(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 436 778**

(51) Int. CI.:

C23C 4/12 (2006.01)
B22F 3/00 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.07.2008 E 08826355 (3)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.09.2013 EP 2087144**

(54) Título: **Procedimiento de reacondicionamiento de un objetivo de deposición catódica**

(30) Prioridad:

17.07.2007 US 950264 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
07.01.2014

(73) Titular/es:

MATERION ADVANCED MATERIALS TECHNOLOGIES AND SERVICES INC. (100.0%)
2978 Main Street
Buffalo, NY 14214, US

(72) Inventor/es:

ACKER, ROBERT;
GANGULY, ADRISH y
WILLSON, MATTHEW T.

(74) Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de reacondicionamiento de un objetivo de deposición catódica

Campo de la invención

La presente invención versa, en una realización, acerca de un procedimiento para el reacondicionamiento de un objetivo gastado de deposición catódica mediante prensado en caliente.

Antecedentes de la invención

La deposición catódica es un procedimiento utilizado para depositar una capa delgada de material sobre un sustrato. Tales capas delgadas son útiles en ciertos equipos electrónicos, en la producción de algunos medios ópticos de almacenamiento (tales como discos compactos) y en una variedad de distintas aplicaciones. Durante el procedimiento de deposición catódica se colocan el sustrato y un objetivo en una cámara de deposición. El objetivo, normalmente un metal o aleación metálica, está construido del material que va a ser depositado catódicamente. Por ejemplo, si se desea depositar rutenio como la capa intermedia u óxido/s de Co-Cr-Pt-B como la capa magnética, entonces se utiliza un objetivo fabricado del material correspondiente. Se colocan el objetivo y el sustrato en proximidad mutua en el interior de la cámara y se bombardea el objetivo con un haz iónico. Los iones de alta energía provocan que se desprenda una porción del objetivo y que sea depositada de nuevo sobre el sustrato. Por desgracia, el objetivo no se consume uniformemente. El metal se desprende más fácilmente del objetivo en aquellas regiones en las que el haz iónico es más intenso. Esto genera regiones localizadas agotadas, en las que el objetivo agota finalmente su grosor. Se determina la vida útil del objetivo por medio del grosor resultante del objetivo en su punto más delgado. Debido al consumo no uniforme del metal, el objetivo a menudo llega al final de su vida útil únicamente tras haber consumido una fracción (aproximadamente un 30%) del metal. No se utiliza el metal no depositado catódicamente (aproximadamente un 70%).

Se da a conocer un procedimiento para reacondicionar un objetivo de deposición catódica que no pulveriza el objetivo gastado en la patente estadounidense nº 7.175.802 de Sandlin et al., titulada “Refurbishing Spent Sputtering Targets”. Sandlin et al. enseñan un procedimiento para reacondicionar un objetivo de deposición catódica en el que se colocan el objetivo y el metal en polvo en el interior de un recipiente de prensado isostático en caliente (HIP). El prensado isostático en caliente (HIP), también denominado prensado en caliente con gas inerte (IGHP), es una técnica que somete a un objetivo a una temperatura elevada (normalmente 480-1300 °C dependiendo del metal) y a una presión isostática elevada (normalmente del orden de 100-200 MPa) en atmósfera inerte (normalmente argón). La presión isostática es la presión que se aplica uniformemente desde todas las direcciones. Después de que se ha completado el procedimiento de HIP, se ha formado un bloque fundido de metal en torno al objetivo. Se separa el objetivo del bloque fundido por medio de “operaciones de aserrado y de fresado”. Además, las operaciones de aserrado y de fresado requeridas para aislar el objetivo reacondicionado tienen como resultado una pérdida de material.

Se llama la atención, además, sobre el documento US 2006/021870 A1 que da a conocer un procedimiento de reacondicionamiento de un objetivo de deposición que tiene una superficie con una región erosionada que supone la medición de un perfil de profundidad de la región erosionada. Entonces, se proporciona un material seleccionado a la región erosionada con respecto al perfil medido de profundidad para reacondicionar el objetivo al rellenar la región erosionada con el material seleccionado. El procedimiento proporciona un reacondicionamiento mejorado de superficies seleccionadas erosionadas con una mayor precisión de reacondicionamiento y menos desperdicio de material valioso seleccionado.

Según la presente invención se proporciona un procedimiento para el reacondicionamiento de un objetivo gastado de deposición catódica según se define en la reivindicación 1. Se dan a conocer realizaciones preferentes de la invención en las reivindicaciones dependientes.

Sumario de la invención

Se puede reacondicionar un objetivo gastado de deposición catódica al volver a procesar el metal no depositado catódicamente, combinándolo con polvo metálico nuevo, y al volver a formar un nuevo objetivo. Durante tal reprocesamiento, se pierde un cierto porcentaje del metal no depositado catódicamente. Por ejemplo, la molienda del metal no depositado catódicamente para producir polvo reprocesado genera tamo, que a menudo se pierde en el entorno.

Se debe tener mucho cuidado durante el reacondicionamiento para producir un objetivo homogéneo. Si el objetivo gastado se vuelve heterogéneo, la capa resultante sería asimismo heterogénea, lo que normalmente no es deseable. Una difusión de estado sólido entre el polvo metálico (por ejemplo, metal de sustitución en polvo) y un material sólido (por ejemplo, un objetivo gastado) tiende a formar una superficie de contacto diferenciada entre los dos materiales con crecimientos anómalos del grano que introducen heterogeneidad. Por esta razón, a menudo se pulveriza el objetivo no depositado catódicamente mediante aplastamiento o afinado, mezclado con polvo metálico nuevo, y se procesa un nuevo objetivo. Aunque esto produce un objetivo homogéneo, las mismas etapas que

fomentan una homogeneidad (por ejemplo, aplastamiento o afinado para formar polvos) también aumentan la pérdida de material.

Existe una necesidad de un procedimiento para el reacondicionamiento de un objetivo de deposición catódica que minimice el número de etapas de reprocesamiento y que reduzca, de esta manera, la cantidad perdida de material durante un reprocesamiento.

La invención comprende, en una forma de la misma, un procedimiento para reacondicionar un objetivo gastado de deposición catódica que comprende las etapas de recibir un objetivo gastado de deposición catódica, eliminar las impurezas superficiales por medio de una combinación de tratamiento químico seguido de sometimiento a chorro, disponer el objetivo gastado en un molde de prensado en caliente, verter polvo metálico nuevo para dar cuenta de las regiones agotadas del objetivo, insertar una capa barrera entre el formador superior del molde de prensado en caliente y el lecho de polvo metálico y aplicar una fuerza axial de forma que el metal en polvo se sinteriza y forma una unión de difusión de estado sólido con el objetivo, produciendo un objetivo homogéneo reacondicionado.

