



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **252 005 A1**

4(51) C 23 C 14/02
C 23 C 14/34

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 23 C / 293 572 8

(22) 12.08.86

(44) 02.12.87

(71) Forschungsinstitut Manfred von Ardenne, Zeppelinstraße 7, Dresden, 8051, DD

(72) Beister, Günther, Dipl.-Phys.; Gräber, Karl-Heinz, Dipl.-Ing.; Büdke, Ekkehard, Dipl.-Phys.; Kirchhoff, Volker, Dipl.-Phys.; Friedemann, Wolfgang, DD

(54) Verfahren zur Vorbehandlung von Aluminiumtargets zum Hochratezerstäuben

(55) Hochratezerstäuben, Aluminiumtarget, Plasmatron, Ätzprozeß, Kalilauge, Wasserbad

(57) Das Verfahren zur Vorbehandlung von Aluminiumtargets zum Hochratezerstäuben mit dem Plasmatron wird für großflächige Targets verwendet. Erfindungsgemäß wird unmittelbar nach einem Ätzprozeß in 15%iger Kalilauge das Target mindestens 3 Minuten im Wasserbad von $> 40^{\circ}\text{C}$ getaucht. Zwischen beiden Schritten ist ein direkter Luftzutritt zur Targetoberfläche zu vermeiden.

Patentanspruch:

Verfahren zur Vorbehandlung von Aluminiumtargets zum Hochratesputtern durch Ätzen in 15%iger Kalilauge, dadurch gekennzeichnet, daß unmittelbar nach dem Ätzen das Target mindestens 3 Minuten in ein Wasserbad, vorzugsweise mit einer Wassertemperatur $> 40^{\circ}\text{C}$, wobei zwischen den beiden Verfahrensschritten ein direkter Luftzutritt zur Targetoberfläche zu vermeiden ist, getaucht wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Vorbehandlung von Aluminiumtargets zum Hochratezerstäuben mit dem Plasmatron, insbesondere von ausgedehnten Targets für die Großflächenbeschichtung, wie z. B. zum Beschichten von Flachglas mit Aluminium für die Spiegelherstellung.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Aluminium bildet in atmosphärischer Umgebung eine geschlossene oberflächliche Oxidschicht. Bei Einsatz von Aluminium als Target in Plasmatronquellen muß diese Oxidschicht durch das sogenannte Einsputtern abgetragen werden. Das Einsputtern ist beendet und die Betriebsbereitschaft der Plasmatronquelle ist hergestellt, wenn der Erosionsgrabenbereich eine metallische, oxidfreie Oberfläche aufweist und damit die Plasmatronentladung weitgehend überschlagsfrei brennt. Unter Erosionsgraben wird derjenige Targetbereich verstanden, von dem Targetteilen abgetragen werden. Das Einsputtern von reaktionsfreudigen Materialien, zu denen Aluminium zählt, bereitet besondere Schwierigkeiten. Jedoch sind bereits Verfahren und Einrichtungen bekannt, die das Einsputtern erleichtern bzw. beschleunigen.

Es ist bekannt, während des Einsputterns die Entladungsleistung stetig oder stufig zu erhöhen. (DD-PS 141 532) Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß die Einsputterzeit bei großflächigen Targets, mit den Abmessungen $0,15 \times 1,8 \text{ m}^2$ und größer, trotzdem mehrere Stunden dauert.

Weiterhin ist es bekannt, unmittelbar an der Plasmatronquelle einen Kondensator zwischen den Katoden- und Anodenanschluß zu schalten (DD-PS 221 202). Diese Ausführung erfordert einen sehr großen Kondensator, denn dessen Kapazität wird durch die Erosionsgrabenlänge bestimmt. Da die Zeitkonstante $\tau = R \cdot C$ hinreichend klein sein muß, muß der Wellenwiderstand der Zuleitungen entsprechend minimiert werden, was nur mit sehr großem Aufwand möglich ist. Es ist auch bekannt, durch chemische oder mechanische Verfahren die Oxidhaut zu entfernen. Da diese sich jedoch bei Aluminium in Anwesenheit von Sauerstoff unmittelbar wieder bildet, müßte unter Sauerstoffabschluß gearbeitet werden. Hierbei besteht der Nachteil, daß der apparative Aufwand um die Bedingung einzuhalten, unvermeidbar hoch ist.

