



MINISTERIE VAN ECONOMISCHE ZAKEN

PUBLIKATIENUMMER : 1007067A3

INDIENINGSNUMMER : 09200664

Internat. klassif. : C23C H01J

Datum van verlening : 07 Maart 1995

De Minister van Economische Zaken,

Gelet op de wet van 28 Maart 1984 op de uitvindingsoctrooien
inzonderheid artikel 22;

Gelet op het Koninklijk Besluit van 2 December 1986, betreffende het aanvragen,
verlenen en in stand houden van uitvindingsoctrooien, inzonderheid artikel 28;

Gelet op het proces-verbaal opgesteld door de Dienst voor Industriële Eigendom op
15 Juli 1992 te 15u40

BESLUIT :

ARTIKEL 1.- Er wordt toegekend aan : EMIEL VANDERSTRAETEN, besloten vennootschap
met beperkte aansprakelijkheid
Oude Brusselse weg 76, B-9219 GENT / GENTBRUGGE(BELGIE)

vertegenwoordigd door : CALLEWAERT Jean, Brusselsesteenweg, 108 - B 3090 OVERIJSE.

een uitvindingsoctrooi voor de duur van 20 jaar, onder voorbehoud van de betaling van
de jaartaksen voor : SPUTTERKATHODE EN WERKWIJZE VOOR HET VERVAARDIGEN VAN DEZE
KATHODE.

ARTIKEL 2.- Dit octrooi is toegekend zonder voorafgaand onderzoek van zijn
octrooieerbaarheid, zonder waarborg voor zijn waarde of van de juistheid van
de beschrijving der uitvinding en op eigen risico van de aanvrager(s).

Brussel, 07 Maart 1995
BIJ SPECIALE MACHTIGING :

WUYTS L
Directeur.

"Sputterkathode en werkwijze voor het vervaardigen van
deze kathode"

De uitvinding heeft betrekking op een sputterkathode met een laag materiaal dat door sputteren op een substraat dient aangebracht te worden.

Het sputteren is een bekende methode om dunne laagjes metaal op een oppervlak van een substraat aan te brengen in een gecontroleerde atmosfeer door middel van gasontlading bij zeer hoge spanning; dit wordt ook nog kathodeverstuiving genoemd.

Positief geladen ionen, aangetrokken door de sterk negatieve spanning van de sputterkathode, slaan met zeer grote snelheid en kracht in op het oppervlak van de sputterkathode zodat oppervlakteatomen van deze kathode fysisch van dit oppervlak losgemaakt worden en met grote snelheid dit oppervlak verlaten om in botsing te komen met het oppervlak van het tegen overliggend substraat waarop dan een film met zeer specifieke eigenschappen gevormd wordt.

De toepassingen van deze techniek zijn veelvoudig. Een belangrijke toepassing bijvoorbeeld is het vormen van een doorzichtige uiterst dunne metaaloxide of nitride film op glas, die bijvoorbeeld toelaat infrarode stralen terug te kaatsen en dus zeer geschikt is als vensterglas om zonnewarmte tegen te houden. Het betreft hier een zogenoemde "LE film" ("Low Emissivity"), met een lage warmte-afgifte.

De filterende eigenschappen werden verkregen door een opeenvolging van enkele lagen, bij

voorbeeld drie, met wisselende brekingsindex.

Voor het toepassen van deze techniek dient dus de laag materiaal op de sputterkathode, dat op een substraat dient verstoven te worden, een relatief goede elektrische geleiding te vertonen. Dit heeft dan ook als gevolg dat tot op heden slechts elektrisch geleidende films op een substraat gevormd kunnen worden door toepassing van een complexe sputtertechniek, zoals het zogenoemd "RF sputteren", waarbij gebruik gemaakt wordt van een hoogfrequentie spanning. De pogingen die tot op heden ondernomen werden om eveneens niet of slecht geleidende filmen op een substraat te vormen door sputteren hebben dan ook geen voldoeninggevend resultaten geleverd. Aldus werden sputterkathoden vervaardigd waarvan het sputtermateriaal gevormd werd door een mengsel van fijne silicium en ongeveer 5 % aluminium deeltjes.

Door het feit dat het niet mogelijk gebleken is een voldoende homogene verdeling van de deeltjes te verkrijgen, is men er niet in geslaagd betrouwbare resultaten te verkrijgen. In dit verband bestond het risico, door een zekere concentratieophoping van de geleidende deeltjes, dat op deze plaatsen spontaan elektrische bogen ontstonden, wat o.m. aanleiding gaf tot het lokaal smelten van het aluminium, dat dan op het oppervlak van de anode tot relatief grote druppels stolde.

De uitvinding heeft dan ook tot doel aan deze belangrijke nadelen te verhelpen en een sputterkathode voor te stellen met een laag materiaal die hoofdzakelijk bestaat uit niet of slecht geleidende deeltjes en niettegenstaande toch voldoende elektrisch geleidbaar is om door sputteren op een substraat te kunnen aangebracht worden.

Tot dit doel bevat deze laag

materiaal electrisch slecht geleidende deeltjes waarvan een bepaalde hoeveelheid door een geleidende film minstens gedeeltelijk omhuld zijn of met een geleidend materiaal een aggregaat vormen op een zodanige manier dat deze laag een voldoende electrische geleidbaarheid vertoont om door sputteren op genoemd substraat te kunnen aangebracht worden.

Doelmatig bevatten genoemde deeltjes hoofdzakelijk silicium en wordt genoemd geleidend materiaal hoofzakelijk uit nikkel gevormd.

In een bijzondere uitvoeringsvorm van de uitvinding vormt de hoeveelheid electrisch geleidend materiaal 0,1 à 30% van de totale hoeveelheid materiaal van genoemde laag, naargelang de aard van het gebruikte materiaal voor het vormen van desbetreffende laag en de beoogde toepassingen.

De uitvinding heeft eveneens betrekking op een werkwijze voor het bekleden van een sputterkathode met een laag materiaal dat door sputteren op een substraat dient aangebracht te worden.

Deze werkwijze is gekenmerkt door het feit dat men, door toepassing van de op zichzelf bekende vlamspuittechniek, door een electrisch geleidende film omhulde slecht geleidende deeltjes, of deeltjes die met een geleidend materiaal een aggregaat vormen, projecteert op een electrisch geleidende bij voorkeur met of weinig magnetisch drager tot het vormen van een laag materiaal dat door sputteren op een substraat aangebracht kan worden.

In een voorkeursuitvoeringsvorm van de werkwijze volgens de uitvinding maakt men gebruik van slecht electrisch geleidende deeltjes die omhuld zijn met nikkel volgens de zogenoemde "nikkel-carbonyl gas methode".