La invención también versa acerca de un molde singular para llevar a cabo el procedimiento de reacondicionamiento mencionado anteriormente.

Una ventaja de la presente invención es el diseño del molde de prensado en caliente, cuyas dimensiones están optimizadas de tal forma que incluso a una presión de compresión uniaxial significativamente elevada se reduce el esfuerzo radial sobre el molde en un grado mayor.

Una ventaja adicional de la presente invención es que los objetivos reacondicionados no necesitan estar aislados de un bloque fundido de metal mediante etapas de aserrado y de fresado. Tales etapas adicionales no son deseables, dado que pueden tener como resultado una pérdida de material costoso.

Breve descripción de los dibujos

Se divulga la presente invención con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

La Figura 1 es un diagrama de flujo de un procedimiento de la invención;
las Figuras 2A, 2B y 2C muestran diversos objetivos de deposición catódica para ser utilizados con la presente invención;
las Figuras 3A y 3B muestran un molde para ser utilizado con la presente invención;
la Figura 4 es una ilustración esquemática del molde de la Figura 3B;
las Figuras 5A y 5B muestran gráficos del efecto del grosor de la pared del molde sobre el esfuerzo radial;
la Figura 6 muestra el reacondicionamiento de un objetivo relleno de deposición catódica;
las Figuras 7A y 7B muestran los perfiles de dos objetivos reacondicionados, y
la Figura 8 muestra otro perfil de un objetivo reacondicionado.

Los correspondientes caracteres de referencia indican piezas correspondientes en la totalidad de las diversas vistas. Los ejemplos definidos en el presente documento ilustran varias realizaciones de la invención pero no deberían ser interpretados como limitantes del alcance de la invención de ninguna forma.

Descripción detallada de una realización preferente

Con referencia a la Figura 1, se inicia un procedimiento 100 mediante la ejecución de la etapa 102, en la que se recibe un objetivo gastado de deposición catódica. El objetivo puede ser recibido, por ejemplo, por unas instalaciones de reciclaje de objetivos. En la Figura 2A se ilustra un objetivo de ese tipo.

Las Figuras 2A, 2B y 2C son ilustraciones de objetivos de deposición catódica en diversas etapas del procedimiento 100. La Figura 2A muestra un objetivo gastado 200 de deposición catódica que ha sido utilizado anteriormente para llevar a cabo el procedimiento de deposición catódica. La Figura 2B es una vista lateral del objetivo gastado 200 de deposición catódica. La Figura 2B ilustra más claramente que el objetivo gastado de deposición catódica tiene regiones agotadas 202. En la realización mostrada en la Figura 2A, el objetivo gastado 20 de deposición catódica es circular y las regiones agotadas 202 también son circulares. La geometría de las regiones agotadas 202 es una función del procedimiento de deposición catódica —también se pueden utilizar geometrías distintas de las mostradas en la Figura 2A—. De forma similar, la forma de disco del objetivo gastado 202 de deposición catódica es simplemente un ejemplo de un objetivo posible. Muchas otras formas adecuadas resultarán evidentes para un experto en la técnica que se beneficie de la lectura de la presente memoria. Se considera que tales formas se encuentran dentro del alcance de la presente invención. Por ejemplo, un objetivo puede tener una forma de disco con un diámetro de 180 milímetros y un grosor de 7 milímetros. En una realización, no mostrada, el objetivo de deposición catódica está constituido, además, por una placa de soporte (es decir, material de soporte).

Con referencia de nuevo a la Figura 1, una vez se ha recibido el objetivo gastado de deposición catódica en la etapa 102, entonces se ejecuta la etapa 104, que es opcional, pero preferente. En la etapa 104, se identifica el peso real del objetivo gastado. En la etapa 106, que también es opcional, se determina el peso del polvo nuevo deseado. Por

ejemplo, el peso deseado del objetivo reciclado puede ser de X gramos (por ejemplo, 10 gramos), pero el peso real del objetivo gastado es de X-Y gramos (por ejemplo, 9 gramos). Esto indica que se deberían añadir Y gramos (por ejemplo, 1 gramo) adicionales de metal para reacondicionar el objetivo.

A menudo, los objetivos reacondicionados contienen impurezas superficiales que pueden ser de naturaleza orgánica o metálica. El origen de las impurezas puede ser, por ejemplo, un *kit* de protección de la cámara de deposición catódica o el adhesivo de unión si el objetivo está unido a la placa de soporte. La etapa 108 garantiza la eliminación de posibles impurezas superficiales de la superficie del objetivo por medio de procedimientos convencionales de limpieza en húmedo y en seco. La eficacia del procedimiento de limpieza se confirma al caracterizar la superficie limpiada utilizando un microscopio electrónico de exploración de alta resolución dotado de un espectroscopio de dispersión de energía para las impurezas metálicas y de un espectroscopio de Raman para impurezas orgánicas.

En la etapa 110, se dispone el objetivo gastado en el interior de un molde. Se puede hacer referencia a las Figuras 3A y 3B. La Figura 3A es una vista en planta del molde 300. La Figura 3B es una vista lateral del mismo molde 300. El molde 300 está configurado para casar con el objetivo 206 de deposición catódica, de forma que el objetivo 206 está dispuesto en el interior de la cavidad 302. Cuando se recibe un objetivo de deposición catódica con una forma personalizada, se puede fabricar especialmente un molde para casar firmemente con tal objetivo. De esta forma se pueden acomodar muchas formas y configuraciones de objetivo. Se puede purgar cualquier gas oxidante no deseable, tal como oxígeno atmosférico al hacer pasar un gas inerte (tal como argón) sobre el conjunto. En algunas realizaciones, se inserta un papel metálico de molibdeno (no mostrado) entre la prensa 306 y el objetivo 206. Tal papel metálico ayuda a evitar la difusión de material (tal como átomos de carbono del grafito) de la prensa 306 cuando se aplica la fuerza axial. El molde puede ser sellado al presionarlo contra una superficie, tal como la superficie 308.

Ejecutada la etapa 112, se rellenan entonces las regiones agotadas (véanse las regiones agotadas 202 de la Figura 2B) con un polvo que ser corresponde con la composición del objetivo gastado. Se puede hacer referencia a la Figura 2B. por ejemplo, si el objetivo gastado 200 de deposición catódica está constituido por rutenio, entonces se rellenan las regiones agotadas 202 con polvo 204 de rutenio, produciendo de esta manera el objetivo relleno 206 de deposición catódica. Se pueden utilizar muchos metales, aleaciones metálicas y combinaciones de aleaciones metálicas y oxicerámicas adecuadas. Los ejemplos de material adecuado para ser utilizado con la presente invención pueden incluir, sin limitación a rutenio y sus aleaciones, rodio y sus aleaciones, óxidos de Co-Cr-Pt-B, en los que el óxido de la combinación puede incluir, sin limitación, primeros metales de transición y/o no metales. La etapa 112 de relleno puede ocurrir bien antes de que se disponga el molde en el objetivo (etapa 110) o bien, como se ilustra en la Figura 1, después de la etapa 110.

