

Het aanbrengen van dunne lagen op substraten met behulp van opdamptechnieken

R.R. Gelsing, Faculteit Wis- en Natuurkunde Katholieke Universiteit Nijmegen

Op 5 november j.l. heeft de Sektie Glastechniek een symposium georganiseerd onder het motto 'Verbindingstechnieken'

Een aantal van de gehouden lezingen zullen nu en in de komende nummers van Mikroniek gepubliceerd worden

Er wordt ingegaan op de volgende onderwerpen:

- A) De historische ontwikkeling van de opdamptechnieken. En waarom we vacuüm nodig hebben voor het opdampen van materialen.
- B) Hoe opdampinstallaties zijn gebouwd en werken.
- C) De techniek van het verdampen van materialen in vacuüm.
- D) Enkele toepassingen van opgedampte dunne lagen.

Opmerkingen vooraf:

Het aanbrengen van dunne lagen het coaten
Dunnen lagen coatings
Opject, lens, glas, enz substraat

Laagdikten van dunne opgedampte lagen.

$D = 0 - 1000 - 10\ 000$ Ångstrom
 $1 \text{ Å} = 10^{-10}$ meter
 $1 \text{ nm} = 10^{-9}$ meter
 $D = 0 - 100 - 1000$ nm
 $1 \mu\text{m} = 10^{-6}$ meter
 $D = 0 - 0,1 - 1 \mu\text{m}$

Historisch overzicht van opdamptechnieken

De eerste opgedampte lagen zijn waarschijnlijk ontstaan bij experimenten die Faraday deed, toen hij metalen draden liet verbranden in een inerte atmosfeer. Dat was in 1857. Voor zover bekend, werden in 1912 in Duitsland, door Pohl en Pringsheim, metalen in hoogvacuüm opgedampt.

In de tijd die er op volgde, werd de vacuüm opdampmethode in laboratoria, met bescheiden hulpmiddelen, voor verschillende doeleinden toegepast.

Het opdamproces kreeg vrij plotseling een grote betekenis, toen het in 1935 bij Carl Zeiss in Jena lukte, door het thermisch verdampen van bepaalde fluïde verbindingen, reflectie verminderende dunne lagen aan te brengen op substraten.

Dat gebeurde in vacuüm opdampinstallaties die bestonden uit een kleine voorvacuüm pomp, een kwikdiffusie pomp met koelval, een glazen klok met be-

schermingskorf en een paar eenvoudige vacuümmeters

Na de tweede wereldoorlog begon de modernisering van de hoogvacuüm opdamapparatuur. Men ging over op oliediffusie pompen met een grote pompsnelheid. Glazen buizen en kranen verdwenen voor metalen leidingen en afsluiters. Er werden nu vacuüm afdichtingen gebruikt van speciaal ontwikkelde rubber-soorten, die een lage dampspanning hebben.

De Pirani manometer kwam voor het meten van het voorvacuüm. De Penning en Ionisatie manometer voor het meten van het hoogvacuüm.

Met deze opdamapparatuur, kan met steeds onder dezelfde omstandigheden werken en reproduceerbare resultaten bereiken

Dan bestaat er naast het opdampen in hoog vacuüm, nog een andere techniek om dunne lagen aan te brengen op substraten. Dat is de zogenaamde kathode verstuiving of sputteren.

Dit principe is al vanaf 1850 bekend. Omdat de kathode verstuiving óók in het vacuüm plaats vindt, en tegenwoordig veel gebruikt wordt voor het aanbrengen van dunne lagen op substraten, kom ik straks nog in het kort op dit principe terug.

Voordat we overgaan naar 'hoe opdampinstallaties zijn gebouwd en werken', moeten we eerst eens weten waarom we vacuüm nodig hebben voor het opdampen van materialen, en wat vacuüm eigenlijk is

Als we de druk in een afgesloten vat kleiner maken dan 1 atmosfeer, spreken we

van vacuüm. (1 atm. = 760 mmHg) Nu wordt de druk aanduiding 'atmosfeer' in de vacuümtechniek niet gebruikt. Daarvoor gebruiken we de aanduiding mm kwikdruk. (mmHg)

Vroeger is er een grove indeling gemaakt van de vacuümdruk gebieden.

