

(19)



Deutsches  
Patent- und Markenamt



(10) **DE 11 2005 001 190 B4** 2014.02.13

(12)

## Patentschrift

(21) Deutsches Aktenzeichen: **11 2005 001 190.9**  
 (86) PCT-Aktenzeichen: **PCT/LV2005/000005**  
 (87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: **WO 2005/116290**  
 (86) PCT-Anmeldetag: **26.05.2005**  
 (87) PCT-Veröffentlichungstag: **08.12.2005**  
 (43) Veröffentlichungstag der PCT Anmeldung  
 in deutscher Übersetzung: **19.04.2007**  
 (45) Veröffentlichungstag  
 der Patenterteilung: **13.02.2014**

(51) Int Cl.: **C23C 14/56 (2006.01)**  
**C23C 14/54 (2006.01)**  
**C23C 14/52 (2006.01)**  
**C23C 14/24 (2006.01)**  
**H02K 44/00 (2006.01)**

Innerhalb von neun Monaten nach Veröffentlichung der Patenterteilung kann nach § 59 Patentgesetz gegen das Patent Einspruch erhoben werden. Der Einspruch ist schriftlich zu erklären und zu begründen. Innerhalb der Einspruchsfrist ist eine Einspruchsgebühr in Höhe von 200 Euro zu entrichten (§ 6 Patentkostengesetz in Verbindung mit der Anlage zu § 2 Abs. 1 Patentkostengesetz).

(30) Unionspriorität:

**P-04-63**                      **27.05.2004**    **LV**

(73) Patentinhaber:

**Sidrabe Inc., Riga, LV**

(74) Vertreter:

**Jeck · Fleck · Herrmann Patentanwälte, 71665,  
Vaihingen, DE**

(72) Erfinder:

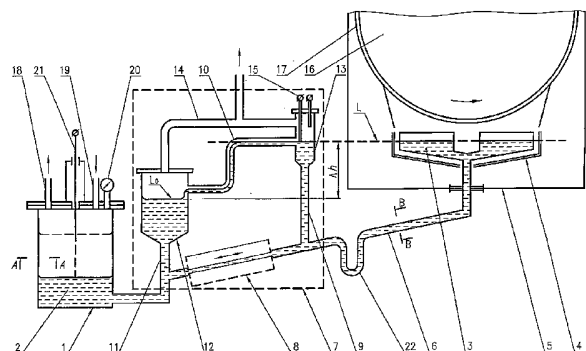
**Yadin, Edgars, Jurmala, LV; Pipkevics, Grigorijs,  
Riga, LV; Zeilia, Roberts, Riga, LV**

(56) Ermittelter Stand der Technik:

<b>US</b>	<b>5 054 750</b>	<b>A</b>
<b>JP</b>	<b>S62- 267 470</b>	<b>A</b>

(54) Bezeichnung: **Vorrichtung zur Vakuumbeschichtung durch Metall- oder Legierungsverdampfung und Verfahren mit derartiger Vorrichtung**

(57) Hauptanspruch: Vorrichtung zur Vakuumbeschichtung durch Metall- oder Legierungsverdampfung, wobei das Metall oder die Legierung in einem Schmelztiegel (1) außerhalb einer Vakuumkammer (5) geschmolzen wird, wobei das geschmolzene Metall (2) über eine magnetohydrodynamische MHD-Pumpe (8) einem in der Vakuumkammer (5) angeordneten Verdampfer (4) zuführbar ist und der Pegel (L) der Schmelze im Verdampfer (4) während der Verdampfung konstant gehalten ist, dadurch gekennzeichnet, dass zwischen dem Schmelztiegel (1) und dem Verdampfer (4) in der Vakuumkammer (5) ein Kreislauf (7) angeordnet ist, der eine erste Flüssigmetalleitung (6) aufweist, die über die MHD-Pumpe (8) den Schmelztiegel (1) mit dem Verdampfer (4) verbindet, dass vor der MDH-Pumpe (8) über eine Flüssigmetalleitung (11) ein Vorratsbehälter (12) angeschlossen ist, der über eine Flüssigmetalleitung (10) mit einem Ausdehnbehälter (13) verbunden ist, dass nach der MHD-Pumpe (8) über eine Flüssigmetalleitung (9) der Ausdehnbehälter (13) angeschlossen ist, dass ein erster Füllstandsgeber (15) den Pegel (L) für den Verdampfer (4) und ein zweiter Füllstandsgeber (15) den maximalen Pegel im Ausdehnbehälter (13) vorgeben und dass in beiden Pegelständen der Ausdehnbehälter (13) über die Flüssigmetalleitungen (9, 10) mit dem Vorratsbehälter (12) verbunden ist.



**Beschreibung**

**[0001]** Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Vakuumbeschichtung durch Metall- und Legierungsverdampfung nach dem Oberbegriff des Anspruchs 1 und ein Verfahren mit einer derartigen Vorrichtung.

**[0002]** Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Vakuumbeschichtung, hauptsächlich von Rollensubstraten, durch thermische Verdampfung von Metallen und Legierungen in einer kommerziellen Ausrüstung im Dauerbetrieb oder halbkontinuierlichen Betrieb.

**[0003]** Verfahren und Vorrichtungen zur Verdampfung von Materialien für die Beschichtung von korrosionsbeständigen Schichten in der Metallurgie, aktive Schichten in der Herstellung chemischer Quellen, verschiedene funktionelle Schichten in der Elektronik sowie auch andere technische Bereiche werden intensiv erforscht. Für diese Zwecke werden vor allem Metalle und Legierungen, wie Zink, Magnesium, Cadmium, Indium und Zink-Magnesium verwendet.

**[0004]** In industriellen Prozessen ist eine ununterbrochene Verdampfung von großen Mengen dieser Metalle, die in Dutzenden von Kilogramm und manchmal in hundert Kilogramm bemessen werden, sehr wichtig. Es ist nicht einfach, solche Mengen an verdampfenden Materialien bei der Verdampfungstemperatur im Innern einer Vakuumkammer aufrecht zu erhalten (gewöhnlich ist die Temperatur nicht unter 500°C).