En una realización, el metal/aleación metálica está libre tanto de óxidos como de carburos. El polvo virgen puede tener diversas morfologías, siempre que los particulados tengan un tamaño de partícula y pureza adecuados. En un aspecto, la morfología de las partículas es fibrosa. En tal realización, se evitan las morfologías acicular o redonda. Un polvo virgen adecuado tiene una densidad aparente desde aproximadamente 2,5 hasta aproximadamente 3,2 gramos por centímetro cúbico y las partículas tienen un área superficial desde aproximadamente 0,1 hasta aproximadamente 0,4 metros cuadrados por gramo. El polvo tiene una granulometría definida, de forma que al menos un 90% de las partículas son menores de 120 micrómetros, al menos un 50% de las partículas son menores de 75 micrómetros, y al menos un 10% de las partículas son menores de 20 micrómetros. En una realización, la granulometría no es bimodal. Preferentemente, el polvo tiene una pureza de al menos un 99,95% en función de las siguientes impurezas elementales: Ag, Al, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mo, Ni, Si, Sn, Ti, Zn y Zr. Preferentemente, la concentración combinada de los elementos mencionados anteriormente es menor de 500 ppm.

En el caso de una combinación de aleaciones y óxidos metálicos; el o los óxidos deben estar distribuidos de forma homogénea por toda la microestructura final (tamaño de partícula < 5 micrómetros), estando en equilibrio con el homólogo circundante de aleación metálica atomizada por gas (tamaño de partícula < 45 micrómetros). En la Figura 8 se muestra una microestructura típica de una composición reacondicionada. Preferentemente, el polvo de partida tiene una pureza de al menos un 99,9% en función de las siguientes impurezas elementales: Ag, Al, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mo, Ni, Si, Sn, Ti, Zn y Zr.

En la etapa 114, y con referencia a la Figura 3B, una vez el objetivo relleno 206 de deposición catódica está dispuesto firmemente en el interior de la cavidad 302, se puede prensar en caliente el conjunto resultante. Durante tal etapa 114 de prensado en caliente se calienta el objetivo relleno de deposición catódica hasta una temperatura especificada mientras que se aplica presión axial a lo largo de la dirección de la flecha 304. En la realización mostrada en la Figura 3B, la prensa 306 suministra la fuerza axial. En otra realización, no mostrada, se aplica la presión axial a lo largo de la dirección opuesta a la flecha 304. En ambas realizaciones, se aplica la fuerza axial en una dirección perpendicular a la superficie superior del objetivo relleno de deposición catódica. Se distingue tal técnica de prensado en caliente de un prensado isostático en caliente por medio de la dirección de la fuerza. La presión isostática, que es omnidireccional, somete al objetivo a un entorno presurizado radicalmente distinto de la presión axial. Los resultados de una técnica no pueden ser extrapolados a la otra. Los inventores han descubierto ciertas condiciones que hacen que sea posible producir objetivos reacondicionados homogéneos utilizando un prensado no isostático en caliente con presiones significativamente menores que las técnicas de

reacondicionamiento de la técnica anterior. De forma ventajosa, el presente procedimiento hace innecesario un aserrado o un fresado subsiguientes del objetivo reacondicionado.

Cuando se aplica una presión uniaxial a lo largo de la flecha 304, se somete al molde 300 a una compresión enorme. Los inventores han desarrollado ciertos moldes que son capaces de soportar estas fuerzas y de producir los objetivos reacondicionados deseados.

El molde 300 puede estar construido de cualquier material adecuado capaz de soportar las fuerzas aplicadas. Por ejemplo, el molde 300 puede estar construido de grafito. En una realización, el grafito es un grafito de alta calidad, tal como de “calidad 2124”, disponible en Center Carbon Company. En general, un grafito de alta calidad se caracteriza por una porosidad reducida y un tamaño de grano fino. El molde puede estar cortado de un bloque de grafito adecuado utilizando maquinaria de torno bien conocida. A continuación se proporcionan algunas de las propiedades de varias calidades de grafito:

Propiedades	Calidad 2191	Calidad 2124	Calidad 2160
Densidad volumétrica	17,74 g/cm^3	1,80 g/cm^3	1,86 g/cm^3
Tamaño medio del grano	15	12	5
Resistencia a la flexión (MPa)	44	52	76
Resistencia a la compresión (MPa)	97	112	167
Resistencia a la tracción (MPa)		31	50
Porosidad (%)	12	10	7
Coeficiente de dilatación térmica (10-6/C)	4,2	5,0	6,0

La Figura 4 muestra una representación más detallada del molde 300. Como se muestra en la Figura 4, el molde 300 tiene una pared superior 400, una pared inferior 402, y paredes laterales 404. El molde 300 también tiene una cavidad 302 para recibir un objetivo de deposición catódica. El tamaño y la forma de la cavidad 302 están configurados para casar firmemente con el tamaño y la forma deseados del objetivo. Cuando se aplica una fuerza axial en una dirección perpendicular a la superficie superior 400, se comprime el objetivo entre la prensa 306 y la superficie 308 según hace contacto la pared inferior 402 con la superficie 308. Cuando se aplica la fuerza axial, la pared lateral interna 406 de la cavidad 302 experimenta un esfuerzo radial. El molde 300 tiene un grosor 410 que es lo suficientemente grueso como para acomodar este esfuerzo radial. El grosor 410 es la distancia entre la pared lateral interna 406 de la cavidad 302 y la pared lateral 404 del molde 300.

