(19) **Bundesrepublik Deutschland**
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 695 30 758 T3** 2009.12.31

(12) Übersetzung der geänderten europäischen Patentschrift

(97) **EP 0 748 260 B2**
(21) Deutsches Aktenzeichen: **695 30 758.4**
(86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/US95/02762**
(96) Europäisches Aktenzeichen: **95 913 564.1**
(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 1995/023652**
(86) PCT-Anmeldetag: **01.03.1995**
(87) Veröffentlichungstag der PCT-Anmeldung: **08.09.1995**
(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: **18.12.1996**
(97) Veröffentlichungstag der Patenterteilung beim EPA: **14.05.2003**
(97) Veröffentlichungstag des geänderten Patents beim EPA: **28.10.2009**
(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: **31.12.2009**

(51) Int Cl.[8]: ***B05D 3/06*** (2006.01)
B32B 9/00 (2006.01)
B32B 7/04 (2006.01)
C23C 16/50 (2006.01)
C23C 16/48 (2006.01)
C23C 16/30 (2006.01)
C23C 16/02 (2006.01)

Patentschrift wurde im Einspruchsverfahren geändert

(30) Unionspriorität:
205898 **03.03.1994** **US**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LI, LU, MC, NL, PT, SE

(73) Patentinhaber:
Morgan Advanced Ceramics, Inc., Belmont, Calif., US

(74) Vertreter:
Meissner, Bolte & Partner GbR, 80538 München

(72) Erfinder:
KNAPP, Bradley J., Kutztown, US; KIMOCK, Fred M., Macungie, US; PETRMICHL, Rudolph Hugo, Center Valley, US; GALVIN, Norman Donald, Easton, US

(54) Bezeichnung: **IONENSTRAHLVERFAHREN ZUR HERSTELLUNG HOCHABRIEBFESTER BESCHICHTUNGEN**

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

Beschreibung

Gebiet der Erfindung

[0001] Die Erfindung bezieht sich im Wesentlichen auf ein Verfahren zum Aufbringen von Beschichtungen, die ein Trägermaterial vor Verschleiß und Abnutzung schützen. Im speziellen bezieht sich die Erfindung auf ein Verfahren, um Trägermaterialien, wie beispielsweise Kunststoffsonnenbrillengläser, optische Gläser, Strichcode-Scannerfenster und gewerbliche Verschleißteile, vor Kratzern und Verschleiß zu schützen.

Hintergrund der Erfindung

[0002] Nach dem Stand der Technik gibt es eine Vielzahl von Methoden für das Beschichten von Trägermaterialien, um deren Funktionsfähigkeit, beispielsweise die Lebensdauer, die Verschleißfestigkeit und ähnliche Eigenschaften, zu verbessern. Als Beispiel dienen Kunststoffsonnenbrillengläser oder verschreibungspflichtiger Kunststoff-Augenschutz. Da Kunststoff sehr leicht zerkratzt, werden abriebfeste Beschichtungen auf den Oberflächen von Kunststoffgläsern aufgebracht. Diese harten Außenbeschichtungen erhöhen die Nutzungsdauer der Gläser. Um diese Beschichtungen marktfähig zu machen, muss der Auftragungsvorgang dieser harten Beschichtungen preiswert, verlässlich und reproduzierbar sein.

[0003] Kunststoffgläser, die auf dem Markt für optische Gläser verkauft werden, sind meist mit Acryl und Polysiloxan tauchbeschichtet (engl.: dip-coatings) oder schleuderbeschichtet (engl.: sein coatings). Diese Beschichtungen erhöhen signifikant die Abriebfestigkeit der Gläser im Vergleich zu unbeschichteten Gläsern. Dies ist besonders bei Polycarbonat der Fall, das sehr verschleißempfindlich ist. Wie auch immer, eine verbesserte Verschleißfestigkeit von beschichteten Gläsern ist immer noch ein großes Problem der Optik-Gläser-Industrie. Das Ziel der Industrie ist es, Kunststoffgläser zu gewinnen, die dieselbe Verschleißfestigkeit wie Glasgläser aufweisen. Derzeitige kommerzielle Kunststoffgläser haben eine Verschleißfestigkeitscharakteristik, die, verglichen mit Glas, geringer ist. Deshalb muss man beim Kauf von optischen Gläsern zwischen Glas, das sehr verschleißfest aber schwerer, oder Kunststoff, der leichter aber weniger verschleißfest ist, entscheiden.

[0004] Für Kunststoffträgermaterialien, einschließlich optischer Gläser, wurden andere Beschichtungen vorgeschlagen. Die meisten dieser Beschichtungen sind sogenannte „Plasmapolymere", die größtenteils durch die Herstellung von Plasma aus Siloxan Precursor-Gasen produziert werden. Die Trägermaterialien werden dem Plasma ausgesetzt, aber nicht vorgepolt (engl.: biased), um energetischen Ionenbeschuß zu verursachen. Die Eigenschaft dieser Plasmapolymere ist oft nur marginal besser als die der Polysiloxan- und Acrylschleuder- und – tauchbeschichtungen und kommen nicht an die Eigenschaften von Glas heran. Diese Schichten sind oft sehr weich und nicht für Schutzbeschichtungen, außer auf sehr weichen Trägermaterialien, geeignet.

[0005] Andere Beschichtungsverfahren wurden vorgeschlagen, in denen energetischer Ionenbeschuß verursacht wurde, indem die Trägermaterialien auf der angeschlossenen Elektrode in einem Hochfrequenz-(HF bzw. RF)Plasmasystem montiert und die Proben dem Plasma ausgesetzt wurden, wobei eine negative Vorspannung auf der Oberfläche des Trägermaterials gebildet wurde. Die resultierenden Beschichtungen sind oft strapazierfester als die „Plasmapolymere". Allerdings sind diese Plasmasysteme weder einfach auf den Durchsatz auszuweiten, wie er für eine Massenproduktion benötigt wird, noch sind sie einfach in einem reproduzierbaren, kontrollierbaren Rahmen einer Produktionsumgebung zu betreiben. Ein Nachteil des HF-Plasmaverfahrens ist außerdem, dass der Beschichtungsvorgang und die Eigenschaften der resultierenden Beschichtung davon abhängen, ob das Substrat, das beschichtet werden soll, ein elektrischer Leiter oder Isolator ist. Darüber hinaus, falls das Trägermaterial ein Isolator ist, beeinflusst die Dicke des Trägermaterials stark die Energetik des Auftragungsvorgangs und die Eigenschaften der resultierenden Beschichtung. Das bedeutet, dass es für die Herstellung von Beschichtungen auf nicht leitenden Trägermaterialien mit unterschiedlicher Größe und Form, beispielsweise Kunststoffgläser, notwendig sein kann, verschiedene Beschichtungsverfahren für jede Art von Trägermaterial zu verwenden. Dies reduziert die Flexibilität des Verfahrens für die Verwendung in der Serienfertigung. Darüber hinaus sind Systeme mit Großflächenelektroden (engl.: large area electrodes) weitgehend nicht erhältlich. Beispielsweise sind Parallelplatten HF-Ablagerungssysteme, die große Elektroden aufweisen, d. h. mindestens 1 m im Durchmesser, kommerziell kaum erhältlich.

[0006] Die folgenden Verweise bezeichnen Beschichtungsverfahren aus dem Stand der Technik, bei welchen Plasmen in direktem Kontakt mit der Oberfläche des Trägermaterials verwendet werden:
Rzad et. al., U.S. Patent Nr. 5,156,882, beschreiben eine Methode, um einen transparenten Kunststoffgegenstand so aufzubereiten, dass er eine verbesserte Schutzschicht hat. Die Schutzschicht wird durch ein PECVD-Verfahren (engl.: Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) aufgetragen.

[0007] Balian et. al., U.S. Patent Nr. 5,206,060, beschreiben ein Verfahren und eine Vorrichtung für das Auftragen dünner Schichten auf ein Trägermaterial unter Verwendung von PCVD-Technik. Das Träger-

material muss leitfähig sein und wird im PCVD-Verfahren als Elektrode verwendet.

[0008] Reed et. al., U.S. Patent Nr. 5,051,308, beschreiben ein verschleißfestes Erzeugnis und ein Verfahren zu dessen Herstellung. Das Erzeugnis beinhaltet ein Kunststoffträgermaterial und eine durch ein PECVD-Verfahren aufgebrachte abgestufte Beschichtung (engl.: gradational coating)

[0009] Devins et al., U.S. Patent Nr. 4,842,941, beschreiben ebenfalls ein verschleißfestes Erzeugnis und eine Methode zur Herstellung desselben. Das Erzeugnis beinhaltet ein Polycarbonatträgermaterial, eine Grenzflächenbeschichtung aus einer haftenden harzartigen Zusammensetzung auf dem Trägermaterial und eine strapazierfähige Schicht, aufgebracht auf dem Grenzflächenfilm durch PECVD.

[0010] Brochot et. al., U.S. Patent Nr. 5,093,153, beschreiben ein beschichtetes Objekt, bestehend aus einem Glasträgermaterial, das durch ein PECVD-Verfahren mit einer organomineralischen Schicht überzogen wurde.

[0011] Kubacki, U.S. Patent Nr. 4,096,315, beschreibt einen Niedrigtemperaturplasma-Polymerisationsprozess für das Beschichten eines optischen Kunststoffträgersubstrates mit einem einzigen Beschichtungsfilm, um die Lebensdauer des Kunststoffes zu verbessern.

[0012] Enke et. al., U.S. Patent Nr. 4,762,730, beschreiben ein PECVD-Verfahren für das Herstellen einer transparenten Schutzbeschichtung auf der Oberfläche eines optischen Kunststoffträgermaterials.

[0013] Alle Plasma-Beschichtungsmethoden nach dem Stand der Technik für das Aufbringen von strapazier- und verschleißfesten Beschichtungen weisen den einen oder mehrere der folgenden Defizite und Mängel auf.

(1) Problem der Vorreinigung des Trägermaterials vor dem Beschichten;
(2) Haftung der schützenden, verschleißfesten Beschichtung;
(3) Durchlässigkeit der Beschichtungen für Wasserdampf und Sauerstoff;
(4) Herstellung von kohärenten, dichten Beschichtungen;
(5) Überwachung der Beschichtungseigenschaften während des Beschichtens und chargenabhängige Veränderungen der Beschichtungseigenschaften;
(6) Überwachung der Beschichtungsdicke und Reproduzierbarkeit der Dicke;
(7) Steuerung einer Stück für Stück und Charge für Charge gleichbleibender Beschichtung;
(8) Schwierigkeiten bei der Beschichtung von Trägermaterialien mit komplexer Geometrie oder Aufbau; und
(9) Fabrikationsreife und die Fähigkeit, das Beschichtungsverfahren auf Massenproduktion auszuweiten.

