

**NORGE**



**STYRET  
FOR DET INDUSTRIELLE  
RETTSVERN**

**Patent nr. 124319**

Int. cl. C 23 c 13/00 kl. 48b-13/00

Patentsøknad nr.	2602/69	Inngitt	23.6.1969
Løpedag	-		
Søknaden alment tilgjengelig fra			30.12.1969
Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt			4.4.1972
Patent meddelt	13.7.1972		
Prioritet begjært fra:	28.6.1968	Belgia,	
	nr. 60325		

---

European Atomic Energy Community (Euratom),  
51 - 53 rue Belliard, Brussel 4, Belgia.

Oppfinner: Emile Vanderschueren, Beethovenlaan 98,  
Schagen, Nederland.

Fullmektig: Siv.ing. Per Onsager.

Innretning til fremstilling av monokrystallinske  
belegg på et substrat ved pådampning i vakuum.

Den foreliggende oppfinnelse gjelder en innretning som gjør det mulig ved fordampning i et vakuum på minst  $10^{-4}$  Torr å realisere monokrystallinske belegg på substrater av vilkårlig art og form. Uttrykket "monokrystallinsk belegg" er her benyttet i vid betydning: Det betegner både virkelig monokrystallinske belegg hvor den tilveiebragte avleiring utgjøres av en eneste monokrystall, og belegg sammensatt av monokrystaller som alle har samme orientering i motsetning til polykrystallinske belegg som utgjøres av monokrystallinske belegg som utgjøres av monokrystaller med alle mulige orienteringer.

På det nuværende stadium av teknikken foreligger der mange metoder som gjør det mulig å foreta avleiringer av stoff på forskjell-

Kfr. kl. 48b-13/08

## 124319

lige underlag under vakuum. I så henseende bør nevnes de forskjellige former for forstøvning, hvoriblant forstøvning under vakuum, såvel som fordampning under vakuum. Til det sistnevnte formål er det bl.a. kjent å benytte et kammer som er anbragt i en vakuum-beholder og inneholder et substrat og minst en kilde for damp av materiale som skal avleires, samt er forsynt med en åpning motsatt kilden slik at en elektronstråle kan tre inn i kammeret og treffe kilden.

De avleiringer som fås med disse forskjellige teknikker, har varierende egenskaper når det gjelder vedheftning, kvalitet og hastighet av avleiringen. Imidlertid gjør ingen av de kjente teknikker det mulig samtidig å oppnå en vedheftning som kan reguleres etter valg fra en praktisk talt ikke eksisterende forankring av det avsatte belegg til en perfekt forankring svarende til en gjensidig inntrengen mellom avleiringens krystallnett og materialet i substratet, et monokrystallinsk belegg som er krystallisert etter de tetteste krystallgitterplan, og en avleiringshastighet av størrelsesordenen 1 millimeter pr. time.

Den foreliggende innretning omfatter likedan som den ovennevnte kjente pådampningsinnretning et i en vakuum-beholder anbragt kammer inneholdende et substrat av minst en kilde for damp av materialet som skal avleires, samt forsynt med en åpning motsatt kilden slik at en elektronstråle kan tre inn i kammeret og treffe kilden. Med sikte på å gjøre det mulig å realisere den ovennevnte kombinasjon av virkninger er innretningen i første rekke karakterisert ved en opphetningsanordning til å oppvarme kammerets vegger og substratet, og ved at kammerets vegger og den nevnte kilde er jordet, at substratet er tilsluttet den positive klemme på en generator hvis annen klemme er jordet, at kilden for atomene eller molekylene som skal påføres, utgjøres av en sylinder bestående av stoff som skal påføres, og koaksialt anbragt på den øvre ende av en loddrett aksel som roterer med et omdreiningsstall av størrelsesorden 1 - 5 omdr./min. samt med i det minste sin øvre grunnflate ragende inn i kammeret, mens elektronstrålen trer gjennom en til formålet utformet åpning i den øvre vegg av kammeret og treffer sylinderens øvre grunnflate på et sted som ligger adskilt fra, men bare i liten avstand (noen millimeter) fra midten, og at substratet er anbragt på en holder som er anordnet i vakuumbeholderen utenfor kammeret og rager gjennom en i dettes vegg utformet åpning som har små dimensjoner, men tillater gjennomføring av holderen uten friksjon.