Schließlich ist es auch bekannt, das Einsputtern erst nach Erreichen vorgegebener kleiner Restgaspartialdrücke zu beginnen, indem z. B. Wasser durch mit Flüssigstickstoff betriebene Kühlfallen ausgefroren wird, bzw. Wasser und die Reaktivgase Sauerstoff und Stickstoff durch Ti-Gettern gebunden werden (DD-PS 203 335). Auch dieses Verfahren erfordert bei großflächigen Targets eine Einsputterzeit von mehreren Stunden.

Ziel der Erfindung

Es sind die Mängel, die den bekannten Verfahren zum Vorsputtern anhaften, durch ein ökonomisches Verfahren zu beseitigen. Der apparative Aufwand soll nicht wesentlich erhöht werden.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Vorbehandeln von Aluminiumtargets zum Sputtern mit Plasmatronquellen zu schaffen, welche besonders bei großflächigen Targets eine kurze Einsputterzeit garantiert. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe nach Durchführung eines Ätzprozesses in 15%iger Kalilauge, wodurch die Oberfläche von Oxid befreit wird, dadurch gelöst, daß die dadurch entstandene metallisch blanke Oberfläche gleichmäßig mit einer Aluminiumoxidhydratschicht überzogen wird, indem das Target unter Vermeidung des direkten Luftzutritts zur Targetoberfläche für wenigstens drei Minuten in ein Wasserbad getaucht wird, wobei die Wassertemperatur vorzugsweise größer als 40°C sein sollte. Die auf diese Weise gebildete Aluminiumoxidhydratschicht läßt sich durch übliches Einsputtern überraschenderweise leicht aufbrechen, so daß die Betriebsbereitschaft der Plasmatronquellen schnell erreicht wird. Das Verfahren hat neben der kurzen Einsputterzeit noch den Vorteil, daß diese vorbehandelten Aluminiumtargets bis zu einigen Tagen in atmosphärischer Umgebung lagerbar sind, ohne daß ein Einfluß auf die Einsputterzeit genommen wird. Voraussetzung ist nur, daß die Aluminiumoxidhydratschicht nicht durch Öl, Fett, Handschweiß o. ä. verunreinigt wird.

Ausführungsbeispiel

Für die Herstellung von Spiegeln mittels Hochratezerstäuben werden Plasmatrons mit den Targetabmessungen $0,016 \times 0,16 \times 1,8 \text{ m}^3$ (Höhe \times Breite \times Länge) verwendet.

Die Targets werden aus gewalzten Aluminiumplatten geschnitten. Die weitere mechanische Bearbeitung beschränkt sich bei Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens auf das Hobeln der Kanten und das Bohren der Befestigungslöcher.

Nach einer groben Reinigung der Targets erfolgt der Ätzprozeß in 15%iger KOH. (Bei Targets mit Kühlkanal muß beachtet werden, daß dieser nicht mitgeätzt wird.) Die Ätzzeit richtet sich nach dem Oberflächenzustand. Sie beträgt durchschnittlich eine Stunde. Der Ätzprozeß ist abgeschlossen, wenn eine gleichmäßige, metallisch blanke Oberfläche erreicht ist. Unmittelbar aus dem Ätzbad werden die Targets in ein Wasserbad getaucht. Während der Überführung in das Wasserbad muß die Targetoberfläche mit Lauge benetzt bleiben, um einen direkten Luftzutritt zu verhindern. Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, wenn das Wasser auf 40°C oder mehr erwärmt ist. Die Verweilzeit im Wasserbad beträgt wenigstens drei Minuten. In der Regel werden die Targets nicht länger als 10 Minuten im Wasserbad belassen. Nach nochmaligem Abspülen mit Wasser und Trocknen an Luft können die Targets montiert werden. Das Wasserbad muß wegen der Verunreinigung mit Lauge regelmäßig erneuert werden. Die Einsputterzeit beträgt bei erfindungsgemäß vorbehandelten Targets der beschriebenen Abmessungen durchschnittlich nur noch 40 Minuten.