Las Figuras 5A y 5B muestran gráficos del esfuerzo radial inducido por una carga que está siendo aplicada a un objetivo de deposición catódica con un área superficial superior de 73148 milímetros cuadrados. Se puede calcular el esfuerzo radial a cualquier distancia radial (r) (siendo P_i la presión interna, siendo P_0 la presión externa, y siendo r_0 el radio externo del molde, y siendo r_i el radio interno del molde) utilizando las siguientes fórmulas:

$$\sigma_2(r) = P_i r_i^2 - \frac{P_0 r_0^2}{(r_0^2 - r_i^2)} - \frac{r_i^2 r_0^2 (P_0 - P_i)}{r^2 (r_0^2 - r_i^2)}$$

$$\sigma_2(r_i) = \frac{P_i r_i^2}{(r_0^2 - r_i^2)} + \frac{r_i^2 r_0^2 P_i}{r_i^2 (r_0^2 - r_i^2)}$$

$$\text{cuando } P_0 = 0 \text{ y } r = r_i$$

$$\sigma_3(r_i) = P_i\left(\left(\frac{r_0}{r_i}\right)^2 + \frac{1}{\left(\frac{r_0}{r_1}\right)^2} - 1\right) = P_i\left(L^2 + \frac{1}{L^2 - 1}\right)$$

Se varió el grosor 410 (véase la Figura 4) de la pared del molde y se midió el esfuerzo resultante con diversos grosores. Según aumenta el grosor de las paredes del molde, el esfuerzo radial comienza a caer muchísimo con una fuerza constante de $1{,}16 \cdot 10^6$ Newtons (véase la Figura 5A). Sin embargo, este efecto se reduce hasta que se puede establecer una asíntota (en la Figura 5A, esta parece estar a aproximadamente 11,4 centímetros para un objetivo con un radio de aproximadamente 90 milímetros y un grosor de aproximadamente 7 milímetros). En la Figura 5B, se puede ver una asíntota similar con un grosor de aproximadamente 11 centímetros.

Con referencia de nuevo a la Figura 1, una vez se ha dispuesto el objetivo de deposición catódica en el molde (etapa 110) y se han cubierto las regiones agotadas con polvo nuevo (etapa 112), entonces se puede ejecutar la etapa 114, en la que se prensa en caliente el objetivo relleno de deposición catódica, de forma que el metal en polvo se funde con el metal no depositado catódicamente, produciendo un objetivo reacondicionado. Se puede hacer referencia a la Figura 6.

La Figura 6 muestra el objetivo relleno 206 de deposición catódica antes de un prensado en caliente y el objetivo reacondicionado 600 de deposición catódica después de un prensado en caliente. El objetivo reacondicionado 600 es sustancialmente homogéneo, de forma que no se puede observar ninguna superficie de contacto ya sea por microscopia óptica o por microscopia electrónica con barrido (véase la Figura 7A). Durante la ejecución de la etapa 114, se aplican tanto calor como presión axial durante un cierto periodo de tiempo. La cantidad de calor, la cantidad de presión, y la duración de tiempo varían dependiendo de la composición del objetivo.

Las Figuras 7A y 7B muestran el perfil de dos objetivos reacondicionados de rutenio en los que no es visible ninguna superficie de contacto en la Figura 7B. La Figura 8 muestra el perfil de un objetivo reacondicionado de óxido de Co-Cr-Pt-B, que muestra una distribución uniforme de la fase de óxido fino en equilibrio con la fase metálica atomizada por gas.

El objetivo mostrado en la Figura 7A fue producido utilizando un simple prensado isostático con gas inerte a 20 MPa. Se colocó un objetivo gastado con un diámetro de 5 cm en un utillaje de grafito de calidad 2191. Se sustituyó la cantidad de metal consumida mediante deposición catódica con polvo nuevo de rutenio (disponible en Johnson Matthey). Entonces, se prensó el conjunto de polvo y de objetivo gastado a 1400° C, con una presión de 20 MPa, siendo el tiempo de remojo de 7 horas. El perfil resultante del objetivo, mostrado en la Figura 7A, tiene una superficie de contacto visible en el límite entre la capa original y la capa recién depositada.

En comparación, los objetivos mostrados en las Figuras 7B y 8 fueron producidos según las enseñanzas de la presente invención. Con referencia a la Figura 7B, se colocó el objetivo gastado (con un diámetro de 18,3 cm) que pesaba 1790 g en un utillaje de grafito diseñado especialmente (siendo el diámetro externo de 43 cm con una relación de diámetro externo/diámetro interno de 2,36), de forma que el escalón del objetivo en el encaje en el surco del utillaje y la zona de deposición catódica quede expuesta al formador superior. Se rellenó la cantidad consumida (~ 775 g) del objetivo con polvo cocido de rutenio (adquirido en Johnson Matthey). Entonces, se electrodepositó la superficie superior del polvo vertido por medio de un medidor y un báscula plana. Se colocó una capa barrera entre el formador superior y el polvo y el lecho del objetivo utilizado. Entonces, se colocó todo el conjunto del utillaje en una unidad de prensado en caliente con gas inerte, que fue purgada con gas argón durante 30 minutos para eliminar cualquier oxígeno no deseado presente en el ambiente inerte. Entonces, se prensó en caliente el conjunto de polvo y de objetivo gastado a 1400 (+50/-25) ° C, con una presión de 50 (± 10) MPa, siendo el tiempo de remojo de 7 (+3/-2) horas. Incluso con un aumento de ×35 no había ninguna superficie de contacto visible.

En la Figura 8 se muestra un ejemplo adicional. Se colocó un objetivo de óxido de Co-Cr-Pt-B (con un diámetro de 19,05 cm), que pesaba 1025 g en un utillaje de grafito diseñado de forma similar (siendo el diámetro externo de 45,7 cm con una relación de diámetro externo/diámetro interno de 2,368). Se rellenó la cantidad consumida (~ 661 g) del objetivo con polvo nuevo. Entonces, se electrodepositó la superficie superior del polvo vertido por medio de un medidor y una báscula plana. Se colocó una capa barrera entre el formador superior y el polvo y el conjunto de objetivo gastado/polvo. Entonces, se colocó todo el conjunto del utillaje en una unidad de prensado en caliente con gas inerte, que fue purgada con gas argón durante 30 minutos para eliminar cualquier oxígeno no deseado presente en el ambiente inerte. Entonces, se prensó en caliente el conjunto de polvo y de objetivo gastado a 1000 (+50/-25) ° C, con una presión de 50 (± 10) MPa, siendo el tiempo de remojo de 3 (± 2) h. En este caso, se observó una discontinuidad secundaria dentro del grano con un aumento de ×200, a lo largo de la superficie de contacto que es atribuida a la presencia de múltiples fases en la microestructura. Sin embargo, no se observó ni porosidad ni crecimiento anómalo del grano en la superficie de contacto, ni en torno a la misma.