**[0005]** Deswegen kommt es hier zu dem Problem, dass das zu verdampfende Material in die Kammer über einen längeren Zeitraum kontinuierlich zugeführt werden kann, ohne dass es zu einer Vakuumunterbrechung kommt.

**[0006]** Gut bekannte Methoden der Zuführung der Materialien, wie zum Beispiel Ingots, Drähte, Granulat oder Pulver, sind bei der Lösung eines solchen Problems nur von geringem Nutzen. Es geht darum, dass, wenn die Substanz in Form von Pulver oder Granulat direkt in der Verdampfungsvorrichtung ankommt, eine schnelle Erwärmung der Substanz auf die Verdampfungstemperatur erfolgt, die mit der Freisetzung von Gasen verbunden ist, die auf der Oberfläche und im Innern der Pulverpartikel und des Granulats absorbiert und aufgelöst werden. Das hat eine negative Auswirkung auf die Qualität der Beschichtungen, insbesondere bei aktiven Metallen, wie etwa Lithium. Das Zuführen der Substanz in Form von Drähten oder Ingots ist auch mit der Freisetzung von Gasen verbunden, wenn auch nur in einem geringeren Maße. Davon abgesehen, sollten die Beschichtungsprozesse zwangsweise zur Wiederauffüllung des Vorrats an Drähten und Ingots unterbrochen werden.

**[0007]** Die Vorrichtungen und Verfahren zur Zuführung der Substanz im Flüssigzustand in die Verdampfungsvorrichtung weisen im Wesentlichen die oben genannten Nachteile auf. Die Vorteile der Wiederauffüllung des Verdampfers mit Flüssigmetallen können am besten bei der Verdampfung von niedrigen Schmelzpunktmetallen, wie beispielsweise Lithium, Indium, Zink, Cadmium und teilweise auch Magnesium, umgesetzt werden.

**[0008]** In der russischen Patentanmeldung RU 93026154 A von G. Goncharov vom 27.12.1996 ist eine Vorrichtung zum Zuführen von Flüssigmetallen offenbart. Die Vorrichtung enthält einen Metallschmelzofen, der an der Außenseite mit einer Vakuumkammer versehen ist, eine Verdampfungsvorrichtung, die sich im Innern der Vakuumkammer befindet, und eine Leitung, die den Ofen und die Verdampfungsvorrichtung verbindet.

**[0009]** Das flüssige Metall im Ofen steht unter atmosphärischem Druck. Die Zuführung des flüssigen Metalls in den Verdampfer erfolgt durch den Druckunterschied zwischen der Vakuumkammer und der Umgebung. Bestimmend für den Metallpegel im Verdampfer ist erstens das Gleichgewicht zwischen der Summe des atmosphärischen Drucks und des Metallsäulendrucks im Schmelzofen und zweitens das Gleichgewicht zwischen dem Metallsäulendruck in der Zuführungsleitung und dem Verdampfer.

**[0010]** Während die Verdampfungsvorrichtung in Betrieb ist, ohne die Wiederauffüllung von Substanzen im Schmelztiegel, sinkt der Schmelzpegel sowohl im Tiegelofen wie auch in der Verdampfungsvorrichtung. Dies verursacht in der bekannten Vorrichtung einen Rückgang der Produktivität des Verdampfers, weil ein Teil des erzeugten Dampfes an den Wänden des Verdampfungstiegels kondensiert und nicht direkt auf das Substrat gelangt. Infolgedessen geht die Verdampfungsrate je nach Metallverbrauch und Änderung des Metallpegels im Verdampfer herunter; dabei wird sich die Schichtdicke (Kunststoffolie oder Metallfolie) des Substrats entlang verändern.

**[0011]** Obwohl der Erfinder der genannten Patentanmeldung einen Stabilisator des Schmelzpegels in der Verdampfungsvorrichtung erwähnt, scheinen jedoch die Möglichkeiten dieses Stabilisators eher begrenzt zu sein.

**[0012]** Es ist wichtig zu betonen, dass Anreicherungssysteme, die auf der Luftdrucktätigkeit basieren, stark durch die Dichte der benutzten Metalle begrenzt sind. Demnach sollte der Schmelzpegelunterschied im Schmelztiegel und in der Verdampfungsvorrichtung bei der Zuführung von Zink, Indium und Cadmium, nicht kleiner als 2,0–2,5 m sein, beim Magnesium sollten es 6 m sein, während es beim Lithium 16 m (!) sein sollten. Abgesehen davon, ist jeglicher

Kontakt zwischen Metall und Atmosphäre wegen der Metalloxidation und der Ansammlung von Schlacken unerwünscht, und für Lithium ist ein solcher Kontakt wegen seiner sofortigen Zündung völlig unzulässig.

**[0013]** Eine andere Lösung des Problems der Flüssigmetallzuführung basiert auf der Beseitigung des Kontakts zwischen dem Flüssigmetall und der atmosphärischen Luft im Schmelztiegel mittels dessen Abdichtung und Auspumpen. Dies ermöglicht, die gesamten Abmessungen des Zuführungssystems zu verringern, und verbessert die Reinheit der Schmelze im Schmelztiegel. Beispielsweise ist eine solche Vorrichtung im Referat von E. Yadin mit dem Titel „Deposition of Coatings or Free Foils of Sublimating Metals“, SVC, 40. Technische Konferenz 1997, S. 390–393, beschrieben. In dieser Vorrichtung wird das flüssige Magnesium aus dem Schmelztiegel in die Verdampfungsvorrichtung so zugeführt, dass das Abpumpen der Zwischenräume über den Schmelzen im Schmelztiegel gesperrt wird und zugleich auch der gesteuerte Einlass von Edelgas in den Zwischenraum realisiert wird. Die Erfahrung beim Betrieb der Vorrichtung des Anmelders der vorliegenden Patentanmeldung hat gezeigt, dass das Befechten der Wände der Flüssigmetalleitung und das Verdampfungselement sich nur bei einer relativ kleinen Temperaturänderung der Flüssigmetalleitung und des Elements ändern. Deshalb ist es notwendig, den Edelgasdruck im Schmelztiegel mit großer Genauigkeit anzupassen und aufrechtzuerhalten, um die Überfüllung der Verdampfungsvorrichtung auszuschließen. Dies erfordert in nachteiliger Weise eine Änderung und die Anwendung komplizierter Regelungssysteme.