In een meer specifieke uitvoerings-

vorm van deze werkwijze behoudt men, tijdens het vlamspuiten, in de dwarsdoorsnede van de drager en in de laag materiaal die geleidelijk op deze laatste aangebracht wordt nagenoeg dezelfde temperatuursgradient als deze waaraan hij onderworpen wordt tijdens het sputteren.

Andere bijzonderheden en voordelen van de uitvinding zullen blijken uit de hierna volgende beschrijving van enkele bijzondere uitvoeringsvormen van de samenstelling van de laag materiaal volgens de uitvinding, dat door sputteren op een substraat dient aangebracht te worden, van een werkwijze voor het vormen van deze laag alsook van een inrichting voor het toepassen van deze werkwijze; deze beschrijving wordt enkel als voorbeeld gegeven en beperkt de draagwijze niet van de uitvinding; de hierna gebruikte verwijzingscijfers hebben betrekking op de hieraan toegevoegde figuren.

Figuur 1 is een schematische dwarsdoorsnede van een sputterkathode volgens een specifieke uitvoeringsvorm van de uitvinding.

Figuur 2 is, op grotere schaal, een schematische voorstelling van een detail van deze sputterkathode.

Figuur 3 is een schematische voorstelling, in langsdoorsnede, van een inrichting volgens de uitvinding voor het vervaardigen van desbetreffende sputterkathode.

In deze figuren hebben dezelfde verwijzingscijfers betrekking op dezelfde of analoge elementen.

De sputterkathode volgens de uitvinding bestaat hoofdzakelijk uit een drager van electrisch geleidend bij voorkeur niet of weinig magnetisch materiaal, waarvan de actieve zijde met een

laag materiaal bedekt is dat door sputteren op een substraat dient aangebracht te worden. Deze laag is hoofdzakelijk gevormd uit electrisch slecht geleidende deeltjes die, alvorens op de drager aangebracht te worden, minstens gedeeltelijk door een film van electrisch geleidend bij voorkeur weinig of niet magnetisch materiaal omhuld zijn of met een geleidend materiaal tot een bij voorkeur nagenoeg homogeen aggregaat omgevormd worden en dit op een zodanige manier dat, wanneer deze deeltjes onder vorm van een dichte laag, t.t.z. met een minimale poreusheid, op de drager aangebracht worden, deze laag een voldoende electrische geleidbaarheid vertoont om door sputteren op genoemd substraat aangebracht te kunnen worden.

Het slecht geleidend materiaal van deze deeltjes bestaat hoofdzakelijk uit silicium, terwijl het geleidend materiaal bij voorkeur hoofdzakelijk uit nikkel gevormd wordt.

In een meer specifieke uitvoeringsvorm van de uitvinding vormt het geleidend materiaal een uiterst dunne film rond het niet geleidend materiaal zodanig dus dat, wanneer genoemde deeltjes onder vorm van een laag op de drager van de sputterkathode aangebracht worden, een electrisch geleidende laag ontstaat waarvan bovendien de geleiding nagenoeg constant is over het volledig oppervlak van de drager dat met deze laag bedekt is.

Zeer goede resultaten werden verkregen wanneer minstens 80% van de deeltjes slecht geleidend materiaal een korrelgrootte tussen 10 en 100 micron vertonen en vooral wanneer deze korrelgrootte begrepen is tussen 20 en 75 micron.

Naargelang de korrelgrootte, de gewenste geleidbaarheid, de aard van het geleidend en niet geleidend materiaal alsook de overwogen

toepassingen, varieert de hoeveelheid van het electrisch geleidend materiaal ten opzichte van de totale hoeveelheid materiaal van genoemde laag. Meestal vormt de hoeveelheid electrisch geleidend materiaal 0,1 à 30% van de totale hoeveelheid materiaal van de laag sputtermateriaal op de drager van de kathode volgens de uitvinding. Indien bijvoorbeeld het niet geleidend materiaal uit siliciumnitride bestaat en de op het substraat door sputteren te vormen film zo doorzichtig mogelijk moet zijn bedraagt de hoeveelheid geleidend materiaal, dat bijvoorbeeld uit nikkel gevormd wordt, bij voorkeur 0,1 à 5% van de totale hoeveelheid materiaal.

Indien b.v. siliciumoxide als niet geleidend materiaal aangewend wordt kunnen, voor dezelfde toepassing, t.t.z. deze waarin een doorzichtige film dient gevormd te worden, hogere concentraties aan geleidend materiaal aangewend worden, tot bijvoorbeeld 10 à 20% van de totale hoeveelheid materiaal.

Voor toepassingen waarin de film niet transparent moet zijn, zoals bijvoorbeeld bij milieuvriendelijke verpakkingen, kan de hoeveelheid geleidend materiaal tot 30% van de totale hoeveelheid materiaal bedragen.

In de praktijk maakt men bij voorkeur gebruik van siliciumpoeder waarvan de deeltjes met nikkel omhuld zijn volgens de op zichzelf bekende zogenoemde "nikkel-carbonyl-gas methode", zoals o.m. toegepast door Inco Ltd. voor het bekleden van grafietpoeder met een nikkel film.

Aldus kan b.v. de kleinst mogelijke hoeveelheid nikkel op silicumpoeder aangebracht worden, die in het algemeen van de orde van 1,3 à 1,5% nikkel bedraagt. Om een samenstelling in de laag materiaal op

de sputterkathode te verkrijgen van b.v. 0,5% nikkel verspuut men een homogeen mengsel van 1 deel door 1,3 % nikkel gecoat silicium met 5 delen ongecoat silicium. Voor lagen met grotere hoeveelheden nikkel kan uitgegaan worden van hetzij een hogere concentratie aan nikkel omhuld silicium met niet omhuld silicium, hetzij een kleinere verhouding tussen de hoeveelheid omhuld en niet omhuld silicium.

Belangrijk is eveneens dat de dikte van deze laag zo groot mogelijk is om een zo lang mogelijke gebruiksduur van de sputterkathode te verkrijgen. Deze dikte is bij voorkeur begrepen tussen 2 en 8 mm, meer bepaald van de orde van grootte van 3 à 5 mm.

Teneinde de efficiëntie van de sputterkathode te verbeteren is deze uitgerust, volgens een op zich bekende wijze, met een electromagneet die zich bevindt aan de tegenoverliggende zijde van de drager ten opzichte van deze waarop genoemde sputterlaag voorzien is.