El intervalo de temperaturas de procesamiento puede variar a cualquier punto entre 1400 °C y aproximadamente 1550 °C para rutenio y el del óxido de Co-Cr-Pt-B puede variar dentro de 975-1050° C. Las temperaturas sumamente bajas se caracterizan por una difusión insuficiente para producir un objetivo homogéneo. Las temperaturas sumamente altas se caracterizan por un crecimiento anómalo del grano y propiedades magnéticas no deseables que también producen un objetivo heterogéneo. En una realización, la tasa de calentamiento es de aproximadamente 20°C por minuto. Se mantiene el objetivo a la temperatura final durante un periodo prolongado de tiempo tal como, por ejemplo, 7 horas. Se mantiene la presión entre aproximadamente 40 MPa y 60 MPa en situaciones que no se alejan del ámbito de la invención. Por lo tanto, se pretende que la invención no esté limitada a las realizaciones particulares divulgadas como el mejor modo contemplado para llevar a cabo la presente invención, sino que la invención incluirá todas las reivindicaciones que se encuentren dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para reacondicionar un objetivo gastado de deposición catódica que comprende las etapas de:

recibir un objetivo gastado de deposición catódica comprendido de un metal no depositado catódicamente, en el que el objetivo gastado de deposición catódica tiene una región agotada, disponiendo el objetivo gastado de deposición catódica en el interior de un molde de prensado en caliente,
rellenar la región agotada con un polvo del metal, siendo llevada a cabo la etapa de relleno bien antes o bien después de la etapa de disponer el objetivo de deposición catódica en el interior del molde de prensado en caliente, produciendo de esta manera un objetivo relleno de deposición catódica, en el que el peso total del polvo y del objetivo gastado de deposición catódica es igual al peso deseado del objetivo reacondicionado,
y aplicar suficiente calor y fuerza axial al objetivo relleno de deposición catódica en una dirección perpendicular a la superficie superior de la región agotada para prensar en caliente el objetivo relleno de deposición catódica en el que la etapa de aplicar suficiente calor y fuerza axial mantiene la temperatura del molde por debajo de la temperatura de fusión del metal, de forma que el metal en polvo se funde con el metal no depositado catódicamente produciendo un objetivo homogéneo reacondicionado.

2. El procedimiento definido en la reivindicación 1, en el que el polvo incluye un metal seleccionado del grupo que consiste en rutenio, platino y rodio.

3. (Modificada en la actualidad) El procedimiento definido en la reivindicación 1, en el que se aplica la fuerza axial con un formador superior y se inserta una capa barrera entre el formador superior y el polvo antes de la etapa de aplicar suficiente calor y fuerza axial.

4. (Modificada en la actualidad) El procedimiento definido en la reivindicación 1, en el que la etapa de aplicar suficiente calor y fuerza axial se lleva a cabo durante un periodo de tiempo suficiente para sinterizar el polvo y formar una unión de difusión de estado sólido con el objetivo gastado de deposición catódica.

5. El procedimiento definido en la reivindicación 1, en el que el metal en polvo incluye una aleación de al menos dos metales.

6. El procedimiento definido en la reivindicación 1, en el que el metal en polvo incluye un óxido metálico.

7. El procedimiento definido en la reivindicación 1, en el que el metal en polvo incluye un óxido de Co-Cr-Pt-B.

8. El procedimiento definido en la reivindicación 1, en el que el objetivo gastado de deposición catódica consiste esencialmente en un metal no depositado catódicamente y el polvo del metal consiste esencialmente en un único metal.

9. El procedimiento definido en la reivindicación 8, en el que el polvo metálico está seleccionado del grupo que consiste en rutenio, platino, y rodio.

10. (Modificada en la actualidad) El procedimiento definido en la reivindicación 1, en el que el objetivo gastado de deposición catódica consiste esencialmente en rutenio y el polvo del metal consiste esencialmente en rutenio en polvo, utilizando calor la etapa de aplicar suficiente calor desde aproximadamente 1400 °C hasta aproximadamente 1550 °C y utilizando la etapa de aplicar suficiente fuerza axial una fuerza desde aproximadamente 40 MPa hasta aproximadamente 60 MPa en una dirección perpendicular a la superficie superior de la región agotada.

11. El procedimiento definido en la reivindicación 10, en el que la etapa de aplicar calor provoca que el molde mantenga una temperatura desde aproximadamente 1400 °C hasta aproximadamente 1550 °C durante un periodo de tiempo desde aproximadamente 5 horas hasta aproximadamente 10 horas.

12. (Nueva) El procedimiento definido en la reivindicación 1, en el que el objetivo relleno de deposición catódica está dispuesto en una cavidad en el molde de prensado en caliente, limitada la cavidad por una pared lateral, y teniendo la pared lateral un grosor correspondiente a una asíntota de la siguiente función:

$$\sigma_3(r_i) = P_i \left(\left(\frac{r_0}{r_i} \right)^2 + \frac{1}{\left(\frac{r_0}{r_i} \right)^2} - 1 \right)$$

en la que P_i es una presión interna, r_0 es un radio externo del molde de prensado en caliente, y r_i es un radio interno del molde, en el que el grosor es la diferencia entre r_i y r_0.

13. (Nueva) El procedimiento definido en la reivindicación 1, en el que el objetivo relleno de deposición catódica está dispuesto en una cavidad en el molde de prensado en caliente, teniendo la cavidad un diámetro interno, teniendo el molde de prensado en caliente un diámetro externo, y siendo la relación del diámetro externo con respecto al diámetro interno de aproximadamente 2,36.

