

Herstellung von Glasbeschichtungen mittels Vakuumlichtbogenabscheidung

B. B. Straumal¹⁻³, N. F. Vershinin², A. V. Kazakevich⁴, W. Gust¹

¹ *Institut für Metallkunde, Seestr. 92, D-70174 Stuttgart, Germany*

² *I.V.T. Ltd. (Institute for Vacuum Technology), P.O. Box 47, Moscow, 109180 Russia*

³ *Institute of Solid State Physics, Chernogolovka, 142432 Russia*

⁴ *Institute of Steel and Alloys (Technical University), Moscow, Leninsky prosp. 4, 117049 Russia*

Die Herstellung von beschichteten großflächigen Glasscheiben ist von großem technologischen Interesse. Ein neues Verfahren zur Herstellung solcher Scheiben ist die **Vakuumlichtbogenabscheidung** (vacuum arc deposition), die sich prinzipiell von dem üblichen Magnetron-Sputtering unterscheidet [1]. Eine erste wichtige Anwendung fand diese Technologie in den 70er Jahren zur Herstellung harter TiN-Beschichtungen für die Werkzeugindustrie [2, 3]. Einer zweiter breiter Anwendungsbereich wurde in den 80er Jahren die diamantähnliche Beschichtung der Videorecorderköpfe [1]. In der jüngsten Zeit wird die Vakuumlichtbogenabscheidung intensiv für die Herstellung von Materialien für die Bauindustrie verwendet [4, 5].

Da der Vakuumlichtbogen im Plasma des zu verdampfenden Kathodenmaterials brennt, ergeben sich einige **Besonderheiten**, die vorteilhaft ausgenutzt werden können. Die *Abscheidungsgeschwindigkeit* ist hoch und hängt nicht vom Sputterkoeffizienten des Kathodenmaterials ab. Deswegen können auch Beschichtungen aus solchen Materialien hergestellt werden (wie z.B. Blei oder ferromagnetische Metalle), die schwer mit herkömmlichen Methoden (wie z.B. Magnetronsputtern) abgeschieden werden können [6, 7]. Die Abscheidungsgeschwindigkeit verringert sich nur langsam mit zunehmendem Abstand des Substrats von der Kathode und hängt nicht stark von der Orientation des Substrats ab [8]. Dies erleichtert die *Beschichtung von dreidimensionalen Teilen*. Die *Oberflächenrauigkeit* kann bei Vakuumlichtbogenabscheidung in einem breiten Intervall gezielt geändert werden [9, 10]. Wenn mehrere Vakuumlichtbogenquellen gleichzeitig verwendet werden, können *Multikomponentenschichten* (je nach Anzahl der Quellen) abgeschieden werden. Die Zusammensetzung einer Beschichtung kann während des Abscheidungs Vorgangs gezielt geändert werden. Dies ermöglicht die Herstellung von *Gradientenbeschichtungen* [6]. Die niedrige *Substrattemperatur* während der Abscheidung ermöglicht die Beschichtung von Polymeren, Holz, Papier und lackierten Oberflächen. Die Verwendung von reaktiven Gasen erlaubt die Abscheidung von Nitriden, Oxiden, Carbiden, etc.

Für die Vakuumlichtbogenabscheidung wird die von der Fa. SONG Ltd. gebaute **Anlage** "Nikolai" verwendet. Sie hat folgende Parameter: Abmessungen 6000×3000×3000 mm; Masse 15500 kg; maximales Vakuum 5×10^{-4} Pa; maximale Abmessungen des zu beschichtenden Plattenmaterials 2100×1300×8 mm; maximale Abmessungen des zu beschichtenden Rollenmaterials 400×1400 mm; Produktivität bei Beschichtung von 30 Glasscheiben je Arbeitszyklus mit den Abmessungen 2100×1300×8 mm bis 1000 m²/Monat; Produktivität bei Beschichtung von Rollenmaterial 1 m²/min.

