



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 23 C / 256 110 4	(22)	31.10.83	(44)	17.04.85
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	Forschungsinstitut Manfred von Ardenne, 8051 Dresden, Zeppelinstraße 7, DD
(72)	Heisig, Ullrich, Dr. rer. nat. Dipl.-Phys.; Goedicke, Klaus, Dipl.-Phys.; Bilz, Harald; Beister, Günther, Dipl.-Phys.; Sieber, Wolfgang, Dipl.-Phys.; Henneberger, Jürgen, Dipl.-Chem.; Dietrich, Wilfried, Dipl.-Ing.; Brode, Wolfgang, Dipl.-Phys., DD

(54) Verfahren zur Vorbehandlung von Substraten

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Vorbehandlung von Substraten, die vorzugsweise durch Hochratezerstäuben beschichtet werden. Das Ziel ist es, ein ökonomisches Verfahren zu schaffen. Die Aufgabe besteht darin, die thermische Belastung der Substrate zu vermeiden und eine hohe Kompatibilität zum Plasmatronbeschichten zu erreichen. Erfindungsgemäß werden die Substrate dem Plasma einer Plasmatronquelle mit Target aus reaktivem Material so lange ausgesetzt, bis eine spezifische Energie von 10^2 bis 10^3 Ws cm^{-2} der Targetoberfläche umgesetzt ist. Dabei darf sich auf dem Substrat keine Schicht bilden, die dicker als 3 nm ist. Der Partialdruckanteil eines Reaktionsgases wird auf höchstens 20 % eingestellt. Die übrigen Parameter entsprechen denen bei der Plasmatronbeschichtung mit hoher Rate.

Verfahren zur Vorbehandlung von Substraten

Anwendungsgebiet der Erfindung

Das Verfahren zur Vorbehandlung von Substraten findet in der Vakuumbeschichtungstechnik, vorzugsweise bei der Hochratezerstäubung mit dem Plasmatron, Anwendung.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Aufgabe der Vorbehandlung ist die Beseitigung bzw. Verminderung der Adsorptionsschichten auf den Substraten vor einer anschließenden Vakuumbeschichtung. Diese Schichten bestehen auf isolierenden Substraten chemisch im wesentlichen aus Wasser und Reinigungsmittelrückständen. Die verbreitetste Vorbehandlung ist das Ausheizen der Substrate im Hochvakuum bei $p < 10^{-2}$ Pa. Nachteile dieses Verfahrens sind sowohl die hohe thermische Belastung der Substrate und ihrer Halterungen als auch der große Zeitaufwand zum Aufheizen und Abkühlen.

Weitere bekannte Verfahren sind die Vorbehandlung durch Ladungsträgerbeschuss in einer DC- oder RF-Gasentladung. Solche Verfahren sind das Glimmen und das Zerstäubungsreinigen bei einem Gasdruck von 1...10 Pa. Nachteile dieser Verfahren sind die zusätzlichen technischen Einrichtungen wie Stromversorgung und Einbauten zur Abschirmung von Elektroden bzw. Substraten und die geringe Wirksamkeit infolge des Druckbereiches. Der Druck führt dazu, daß beim Einsatz von Hochvakuum-

erzeugern deren Saugleistung so stark gedrosselt werden muß, daß die freiwerdenden Gase schlecht abgepumpt werden bzw. daß beim Einsatz von Vorvakuumern die Gefahr der Verunreinigung der Substrate durch Ölrückströmung besteht. Die auch bekannte Substratvorbehandlung durch Ionenbeschuss in einer DC-Plasmatron-Entladung ist nur für leitende Substrate anwendbar.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, die Mängel des Standes der Technik zu überwinden und ein ökonomisches Verfahren für die Vorbehandlung von Substraten anzugeben.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren hoher Effektivität zur Vorbehandlung von Substraten anzugeben, das auch für isolierende Substrate und bei begrenzter thermischer Substratbelastung anwendbar ist. Weiterhin wird eine hohe Kompatibilität zu den Plasmatron-Beschichtungsverfahren angestrebt.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß jede Teilfläche der Substrate mit der zu beschichtenden Seite dem Plasma einer an sich zur Vakuumbeschichtung geeigneten Plasmatronquelle, deren Target aus einem reaktiven Material besteht, so lange ausgesetzt wird, bis am Target eine spezifische Energie von 10^2 bis 10^3 Ws cm⁻² auf der Targetfläche der Plasmatronquelle erreicht wird. Dabei wird die Plasmatronleistung, der Abstand zwischen der Plasmatronquelle und den Substraten und der Inertgasdruck so eingestellt, wie es für das Beschichten mit hoher Rate üblich ist. Ein Anteil des reaktiven Gases wird auf mindestens 20 % eingestellt, um zu verhindern, daß sich auf der Substratoberfläche eine Schicht von größer als 3 nm bildet. Der zweckmäßigste Abstand zwischen Plasmatronquelle und Substraten beträgt 50 bis 200 mm und der max. Gasdruck weniger als 1 Pa, vorzugsweise 0,3 Pa.