I det følgende vil der bli gjort nærmere rede for innret-

ningens virkemåte og de forhold der bør tas hensyn til ved innretningens utførelse og drift med sikte på å oppnå de ønskede resultater.

Pådamningen under vakuum ved bruk av innretningen ifølge oppfinnelsen skjer som nevnt under et vakuum på minst  $10^{-4}$  Torr. Oppfinnelsen beror på valget av en kombinasjon av trekk som muliggjør bestemte ønskelige arbeidsbetingelser (temperaturer og elektrisk felt). Først og fremst bør det nevnes at dampen av materialet som skal avleires, kommer fra en kilde hvor dette materiale er oppvarmet til sin koketemperatur. Søkerne har funnet at det under vakuum og med utgangspunkt i denne damp finner sted visse foreteelser ved bestemte temperaturer og for visse verdier av et elektrisk felt, som det ved driften av innretningen er viktig å ta hensyn til. Som viktige temperaturer bør nevnes:

a) krystallisasjonstemperaturen for dampen som avgis av en kilde ved koketemperatur. Man har her kunnet fastslå at de atomer eller molekyler som avgis av en kilde hvor materialet som skal avleires, er bragt på koketemperatur, avleirer seg på et på forhånd eksisterende krystallnett av dette materiale og fortsetter dette nett eller dekker det med et monokrystallinsk belegg, forutsatt at i det minste de lag av dette eksisterende nett som ligger nærmest de frie lag, befinner seg på en for krystallisasjonen egnet temperatur. Man har videre bestemt verdien av denne temperatur for forskjellige stoffer. F.eks. er den under de ovenfor definerte arbeidsbetingelser omkring  $1000^{\circ}\text{C}$  for nikkell,  $1350^{\circ}\text{C}$  for aluminiumoksyd,  $230^{\circ}\text{C}$  for cadmium og  $35^{\circ}\text{C}$  for molybden. Som generell regel ligger denne krystallisasjonstemperatur ifølge de tekniske målinger som har kunnet utføres, mellom 6/10 og 7/10 av materialets smeltetemperatur.

Når det eksisterende krystallnett (enten det dannes av det opprinnelige substrat, hvis dette er av samme art som avleiringen, eller allerede er krystallisert fra dampen ved hjelp av innretningen ifølge oppfinnelsen) eller i det minste dets frie skikt befinner seg på den ønskelige krystallisasjonstemperatur, vil de innfallende atomer (avgitt av en kilde ved koketemperatur) avsette seg på dette nett og omordne seg slik at de fortsetter og utvider dette.

b) Avprellingstemperatur. Når atomer eller molekyler av dampen som skal avleires, efter å være avgitt av en kilde ved koketemperaturen ankommer på en vegg av vilkårlig art, blir de sendt tilbake av denne uten å avsette seg på den, dersom den befinner seg på en temperatur minst lik en **bestemt** grensetemperatur. Denne

grensetemperatur ligger mellom den ovenfor omtalte krystallisasjonstemperatur og smeltetemperaturen for materialet som skal fordampes. I en innretning ifølge den foreliggende oppfinnelse blir alle vegger hvor der ikke ønskes noen avleiring, bragt på denne temperatur, slik at de atomer eller molekyler av dampen som treffer den, blir sendt tilbake og fremdeles står til rådighet for en avleiring på underlaget. I arbeidsbetingelsene ifølge den foreliggende oppfinnelse er avprellingstemperaturen for cadmium  $+290^{\circ}\text{C}$  og for aluminiumoksyd  $+1600^{\circ}\text{C}$ .

c) Egnet forankring av det krystalliserte belegg på dets underlag.

