



Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

ISSN 0433-6461

(11) **203 335**

Int.Cl.³ 3(51) C 23 C 15/00

AMT FUER ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 23 C/ 2363 888

(22) 30.12.81

(44) 19.10.83

(71) siehe (72)

(72) HEISIG, ULLRICH, DR. RER. NAT. DIPL.-PHYS.; STEINFELDER, KARL, DR.-ING. DIPL.-ING.;
HARTUNG, JOHANNES, DIPL.-PHYS.; SCHILLER, SIEGFRIED, PROF. DR. RER. NAT. DIPL.-PHYS.; DD;
GOEDICKE, KLAUS, DIPL.-PHYS.; GEHM, KLAUS, DIPL.-ING.; KOSCH, WOLFGANG;
REICHARDT, HORST, DIPL.-PHYS.; DD;
ROTH, HERBERT, DIPL.-PHYS.; SIEBER, WOLFGANG, DIPL.-PHYS.; DD;

(73) siehe (72)

(74) SCHMIDT, HORST FORSCHUNGsinstitut M. V. ARDENNE 8051 DRESDEN ZEPPELINSTR. 7

(54) **VERFAHREN UND EINRICHTUNG ZUM VAKUUMBESCHICHTEN DURCH PLASMATRONZERSTAEUBEN**

(57) Die Erfindung dient der Beschichtung von Substraten durch Hochratezerstäuben. Das Ziel ist die ökonomische Erzeugung der Druck- und Restgasbedingungen. Die Aufgabe besteht darin, den technischen Aufwand zur Erzeugung der Vakuumbedingungen zu reduzieren und die beschichtete Fläche je Zeiteinheit zu erhöhen. Erfindungsgemäß wird im Beschichtungszyklus zeitlich außerhalb der Kondensationsphasen der Substrate durch Plasmatronzerstäubung Gettermaterial, vorzugsweise Titan, zerstäubt. Das Gettermaterial kann zugleich das Material für eine aufzubringende Schicht sein.

Verfahren und Einrichtung zum Vakuumbeschichten durch Plasmatronzerstäuben

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung dient der Beschichtung von Substraten durch Hochratezerstäuben mittels Plasmatron. Die Substrate, die vorzugsweise mit Schichtsystemen versehen werden, finden u.a. Anwendung als Bauelemente der Elektronik, als wärmestrahlenreflektierende Scheiben und Spiegel.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Das Vakuumbeschichten durch Plasmatronzerstäuben erfolgt vorzugsweise bei Drücken im Bereich von 0,5 Pa. Trotz dieser relativ hohen Drücke müssen jedoch zur Evakuierung von Vakuumanlagen zum Plasmatronzerstäuben zusätzlich zu den bekannten mechanischen Vorvakuum-pumpen mit erzielbaren Enddrücken bis herab zu 0,1 Pa, Hochvakuum-pumpen, z.B. Öldiffusions-pumpen mit LN_2 -Tiefkühlung oder Kryopumpen mit erzielbaren Enddrücken im Bereich von 10^{-2} Pa bis 10^{-6} Pa eingesetzt werden, um in einem sogenannten "Pump down" vor dem Einstellen des Arbeitsdruckes zum Zerstäuben die für die Schichtabscheidung erforderlichen Restgasbedingungen einzustellen. In den meisten Fällen der Schichtabscheidung, außer bei der reaktiven Beschichtung, werden vor allem so störende Restgaskomponenten - insbesondere Wasserdampf, Sauerstoff und Stickstoff - auf Partialdrücke von 10^{-3} bis 10^{-5} Pa, für kritische Anwendungsfälle bis herab zu 10^{-5} bis 10^{-7} Pa reduziert. Bei der reaktiven Beschichtung können bestimmte

