

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 527 877**

51 Int. Cl.:

C23C 14/32 (2006.01)

H01J 37/32 (2006.01)

H01J 37/34 (2006.01)

C23C 14/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.07.2007 E 07787450 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.10.2014 EP 2041331**

54 Título: **Procedimiento para el depósito de capas eléctricamente aislantes**

30 Prioridad:

19.07.2006 CH 11662006

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

02.02.2015

73 Titular/es:

**OERLIKON TRADING AG, TRÜBBACH (100.0%)
HAUPTSTRASSE
9477 TRÜBBACH, CH**

72 Inventor/es:

**RAMM, JÜRGEN;
WIDRIG, BENO y
WOHLRAB, CHRISTIAN**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 527 877 T3

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 para el depósito de capas eléctricamente aislantes

Ámbito técnico

5 Procedimiento para crear capas aislantes por medio de una o de varias fuentes de arco, no generando en la superficie del blanco un campo magnético o sólo un campo débil para favorecer el proceso de vaporización. El invento se refiere en especial a la creación de óxidos y al funcionamiento de la al menos una fuente de arco en una atmósfera, que contenga oxígeno.

Definiciones

10 ● En el marco de la presente solicitud, que se compone de descripción, figuras y reivindicaciones, entendemos bajo campo magnético “débil” un campo magnético entre 3 y 50 Gauss (incluidos los dos límites), con preferencia entre 5 y 25 Gauss (incluidos los dos límites).

● En la presente solicitud, que se compone de descripción, figuras y reivindicaciones, entendemos bajo material “mal” conductor o “peor” conductor un material cuya conductividad eléctrica sea menor que la conductividad eléctrica de metales, respectivamente aleaciones de metales.

15 ● En el marco de la presente solicitud, que se compone de descripción, figuras y reivindicaciones entendemos bajo campo magnético “esencialmente” perpendicular a la superficie del blanco, un campo magnético, que posee una componente paralela a la superficie del blanco – componente radial – que es menor que la componente perpendicular a la superficie del blanco: el vector de campo resultante forma con una perpendicular a la superficie del blanco un ángulo, cuyo valor es menor que 45°. La componente radial del campo también puede valer en este caso cero, coincidiendo entonces el vector de campo y la perpendicular a la superficie.

20 ● En el marco de la presente solicitud, que se compone de descripción, figuras y reivindicaciones entendemos bajo una bobina polarizada esencialmente en sentido axial una bobina, cuyo eje forme con la perpendicular a la superficie del blanco en el centro de esta un ángulo, cuyo valor es inferior a 45°.

25 ● Bajo sistema magnético, que se compone de una bobina, que posee una forma geométrica “análoga” al contorno del blanco, un sistema magnético, que en una vista en planta sobre la superficie del blanco, se extienda en el interior y/o el exterior de la superficie del blanco y a lo largo de la zona de su contorno, que en una vista lateral está dispuesta al menos parcialmente por debajo y/o al menos parcialmente por encima y/o al menos parcialmente a la misma altura que el borde del blanco.

Estado de la técnica

30 Con los procedimientos de arco según el estado actual de la técnica se pueden utilizar en una manera muy deficiente o en modo alguno de una manera útil en la práctica industrial fuentes de chispas en una atmósfera, que contenga oxígeno, en especial en oxígeno puro. Así por ejemplo, en la utilización de las fuentes de arco conocidas, cuyos campos magnéticos estén diseñados para propagar las chispas sobre pistas esencialmente circulares se comprobó, que las superficies del blanco se cubren con capas gruesas de óxido y que el proceso de recubrimiento se vuelve inestable. La superficie del blanco sobre la que discurre la chispa se estrangula, es decir, que la chispa discurre sobre una superficie continuamente menguante del blanco y la superficie de blanco no utilizada es oxidada intensamente. Esto conduce en primer lugar a una intensa formación de salpicaduras y finalmente a inestabilidades y a la extinción de la chispa.

40 Un proceso en el que los blancos del arco se bañan con un gas inerte y en el que el gas reactivo se inyecta en la proximidad de la superficie del substrato no puede ser utilizado, debido al elevado coste de la instalación, en todos los casos y no siempre conduce al éxito, ya que con una concentración demasiado elevada del gas inerte se deposita por ejemplo una mezcla de metal y del compuesto metálico realmente deseado.

