

**PCT**WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM
Internationales BüroINTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)**(51) Internationale Patentklassifikation ⁵ :****C23C 14/30, 14/10, 14/54****A1****(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 92/19787****(43) Internationales
Veröffentlichungsdatum:** 12. November 1992 (12.11.92)**(21) Internationales Aktenzeichen:** PCT/EP92/00248**(22) Internationales Anmeldedatum:** 4. Februar 1992 (04.02.92)**(30) Prioritätsdaten:**

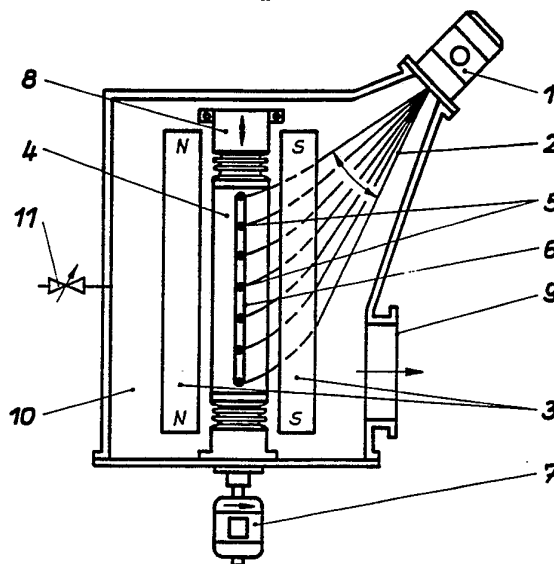
P 41 13 364.1 24. April 1991 (24.04.91) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):
FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR FÖRDERUNG [DE/DE]; Leonrodstraße 54, D-8000 München 19 (DE).**(72) Erfinder; und****(75) Erfinder/Anmelder (nur für US) :** SCHILLER, Siegfried [DE/DE]; Platteite 17, D-8051 Dresden (DE). NEUMANN, Manfred [DE/DE]; Schlottwitzer Straße 5b, D-8021 Dresden (DE). ZEISSIG, Gerhard [DE/DE]; Herbert-Blochwitz-Straße 10, D-8010 Dresden (DE). MORGNER, Henry [DE/DE]; Am Hofegarten 6, D-8017 Dresden (DE).**(74) Anwälte:** KLITZSCH, Gottfried usw. ; Maximilianstraße 58, D-8000 München 22 (DE).**(81) Bestimmungsstaaten:** AT (europäisches Patent), BE (europäisches Patent), CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (europäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), MC (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent), US.**Veröffentlicht***Mit internationalem Recherchenbericht.***(54) Title:** PROCESS AND DEVICE FOR VACUUM EVAPORATING SiO_x COATINGS ON A SUBSTRATE**(54) Bezeichnung:** VERFAHREN UND EINRICHTUNG ZUM AUFDAMPFEN VON SiO_x -SCHICHTEN AUF EIN SUBSTRAT**(57) Abstract**

The invention relates to a process and device for depositing SiO_x coatings on a substrate by the evaporation of SiO_2 using an electron beam linear evaporator with a magnetic trap by guiding the electron beam along a deflection line parallel to the longitudinal axis of the magnetic trap to the material to be evaporated and deflecting it discretely along the deflection line in such a way that a series of evaporation points (5) with a high power density is formed, whereby the magnetic field between the material to be evaporated and the substrate to be coated reaches 50 to 100 G and the product of the distance and the average magnetic flux density between the material to be evaporated and the substrate is at least 15 G x m.

(57) Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Einrichtung zum Abscheiden von SiO_x -Schichten auf ein Substrat durch Verdampfen von SiO_2 unter Verwendung eines Elektronenstrahl-Linienverdampfers mit Magnetfalle, indem der Elektronenstrahl entlang einer Ablenklinie parallel zur Längsachse der Magnetfalle auf dem Verdampfungsgut geführt wird und entlang der Ablenklinie sprunghaft abgelenkt wird, derart, daß eine Reihe von Verdampfungspunkten (5) hoher Leistungsdichte entsteht, wobei das Magnetfeld zwischen dem Verdampfungsgut und dem zu beschichtenden Substrat einen Maximalwert der magnetischen Flußdichte von 50 bis 100 G erreicht und das Produkt aus dem Abstand und der mittleren magnetischen Flußdichte zwischen dem Verdampfungsgut und dem Substrat zumindest 15 G x m beträgt.



LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AT	Österreich	FI	Finnland	MN	Mongolei
AU	Australien	FR	Frankreich	MR	Mauritanien
BB	Barbados	GA	Gabon	MW	Malawi
BE	Belgien	GB	Vereinigtes Königreich	NL	Niederlande
BF	Burkina Faso	GN	Guinea	NO	Norwegen
BG	Bulgarien	GR	Griechenland	PL	Polen
BJ	Benin	HU	Ungarn	RO	Rumänien
BR	Brasilien	IE	Irland	RU	Russische Föderation
CA	Kanada	IT	Italien	SD	Sudan
CF	Zentrale Afrikanische Republik	JP	Japan	SE	Schweden
CG	Kongo	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SN	Senegal
CH	Schweiz	KR	Republik Korea	SU	Soviet Union
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	TD	Tschad
CM	Kamerun	LK	Sri Lanka	TG	Togo
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	US	Vereinigte Staaten von Amerika
DE*	Deutschland	MC	Monaco		
DK	Dänemark	MG	Madagaskar		
ES	Spanien	ML	Mali		

Verfahren und Einrichtung zum Aufdampfen von SiO_x -Schichten auf ein Substrat

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Einrichtung zum Abscheiden von SiO_x -Schichten auf ein Substrat durch Verdampfen von SiO_2 unter Verwendung eines Elektronenstrahl-Linienverdampfers mit Magnetfalle, indem der Elektronenstrahl entlang einer geraden Ablenklinie parallel zur Längsachse der Magnetfalle auf dem Verdampfungsgut geführt wird.

Die Erfindung soll ein großflächiges Abscheiden von SiO_x -Schichten mit hoher Schichtqualität ermöglichen. Derartige Schichten werden beispielsweise als Barrierschichten zur Verringerung der Gas- und Wasserdampfdurchlässigkeit von Verpackungsmitteln als Schutzschichten zur Erhöhung der Abriebfestigkeit und Korrosionsbeständigkeit, als Interferenzschichten zur Veränderung der Reflexionsbzw. Übertragungseigenschaften für Licht- und Wärmestrahlung oder als elektrische Isolierschichten eingesetzt. Die zu beschichtenden Substrate können vorzugsweise metallische oder nichtmetallische Bänder, Platten oder geringgewölbte Formkörper sein.

Es ist bekannt, SiO_x -Schichten mit ausreichender Qualität für die genannten Anwendungen durch reaktive DC-Sputtern von Silizium, durch RF-Sputtern von Siliziumdioxid oder durch plasmagestützte CVD-Abscheidung herzustellen. Die dabei erreichbaren Beschichtungsraten betragen jedoch nur wenige nm/s und reichen damit bei weitem nicht aus, um die für einen breiten Einsatz erforderlichen geringen Beschichtungskosten zu erreichen.

Es ist weiterhin bekannt, SiO_x -Schichten durch teilreaktives Verdampfen von SiO herzustellen. Schichten mit akzeptablen Eigenschaften können auch mit diesen Verfahren nur bei relativ geringen Beschichtungsraten erzeugt werden. Bei höheren Raten erhält man gelb gefärbte Schichten mit geringem Oxidationsgrad ($x = 1,0 \dots 1,5$) und unzureichenden Eigenschaften.

Günstigere Eigenschaften sind erreichbar, wenn SiO_2 anstelle von SiO verdampft wird. Dadurch wird automatisch ein höherer Oxidationsgrad erreicht und es können unter bestimmten Bedingungen Schichten mit besseren optischen, elektrischen und mechanischen Eigenschaften erzeugt werden. Allerdings kann SiO_2 im Gegensatz zu SiO nur mit Hilfe von Elektronenstrahlen effektiv verdampft werden.

Es ist bekannt, durch Verdampfen von SiO_2 aus Elektronenstrahl-Kleinflächenverdampfern mit relativ geringen Bedampfungsraten kleinere Flächen, wie Scheinwerferreflektoren oder optische Linsen, zu bedampfen. Auch größere Flächen, wie wärmestrahlenreflektierendes Architekturglas, können durch Anordnung einer Vielzahl solcher Kleinflächenverdampfer bedampft werden, wobei im Interesse der Schichteigenschaften und der Schichtgleichmäßigkeit ebenfalls nur kleine Beschichtungsraten möglich sind.