**[0014]** Andere Lösungen basieren auf der Bestimmung des Schmelzpegels im Verdampfer über die Aufrechterhaltung des Schmelzpegels im Schmelztiegel mit mechanischen Mitteln, wenn der Verdampfer und der genannte Tiegel miteinander verbunden sind.

**[0015]** Auf diese Weise ist das Verfahren der japanischen Offenlegungsschrift JP 62-267470 A von Sekiguchi Yasuaki vom 20.11.1987 beschrieben, bei der es um ein Verfahren der Zuführung von flüssigem Metall über das Anheben des Schmelzofens geht, der von einem Schmelzpegelsensor im Verdampfer überwacht wird. In der Regel sollte der Schmelzofen eine große Metallreserve haben, ausreichend für die Ausführung von langfristigen Verdampfungszyklen, beispielsweise während einer oder mehrerer Arbeitsschichten. Durch das hohe Gewicht des Schmelzofens wiederum entstehen große Probleme durch Anheben des Schmelzofens, genauso wie bei der Einstellung und Aufrechterhaltung des Schmelzpegels im Verdampfer.

**[0016]** Eine technische Lösung, die auf der Aufrechterhaltung des Schmelzpegels im Verdampfer mit mechanischen Mitteln basiert, ist veröffentlicht in der japanischen Offenlegungsschrift JP 09-053173 A von Fukui Yasushi et al vom 25.02.1997 mit dem Titel „Verfahren der beständigen Zuführung von Metallschmelzen“ und wird als relevanter Stand der Technik angesehen.

**[0017]** Gemäß dieser Offenlegungsschrift ist eine Vorrichtung vorgesehen, die einen Schmelztiegel, eine Flüssigmetalleitung, einen in einer Vakuumkammer angebrachten Verdampfer, eine Instrumentenausrüstung zur Messung des Schmelzpegels im Verdampfer, einen in die Schmelze des Schmelztiegels getauchten Körper, Einrichtungen des Verdampfers zur Überwachung des Schmelzpegels und Einrichtungen zur Überwachung der Tiefe des getauchten Körpers aufweist. Während die verdampfte Substanz verbraucht wird, wird der genannte Körper gemäß den Signalen der Instrumentenausrüstung in die Schmelze getaucht, und dadurch verbleibt der Schmelzpegel im Schmelztiegel und dementsprechend auch im Verdampfer, der mit ihm über eine Flüssigmetalleitung verbunden ist, unveränderlich.

**[0018]** Diese bekannte, technische Lösung hat wesentliche Nachteile.

**[0019]** Es ist ziemlich offensichtlich, dass die Laufzeit eines solchen Systems durch das Volumen des getauchten Körpers begrenzt sind.

**[0020]** Nach dem Eintauchen des kompletten Körpers in die Schmelze ist es notwendig, den Prozess zu stoppen, den Körper in die Ausgangsposition hochzuheben, den Schmelztiegel mit den Resten des flüssigen Metalls abzukühlen, Luft einzulassen und den Tiegel mit einer neuen Metallmenge aufzufüllen.

**[0021]** Die Verwendung von Schmelzpegelsensoren im Verdampfer beim Stand der Technik ist ein weiterer Nachteil. Die direkte Überwachung des Schmelzpegels im Verdampfer, dessen Arbeitstemperatur über der Metallschmelzentemperatur liegt und dessen Umgebung mit Metaldämpfen gefüllt ist, erfordert einen speziellen Schutz der Sensoren durch die Verwendung von Materialien, die gegen solche Bedingungen widerstandsfähig sind.

**[0022]** Ein weiterer Nachteil beim Stand der Technik tritt durch das Verfahren auf, bei dem das Schmelzen und die Zuführung des Metalls aus dem gleichen Gefäß, und zwar aus dem Schmelztiegel, durchgeführt werden. Das bedeutet, dass einige Verunreinigungssubstanzen, wie etwa Oxide, Nitride und andere Verbindungen, aufgrund des mehrfachen Füllens des Schmelztiegels mit dem zu verdampfendem Metall angesammelt werden können. Die genannten Verun-

reinigungssubstanzen zusammen mit der Schmelze können in den Verdampfer und dann weiter auf das Substrat gelangen und somit die Beschichtungsqualität senken.

**[0023]** Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung besteht darin, die oben beschriebenen Nachteile zu vermeiden und eine Vorrichtung zur Vakuumbeschichtung bei konstanter Leistungsfähigkeit aufgrund der Konstanz des Schmelzpegels im Verdampfer und unabhängig von der verdampften Substanzmenge zu schaffen.

**[0024]** Die gestellte Aufgabe wird durch die Merkmale des Anspruchs 1 gelöst.

**[0025]** Die Erfindung geht von einer Vorrichtung zur Vakuumbeschichtung durch Metall- oder Legierungsverdampfung aus, wobei das Metall oder die Legierung in einem Schmelztiegel außerhalb einer Vakuumkammer geschmolzen wird, wobei das geschmolzene Metall über eine MHD-Pumpe einem in der Vakuumkammer angeordneten Verdampfer zuführbar ist und der Pegel der Schmelze im Verdampfer während der Verdampfung konstant gehalten ist.