I tilfelle av at substratet er av samme art som avleiringen, sier det seg selv at man får den beste forankring av belegget på substratet når dette befinner seg på den optimale krystallisasjonstemperatur. Belegget fortsetter eller utbrer da substratets struktur.

I det mer generelle tilfelle at substrat og belegg er av forskjellig art, foreligger der for substratet eller i det minste for dets frie overflate en optimal temperatur for forankring av avleiringen. Den er minst lik den optimale krystallisasjonstemperatur for materialet som skal avleires, og under avprellingstemperaturen.

Når substratet bringes på denne forankringstemperatur, trenger atomene av den innfallende damp inn til en dybde av noen gittermasker i substratet og ordner seg der i henhold til sitt eget nett, som overlapper eller trenger seg inn i substratets krystallnett eller enklere i substratets materiale hvis dette ikke opptre i krystallform. Forankringen er meget god. I høyde med den finnes der en sammensetning av de substanser substratet og belegget består av. Regnet fra substratet i retning mot avleiringen er sammensetningen først meget fattig på atomer avgitt fra dampen, og blir stadig rikere på slike helt til den ikke lenger inneholder substans fra substratet.

De avleiringer som oppnås i henhold til oppfinnelsen, realiseres i en vakuumbeholder (hvor der hersker et vakuum av minst  $10^{-4}$  Torr), idet materialet som skal avsettes, varmes opp til sitt kokepunkt. Den frie overflate av substratet bringes til den ønskede temperatur for forankring av vedkommende damp i det tidsrum som skal til for dannelsen av forankringslaget.

Er hensikten bare å oppnå et forankringsbelegg bestående av en sammensetning av komponenter fra substratet og damp, er det nok å stanse når der ikke lenger finnes disponible atomer fra substratet for å danne sammensetningen. Tykke sammensetningsbelegg på flere mikron

har vært realisert på denne måte, f.eks. med sikte på å danne et korrosjonshindrende belegg.

Ønsker man derimot å få et belegg av fordampet substans, bringer man, så snart forankringsbelegget bare inneholder atomer avgitt fra dampen og ordnet i henhold til sitt eget nett, det oppnådde frie underlagsskikt på dampens optimale krystallisasjonstemperatur. Dampen avsetter seg så for å danne et monokrystallinsk belegg.

For å øke hastigheten og kvaliteten av avleiringen og forankringen av denne er det gunstig å høyne tettheten av dampen omkring substratet. For å gjøre dette konsentrerer man dampen omkring substratet ved vilkårligkjente midler og bringer alle de overflater hvor der ikke ønskes avleiring, i det minste til avprellingstemperaturen for dampens atomer eller molekyler. Disse atomer eller molekyler forblir da disponible ene og alene for en belegning på substratet, noe som i høy grad reduserer materialtapene. Et meget enkelt og meget effektivt middel til å konsentrere dampen vil bli beskrevet i den foreliggende fremstilling.

En iøyenfallende forbedring av beleggets kvalitet oppnår man ennvidere ved å ionisere dampens partikler og bringe substratet på et elektrisk potensial mellom 0 og +120 volt i forhold til kilden. Potensialet er effektivt fra moderate spenninger og er begrenset oppad ved sin innflytelse på stabiliteten av oppvarmnings- og ioniseringsanordningene for dampen som skal avsettes. I den stabile driftsfase ligger den i praksis mellom 10 og 120 Volt.

Ved driften av innretningen blir dampens atomer eller molekyler ionisert med en elektronbunt (utsendt fra en elektronkanon eller ved emisjon fra kilden) og substratet bringes på et høyere potensial enn omgivelsene. Hastigheten av avleiringen kan dermed bli av størrelsesordenen 1 mm pr. time, og ennvidere - noe som er viktig, og som ikke finner sted i fravær av dette felt - blir det oppnådde belegg krystallisert etter de tetteste krystallnettplan. Tettheten og kvaliteten av avleiringen blir dermed sterkt høynet.