[0014] Diese Mängel werden bei folgendem Überblick über die zwei bevorzugten Methoden nach dem Stand der Technik für das Aufbringen von verschleißfesten Beschichtungen auf optischen Kunststoffträgermaterialien hervorgehoben: Plasmapolymerisation und vorgepolte HF-Plasmaablagerung (engl.: biased RF plasma deposition).

[0015] Das erste Problem, das bei beiden Methoden auftritt, ist das Problem der Vorreinigung des Trägermaterials vor dem Aufbringen der Haftschicht oder der strapazierfähigen Schicht. Typischweise werden Substrate in Inertgas oder durch Glimmentladung (Plasma) vor dem Beschichten vorgereinigt. Diese Vorreinigungstechnik hat den Nachteil der niedrigen Reinigungsleistung und der Wiederverschmutzung des Trägermaterials durch weggeätzte Verunreinigungen, die sich wieder auf dem Trägermaterial absetzen.

[0016] Eines der Schlüsselerfordernisse für Schutzbeschichtungen auf verschiedensten Substraten ist es, einschließlich bei der Optik, eine Schutzschicht gegen Feuchtigkeit, Sauerstoff und andere Umweltteilchen zur Verfügung zu stellen. Dies erfordert die Ausbildung einer Beschichtungsstruktur mit optimaler atomarer Packdichte. Diese atomare Packdichte wird durch starken Ionenbeschuss während des Filmwachstums vergrößert, was allerdings nicht leicht zu erreichen ist, oder durch die Plasmapolymerisationsmethoden nach dem Stand der Technik verbessert.

[0017] Bezüglich der Steuerung der Beschichtungseigenschaften innerhalb eines einzelnen Beschichtungsvorgangs und von Charge zu Charge ist es bekannt, dass diese Steuerung bei der Plasmaablagerungsmethode schwer ist. Beim Beschichten von elektrisch leitenden Trägermaterialien mit nicht leitenden Beschichtungen durch die gepolte RF-Plasmatechnik, ist es bekannt, dass bei einer Vergrößerung der Beschichtungsdicke eine schrittweise Verringerung der Oberflächenpolung (engl.: surface bias) auf dem wachsenden Film stattfinden wird; siehe Meyerson et al., U.S. Patent Nr. 4,647,494, Spalte 6, Zeile 67 bis Spalte 7, Zeile 3. Diese Verringerung resultiert in einer Veränderung der Eigenschaften der aufgebrachten Beschichtung, mit Bezug auf Härte, Spannung und Wasserstoffkonzentration.

[0018] Da die Größe und die Form des einzelnen Teils, das beschichtet werden soll, und seine Befestigungsmethode die Plasmauniformität und die Plasmadichte beeinflussen, ist es bei der Verwendung der

Plasmaablagerungsmethode nach dem Stand der Technik schwierig, eine gleichmäßige Beschichtungsdicke bei mehreren beschichteten Teilen eines einzelnen Beschichtungsvorgangs vorherzusagen und zu steuern.

[0019] Während die Plasmaablagerungsmethoden hohe Beschichtungsraten ermöglichen, ist es bei diesen Verfahren schwierig, die Beschichtungsraten, die Beschichtungsdicke und die Beschichtungsuniformität über große Flächen hinweg reproduzierbar zu steuern. Aufgrund der gegenseitigen Abhängigkeit der Verarbeitungsparameter, wie beispielsweise Druck, Gasflussrate, Energie und Trägermaterialvorspannung, ist die genaue Steuerung der Beschichtungsdicke schwierig. Daher ist es sehr kompliziert, Beschichtungsfilme mit einer Dicke geringer als 0,1 µm und mit einer Dickenabweichung zwischen den einzelnen Durchgängen von weniger als ca. 10% herzustellen. Beim Aufbringen von optischen Beschichtungen, besonders bei solchen, welche die Verwendung von mehreren dünnen Schichten mit unterschiedlichen Brechungsindizes, wie beispielsweise Antireflexionsbeschichtungen, erfordern, ist dies ein signifikanter Nachteil der Plasmaablagerungstechnik nach dem Stand der Technik.

[0020] Schließlich ist es aufgrund der Anfälligkeit des Plasmaablagerungsverfahrens in bezug auf die Trägersubstratgeometrie oft unmöglich, Proben mit komplexer Geometrie oder Struktur zu beschichten. Beispiele für eine komplexe Geometrie beinhalten optische Gläser mit einer hohen Korrekturkraft, deren Rand in einer Vielzahl von Formen bearbeitet sein kann, industrielle Gießformen, die dafür verwendet werden, Kunststoffteile herzustellen und andere industrielle Maschinenteile, einschließlich Spindeln, Zahnräder und Lager. In der Industrie geht die Tendenz dahin, viele dieser industriellen Maschinenteile aus nicht leitenden Kunststoffen oder Keramiken herzustellen. Diese elektrisch nicht leitenden industriellen Maschinenteile sind durch Plasmaablagerungsverfahren nur schwer gleichmäßig zu beschichten.

[0021] Die oben genannten Schwierigkeiten machen die Verwendung der Plasmaablagerungsverfahren nach dem Stand der Technik in der Tat für die Massenproduktion von schützenden, verschleißfesten Beschichtungen bei einer Vielzahl von Substraten sehr problematisch. Es ist klar, dass ein verbessertes Verfahren für die flexible, reproduzierbare und qualitativ hochwertige Massenproduktion von verschleißfesten Beschichtungen seit langem gesucht wurde.

[0022] Das Ionenstrahl-Ätzen und Beschichten vieler Materialien ist aus dem Stand der Technik bekannt. Beispielsweise wird das Ionenätzen üblicherweise in der Halbleiterherstellung verwendet. Ionenstrahlsysteme sind typischerweise regulierbarer als HF-Plasmasysteme, weil die Ablagerungs- und Ätzvorgangsparameter, beispielsweise das Plasmapotential, die Substratvorpolung (engl.: substrate bias), der Plasmastrom, der Gasfluss und der Kammerdruck nicht so stark gekoppelt sind, wie es beim HF-Plasmaverfahren der Fall ist. Dies resultiert in einem breiteren Verfahrensfenster und einer besseren Steuerung der Ionenstrahlverarbeitung, im Vergleich zur Plasmaverarbeitung. Darüber hinaus sind Ionenstrahlablagerungsanlagen erhältlich, die dafür geeignet sind, mehr als 0,645 m^2 (1000 Quadratinches) eines Trägermaterials pro Charge zu bearbeiten. Man ist der Meinung, dass HF-Anlagen, die an diese Größenordnung herankommen, kommerziell nicht erhältlich sind. Die Kombination aus einer höheren Kontrollierbarkeit der Ionenstrahlverarbeitung und der Fähigkeit, sie auf große Flächen auszuweiten, führt zu einem Verfahren, das leichter zur Produktion herangezogen werden kann und stabiler ist. Dagegen ist ein großer Nachteil des Ionenstrahl-Ablagerungsverfahrens nach dem Stand der Technik, beispielsweise beim Aufbringen von DLC-Schichten, die relativ geringe Ablagerungsrate, die zu langen Produktionszeiten bei dicken Beschichtungen und daher zu hohen Herstellungskosten führt.

[0023] In einem Artikel in „Clinical Materials", Vol. 12, Seiten 237–244 (1993) beschreibt G. Dearnaley ein Verfahren, bei dem Niedrigdampfdruckmaterialien (engl.: low vapor Pressure materials) auf der Oberfläche des Produkts, das beschichtet werden soll, kondensiert werden und gleichzeitig durch einen Hochenergiestickstoffionenstrahl beschossen werden. In diesem Fall ist die nötige Ionenenergie größer als 10 kV. Diese hohen Voltzahlen sind schwer zu kontrollieren und stellen in einer Produktionsumgebung ein Problem dar. Darüber hinaus sind die Beschichtungen, welche durch dieses Verfahren hergestellt sind, undurchsichtig und für Produkte, bei denen ein transparent beschichtetes Erzeugnis nötig ist, nicht verwendbar.

[0024] Kimock et. al., U.S. Patente Nr. 5,135,808; 5,190,807; 5,268,217, offenbaren direkte Ionenstrahlablagerungsverfahren unter Verwendung von Kohlenwasserstoffgas oder Kohlenstoffdampf für die Herstellung von gegen abrasiven Verschleiß widerstandsfähigen Erzeugnissen, welche Trägermaterialien mit einer harten Außenbeschichtung beinhalten, die im wesentlichen aus optisch transparentem diamantähnlichem Kohlenstoff (DLC) besteht, nützlich für kommerzielle Erzeugnisse wie optische Gläser, Sonnenbrillengläser und Strichcodescanner-Fenster.

Umriss der Erfindung

[0025] Die Erfindung stellt ein Herstellungsverfahren für schützende, verschleißfeste Beschichtungen auf der Oberfläche eines Trägermaterials zur Verfügung, wobei dieses Verfahren in Anspruch 1 angegeben ist.

[0026] Dieses Verfahren ist besonders nützlich für das Aufbringen einer verschleißfesten Beschichtung auf die Oberfläche eines optischen Kunststoffträgermaterials, wie beispielsweise optische Linsen.

[0027] Bei dem Verfahren nach vorliegender Erfindung wird das Trägermaterial zuerst chemisch gereinigt, um unerwünschte Stoffe und andere Verunreinigungen zu entfernen. In einem zweiten Schritt wird das Trägermaterial in eine Vakuumkammer gegeben, die Luft in dieser Kammer wird evakuiert und die Oberfläche des Trägermaterials wird durch einen Strahl energetischer Ionen sputter-geätzt, um das Entfernen von Restverunreinigungen, wie beispielsweise übrig gebliebene Kohlenwasserstoffe und Oberflächenoxide, zu unterstützen und die Oberfläche zu aktivieren. Nachdem die Trägermaterialoberfläche sputter-geätzt wurde, wird unter Verwendung eines gewählten Precursor-Gases per Sauerstoff-Ionenstrahlablagerung eine schützende, verschleißfeste Beschichtung aufgebracht. Die Ionenstrahl-abgelagerte Beschichtung kann eine oder mehrere Schichten enthalten. Sobald die gewählte Dicke der Beschichtung erreicht ist, wird der Beschichtungsvorgang auf dem Substrat beendet, wird der Druck der Vakuumkammer auf atmosphärischen Druck erhöht und werden die beschichteten Trägermaterialien, die eine verbesserte Verschleißfestigkeit aufweisen, aus der Vakuumkammer entfernt.