Dat ziet er als volgt uit:

vacuüm	760 -- 1 mm Hg
voor vacuüm	1 -- 10^{-3} Hg
hoog vacuüm	10^{-3} -- 10^{-7} Hg
zeer hoog vacuüm	10^{-7} -- en lager

Dus als we het hebben over een hoogvacuümdruk van 10^{-6} mmHg, wil dat zeggen: 'dat de druk van een miljoenste millimeter af is van het absolute vacuüm'

Waarom hebben we vacuüm nodig voor het opdampen?

Om de volgende redenen.

'we willen het aantal luchtmoleculen in de opdamruimte sterk verminderen'.

Om een idee te geven hoeveel luchtmoleculen er nog aanwezig zijn in 1 cm^3 bij bepaalde vacuümdrukken, het volgende lijstje:

760 mmHg	$3 \cdot 10^{19}$
1 mmHg	$3 \cdot 10^{16}$
10^{-5} mmHg	$3 \cdot 10^{11}$

Bij een vacuüm druk van 10^{-5} mmHg zijn er nog ontstellend veel luchtmoleculen aanwezig, zoals u ziet. Maar dat is niet zo erg. Een ander verschijnsel doet zich voor bij het verminderen van de druk. Namelijk de gemiddelde vrije weglengte van de luchtmoleculen, wordt groter, bij het verlagen van de druk.

Wat is de gemiddelde vrije weglengte?

Tengevolge van de grote aantallen moleculen in 1 cm^3 , hebben deze moleculen veel botsingen met elkaar. Ze voeren allerlei zigzag bewegingen uit, en de wegafstanden die ze afleggen tot de volgende botsing, is langer als de gasdruk lager is. Deze afstanden noemt men de gemiddelde vrije weglengte van de moleculen. Om u een idee te geven hoeveel de gemiddelde vrije weglengte voor lucht moleculen is bij bepaalde vacuümdrukken, het volgende lijstje.

760 mmHg	$L = 6,6 \cdot 10^{-5}$ cm
1 mmHg	$L = 5 \cdot 10^{-3}$ cm
10^{-3} mmHg	$L = 5$ cm
10^{-4} mmHg	$L = 50$ cm
10^{-5} mmHg	$L = 500$ cm

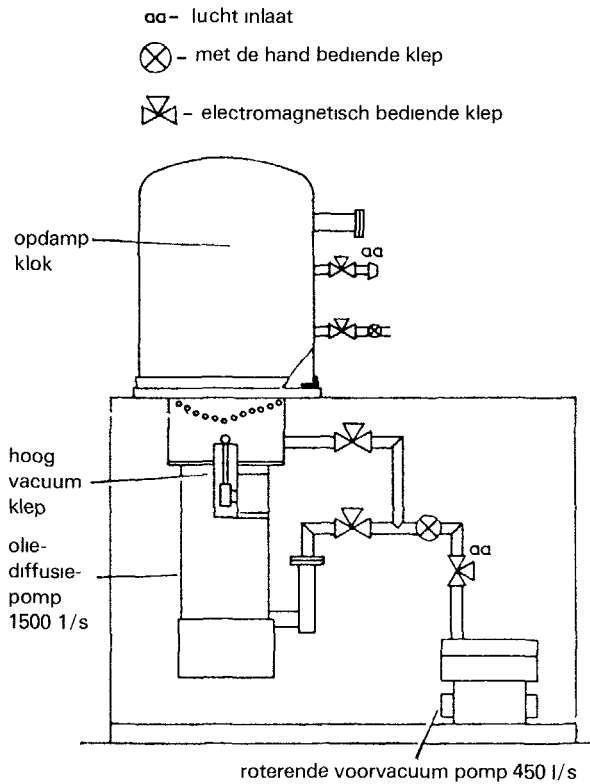
Door de druk in een afgesloten ruimte te verlagen, worden de gasmoleculen die dan nog aanwezig zijn, in staat gesteld grotere afstanden af te leggen, zonder met andere moleculen te botsen. Dit is een van de grote voordelen die het vacuüm opdampproces biedt.