Ønsker man derimot å få et belegg som kan skilles fra, er det nok i første fase ikke å bringe substratet på den kritiske forankringstemperatur. Så snart et belegg av enkel atomtykkelse har dekket substratet, er det nok å underkaste det de tidligere beskrevne betingelser med hensyn til temperatur og elektrisk felt for å få en monokrystallinsk avleiring av høy kvalitet. Man kan derefter lett skille belegget fra substratet. Hastigheten av dannelsen av dette belegg

gjør det mulig å utnytte den foreliggende oppfinnelse til fremstilling av folier av meget høy kvalitet, idet de er monokrystallinske og egnet til for hånden å skilles fra underlaget.

Visse mekaniske stykker av komplisert form kan likeledes fremstilles i form av et monokrystallinsk belegg avleiret uten vedheftning på et substrat av passende form. De således fremstilte stykker består av et materiale som befinner seg i en meget mer fullkommen tilstand enn de som fås ved konvensjonell metallurgi som gir dislokasjoner i materialet.

Innretningen ifølge oppfinnelsen kan ennvidere med stor fordel benyttes til fremstilling av monokrystaller av enhver form.

Den nettopp beskrevne driftsmåte gjør det likeledes mulig å la tykkelsen av avleiringene variere lokalt ved å plasere jordede skjerm foran felter hvor der ikke ønskes noe belegg. For belegg av komplisert form er det til og med mulig å anbringe jordede skjerm med uttatte åpninger av den form som ønskes for beleggene, i likhet med de maskeplater som benyttes ved maling.

Den foreliggende oppfinnelse gjør det også mulig å fremstille belegg ut fra damp som avgis fra flere kilder, også forskjellige damper avgitt fra forskjellige kilder.

Den nettopp beskrevne driftsmåte gjør det sluttelig også mulig å danne sveiser av ypperlig kvalitet mellom stykker som det er umulig å sveise ved kjente metoder. Sveisematerialet påføres i form av damp avgitt fra en kilde hvor det er bragt på koketemperatur. Hvert av stykkene som skal sveises, blir i høyde med skjøten som skal dannes bragt på dampens forankringstemperatur for det materiale som utgjør stykket. En jordet skjerm med en uttatt åpning korresponderende med det felt hvor sveisen ønskes, kan fordelaktig benyttes i samsvar med den tidligere forklarte teknikk. Så snart forankringslagene er ferdige, blir den frie overflate bragt på den ønskede krystallisasjonstemperatur for dampen, og der danner seg dermed et monokrystallinsk belegg av sveisemateriale, som forbinder de to stykker, samtidig som det er kraftig forankret til hvert av dem. Det lar seg dermed gjøre å realisere sveiser av meget høy kvalitet mellom keramikk og metall og stadig la stykkene som skal sveises, forbli på temmelig lave temperaturer.

Oppfinnelsen vil nu bli belyst nærmere under henvisning til tegningen, som skjematisk viser et utførelseseksempel på en innretning i henhold til oppfinnelsen.

Den viste innretning er tenkt anbragt i en ikke vist vakuumbeholder hvor der kan skaffes et vakuum på minst  $10^{-4}$  Torr.

På tegningen ses en kilde for damp av materiale som skal avleires, bestående av en sylindrisk blokk 1 som består av dette materiale og er anbragt koaksialt på den øvre ende av en vertikal aksel 2. Kilden er jordet elektrisk ved en forbindelse 3. Akselen 2 dreies ved hjelp av en ikke vist motor med et omdreiningstall av fem omdreininger per minutt.