Es ist auch bekannt, zur Erzielung höherer Beschichtungsraten SiO_2 mit sogenannten Elektronenstrahl-Linienverdampfern zu verdampfen. (Schiller, S. et al., Possibilities of Silicon Oxide Deposition in Vacuum Web Coating, Proc. 3. Int. Conf. Vac. Web Coating, San Antonio, Texas, Nov. 1989, S. 24-49). Dabei wird ein Elektronenstrahl längs einer geraden Linie

auf der Oberfläche eines rotierenden SiO_2 -Rohres abgelenkt, das sich über die gesamte Breite des zu beschichtenden Substrates erstreckt. Die Beschichtung erfolgt, indem das Substrat senkrecht zur Ablenkrichtung des Elektronenstrahles mit konstanter Geschwindigkeit über das Verdampfungsgut geführt wird. Um eine Aufheizung und elektrostatische Aufladung des Substrates durch rückgestreute Elektronen zu vermeiden, wird zwischen dem Verdampfungsgut und dem zu beschichtenden Substrat eine Magnetfalle angeordnet. Die Magnetfalle besteht aus einem System von Spulen und Polschuhen, die so angeordnet sind, daß sie über dem Verdampfungsgut ein horizontales Magnetfeld erzeugen. In dieses Magnetfeld wird der in einer Elektronenkanone erzeugte und periodisch abgelenkte Elektronenstrahl eingeschossen und auf das Verdampfungsgut gelenkt. Ebenso werden dabei auch die rückgestreuten Elektronen umgelenkt und vom Substrat ferngehalten (DD-PS 237 526 A1). Auf diese Weise wurden auf Kunststofffolien bei relativ hohen Beschichtungsraten farblos-transparente SiO_x -Schichten mit einem Oxidationsgrad $> 1,5$ abgeschieden. Allerdings waren die dabei erreichten Schichteigenschaften immer noch ungünstiger als beim Abscheiden von SiO_x -Schichten mit geringeren Beschichtungsraten. Insbesondere die Barriereigenschaften gegenüber Sauerstoff waren noch unzureichend.

Der Erfindung liegt daher die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Einrichtung zum Aufdampfen von SiO_x mittels eines Elektronenstrahl-Linienverdampfers mit Magnetfalle zu schaffen, mit welchem bei Beschichtungsraten in der Größenordnung von 1000 nm/s Schichteigenschaften erreicht werden, die bisher nur bei Beschichtungsraten in der Größenordnung von wenigen nm/s ermöglicht werden. Insbesondere sollen farblos-transparente SiO_x -Schichten auf Kunststofffolien mit hoher Barrierewirkung gegenüber Gasen

4

und Dämpfen erzeugt werden. Durch die hohen Beschichtungsraten und durch Verwendung eines preisgünstigen Verdampfungsgutes sind minimale Beschichtungskosten zu erzielen, die die Anwendungsmöglichkeiten der umweltfreundlichen SiO_x -Schichten wesentlich erweitern.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe durch Verdampfen von SiO_2 unter Verwendung eines Elektronenstrahl-Linienverdampfers mit Magnetfalle, durch Führung des Elektronenstrahles auf einer geraden, entlang der Längsachse der Magnetfalle verlaufenden Ablenklinie auf dem langgestreckten Verdampfungsgut dadurch gelöst, daß der Elektronenstrahl längs der Ablenklinie sprunghaft abgelenkt wird. Dadurch besteht die Ablenklinie aus einer Reihe von einzelnen Verdampfungspunkten mit extrem hoher Leistungsdichte. Durch diese Veränderung gegenüber der üblichen Betriebsweise von Linienverdampfern wird in der Umgebung der Verdampfungspunkte das verdampfte Material und das vorhandene Gas infolge der hohen Leistungsdichte vermutlich so stark ionisiert, daß damit eine wesentliche Voraussetzung zur Erzielung der gewünschten Schichteigenschaften auch bei hohen Beschichtungsraten geschaffen wird.

—

Ein weiterer, für das Beschichtungsergebnis wesentlicher Verfahrensparameter ist die Stärke des durch die Magnetfalle des Linienverdampfers erzeugten Magnetfeldes.

Das Magnetfeld wird so eingestellt, daß zwischen dem Verdampfungsgut und dem zu beschichteten Substrat die magnetische Flußdichte einen Maximalwert zwischen 50 und 100 G erreicht. Das Produkt aus Abstand und mittlerer magnetischer Flußdichte zwischen Verdampfungsgut und Substrat muß dabei mindestens 15 G x m betragen, um die

5

gewünschte hohe Schichtqualität, bei gleichzeitig hohen Beschichtungsraten im Bereich von 1000 nm/s zu erreichen. Es wurde gefunden, daß vor allem diese über den bisherigen Einsatz einer Magnetfalle hinaus gehenden Bedingungen die Ursache dafür sind, daß die gewünschten Barriereeeigenschaften von ca. $1 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \times \text{d}$ auf $12 \mu\text{m}$ Polyesterfolie erreicht werden.