Das angegebene Verfahren nutzt die Tatsache, daß beim reaktiven Zerstäuben in einem Gasgemisch mit hohem Reaktionsgasanteil die Kondensationsrate gegenüber dem Zerstäuben ohne Reaktionsgas größenordnungsmäßig reduziert ist. Andererseits bildet sich bei der Anwendung von Plasmatronquellen zwischen Target und Substraten auch dann noch ein dichtes Plasma aus, wenn die Targetoberfläche mit Reaktionsprodukten wie Oxiden, Nitriden oder Karbiden eines Metalls bedeckt ist. In dem angegebenen Arbeitsdruckbereich läßt sich, abhängig vom Targetmaterial, eine solche Leistungsdichte einstellen, daß diese Schicht von Reaktionsprodukten eine stationäre, sehr geringe Dicke hat, die aus einem Gleichgewicht von Abtragungs- und Neubildungsrate resultiert. Für die meisten Kombinationen aus Targetmaterial und Reaktionsgas läßt sich auf diese Weise auch im DC-Betrieb eine stationäre Arbeitsweise einstellen. Nur spezielle Material-Reaktionsgas-Kombinationen erfordern eine HF-Anregung des Plasmas.

Das erfindungsgemäße Verfahren nutzt weiterhin, daß die Kondensationsrate auf den Substraten infolge von Streuprozessen im Plasma praktisch Null ist. Andererseits entstehen im Plasma zahlreiche Ladungsträger, insbesondere jedoch neutrale Gaspartikelchen höherer Energie, die die Substratoberfläche erreichen und zur Vorbehandlung der Substrate führen. Weitere Komponenten, die die Substratvorbehandlung unterstützen, sind die entstehende UV-Strahlung und die Wirksamkeit plasmachemischer Prozesse auf der Substratoberfläche. Anders als beim Ausheizen von Substraten zum Zwecke der Vorbehandlung wirken alle genannten Effekte unmittelbar auf der Substratoberfläche, also direkt am Ort der Absorptionsschichten. Daraus resultiert die hohe Effektivität der Vorbehandlung bei vergleichsweise wesentlich reduzierter Substratbelastung.

Schichten, die sich bei Durchführung des angegebenen Verfahrens in ganz geringem Maße auf den Substraten ausbilden könnten, werden größtenteils bereits im Entstehen durch den gleichen Wirkmechanismus entfernt, der auch die Adsorptionsschichten beseitigt. Etwaige Schichten mit einer Dicke unter 3 nm

beeinträchtigen im allgemeinen die Funktion der nachfolgend durch Vakuumbeschichtung abgeschiedenen Schichten auf den isolierenden Substraten nicht.

Die Effektivität des Vorbehandlungsverfahrens für die Substrate hängt nicht nur vom Mechanismus der Zerstörung der Absorptionsschichten selbst ab. Der Abtransport der gebildeten Dämpfe und das Verhindern einer Neubildung von Schichten auf den Substraten wird durch den Gasdruck im angegebenen Bereich unter 1 Pa ganz entscheidend begünstigt. Die Wirksamkeit der Vakuumerzeuger ist im Gegensatz zu den meisten anderen Vorbehandlungsverfahren in diesem Druckbereich groß. Ein wesentlicher Vorteil des erfindungsgemäßen Verfahrens entsteht dann, wenn die nachfolgende Vakuumbeschichtung durch Plasmatron-Beschichtung erfolgt. Dann können Substratvorbehandlung und Beschichtung im gleichen Arbeitsdruckbereich, ggf. sogar in der gleichen Gaszusammensetzung unmittelbar nacheinander ausgeführt werden. Die technischen Mittel wie Plasmatronquellen und Stromversorgung entsprechen einander bzw. können gemeinsam für beide Prozesse genutzt werden.