Restgaskomponenten ebenfalls das Beschichtungsergebnis beeinflussen. Nachteilig für die Beschichtung wirkt sich jedoch aus, daß zum Einstellen des Arbeitsdruckes des inerten Arbeitsgases die Saugleistung der Hochvakuumumpumpen um einen Faktor von der Größenordnung 10 gedrosselt werden muß, d.h. während der Beschichtung werden die störenden Restgaskomponenten nur mit einem geringen Teil der installierten Saugleistung abgepumpt, und es steigen bei der gegebenen Desorption von Anlagenteilen bzw. Substratflächen und der gegebenen Leckrate der Beschichtungsanlage die Partialdrücke bei der Beschichtung wieder auf kritisch hohe Werte an. Um dies zu vermeiden, müssen z.B. durch Erhöhung des technischen Aufwandes für die Hochvakuumherzeugung sehr hohe Saugleistungen realisiert werden. Bei anderen bekannten technischen Lösungen wird zu Ungunsten der Ökonomie der Beschichtung die in einem Beschichtungszyklus zu beschichtende Substratfläche und damit die Desorption bzw. die Beschichtungszeit zwischen zwei "Pump downs" beschränkt. Es wurde auch vorgeschlagen, bei eingestelltem Arbeitsdruck an der Beschichtungskammer zusätzlich Ionengetterpumpen arbeiten zu lassen, um den Partialdruck der störenden Restgaskomponenten während der Beschichtung zu reduzieren, jedoch erhöhen auch solche Lösungen den technischen Aufwand erheblich. Für bestimmte Targetmaterialien wird durch Vorsputtern gegen eine Blende vor der Beschichtung außer der Reinigung der Targetoberfläche auch eine graduelle Verbesserung der Partialbedingungen erreicht, jedoch ist die Wirkung dieser Verfahrensweise stark eingeschränkt, da die Blende den Plasmaraum der Quelle praktisch verschließt.

Ziel der Erfindung

Es sind die Mängel am Stand der Technik zu beseitigen und bei der Vakuumbeschichtung von Substraten die Ökonomie der Erzeugung der erforderlichen Druck- und Restgasbedingungen sowie die Eigenschaften der Schichten zu verbessern.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und die zugehörige Einrichtung zum Erreichen der für das Vakuumbeschichten durch Plasmatronzerstäuben erforderlichen Druck- und Restgasbedingungen zu schaffen, durch das der technische Aufwand für die Erzeugung dieser Vakuumbedingungen reduziert, der Einfluß störender Restgaskomponenten auf Schichteigenschaften erniedrigt und die beschichtete Fläche je Zeiteinheit durch Reduzierung des Zeitanteils für die Evakuierung bzw. für die "Pump downs" erhöht wird.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe in einer üblichen Vakuumbeschichtungsanlage mit Plasmatronquellen zum Hochratezerstäuben bewegter Substrate dadurch gelöst, daß im Verlauf des Beschichtungszyklus zeitlich außerhalb der Kondensationsphasen, in denen die Substratflächen mit dem zerstäubten Material beschichtet werden, oder/und lokal neben den Beschichtungszone, die durch die Anordnung für das Beschichten (Plasmatronquelle zu momentan beschichteter Substratfläche) bestimmt sind, durch Plasmatronzerstäubung ein Gettermaterial, vorzugsweise Titan, bei dem für das Beschichten erforderlichen oder einem vergleichbaren Arbeitsdruck zerstäubt wird. Die dabei bestäubte Fläche ist mindestens um einen Faktor drei, vorzugsweise mehr als einen Faktor 5, größer als eine momentan in der Beschichtungszone beschichtete Substratfläche. Durch das Plasmatronzerstäuben von Gettermaterial werden entsprechend der hohen Zerstäubungsrate von Plasmatronquellen sehr große Mengen von Gettermaterial freigesetzt und zur Kondensation gebracht. Die an sich bekannten Gettermaterialien, vorzugsweise Titan oder Aluminium, werden dazu als Target in eine Plasmatronquelle eingesetzt. Für Titan wird z.B. eine Gettermaterialmenge von 0,025 g/kW min zerstäubt. Die Plasmatronquelle wirkt de facto wie eine Zerstäuberpumpe direkt im Bereich der Beschichtungsanordnung. Die erzielbaren Saugleistungen liegen für ein 25-kW-Plasmatron im Bereich von 20 000 bis 50 000 ls^{-1} für die wesentlichsten störenden Restgaskomponenten Wasserdampf, Sauerstoff, Stickstoff und

Wasserstoff. Dies ist ein Vielfaches der in der Regel für eine Anlage mit einem 25-kW-Plasmatron effektiv wirksamen Saugleistung im Bereich einiger 100 ls^{-1} , auf die eine Hochvakuumpumpe während der Beschichtung gedrosselt werden muß. Da für das gebräuchlichste Arbeitsgas Argon nur geringfügige Getterwirkung gegeben ist, wird beim Zerstäuben von Gettermaterial mit einem Plasmatron die Arbeitsdruckeinstellung nicht beeinträchtigt bzw. nur vernachlässigbar mehr Arbeitsgas verbraucht.