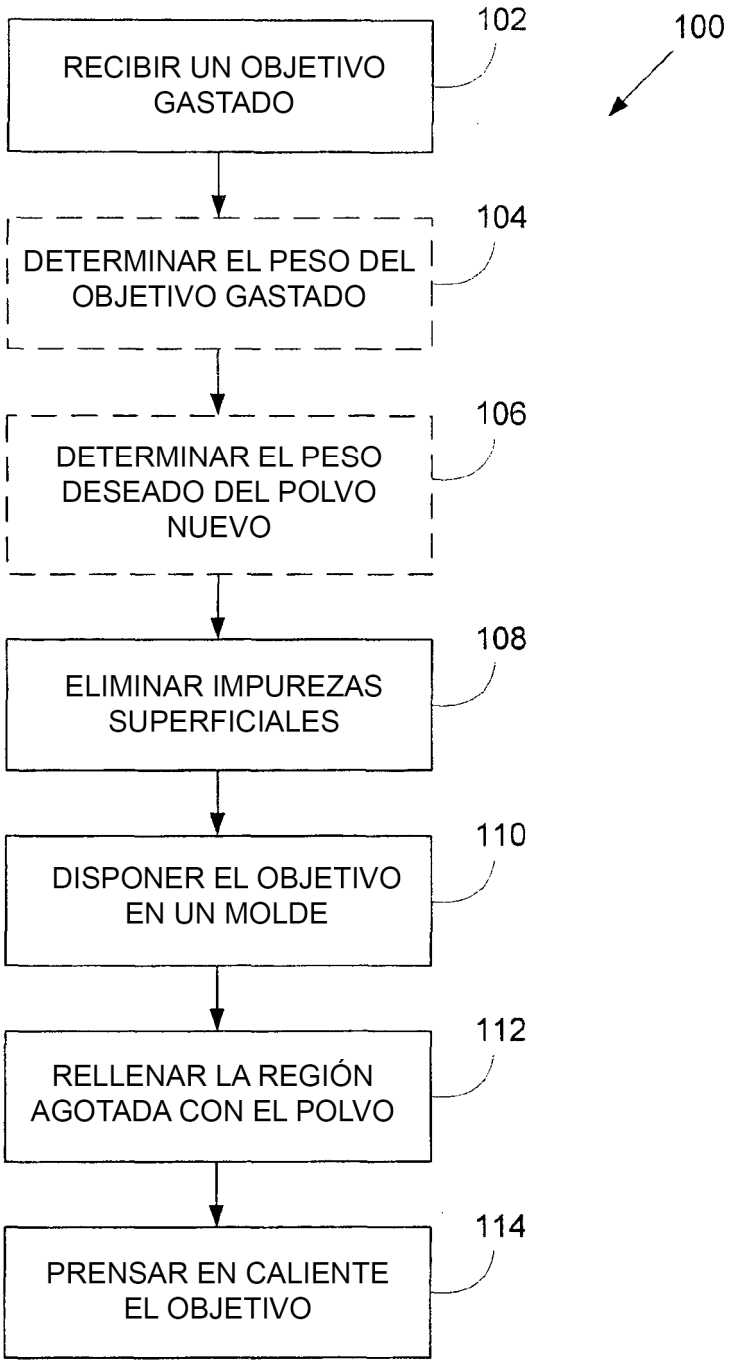

100
102
RECIBIR UN OBJETIVO GASTADO
104
DETERMINAR EL PESO DEL OBJETIVO GASTADO
106
DETERMINAR EL PESO DESEADO DEL POLVO NUEVO
108
ELIMINAR IMPUREZAS SUPERFICIALES
110
DISPONER EL OBJETIVO EN UN MOLDE
112
RELLENAR LA REGIÓN AGOTADA CON EL POLVO
114
PRENSAR EN CALIENTE EL OBJETIVO