[0028] Die vorliegende Erfindung stellt amorphe, konforme, schützende und verschleißfeste Beschichtungen zur Verfügung, die eine Kombination von Elementen beinhalten, welche aus der Gruppe ausgewählt sind, welche C, Si, H, O und N enthält. Im speziellen, sind die Beschichtungen der vorliegenden Erfindung aus wenigstens einer der folgenden Kombinationen von Elementen gewählt: Si und C; Si, C und H; Si und N; Si, N und H; Si und O; Si, O und H; Si, O und N; Si, O, N und H; Si, C und N; Si, C, H und N; Si, C und O; Si, C, H und O; Si, C, O und N; und Si, C, H, O und N.

[0029] Das Verfahren für das Aufbringen dieser Beschichtungen verwendet eine Ionenstrahlquelle, die mit Precursor-Gasen operiert, die mindestens eine der folgenden Kombinationen von Elementen aus der Gruppe bestehend aus Si und C; Si, C und H; Si und N; Si, N und H; Si und O; Si, O und H; Si, O und N; Si, O, N und H; Si, C und N; Si, C, H und N; Si, C und O; Si, C, H und O; Si, C, O und N; und Si, C, H, O und N enthält. Das Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung ist besonders gut geeignet für das Herstellen von optisch transparenten Beschichtungen mit einer genau bestimmten Härte, Spannung und chemischen Zusammensetzung. Diese Eigenschaften machen die Beschichtungen gemäß der vorliegenden Erfindung ideal für Kunststoffträgermaterialien, wie beispielsweise Sonnengläser oder optische Gläser. Beschichtungen, die glasähnliche oder quarzähnliche Eigenschaften aufweisen, können durch das vorliegende Verfahren hergestellt werden. Ebenso können durch dieses Verfahren Beschichtungen, deren Eigenschaften denen von Siliciumcarbid, Siliciumnitrid ähneln und mit Wasserstoff und Sauerstoff angelagerte (engl.: hydrogenated and oxygenated) Formen dieser Materialien hergestellt werden.

[0030] Darüber hinaus können diamantähnliche Kohlenstoffbeschichtungen (engl.: diamondlike carbon coatings) durch das Verfahren der vorliegenden Erfindung hergestellt werden. Der Begriff „diamantähnlicher Kohlenstoff" bedeutet, dass amorphe Materialien enthalten sind, die aus Kohlenstoff und Wasserstoff zusammengesetzt sind, deren Eigenschaften denen von Diamant ähnlich sind, diese aber nicht kopieren. Einige dieser Eigenschaften sind die hohe Härte (HV = 1.000 bis 5.000 kg/mm^2), geringer Reibungskoeffizient (ungefähr 0,1), Transparenz über den größten Teil des elektromagnetischen Spektrums und chemische Inertanz. Wenigstens einige der Kohlenstoffatome in DLC sind in chemischen Strukturen, die denen von Diamant ähnlich sind, verbunden, allerdings ohne weitreichende kristalline Struktur. Diese DLC-Materialien können bis zu 50 Atomprozent an Wasserstoff enthalten. Die DLC Beschichtungen, hergestellt durch die vorliegende Erfindung, sind hart, reaktionsträge und glatt, und sind ideal für die Verwendung in optischen als auch in vielen nicht optischen Anwendungen.

Kurze Beschreibung der Zeichnung

[0031] Weitere Merkmale und Vorteile offenbaren sich in der folgenden und genaueren Beschreibung der bevorzugten Ausführungsformen der Erfindung, wie in der beiliegenden Zeichnung gezeigt:

[0032] Fig. 1 zeigt eine grafische Darstellung einer veranschaulichten Ionenstrahl-Auftragungsvorrichtung, welche verwendet wird, um beschichtete Trägermaterialien gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen.

Genaue Beschreibung der Erfindung

[0033] Das Verfahren der vorliegenden Erfindung reduziert bzw. beseitigt im wesentlichen die Nachteile und Mängel in Zusammenhang mit den Techniken aus dem Stand der Technik, durch die Bereitstellung:

(1) für das Auftragen von hoch abriebfesten Beschichtungen auf eine Vielzahl von Trägermaterialien, einschließlich Metalle, Keramiken, Gläser und Kunststoffe;

(2) für das Auftragen von optisch hochtransparenten, hochabriebfesten Beschichtungen auf optisch transparenten Kunststoffträgermaterialien, beispielsweise Linsen.

(3) für das Auftragen von hochabriebfesten Beschichtungen, unabhängig von der elektrischen

Leitfähigkeit und der Dicke des Trägermaterials;
(4) für das Aufbringen einer abriebfesten Schutzbeschichtung auf die Oberfläche des Trägermaterials, wobei die Schichtdicke und die Gleichmäßigkeit der Beschichtung bis zu einem hohen Maß an Genauigkeit reproduzierbar überwacht ist;
(5) für das Auftragen einer abriebfesten Beschichtung, das in höchstem Maße wiederholbar und zuverlässig ist;
(6) ein Verfahren, das leicht auf große Bereiche skalierbar ist und in bezug auf eine Massenproduktion einen hohen Durchsatz aufweist;
(7) ein Verfahren, bei welchem das Trägermaterial nicht auf ein bestimmtes Material oder eine Geometrie. beschränkt ist; und
(8) für den Schutz eines Trägermaterials vor Abnutzung, Verschleiß und Korrosionsschädigung während normalem oder heftigem Gebrauch und für die signifikante Verlängerung der Lebensdauer des Trägermaterials.

[0034] Unvorhergesehenerweise wurde herausgefunden, dass das Ionenstrahlablagerungsverfahren für die Herstellung von Beschichtungen gemäß der vorliegenden Erfindung bemerkenswerte Eigenschaften bei einer Vielzahl von Trägersubstraten, vorzugsweise optischen Weichkunststoffen, hervorbringt. Das bemerkenswerte Leistungsverhalten, verglichen mit Verfahren aus dem Stand der Technik, ist das Ergebnis einer Kombination der im folgenden genannten entscheidenden Eigenschaften und Merkmale. Das Verfahren der vorliegenden Erfindung ist dazu in der Lage:

(1) Beseitigen der Probleme des Erzielens einer atomar sauberen Oberfläche durch Ionenätzen bzw. Sputter-Ätzen des Trägermaterials unter Verwendung eines Ionenstrahls mit kontrollierter Form, Strom und Energie. Die „Form" des Ionenstrahls wird durch die Fokussierung des Strahls mit elektrostatischen oder magnetischen Feldern gesteuert. Auf diese Weise kann der Strahl effizient an das Trägermaterial abgegeben werden, das dadurch unter höchster Ausnutzung veredelt wird. Es wurde herausgefunden, dass die Steuerung des Ionenstrahlstroms und der Strahlenergie standardisiert bis auf 1% genau erzielt wurde, was in einer stark wiederholbaren und prognostizierbaren Abtragungsrate der verschmutzten Oberflächenschicht resultiert. Darüber hinaus wird das Ionenstrahl-Sputter-Ätzverfahren unter strengen Vakuumbedingungen durchgeführt, so dass Oxidation oder Verunreinigung der Oberfläche durch verbleibende Gase im Beschichtungssystem vernachlässigbar sind. Schließlich kann die Vorrichtungsgeometrie auf einfache Weise derart gestaltet sein, dass die geätzten Verunreinigungen sich auf den Wänden der Vakuumkammer absetzen und sich nicht wieder auf der Oberfläche des Teils, der Sputter-geätzt wurde, absetzen.
(2) Herstellen eines vorzüglichen Haftungsvermögens der durch Ionenstrahlablagerung hergestellten Schutzschichten durch die Erzeugung einer atomar sauberen Oberfläche vor dem Auftragen der Beschichtung. Bei den meisten Anwendungsfällen enthält die aufgetragene Schutzschicht Silizium. Bei den Anwendungsfällen, bei denen die oberste Schicht kein Silizium enthält, kann das Haftungsvermögen durch die Verwendung von siliziumhaltigen, haftungsfördernden Zwischenschichten zwischen der oberen Beschichtung, beispielsweise einer DLC-Beschichtung, und dem Trägermaterial verbessert werden. Auf jeden Fall wird die Ionenstrahlablagerungsschicht vorzugsweise sofort nach der Fertigstellung des Ionenstrahl-Sputter-Ätzens aufgebracht, um eine größtmögliche Haftung auf dem Substrat zu erzielen. Das Aufbringen der Schutzschicht(en), sofort nach der Beendigung des Ionenstrahl-Sputter-Ätzschrittes, minimiert die Möglichkeit von Wiederverschmutzung der Sputter-geätzten Oberfläche durch Gasrückstände oder Verschmutzungen in der Vakuumkammer. Die siliziumhaltigen Schichten beinhalten eine Vielzahl von amorphen Materialien, wie beispielsweise Siliziumoxid, Siliziumnitrid, Siliziumoxynitrid, Siliziumkarbid, Siliziumoxykarbid, Siliziumcarbonitrid, das sogenannte Silizium-dotierte DLC, sowie Mischungen und chemische Kombinationen derselben. Jede der siliziumhaltigen Zwischenschichten kann auch Wasserstoff enthalten.
(3) Das Steuern und Minimieren einer übermäßigen Druckspannung auf den abgelagerten Beschichtungen durch das Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung, ermöglicht das Auftragen von äußerst haftenden Beschichtungen.
(4) Herstellung von hochdichten Ionenstrahlschutzbeschichtungen. Das macht die Beschichtungen zu vorzüglichen Wasserdampf- und Sauerstoffsperren. Die hohe Dichte der Ionenstrahlablagerungsbeschichtungen ist vermutlich auf das hohe Maß an Ionenbeschuß während des Filmwachstums, verglichen mit den Verfahren aus dem Stand der Technik, zurückzuführen.
(5) Herstellung einer Beschichtung, in der die Eigenschaften sich nicht mit der Dicke ändern, wie es bei dem HF-Plasmabeschichtungsverfahren aus dem Stand der Technik vorkommt. Diese Eigenschaft wird dadurch erreicht, dass das Ablagern der Beschichtung durch einen ladungsfreien Ionenstrahl durchgeführt wird. Die Ladungsfreiheit des Ionenstrahlablagerungsprozesses erlaubt darüber hinaus die Beschichtung von Teilen mit komplizierter Geometrie, ohne dass dabei der Herstellungsprozess beeinflusst wird. Teile von unterschiedlicher Geometrie können in einem einzigen Beschichtungsvorgang ohne nachteiligen Effekt auf die Ablagerungsbedingungen beschichtet werden. Beispielsweise können Linsen verschiedener Größe und Form einfach mit demselben Beschichtungsmaterial im selben Ablauf be-