Die Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens, bestehend aus einer Beschichtungskammer mit einer darin je nach den aufzubringenden Schichten entsprechenden Anzahl Plasmatronquellen und sich über den Plasmatronquellen bewegend Substraten, besitzt erfindungsgemäß eine Plasmatronquelle zur Zerstäubung von Gettermaterial in der Beschichtungskammer. Sie ist in gleicher relativer Anordnung zu den Substratflächen wie die Plasmatronquelle zur Zerstäubung von Schichtmaterial angeordnet. Zur Vergrößerung der Kondensationsfläche und damit Vergrößerung der Saugleistung für störende Restgaskomponenten mit dem zerstäubten Gettermaterial sind gegenüber der Targetfläche der Plasmatronquelle mit dem Gettermaterial zusätzliche Getterflächen angeordnet, deren Flächennormale vorteilhafterweise gegenüber der Flächennormalen des Targets der Plasmatronquelle für das Gettermaterial einen Winkel von $\geq 45^\circ$ bis $\leq 90^\circ$ einschließen.

Auf diese Weise ist es allein durch die Relativbewegung der Substrate und gegebenenfalls durch Änderung der Zerstäubungsrate und des Arbeitsdruckes für die Plasmatronquelle möglich, die Bedingungen für das Plasmatronzerstäuben von Gettermaterial einzustellen.

Besitzt das zu zerstäubende Material für die zu erzeugende Schicht bzw. keines der Schichtmaterialien für ein aufzubringendes Schichtsystem eine genügende Getterwirkung für störende Restgaskomponenten, so wird zusätzlich zu den zur Schichtabscheidung erforderlichen Plasmatronquellen eine weitere Plasmatronquelle angeordnet. In diesem Fall kann die Plasmatronquelle zur

Zerstäubung von Gettermaterial in der Beschichtungskammer derart angeordnet sein, daß die Flächennormale des Targets aus Gettermaterial zur Flächennormale der zu beschichtenden Substrate einen Winkel $\geq 90^\circ$ bis 180° bildet. Dadurch wird erreicht, daß kein zerstäubtes Gettermaterial im Verlaufe des gesamten Beschichtungszyklus auf die Substrate gelangt. Mit Hilfe bekannter Abschirmungen dieser zusätzlich in der Beschichtungskammer angeordneten Plasmatronquelle kann die Kontamination der Schicht bzw. des Schichtsystems praktisch vollkommen vermieden werden.

In sogenannten Schleusenanlagen oder Durchlaufanlagen mit Schleusen, getrennt evakuierter Vorbehandlungskammer zum Ausheizen oder Ionenreinigen und Beschichtungskammer bzw. -kammern kann es zweckmäßig sein, eine Plasmatronquelle zur Zerstäubung von Gettermaterial in der Vorbehandlungskammer oder/und in der Schleuse anzuordnen. In der Regel wird dies zusätzlich zu der Plasmatronzerstäubung von Gettermaterial in einer Beschichtungskammer erfolgen. Es kann unter Umständen jedoch bereits von Vorteil sein, allein in einer Schleuse bzw. in der Vorbehandlungskammer Gettermaterial durch Plasmatronzerstäubung zur Kondensation zu bringen. Erfolgt die verfahrensgemäße Plasmatronzerstäubung in der Eingangsschleuse, so kann die Pumpzeit in der Schleuse auch beim Einschleusen großer desorbierender Substratflächen klein gehalten werden. In der Vorbehandlungskammer können die z.B. beim Ausheizen der Substrate frei werdenden großen Mengen desorbierten Wasserdampfes mit gegenüber der installierten Saugleistung für diese Vorbehandlungskammer erhöhter Saugleistung abgepumpt werden. In der Ausgangsschleuse kann durch die Plasmatronzerstäubung von Gettermaterial die Rückströmung von störenden Restgaskomponenten in die Beschichtungskammer beim Schleusvorgang reduziert werden.