**[0026]** Nach der Erfindung ist dabei vorgesehen, dass zwischen dem Schmelztiegel und dem Verdampfer in der Vakuumkammer ein Kreislauf angeordnet ist, der eine Flüssigmetalleitung aufweist, die über die MHD-Pumpe den Schmelztiegel mit dem Verdampfer verbindet, dass vor der MHD-Pumpe über eine Flüssigmetalleitung ein Vorratsbehälter angeschlossen ist, der über eine Flüssigmetalleitung mit einem Ausdehnbehälter verbunden ist, dass nach der MHD-Pumpe über eine Flüssigmetalleitung der Ausdehnbehälter angeschlossen ist, dass ein erster Füllstandsgeber den Pegel für den Verdampfer und ein zweiter Füllstandsgeber den maximalen Pegel im Ausdehnbehälter vorgeben und dass der Ausdehnbehälter über Flüssigmetalleitungen mit dem Vorratsbehälter verbunden ist.

**[0027]** Die Aufteilung der Vorgänge der Schmelzung und der unvollständigen Raffinierung der zu verdampfenden Metalle zusammen mit dem konstant gehaltenen Schmelzpegel im Verdampfertiegel ermöglichen, dass ein konstanter Druckkreislauf mit mehreren Schmelztiegeln realisiert werden kann, der dann regelmäßig für die Gesamtreinigung, insbesondere für die Entfernung von Schlacken und die angesammelten Verunreinigungen, außer Betrieb gesetzt werden kann. Dies alles geschieht, ohne dass der Betrieb des Verdampfungssystems unterbrochen wird.

**[0028]** Vorteilhafte Weiterbildungen der Vorrichtung und ein Verfahren, das mit der Vorrichtung arbeitet, sind den Unteransprüchen zu entnehmen.

**[0029]** Die Grundelemente und verschiedene Ausführungsbeispiele der Erfindung werden in den **Fig. 1** und **Fig. 2** dargestellt, während einige Elemente der technischen Ausführung in den **Fig. 3** und **Fig. 4** ausführlicher dargestellt sind. Es zeigen:

**[0030]** **Fig. 1** eine bevorzugte Ausführung der Erfindung,

**[0031]** **Fig. 2** eine alternative, vereinfachte Ausführung gemäß der Erfindung, bei der die Beschichtungszyklen relativ kurz sind und keine Notwendigkeit dafür besteht, dass es zu einer periodischen Anreicherung der Systeme mit flüssigem Metall kommt,

**[0032]** **Fig. 3** und **Fig. 4** Heiz- und Kühlsysteme der Flüssigmetalleitungen und die dazugehörigen Gefäße.

**[0033]** Die Vorrichtung gemäß der Erfindung enthält einen Schmelztiegel **1** mit zu verdampfendem, flüssigen Material (Flüssigmetall) **2**, einen oder mehrere Tiegel **3** einer Verdampfvorrichtung **4** in einer Vakuumkammer **5**, eine erhitzte Flüssigmetalleitung **6**, die den Schmelztiegel **1** mit der Verdampfvorrichtung **4** über den MHD-Kreislauf **7** mit statischem Schmelzdruck verbindet.

**[0034]** Der Kreislauf **7** ist mit einer MHD-Pumpe **8** versehen und enthält Abschnitte der Flüssigmetalleitung **6**, welche zu der MHD-Pumpe **8** führt, Flüssigmetalleitungen **9**, **10** und **11** führen zu einem geheizten Vorratsbehälter **12**, der vor der MHD-Pumpe **8** mit der Flüssigmetalleitung **11** an den Abschnitt der Flüssigmetalleitung **6** angeschlossen ist. Mit der Flüssigmetalleitung **10** ist der Ausdehnbehälter **13** angeschlossen, der mit der Flüssigmetalleitung **9** in Reihe liegt. Die Zwischenräume über den Schmelzen im Vorratsbehälter **12** und im Ausdehnbehälter **13** sind über eine Leitung **14** mit einem Vakuumpumpsystem (nicht gezeigt) verbunden. Im Ausdehnbehälter **13** sind zwei elektrische Sensoren **15** für den Schmelzpegel **L** angebracht. Der Schmelzpegel **L** im Ausdehnbehälter **13** und der Schmelzpegel **L** im Verdampfer **4** ist um  $\Delta h$  höher als der relative Schmelzpegel  $L_0$  im MHD-Kreislauf-Vorratsbehälter **12**; Dabei ist  $\Delta h$  der Arbeitsdruck der MHD-Pumpe **8**.

**[0035]** Bei der Vorrichtung gemäß der Erfindung ist ein Substratträger **16** in Form einer gekühlten, drehbaren Trommel vorhanden, während ein zu beschichtendes Substrat **17** ein Rollenmaterial ist, beispielsweise eine Polymerkunststoffolie oder eine Metallfolie, obwohl die Erfindung auch auf andere Arten von Substraten anwendbar ist, die eine andere Ausführung ihrer Befestigung und/oder Beförderung während des Beschichtungsprozesses haben.

**[0036]** Der Schmelztiegel **1** ist mit dem Vakuumpumpsystem (nicht gezeigt) über eine Abzweigleitung **18**

und mit einem Edelgas-Einlasssystem (beispielsweise Argon, nicht gezeigt) über eine Abzweigung **19** verbunden, und ist sowohl mit einem Druckgeber **20**, um den Druck in den Zwischenräumen über den Schmelzen zu messen, als auch mit einem Sensor **21** versehen, um den Schmelzpegel zu messen.

**[0037]** Die Flüssigmetalleitung **6** kann mit einem U-förmigen Bogenstück **22** und mit einem Steuersystem für ein Notkühlsystem (nicht gezeigt) als zusätzliches Sicherheitsmittel ausgestattet werden.

**[0038]** Wenn die Beschichtungszyklen relativ kurz sind, ist es nicht nötig, während des Zyklus die Ergänzung des Kreislaufs **7** mit statischem Schmelzdruck durch eine periodische Zufuhr der zu verdampfenden Metalle in den Schmelztiegel, wie es oben erläutert wurde, vorzunehmen. In diesem Fall könnte eine vereinfachte Ausführung der Vorrichtung angewendet werden, die in **Fig. 2** dargestellt ist. In dieser vereinfachten Ausführung ist der erhitzte Vorratsbehälter **12** des Kreislaufs **7** weggelassen, und anstelle des Vorratsbehälters **12** ist der Schmelztiegel **1** mit seinen Sensoren direkt im Kreislauf **7** angebracht. In diesem Fall ist der Ausdehnbehälter **13** mit dem Schmelztiegel **1** über eine Flüssigmetalleitung **10** verbunden, während die Leitung **14** die Zwischenräume über den Schmelzen im Schmelztiegel und im Ausdehnbehälter **13** im Vakuumpumpensystem verbindet.