Hoe opdampinstallaties zijn gebouwd en werken

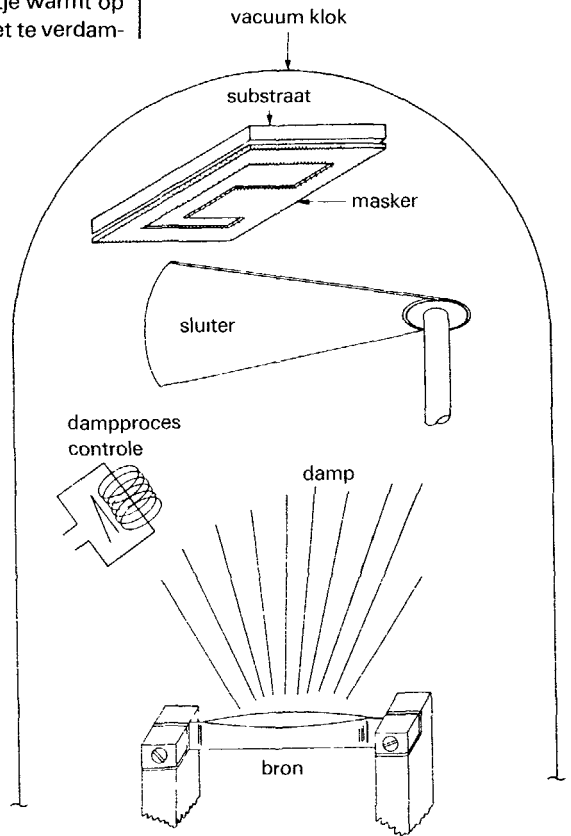
past. De materialen waarvan de schuitjes, draden, spiralen enz gemaakt zijn, moeten bij de opdamptemperaturen zelf een lage dampspanning hebben. Daarvoor wordt dan meestal wolfram, molybdeen, of tantaal gebruikt. Het te verdampen materiaal ligt in het schuitje. Door het schuitje wordt een stroom gestuurd; het schuitje warmt op en men gaat zo ver totdat het te verdam-

pen materiaal gaat smelten. Als het materiaal gesmolten is gaat het verdampen

3) *Verdamping door indirecte verwarming*
Boven het kroesje bevindt zich een verwarmings-spiraal. Door instraling op de te verdampen materialen worden ze ver-



Figuur 1 Schematische voorstelling van een opdampinstallatie



Figuur 2 Het opdampen van patronen via een masker

Techniek van het verdampen van materialen in vacuüm

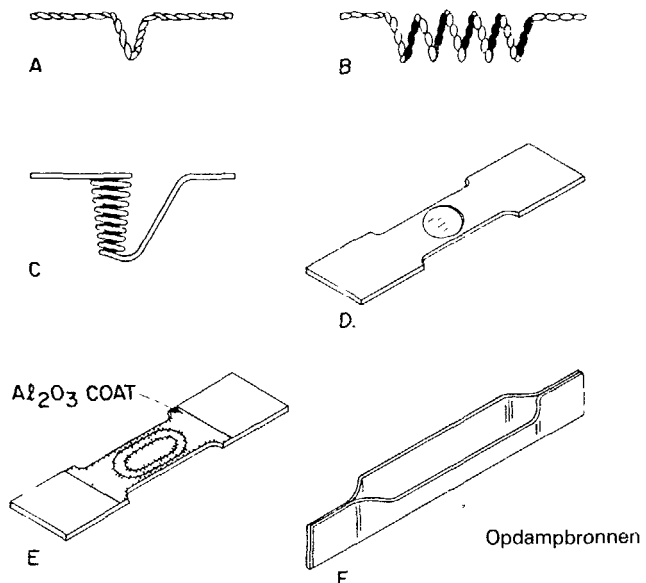
Er zijn een aantal methodes om materialen in opdampinstallaties te verdampen.