Bij een trommelvormige sputterkathode bevindt deze electro-magneet zich dus binnenin de trommel zo dicht mogelijk tegen de binnenwand van deze laatste en strekt deze zich over de ganse lengte van de trommel uit. Verder is deze magneet zodanig ten opzichte van de trommel gemonteerd dat, wanneer deze laatste aan een rotatiebeweging om zijn as onderworpen wordt, de magneet onbeweeglijk blijft zodanig dat bij de rotatie van de trommel de binnenwand van deze laatste zich verplaatst tegenover deze electromagneet.

Een dergelijke sputterkathode werd ontworpen door "Aircocoating technology" onder de benaming "C-MAG Rotatable Magnetron Cathode".

In een voordelige uitvoeringsvorm van de uitvinding is de dikte van genoemde sputterlaag op

de trommel enigszins dikker in de nabijheid van de uiteinden van deze laatste dan op de tussengelegen oppervlakte. Er werd immers vastgesteld dat bij het sputteren meer materie van de buitenlaag van de trommel per tijdseenheid verbruikt wordt op de plaats tegenover de uiteinden van de electromagneet dan op de tussenin gelegen plaatsen van deze laag. Deze verdikking heeft bij voorkeur een dwarsdoorsnede volgens de langsrichting van de trommel in de vorm van een Gausskurve, terwijl de maximale hoogte van deze verdikking tussen 30 en 60% van de dikte van het middenin gelegen deel van deze laag vormt.

Een andere methode bestaat erin aan deze uiteinden een onderlaag te gebruiken die magnestisch is, zoals nikkel- of ijzerlegeringen teneinde het magnetisme in deze zone te verminderen en aldus de sputtersnelheid te reduceren waardoor een gelijkmatiger verbruik over de totale lengte mogelijk is.

Een dergelijke trommelvormige sputterkathode 1 werd voorgesteld in Figuur 1, waarbij door het referentiecijfer 2 de wand van de trommel 1 aangeduid wordt, door 3 de op de buitenzijde ervan aangebrachte sputterlaag en door 4 de ringvormige verdikkingen op de beide uiteinden van de trommel 1 tegenover de uiteinden van de electromagneet 5.

Door "sputterlaag" wordt in de context van deze beschrijving en van de uitvinding bedoeld : een laag op de buitenzijde van de sputterkathode, waarvan achteraf het materiaal, waaruit deze laag bestaat, tijdens een totaal afzonderlijke bewerking, door sputteren op een willekeurig substraat, zoals b.v. een glasplaat, onder vorm van een film overgebracht wordt.

De uitvinding is verder niet beperkt

tot een sputterkathode 1 met verdikkingen 4 op zijn uiteinden maar strekt zich ook uit tot een kathode waarvan de laag 3 een nagenoeg uniforme dikte heeft over haar ganse oppervlakte.

Deze trommel is van electrisch geleidend bij voorkeur niet of weinig magnetisch materiaal, zoals roestvrij staal, koper of op basis van titaan.

Een bijzondere en zeer interessante uitvoering volgens de uitvinding is de combinatie van een drager op basis van titaan met een siliciumlaag en wel om volgende reden. Naast de goede mechanische eigenschappen, goede electrische geleiding en niet-magnetische eigenschappen heeft titaan het voordeel een zeer kleine uitzettingscoëfficiënt te hebben, nl. $9,4 \cdot 10^{-6}$. Ter informatie kan genoteerd worden dat voor silicium de uitzettingscoëfficiënt $4 \cdot 10^{-6}$ en voor roestvrij staal $18 \cdot 10^{-6}$ bedraagt. Het is evident dat, gezien de zware thermische belasting tijdens het sputteren, de combinatie titan-silicium zeer grote voordelen heeft, o.a. minder scheurvorming en de mogelijkheid grotere laagdiktes te vormen.

Het gebruikte titaan kan gelijkwelk commercieel beschikbaar produkt zijn. Proeven werden verricht met volgende soorten :

DIN 1746	DIN 1700	Samenstelling			Uitzettings- coëfficiënt
		%Fe	%O	%Pd	
37025	Ti I	0,2	0,10	-	$9,4 \cdot 10^{-6}$
37035	Ti II	0,25	0,20	-	$9,4 \cdot 10^{-6}$
37235	Ti IIPd	0,25	0,12	0,12/0,15	$9,4 \cdot 10^{-6}$

Andere niet magnetische metalen of legeringen, meer bepaald titaanlegeringen met een uitzettingscoëfficiënt kleiner dan $12 \cdot 10^{-6}$ en bijvoorkeur kleiner dan $10 \cdot 10^{-6}$ kunnen eveneens op een voordelige manier toegepast worden.

Vooraf wanneer de trommel bestaat uit koper of een koperlegering wordt bij voorkeur tussen de trommel en de sputterlaag een tussenlaag 6, van tin, van nikkel of van een nikkel-aluminium legering voorzien, ten einde een betere hechting van de sputterlaag 3 op de wand 2 van de trommelvormige kathode 1 te verzekeren. Een dergelijke tussenlaag 6 kan ook nuttig zijn voor roestvrij staal.

Verder kan het volgens de uitvinding, van belang zijn wanneer de trommel uit koper bestaat, deze aan een voorafgaandelijke behandeling te onderwerpen, dit wegens de koperoxide laag die op het oppervlak ervan aanwezig kan zijn.

Deze behandeling kan erin bestaan electrochemisch nikkel of chemisch nikkel op de trommel aan te brengen. Het chemisch vernikkelen kan b.v. geschieden door het zogenoemd "Kanigen process" volgens hetwelk de trommel in een koud bad van een nikkelverbinding gedompeld wordt.

Daarna wordt bij voorkeur een aanhechtingslaag 6 uit Ni-Al aangebracht die b.v. 9% Al bevat. Indien de trommel van roestvrij staal is kan deze aanhechtingslaag 6 rechtstreeks op de trommel aangebracht worden zonder deze voorafgaandelijke behandelingen.

In een volgende stap kan eventueel een zogenoemde dempingslaag voorzien worden. Deze heeft vooral als doel te vermijden dat te belangrijke spanningen zouden ontstaan in de hierboven gedefinieerde sputterlaag 3. Deze dempingslaag kan van verschillende aard zijn. Zo kan deze een bepaalde porositeit, vervormbaarheid en/of rekbaarheid vertonen. Een zinklaag vertoont b.v. de twee laatst genoemde eigenschappen.

Een andere mogelijkheid bestaat erin

een zogenoemde "degradient laag" te voorzien, die uit meerdere opeenvolgende sublagen bestaat met van onder naar boven afnemende uitzettingscoëfficiënt. Meer bepaald kan de onderste sublaag hoofdzakelijk metaal bevatten, terwijl de volgende geleidelijk minder metaal en meer silicium kunnen bevatten.