FIG. 1

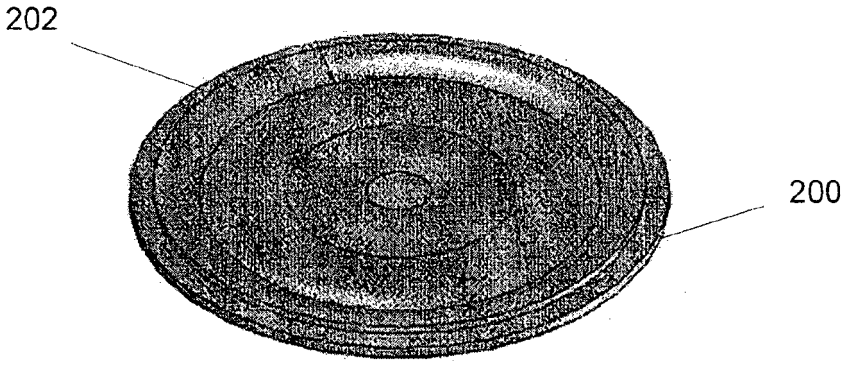


FIG. 2A

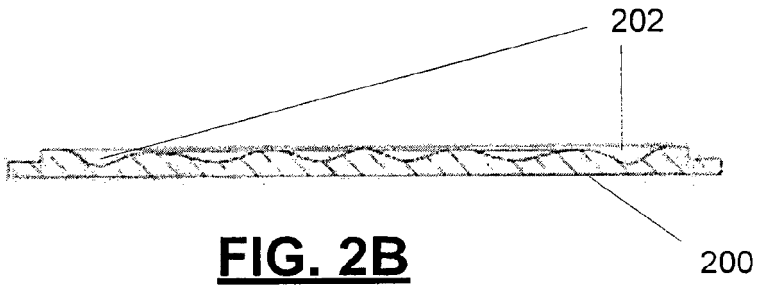


FIG. 2B

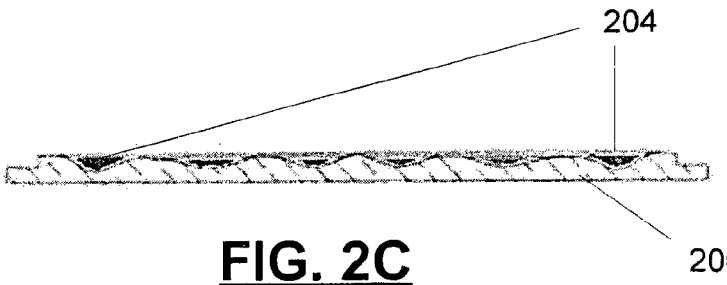


FIG. 2C

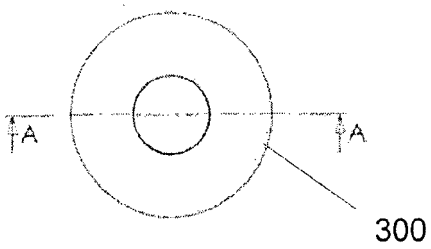


FIG. 3A

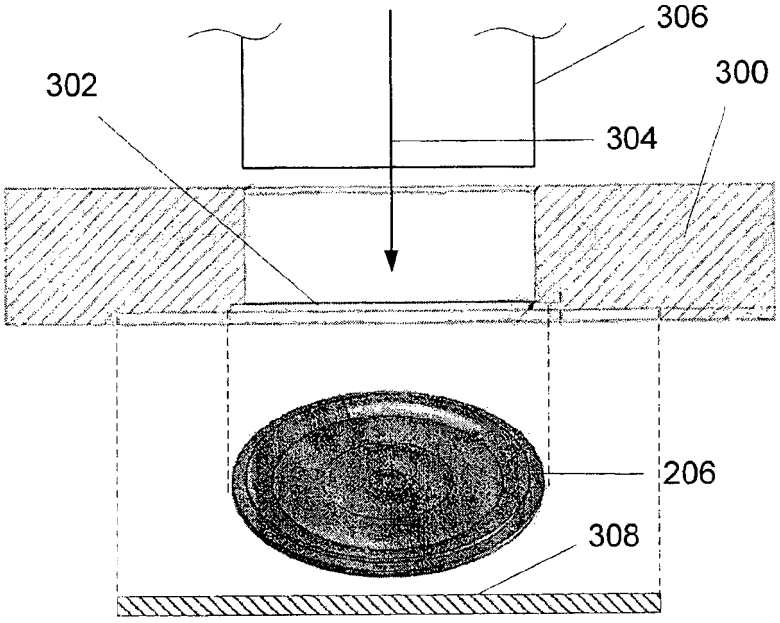


FIG. 3B

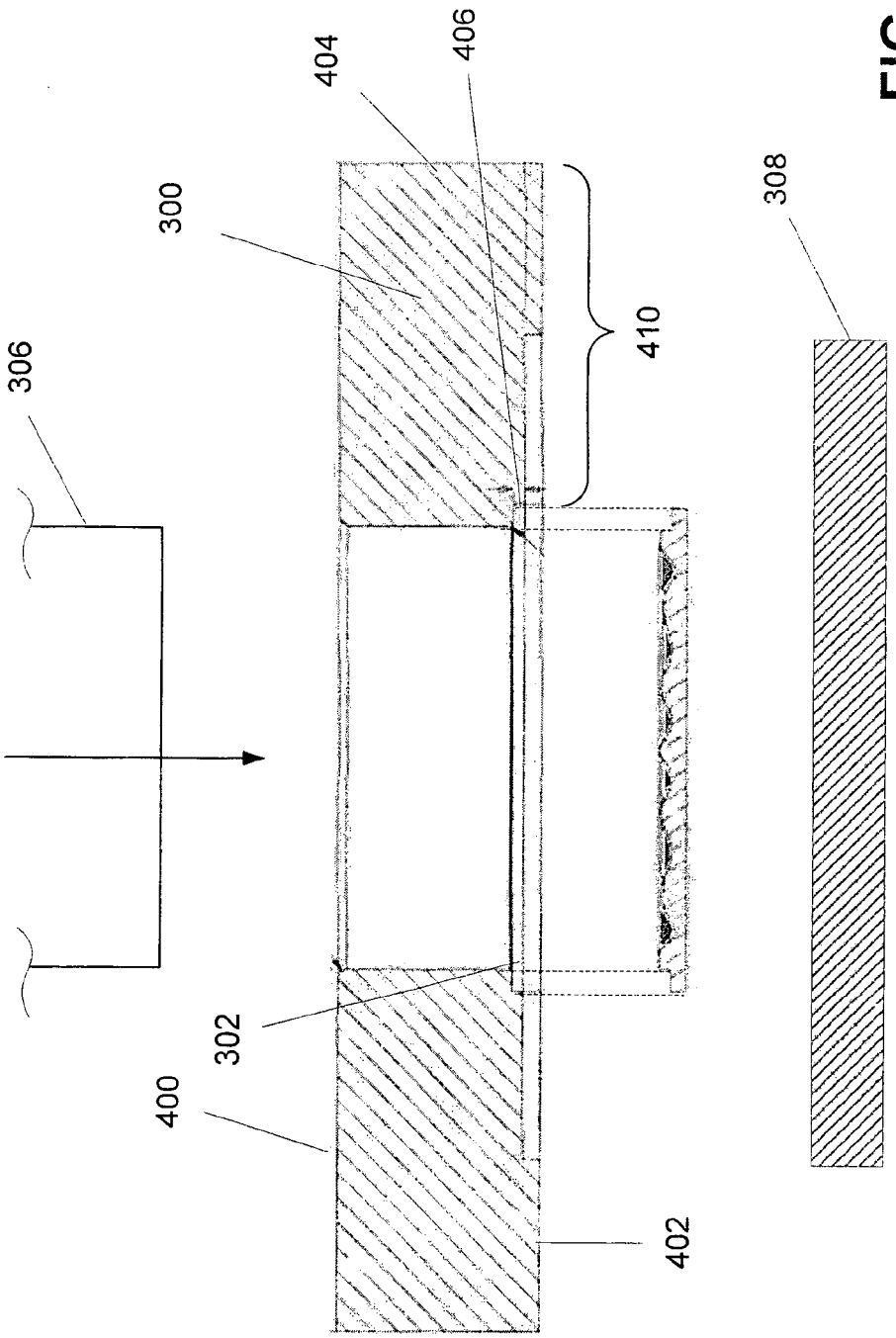


FIG. 4

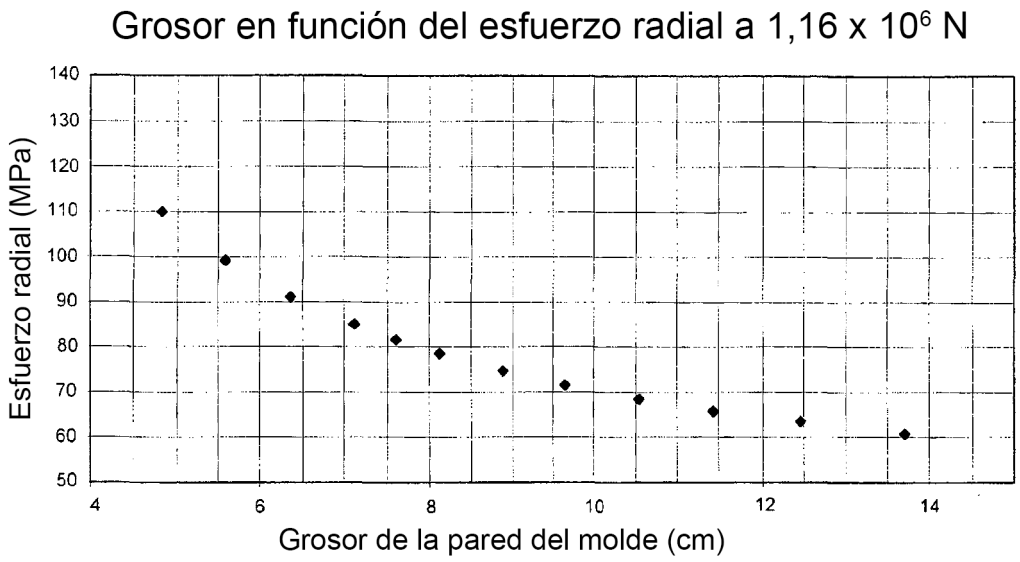

Grosor en función del esfuerzo radial a 1,16 x 10⁶ N
Esfuerzo radial (MPa)
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
4
6
8
10
12
14
Grosor de la pared del molde (cm)