Mit dieser Anlage werden Glasscheiben für Fenster sowie Innen- und Außendekoration mit **TiN**, **TiO₂** und **Ti** beschichtet. Die hohe Abscheidungsgeschwindigkeit macht die Produktion sehr preiswert. Die mittels Vakuumlichtbogen abgeschiedenen Filme enthalten aber bekanntermaßen Mikroteilchen des Kathodenmaterials [1]. Bei Produktion von metallischen Beschichtungen (z.B. Ti) für Spiegel erhöhen diese Teilchen zusätzlich die Abscheidungsgeschwindigkeit. Bei durchlässigen Schichten und TiN- bzw. TiO₂-Beschichtungen können die Ti-Teilchen die Qualität des Produkts mindern. Jedoch nimmt die Konzentration der Teilchen mit zunehmendem Abstand von der Kathode schneller ab als die Abscheidungsgeschwindigkeit [9]. Deswegen lassen sich die Konzentration der Teilchen und die Abscheidungsgeschwindigkeit so optimieren, daß die Teilchen das optische Aussehen des Baumaterials nicht stören und die Produktivität der Anlage hoch genug bleibt.

Die Vakuumlichtbogenabscheidung ermöglicht eine extrem gleichmäßige Beschichtung von großflächigen Scheiben. Die Variation der Schichtdicke liegt unter 5%. Dies erlaubt auch, Glasscheiben mit **farbigen Beschichtungen** zu produzieren. Nicht nur die natürlichen Farben von Titannitrid (hellbraun) bzw. Titandioxid (hellblau) sind möglich, sondern auch Farben, die durch Interferenz verursacht werden (z.B. grün, lilarot, purpurrot, strohgelb, dunkelblau, usw.). Farbige Beschichtungen erweitern stark die Materialpalette, die einem Architekten bei seiner Arbeit zur Verfügung steht. Solche Glasscheiben wurden in den letzten Jahren in mehreren Gebäuden in Moskau und Umgebung für Fenster, sowie Innen- und Außendekoration verwendet (z.B. im Palace-Hotel und McDonalds-Gebäude in der Tverskaja Street in Moskau).

Die niedrige Substrattemperatur erlaubt **Schablonenbeschichtung** von Glasscheiben, wobei eine Polymerschablone zwischen Kathode und Glasscheibe positioniert wird. So lassen sich beliebige Muster aus TiN- bzw. TiO₂-Beschichtung herstellen. Als Schablone wird normalerweise einfaches Kapronmaterial verwendet. Es können auch verschiedene **Polymere** beschichtet werden.

Die Vakuumlichtbogenabscheidung ermöglicht auch die Entwicklung **anderer Erzeugnisse** auf der Basis von beschichtetem Glas, zum Beispiel farbige Glasscheiben für Autos, metallische Muster als Heizungselement von Autoheckscheiben, wärmesparende Beschichtungen für Fensterscheiben und diamantähnliche großflächige Beschichtungen.

Die **Korrosionsbeständigkeit** der mittels Vakuumlichtbogenabscheidung hergestellten TiN-Glasbeschichtungen [6] ist deutlich höher als von TiN-Filmen die mit Hilfe von *reactive direct current sputtering* [11] oder *plasma-assisted chemical vapor deposition* [12] abgeschieden wurden. Die Korrosionsbeständigkeit von TiN und TiO₂ übertrifft die Korrosionsbeständigkeit von Edelstahl. Dabei ist TiN immer beständiger als TiO₂. Dies macht farbige Interferenzbeschichtungen (die hauptsächlich TiO₂ enthalten) korrosionsanfälliger als TiN-Filme. Die Korrosionsbeständigkeit einer TiN-Schablonenbeschichtung ist mit der einer normalen TiN-Beschichtung vergleichbar, d.h., die Kanten zwischen beschichtetem und unbeschichtetem Glas in der Schablonenbeschichtung erhöhen nur unwesentlich die Korrosionsanfälligkeit.