In een bijzondere uitvoeringsvorm van de uitvinding werd de trommel bespoten met een 50/50 mengsel aluminium/roestvrij staal tot een dikte van nagenoeg 0,3 mm. Het aluminium werd weggeëtsd teneinde een zeer poreuse structuur te verkrijgen, zoals bijvoorbeeld een porositeit van ongeveer 50%, en aldus een compensatie-laag te creëren tussen het silicium en het roestvrij staal.

Bij nog een andere uitvoeringsvorm van de uitvinding werd op de roestvrije stalen laag een vezelmat van roestvrij staal aangebracht. Het betreft hier een op zichzelf bekend produkt waarvan de porositeit nagenoeg 80% bedraagt en meestal als filter gebruikt wordt. Deze mat wordt bij voorkeur gevormd uit aan elkaar gesinterde draden in roestvrij staal. De dikte van de mat bedroeg 0,4 mm, terwijl de diameter van de draden 0,02 mm bedroeg. Deze mat werd rond de trommel geplooid en op haar plaats gehouden door middel van een draad van 0,5 mm diameter. Daarna werd het geheel bespoten met de laag 3. Bij deze bijzondere uitvoeringsvorm werd achteraf het geheel gesinterd bij een temperatuur van 1050°C gedurende 6 uur.

In figuur 2 wordt op een schematisch wijze de structuur geïllustreerd van een bepaalde uitvoeringsvorm van de sputterlaag 3. Deze bestaat uit siliciumkorrels 3a die door een film van een geleidend materiaal 3b omhuld zijn, waardoor een perfecte elektrische geleidbaarheid doorheen deze laag 3 verkregen wordt. Meestal is het niet vereist dat alle

siliciumkorrels 3a omhuld zijn. Verder is het zo dat voor het vormen van deze sputterlaag 3 door vlamspuiten gebruik kan gemaakt worden van een mengsel van al dan niet volledig door een geleidend materiaal omhulde niet geleidende deeltjes en niet omhulde niet geleidende deeltjes. In sommige gevallen kan, in plaats van omhulde deeltjes, gebruik gemaakt worden van niet geleidende deeltjes waarop geleidende deeltjes bevestigd zijn. Door de hoge temperatuur tijdens het vlamspuiten kunnen de geleidende deeltjes dan smelten en een film vormen rond de niet geleidende deeltjes.

Voor het aanbrengen van de laag 3 op de wand 2 van de trommel 1 maakt men bij voorkeur gebruik van de op zichzelf bekende vlamspuittechniek, waarbij men door een electrisch geleidende film omhulde slecht geleidende deeltjes of slecht geleidende deeltjes, die met een geleidend materiaal een aggregaat vormen, projecteert op de electrisch geleidende wand 2 van de trommel 1 tot het vormen van een laag materiaal 3 dat door sputteren op een substraat, zoals vensterglas, aangebracht kan worden.

Op een voordelige manier voert men dit vlamspuiten uit in nagenoeg zuurstofvrij midden, bijvoorbeeld in vacuum, met een plasmagas van argon en waterstof.

Verder voert men dit vlamspuiten bijvoorkeur uit onder een gecontroleerde druk tussen 150 en 1500 millibar.

Zeere goede resultaten werden verkregen door gebruik te maken van door een nikkel film omhulde silicium deeltjes waarvan minstens 80% een korrelgrootte van 10 à 100 micron vertoont en bij voorkeur van 20 tot 75 micron. Een uitgesproken voorkeur gaat uiteraard naar deeltjes die allen binnen bovenvermelde korrelgrootte gelegen zijn.

Ten einde te vermijden dat bij het gebruik van de sputterkathode zich scheurvorming in de sputterlaag 3 zou voordoen behoudt men, volgens de uitvinding, tijdens het aanbrengen van deze laag in de dwarsdoorsnede van de wand en van de laag 3, die men geleidelijk op deze laatste vormt, nagenoeg dezelfde temperatuursgradient als deze waaraan de kathode zal onderworpen worden tijdens het sputteren.

Volgens de uitvinding houdt men hiertoe de binnenzijde van de wand 2 op een constante temperatuur tijdens het vlamspuiten, bijvoorbeeld tussen 60 en 70°C, bij voorkeur bij middel van water.

In figuur 3 wordt schematisch een inrichting voorgesteld die bijzonder geschikt is voor het toepassen van de werkwijze, volgens de uitvinding, voor het bekleden van trommelvormige sputterkathoden met een laag materiaal dat door sputteren op een substraat dient aangebracht te worden.

Deze inrichting bestaat hoofdzakelijk uit een gesloten kamer 7 waarop een vacuumpomp 8 aangesloten is en waarin een wagentje of slede 9 heen en weer verplaatsbaar gemonteerd is tegenover de branderuitlaat 10 van een vlamspuitapparaat 11 dat op de kamer 7 aansluit.

Op dit heen en weer verplaatsbaar wagentje of slede 9 kan de trommelvormige drager 1 voor een sputterkathode draaibaar om haar as gemonteerd worden. Het aandrijven van deze trommelvormige drager 1 om zijn as geschiedt door middel van een aandrijfstang 14 die zich in het verlengde van de as van de trommelvormige drager 1 uitstrekt doorheen een dichting 12 die in een zijwand van de gesloten kamer 7 voorzien is. Op het buiten deze wand uitstekend deel van de stang 14 is een aandrijfmotor 15 eventueel via een reductiekast gemonteerd die dus toelaat de

trommelvormige drager 1 om zijn as te doen draaien. Deze motor 15 is op zijn beurt gemonteerd, op dezelfde manier als het wagentje 9, op een verplaatsbaar onderstel 16, waardoor dus de drager 1, door een rotatie om zijn as, tezelfder tijd een volgens zijn as heen en weergaande beweging kan uitvoeren tijdens het vlamspuiten.

Verder is binnenin de trommelvormige drager 1 een met deze laatste coaxiale cilinder 17 gemonteerd die vast is ten opzichte van het wagentje 9 en dus met de trommelvormige drager 1 niet meedraait om zijn as. Deze cilinder sluit axiaal aan op een toevoerleiding 18 voor water, welke in een voorkeursuitvoeringsvorm door de stang 14 zelf gevormd kan worden en dus, in dit geval, bestaat uit een holle cilindervormige buis. Het aan een uiteinde van deze cilinder 17 aangevoerd water verlaat deze laatste aan zijn tegenoverliggend uiteinde in de trommel om dan langs de binnenzijde van de wand 2 van de trommel te stromen in tegengestelde richting en via een zijdelingse uitlaatopening afgevoerd te worden. Hiertoe wordt de trommel aan zijn twee uiteinden waterdicht afgesloten door twee cirkelvormige schijven 19 en 20 waarmee de trommel 1 dus draaibaar gemonteerd is om zijn as op het wagentje 9. Ter verdere illustratie van de uitvinding worden hierna twee concrete voorbeelden gegeven van de fabricatie van een sputterkathode volgens de uitvinding.