**[0039]** Der Schmelztiegel **1**, der Vorratsbehälter **12** (wenn er verwendet wird) und die Flüssigmetalleitungen **9**, **10** und **11** werden mit Hilfe von allgemeinen Verfahren elektrisch beheizt. Abgesehen davon sind diese Elemente noch mit Luftkühlkanälen versehen, vorzugsweise in Form einer Luftschlange. Diese Luftkühlkanäle können auch flüssigkeitsdurchströmt sein. Die Herstellung solcher Kanäle ist viel komplizierter und manchmal aus Sicherheitsgründen völlig unannehmbar (beispielsweise bei einer Lithiumverdampfung). Bei Verwendung von Luftkühlkanälen ist es möglich, die Leistungsfähigkeit aufgrund der Verminderung der Ruhezeit zu erhöhen. Zur Vereinfachung sind die Heiz- und Kühlsysteme in den **Fig. 1** und **Fig. 2** nicht dargestellt.

**[0040]** Die **Fig. 3** zeigt einen Querschnitt AA (s. **Fig. 1** und **Fig. 2**) der Systeme der elektrischen Heizung und Luftkühlung des Schmelztiegels **1** und des Vorratsbehälters **12**. Das System enthält Wände **23** des Schmelztiegels **1** und des Vorratsbehälters **12**, eine Widerstandsheizung **24**, die von den Wänden **23** elektrisch isoliert ist, eine thermische Isolierung **25** und Luftkühlleitungen **26**.

**[0041]** Die **Fig. 4** zeigt einen Querschnitt BB (s. **Fig. 1** und **Fig. 2**) der Systeme der elektrischen Heizung und Luftkühlung der Flüssigmetalleitungen **9**, **10** und **11**. Das System enthält ein Flüssigmetall **2**,

Wände **27** der Flüssigmetalleitungen, einen Heizkörper **28**, eine thermische Isolierung **29**, Luftkühlleitungen **30** und Verbindungselemente **31** (beispielsweise Schweißverbindungen), die die Luftkühlleitungen mit den Flüssigmetalleitungen verbinden.

**[0042]** Die Vorrichtung arbeitet folgendermaßen.

**[0043]** Der Beschichtungszyklus beginnt nach dem Auffüllen des MHD-Kreislaufs **7** und des Vorratsbehälters **12** mit Metall **2** aus dem Schmelztiegel **1**. Während dieses Auffüllvorgangs ist es möglich, den Schmelztiegel **1** zu kühlen, ihn zu öffnen und die nächste Menge Metall dazu zu geben, ohne den Beschichtungszyklus zu unterbrechen. Natürlich ist es noch notwendig, vorher den Leitungsabschnitt zwischen dem Schmelztiegel **1** und dem MHD-Kreislauf **7** auf eine Temperatur abzukühlen, die unterhalb des Schmelzpunkts des Metalls liegt.

**[0044]** Der Schmelzpegel im Verdampfer **4** wird vom Sensor **15** im MHD-Kreislauf **7** überwacht, wobei die Schmelztemperatur nur 30–50°C über dem Schmelzpunkt liegt und sich dort praktisch keine Metaldämpfe befinden; auf diese Weise ist die Betriebszuverlässigkeit der Sensoren des Schmelzpegels und des Systems im Allgemeinen gewährleistet.

**[0045]** Der Vorratsbehälter **12** des MHD-Kreislaufs **7** wird mit Flüssigmetall **2** mit Hilfe eines beliebigen Verfahrens gefüllt. Beispielsweise erfolgt diese Füllung durch Verlagerung der Schmelze aus dem Schmelztiegel **1** aufgrund eines Druckunterschieds, der durch den Einlass von Edelgas (beispielsweise Argon) über eine Abzweigung **19** in den Zwischenraum über den Schmelzen (**Fig. 1**) hervorgerufen wird. Wenn die MHD-Pumpe startet, beginnt das Füllen der Flüssigmetalleitung **6** und des Ausdehnbehälters **13**. Wenn der Druck unzureichend ist, kann die Leitung nur bis zu einem Teil ihrer Höhe gefüllt werden. In diesem Fall kommt es zu keiner Schmelz-zirkulation. Wenn sich der MHD-Druck erhöht, beginnt die Schmelze die wesentlichen Teile des Ausdehnbehälters **13** nach und nach zu füllen. Wenn die Schmelze den Pegel **L** erreicht hat, beginnt sie, durch die Flüssigmetalleitung **10** in den Vorratsbehälter **12** zu fließen. Dadurch setzt die Schmelzenzirkulation im Kreislauf **7** ein. Die Geschwindigkeit des Schmelzenflusses im Ausdehnbehälter **13**, der an eine Flüssigmetalleitung **6** angeschlossen ist, wird drastisch gesenkt und nähert sich der Geschwindigkeit, die für eine laminare Strömung charakteristisch ist.

**[0046]** Die Sensoren **15** der Schmelzkolonnenhöhe im Kreislauf **7** dienen zur Feststellung der Druckerhöhung, die durch die MHD-Pumpe **8** bewirkt wird, so dass der Ausdehnbehälter **13** und der ganze Kreislauf **7** im Fall eines Überdrucks nicht überfüllt werden. Die direkt im Kreislauf **7** angebrachten Sensoren **15** zusammen mit den allgemein bekannten Hilfs-

mitteln ermöglichen, dass die Konstanz des durch die MHD-Pumpe **8** geschaffenen Drucks und folglich auch die Konstanz des Schmelzpegels im Kreislauf **7** gewährleistet wird. Wenn jetzt der Abschnitt der Flüssigmetalleitung **6**, der den Kreislauf **7** mit dem Schmelztiegel **3** des Verdampfers **4** verbindet, auf eine entsprechende Temperatur erhitzt wird, beginnt die Schmelze die Schmelztiegel zu füllen. Dabei werden die Schmelzpegel im Kreislauf **7** und im Verdampfer **4** gleich sein, weil der Betriebsdruck der MHD-Pumpe **8** in den Flüssigmetalleitungen **6** und **9** gleich groß ist.