- 1) Weerstands verwarming van het te verdampen materiaal
- 2) Verdamping uit schuitjes, kroezen, enz.
- 3) Verdamping door indirecte verwarming
- 4) Verdamping door elektronenkanon

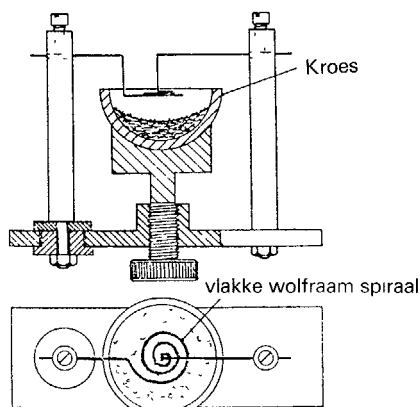
1) Weerstandsverwarming van het te verdampen materiaal

Materialen die elektrisch geleidend zijn en reeds bij temperaturen beneden het smeltpunt sublimeren, kunnen direkt op de stroombron aangesloten worden. Dat is bv. mogelijk met chroom. Deze techniek wordt echter weinig toegepast.

2) Verdamping uit schuitjes of kroesjes
Deze methode wordt zeer veel toege-



Figuur 3 Draad en metaalband-bronnen a haarspeld bron, b. draadsdraad, c. draadkorfje, d. folie met kultje, e. met Al₂O₃ gecoate folie met kultje, f schuitje

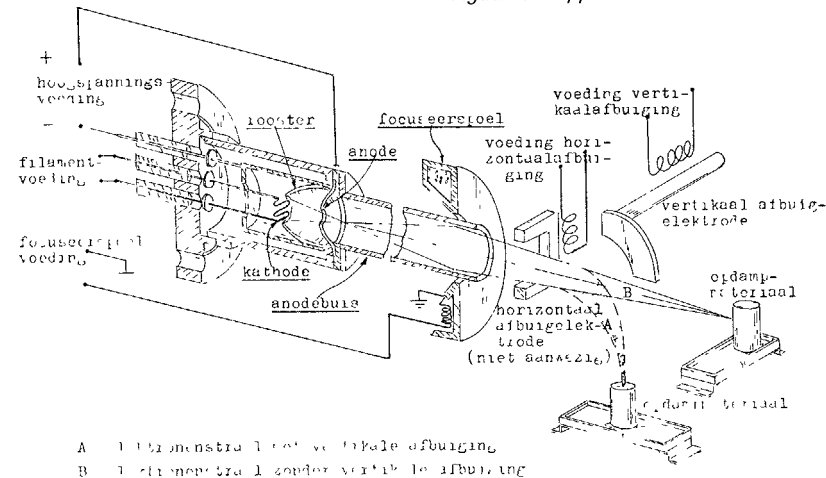


Figuur 4 Indirect verhitte bron

warmd en gaan dan verdampen. Deze methode is in het bijzonder aan te bevelen bij sublimerende stoffen, zoals bv. ZnS en SiO

4) Verdamping van materialen met behulp van een elektronenkanon.

Een gebundelde elektronenstraal uit een elektronenkanon, wordt op het te verdampen materiaal gericht.



