

Het aanbrengen van ultraharde en anti-reflectieve diamanten deklagen met behulp van ultrasoon spray coaten en lage temperatuur diamant depositie

i U Hasselt – IMO IMOMEC
Pieter Verding, Paulius Pobedinskas, Emilie Bourgeois, Milos Nesladek, Ken Haenen, Wim Deferme

Ultraharde en transparante krasbestendige lagen worden in vele industrieën en vele toepassingen gebruikt. Producten zoals horloges, lenzen voor mobiele telefoons, ... maken vaak gebruik van transparant kwarts- of saffierglas om hun optische systemen te beschermen. Andere producten, zoals endoscopen, verrekijkers, telescopen en optische sensoren zijn gevoelig voor mechanische schade tijdens het gebruik. De bestaande oplossingen bereiken hun grenzen en er is behoefte aan verbeterde krasbeschermingssystemen voor een langere levensduur van de producten. Een diamanten deklaag zou deze behoefte kunnen invullen.

DIAMANT HEEFT VELE EIGENSCHAPPEN

Binnen het onderzoeksinstituut imo-imomec (Instituut voor Materiaalonderzoek) van Universiteit Hasselt en imec wordt al jaren onderzoek gedaan naar het synthetisch aanmaken van diamant. In de natuur ontstaat diamant doordat koolstof gedurende een zeer lange tijd onder extreem hoge drukken en temperaturen verblijft. In het labo kan diamant geproduceerd worden bij veel lagere drukken en temperaturen met behulp van o.a. CVD (chemical vapour deposition). Tot op heden gebeurde de depositie van dunne lagen van diamant echter eerder op kleine schaal (kleine oppervlakken).

Diamant heeft uitstekende eigenschappen en onderzoek naar diamant voor allerhan-

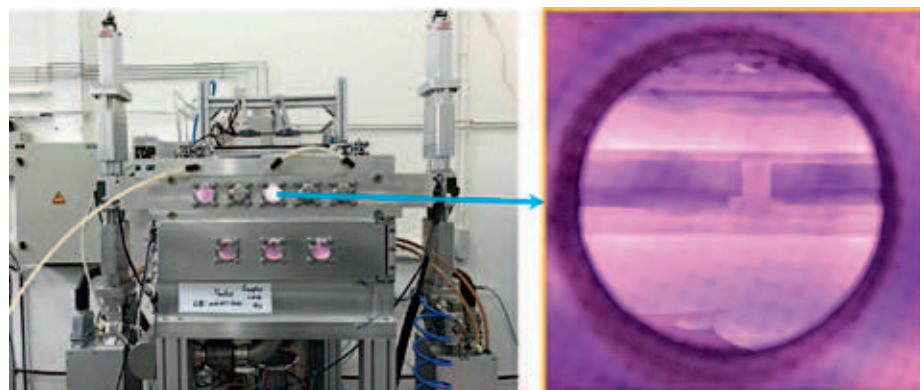
de toepassingen is dan ook zeer belangrijk. Dankzij de tetrahedrische structuur met covalente koolstofbindingen heeft deze alatroop van koolstof bijvoorbeeld een extreem hoge hardheid (98 GPa), een goed warmtegeleidingsvermogen (tot $2 \text{ kW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) en een lage thermische uitzettingscoëfficiënt ($1,1 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{K}^{-1}$). Daarnaast heeft diamant een hoge chemische bestendigheid tegen zuren en basen en is het biocompatibel. De specifieke kristalstructuur zorgt eveneens voor een hoge brekingsindex (2,44) samen met een lage absorptie van licht ($< 0,1 \text{ cm}^{-1}$ van $\sim 250 \text{ nm}$ tot $3 \text{ }\mu\text{m}$). Net om laatstgenoemde redenen is het gebruik van diamant in coatings om krasvaste, ultraharde en anti-reflectieve lagen aan te brengen, een industrieel interessante route.