Voorbeeld 1

In dit voorbeeld werd gebruik gemaakt van een cilindervormige buis van roestvrij staal als drager voor een roterende sputterkathode.

In een eerste bewerking werd de buis gezandstraald en nadien bedekt met een laag van een nikkel-aluminium legering 91 % nikkel - 9 % aluminium.

Een volgende stap bestond erin silicium deeltjes, diemet een nikkel film bedekt werden, volgens de techniek van het plasmaspuiten, op de buitenwand van de buisvormige drager aan te brengen. Hierbij werd gebruik gemaakt van deeltjes waarvan de hoeveelheid nikkel ten teopzichte van de hoeveelheid silicium 2,5% bedroeg. Het vlamspuiten werd uitgevoerd in een plasmagas dat bestond uit een mengsel van argon en waterstof in een verhouding van 40% waterstof en 60% argon, terwijl de restatmosfeer uit nagenoeg zuivere stikstof samengesteld was. De druk in de kamer 7 bedroeg ongeveer 1200 milibar.

Gedurende het plasmaspuiten onderging de buisvormige drager 2 een rotatie om zijn as entezelfder tijd een heen- en weergaande beweging volgens zijn as en dit terwijl de binnenzijde ervan bij middel van warm water tot op ongeveer 60°C verwarmd werd, zodanig dat de temperatuur van de buisvormige drager aan de binnenzijde maximaal 70°C bedroeg.

Op het ogenblik dat de dikte van de door vlamspuiten gevormde laag bestaande uit door nikkel omhulde siliciumdeeltjes over het ganse oppervlak van de buitenzijde van de wand 2 ongeveer 4 mm bedroeg, werd het vlamspuiten stopgezet alsook dus de rotatiebeweging van de sputterkathode.

In dezelfde gesloten kamer 7 of eventueel in een andere gesloten kamer werden vervolgens de aldus verkregen sputterkathoden aan een sinterbewerking onderworpen bij een temperatuur van nagenoeg 1050°C, ten einde eventuele inwendige restspanningen in deze laatste op te heffen. Dit werd uitgevoerd onder een beschermgas, m.b. argon.

Voorbeeld 2

In dit tweede voorbeeld werd gebruik gemaakt van een koperen buis als drager voor de

sputterkathode die eerst gezandstraald werd met een korrel van 120 micron en vervolgens chemisch vernikkeld werd tot het verkrijgen van een filmdikte van 10 micron. Vervolgens werd deze nikkellaag opnieuw gezandstraald ditmaal met een korrel van 60. Nadien werd overgegaan tot het vormen van de sputterlaag van met een nikkel film omhulde silicium deeltjes op dezelfde wijze als in voorbeeld 1. In deze uitvoeringsvorm werd geen thermische behandeling toegepast.

De uitvinding is geenszins beperkt tot de hierboven beschreven uitvoeringsvormen en binnen het raam van de uitvinding kunnen meerdere veranderingen overwogen worden, o.m. wat betreft de aard van de materie waaruit de niet of slecht geleidende deeltjes gevormd worden alsook wat betreft de electrisch geleidende materie waarmee de niet of slecht electrisch geleidende deeltjes behandeld werden.

Verder kan deze electrisch geleidende materie, in plaats van in de vorm van een film, als uiterst kleine partikels met de niet geleidende deeltjes materie een intiem aggregaat vormen dat dan bij voorbeeld door vlamspuiten of een andere techniek onder vorm van een hechte en dichte laag op de drager van een sputterkathode aangebracht kan worden.

Belangrijk is eveneens dat de porositeit van deze laag tot het strict minimum herleid wordt.

Algemeen werden goede resultaten verkregen wanneer gebruik gemaakt werd van electrisch slecht geleidende deeltjes die met een electrisch geleidende film omhuld zijn, welke bestaat uit een materiaal met een smeltpunt van dezelfde orde van de grootte als dit van het materiaal waaruit de deeltjes gevormd zijn, terwijl de eventuele tussenlaag bij

- 17 -

voorkeur een smeltpunt heeft dat enigszins lager is dan
dit van de sputterlaag zelf.

CONCLUSIES

1. Sputterkathode (1) met een laag materiaal dat door sputteren op een substraat dient aangebracht te worden, met het kenmerk dat deze laag (3) electrisch slecht geleidende deeltjes (3a) bevat waarvan een bepaalde hoeveelheid door een film (3b) van electrisch geleidend materiaal minstens gedeeltelijk omhuld zijn of met een geleidend materiaal een aggregaat vormen op een zodanige manier dat deze laag (3) een voldoende electrische geleidbaarheid vertoont om door sputteren op genoemd substraat te kunnen aangebracht worden.

2. Sputterkathode volgens conclusie 1, met het kenmerk dat genoemde deeltjes (3a) hoofdzakelijk silicium bevatten.

3. Sputterkathode volgens één van de conclusie 1 of 2, met het kenmerk dat genoemde geleidende film (3b) nikkel of een nikkelverbinding, zoals nikkeloxide, bevat.

4. Sputterkathode volgens één van de conclusies 1 tot 3, met het kenmerk dat minstens 50% van genoemde deeltjes (3a) met genoemde geleidende film (3b) omhuld zijn.

5. Sputterkathode volgens één van de conclusies 1 tot 4, met kenmerk dat minstens 80% van de deeltjes (3a) een korrelgrootte tussen 10 en 100 micron vertonen.

6. Sputterkathode volgens conclusie 6, met het kenmerk dat minstens 80% van de deeltjes (3a) een korrelgrootte tussen 20 en 75 micron vertonen.

7. Sputterkathode volgens één van de conclusies 1 tot 6, met het kenmerk dat de hoeveelheid electrisch geleidend materiaal (3b) 0,1 à 30% van de totale hoeveelheid materiaal van genoemde laag vormt.

8. Sputterkathode volgens één van de conclusies 1 tot 7, met het kenmerk dat genoemde laag (3) een dikte tussen 2 en 8 mm vertoont.

9. Sputterkathode volgens één van de conclusies 1 tot 8, met het kenmerk dat deze met een electromagneet (5) uitgerust is, welke zich bevindt aan de tegenoverliggende zijde van deze waarop genoemde laag (3) voorzien is.

10. Sputterkathode volgens één van de conclusies 1 tot 9, met het kenmerk dat deze gevormd is door een trommel (2) en genoemde laag (3) voorzien is op de cilindervormige wand ervan.