schichtet werden. Das einfache Befestigen der Trägermaterialien für das Beschichten ist einer der bedeutendsten technischen Vorteile und ein besonderes Merkmal der vorliegenden Erfindung.
(6) Beschichten aller Teile eines Trägermaterials, die sowohl elektrisch leitende als auch elektrisch isolierende Materialien enthalten, mit derselben qualitativ hochwertigen Beschichtung. Im Falle von Plasmaablagerungsverfahren, können DLC-Beschichtungen mit verschiedenen Eigenschaften an verschiedenen Bereichen desselben Trägermaterials abgelagert werden, abhängig davon ob der Bereich, der beschichtet wird, ein elektrischer Leiter oder ein elektrischer Isolator ist und abhängig von den elektrischen Verbindungen zwischen dem Trägermaterial und der Vakuumkammer. Die Leitfähigkeit des Trägermaterials hat keinen Einfluss auf die Güte der Ionenstrahlablagerungsbeschichtung gemäß der vorliegenden Erfindung, was in scharfem Kontrast zu den Plasmabeschichtungsverfahren aus dem Stand der Technik steht.
(7) Erreichen minimaler Unterschiede zwischen den einzelnen Chargen bezüglich der Güte der Beschichtungen. Das kommt daher, da die Herstellungsparameter, wie beispielsweise die Ionenenergie, Ionenstromdichte, Gasdurchsatzrate und der Druck in der Ablagerungskammer, bei dem Ionenstrahlablagerungsverfahren gemäß der vorliegenden Erfindung weitgehend voneinander entkoppelt sind und weil jeder dieser Herstellungsparameter genau geregelt und bis zu einem hohem Maß an Sicherheit reproduzierbar ist, meistens bis hin zu einer Genauigkeit von 1%. Darüber hinaus ist die Beschichtungsdicke bei dem Herstellungsende leicht zu definieren und zu reproduzieren.
(8) Herstellung einer von Bauteil zu Bauteil gleichen Dicke, wobei beispielsweise leicht eine Abweichung von weniger als 2% erreicht werden kann. Dies ist möglich, da das Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung mit kommerziell erhältlichen Trägermaterial-Befestigungen, die eine Bewegung mit einschließen, d. h. Rotation und/oder Planetenbewegung, kompatibel ist.
(9) Einfaches Ausweiten bis hin zur Massenproduktion, da große Ionenstrahlquellen kommerziell erhältlich sind. Beispielsweise wurden kommerziell erhältliche 38 cm Ionenstrahlquellen dazu verwendet, um DLC-Beschichtungen auf 4 Werkstückträgern mit je einem Durchmesser von 457 mm (18 Inch), bei einer Dickenabweichung über alle Platten von weniger als +/–2%, aufzubringen. Ähnlich Ionenstrahlquellen können verwendet werden, um den Herstellungsvorgang gemäß der vorliegenden Erfindung durchzuführen. Plasmaablagerungssysteme für das Aufbringen von abriebfesten Beschichtungen sind derzeit in dieser Größe nicht kommerziell erhältlich.

[0035] Die Vorrichtung zum Durchführen der ersten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist in Fig. 1 schematisiert dargestellt. Der Beschichtungsvorgang wird innerhalb einer Hochvakuumkammer **1** ausgeführt, die nach dem Stand der Technik hergestellt wurde. Die Vakuumkammer **1** wird bis in einen Hoch-Vakuum Bereich evakuiert, indem man zuerst mit einer Grobvakuumpumpe (nicht gezeigt) und dann mit einer Hochvakuumpumpe **2** pumpt. Die Pumpe **2** kann eine Diffusionspumpe, eine Turbomolekularpumpe, eine Kryogenpumpe („Kryopumpe") oder eine der anderen aus dem Stand der Technik bekannten Vakuumpumpen sein. Die Verwendung einer Diffusionspumpe mit einer kryogen-gekühlten Spule für das Pumpen von Wasserdampf ist eine bevorzugte Hochvakuumpumpenanordnung für die vorliegende Erfindung. Die Verwendung von Kryopumpen mit Kohlenstoffabsorptionsmitteln ist etwas weniger vorteilhaft als die Verwendung anderer Hochvakuumpumpen, weil solche Kryopumpen bei Wasserstoff einen geringen Pumpendurchsatz aufweisen, der durch die Ionenstrahlquelle, verwendet im Verfahren nach der vorliegenden Erfindung, produziert wird. Der geringe Förderdurchsatz in Bezug auf Wasserstoff führt dazu, dass das Adsorptionsmittel der Kryopumpen häufig erneuert werden muss.

[0036] Es ist selbstverständlich, dass der Herstellungsvorgang nach vorliegender Erfindung in einem Chargenvakuumablagerungssystem ausgeführt werden kann, in welchem die Hauptvakuumkammer nach Veredelung einer jeden Charge evakuiert und atmosphärisch belüftet wird; einem Schleusenablagerungssystem (engl.: load-locked deposition system), in welchem die Hauptvakuumablagerungskammer die ganze Zeit unter Vakuum gehalten wird, die Chargen, die beschichtet werden sollen, sich aber durch eine Vakuumluftschleuse in und aus der Beschichtungszone bewegen; oder in einer in-line Vakuumablagerungskammer, in welcher die Teile konstant von atmosphärischen, durch verschiedene Druckstufen in die Ablagerungskammer und zurück über die verschiedenen Druckstufenzonen wandern, bis sie wieder unter atmosphärischem Druck ankommen.

[0037] Trägermaterialien, die beschichtet werden sollen, werden auf dem Materialhalter **3** montiert, der eventuell ein Kippen, eine einfache Rotation, eine Planetenbewegung oder eine Kombination derselben ermöglichen kann. Für die Beschichtung von Linsen können gewölbte planetare Trägermaterialhalterungen verwendet werden. Der Trägermaterialhalter kann vertikal oder horizontal oder in jedem Winkel dazwischen ausgerichtet sein. Die vertikale Ausrichtung ist bevorzugt, um die teilweise Verschmutzung des Trägermaterials zu minimieren, aber wenn spezielle Vorkehrungen wie Niedrigturbulenzvakuumpumpen oder die sorgsame Wartung der Kammer getroffen werden, kann das Trägermaterial in horizontaler Position montiert und durch die Schwerkraft an seiner

Stelle gehalten werden. Das horizontale Befestigen ist in Bezug auf das Verarbeiten von kleinen Trägermaterialien, die nicht leicht an einer Stelle eingespannt werden können, vorteilhaft. Diese horizontale Anordnung kann auf einfache Weise durch die Rotation der Zeichnung in Fig. 1 um 90° dargestellt werden.

[0038] Vor dem Ablagern werden die Trägermaterialien mit einem energetischen Ionenstrahl, generiert durch die Ionenstrahlquelle **4**, Ionenstrahl-Sputter-geätzt. Die Ionenstrahlquelle **4** kann jede aus dem Stand der Technik bekannte Ionenquelle sein, einschließlich die Kaufmansche Gleichstromentladungs-Ionenquellen, Hochfrequenz- oder Mikrowellenfrequenz-Plasmaentladungs-Ionenquellen, Mikrowellen-elektronische Zyklotronresonanz-Ionenquellen, wobei jede eine, zwei oder drei Gitter aufweist oder gitterlose Ionenquellen, wie beispielsweise der Hall-Beschleuniger oder die End-Hall-Ionenquelle nach dem US-Patent Nr. 4,862,032. Die Ionenstrahlquelle ist durch das Einbringen von Elektronen in den Strahl mit Hilfe eines Neutralisators (nicht gezeigt), der ein thermionischer Heizfaden, eine Plasmabrücke, Hohlkathode oder ein anderer aus dem Stand der Technik bekannter Typ sein kann, spannungsneutralisiert.

[0039] Die Ionenquelle **4** ist mit Einlässen **5** und **6** für das Einbringen von Gasen direkt in die Ionenquellen-Plasmakammer versehen. Der Einlass **5** wird für das Einbringen von Inertgasen, beispielsweise Argon, Krypton und Xenon, für das Sputter-Ätzen verwendet. Darüber hinaus kann während des Vorgangs des Sputter-Ätzens, Sauerstoff über den Einlass **6** zugegeben werden und eigenständig oder gemischt mit einem Inertgas verwendet werden, um ein chemisch unterstütztes Sputter-Ätzen zu ermöglichen, beispielsweise bei Kunststoffträgermaterialien. Während des Beschichtungsaufbringens können die reaktiven Gase mit einem Inertgas gemischt werden, um die Eigenschaften der resultierenden Beschichtung zu verändern und um die Konstanz der Ionenquellen zu verbessern. Die reaktiven Gase werden von der Ionenquelle-Plasmakammer entfernt und durch den Einlass **7** in den Ionenstrahl eingebracht. Der Einlass **7** kann mehrere Löcher für das Einbringen von reaktiven Gasen haben oder kann ein „Gasverteilungsring" sein. Schließlich können die reaktiven Gase für das Abscheiden, beispielsweise Sauerstoff und Ammoniak, am oder nahe beim Substrat durch den Einlass **8** oder in den Kammerhintergrund durch den Einlass **9** eingebracht werden. Die reaktiven Gase, eingebracht durch den Einlass **8**, verändern die Eigenschaften der Beschichtung durch chemische Reaktion auf der Oberfläche der Beschichtung beim Abscheiden.

[0040] Darüber hinaus können verschiedene Ionenquellen **4** verwendet und simultan betrieben werden, um die Abscheidungsrate und den Durchsatz der Beschichtungsmaschine zu verbessern. Der Betrieb der Ionenquellen kann zeitlich aufeinander abgestimmt werden, für den Fall, dass von jeder Ionenquelle verschiedene Beschichtungsmaterialien abgeschieden werden. Wie im Patent U.S. 4,490,229 beschrieben, kann eine weitere Ionenquelle (nicht gezeigt) verwendet werden, die das Trägermaterial während des Beschichtungsauftragens ebenfalls beschießt, um die Filmeigenschaften zu modifizieren.

[0041] Gemäß des Verfahrens der vorliegenden Erfindung wird das Trägermaterial erst chemisch gereinigt, um Verschmutzungen aus dem Trägermaterialherstellungs- und Bearbeitungsprozess, beispielsweise Kohlenwasserstoffverbindungen und andere Verunreinigungen, zu entfernen. Das Ultraschallreinigen in Lösungsmitteln oder anderen aus dem Stand der Technik bekannten Reinigungsmitteln ist dabei sehr effektiv. Die Einzelheiten des Reinigungsprozesses sind abhängig von der Art der Verschmutzung und der Rückstände, die auf dem Teil nach der Herstellung und anschließendem Bearbeiten verbleiben. Es hat sich gezeigt, dass es bei diesem chemischen Reinigungsschritt entscheidend ist, die Verunreinigungen und Rückstände der Oberfläche zu beseitigen, da ansonsten das resultierende Haftungsvermögen der Beschichtung sehr schlecht sein wird.

