cu mult mai subțire decât filamentul. La trecerea unui curent continuu prin filament, acesta se încălzește și când depășește temperatura de topire a metalului înfășurat, acesta se va evapora. Menținând puterea electrică cât mai jos la pragul de evaporare și pentru distanțe de câteva zeci de centimetri între

Director general INCDFM
Dr. Ionuț Marius Enculescu



proba constând din joncțiunea organică și evaporator, rata de acoperire a suprafeței depuse poate fi de doar câteva sutimi de monostrat/minut. Această rată, asociată ratei de depunere este redusă și ajută la evitarea pătrunderii materialului metalic evaporat și formarea de canale prin materialul organic al joncțiunii verticale.

f. Exemplu concret de realizare a invenției, cu referire la figurile din desenele explicative ale invenției.

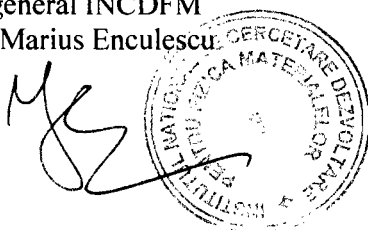
Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu figurile 1-5, care reprezintă:

- Figura 1. Joncțiune organică verticală, cu electrodul superior **1**, prezentând canale de pătrundere **1a** în filmul organic **2**.
- Figura 2. Schemă cu vedere din profil a evaporatorului **3**, care este compus din filamentul **4** în jurul căruia este înfășurat firul materialului de evaporat **5**. Filamentul este sertizat în tuburile de conectare electrică **6a**.
- Figura 3. Schemă cu vedere de sus a filamentul **4** în jurul căruia este înfășurat firul materialului de evaporat **5**
- Figura 4. Schemă cu vedere din profil a dispozitivului de evaporare montat pe o flanșă **8** pentru o încăpere de vid, prin care sunt trecute etanș tuburile unui cilindru de răcire **9** și conectorul electric **7**, care este prevăzut cu pinii **6b** și tuburile **6a**, care conțin sertizate capetele filamentului **4**.
- Figura 5. Schemă cu vedere de sus a dispozitivului de evaporare în care sunt marcate evaporatorul **3**, conectorul **7** și cilindru de răcire **9**, montate pe flanșa **8**.

Potrivit invenției de față, pentru depunerea electrodului superior **1**, cu o interfață cât mai netedă și cu cât mai puține canale **1a** de difuzie al acestuia prin filmul organic **2**, se folosește un dispozitiv de evaporare, precum cel prezentat în figurile 2-5. Pentru evaporatorul **3** se folosește un fir **4** de wolfram sau molibden ca filament, pe care se înfășoară materialul de evaporat, care este sub forma unui fir **5**, care are diametrul cu mult mai mic decât cel al filamentului, pentru a evitate curgere și scurtcircuitarea acestuia. Filamentului i se dă apoi o formă helicoidală conică cu câteva spire (Figura 2 și Figura 3) pentru a forma un fascicul de evaporare conic și omogen. Capetele filamentului sunt sertizate în tuburi standard **6a** de conectare electrică, care se potrivesc și în care se fixează pinii **6b** ai conectorului electric **7**, instalat pe flanșa **8**. Filamentul cu materialul de evaporat sub forma montajului **3** se poate schimba foarte ușor. Flanșa **8** se poate instala în orice geometrie și cu orice orientare într-o încăpere cu vid înalt sau ultra-înalt. Dacă flanșa **8** se montează pe un tub de vid la capătul căruia este instalată o valvă de vid, se poate evita aducerea la presiunea atmosferică a întregii încăperi de vid. Instalarea flanșei **8** cu evaporatorul **3**, la o

Director general INCDFM

Dr. Ionuț Marius Enculescu



distanță cât mai îndepărtată de probă va permite atingerea unei rate de depunere foarte reduse, evitându-se formarea canalelor 1a. Flanșa 8 poate avea diferite dimensiuni, cu un minim fezabil corespunzând dimensiunilor CF 40, care permit și includerea unui sistem de răcire. În exemplul de față, sistemul de răcire are forma unui cilindru 9 cu tuburi de trecere etanșă prin flanșa 8, și cu o lungime de doar câțiva centimetri și aproximativ egală sau cu puțin mai mare decât cea a filamentului. Sistemul de răcire este instalat pentru a evita supraîncălzirea și/sau degazarea obiectelor învecinate din încăperea de vid.

g. Avantajele rezultate din aplicarea invenției.

Prin aplicarea invenției, se obțin următoarele avantaje:

A1. Procedul de evaporare permite evaporarea metalică cu viteză redusă a electrodului superior în joncțiunile organice și formarea de interfețe cât mai netede;

A2. Filamentul cu materialul de evaporat înfășurat în jurul său se poate schimba foarte ușor;

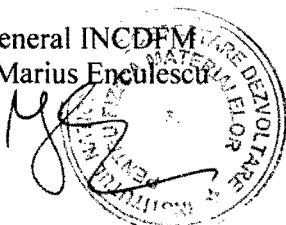
A3. Dispozitivul de evaporare este foarte practic: are dimensiuni mici (se poate monta pe o flanșă de tip CF 40, și are lungimea de doar câțiva centimetri) și se poate așeza în orice geometrie (incluzând orientarea orizontală, sau verticală cu depunerea de sus în joc);

A4. Evaporatorul funcționează cu o putere electrică redusă, de ordinul a câțiva W;

A5. Evaporatorul este prevăzut cu un sistem de răcire pentru a evita supraîncălzirea radiativă a elementelor învecinate;

A6. Procedul de evaporare poate fi implementat pe baza unor costuri de producere reduse, comparativ cu alte dispozitive comerciale.