**[0047]** Aus Erfahrung ist es dem Anmelder der vorliegenden Erfindung schon bekannt, dass der Druck  $F$  in der MHD-Pumpe, der für die Aufrechterhaltung des erforderlichen Schmelzpegels benötigt wird, durch folgende Gleichung definiert wird:

$$F \geq p \cdot g \Delta h,$$

wobei

$p$  die Schmelzdichte,  
 $g$  ist die Schwerkraftbeschleunigung und  
 $\Delta h$  der Betriebsdruck der MHD-Pumpe ist.

**[0048]** Durch eine Senkung des Flüssigmetallpegels im System aufgrund der Verdampfung (s. **Fig. 1** und **Fig. 2**), neigt der Schmelzpegel  $L_0$  zu einer konstanten Senkung. Doch die Sensoren **15** ermöglichen den Ausgleich der Senkung, indem sie der MHD-Pumpe **8** signalisieren, den Druck zu erhöhen. Dieser Vorgang kann durch bekannte Mittel automatisiert werden.

**[0049]** Ein charakteristisches Merkmal der MHD-Pumpe ist ihre praktische Momentanreversibilität des Drucks. Dadurch ergibt sich ein zusätzlicher Vorteil der vorliegenden Erfindung. Diese Eigenschaft ist bei der Verdampfung von alkalischen Metallen nützlich, deren Schmelzkontakt mit Luft gefährlich ist.

**[0050]** In Notfallsituationen, die durch eine Druckerhöhung in der Vakuumkammer verursacht werden, ist es möglich, die Verdampfungstiegel **1** durch die entsprechende Umschaltung der MHD-Pumpe **8** schnell zu leeren.

**[0051]** Beim Umgang mit alkalischen Metallen sind auch Dichtungslecks im Schmelzenkreislauf und der -zuführung gefährlich, denn damit kann es zum Fluss von großen Schmelzmengen in die Vakuumkammer kommen. Deshalb wird empfohlen, die Leitung **6** der Schmelzzuführung in den Verdampfer **4** mit einem U-förmigen Bogenstück **22** mit einem Steuersystem für ein Notkühlsystem auszustatten (nicht gezeigt), um die oben genannte, gefährliche Situation zu vermeiden. Dieses Bogenstück mit Steuersystem kann die Leitung auf Befehl des Systems mit einem Stöpsel aus verfestigter Schmelze schnell verstopfen.

**[0052]** Als Beispiel dient die in **Fig. 1** dargestellte Vorrichtung in der Ausbildung als Vakuummaschine für eine Lithiumbeschichtung einer Polymerkunststoffolie durch das Verfahren der thermischen Lithiumverdampfung. Ein Verdampfer **4** mit vier Stahl-tiegeln **1** wurde in die Vakuumkammer der Maschine eingebracht. Der Lithium-Schmelztiegel wurde außerhalb der Vakuumkammer angeordnet und mit dem Verdampfer **4** über eine Flüssigmetalleitung verbunden. Der Kreislauf **7** des Flüssigmetalls bestand aus der MHD-Pumpe **8**, dem Vorratsbehälter und dem Pumpensystem. Im oberen Teil des Stromkreises befand sich der Ausdehnbehälter, wo zwei von der Masse isolierte, dünne Stangen eingesetzt sind, die an eine Stromquelle und die Steuereinheit der MHD-Pumpe **8** angeschlossen sind. Die Stangen können sich senkrecht um eine Strecke von 10–15 mm bewegen.

**[0053]** Der Kreislauf wurde in solcher Weise ausgelegt, dass die Mitte der waagerechten Flüssigmetalleitung, die aus dem Ausdehnbehälter herauskam, sich auf der Höhe entsprechend der gewünschten Höhe der Auffüllung des Verdampfungstiegels mit Lithium-Schmelze befand. In seinem unteren Teil war der Kreislauf an den Lithium-Schmelztiegel über eine Flüssigmetalleitung angeschlossen.

**[0054]** Alle Teile des Verdampfer-Zuführungssystems hatten unterteilte Heizkörper einer indirekten, elektrischen Heizung und Wand-Temperatursensoren. Der Schmelztiegel befand sich in einem an die Vakuummaschine angrenzenden Raum, in dem die Luftfeuchtigkeit nicht höher als etwa 2% gehalten wurde. Die Lithiumingots, die jeweils 840 g wogen, wurden bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 2% in den Schmelztiegel gefüllt. Das Ausgangsvolumen des Lithiums lag bei etwa 6,3 Litern.

**[0055]** Das Auspumpen des Schmelztiegels begann nach seiner Kapselung. Die Vakuumkammer und der Kreislauf wurden gleichzeitig mit dem Schmelztiegel abgepumpt. Als der Druck im Schmelztiegelraum 2 Pa erreicht hatte, begann die Aufheizung des Schmelztiegels; sie wurde bis auf eine Temperatur von 250°C fortgesetzt. Die Überwachung der Temperatur der Schmelztiegelwand erlaubte, den Anfangspunkt der Lithiumschmelze festzustellen, während die Füllhöhe des Tiegels mit Schmelze über ein Signal des Pegelsensors festgestellt wurde.