Während der Verdampfung wird in der Bedampfungskammer ein Totaldruck auf $1 \times 10^{-2} \text{ Pa}$, vorzugsweise von 2 bis $5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$, erzeugt und aufrecht erhalten, wobei vor Beginn der Verdampfung die Bedampfungskammer zunächst auf einen Totaldruck von weniger als $1 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ zu evakuieren ist. Der Totaldruck während der Bedampfung ist durch Abstimmung der Saugleistung der Vakuumpumpen auf die beim Verdampfen durch Dissoziation des SiO_2 freigesetzte Sauerstoffmenge einzustellen. Diese Sauerstoffabgabe beträgt bei einer Verdampfungsrate von 1 g/s ca. $3000 \text{ pa} \times 1/\text{s}$.

Es ist aber auch möglich, bei einer Strahlleistung von mindestens 50 kW durch eine weitere Erhöhung der Verdampfungsrate und der damit verbundenen Sauerstoffabspaltung oder durch zusätzlichen Sauerstoffeinlaß in die Bedampfungskammer einen Totaldruck zwischen 1 und $3 \times 10^{-1} \text{ Pa}$ einzustellen.

Unter diesen Bedingungen und in Verbindung mit den anderen Verfahrensmerkmalen zündet zwischen Verdampfertiegel und Substrat ein Plasma, und es können ebenfalls transparent-farblose Schichten mit den genannten guten Barriereeeigenschaften abgeschieden werden. Dieses Ergebnis überrascht insofern, als der Fachwelt bisher bekannt ist, daß zur Erzielung entsprechender Schichteigenschaften der Druck in der Verdampferkammer etwa $5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ nicht überschreiten darf.

Besonders zweckmäßig ist es, das Verdampfungsgut als rotationssymmetrischen Körper, vorzugsweise als Rohr, einzusetzen und während der Beaufschlagung mit dem Elektronenstrahl um die Symmetrieachse zu drehen. Zusätzlich kann diese Drehbewegung noch mit einer periodischen Axialverschiebung des Körpers bzw. Rohres kombiniert werden, um einen gleichmäßigen Materialabtrag längs der Oberfläche zu erzielen.

Es ist auch möglich, als Verdampfungsgut ebene, vorzugsweise plattenförmige Körper zu verwenden. Dabei wird senkrecht zur Ablenklinie eine periodische Relativbewegung zwischen der Ablenklinie und dem Verdampfungsgut ausgeführt. Das kann sowohl durch periodisches Verschieben der Ablenklinie mit Hilfe elektronenoptischer Mittel als auch durch periodisches Verschieben des Verdampfungsgutes erfolgen. Zusätzlich kann dieser Bewegung noch eine periodische Bewegung des Verdampfungsgutes in Längsrichtung überlagert werden.

Zur Gewährleistung einer hohen Schichtdickengleichmäßigkeit wird die Schichtdickenverteilung der aufgedampften SiO_x -Schicht quer zur Transportrichtung des Substrates während des Beschichtungsprozesses ständig gemessen und durch Einflußnahme auf die Verweilzeit des Elektronenstrahles an den einzelnen Verdampfungspunkten in an sich bekannter Weise nachgeregelt. Dieses Nachregeln kann von Hand oder auch durch automatische Regelkreise erfolgen. Die Messung der Schichtdickenverteilung erfolgt, wie üblich, dadurch, daß in Durchlaufrichtung mehrere Schichtdicken-Meßsonden über die Beschichtungsbreite angeordnet sind.

Das erfindungsgemäße Verfahren sowie die erfindungsgemäße

Vorrichtung haben den Vorteil, daß mit sehr hohen Verdampfungsraten in der Größenordnung von 1000 nm/s Schichten guter Qualität aus SiO_x aufgebracht werden. Beispielsweise wird die Sauerstoffdurchlässigkeit von 12 μm -Polyesterfolien von ca. $100 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \times \text{d}$ auf $1 \text{ cm}^3/\text{m}^2 \times \text{d}$ reduziert. Derartige Werte wurden bisher nur durch plasmagestützte CVD-Abscheidung von SiO_x -Schichten bei wesentlich kleineren Beschichtungsraten erreicht.