[0042] In einem zweiten Schritt des Verfahrens, wird das Trägermaterial in eine Vakuumkammer eingebracht, und die Kammer evakuiert. Typischerweise wird die Vakuumkammer bis zu einem Druck von 1,33 mPa (1×10^{-5} Torr) oder weniger evakuiert, um die Beseitigung von Wasserdampf oder anderen Verunreinigungen des Vakuumssystems sicherzustellen. Jedoch muss der erforderliche Vakuumgrad, der vor einer Initiierung des nächsten Schrittes erreicht werden muss, experimentell bestimmt werden. Der exakte Vakuumgrad ist abhängig von der Art des Trägermaterials, der Sputter-Ätzrate, der vorhandenen Bestandteile an Gasrückständen in der Vakuumkammer und den Eigenheiten des Beschichtungsvorganges. Es ist nicht wünschenswert, bis zu einem niedrigeren Druck als nötig zu evakuieren, da das den Vorgang verlangsamt und den Durchsatz des Beschichtungssystems verringert.

[0043] In einem dritten Schritt des Verfahrens wird die Oberfläche des Trägermaterials mit einem Strahl energiereicher Ionen eines Ionenstrahls beschossen, um die Beseitigung von Verunreinigungsrückständen, beispielsweise Wasserstoffrückstände, Oxidbeläge und andere Verunreinigungen, zu unterstützen, die im ersten Schritt nicht beseitigt worden sind, und um die Oberfläche zu aktivieren. Mit dem Begriff „Ionenstrahl" ist ein Strahl von Ionen gemeint, gebildet von einem Plasma, das vom Trägermaterial entfernt liegt. Die Ionen können aus dem Plasma durch eine Vielzahl von Techniken extrahiert werden, die folgen-

de Verfahren beinhalten aber nicht auf sie beschränkt sind: Verwendung von elektrostatischen Gittern, die derart vorgepolt (engl.: biased) sind, so dass sie die Extraktion von positiven Ionen unterstützen, beispielsweise eine Kaufmansche Ionenquelle, oder magnetische Felder, die mit elektrostatischen Feldern gekoppelt sind, beispielsweise End-Hall-Ionenquellen oder Hall-Beschleuniger. Nach der Extraktion werden die Ionen aufgrund des Potentialunterschiedes zwischen der Ionenquelle (Plasma) und den Proben, der typischerweise auf oder nahe Erdpotential liegt, von der Ionenquelle in Richtung des Trägermaterials gerichtet. Der Ionenstrahl ist typischerweise durch Elektronen, die er von einer Vielzahl von möglichen Quellen, beispielsweise einem Glühdraht (engl.: thermionic hot filament), einem Plasmabrücken-Neutralisator oder einer Hohlkathode, gewinnt, ladungsneutralisiert. Die Ladungsneutralisation des Ionenstrahls erlaubt die Verarbeitung von einem elektrisch nicht leitenden Trägermaterial in einer sehr beständigen Art und Weise, da das Potential des Trägermaterials aufrechterhalten wird. Die typischen Drücke in der Ablagerungszone um das Trägermaterial der vorliegenden Erfindung liegen im Bereich von 0,13 bis 666,5 mPa (10^{-6} bis 5×10^{-3} Torr), so dass Ionengaskollisionen (engl.: iongas collisions) minimiert werden können, und gleichzeitig der hochenergetische Ionenbeschuss der Oberfläche beibehalten werden kann, was für die Bildung von dichten, harten Beschichtungen wichtig ist. Dieses Sputter-Atzen der Oberfläche des Trägermaterials ist nötig, um ein hohes Haftungsvermögen zwischen der Oberfläche des Trägermaterials und dem/den Beschichtungsfilm(en) zu erreichen. Das Sputter-Ätzen kann mit Inertgas, beispielsweise Argon, Krypton und Xenon, ausgeführt werden. Darüber hinaus können Wasserstoff oder Sauerstoff dem Ionenstrahl zugefügt werden, um bei der Aktivierung der Oberfläche zu helfen. Das Sputter-Ätz-Quellgas kann auf eine Vielzahl von unterschiedlichen Wegen eingebracht werden, u. a. direktes Einbringen in die Plasmakammer des Ionenstrahls, Einbringen in der Nähe des Ionenstrahls aber nicht direkt in den Ionenstrahl, beispielsweise durch den Einlass **7**, oder das Einbringen an einer Stelle, die von der Quelle entfernt liegt, wie beispielsweise der Gaseinlass **9** im Hintergrund der Vakuumkammer. Typischerweise ist die Ionenstrahlenergie größer als 20 eV, um einen wirkungsvollen und schnellen Ionensputter-Ätzvorgang zu erreichen. Es können Ionenenergien bis zu 2000 eV verwendet werden, allerdings ist bei Ionenstrahlenergien geringer als 500 eV die Beschädigung des Trägermaterials auf atomarer Ebene am geringsten.

[0044] Sofort nach dem Sputter-Ätzen der Oberfläche des Trägermaterials wird ein Beschichtungsfilm auf das Trägermaterial durch einen Ionenstrahl, der zwei oder mehr der Elemente C, Si, H, O, N oder Untergruppen dieser Elemente enthält, abgelagert. Dieser Ionenstrahl wird dadurch gebildet, indem Precursor-Gase, bestehend aus zwei oder mehr Elementen der Gruppe C, Si, H, O, N oder Untergruppen dieser Elemente, vom Ionenquellenplasma entfernt, einbringt. Diese Precursor-Gase können mit anderen Inertgasen, beispielsweise Argon, vermischt sein. Die Precursor-Gase werden im Ionenstrahl selber einer „Aktivierung" unterzogen. „Aktivierung" beinhaltet beispielsweise einfache Elektronenanregung, Ionisation, chemische Reaktion mit anderen Arten, Ionen und Neutralteilchen, die elektronisch angeregt sein können, und Zerlegung in einfache ionische oder neutrale Arten, die elektronisch angeregt sein können. Ionen werden vom entfernt liegenden Plasma extrahiert, um einen Ionenstrahl zu erzeugen, der durch die Zugabe von Elektronen spannungsneutralisiert ist. Einige dieser aktivierten Precursor-Arten schlagen sich dann auf der Oberfläche des Substrates nieder, das beschichtet werden soll. Die Ionen treffen die Oberfläche mit einer Energie im Bereich von 20 bis 300 eV. Die Ionenaufprallenergie hängt ab von dem elektrischen Feld zwischen dem Entstehungspunkt des Ions und der Probe und dem Energieverlust in Folge von Kollisionen, die zwischen dem Ion und anderen Ionen oder neutralen Teilen, vor dem Aufprallen des Ions auf das Trägermaterial, auftreten. Die Neutralteilchen werden die Oberfläche mit unterschiedlicher Energie treffen, die im Bereich von thermischen bis einigen hundert eV liegt, abhängig vom Ursprungspunkt des Neutralteilchens. Dieser hochenergetische Ablagerungsprozess produziert hochgradig haftende, sehr dichte und harte Beschichtungen auf der Oberfläche des Trägermaterials. Die Dichte, Härte und andere Eigenschaften der Beschichtung hängen alle stark von der Energetik des Ablagerungsprozesses sowie vom verwendeten Precursor-Gas ab.

[0045] Das Folgende beschreibt einige unterschiedliche Ausführungsformen einer Ionenstrahl abgelagerten, abriebfesten Beschichtung. Im einfachsten Fall werden die Bedingungen des Ablagerungsprozesses während des Beschichtungsvorgangs nicht geändert, was zu einer Einfachbeschichtung (engl.: single layer coating) führt. Die Dicke dieses Films kann im Bereich zwischen 5 nm und 100 µm betragen, abhängig vom Grad des Abriebschutzes, der bei der Anwendung nötig ist. Generell liefern dickere Beschichtungen eine größere Strapazier- und Verschleißfestigkeit.

[0046] Im zweiten Fall ist es wünschenswert, viele Beschichtungen auf einem Trägermaterial zur Verfügung zu stellen. Ein Beispiel hierfür ist eine optische Linse aus Kunststoff mit einer entspiegelten Beschichtung. Dafür wird zuerst eine dicke, transparente Beschichtung abgelagert, um eine Verschleißfestigkeit zu gewährleisten. Unter Verwendung des Verfahrens gemäß der vorliegenden Erfindung, werden Materialien mit unterschiedlichen Brechungseigenschaften einfach durch die Variation der Ablage-

rungsbedingungen, wie beispielsweise der Zusammensetzung des Precursor-Gases oder der Ionenstrahlenergie, hergestellt. Durch das Abwechseln von Schichten mit einer bestimmten Dicke und einem ausreichend verschiedenen Brechungsindex auf der Oberfläche der dicken Schicht, wird eine entspiegelte Beschichtung hergestellt. Der Bereich von geeigneten Schichtdicken und Brechungseigenschaften ist aus dem Stand der Technik bekannt. Auf diese Weise wird ein hoch verschleißfestes, entspiegeltes Kunststoffglas hergestellt. Unter Verwendung der gleichen Beschichtungsart mit unterschiedlichen Indices, kann man unter Verwendung der Techniken, die aus dem Stand der Technik bekannt sind, spezielle reflektierende Farben, beispielsweise Viertelwellen-Stapel (engl.: quarter-wave stacks), entwerfen.

[0047] Der dritte Fall ist anwendbar in Situationen, in denen die harte, verschleißfeste oder reibungsarme Schicht schlecht am Trägermaterial haftet. In diesem Fall ist es wünschenswert, eine erste Haftverstärkerschicht oder Zwischenschicht zu verwenden. Solch eine Schicht kann verschiedene Precursor-Gase oder verschiedene Ablagerungskonditionen nutzen, um die chemische Verbindung der verschleißfesten oder reibungsarmen Schicht auf dem Trägersubstrat zu verbessern oder um die Filmspannung zu verringern, um das Haftungsvermögen des Trägermaterials zu verbessern. Deshalb muss die erste Schicht gut auf dem Trägermaterial haften und anschließend die verschleißfeste Schicht gut auf der ersten Schicht haften. Für diesen Fall wird typischerweise eine dünne (weniger als 1 μm) Haftvermittlungsschicht und darauf eine dicke (2 bis 100 μm) verschleißfeste Außenschicht verwendet.