11. Sputterkathode volgens conclusie 10, met het kenmerk dat de dikte van genoemde laag (3) op de trommel (2) enigszins groter is in de nabijheid van de uiteinden van deze laatste dan op de andere plaatsen ervan.

12. Sputterkathode volgens één van de conclusies 1 tot 11, met het kenmerk dat deze een drager (2) van electrisch geleidend materiaal bevat waarop genoemde laag (3) aangebracht is.

13. Sputterkathode volgens conclusie 12, met het kenmerk dat genoemde drager (2) hoofdzakelijk bestaat uit een materiaal met een uitzettingscoëfficiënt kleiner dan $12 \cdot 10^{-6}$ en bijvoorkeur kleiner dan $10 \cdot 10^{-6}$.

14. Sputterkathode volgens conclusie 13, met het kenmerk dat genoemde drager (2) hoofdzakelijk bestaat uit een materiaal op basis van titaan.

15. Sputterkathode volgens één van de conclusies 12 of 13, met het kenmerk dat genoemde laag (3) door middel van een tussenlaag (6) van tin, van nikkel of van een nikkel-aluminium legering op de drager gehecht is.

16. Werkwijze voor het bekleden van een sputterkathode met een laag materiaal dat door sputteren op een substraat dient aangebracht te worden, met het kenmerk dat men, door toepassing van de vlamspuittechniek, door een electrisch geleidende film (3b) minstens gedeeltelijk omhulde slecht geleidende deeltjes (3a) of slecht geleidende deeltjes, die met een geleidend materiaal een aggregaat vormen, projecteert op een electrisch geleidende drager (2) tot het vormen van een laag materiaal (3) dat door sputteren op een substraat aangebracht kan worden.

17. Werkwijze volgens conclusie 16, met het kenmerk dat men gebruik maakt van deeltjes (3a) die omhuld zijn met nikkel volgens de zogenoemde nikkelcarbonylgas methode.

18. Werkwijze volgens één van de conclusies 16 of 17, met het kenmerk dat men gebruik maakt van deeltjes (3a) die hoofdzakelijk uit silicium bestaan.

19. Werkwijze volgens één van de conclusies 16 tot 18, met het kenmerk dat men het vlamspuiten uitvoert in nagenoeg zuurstofvrij midden.

20. Werkwijze volgens conclusie 19, met het kenmerk dat men het vlamspuiten uitvoert met een plasmagas van argon en waterstof in een stikstofrestatmosfeer.

21. Werkwijze volgens conclusie 20, met het kenmerk dat men het vlamspuiten nagenoeg in vacuum uitvoert.

22. Werkwijze volgens één van de conclusies 16 tot 21, met het kenmerk dat men het vlamspuiten uitvoert in een gasatmosfeer met een druk van 150 à 1500 millibar.

23. Werkwijze volgens één van de conclusies 16 tot 22, met het kenmerk dat men gebruik

maakt van deeltjes waarvan minstens 80% een korrelgrootte van 10 à 100 micron hebben.

24. Werkwijze volgens conclusie 23, met het kenmerk dat men gebruik maakt van deeltjes waarvan minstens 80% een korrelgrootte van 20 tot 75 micron vertonen.

25. Werkwijze volgens één van de conclusies 16 tot 24, met het kenmerk dat men gebruik maakt van een koperhoudende drager en men het oppervlak van de drager, waarop genoemde laag dient aangebracht te worden, vernikkelt alvorens genoemde laag aan te brengen.

26. Werkwijze volgens één van de conclusies 16 tot 25, met het kenmerk dat men, tijdens het vlamspuiten, in de dwarsdoorsnede van de drager en in de laag materiaal die geleidelijk op deze laatste aangebracht wordt nagenoeg dezelfde temperatuurgradient behoudt als deze waaraan de drager onderworpen wordt tijdens het sputteren.

27. Werkwijze volgens één van de conclusies 16 tot 26, met het kenmerk dat men gebruik maakt van een drager met een dikte tussen 2mm en 5mm en men de zijde van de drager tegenover het oppervlak van deze laatste, waarop genoemde laag dient aangebracht te worden, op een temperatuur houdt tussen 60 en 70°C tijdens het vlamspuiten.

28. Werkwijze volgens één van de conclusies 26 en 27, met het kenmerk dat men genoemde zijde tijdens het vlamspuiten bij middel van water afkoelt.

29. Werkwijze volgens één van de conclusies 16 tot 28, met het kenmerk dat men als drager een holle trommel gebruikt en men op de cilindervormige buitenwand van deze laatste genoemde laag door vlamspuiten aanbrengt, terwijl terzelfder

tijd de binnenwand ervan afgekoeld wordt.

30. Werkwijze volgens één van de conclusies 16 tot 29, met het kenmerk dat men tussen de drager en genoemde laag een hechtingslaag aanbrengt van een electrisch geleidend materiaal waarvan het smelpunt lager is dan dit van desbetreffende laag, zoals tin, aluminium of een nikkel-aluminium legering.

31. Werkwijze volgens één van de conclusies 16 tot 30, met het kenmerk dat met de sputterkathode aan een thermische nabehandeling onderwerpt onder beschermgas of in vacuum, nadat genoemde laag aangebracht werd.

32. Werkwijze volgens conclusie 31, met het kenmerk dat men genoemde nabehandeling uitvoert bij een temperatuur tussen 400 en 850°C.

33. Werkwijze volgens één van de conclusies 30 tot 32, met het kenmerk dat men de nabehandeling nagenoeg bij de smelttemperatuur van de tussenliggende hechtingslaag uitvoert.

34. Werkwijze volgens één van de conclusies 30 tot 32, met het kenmerk dat men gebruik maakt van deeltjes die met een electrisch geleidende film omhuld zijn, welke bestaat uit een materiaal met een smeltpunt van dezelfde orde van grootte als dit van het materiaal waaruit de deeltjes gevormd zijn.

