



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑤① Int. Cl.³: C 23 C 13/04

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑪

641 498

②① Gesuchsnummer:	6770/79	⑦③ Inhaber:	Leybold-Heraeus GmbH, Köln 51 (DE)
②② Anmeldungsdatum:	20.07.1979		
③① Priorität(en):	09.08.1978 DE 2834813	⑦② Erfinder:	Walter Zueltzke, Hanau-Wachenbuchen (DE) Klaus-Jürgen Heimbach, Hattersheim (DE)
②④ Patent erteilt:	29.02.1984		
④⑤ Patentschrift veröffentlicht:	29.02.1984	⑦④ Vertreter:	Kemény AG Patentanwaltsbüro, Luzern

⑤④ Verfahren und Vorrichtung zur Regelung der Verdampfungsrate oxidierbarer Stoffe beim reaktiven Vakuumaufdampfen.

⑤⑦ Die Erfindung betrifft ein Regelverfahren für die Verdampfungsrate oxidierbarer Stoffe beim reaktiven Vakuumaufdampfen bei dosierter Sauerstoffzufuhr. Als oxidierbare Stoffe kommen Metalle, aber auch ganz oder teilweise oxidierte Metalle in Frage, deren chemische Zusammensetzung sich in einer neutralen Atmosphäre verändern würde, wie beispielsweise Titandioxid und Siliziumdioxid. Bisher war es üblich, sowohl die Sauerstoffzufuhr als auch die Verdampfungsrate möglichst konstant zu halten. Durch praktisch unvermeidbare Schwankungen beider Grössen, die meist in entgegengesetzten Richtungen verlaufen (durch stärkere Verdampfung und dem damit verbundenen Sauerstoffverbrauch sinkt der Sauerstoffpartialdruck) ändert sich in unerwünschter Weise der Oxidationszustand. Zu dem Zweck, Schichten mit möglichst homogenem Oxidationsgrad zu erhalten wird gemäss der Erfindung vorgeschlagen, den Druck «p» beim Vakuumaufdampfen zu erfassen und bei Druckänderungen die Verdampfungsrate «r» in dem Sinne nachzuregulieren, dass das Verhältnis «p : r» im wesentlichen konstant gehalten wird. Sobald die Regeleinrichtung feststellt, dass der Druck absinkt, wird auch die Verdampfungsrate durch Verringerung der elektrischen Leistung des Verdampfers herabgesetzt und umgekehrt. Auf diese Weise wird der Sauerstoffbedarf automatisch der Sauerstofflieferung angepasst.

PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Regelung der Verdampfungsrates oxidierbarer Stoffe beim reaktiven Vakuumaufdampfen durch dosierte Sauerstoffzufuhr in eine Vakuumaufdampfkammer während des Aufdampfens, dadurch gekennzeichnet, dass die Sauerstoffzufuhr auf einen vorgegebenen Wert eingestellt wird, dass der Druck «p» in der Vakuumkammer erfasst wird und dass bei Druckänderungen die Verdampfungsrates «r» in dem Sinne nachgeregelt wird, dass das Verhältnis $p:r$ im wesentlichen konstant gehalten wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Sauerstoffmenge auf einem konstanten Wert pro Zeiteinheit geregelt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass bei einem widerstandsbeheizten Verdampfer (18) der durch den Verdampferwiderstand fließende Strom druckabhängig geregelt wird.

4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass bei einem Elektronenstrahlverdampfer (22) der Emissionsstrom der Katode druckabhängig geregelt wird.

5. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass der Sauerstoffpartialdruck erfasst wird.

6. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 5, bestehend aus einer Vakuumaufdampfkammer mit mindestens einer Verdampferquelle mit je einer durch ein Stellglied regelbaren Stromversorgungseinrichtung, aus einer Sauerstoffquelle mit einem Dosierventil sowie aus einer Druckmesseinrichtung für die Umsetzung des Druckes in ein am Ausgang anstehendes Druck-Messsignal, dadurch gekennzeichnet, dass der Ausgang (der Druckmesseinrichtung (29) über einen Regler (33) dem Stellglied (35, 36) für die Stromversorgungseinrichtung (21, 26) in der Weise aufgeschaltet ist, dass bei einer Druckerhöhung in der Vakuumaufdampfkammer (1) eine Verstellung des Stellglieds in Richtung auf eine höhere Leistungsabgabe der Stromversorgungseinrichtung bewirkt wird.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren bzw. eine Vorrichtung nach den Oberbegriffen der Ansprüche 1 und 6.