Kilden - eller også akselen som bærer den - rager inn i et kammer 4 hvis vegg er jordet med en forbindelse 5. I kammerets vegg er der uttatt en åpning 6 for gjennomgang av en elektronstrålebunt utsendt av en ikke vist elektronkanon som er anbragt i vakuumbeholderen men utenfor kammeret 4. Gjennom en annen åpning 7 i kammerets vegg kan der føres inn en bærestang 8 for et substrat 9. Stangen 8 kan være stasjonær eller bevegges roterende og/eller translatorisk og er ved en ledning 10 elektrisk forbundet med den positive pol på en likestrømskilde 11 hvis negative pol er jordet. Ved hjelp av en regulermodstand 12 er det mulig å regulere potensial-differansen mellom substratet og omgivelsene efter ønske mellom 0 Volt og en spenning som ikke forstyrrer elektronstrålebunten, og som oftest vil ligge mellom 10 og 120 Volt. Elektronstrålebunten som passerer kammerveggen gjennom åpningen 6, bombarderer oversiden av sylinderen 1. Den dirigeres slik at dens anslagssted befinner seg i en avstand av størrelsesordenen noen millimeter fra midten av toppflaten. Takket være rotasjonen av sylinderen 1 ved hjelp av akselen 2 forskyver elektronstrålens treffpunkt seg kontinuerlig. Dets geometriske sted er en sirkel 13. På denne måte graver ikke elektronstrålen noe trangt og dypt hull i kilden. Isteden blir varmen bedre fordelt og bevirker smelting av en liten masse av materiale som skal fordampes, på sylinderen 1 i midten av dennes toppflate og i form av en linse hvis kontur omtrent ligger ved sirkelen 13. På denne måte får man til rådighet en temmelig utstrakt plan væskeflate for fordampningen, noe som muliggjør en rask og homogen avdampning.

Ved hjelp av en vilkårlig egnet innretning bringes veggene av kammeret 4 på avprellingstemperaturen for atomene av den av kilden avgitte damp eller på en temperatur så nær avprellingstemperaturen som man ønsker. En annen innretning, som heller ikke er vist, gjør det mulig å bringe den frie overflate av underlaget enten på forankringstemperaturen eller på krystallisasjonstemperaturen for dampen eller også (i tilfelle av at vedheftningen av belegget skal være meget svak) på en temperatur som skiller seg fra disse.

Takket være tilstedeværelsen av kammeret 4 kan den av

kilden avgitte damp, forutsatt at åpningene i kammerveggen bare skaffer et lite tverrsnitt for unnvikelse av dampen, ikke spre seg ut i vakuumbeholderen, men blir kastet tilbake av kammerveggene og holder seg konsentrert omkring substratet 9.

Ennvidere vil de perifere elektroner i elektronstrålebunten til oppvarming av kilden ionisere dampatomene eller -molekylene. De elektroner som avgis av selve kilden 1, og som kan være meget varme, deltar likeledes i prosessen.

Den beskrevne dampkilde er ytterst ren i den forstand at den ikke innfører noen som helst forurensning forårsaket av en digel. I tilfelle av at der kreves en meget høy renhet av dampen, er det dessuten mulig å lage omslutningskammeret 4 av samme materiale som sylindere 1. Ennvidere blir dampen særlig fri for fremmedatomer eller -molekyler, f.eks. slike som leveres av restgasser.

Det bør ennvidere bemerkes at substratet er plasert ved den side av kammeret som vender bort fra den hvor elektronstrålebanen befinner seg, for at dets elektriske felt ikke skal forstyrre elektronstrålen. For å unngå muligheten for at substratet blir truffet av væskedråper av materiale utslynget fra kilden 1, kan der ennvidere mellom kilden og underlaget innsettes en jordet skjerm 15 for å stenge enhver rettlinjert bane for materiale mellom kilden og substratet.

Denne skjerm 15, som kan ha form av et gitter, byr ennvidere på den store fordel av substratet vil befinne seg i et Faraday-bur. Er substratet ikke ledende, er det på denne måte til og med mulig å bringe det på et høyere potensial enn omgivelsene, da det isåfall blir frigjort fra det negative potensial som skyldes elektronstrålebunten.

Er de temperaturer som skal benyttes, meget høye, kan der skytes inn en termisk skjerm mellom kammeret og vakuumbeholderens vegg for å beskytte denne. Denne skjerm kan utføres i form av et kobberfolie kjølet med et fluidum som sirkulerer i tette rør som ligger an mot det.