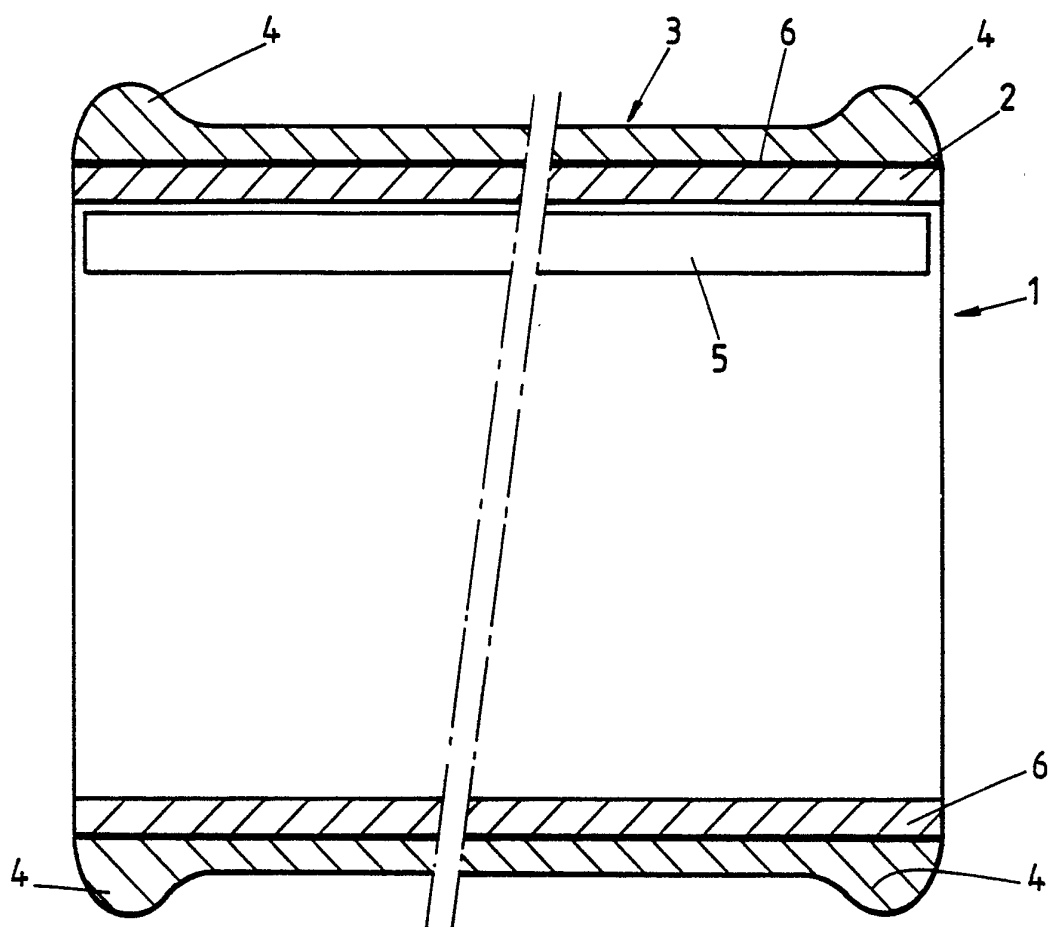
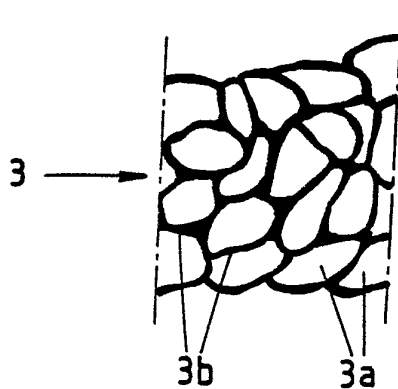
35. Inrichting voor het bekleden van een sputterkathode met een laag materiaal dat door sputteren op een substraat dient aangebracht te worden, met het kenmerk dat deze een gesloten kamer (7) bevat waarin een slede of wagentje (9) heen en weer beweegbaar gemonteerd is tegenover de uitlaat (10) van een vlamspuitapparaat (11) dat op de kamer (7) aansluit, waarbij middelen (14,15,19,20) voorzien zijn om een trommelvormige drager (1) losneembaar en draaibaar om zijn as op dit wagentje of slede te

- 23 -

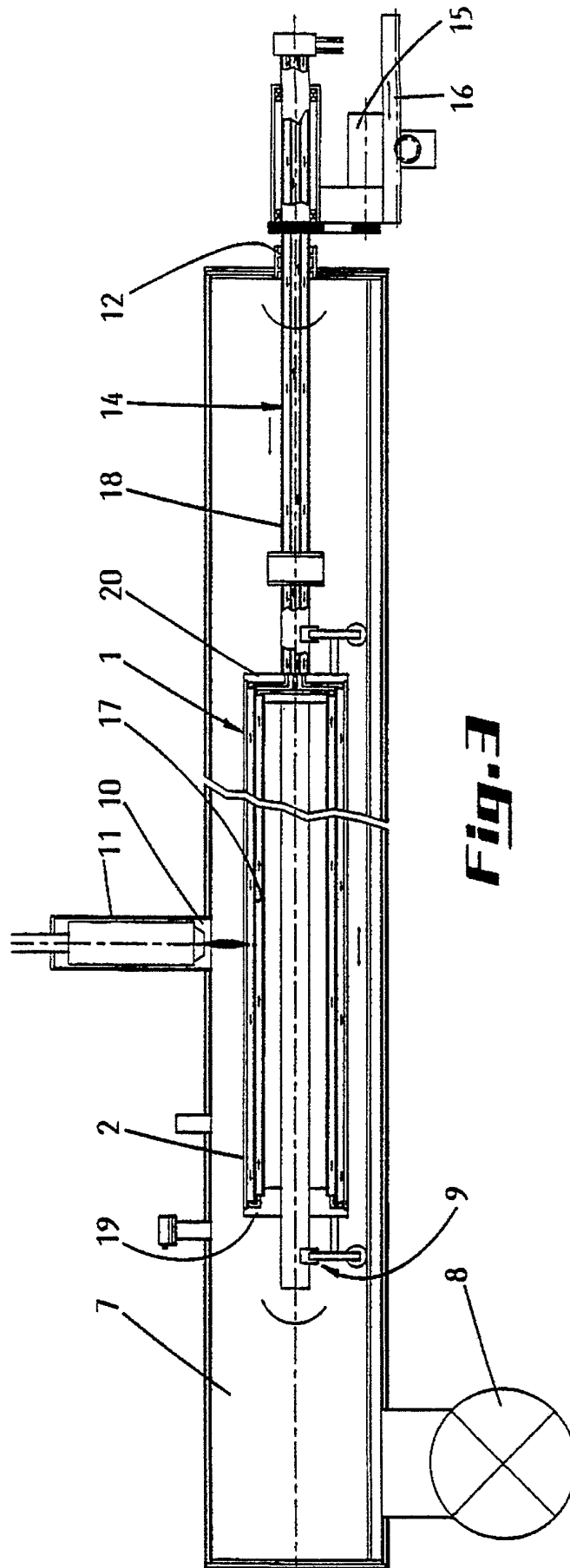
monteren.