Die Qualität, insbesondere die optischen Eigenschaften, aufgedampfter Oxidschichten hängt bei der reaktiven Verdampfung sehr stark von der Homogenität des Schichtmaterials innerhalb der aufgedampften Schicht ab. Dies gilt in besonderem Masse für aufgedampfte Mehrschichtsysteme, zu denen die sogenannten Interferenzschichtsysteme gehören. Gelingt es nicht, Schicht für Schicht unter gleichen Bedingungen aufzudampfen, d.h. jede Schicht mit gleicher und gleichbleibender Stoffzusammensetzung und annähernd gleicher Aufdampftrate aufzubringen, so ergeben sich Inhomogenitäten, welche die Abhängigkeit des Absorptions- bzw. Transmissions-Verhaltens von der Lichtwellenlänge negativ beeinflussen und insbesondere eine Reproduzierbarkeit des Verfahrens weitgehend ausschliessen. Das Absorptions- bzw. Transmissions-Verhalten über bestimmte Wellenlängenbereiche des Lichts lässt sich in Diagrammform darstellen; man spricht von Absorptions- und Transmissionskurven.

Grundvoraussetzung für die Gleichmässigkeit innerhalb der einzelnen Schichten ist die gleichmässige Oxidation des Schichtmaterials durch den in die Vakuumkammer zugeführten Sauerstoff. Störgrössen für die Dichte bzw. den Druck des Sauerstoffs in der Vakuumaufdampfkammer sind die Saugleistungen der an die Vakuumkammer angeschlossenen Vakuumpumpen, die Desorption von Gasen, die Veränderung der pro Zeiteinheit zugeführten Menge an Sauerstoff sowie der ständige Verbrauch an Sauerstoff durch die

Oxidation des Verdampfungsgutes. Aufgrund der laufenden Zufuhr von Sauerstoff und des laufenden Abpumpens durch die Vakuumpumpen stellt sich ein Gleichgewichtszustand ein, der natürlich zeitlichen Veränderungen unterliegen kann. Ein schwankender Sauerstoffpartialdruck führt bei konstanter Verdampfungsrates, d.h. bei der Freisetzung gleichbleibender Mengen von Verdampfungsgut pro Zeiteinheit zu einem unterschiedlichen Oxidationsverhalten des Verdampfungsgutes, so dass die oben beschriebenen Abweichungen in der Zusammensetzung des Schichtmaterials auftreten.

Der Fachmann hat daher bisher stets versucht, die Einspeiserate an Sauerstoff in die Vakuumaufdampfkammer so konstant wie möglich zu halten. Dieses Ziel kann jedoch mit erträglichem Aufwand wegen des Regelverhaltens der hierfür benötigten Dosierventile nur sehr ungenügend erreicht werden. Andererseits war der Fachmann aber auch bestrebt, die Verdampfungsrates der Verdampferquellen durch eine Regelung der elektrischen Leistung möglichst konstant zu halten. Zu diesem Zweck wurde eine Vielzahl von sogenannten Ratenmessgeräten entwickelt. Notwendigerweise aber schwankte das Oxidationsverhalten in Abhängigkeit von der Menge des pro Zeiteinheit zugeführten Sauerstoffs.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Regelverfahren der eingangs beschriebenen Art anzugeben, mittels welchem Einfach- und Mehrschichten möglichst homogenen Oxidationsgrades erhalten werden.

Die Lösung dieser Aufgabe erfolgt hinsichtlich des Verfahrens durch die im Kennzeichen des Anspruchs 1 angegebenen Merkmale und hinsichtlich der Vorrichtung durch die im Kennzeichen des Anspruchs 6 angegebenen Merkmale.