Figuur 5 Schema van elektronenkanon type EAB-2

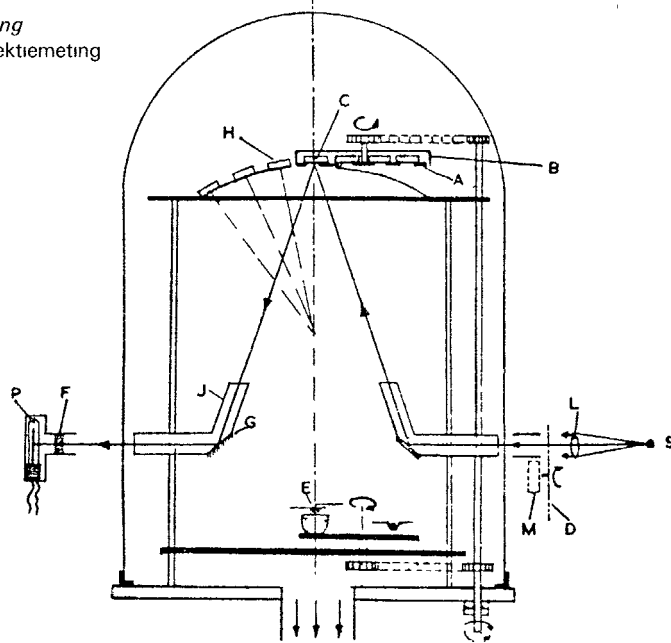
Laagdikte metingen

- A) Het verdampen van een afgestemde hoeveelheid materiaal
- B) Optische laagdikte meting, reflectie/transmissie
- C) Kwarts kristal laagdikte meting

A) Het verdampen van een afgestemde hoeveelheid materiaal. Het volledig verdampen van een door experimenten bepaalde hoeveelheid materiaal, is de eenvoudigste methode om lagen van een bepaalde dikte aan te brengen. Deze toepassing wordt veel gebruikt bij het vervaardigen van niet doorlaatbare

oppervlaktespiegels, van bijvoorbeeld Al, Ag en Au. B) Optische laagdikte meting: reflectie/transmissie

Meetopstelling van een reflectiemeting



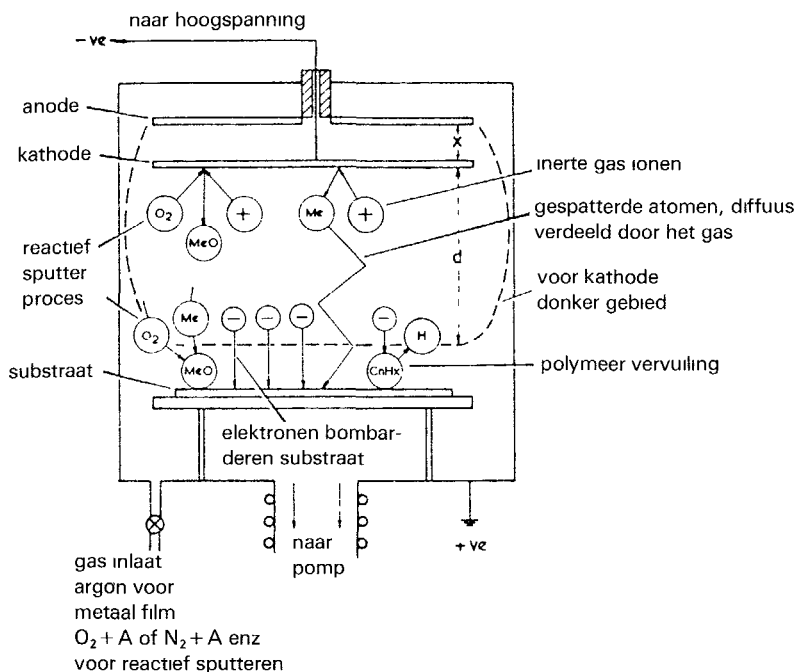
Figuur 6 Apparaat voor het beheerst opdampen van meerlaags dielectrische filters

men direct kan zien wat het resultaat wordt. Bij transmissiemetingen meet men door het substraat heen. Dan is het erg gemakkelijk om bijvoorbeeld een half doorlaatbare spiegel te maken.