FIG. 5A

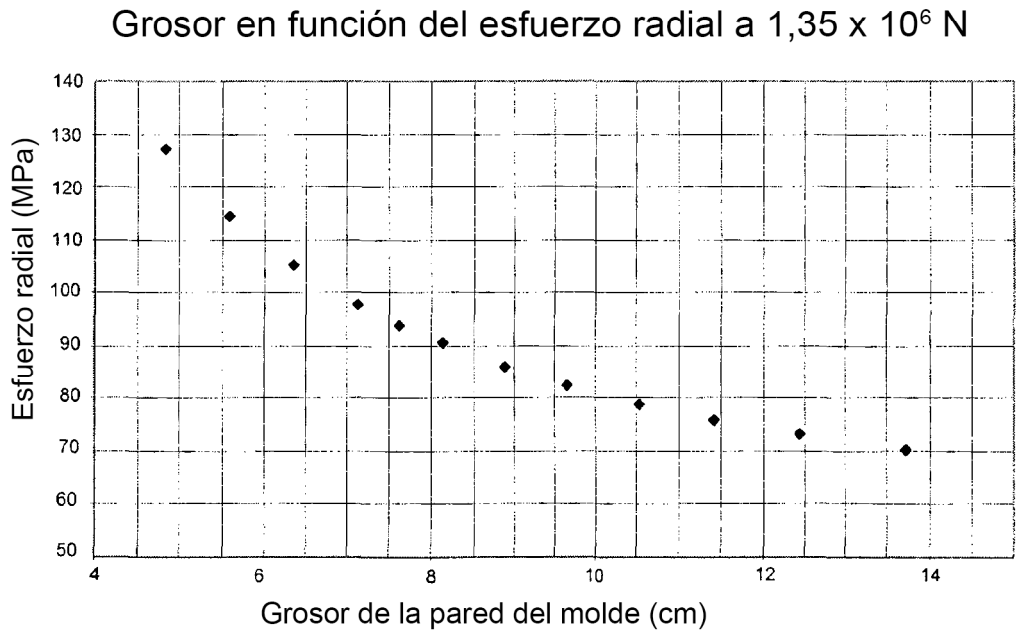

Grosor en función del esfuerzo radial a 1,35 x 10⁶ N
Esfuerzo radial (MPa)
140
130
120
110
100
90
80
70
60
50
4
6
8
10
12
14
Grosor de la pared del molde (cm)

FIG. 5B

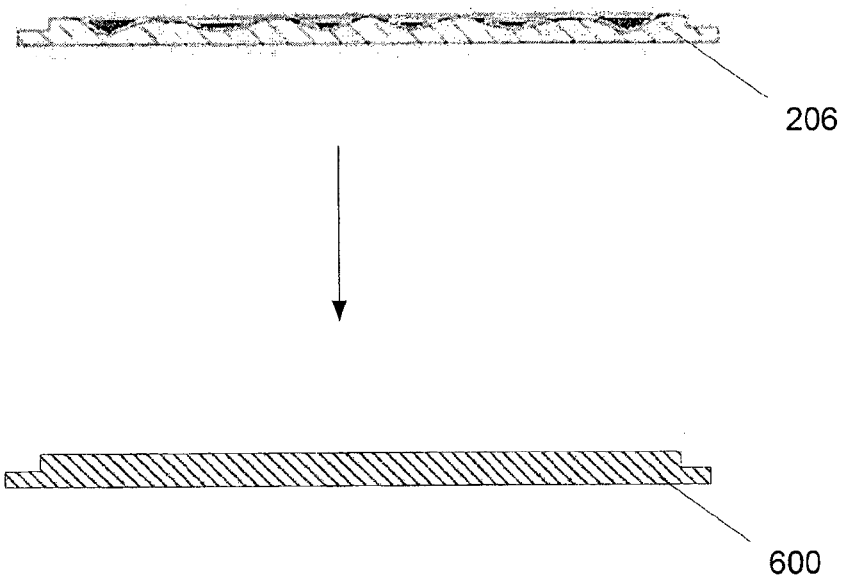
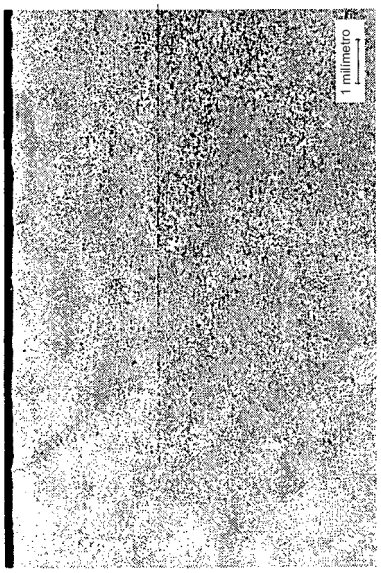


FIG. 6

x35 - sin superficie de contacto visible

FIG. 7B

superficie de contacto



x10 - superficie de contacto visible

FIG. 7A

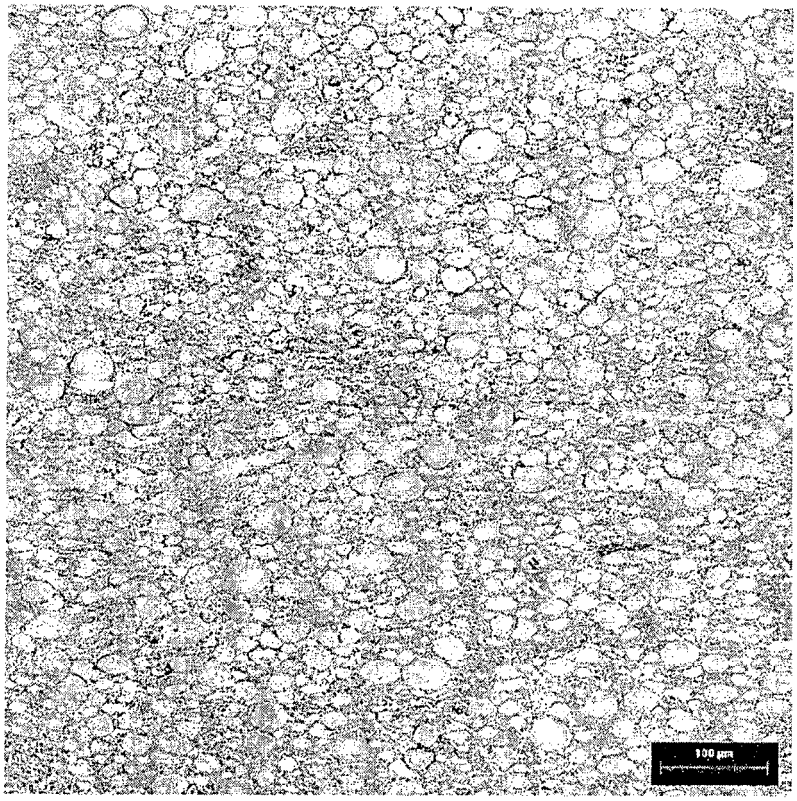


FIG. 8