Für die Qualität der Beschichtungen, und vor allem für eine gute Adhäsion ist die Obeflächensauberkeit vor der Abscheidung sehr wichtig. Für das Ionensputtern werden normalerweise Kaufmann-Ionenquellen benutzt [13]. Deren Anwendungsbereich ist aber durch innere Konstruktionsbesonderheiten limitiert [14]. Deswegen wurde für die **Vorbereitung (Ionenätzung) von großflächigen Substraten** ein Hall-Entladungsbeschleuniger entwickelt [5]. Diese Ionenquelle hat eine große Apertur (1400 mm) und eine hohe Leistung (bis 10 kW). Für die Ionenätzung kann Argon, Sauerstoff, Stickstoff oder Kohlenstoffdioxid verwendet werden. Bei Ar-Ätzung beträgt die Ätzungsgeschwindigkeit 7,5 nm/min für Glas und 100 nm/min für Poly(methyl)metacrylat. Bei der Produktion wird eine etwa 2 nm dicke Schicht von der Glasoberfläche abgesputtert. Es wurde auch festgestellt, daß sich die Härte von Al-Blech bei Ionenätzung nur unwesentlich ändert.

Die entwickelte Vakuumlichtbogentechnologie und die zugehörige Apparatur erlauben **vielfältige Anwendungen**. Dazu gehören mit TiN und Au/TiN beschichtete Edelstahlbleche und Edelstahlstangen, die in Moskau beim Wiederaufbau der Christus-Kathedrale, bei der Konstruktion des neuen Dachs des Luzhniki-Olympia-Stadions (über 2000 m²), bei der Renovierung des Großen Palastes im Kreml und bei der Errichtung des Denkmals von Peter dem Großen verwendet wurden.

Die Autoren bedanken sich für finanzielle Unterstützung beim Bundesministerium für Bildung, Forschung und Technologie (Projekt BMBF 03N9004), NATO Linkage Grants Programm (Projekt HTECH.LG.970342), Copernicus Netzwerk ERBIC15 CT98 0815 und Russian Ministry for Science and Technology (Programm Isopress-Inter).

Literatur

1. R. L. Boxman, P. J. Martin, D. M. Sanders (eds.), Handbook of Vacuum Arc Science and Technology, Noyes Publications, Park Ridge, NJ (1995) p. 367.
2. A. Matthews, *Surf. Eng.* **1** (1985) 93.
3. T. Arai, H. Fujita, K. Oguri, *Thin Solid Films* **165** (1988) 139.
4. B. Straumal, N. Vershinin, K. Filonov, R. Dimitriou, W. Gust, *Thin Solid Films* (in press).
5. N. Vershinin, B. Straumal, K. Filonov, W. Gust, R. Dimitriou, M. Benmalek, *Thin Solid Films* (in press).
6. B. B. Straumal, W. Gust, N. F. Vershinin, M. Friesel, M. Willander, *Surf. Coat. Techn.* **100–101** (1998) 316.
7. B. B. Straumal, W. Gust, N. F. Vershinin, T. Watanabe, Y. Igarashi, X. Zhao, *Thin Solid Films* **319** (1998) 124.
8. N. F. Vershinin, B. Straumal, W. Gust, *J. Vac. Sci. Technol. A* **14** (1996) 3252.
9. B. Straumal, N. Vershinin, V. Semenov, V. Sursaeva, W. Gust, *Defect Diff. Forum* **143–147** (1997) 1637.
10. B. B. Straumal, W. Gust, N. F. Vershinin, V. G. Glebovsky, H. Brongersma, R. Faulkner *Nuclear Instr. & Methods in Physics Res. B*, **122** (1997) 594.
11. Y. Massiani, A. Medjahed, P. Gravier, L. Argème, L. Fedrizzi, *Thin Solid Films* **191** (1990) 305.
12. E. Lunarska, J. Michalsky, *J. Mater. Sci.* **30** (1995) 4125.
13. H. R. Kaufman, J. M. E. Harper, J. J. Cuomo, *J. Vac. Sci. Technol.* **21** (1982) 725, 764.
14. H. R. Kaufman, *J. Vac. Sci. Technol. A* **4** (1986) 764.