Es ist auch vorteilhaft, die Getterflächen indirekt oder direkt zu kühlen, um die Saugleistung beim Gettern zu erhöhen.

Vorteilhaft ist das Verfahren in einer Vakuumbeschichtungsanlage mit einer Plasmatronquelle zu realisieren, wenn auf relativ zur Plasmatronquelle bewegten Substraten, die sich für bestimmte zeitliche Phasen außerhalb des Bereiches gegenüber dem Target befinden, ein auch als Gettermaterial wirkendes Schichtmaterial aufzustäuben ist, z.B. bei der Beschichtung mit Aluminium, das eine starke Getterwirkung für Wasserdampf, Stickstoff und Sauerstoff hat. Um die zur Al-Abscheidung erforderlichen Restgasbedingungen zu erzielen, wird zeitlich außerhalb der Beschichtungsphasen mit ein und derselben Plasmatronquelle Gettermaterial mit einer Zerstäubungsrate zerstäubt, die mindestens um einen Faktor zwei größer als die in der Beschichtungsphase erforderliche Rate ist, vorzugsweise jedoch mit der Zerstäubungsrate, die sich bei der maximalen Leistung der für das Plasmatron installierten Stromversorgungseinrichtung ergibt. Sind Schichtsysteme aus verschiedenen Materialien auf den Substraten aufzubringen, so sind in der Regel mehrere Plasmatronquellen in der Beschichtungsanlage angeordnet, gegenüber denen, die zu beschichtenden Substrate nach einem vorgegebenen Zeitprogramm relativ bewegt werden. Besitzt zumindest eines der Schichtmaterialien des Schichtsystems eine Getterwirkung gegenüber störenden Restgaskomponenten, so erfolgt die Realisierung des erfindungsgemäßen Verfahrens derart, daß zeitlich außerhalb der Beschichtungsphase des auch als Gettermaterial wirkenden Teilschichtmaterials im Verlauf des übrigen Teils des Beschichtungszyklus für die anderen Materialien des Schichtsystems durch Plasmatronzerstäubung Gettermaterial zerstäubt und zur Kondensation gebracht wird.

Das Verfahren und die zugehörige Einrichtung hat den Vorteil, daß diese zusätzliche Saugleistung in unmittelbarer Nähe der Substratbeschichtung wirksam ist. Die angegebenen hohen Saugleistungen werden nicht nur durch die relativ großen Mengen an zerstäubtem Gettermaterial erzielt, sondern durch die angegebene Vergrößerung der Getterflächen gegenüber der für die Kondensation von Schichtmaterial konstruktiv vorgegebenen momentan beschichteten Substratfläche. Allein durch Vergrößerung

des Abstandes der Getterfläche für das Gettermaterial gegenüber dem Abstand der zu beschichtenden Substrate vom Target von üblicherweise 50 mm auf ca. 150 mm, läßt sich für die bekannten Plasmatronquellen die Getterfläche um einen Faktor 2,5 bis 3 vergrößern. Bei Beschichtungsanlagen mit Schleusen, bei denen die Beschichtungskammer über längere Zeit unbelüftet bleibt, ist durch Plasmatronzerstäubung und Kondensation von Gettermaterial der technische Aufwand durch Einsatz von Hochvakuum-pumpen relativ geringer Saugleistung durch Eliminierung der Kühlung mit flüssigem Stickstoff niedriger, und für bestimmte Anwendungen kann sogar die Evakuierung allein mit mechanischen Vorpumpen (Drehschieber- oder Rootspumpen) erfolgen.

Ausführungsbeispiel

In der Zeichnung ist eine Durchlaufanlage im Prinzip dargestellt.