Durch die angegebene Massnahme wird erreicht, dass das Verhältnis von pro Volumenelement in der Vakuumkammer vorhandenem Sauerstoff zur Verdampfungsrates konstant gehalten wird, d.h. die pro Zeiteinheit für den Oxidationsvorgang freigesetzte Menge des Verdampfungsgutes wird der vorhandenen Sauerstoffmenge angepasst. Aufgrund des weiter oben beschriebenen Gleichgewichtszustandes läuft dies darauf hinaus, dass das Verhältnis der pro Zeiteinheit zugeführten Sauerstoffmenge zur Verdampfungsrates gleichfalls konstant gehalten wird. Dieses Konstanthalten der Oxidationsreaktion führt zu den angestrebten homogenen Schichten. Sobald die vorhandene Druckmesseinrichtung feststellt, dass der Druck in der Vakuumkammer, vorzugsweise der Sauerstoffpartialdruck, absinkt, wird die Verdampfungsrates durch Verringerung der zugeführten elektrischen Leistung reduziert, so dass – mit Ausnahme der geringen Regelabweichung – das oben angegebene Verhältnis konstant gehalten wird. Stellt umgekehrt die Druckmesseinrichtung einen Anstieg des Drucks in der Vakuumkammer, insbesondere des Sauerstoffpartialdrucks, fest, so wird die Verdampfungsrates entsprechend heraufgeregelt, wodurch gleichfalls die gewünschte Konstanz des genannten Verhältnisses erreicht wird. Als Verdampfungsmaterial kommen nicht nur Metalle, sondern auch vollständige oder teilweise Oxide von Metallen in Frage, die sich in neutraler Atmosphäre im Hinblick auf die chemische Zusammensetzung verändern würden. Der Erfindungsgegenstand kommt vornehmlich für die Erzeugung von dielektrischen Schichten aus TiO_2 , SiO_2 in Frage.

Die Desorptionsrate des Rezipienten sollte möglichst gering sein. Dies ist dadurch zu erreichen, dass vor dem Sauerstoffeinlass ein Endvakuum eingestellt wird, das kleiner als 5×10^{-6} mbar ist.

Der Erfindungsgegenstand kann noch dadurch weiter ausgestaltet werden, dass Vorkehrungen dafür getroffen werden, dass die Sauerstoffmenge auf einen konstanten Wert pro

Zeiteinheit geregelt wird. Für diesen Zweck gibt es bereits Dosierventile, die sich automatisch aus einer konstanten Drucksatzmenge (Gewichtsmenge) pro Zeiteinheit einregeln. Bei konstanter Saugleistung der Vakuumpumpen hat der Einsatz einer solchen Massnahme zur Folge, dass der Druck in der Vakuumaufdampfkammer nur noch von einer veränderlichen Aufdampftrate beeinflusst wird, so dass die druckabhängige Regelung nur die Ratenchwankungen ausgleichen muss. Auf diese Weise wird zuverlässig erreicht, dass auch die Verdampfungsrate weitgehend konstant gehalten wird, obwohl das Regelsystem im Gegensatz zu bekannten Ratenregelungen sofort auf eine Veränderung des Vakuums bzw. des Sauerstoffpartialdrucks ansprechen würde.

Durch die erfindungsgemässe Massnahme wird auch der sogenannte Gettereffekt weitgehend ausgeglichen, der dadurch entsteht, dass dem Vakuumaufdampfprozess durch das Niederschlagen der Oxide ein Teil der Sauerstoffmoleküle durch einen reinen Gettervorgang entzogen wird.

Das erfindungsgemässe Verfahren ist auch bei solchen Stoffen anwendbar, die in reaktiver Atmosphäre zusätzlich Sauerstoff freisetzen, wie z.B. Quarz. In diesem Falle wird einfach das Vorzeichen des Regelsignals umgekehrt, d.h. eine Erhöhung des Drucks bzw. Partialdrucks führt in diesem Falle zu einer Verminderung der Verdampfungsrate.