Eine vorteilhafte Ausgestaltung des erfindungsgemäßen Verfahrens besteht darin, daß das Target aus dem gleichen Material wie für die anschließende Vakuumbeschichtung besteht. Auf diese Weise werden Nebenwirkungen einer gegebenenfalls bei der Vorbehandlung entstehenden sehr dünnen Schicht weiter eingeschränkt.

Eine weitere Ausgestaltung des Verfahrens besteht darin, daß das Target aus einem Material besteht, welches Hauptbestandteil der Oberfläche der Substrate ist. Auch auf diese Weise werden Nebenwirkungen einer eventuell bei der Vorbehandlung entstehenden sehr dünnen Schicht eingeschränkt oder vermieden.

Ausführungsbeispiel

Zur Herstellung einer elektrischen Funktionsschicht aus Aluminium durch Plasmatron-Sputtern auf 500 mm breiter Kunststoffolie ist eine Vorbehandlung des Substratmaterials erforderlich. Andernfalls lassen sich weder eine ausreichende Haftfestigkeit noch eine Gleichmäßigkeit und Reproduzierbarkeit der elektrischen Parameter der Schicht gewährleisten.

Entsprechend dem erfindungsgemäßen Verfahren wird die zu beschichtende Seite der Folie zur Vorbehandlung in einer Vakuumkammer über eine ebene langgestreckte Plasmatronquelle geführt, die sich in einem Abstand von 120 mm von der Folie befindet. Der Raum zwischen Folie und Plasmatronquelle ist allseitig durch ein Metallsieb abgeschlossen, mit Ausnahme einer in Transportrichtung der Folie 200 mm ausgedehnten Öffnung von der Breite der Folie. Die Transportgeschwindigkeit der Folie beträgt $0,1 \text{ cm s}^{-1}$.

Die Vakuumkammer wird mittels starker Diffusionspumpen evakuiert. Durch eine Schleuse mit Diffusionsspalt ist sie mit einer weiteren Vakuumkammer verbunden, in der der Vakuumbeschichtungsprozeß mittels Plasmatronquellen in Argon erfolgt. Das Target der Quelle hat eine Abmessung von 600 mm x 160 mm und besteht aus Titan. Der Gasdruck beträgt 0,2 Pa mit einem Partialdruckverhältnis von 70 % Argon und 30 % Sauerstoff. Die Vorbehandlung erfolgt mit einer Leistung von 1 kW, d.h. einer mittleren Leistungsdichte von etwa 1 W cm^{-2} auf der Targetoberfläche. Entsprechend der genannten Transportgeschwindigkeit der Folie wirkt eine spezifische Energie von 200 Ws cm^{-2} während der Vorbehandlung der Substrate auf der Targetoberfläche. Eine möglicherweise bei der Vorbehandlung auf der Folie entstehende Titanoxidschicht hat unter den genannten Bedingungen eine so geringe Dicke, daß sie die elektrischen Eigenschaften der anschließend deponierten Aluminiumschicht nicht ändert.

Erfindungsanspruch

Verfahren zum Vorbehandeln von Substraten, vorzugsweise aus isolierenden Werkstoffen, vor der Vakuumbeschichtung, dadurch gekennzeichnet, daß jede Teilfläche der Substrate mit der zu beschichtenden Seite dem Plasma einer an sich zur Vakuumbeschichtung geeigneten Plasmatronquelle mit einem Target aus einem reaktiven Material so lange ausgesetzt wird, bis eine spezifische Energie von 10^2 bis 10^3 Ws cm⁻² auf der Targetfläche der Plasmatronquelle umgesetzt worden ist, daß dabei die Plasmatronleistung, der Abstand zwischen Plasmatronquelle und Substraten und der Inertgasdruck auf für das Beschichten mit hoher Rate übliche Werte eingestellt wird, jedoch daß ein Anteil eines reaktiven Gases von mindestens 20 %, der eine Abscheidung einer Schicht auf der Substratoberfläche von größer als 3 nm verhindert, eingestellt wird.