[0048] Es gibt andere Fälle, in denen eine dicke, verschleißfeste Schicht gut auf einem Trägermaterial haftet, es aber in der ein oder anderen Eigenschaft, beispielsweise der Reibungsarmut, mangelt, so dass eine oder mehrere zusätzliche Deckbeschichtungen nötig sind. Ein Beispiel dieser Situation ist bei Kimock et al., US Patent Nr. 5,268,217, für gläserne strapazierfähig beschichtete Strichcode-Scanner-Fenster, abgehandelt. Für dieses Produkt wird ein dickes, hartes, Siliziumoxynitrid-Beschichtungsmaterial verwendet, das unter den meisten Bedingungen verschleißfest ist. Falls ein Stück Glas über die Siliziumoxynitrid-Beschichtung gerieben wird, bleibt in Folge der hohen Reibung zwischen Glas und Siliziumoxynitrid ein Glasabrieb auf der Oberfläche der Beschichtung zurück. Wenn eine dünne Schicht von reibungsarmem DLC oder einem anderen reibungsarmen Material über dem Siliziumoxynitrid abgelagert wird, hinterlässt das Reiben mit Glas auf der Oberfläche keinen Abrieb. Die vorliegende Erfindung kann dazu verwendet werden, eine Haftschicht, eine dicke widerstandsfähige Schicht, beispielsweise ein Siliziumoxynitrid, und die reibungsarme DLC-Abschlussschicht abzulagern. Darüber hinaus kann das DLC auch mit anderen bekannten Methoden abgelagert werden. Es können schließlich auch andere reibungsarme Abschlussbeschichtungen, wie beispielsweise Bornitrid, Zinnoxid, Indium-Zinnoxid, Aluminiumoxid und Zirkoniumoxid, verwendet werden.

[0049] DLC ist ein besonders widerstandsfähiges Material. Deshalb ist DLC eine bevorzugte Beschichtung, wenn eine extrem harte, reaktionsträge und widerstandsfähige Beschichtung nötig ist. Es wurde herausgefunden, dass die Ablagerung von einem Zwischenschichtmaterial, das Siliziumatome enthält, auf dem Trägermaterial, vor dem Ablagern der DLC-Schicht, in einer höchst haftungsstarken DLC-Beschichtung mit hervorragender Strapazierfähigkeit resultiert. Man ist derzeit der Meinung, dass die Reaktion zwischen den Siliziumatomen in der Zwischenschicht und den Kohlenstoffatomen in der DLC-Schicht entscheidend für das hervorragende Haftungsvermögen der DLC-Beschichtung ist. Ein direktes Ionenstrahlablagern von Zwischenschichten, die Silizium und eines oder mehrere der Elemente Wasserstoff, Sauerstoff, Kohlenstoff und Stickstoff enthalten, kann bei der vorliegenden Erfindung vollzogen werden. Die Dicke dieser Zwischenschichten liegt typischerweise im Bereich von 1 nm bis 1 μm Dicke.

[0050] Die siliziumhaltigen Schichten nach vorliegender Erfindung, die eingangs erwähnt worden sind, enthalten die folgenden Elementkombinationen: Si und C; Si, C und H; Si und N; Si, N und H; Si und O; Si, O und H; Si, O und N; Si, O, N und H; Si, C, H und N; Si, C, H und O; Si, C und N; Si, C und O; Si, O, C und N; und Si, C, H, O und N beziehen sich auf die Bezeichnungen amorphes Siliziumcarbid, Siliziumnitrid, Siliziumoxid und Siliziumoxynitrid und deren Gemisch und deren chemischer Verbindungen wie beispielsweise „Siliziumcarbonitrid", „Siliziumoxycarbid", und „Siliziumoxycarbonitrid". Bei „Siliziumcarbid" wird davon ausgegangen, dass Materialien enthalten sind, die sich aus den Elementen Silizium und Kohlenstoff und möglicherweise Wasserstoff zusammensetzen. Stöchiometrische und nicht stöchiometrische Mengen von Silizium und Kohlenstoff sind bei der Definition von Siliziumcarbid-haltigen Material eingenommen. Bei „Siliziumnitrid" wird davon ausgegangen, dass Materialien enthalten sind, die sich aus den Elementen Silizium und Stickstoff, und möglicherweise Wasserstoff zusammensetzen. Bei der Definition von Siliziumnitrid-haltigem Material sind stöchiometrische und nicht stöchiometrische Mengen von Silizium und Stickstoff enthalten. Unter „Siliziumoxid" versteht man Materialien, die aus den Elementen Silizium und Sauerstoff und möglicherweise Wasserstoff zusammengesetzt sind. Bei „Siliziumoxynitrid" geht man davon aus, dass Materialien enthalten sind, die sich aus den Elementen Silizium, Sauerstoff und Stickstoff und möglicherweise Wasserstoff zusammensetzen. Materialien, die unter die chemische

Formel $SiO_xN_yH_z$ fallen, betrachtet man als definitionsgemäß Siliziumoxynitrid-haltige Materialien. Die amorphen Siliziumoxycarbide (Si, O, C, H) und Siliziumoxykarbonitride (Si, O, C, N und H), abgelagert bei dem Verfahren nach der vorliegenden Erfindung, sind vor allem als verschleißfeste Beschichtungen für Kunststoffträgermaterialien von Vorteil.

[0051] Es ist von Vorteil, die DLC-Schicht sofort nach der Ablagerung der Haftverstärkungsschicht aufzutragen, um die Möglichkeit der Wiederverschmutzung der Zwischenschichtoberfläche durch Gasrückstände der Vakuumkammer oder andere Verschmutzungen zu minimieren. Die Dicke der Ionenstrahl-abgelagerten DLC-Beschichtung kann zwischen 5 nm (50 Å) und 100 µm (100 Mikrometer) liegen. Dünnere DLC-Beschichtungen im Bereich von 5 nm sind hilfreich, wenn die Hauptaufgabe der DLC darin besteht, eine reibungsarme Oberfläche oder einen chemischen Schutz zu gewährleisten. Dickere DLC-Schichten sind nützlich, wenn ein vielseitiger Verschleißschutz nötig ist.

[0052] Verschiedene Ionenstrahlablagerungsmethoden können für die Bildung der DLC-Beschichtungen nach vorliegender Erfindung verwendet werden, einschließlich das direkte Ionenstrahlablagern und das direkte Ionenstrahlablagern unter Mithilfe von Ionen, wie in dem oben beschriebenen US-Patent Nr. 4,490,229.

[0053] Aus Gründen der Einfachheit des Verfahrens, der schnellen Ablagerung und der problemlosen Ausweitung auf eine Massenproduktion, ist das direkte Ionenstrahlablagern von einer Kohlenwasserstoffgasquelle das am meisten bevorzugte DLC-Ablagerungsverfahren nach dieser Erfindung. Als Kohlenwasserstoffgasquelle sind Methane oder Zyklohexane bevorzugt, andererseits können auch andere Kohlenwasserstoffgase wie Acethylen, Butan und Benzol verwendet werden. Wasserstoff und Inertgase, beispielsweise Argon, Krypton und Xenon, können in das Plasma der Ionenquelle eingebracht werden, um die Eigenschaften der DLC-Schicht zu verändern. Die Ionenenergie, die beim DLC-Beschichtungsvorgang verwendet wird, liegt im Bereich zwischen 20 eV bis 300 eV, um das Erhitzen des Trägermaterials während des Ablagerns zu minimieren.

[0054] Wenn die gewählte Dicke der obersten Beschichtungsschicht erreicht ist, wird der Ablagerungsvorgang auf dem Trägermaterial beendet, der Druck der Vakuumkammer wird auf atmosphärischen Druck erhöht und die beschichteten Trägermaterialien werden aus der Vakuumkammer entfernt.

[0055] Die folgenden Beispiele verdeutlichen das überragende Leistungsverhalten des Verfahrens dieser Erfindung. Die Beispiele dienen lediglich zur Erläuterung und schränken den Umfang der Ansprüche in keiner Weise ein.

[0056] In folgenden Beispielen wurde hinsichtlich der Lesbarkeit die Angabe von Zahlen in Inch beibehalten. Es wird daran erinnert, dass 1 Inch (1") gleich 25,4 mm entspricht.

Beispiel A

[0057] Zwei 2" × 2" × 0,125" flache CR-39-Trägermaterialien, ein CR-39-Glas, ein 2" × 2" × 0,125" Polycarbonatträgermaterial und ein Si(001)-Wafer mit einem Durchmesser von 3" wurden in Isopropanol ultraschallgereinigt, gefolgt von einem Trocknen mit Stickstoffgas. Die Proben wurden auf einer Aluminiumscheibe mit einem Durchmesser von 18", mit Kaptontape montiert und die Scheibe in einer Vakuumkammer aus rostfreiem Stahl befestigt, die anschließend durch eine Diffusionspumpe mit einem Durchmesser von 10" auf einen Druck von 5,9 mPa (4,4 × 10^{-5} Torr) evakuiert wurde. Die Proben wurden durch einen Argon-Ionenstrahl, gebildet in der End-Hall-Ionenquelle (verwendet im vorhergehenden Beispiel) unter Verwendung von 10 cm^3 Argongas, das direkt in die Plasmakammer der Ionenquelle eingeleitet wurde, für 5 Minuten lang Sputtergeätzt. Das Anodenpotential betrug 30 Volt, während der Strom bei 5,8 A lag. Die Elektronenquelle für die End-Hall-Ionenquelle war eine Hohlkathode, betrieben mit 3 cm^3 Argongas. Nach dem Sputter-Ätzen des Trägermaterials wurde durch die Düse, angeordnet ca. 1" unterhalb der Ionenquelle, 16 cm^3 Octamethylcyclotetrasiloxan in den Argonstrahl eingeleitet. Das Anodenpotential betrug 58 V, während der Anodenstrom bei 5,8 A lag. Nach einer Betriebszeit von 3,5 Minuten unter diesen Bedingungen wurden 10 cm^3 Sauerstoffgas eingeleitet. Nach einer weiteren Betriebszeit von 30 Sekunden wurde der Sauerstoffffluss auf 30 cm^3 erhöht. Nach weiteren 30 Sekunden wurde der Sauerstoffffluss auf 50 cm^3 pro Minute erhöht. Nach weiteren 30 Sekunden wurde der Sauerstoffffluss auf 70 cm^3 erhöht und das Argon abgesperrt. Das Anodenpotential betrug 56 V und der Anodenstrom lag bei 5,72 A. Der Kammerdruck betrug 193,3 mPa (1,45 × 10^{-3} Torr). Das Ionenquellenplasma und der Ionenstrahl wurden 40 Minuten nach dem ersten Einleiten von Octamethylcyclotetrasiloxan gelöscht. Die Kammer wurde auf atmosphärischen Druck gebracht und die Proben entfernt. Die Proben waren unter sichtbarem Licht glasklar. Ungefähr 5,5 µm Beschichtung wurden auf den Proben abgelagert.