Ein Ausführungsbeispiel einer Vorrichtung zur Durchführung des erfindungsgemässen Verfahrens wird nachfolgend anhand einer Figur näher erläutert.

Eine Vakuumaufdampfkammer 1 ist an ihrer Vorderseite mit einem Dichtungsflansch 2 und Dichtleisten 3 versehen, auf denen beim Betrieb ein entsprechender Gegenflansch einer nicht dargestellten Tür aufliegt. Durch eine zylindrische Kammerwand 4 ist mittels einer Durchführung 5 eine Rohrleitung 6 hindurchgeführt, die über einen Gasmengensmesser 7 mit einer Sauerstoffquelle 8 in Verbindung steht. In der Rohrleitung 6 befindet sich ein selbsttätig geregeltes Dosierventil 9, dessen Durchsatz mittels eines Einstellknopfes 10 veränderbar ist.

Durch eine Bodenplatte 11 ist ein Saugstutzen 12 eines Vakuumpumpsatzes 13 hindurchgeführt. An einer oberen Deckplatte 14 ist ein kalottenförmiger Substrathalter 15 drehbar befestigt, dessen Drehachse an einer Flanschplatte 16 befestigt ist. Die Rotation des Substralthalters 15 wird über einen Getriebemotor 17 bewirkt.

Unterhalb des Substralthalters 15 ist auf der Bodenplatte 11 ein widerstandsbeheizter Verdampfer 18 mit einem Verdampferschiffchen 19 angeordnet, dessen Widerstand den sogenannten Verdampferwiderstand bildet. Der Verdampfer 18 steht über Anschlussleitungen 20 mit einer regelbaren Stromversorgungseinrichtung 21 in Verbindung. Durch deren Regelung kann der Stromfluss im Verdampferschiffchen 19 und damit die Verdampfungsrate beeinflusst werden. Auf der Bodenplatte 11 ist unterhalb des Substralthalters 15 ausserdem ein Elektronenstrahlverdampfer 22 mit einem Verdampfertiegel 23 und einer Elektronenstrahlquelle 24 angeordnet, die über Anschlussleitungen 25 mit einer gleichfalls regelbaren Stromversorgungseinrichtung 26 in Verbindung steht. Über die Anschlussleitungen 25 wird sowohl die erforderliche Hochspannung als auch die Heizspannung für die nicht näher bezeichnete Katode der Elektronenstrahlquelle 24 zugeführt. Durch Veränderung der Hochspannung (Beschleunigungsspannung) und/oder der Heizspannung ist es möglich, die Leistung der Elektronenstrahlquelle und damit die Verdampfungsrate des im Verdampfertiegel 23 befindlichen Verdampfungsgutes zu beeinflussen.

In der Bodenplatte 11 befindet sich ausserdem ein Druckmessfühler 27, der dem Druckbereich und der Anzeigenauigkeit entspricht und ein dem Sauerstoffpartialdruck entsprechendes elektrisches Messignal über eine elektrische Leitung

28 einer Druckmesseinrichtung 29 zuführt, die mit einer Druckanzeige 30 ausgestattet ist. Die Druckmesseinrichtung 29 besitzt einen Ausgang 31, der über eine elektrische Leitung 32 einem Regler 33 aufgeschaltet ist. Der Regler 33 besitzt einen Ausgang 34, der – vorzugsweise umschaltbar – einem Stellglied 35 für die Stromversorgungseinrichtung 26 aufgeschaltet ist. Das Stellglied 36 beeinflusst vorzugsweise den Emissionsstrom der Katode der Elektronenstrahlquelle 24.