Die Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens besteht aus einer Elektronenkanone mit dem zugehörigen Ablensystem für den Elektronenstrahl, die an einen Vakuumrezipienten angeflanscht ist, einem Verdampfungsgut, einer Magnetfalle und einem Transportsystem für die zu beschichtenden Substrate. Erfindungsgemäß sind Halterungen für das Verdampfungsgut vorgesehen, die eine Bewegung des Verdampfungsgutes senkrecht und parallel zur Ablenklinie des Elektronenstrahls während der Verdampfung ermöglichen. Das Verdampfungsmaterial ist vorzugsweise als rotationssymmetrischer Körper ausgebildet, der durch einen Getriebemotor um seine Symmetrieachse drehbar und/oder durch eine Verschiebeeinrichtung in axialer Richtung periodisch verschiebbar ist. Im Interesse einer hohen Materialausnutzung ist es vorteilhaft, als rotationssymmetrischen Verdampfungskörper ein Rohr zu verwenden. Ein Pol der Magnetfalle weist eine Öffnung auf, damit der Elektronenstrahl in das Magnetfeld eingeschossen und auf das Verdampfungsgut umgelenkt werden kann.

Weitere, vorteilhafte Ausgestaltungen des Erfindungsgegenstandes sind in den übrigen Unteransprüchen dargelegt.

An einem Ausführungsbeispiel wird die Erfindung nachstehend näher erläutert. Die zugehörige Zeichnung zeigt eine

Einrichtung zur Durchführung des Verfahrens in der Draufsicht.

Der von einer Elektronenkanone 1 erzeugte Elektronenstrahl 2 wird vom Ablensystem der Elektronenkanone 1 sprunghaft abgelenkt und trifft nach Umlenkung in der Magnetfalle 3 auf die Oberseite eines ca. 1,2 m langen SiO_2 -Rohres 4 als Verdampfungsgut. Der Elektronenstrahl 2 wird sprunghaft so abgelenkt, daß auf dem SiO_2 -Rohr 4 mehrere Auftreffpunkte 5 in definiertem Abstand längs einer Ablenklinie 6 entstehen, die als diskrete Verdampfungspunkte wirken.

Damit an diesen Auftreffpunkten 5 keine Krater entstehen, wird das SiO_2 -Rohr 4 durch einen Getriebemotor 7 in langsame Rotation versetzt und durch eine Verschiebeeinrichtung 8 pro Umdrehung in vorwählbarer Weise axial verschoben, so daß ein gleichmäßiges Abtragen der Oberfläche des SiO_2 -Rohres 4 erfolgt. Der durch die Dissoziation des SiO_2 beim Verdampfen entstehende Sauerstoff und weitere Restgase werden durch den Pumpstutzen 9 abgepumpt. Der Totaldruck und der Sauerstoffpartialdruck in der Verdampfungskammer 10 werden durch Vakuummeßgeräte erfaßt. Für einen zusätzlichen Sauerstoffeinlaß ist ein automatisches Regelventil 11 vorgesehen. Über das SiO_2 -Rohr 4 und die Magnetfalle 3 wird in bekannter Weise das zu bedampfende Substrat, im Beispiel eine Polyesterfolie (nicht gezeichnet), über eine Kühlwalze geführt. Zwischen den beiden Polen der Magnetfalle 3 wird das zur Durchführung des Verfahrens erforderliche Magnetfeld erzeugt. Dieses Magnetfeld besitzt unmittelbar oberhalb des SiO_2 -Rohres die für die Funktion der Magnetfalle 3 erforderliche magnetische Flußdichte von 40 bis 50 G. Etwa in der Mitte zwischen Verdampfungsgut und Substrat wird durch Zusatzpolschuhe das Magnetfeld verstärkt, so daß sich hier eine maximale Flußdichte von

etwa 70 G ergibt. Unmittelbar unterhalb des zu beschichtenden Substrates beträgt die Flußdichte noch etwa 40 G. Bei einem Abstand von 0,35 m zwischen dem SiO_2 -Rohr 4 und dem Substrat ergibt sich damit als Produkt aus dem Abstand und dem Mittelwert der magnetischen Flußdichte in diesem Bereich ein Wert von etwa 20 G x m.

Die Beschichtung einer Polyesterfolie mit einer farblos-transparenten SiO_x -Schicht geringer Sauerstoffdurchlässigkeit bei hoher Beschichtungsrate wird erfindungsgemäß wie folgt ausgeführt.