[0058] Die Spannung der Beschichtung betrug 7,7 × 10^8 dynes/cm^2. Die gemessene Eintrübung auf den CR-39 Proben betrug weniger als 0,4%. Das 2" × 2" × 0,125" große Stück beschichtetes CR-39 wurde mit einem Taber-Abriebprüfer, unter Verwendung einer Last von 500 g, mit CS-10E-Rädern (Gesamtbelastung 1 kg) geprüft. Nach 500 Zyklen wurde eine Eintrübungsveränderung von 0,65% festgestellt. Glas,

das auf selbe Weise getestet wurde, hat nach 500 Zyklen eine Eintrübungsveränderung von 0,69%. Die Beschichtung enthielt Silizium, Sauerstoff, Kohlenstoff und Wasserstoff (Si, O, C und H).

Beispiel B

[0059] Zwei CR-39-Gläser und zwei 2" × 2" × 0,125" große CR-39 Stücke wurden in Isopropanol ultraschallgereinigt und dann unter Verwendung von Stickstoffgas getrocknet. Die Proben wurden auf einer Aluminiumscheibe mit 18" Durchmesser mit Kaptontape befestigt. Die Scheibe wurde in einer Vakuumkammer aus rostfreiem Stahl befestigt, die durch eine 10" Diffusionspumpe bepumpt wurde. Die Kammer wurde auf einen Druck von 21 mPa ($1,6 \times 10^{-5}$ Torr) evakuiert. Die Proben wurden unter Verwendung eines Argon-Ionenstrahls, erzeugt in der End-Hall-Ionenquelle (verwendet im vorhergehenden Beispiel), unter dem direkten Einbringen von 17,4 cm^3 Argongas in die Plasmakammer der Ionenquelle und einem Anodenpotential von 30 V und einem Anodenstrom von 4,22 A, für 5 Minuten lang Sputter-geätzt. Die Elektronenquelle für die End-Hall-Ionenquelle war eine Hohlkathode. Eine Blende wurde dann zwischen der Ionenquelle und dem Trägermaterial platziert, um den Ionenstrahl zu blockieren, und 100 cm^3 Sauerstoffgas wurden in die Plasmakammer der Ionenquelle eingeleitet, das Argongas abgestellt und Octamethylcyclotetrasiloxan durch Düsen, angeordnet ca. 1" unterhalb der Ionenquelle, in die Kammer eingelassen. Das Anodenpotential betrug 72 V und der Anodenstrom lag bei 5,57 A. Der Druck während des Prozesses betrug 166,6 mPa ($1,25 \times 10^3$ Torr). Nach 72 Minuten Betriebszeit unter diesen Bedingungen wurde das Ionenquellenplasma und der Ionenstrahl gelöscht und die Kammer unter atmosphärischen Druck gebracht sowie die Trägermaterialien entfernt. Unter sichtbarem Licht waren die Proben glasklar. Die Beschichtungsdicke betrug 7,6 µm und die Druckspannung betrug $5,7 \times 10^8$ dynes/cm^2. Die Härte der Beschichtung (gemessen durch Nanoindentation) betrug 3,4 GPa. Zum Vergleich, die Härte von Quarz, gemessen nach demselben Verfahren, beträgt 10 GPa.

Beispiel C

[0060] Zwei 2" × 2" × 0,375" große Stücke gewöhnliches float-Glas wurden in Isopropanol ultraschallgereinigt. Die Trägermaterialien wurden dann auf einer Aluminiumscheibe mit Kaptontape montiert und die Scheibe in einer Vakuumkammer aus rostfreiem Stahl befestigt. Die Kammer wurde auf einen Druck von 0,67 mPa (5×10^{-6} Torr) evakuiert. Das Glas wird mit einem Argon-Ionenstrahl, erzeugt durch eine End-Hall-Ionenquelle, betrieben mit Argongas, das direkt in die Plasmakammer der Ionenquelle eingeleitet wird, Sputter-geätzt. Die Proben werden zwei Minuten lang bei einem Anodenpotential von 50 V und einem Anodenstrom von 5 A Sputter-geätzt. Die Elektronenquelle der Ionenstrahlquelle ist eine Hohlkathode, betrieben mit Argon, und der Kammerdruck beträgt 66,7 mPa (5×10^{-4} Torr). Nach dem Sputter-Ätzen wird das Argon abgestellt und 50 cm^3 Sauerstoffgas in die Plasmakammer der Ionenquelle eingeleitet. Darüber hinaus werden 50 cm^3 Silan durch eine Düse, 1" unterhalb der Ionenquelle, eingeleitet. Das Anodenpotential beträgt 50 V und der Anodenstrom 5 A. Diese Bedingungen führen zu einer Ablagerung eines amorphen SiO_2 ähnlichen Films auf dem Trägermaterial. Diese Bedingungen werden 3 Minuten aufrechterhalten. Dann werden 50 cm^3 Ammoniakgas in die Plasmakammer der Ionenquelle eingeleitet und der Sauerstoffgasfluss auf 5 cm^3 reduziert. Das Anodenpotential beträgt 50 V und der Anodenstrom 5 A. Diese Bedingungen führen zu einem Siliziumoxynitrid-ähnlichen Beschichtungsmaterial auf dem Trägersubstrat. Nach einer Betriebszeit von 2 Stunden unter diesen Bedingungen wird der Gasfluss von Silan, Ammoniak und Sauerstoff abgestellt und 20 cm^3 Methangas in die Plasmakammer der Ionenquelle eingeleitet. Das Anodenpotential beträgt 50 V und der Kathodenstrom 5 A. Diese Bedingungen führen zu einer DLC-Beschichtung auf dem Trägermaterial. Nach einer Betriebszeit von 2 Minuten unter diesen Bedingungen wird das Ionenquellenplasma und der Ionenstrahl gelöscht, die Kammer unter atmosphärischen Druck gebracht und die beschichteten Glasfenster entfernt. Die Gesamtdicke der Beschichtung beträgt 5,5 µm und enthält Kohlenstoff, Silizium, Wasserstoff, Sauerstoff und Stickstoff. Unter sichtbarem Licht erscheinen die Proben leicht bräunlich. Die Haftung, die Verschleißfestigkeit und die chemische Widerstandsfähigkeit der Beschichtung sind hervorragend.

[0061] Das obige Herstellungsverfahren nach Beispiel C produziert einen Glasträger mit einer ersten Schicht eines amorphen Siliziumoxid-ähnlichen Materials (Dicke geringer als 200 nm bzw. 2000 Å), eine zweite dicke Schicht eines amorphen Siliziumoxynitrid-Materials und eine dünne (20 nm bzw. 200 Å) DLC-Abschlußschicht.

Beispiel D

[0062] Ein Glas und ein polysiloxan-beschichtetes Polycarbonat Sonnenbrillenglas wurden in Isopropanol ultraschallgereinigt und mit Stickstoffgas trocken geblasen. Die Gläser wurden auf einer Aluminiumscheibe mit Kaptontape montiert und in einer Vakuumkammer aus rostfreiem Stahl befestigt. Die Kammer ist auf einen Druck von 0,67 mPa (5×10^{-6} Torr) evakuiert. Die Proben werden mit einem Argon-Ionenstrahl, erzeugt durch eine End-Hall-Ionenquelle (verwendet in den vorhergehenden Beispielen), betrieben mit Argon, das direkt in die Plasmakammer der Ionenquelle eingeleitet wird, mit einem Anodenpotential von 50 V und einem Anodenstrom von 5 A,

zwei Minuten lang Sputter-geätzt. Die Elektronenquelle für die Ionenstrahlquelle ist eine Hohlkathode, betrieben mit Argongas. Nach dem Sputter-Ätzen wird das Argon abgestellt und 50 cm^3 Sauerstoff direkt in die Plasmakammer eingeleitet und 50 cm^3 Silan durch eine Düse, 1" unterhalb der Ionenquelle, eingebracht. Das Anodenpotential beträgt 50 V und der Anodenstrom liegt bei 5 A. Diese Bedingungen führen zu einer Ablagerung von amorphen siliziumähnlichem Material auf dem Substrat. Nach einer Betriebszeit von 2 Minuten werden die Silan- und Sauerstoffgase abgestellt und 20 cm^3 Methangas direkt in die Plasmakammer der Ionenquelle eingeleitet. Das Anodenpotential beträgt 50 V und der Anodenstrom liegt bei 5 A. Diese Bedingungen produzieren eine DLC-Beschichtung auf der Oberfläche des Trägermaterials. Nach einer Betriebszeit von 10 Minuten wird das Ionenquellenplasma und der Ionenstrahl gelöscht, die Kammer auf atmosphärischen Druck gebracht und die Gläser entfernt. Die Gläser haben unter sichtbarem Licht betrachtet eine goldbraune reflektierende Farbe. Die Beschichtung hat exzellente Haftung, Verschleißfestigkeit und chemische Widerstandsfestigkeit.

[0063] Der Herstellungsvorgang nach Beispiel D, der oben beschrieben ist, stellt ein beschichtetes Sonnenbrillenglas mit einer 50 nm bzw. 500 Å dicken Schicht eines amorphen siliziumähnlichen Zwischenschichtmaterials und einer 100 nm oder 1000 Å dicken Schicht aus DLC zur Verfügung.

Beispiel E

[0064] Zwei flache 2" × 2" × 0,125" CR-39 Trägermaterialien, ein CR-39-Glas, ein 2" × 2" × 0,125" großes Polycarbonat Trägermaterial, ein im Durchmesser 8" × 0,125" dickes Polycarbonat-Trägermaterial und ein im Durchmesser 3" großer Si(001)-Wafer wurden in Isopropanol ultraschallgereinigt, gefolgt von einem Trocknen mit Stickstoffgas. Die Proben wurden mit Kaptontape auf im Durchmesser 8,5" großen Scheiben befestigt und die Scheiben in einer Vakuumkammer aus rostfreiem Stahl auf einem Planetenantrieb montiert, die anschließend auf einen Druck von 0,67 mPa (5×10^{-6} Torr) durch eine Diffusionspumpe mit einem Durchmesser von 10" evakuiert wurde. Die Proben wurden 2 Minuten lang mit einem Argon-Ionenstrahl, erzeugt in einer End-Hall-Ionenquelle (verwendet in den Beispielen zuvor), unter Verwendung von 3 cm^3 Argongas, das direkt in die Plasmakammer der Ionenquelle eingeleitet wird, Sputtergeätzt. Das Anodenpotential betrug 50 V, während der Strom bei 5,6 A lag. Die Elektronenquelle für die End-Hall-Ionenquelle war eine Hohlkathode, betrieben mit 3 cm^3 Argongas. Nach dem Sputter-Ätzen der Trägermaterialien wurden ca. 16 cm^3 Octamethylcyclotetrasiloxan durch Düsen, die ca. 1" unterhalb der Ionenquelle angeordnet waren, in den Argonstrahl eingeleitet. Das Anodenpotential betrug 59 V, während der Anodenstrom bei 5,8 A lag (Ionenstrahistrom ca. 1,5 A). Nach einer Betriebszeit von 3,0 Minuten unter diesen Bedingungen, wurden 70 cm^3 Sauerstoffgas in die Plasmakammer der Ionenquelle eingeleitet und der Argonfluss auf 0,0 cm^3 reduziert. Das Anodenpotential betrug 57 V und der Anodenstrom lag bei 5,79 A (Ionenstrahistrom ungefähr 1,5 A). Der Kammerdruck betrug 186,6 mPa ($1,4 \times 10^{-3}$ Torr). Das Ionenquellenplasma und der Ionenstrahl wurden 40 Minuten nach dem ersten Einladen von Octamethylcyclotetrasiloxan gelöscht. Die Kammer wurde unter atmosphärischen Druck gebracht und die Proben entfernt. Unter sichtbarem Licht waren die beschichteten Proben glasklar. Ungefähr 4,8 µm Beschichtung wurden auf den Proben abgelagert.