Director general INCDFM
Dr. Ionuț Marius Enculescu



Desene explicative pentru invenție:

Figura 1.

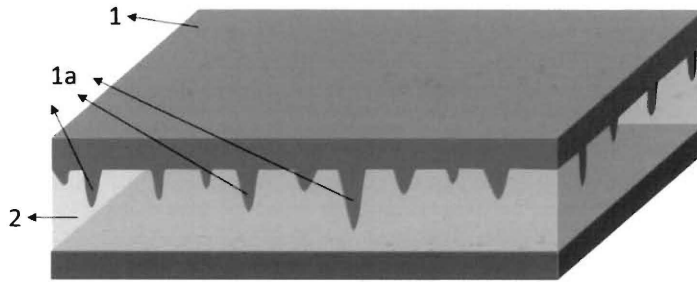


Figura 2.

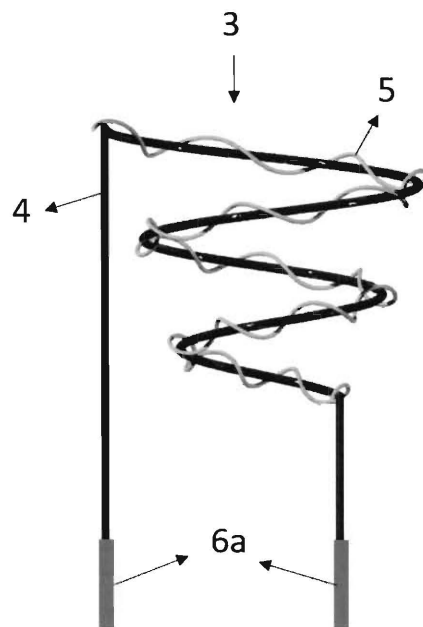
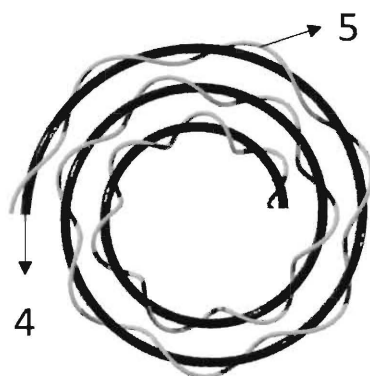


Figura 3.



Director general INCDFM
Dr. Ionuț Marius Enculescu



18

Figura 4.

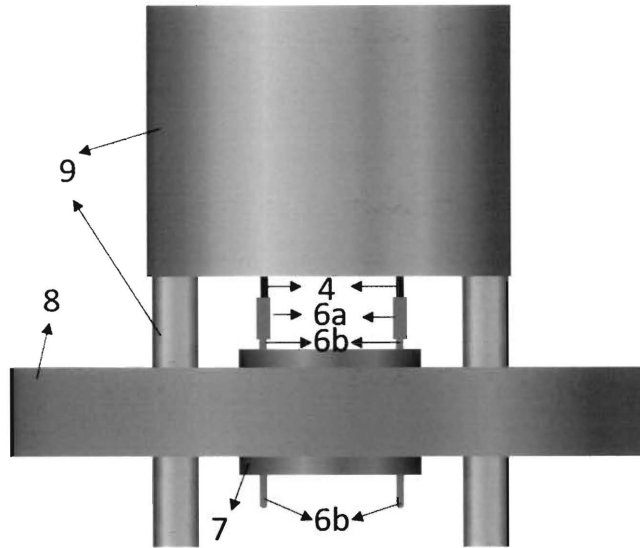
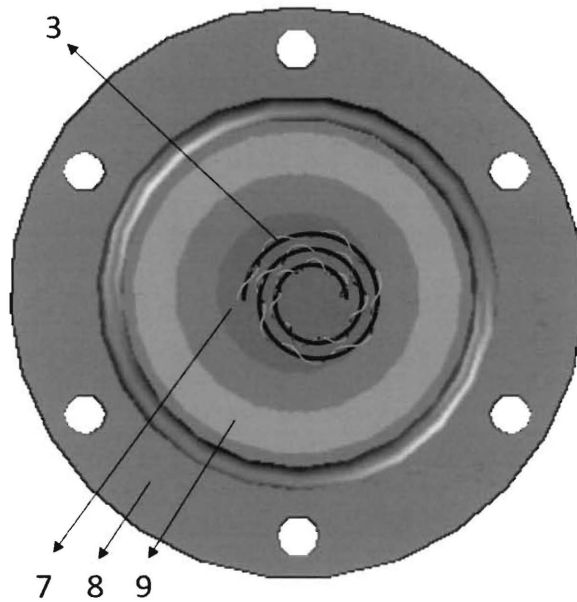


Figura 5.



Director general INCDFM
Dr. Ionuț Marius Enculescu