Die Vakuumbeschichtungsanlage wird mit einem Vorpumpensystem mit Drehschieberpumpe und mit Rootspumpe und mit einem Hochvakuumsystem auf einer Saugleistung von 3000 ls^{-1} evakuiert. In der Beschichtungskammer 1 wird der erforderliche Enddruck von 10^{-3} Pa eingestellt. In der Anlage befindet sich eine Bewegungseinrichtung mit Paletten für die Substrate 2. Die Substrate 2 werden durch die Anlage und relativ zu zwei Plasmatronquellen 3,4 in einem Abstand Target-Substrat von 50 mm bewegt. Es ist ein Schichtsystem, bestehend aus einer $1 \mu\text{m}$ dicken Aluminiumschicht und einer $0,1 \mu\text{m}$ dicken Titanschicht, aufzubringen. Eine Plasmatronquelle 3 ist mit einem Aluminiumtarget, die andere Plasmatronquelle 4 mit einem Titantarget bestückt. Im Verlaufe des Beschichtungszyklus wird durch Pendeln der Substrate 2 zunächst über der Plasmatronquelle 3 mit dem Al-Target die Aluminiumschicht aufgetragen. Dabei wird eine Plasmatronleistung von 20 kW eingestellt, und nach ca. 6 min Pendeln ist die geforderte Al-Schichtdicke erreicht. Anschließend wird durch Pendeln über der Plasmatronquelle 4 mit dem

Titantarget die Titanschicht aufgetragen. Dabei wird eine Plasmatronleistung von 5 kW eingestellt, nach ca. 1 min ist die geforderte Titanschichtdicke erreicht. Eine Kondensationsphase ist durch die Zeitdauer bestimmt, in der sich die Substratfläche während des Pendelns über einer eingeschalteten Plasmatronquelle zum Zwecke der Beschichtung befindet.

Der Plasmatronquelle 4 mit Titantarget gegenüber sind gekühlte Getterflächen 5 angeordnet. Die Einführung der Substrate 2 erfolgt über die Schleuse 6 mit dem Ventil 7. An die Schleuse 6 und die Beschichtungskammer 1 sind in bekannter Weise am Flansch 8 mechanische Vorpumpen angeschlossen, wobei an die Beschichtungskammer 1 der Vorpumpe eine Öldiffusionspumpe 9 mit einer Drosselklappe 10 vorgeschaltet ist.

Der Beschichtungszyklus beginnt, indem bei geöffneter Drosselklappe 10 eine Palette mit Substraten 2 in die Beschichtungskammer 1 überführt wird. Die Drosselklappe 10 wird unmittelbar nach einer Pump-down-Zeit von 15 sec bei einem Totaldruck von 10^{-3} Pa geschlossen. Der Partialdruck von Wasserdampf und Stickstoff-Sauerstoff beträgt je ca. $2 \cdot 10^{-4}$ Pa. Durch Einlassen von Argon in die Beschichtungskammer 1 wird der Arbeitsdruck von 0,5 Pa eingestellt. Die Substrate 2 befinden sich noch außerhalb der Beschichtungszone beider Plasmatronquellen 3, 4. Durch Einschalten der Plasmatronquelle mit dem Titantarget mit einer Leistung von 20 kW wird durch Plasmatronzerstäubung über eine Zeitdauer von 10 sec Gettermaterial zerstäubt und auf den Getterflächen 5 über dem Titantarget zur Kondensation gebracht. Der Partialdruck von Wasserdampf, Wasserstoff, Stickstoff und Sauerstoff wird dabei auf Werte $\leq 2 \cdot 10^{-5}$ Pa reduziert. Durch Umschalten der Stromversorgungseinrichtung auf die Plasmatronquelle 3 mit dem Al-Target und Einschalten der Bewegungseinrichtung für die Palette mit den Substraten 2 beginnt die Abscheidung von Aluminium. Jeweils nach einer Kondensationsphase von 1 min wird die Stromversorgungseinrichtung für jeweils 10 sec an die Plasmatronquelle 4 mit dem Titantarget geschaltet und erneut mit 20 kW Titan zerstäubt.