[0065] Die Spannung der Beschichtung betrug $6,4 \times 10^8$ dynes/cm^2. Die Zugspannung bis zu einer Mikrorissbildung der Beschichtung wurde unter Verwendung einer „4-Punkt Biegetechnik" (engl.: four point bend technique) bestimmt. Beschichtete Polycarbonatstücke, 1 cm × 10 cm, wurden von der im Durchmesser 8". großen Scheibe geschnitten und in der 4-Punkt Biegevorrichtung montiert. Die Proben wurden gebogen bis Mikrorisse in der Beschichtung beobachtet wurden. Der Krümmungsradius wurde gemessen und die Dehnung berechnet. Das Ergebnis zeigte, dass die Dehnung bis zur Mikrorissbildung 2,1 bis 2,2% betrug.

[0066] Die Beispiele A, B und E zeigen, dass die vorliegende Erfindung optisch hochtransparente, glasklare, spannungsarme, haftende, harte, verschleißfeste Beschichtungen, die Silizium, Kohlenstoff, Sauerstoff und Wasserstoff enthalten, auf Kunststoffsubstraten mit einer hohen Ablagerungsrate herstellen kann. Für das Hochleistungsbeschichten dieser Materialien ist die End-Hall-Quelle, aufgrund ihrer Fähigkeit hohe Ionenstrahlströme zu erzeugen, eine bevorzugte Ionenstrahlquelle. Darüber hinaus werden diese hohen Ionenstrahlströme unter niedrigen Ionenstrahlenergien gebildet, was in einer reduzierten Trägermaterialerhitzung und anderen vorteilhaften Eigenschaften der Beschichtung resultiert.

[0067] In einer bevorzugten Ausführungsform der vorliegenden Erfindung werden Beschichtungen, bestehend aus Silizium, Sauerstoff, Kohlenstoff und Wasserstoff aufgebracht, deren Eigenschaften in Bezug auf ihre Nanoindentationshärte im Bereich zwischen 2 und 5 GPa liegen und deren Zugdehnung bis zur Mikrorissbildung größer als ca. 1% beträgt. Aufgebracht auf Kunststoffträgermaterialien erreichen diese Beschichtungen Abriebfestigkeitstestergebnisse nach T aber wie Glas. Diese Beschichtungen sind besonders bei Anwendungen, in denen optische Kunststoffträgermaterialien mit einem verbesserten Abriebschutz nötig sind (beispielsweise Kunststoffsonnenbrillen oder optische Gläser) nützlich. Beispiel

B zeigt, dass durch diese Erfindung ähnliche Beschichtungen hergestellt werden können, die Stickstoff enthalten.

[0068] Die äußerst attraktiven und einzigartigen Eigenschaften der Beschichtungen gemäß den Beispielen A, B und E, sind die Härte, die sehr viel größer als die von Kunststoffen wie Polykarbonaten und CR-39 (typische Härte 0,2 bis 0,3 GPa) oder Polymer-Beschichtungen ist, die hohe Flexibilität und die hohe Zugdehnung bis zur Mikrorissbildung. In ihrer Gesamtheit sind die Beschichtungen kein SiO_2, sondern enthalten eher signifikante Mengen an Kohlenstoff (> 5 Atomprozent) und zeigen daher keinen Sprödbruchfehler, wie er sich bei Glas oder Quarzbeschichtungen zeigt.

[0069] Ein einzigartiger Vorteil der Verwendung der Ionenstrahlmethode zum Herstellen dieser Materialien, ist die Beziehung zwischen Spannung und Härte. Es ist aus dem Stand der Technik bekannt, dass Spannung und Härte oft stark voneinander abhängen. Typischerweise gilt, je größer die Druckspannung, desto härter das Material. Im Fall von Si-O-C-H-Werkstoffen, hergestellt durch das Injizieren von Siloxan-Precursor in den Sauerstoff-Ionenstrahl, wurde unvorhergesehenerweise herausgefunden, dass durch die Erhöhung des Sauerstoff-zu-Siloxan Precursor-Verhältnisses, die Härte der Beschichtung erhöht wurde, während die Druckspannung gleichzeitig verringert wurde. Bei dieser Methode ist es möglich, harte verschleißfeste Beschichtungen herzustellen, die unter Zugspannung oder nahezu spannungsfrei sind. Das ist ein sehr unerwartetes Ergebnis für einen energetischen Ablagerungsvorgang und ein Hauptvorteil der vorliegenden Erfindung.

[0070] Man ist der Überzeugung, dass die Reduzierung von Druckspannung unter Erhöhung der Härte, durch das Ätzen von Kohlenstoff von der wachsenden Oberfläche infolge der Sauerstoffionen oder durch aktivierten Sauerstoff im Ionenstrahl erfolgt. Es wurde mittels Energy Dispersive Spectroscopy beobachtet, dass die Kohlenstoffanzeichen in den aufgebrachten Beschichtungen, bei Erhöhung der Sauerstoffflussrate und bei gleichbleibender Siloxan-Precursor-Flussrate, abnehmen. Man ist der Überzeugung, dass die Reduktion der Druckspannung bei gleichzeitiger Erhöhung der Beschichtungshärte beim Ionenstrahlverfahren nach der vorliegenden Erfindung einmalig ist.

[0071] Unter Verwendung des Verfahrens nach vorliegender Erfindung, können unter Beibehaltung geringer Trägermaterialtemperaturen sehr hohe Ablagerungsraten erzielt werden. Diese Erfindung produziert Beschichtungen, die sehr haftend sind und einen überragenden Strapazierfähigkeitsschutz zur Verfügung stellen. Beispielsweise können Kunststoffträgermaterialien, wie beispielsweise optische Gläser, hergestellt werden, die eine sehr hohe Verschleißfestigkeit ähnlich der von Glas aufweisen. Aufgrund der hohen Beschichtungsraten, die erzielt werden können, stellt die Erfindung ein sehr ökonomisches Herstellungsverfahren dar. Das Verfahren nach vorliegender Erfindung ist darüber hinaus einfach auf eine Massenproduktion auszuweiten, die kommerziell erhältliche Geräte verwendet.

[0072] Aufgrund der vorhergehenden Beschreibung, wird dem Fachmann klar, dass die vorliegende Erfindung eine verbesserte Methode zur Herstellung von hoch schützenden und verschleißfesten Beschichtungen auf unterschiedlichen Trägermaterialien, optische Kunststoffe mit eingenommen, zur Verfügung stellt. Technisch höchst wichtige Vorteile der vorliegenden Erfindung beinhalten die besondere Haftung von durch Innenstrahl aufgebrachten Beschichtungen, die besondere Verschleißfestigkeit und eine problemlose und flexible Massenproduktion.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung einer abriebfesten Schutzbeschichtung auf der Oberfläche eines Trägermaterials mit folgenden Schritten:
a) Chemisches Reinigen der Oberfläche des Trägermaterials, um Verschmutzungen zu entfernen;
b) Ionenätzen bzw. Sputter-Ätzen der Oberfläche des Trägermaterials in einer evakuierten Beschichtungskammer mit einem Strahl energiereicher Ionen, um die restlichen Verschmutzungen weiter zu entfernen und die Oberfläche zu aktivieren;
c) Ionenstrahlauftragen eines Films eines abriebfesten Beschichtungsmaterials mit Hilfe eines Sauerstoff-Ionenstrahls von einer Ionenquelle, wobei der Ionenstrahl reaktive Gase enthält, die eine der folgenden Kombinationen von Elementen aufweisen: Si und C; Si, C und H; Si und N; Si, N und H; Si und O; Si, O und H; Si, O und N; Si, O, N und H; Si, C und N; Si, C, H und N; Si, C und O; Si, C, H und O; Si, C, O und N; Si, C, H, O und N;
d) Erhöhen des Drucks in der Vakuumkammer auf einen im wesentlichen atmosphärischen Druck, und Wiedergewinnen eines beschichteten Trägermaterial-Produktes, das eine verbesserte Strapazier- und Abriebsfestigkeit aufweist;
dadurch gekennzeichnet, dass
wenigstens ein Teil der reaktiven Gase in dem Ionenstrahl stromabwärts der Ionenquelle in den Ionenstrahl eingeleitet wird; und dass
die Ionenenergie, die im Ionenstrahlauftragprozess verwendet wird, im Bereich von 20 eV bis 300 eV liegt.

Es folgt ein Blatt Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

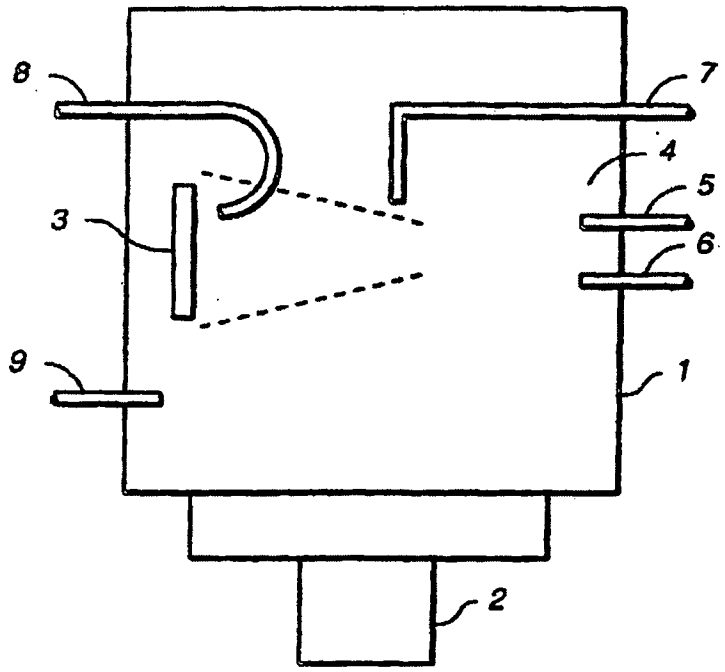

FIG._1