Dimensjonene av kammeret er minst mulige, men bør være forenlig med størrelse og form av substratet og størrelse av kilden, slik at det potensial som påtrykkes substratet, ikke innvirker generende på elektronstrålen. Kildens dimensjon avhenger av den disponible energi i elektronstrålen.

Efter at kammeret allerede er bragt på en viss forhøyet temperatur på grunn av strålingen fra kilden og fra substratet - en temperatur som er temmelig nær avprellingstemperaturen - kan kammerveggene lett bringes på den sistnevnte temperatur med et ekstra hjelpemiddel.

Undertiden er det nok å innpakke eller omgi kammeret 4 med en ekstra omslutningsskjerm, idet det med denne anordning er mulig å oppnå en gunstig minskning av varmetapene fra kammeret.

Når det gjelder alle metaller, er det nok å utføre kammerveggene av det materiale som skal avleires, foruten spesiell kjemisk behandling å oppnå en lettvint gjenvinning av materiale som tross alt blir avleiret på veggene av kammeret 4 i det korte tidsrum da disse ikke er bragt på avprellingstemperatur.

Innretningen ifølge oppfinnelsen har også fordelen av å gjøre det mulig å avdampe giftige eller radioaktive produkter uten å treffe ekstraordinære forholdsregler, siden dampen forblir inngrenset i kammeret 4.

**124319**P a t e n t k r a v :

1. Innretning til fremstilling av monokrystallinske belegg på et substrat ved pådampning i vakuum, omfattende et i en vakuumbeholder anbragt kammer (4) inneholdende et substrat (9) og minst en kilde (1) for damp av materialet som skal avleires, samt forsynt med en åpning (6) motsatt kilden slik at en elektronstråle kan tre inn i kammeret (4) og treffe kilden, k a r a k t e r i s e r t ved en opphetningsanordning til å oppvarme kammerets (4) vegger og substratet, og ved at kammerets (4) vegger og den nevnte kilde (1) er jordet, at substratet er tilsluttet den positive klemme på en generator (11) hvis annen klemme er jordet, at kilden (1) for atomene eller molekylene som skal påføres, utgjøres av en sylinder bestående av stoff som skal påføres, og koaksialt anbragt på den øvre ende av en loddrett aksel (2) som roterer med et omdreiningstall av størrelsesorden 1 - 5 omdr./min, samt med i det minste sin øvre grunnflate ragende inn i kammeret (4), mens elektronstrålen trer gjennom en til formålet utformet åpning (6) i den øvre vegg av kammeret (4) og treffer sylinderens (1) øvre grunnflate på et sted (13) som ligger adskilt fra, men bare i liten avstand (noen millimeter) fra midten, og at substratet (9) er anbragt på en holder (8) som er anordnet i vakuumbeholderen utenfor kammeret (4) og rager gjennom en i dettes vegg utformet åpning (7) som har små dimensjoner, men tillater gjennomføring av holderen (8) uten friksjon.

2. Innretning som angitt i krav 1, k a r a k t e r i s e r t ved at der i nærheten av substratet (9) er anordnet en jordet avskjermning (15) forsynt med åpninger rett ut for de steder av substratet hvor der ønskes et nedslag.

3. Innretning som angitt i krav 1 eller 2, k a r a k t e r i s e r t ved at der mellom fordampningskilden (1) og substratet (9) er anbragt en jordet plate på en slik måte at enhver rettlinjert stofftransport mellom dem er forhindret og substratet befinner seg i et Faraday-bur.

4. Innretning som angitt i et av kravene 1 - 3, k a r a k t e r i s e r t ved at kammeret (4) er utført av det stoff som skal påføres.

5. Innretning som angitt i et av kravene 1 - 4, k a r a k t e r i s e r t ved at kammeret (4) er omgitt av et avskjermende hylster.

Anførte publikasjoner:

Nederlandsk søknad nr. 6701070

Zeitschrift für angewandte Physik, Vol. 22, 1, 1966, p. 1-2

124319