PROJECT ULTRAHARD

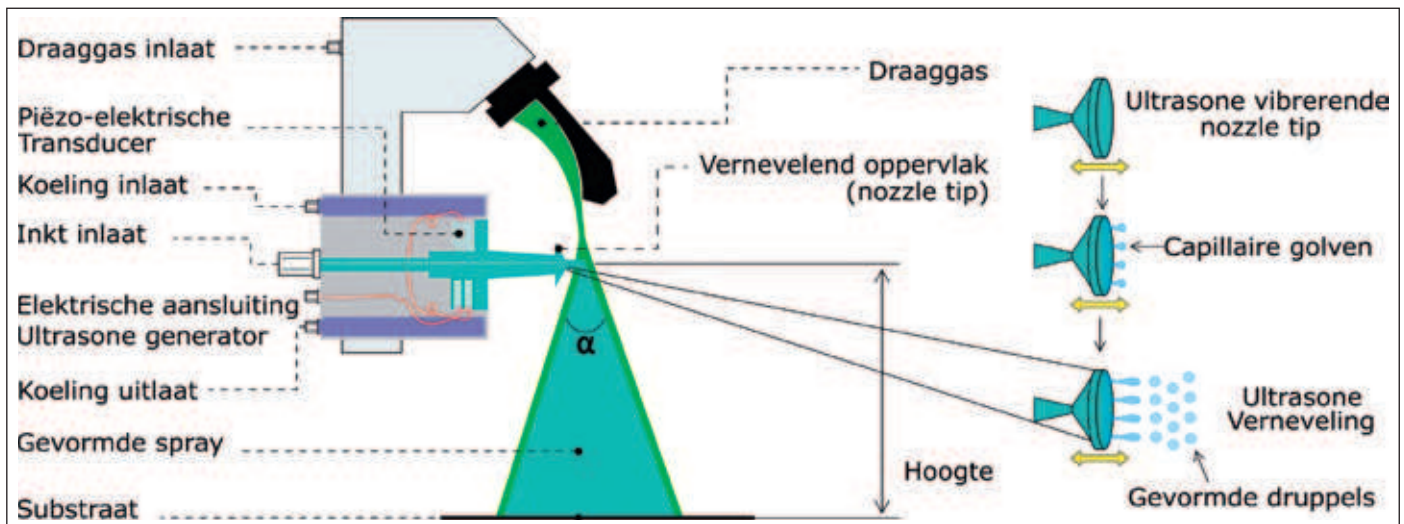
En net hierop wil het CORNET-project ULTRAHARD inzetten. Samen met Fraunhofer-IST in Duitsland onderzoeken we binnen imo-imomec (UHasselt en imec) op welke substraten we ultradunne ($< 500 \text{ nm}$) diamanten deklagen kunnen afzetten met plasmatechnologie. Om ervoor te zorgen dat deze coatings ook op grote

en zelfs 3D oppervlakken kunnen afgezet worden, wordt er gebruik gemaakt van een CVD-microgolfreactor waarbij via antennes een plasma gecreëerd wordt. Deze reactor is in staat om diamant af te zetten op substraten tot $30 \times 30 \text{ cm}^2$ en zou in principe zelfs ingezet kunnen worden in een roll-to-roll systeem waarbij theoretisch een breedte van 2 m mogelijk is.

Maar vooraleer de diamanten deklagen in dit lineair antenne microgolf systeem kunnen worden opgegroeid, moet het substraat eerst voorzien worden van diamanten nanodeeltjes (5 - 10 nm in diameter) die als zaadjes voor de diamantgroei in de reactor worden gebruikt. Het afzetten van deze "diamond seeds" gebeurt in dit VLAIO-gefinancierd project met behulp van een ultrasoon spraycoater. Dit systeem is eveneens in staat om op grote en 3D oppervlakken, zeer dunne coatings van o.a. deze "seeds" af te zetten. Om uiteindelijk een optimale diamanten deklaag te bekomen is het belangrijk dat de nanodeeltjes van diamant zo homogeen mogelijk worden verspreid op het oppervlak. Ook de densiteit en de finale verdeling op het oppervlak zal invloed hebben op de uiteindelijke eigenschappen van de coating.