Die Bedampfungskammer 10 wird zunächst auf etwa 8×10^{-3} Pa evakuiert. Danach wird der Elektronenstrahl 2 bei geschlossener Bedampfungsblende und rotierendem SiO_2 -Rohr 4 nach Sicht auf die Verdampfungspunkte 5 justiert und die Elektronenstrahlleistung auf ca. 60 kW erhöht. Dabei ist eine Verdampfungsrate von etwa 1 g/s zu erwarten, die infolge der Dissoziation des SiO_2 zu einer Gasabgabe von ca. 3000 Pa x l/s zu einem Druckanstieg um ca. 3×10^{-2} Pa führt, wenn die Saugleistung an der Bedampfungskammer 10 ca. 100 000 l/s beträgt. Bei dieser Verdampfungsrate und einer Materialausnutzung von 30% ist eine SiO_x -Schichtdicke von 100 nm bei einer Bandgeschwindigkeit von ca. 1,5 m/s zu erwarten. Deshalb wird nach erfolgter Strahleinstellung der Bandtransport eingeschaltet und nach Erreichen von ca. 1,5 m/s die Bedampfungsblende geöffnet. Aufgrund der Anzeige der nach der Kühlwalze angeordneten Schichtdickenmeßeinrichtung wird die Verweilzeit des Elektronenstrahles 2 an den einzelnen Verdampfungspunkten in der Weise verändert, daß die Schichtdickenverteilung über die Bandbreite ausreichend konstant ist. Falls nun die mittlere Schichtdicke vom gewünschten Wert abweicht, wird die Bandgeschwindigkeit entsprechend verändert. Diese Einstellungen können durch entsprechende Regelkreise automatisiert werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zum Aufdampfen von SiO_x -Schichten auf ein Substrat durch Verdampfen von SiO_2 unter Verwendung eines Elektronenstrahl-Linienverdampfers mit Magnetfalle, indem der Elektronenstrahl entlang einer Ablenklinie parallel zur Längsachse der Magnetfalle auf dem Verdampfungsgut geführt wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Elektronenstrahl (2) entlang der Ablenklinie sprunghaft abgelenkt wird, derart, daß eine Reihe von Verdampfungspunkten (5) hoher Leistungsdichte entsteht, wobei das Magnetfeld der Magnetfalle (3) so eingestellt wird, daß zwischen dem Verdampfungsgut (4) und dem zu beschichtenden Substrat ein Maximalwert der magnetischen Flußdichte von 50 bis 100 G erreicht wird und das Produkt aus dem Abstand und der mittleren magnetischen Flußdichte zwischen dem Verdampfungsgut (4) und dem Substrat zumindest 15 G x m beträgt.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß während der Verdampfung der Totaldruck in der Verdampfungskammer (10) durch Abstimmung der Saugleistung der Vakuumpumpen auf die beim Verdampfen freigesetzte Sauerstoffmenge auf 2 bis 5×10^{-2} Pa eingestellt wird, nachdem vor Beginn der Verdampfung zumindest auf einen Druck von 1×10^{-2} Pa evakuiert wurde.

3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Totaldruck während der Verdampfung durch Abstimmung der Saugleistung der Vakuumpumpen auf die beim Verdampfen freigesetzte Sauerstoffmenge auf 1 bis 3×10^{-1} Pa eingestellt und ein Plasma gezündet wird, indem bei einer Elektronenstrahlleistung von zumindest 50 kW die Verdampfungsrate und, damit verbunden, die Sauerstoffabspaltung erhöht werden.

11

4. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß zur Erhöhung des Totaldruckes auf 1 bis 3×10^{-1} Pa zusätzlich Sauerstoff in die Verdampfungskammer (10) eingelassen wird.

5. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Verdampfungsgut ein rotationssymmetrischer Körper, vorzugsweise ein Rohr (4), eingesetzt wird und dieser während der Beaufschlagung durch den Elektronenstrahl um die Symmetrieachse gedreht wird.

6. Verfahren nach Anspruch 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß der rotationssymmetrische Körper zusätzlich zur Rotation auch axial periodisch bewegt wird.

7. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Verdampfungsgut ein ebener Körper eingesetzt wird und zwischen diesem und der Ablenklinie des Elektronenstrahles während der Beaufschlagung durch den Elektronenstrahl periodisch eine Relativbewegung senkrecht zur Längsausdehnung der Ablenklinie ausgeführt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Verdampfungsgut zusätzlich eine periodische Bewegung in Richtung der Ablenklinie des Elektronenstrahles ausführt.

9. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Schichtdickenverteilung der SiO_x -Schicht über die Beschichtungsbreite des Substrates während des Aufdampfens kontinuierlich kontrolliert gemessen und durch Regelung der Verweilzeit des Elektronenstrahles (2) an den einzelnen

Verdampfungspunkten (5) konstant gehalten wird.

10. Verfahren nach zumindest einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Schichtdickenverteilung der SiO_x -Schicht in Transportrichtung des Substrats während des Aufdampfens kontinuierlich gemessen und durch Regelung der Transportgeschwindigkeit des Substrates konstant gehalten wird.