**[0056]** Das Auspumpen des Schmelztiegels wurde auch nach vollendeter Schmelzenbildung fortgesetzt, bis es zum Abbau der Gase kam, die im Lithium aufgelöst wurden. Gleichzeitig wurde der Kreislauf auf eine Temperatur von 250°C erhitzt, und die MHD-Pumpe wurde eingeschaltet. Nach drei Stunden wurde die Auspumpleitung des Schmelztiegels gesperrt, und es kam zum Argoneinlass über ein feines, einstellbares Einlassventil. Der Anfangspunkt des Lithi-

umeingangs in den Kreislauf wurde durch ein Signal des Pegelsensors im Schmelztiegel angezeigt. Durch die Senkung des Pegelsensors auf die Nenn-tiefe konnte festgestellt werden, wann das Auffüllen des Kreislaufs mit Lithium erfolgte. Der Druck der MHD-Pumpe wurde allmählich bis zum Einschaltmoment des Sensors erhöht, der im Ausdehnbehälter des Kreislaufs angeordnet wurde. Danach wurde die Heizung des Schmelzpegels und der die Heizung mit dem Kreislauf verbindenden Flüssigmetalleitung ausgeschaltet, und die Heizung derjenigen Leitung, die das Lithium dem Verdampfer zuführt, wurde eingeschaltet; die Erhitzung wurde bis auf eine Temperatur von 250°C fortgesetzt. Nach Erreichung der Solltemperatur wurde der mit der Schmelze aufgefüllte Verdampfertiegel durch ein an der Vakuumkammer angebrachtes Schauglas beobachtet.

[0057] Nach der Aufheizung des mit Lithium gefüllten Tiegels auf eine Temperatur von 580°C startete der Zyklus der Lithiumbeschichtung einer 25 Mikron starken Polyethylenfolie, die mit einer 40 nm dicken Unterschicht von „Inconel 400“ vorbeschichtet war. Der Prozess wurde fünf Stunden lang ohne Unterbrechung fortgesetzt; es wurden 300 m der beschichteten Folie hergestellt. Es wurde regelmäßig beobachtet, dass der Lithiumpegel in den Verdampfertiegeln konstant geblieben war.

[0058] Nach Abschluss der Lithiumbeschichtung wurde die Heizung der Tiegel ausgeschaltet, und das Lithium wurde auf eine Temperatur von 300°C abgekühlt. Danach wurde die MHD-Pumpe umgesteuert, und innerhalb einer Minute wurde das Lithium zurück in den Kreislauf gebracht. Weiter wurde dann die Flüssigmetalleitung, die den Kreislauf mit dem Verdampfer verband, ausgeschaltet, und Druckluft wurde zur Abkühlung der Wände des Verdampfers und der Tiegel eingesetzt. Nach dem eine Temperatur von 50–60°C erreicht wurde, wurde der Vakuumkammer trockene Luft zugeführt, die Rolle mit der beschichteten Folie wurde abgeladen, eine neue Rolle wurde aufgeladen, und ein neuer Zyklus wurde eingeleitet.

[0059] Das U-förmige Bogenstück in der Leitung der Lithiumzuführung im Verdampfer wurde stetig mit Metall aufgefüllt, und nach der Kühlung der Flüssigmetalleitung vor dem Lufteintritt in die Kammer diente das Bogenstück als Ventil, das den Lufteintritt in den heißen Kreislauf verhinderte.

[0060] Auf ähnliche Weise wurden fünf Beschichtungszyklen mit einer Lithiumcharge ausgeführt, und es wurden 1500 m beschichteter Folie für chemische Stromquellen hergestellt. Die Lithiumdicken entlang aller beschichteten Folien zeigten, dass die für jeden Vakuumbeschichtungsprozess typische Beschichtungstoleranz 5% nicht überschritt. Bei diesem ganzen Vorgang wurde keine monotone Abnahme

der Dicke aufgrund der Senkung des Schmelzpegels im Tiegel ohne Schmelzenzuführung beobachtet.

### Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Vakuumbeschichtung durch Metall- oder Legierungsverdampfung, wobei das Metall oder die Legierung in einem Schmelztiegel (1) außerhalb einer Vakuumkammer (5) geschmolzen wird, wobei das geschmolzene Metall (2) über eine magneto-hydrodynamische MHD-Pumpe (8) einem in der Vakuumkammer (5) angeordneten Verdampfer (4) zuführbar ist und der Pegel (L) der Schmelze im Verdampfer (4) während der Verdampfung konstant gehalten ist,

**dadurch gekennzeichnet,**

dass zwischen dem Schmelztiegel (1) und dem Verdampfer (4) in der Vakuumkammer (5) ein Kreislauf (7) angeordnet ist, der eine erste Flüssigmetalleitung (6) aufweist, die über die MHD-Pumpe (8) den Schmelztiegel (1) mit dem Verdampfer (4) verbindet, dass vor der MDH-Pumpe (8) über eine Flüssigmetalleitung (11) ein Vorratsbehälter (12) angeschlossen ist, der über eine Flüssigmetalleitung (10) mit einem Ausdehnbehälter (13) verbunden ist, dass nach der MHD-Pumpe (8) über eine Flüssigmetalleitung (9) der Ausdehnbehälter (13) angeschlossen ist,

dass ein erster Füllstandsgeber (15) den Pegel (L) für den Verdampfer (4) und ein zweiter Füllstandsgeber (15) den maximalen Pegel im Ausdehnbehälter (13) vorgeben und

dass in beiden Pegelständen der Ausdehnbehälter (13) über die Flüssigmetalleitungen (9, 10) mit dem Vorratsbehälter (12) verbunden ist.

2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** dass die MHD-Pumpe (8) reversibel betreibbar ist.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** dass die Wände (23, 27) des Schmelztiegels (1), des Vorratsbehälters (12) und der Flüssigmetalleitungen (6, 9, 10) mit Luftkühlkanälen (30) versehen sind.

4. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet,** dass ein Abschnitt der Flüssigmetalleitung (6) zwischen dem Verdampfer (4) und dem MHD-Kreislauf mit statischem Schmelzdruck ein U-förmiges Bogenstück (22) mit einem Steuersystem für ein Notkühlsystem aufweist.