Figuur 1: CVD-microgolfreactor voor de groei van diamanten deklagen op grote oppervlakken. Het gegenereerde plasma om het groeiproces te laten plaatsvinden kan rechts op de figuur uitgevergroot gezien worden



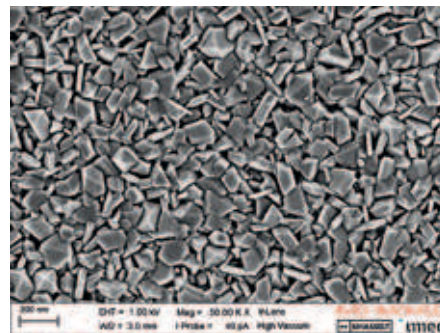
Figuur 2: De ultrasoon spraycoater (links) met het druppelvormingsproces uitgelicht (rechts)

De diamanten nanodeeltjes worden in een waterige oplossing gebracht en via het ultrasoon vibratieproces van de spraycoater worden druppels gevormd met een diameter van ongeveer 20 μm . Dit vibratieoppervlak trilt tussen 25 000 en 180 000 keer per seconde. Hierdoor ontwikkelen in de aangebrachte inkt, aan het oppervlak, staande golven. De topjes van deze golven breken af en vormen druppels van de te vernevelen vloeistof, zoals te zien is in figuur 2. Onder invloed van zwaartekracht of met behulp van een draaggas worden deze druppels naar het te coaten oppervlak gestuwd.

INDUSTRIËLE PARTNERS

In het ULTRAHARD-project wordt onderzoek gedaan naar het deponeren van deze diamanten lagen op verschillende soorten substraten om op die manier zoveel mogelijk finale toepassingen aan te tonen. Naast de onderzoekspartners bestaat het project uit een gebruikersgroep van bedrijven (zowel uit Vlaanderen als Duitsland) die in deze technologieën en/of in diamant een innovatie voor hun bedrijf zien. Zo is AGC voor hun glas benieuwd of de diamanten deklagen kunnen afgezet worden op zeer grote oppervlakken en bij lagere temperaturen. Barco (lenzen) en Commscope (fiber-systemen) zijn geïnteresseerd in diamanten deklagen op 3D oppervlakken. Andere bedrijven zien in de technologie dan weer een manier

om hun productie te optimaliseren (Oerlikon Balzers, EpiGaN en Soleras) of om hun technologie (Europlasma, Almax) te koppelen aan deze innovatieve productiestappen. Tenslotte kijken een aantal bedrijven mee om specifieke applicaties te ontwikkelen met behulp van krasvaste en/of anti-reflectieve diamanten deklagen (Azteq, OIP sensor systems) en gebeurt de verdere disseminatie over de technologie in nauwe samenwerking met Sirris en BELVAC.



Figuur 3: Scanning Electron Microscopie beeld van een opgegroeide diamanten deklagen

TESTING

Uiteraard is een volgende stap in het project het karakteriseren van de bekomen deklagen op de verschillende substraten en het uitwerken van een aantal gevalstudies om het potentieel aan te duiden. Voor de karakterisering onderzoeken we zowel mechanische (hardheid, hechting, krasvastheid) als optische (reflectie, absorptie, transmissie) eigenschappen. Ook de ka-

rakterisering van zulke deklagen gebeurt in-house binnen imo-imomec. Hier kunnen de onderzoekers rekenen op meer dan 30 jaar ervaring. Deze uitgebreide expertise in materiaalkarakterisering is niet enkel opgebouwd door de participatie in onderzoeksprojecten, maar ook door veelvuldig contractonderzoek in samenwerking met de industrie. Imo-imomec werkt vandaag de dag dan ook dagelijks samen met bedrijven om hen te ondersteunen met nieuwe productontwikkelingen of voor het oplossen van urgente problemen.

Het ULTRAHARD-project loopt ondertussen ongeveer 1 jaar en de eerste onderzoekstappen naar de optimale depositie van de diamanten nanodeeltjes via het ultrasoon spraycoat proces en het vervolgens afzetten van de deklagen met plasma-gebaseerd CVD op verschillende industrieel relevante substraten is afgerond. De verdere karakterisering en het uitwerken van specifieke cases staat in het tweede en laatste jaar van het project gepland.