C) Kwarts kristal laagdikte meting. Bij deze meetmethode hangt er vlak naast het substraat een kwarts kristal. Het kwarts kristal maakt deel uit van een elektrische trillingskring, waarvan de frequentie gemeten wordt. Op het kristal komt ook een opgedampde laag. De daaruit voortvloeiende massatoename, geeft een frequentie verandering. Deze frequentie verandering is een maat voor de laagdikte. Echter moet wel rekening gehouden worden met het soortelijk gewicht van het verdampde materiaal. De moderne kwarts laagdiktemeetapparatuur heeft een materiaalkeuze instelling, waarmee het soortelijk gewicht van het te verdampen materiaal ingesteld wordt. Men leest dan direct de laagdikte af in Ångstroms.

Kathode verstuing (sputteren)

Deze methode berust op het vrij maken van atomen door ladingsdragers in een gasontlading. Na het leegpompen van de klok, laat men een gecontroleerde hoeveelheid inert gas in, met liefst een hoog molecuul gewicht, bijvoorbeeld argon. De gas-



Figuur 7 *Conditie gedurende het sputter proces*

druk moet ongeveer 10^{-3} mmHg zijn. Het te verstuiven materiaal is de negatieve elektrode in een gelijkspanningsontlading. De argonionen treffen dit materiaal (ook wel target genoemd) met hoge snelheid. Door uitwisseling van kinetische energie, maken ze daaruit neutrale atomen los, met een vrij hoog rendement. Overigens sterk afhankelijk van het target materiaal.

Om het enigszins aanschouwelijk te maken: wanneer u met kiezelsteentjes (argonionen) hard tegen een gestuete muur gooit, vliegen de kalkbrokjes (targetatomen) er af. De vrij gemaakte atomen treffen het te coaten materiaal met een hoge snelheid, waardoor ze vaak beter hechten op het oppervlak, dan met de opdamppmethode het geval zou zijn. De sputtermethode is in zich tegenstrijdig. Enerzijds wil men veel argonionen, dus een grote gasdruk in de klok, anderzijds wil men, net als bij het opdampen de stroom atomen die de gewenste coating moeten vormen, niet hinderen; dus een lagere gasdruk.

We kunnen ons dus voorstellen dat het sputterproces minder gemakkelijk naar onze hand te zetten is, dan het opdampen. Bovendien is het proces ook sterk afhankelijk van het te versputteren materiaal.

Er zijn 2 belangrijke voordelen.

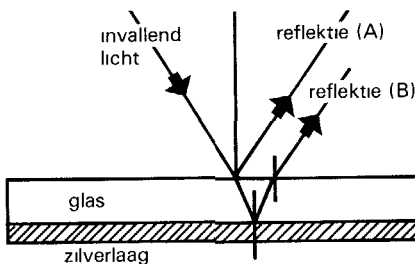
- De in het algemeen betere hechting van het materiaal op het te coaten oppervlak, door de hogere snelheid van de atomen, in vergelijking met het opdampen.
- Men kan mengsels en legeringen beter aanbrengen.

Voor elektronische microcircuits 'chips' is de sputtertechniek heel belangrijk. *Opdampen* en *sputteren* hebben dus beide hun bestaansrecht.

Toepassingen van opgedampte dunne lagen

Oppervlakte-spiegels.

Zoals u weet, hebben de goedkope huishoudspiegels een zilverlaagje aan de achterkant van het glas. Deze zilverlaag dient dan als reflectie laag. (fig 8)

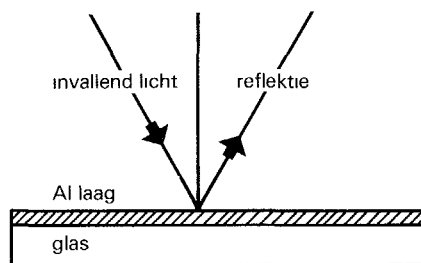


Figuur 8

Voor optische doeleinden is dit niet toepasbaar, in verband met de valse reflectie aan de voorkant van het glas.