5. Verfahren zur Vakuumbeschichtung durch Metall- und Legierungsverdampfung mit einer Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei die Beschichtungssubstanz in einem Schmelztiegel (1) geschmolzen wird, der außerhalb einer Vakuumbeschichtungskammer angeordnet und über Flüssigmetalleitungen (6) mit einem in derselben Va-

kuumkammer (5) integrierten Verdampfer (8) verbunden ist, wobei ferner die geschmolzene Beschichtungssubstanz dem Verdampfer (4) zugeführt und der Schmelzpegel im Verdampfer (4) überwacht und konstant gehalten wird,

**dadurch gekennzeichnet,**

dass die Schmelze durch eine magnetohydrodynamische (MHD-)Pumpe dem Verdampfer (4) zugeführt wird, dass der Schmelzpegel im Verdampfer (4) mit einem MHD-Kreislauf (7) mit statischem Druck stabilisiert wird und

dass mittels Signalen eines Sensors (15) die Konstanz des Schmelzpegels  $L_0$  im Verdampfer (4) überwacht und aufrechterhalten wird.

Es folgen 3 Seiten Zeichnungen







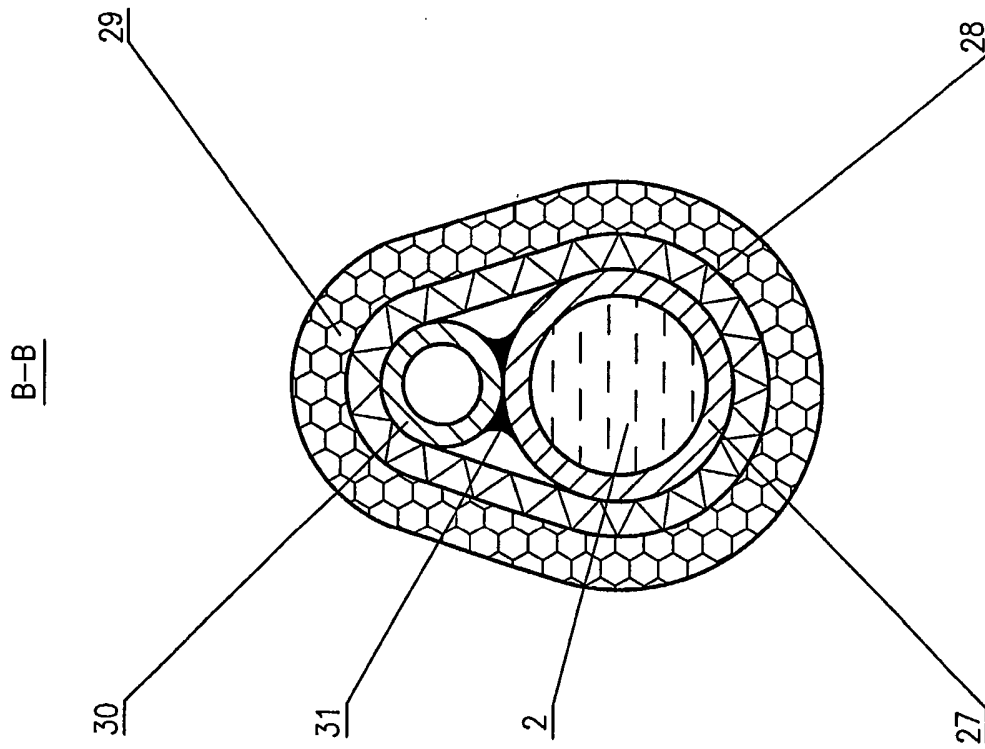


Fig. 4

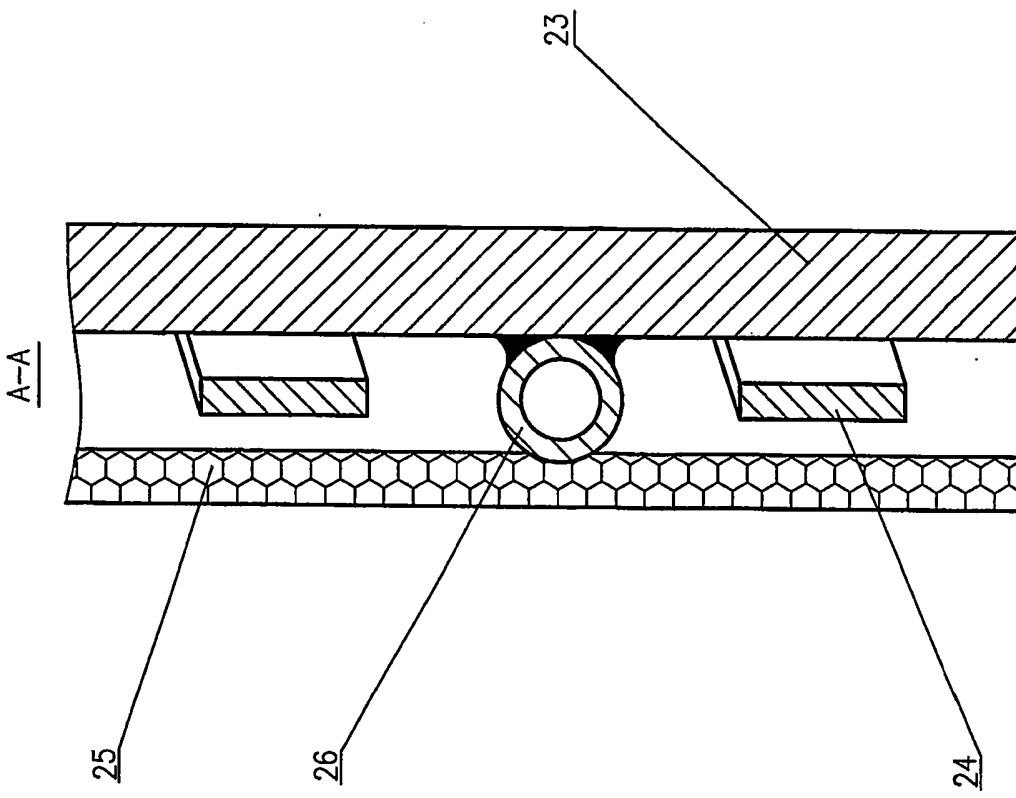


Fig. 3