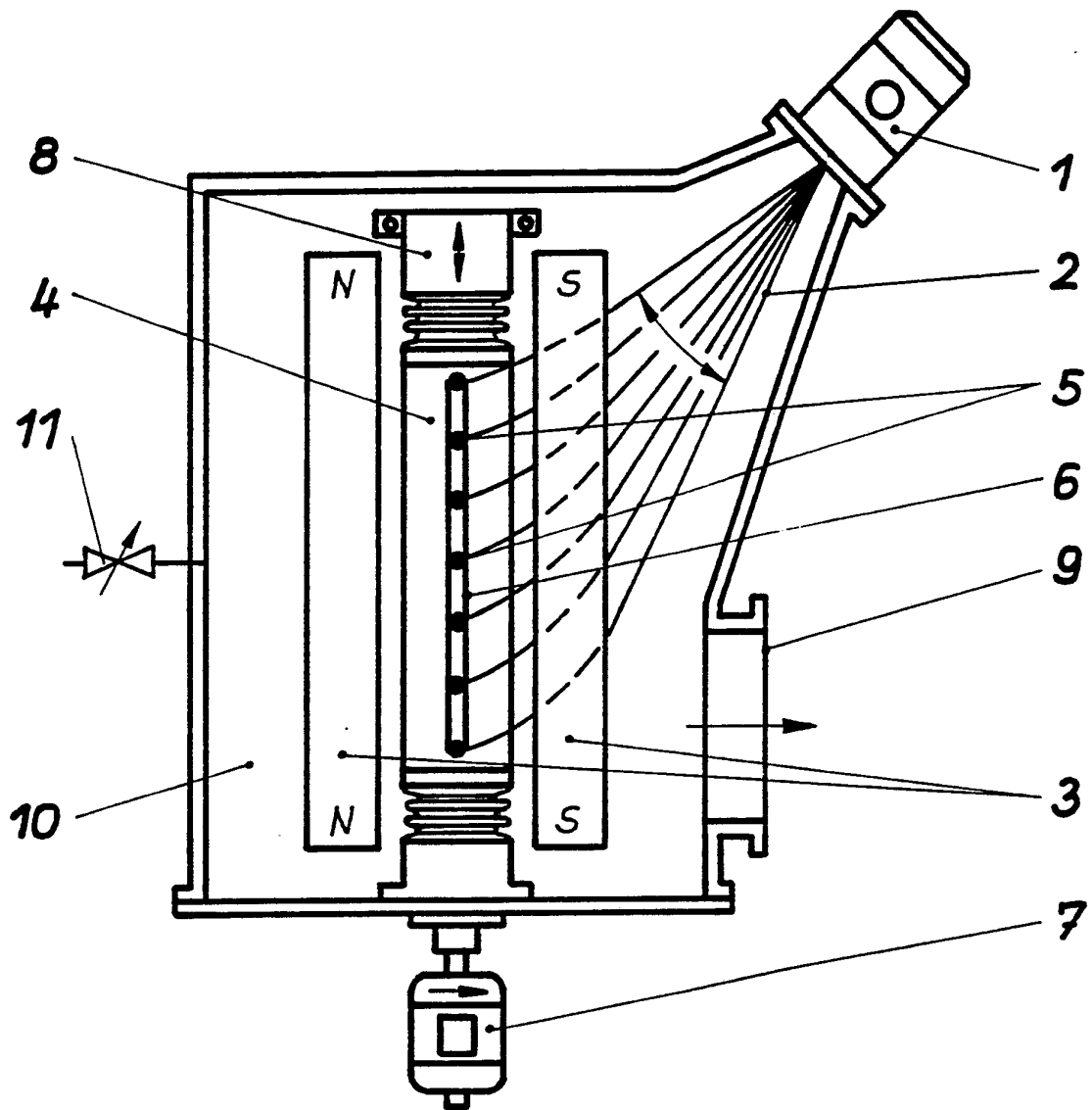
11. Verfahren nach Anspruch 9 und 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine Schichtdickenmeßeinrichtung, eine Steuervorrichtung für die Transportgeschwindigkeit des Substrats und eine Steuereinrichtung für die Verweilzeit des Elektronenstrahles in einem Regelkreis miteinander verbunden sind.

12. Einrichtung zum Aufdampfen von SiO_x -Schichten auf ein Substrat mittels Elektronenstrahl-Linienverdampfer, bestehend aus einer an einem Vakuumrezipienten angeflanschten Elektronenkanone mit Ablensystem, dem Verdampfungsgut, einer Magnetfalle und einem Transportsystem für die Substrate, insbesondere zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß Halterungen für das Verdampfungsgut (4) angeordnet sind, die während der Verdampfung eine Bewegung des Verdampfungsgutes (4) senkrecht und in Richtung der Ablenklinie des Elektronenstrahls (2) ermöglichen.