Dit probleem kan voorkomen worden, door het metaal aan de voorkant van het glas aan te brengen (fig 9). Zilver kan hiervoor niet gebruikt worden, omdat het vrij snel aan de atmosfeer oxydeert. Men neemt dan aluminium. Dit materiaal wordt in de hoogvacuüm opdamppinstallatie verdampt. Het slaat dan neer op het te verspiegelen glasoppervlak.

De reflectie van een opgedampte Al laag is goed. Voor zichtbaar licht is de reflek-



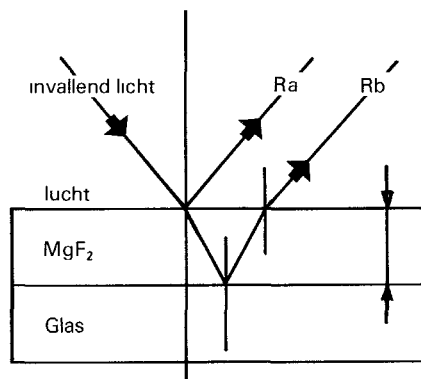
Figuur 9

tie ongeveer 90%. De rest wordt geabsorbeerd in de Al laag. De houdbaarheid van het opgedampte Al laagje in lucht is goed. Dit komt omdat zich op het Al een dun laagje Al-oxyde vormt, onder invloed van de zuurstof in de atmosfeer. Dit oxydelagje heeft een beschermende werking en tast de reflectie niet aan. Een nog grotere corrosiebestendigheid en hardheid van de Al laag wordt verkregen, door een silicium-oxyde laagje over het Al op te dampen.

Anti-reflektie coating

Ongecoate lensoppervlakken reflecteren ongeveer 4% van het opvallend licht. Omdat er twee glas-lucht vlakken zijn, zal een venster glas ongeveer 8% van het opvallend licht reflecteren.

Voor eenvoudige optiek, zoals brillenglazen zal dit niet zo'n bezwaar zijn. Het verlies aan doorgelaten licht van ongeveer 8%, kan het oog nauwelijks waarnemen. Wel is het vaak bezwaarlijk dat de gereflekteerde 8% licht op een of andere manier op de verkeerde plaats in het beeld terecht komt. Dit veroorzaakt overstraling, strooilicht, of ook wel valse beelden.



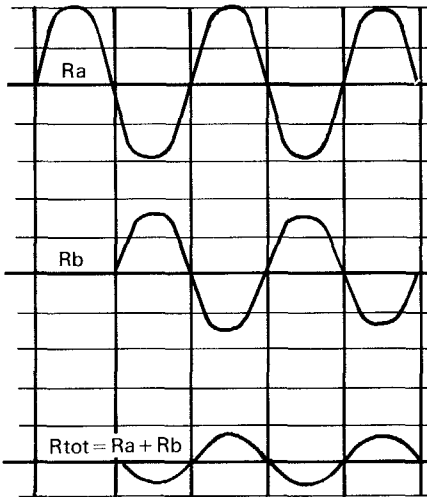
Figuur 10

De anti-reflektie coating heeft nu als doel deze valse reflectie zo goed mogelijk op te heffen. Hierdoor neemt het strooilicht sterk af, waardoor het beeldcontrast toeneemt.