36. Inrichting volgens conclusie 35, met het kenmerk dat een cilinder (17) vast op het wagentje of slede (9) bevestigd is waarrond de trommelvormige drager (1) coaxiaal en relatief dicht aansluitend gemonteerd kan worden, welke cilinder (17) aansluit op een toevoerleiding (18) voor een vloeistof die langs de binnenwand van deze cilinder (17) kan stromen.

- 24 -

**Fig.1****Fig.2**

- 25 -

**Fig. 3**

SAMENWERKINGSVERDRAG INZAKE OCTROOIEN

Verslag betreffende het onderzoek van het internationale type
opgesteld krachtens artikel 21 § 9 van de Belgische wet op de
uitvindingsoctrooien van 28 maart 1984

IDENTIFIKATIE VAN DE NATIONALE AANVRAGE		KENMERK VAN DE AANVRAGER OF GEMACHTIGDE	
Belgische nationale aanvraag nr. 9200664		0-1148	
		Datum van indiening 15 juli 1992	
		Ingeroepen voorrangsdatum	
Aanvrager (Naam) EMIEL VANDERSTRAETEN besloten vennootschap met beperkte aansprakelijkheid			
Datum van het verzoek voor een onderzoek van internationaal type 7 september 1992		Door de Instantie voor Internationaal Onderzoek (ISA) aan het verzoek voor een onderzoek van internationaal type toegekend nr. SN 20563 BE	
I. CLASSIFICATIE VAN HET ONDERWERP (bij toepassing van verschillende classificaties, alle classificatiesymbolen opgeven)			
Volgens de internationale octrooi classificatie (CIB) of terzelfdertijd volgens de nationale classificatie en de CIB Int.Cl. ⁵ C 23 C 14/34, H 01 J 37/34			
II. ONDERZOCHETE GEBIEDEN VAN DE TECHNIEK			
Onderzochte minimum documentatie			
Classificatiesysteem	Classificatiesymbolen		
Int.Cl. ⁵	C 23 C, H 01 J		
Onderzochte andere documentatie dan de minimum documentatie voor zover dergelijke documenten in de onderzochte gebieden zijn opgenomen			
III. ☐ MEN IS VAN OORDEEL DAT BEPAALDE CONCLUSIES NIET HET ONDERWERP KONDEN UITMAKEN VAN EEN ONDERZOEK (Opmerkingen op aanvullingsblad)			
IV. ☐ GEBREK AAN EENHEID VAN UITVINDING EN/OF VASTSTELLING BETREFFENDE DE OMVANG VAN HET ONDERZOEK (Opmerkingen op aanvullingsblad)			

V. VAN BELANG ZIJNDE LITERATUUR

° Categorie	Vermelding van literatuur met aanduiding, voor zover nodig, van speciaal van belang zijnde tekstgedeelten of tekeningen.	Van belang voor conclusie(s) Nr.
A	EP,A,0 115 629 (MERCK PATENT GMBH.) 15 Augustus 1984 zie bladzijde 1, regel 8 - bladzijde 3, regel 5 zie bladzijde 4, regel 25 - regel 32 zie bladzijde 6, regel 29 - regel 33 ---	1,16
A	DE,A,4 015 387 (LEYBOLD A.G.) 21 November 1991 zie het gehele document ---	16, 19-21,35
A	US,A,4 209 375 (GATES ET AL.) 24 Juni 1980 zie het gehele document ---	1,12-15
A	EP,A,0 300 995 (MIBA GLEITLAGER A.G.) 25 Januari 1989 zie kolom 6, regel 4 - kolom 7, regel 21; figuren ---	9,10, 12-15, 29,30
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 14, no. 334 (C-742)18 Juli 1990 & JP,A,02 122 072 (TOYOCO CO LTD.) 9 Mei 1990 zie samenvatting ---	1
A	IBM TECHNICAL DISCLOSURE BULLETIN. deel 22, nr. 5, Oktober 1979, NEW YORK US bladzijde 1820 P.S. GROSEWALD ET AL. 'Deposition of silicon and other materials on cathodes by flame spraying.' zie het gehele document -----	1,16

^a Categorie van de vermelde literatuur

A : achtergrond van de stand van de techniek

E : eerdere octrooiaanvragen

L : om andere redenen vermelde literatuur

O : verwijzend naar niet op schrift gestelde stand van de techniek

P : literatuur gepubliceerd tussen voordrags- en indieningsdatum

T : niet tijdig gepubliceerde literatuur over theorie of principe ten grondslag liggend aan de uitvinding

X : op zichzelf van bijzonder belang

Y : van bijzonder belang in samenhang met andere literatuur

& : lid van dezelfde octrooifamilie

VI. VERKLARING

Datum waarop het onderzoek van internationaal type werd voltooid 10 FEBRUARI 1993	Verzenddatum van het rapport van het onderzoek van internationaal type
EUROPEES OCTROOIBUREAU	Ondertekening door de bevoegde ambtenaar SCHAUB G.G.

**AANHANGSEL BEHORENDE BIJ HET RAPPORT BETREFFENDE
NIEUWHEIDSONDERZOEK VAN INTERNATIONAL TYPE,
UITGEVOERD IN OCTROOIAANVRAGE NR.**

BE 9200664
SN 20563

Het aanhangsel bevat een opgave van elders gepubliceerde octrooiaanvragen of octrooien (zogenaamde leden van dezelfde octrooifamilie), die overeenkomen met octrooischriften genoemd in het rapport.

De opgave is samengesteld aan de hand van gegevens uit het computerbestand van het Europees Octrooibureau per
De juistheid en volledigheid van deze opgave wordt noch door het Europees Octrooibureau, noch door de Octrooiraad
gegarandeerd, de gegevens worden verstrekt voor informatiedoeleinden.

10/02/93

In het rapport genoemd octrooigeschrift	Datum van publicatie	Overeenkomend(e) geschrift(en)	Datum van publicatie
EP-A-0115629	15-08-84	DE-A- 3300525	12-07-84
		CA-A- 1222217	26-05-87
		DE-A- 3376986	14-07-88
		JP-A- 59136480	06-08-84
		US-A- 4647548	03-03-87
		US-A- 4690745	01-09-87

DE-A-4015387	21-11-91	Geen	

US-A-4209375	24-06-80	Geen	

EP-A-0300995	25-01-89	AT-B- 389356	27-11-89
		AT-B- 392291	25-02-91
		WO-A- 8901094	09-02-89
		DE-A- 3865571	21-11-91
		EP-A, B 0300993	25-01-89
		JP-A- 1104770	21-04-89
		JP-T- 2500124	18-01-90
		US-A- 4904362	27-02-90
		US-A- 5045405	03-09-91