13. Einrichtung nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Verdampfungsgut ein rotationssymmetrischer Körper (4) ist, der durch einen Getriebemotor (7) um seine Symmetrieachse drehbar und durch eine Verschiebeeinrichtung (8) in axialer Richtung periodisch verschiebbar ist.

14. Einrichtung nach Anspruch 12 oder 13, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Verdampfungsgut ein Rohr (4) ist.

1/1

Fig. 1

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP 92/00248

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁵ C23C14/30; C23C14/10; C23C14/54

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁵ C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	PROC.3. INT. CONF. VAC. WEB COATING, 01 November 1989, SAN ANTONIO, TEXAS, USA pages 24-49; S. SCHILLER ET AL.: "POSSIBILITIES OF SILICON OXIDE DEPOSITION IN VACUUM WEB COATING" cited in the application see page 34, line 18 - page 35, line 39; figure 16	1-14
A	US,A,4960607 (M. NEUMAN ET AL) 02 October 1990 see page 3, line 16 - line 34	1-14
A	DE,A,1621244 (FERNSEH GMBH) 29 April 1971 see claims 1,8	1-14
A	GB,A,1144099 (K.DIETZEL ET AL.) 05 March 1969 see example 1	1-14

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

08 May 1992 (08.05.92)

Date of mailing of the international search report

27 May 1992 (27.05.92)

Name and mailing address of the ISA/

EUROPEAN PATENT OFFICE

Facsimile No.

Authorized officer

Telephone No.

ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.

EP 9200248
SA 55771

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report.
The members are as contained in the European Patent Office EDP file on
The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information. 08/05/92

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US-A-4960607	02-10-90	None	
DE-A-1621244	29-04-71	None	
GB-A-1144099		None	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 92/00248

I. KLASSEFIZIKATION DES ANMELDUNGS-GEGENSTANDS (bei mehreren Klassifikationssymbolen sind alle anzugeben) ⁶		
Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPC		
Int.Kl. 5 C23C14/30; C23C14/10; C23C14/54		
II. RECHERCHIERTE SACHGEBIETE		
Recherchierter Mindestprüfstoff ⁷		
Klassifikationssystem	Klassifikationssymbole	
Int.Kl. 5	C23C	
Recherchierte nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Sachgebiete fallen ⁸		
III. EINSCHLAGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN ⁹		
Art. ⁹	Kennzeichnung der Veröffentlichung ¹¹ , soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblichen Teile ¹²	Betr. Anspruch Nr. ¹³
A	PROC. 3. INT. CONF. VAC. WEB COATING, 1. November 1989, SAN ANTONIO, TEXAS, USA Seiten 24 - 49; S. SCHILLER ET AL.: 'POSSIBILITIES OF SILICON OXIDE DEPOSITION IN VACUUM WEB COATING' in der Anmeldung erwähnt siehe Seite 34, Zeile 18 - Seite 35, Zeile 39; Abbildung 16 ---	1-14
A	US,A,4 960 607 (M. NEUMAN ET AL) 2. Oktober 1990 siehe Seite 3, Zeile 16 - Zeile 34 ---	1-14
A	DE,A,1 621 244 (FERNSEH GMBH) 29. April 1971 siehe Ansprüche 1,8 ---	1-14
A	GB,A,1 144 099 (K. DIETZEL ET AL.) 5. März 1969 siehe Beispiel 1 ---	1-14
<p>¹⁰ Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen:</p> <p>"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist</p> <p>"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)</p> <p>"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht</p> <p>"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist</p> <p>"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist</p> <p>"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als neu oder auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden</p> <p>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist</p> <p>"Z" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist</p>		
IV. BESCHEINIGUNG		
Datum des Abschlusses der internationalen Recherche	Absenddatum des internationalen Recherchenberichts	
2 08. MAI 1992	27. 05. 92	
Internationale Recherchenbehörde	Unterschrift des bevollmächtigten Bediensteten	
EUROPAISCHES PATENTAMT	EKHULT H.U. <i>Ulrich Ekhardt</i>	

ANHANG ZUM INTERNATIONALEN RECHERCHENBERICHT ÜBER DIE INTERNATIONALE PATENTANMELDUNG NR.

EP 9200248
SA 55771

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten internationalen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am 08/05/92
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US-A-4960607	02-10-90	Keine	
DE-A-1621244	29-04-71	Keine	
GB-A-1144099		Keine	

EPO FORM P0473

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82