Die beschriebene Vorrichtung arbeitet in folgender Weise:

Mittels des Vakuumpumpsatzes 13 wird zunächst in der Vakuum-Aufdampfkammer 1 ein Druck kleiner als 5×10^{-6} mbar erzeugt. Danach wird mittels des Dosierventils 9 pro Zeiteinheit eine solche Sauerstoffmenge in den Rezipienten eingeleitet, dass sich dort ein Druck von 7×10^{-4} mbar als Gleichgewichtszustand einstellt. Sofern nun in dem widerstandsbeheizten Verdampfer 18 oder in dem Elektronenstrahlverdampfer 22 die Verdampfung von oxidierbaren Stoffen beginnt, wird der Sauerstoffpartialdruck in der Vakuumaufdampfkammer 1 abgesenkt, und zwar auf einen Druck, der den gewünschten Aufdampfbedingungen entspricht. Steigt nun dieser Druck durch irgendeinen Vorgang an, beispielsweise weil durch das Dosierventil 9 zuviel Sauerstoff nachströmt, oder weil die Verdampfungsrate nachlässt, so registriert der Druckmessfühler 27 in Verbindung mit der Druckmesseinrichtung 29 diesen Druckanstieg und erzeugt über den Regler 33 und das Stellglied 35 oder 36 eine Stellgrösse, die über die elektrischen Leitungen 37 bzw. 38 der Stromversorgungseinrichtung 21 bzw. 26 aufgeschaltet wird. Dies regelt den jeweiligen Verdampfungsvorgang nunmehr in einem Sinne nach, dass die Verdampfungsrate erhöht wird, wodurch ein vergrösserter Sauerstoffbedarf eintritt, der der zugeführten Sauerstoffmenge pro Zeiteinheit entspricht. Umgekehrt führt eine Druckabsenkung in der Vakuumaufdampfkammer 1 zu einer Verringerung der Aufdampftrate, so dass diese wiederum dem verringerten Sauerstoffangebot entspricht.

Beispiel

In einer Vorrichtung gemäss der Figur wurden auf Glas-substraten Interferenzschichtsysteme durch abwechselndes Aufdampfen von SiO_2 und TiO_2 in reaktiver Atmosphäre hergestellt. In diesem Fall befand sich im Elektronenstrahlverdampfer 22 ein 2-Napf-Tiegel, in dem die beiden Aufdampfmaterien getrennt untergebracht waren. Durch Drehen des Verdampfertiegels 23 liess sich jeweils eine der Verdampfungssubstanzen in den Weg des von der Elektronenstrahlquelle 24 ausgehenden Elektronenstrahls bringen. Mittels des Dosierventils 9 wurde ein Sauerstoffdruck von 7×10^{-4} mbar eingestellt, nachdem die Vakuumaufdampfkammer 1 zunächst auf einen Druck von 3×10^{-6} mbar evakuiert worden war. Unter einer nicht gezeigten Blende wurden die Aufdampfmaterien zunächst eingeschmolzen. Der Emissionsstrom der Elektronenstrahlquelle 24 war hierbei zunächst durch eine Grenzwertvorgabe begrenzt. Nach dem Einschmelzen wurde mittels des Stellgliedes 36 über den Emissionsstrom ein vorgegebener Sauerstoffpartialdruck eingestellt. Der Regler 33 hielt nunmehr das Verhältnis von Sauerstoffpartialdruck zur Verdampfungsrate im vorstehend aufgegebenen Regelsinne konstant. Sobald eine Schicht aus einem der Schichtmaterialien mit einer Schichtdicke von einer Viertel Wellenlänge niedergeschlagen worden war, wurde die nächstfolgende Schicht mit dem zweiten Aufdampfmaterien in analoger Weise hergestellt. Da sich der Drucksollwert im Hinblick auf die unterschiedlichen Materialien unterschied, wurde diesem Sachverhalt durch eine unterschiedliche Drucksollwertvorgabe Rechnung getragen. Die Beendigung der einzelnen Schritte des Aufdampfvorganges wurde durch Einschwenken der nicht dargestellten

Blende erzielt. Die Blende selbst wurde durch ein gleichfalls nicht dargestelltes Fotometer in Abhängigkeit von der Schichtdicke gesteuert. Schichtdickenmessung und Blendensteuerung sind jedoch Stand der Technik, so dass hierauf nicht näher eingegangen wird.

Die erzeugten Schichten zeichneten sich sowohl einzeln als auch in ihrer Gesamtheit als Schichtsystem durch eine grosse Homogenität und eine sehr gute Reproduzierbarkeit bei unterschiedlichen Chargen aus.