Omdat de werking van de anti-reflektie coating op interferentie berust en niet op lichtabsorptie, gaat er in de anti-reflektie

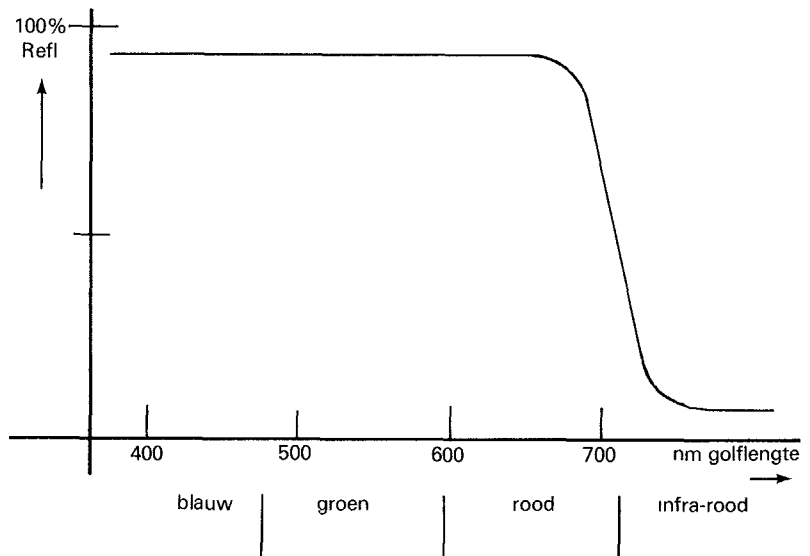
coating geen licht verloren. Het licht dat tengevolge van de werking van de coating niet wordt gereflekteerd, wordt daarom in de gewenste richting doorgelaten.

Als anti-reflektie coating wordt vaak MgF_2 gebruikt. De laagdikte zal rond de 1000 Å liggen. De MgF_2 laag wordt in een hoogvacuum opdaminstallatie op het substraat aangebracht.



Figuur 11

De werking van zo een anti-reflektie laag, kan op eenvoudige wijze worden verklaard aan de hand van de twee tekeningen. Bij loodrechte inval op het glasoppervlak van een lichtstraal, vallen Ra en Rb in elkaars verlengde. Er treedt nu interferentie op tussen Ra en Rb. Men maakt de laag een kwart golflengte dik. Omdat Rb de laag twee maal doorlopen heeft, alvorens te interfereren met Ra, is hij een halve golflengte achter op Ra. Daardoor valt het golfdal van Ra samen met de golfberg van Rb, zodat Ra en Rb door de interferentie elkaar tegenwer-



Figuur 12

ken. De resulterende reflectie van Ra en Rb samen R_{tot} , is daardoor verminderd. In het hierboven omschreven geval is de reflectie van het glasoppervlak minimaal bij die golflengte, waarvoor de laag inderdaad een kwart golflengte dik is. Dit kan uiteraard maar voor één golflengte, dus voor een spektrale kleur van het licht het geval zijn. Deze golflengte kiest men meestal in het groen, omdat ons oog daarvoor het gevoeligst is. Andere golflengte-gebieden, rood aan de langgolvlige en blauw aan de kortgolvlige kant, ondervinden ook reflectie vermindering, maar minder uitgesproken. Daardoor is de restreflectie van een met MgF_2 gecoat glasoppervlak blauw of paarsachtig.

Dichroïtische spiegel

Voorbeeld: koudlicht spiegel (dichroïtische spiegel)

Deze spiegel reflekteert het zichtbare licht, maar laat het aangrenzende infra-

rode gebied (met een golflengte groter dan 700 nm) door. Omdat gloeilampen relatief veel energie (dus warmte) in het infra-rode gebied uitzenden, is dit een effectieve manier om het licht dat gewenst is, te scheiden van de onzichtbare warmte straling die ongewenst is. Zo'n lampspiegel combinatie wordt bv. toegepast in diaprojektoren.

Deze spiegels bestaan uit een lagen pakket van meerdere $\frac{1}{4} \lambda$ lagen.

Andere toepassingen van dunne opgedampte lagen:

koplamp-reflektoren voor auto's
fototoestellen anti-reflektie coatings
brillen anti-reflektie coatings
transparante elektrisch geleidende coatings, op bv. cockpit vensters voor vliegtuigen, anti-condens en anti-ijsvorming.