Die Bewegung der Substrate 2 wird dabei derartig mit dem Umschalten koordiniert, daß sich die zu beschichtende Substratfläche während der Titanzerstäubung außerhalb der Beschichtungszone der Plasmatronquelle 4 mit dem Titantarget und außerhalb des Bereiches, in dem die Getterflächen 5 für das plasmatronzerstäubte Titan angeordnet sind, befindet. Ist die Al-Schichtdicke erreicht, wird die Leistung auf 5 kW umgeschaltet, das Pendelregime für das Abscheiden von Titan eingestellt und die Palette 1 min über der Plasmatronquelle 4 mit dem Titantarget gependelt. Bei Erreichen der geforderten Titanschichtdicke wird die Leistung ausgeschaltet. Nach Abscheiden des Schichtsystems wird die Palette mit den beschichteten Substraten 2 ausgeschleust.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zum Vakuumbeschichten durch Plasmatronzerstäuben, indem die zu beschichtenden Substrate durch die Beschichtungszone, die durch die Anordnung der Plasmatronquelle für das Beschichten zur momentan zu beschichtenden Substratfläche bestimmt ist, im bestimmten Zyklus bewegt werden, dadurch gekennzeichnet, daß im Verlauf des Beschichtungszyklus zeitlich außerhalb der Kondensationsphasen, in denen die Substrate durch Plasmatronzerstäubung mit dem zu beschichtenden Material belegt werden, oder/und lokal neben den Beschichtungszone durch Plasmatronzerstäubung ein Gettermaterial, vorzugsweise Titan, bei dem für das Beschichten erforderlichen oder einem vergleichbaren Arbeitsdruck zerstäubt wird und auf Getterflächen, die für zeitliche Anteile des Beschichtungszyklus durch die zu beschichtende Substratfläche gegenüber der Plasmatronquelle mit dem Gettermaterial abgeschirmt werden und mindestens um einen Faktor drei, vorzugsweise mehr als einen Faktor 5 größer sind als eine momentan beschichtete Substratfläche, zur Kondensation gebracht wird.
2. Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Pkt. 1 bestehend aus einer Beschichtungskammer, in der eine oder mehrere Plasmatronquellen angeordnet sind, über welche die zu beschichtenden Substrate bewegt werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Plasmatronquelle zur Zerstäubung von Gettermaterial in der Beschichtungskammer (1) in gleicher relativer Anordnung zu den Substratflächen wie die Plasmatronquelle (3,4) zum Zerstäuben von zu beschichtendem Material angeordnet ist und daß Getterflächen (5) zur Kondensation von Gettermaterial gegenüber der Plasmatronquelle (3,4) für Gettermaterial angeordnet sind.

3. Einrichtung nach Pkt. 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine Plasmatronquelle zur Zerstäubung von Gettermaterial in der Beschichtungskammer (1) derart angeordnet ist, daß deren Flächennormale zur Flächennormalen der zu beschichtenden Substrate (2) einen Winkel $\geq 90^\circ$ bis 180° bildet.
4. Einrichtung nach Pkt. 2 und 3 als Durchlaufanlage, bei welcher vor der Beschichtungskammer eine Vorbehandlungskammer und eine Schleuse angeordnet sind, dadurch gekennzeichnet, daß eine Plasmatronquelle zur Zerstäubung von Gettermaterial und Getterflächen (5) in der Vorbehandlungskammer oder/und in der Schleuse (6) angeordnet sind.
5. Einrichtung nach Pkt. 2 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die Getterflächen (5) so angeordnet sind, daß deren Flächennormale gegenüber der Flächennormalen der Targets der Plasmatronquelle einen Winkel $\geq 45^\circ$ bis $\leq 90^\circ$ einschließen.
6. Einrichtung nach Pkt. 2 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Getterflächen (5) indirekt oder direkt gekühlt sind.
7. Einrichtung nach Pkt. 2, 5 und 6, dadurch gekennzeichnet, daß beim Aufbringen von Schichtsystemen, bei denen eine Teilschicht aus dem Gettermaterial besteht, die Plasmatronquelle zum Aufbringen dieser Teilschicht außerhalb der Beschichtungsphase zugleich Plasmatronquelle (4) zur Zerstäubung von Gettermaterial ist.

Hierzu 1 Seite Zeichnungen