45 Otra posibilidad para solucionar este problema es pulsar el chorro de chispas aplicando al mismo tiempo una fuente de alimentación con corriente continua y una fuente de impulsos, como se describe en los documentos CH 00518/05 y CH 1289/2005, o aplicando una sola fuente de corriente pulsada. De esta manera también se pueden utilizar varias fuentes de arco de manera continua y estable, cuando se propagan en una atmósfera de oxígeno y sus superficies de cubren durante el proceso con una capa aislante. Sin embargo, para ello es necesario, además de una fuente de alimentación con corriente continua una fuente adicional de corriente pulsada o un generador individual especial, correspondientemente caro, que pueda superponer a una corriente de base un esquema adecuado de impulsos.

50 En el depósito de capas conductoras, como por ejemplo TiN, AlTiN, AlCrN y otras, se sabe ya desde hace tiempo, que con un campo magnético creciente paralelo a la superficie decrece la densidad de las gotitas, mientras que con líneas de campo orientadas perpendicularmente a la superficie del blanco tiende a la emisión de macropartículas mayores. En los documentos CH 00792/06 y WO 2004/057642 se divulgan ejemplos de fuentes de arco con líneas

de campo esencialmente paralelas a la superficie, respectivamente con una componente pequeña de campo magnético perpendicular.

Además, a través del documento DE 4223592 (Hovsepián) se sabe, que para la minimización de la cantidad de gotitas y la optimización del rendimiento del blanco se puede ajustar un campo magnético externo al correspondiente valor del campo magnético propio generado con el arco voltaico, respectivamente al campo magnético propio generado en la superficie del blanco, que no sea superior a 10 Gauss ($= 10^{-3}$ Tesla). Esto se puede conseguir por ejemplo con una bobina conectada entre el blanco y la fuente de corriente. La potencia del vaporizador es estabilizada adicionalmente por la bobina magnética y al mismo tiempo se incrementa la formación de plasma.

En el documento US 6,334,405 se propone un principio totalmente distinto con una propagación de las líneas de campo, que es esencialmente perpendicular a la superficie del blanco. La bobina o el anillo magnético generador del campo se disponen en este caso a la misma altura o delante de la superficie del blanco. Al mismo tiempo se utilizan campos magnéticos manifiestamente más intensos que en los procedimientos mencionados.

En el estado actual de la técnica no se conoce la optimización de los campos magnéticos con vistas a una vaporización con chispas para la obtención de capas oxidantes, respectivamente oxídicas, en la que se creen sobre la superficie del blanco, al menos temporalmente, zonas de capas aislantes o al menos peor conductoras. Los procedimientos de arco para el depósito de estas capas no se utilizan hasta el momento, debido a las dificultades descritas, industrialmente y también en el estado de la técnica sólo se mencionan en casos aislados.

La patente EP 0285745 B1 representa una excepción, ya que en ella se describe una reducción de las gotitas durante la vaporización con chispa, que se basa en el recubrimiento mutuo de, por ejemplo de dos blancos de chispas enfrentados. Esto se apoya en la observación de que después de evacuar la instalación de recubrimiento en vacío e inmediatamente después del encendido de la chispa esta es más disgregada durante el tiempo inicial y genera menos gotitas. La memoria describe un procedimiento para el recubrimiento de piezas con diferentes combinaciones, que contienen metales, como TiN, ZrN y ZrO₂, siendo expuesto el blanco de la chispa a un nuevo recubrimiento por medio de una segunda fuente de vaporización posicionada adecuadamente en una proporción del 12 % al 25 % de la tasa propia de vaporización. Las bobinas para generar los campos magnéticos encima del blanco de la chispa son en este caso bobinas de Helmholtz dispuestas exteriormente al vacío, que con intensidades del campo magnético de aproximadamente 10 Gauss ya permiten un aumento de las tasas de recubrimiento mutuo. Sin embargo, un procedimiento de esta clase es problemático por varias razones. Por un lado, es preciso mantener una determinada disposición del blanco, asegurando al mismo tiempo la uniformidad del recubrimiento y, por otro, debido al recubrimiento mutuo se produce siempre una pérdida de tasa de recubrimiento sobre las piezas y a consecuencia de ello una menor rentabilidad del procedimiento.

El documento US 2003/0209424 A1 divulga un procedimiento para la fabricación de, por ejemplo, capas de óxido sobre una pieza por medio de un recubrimiento en vacío. Se utiliza la descarga eléctrica de un arco de corriente continua entre el ánodo y cátodo de una fuente de arco en una atmósfera, que contenga un gas reactivo. En la superficie del blanco se genera un campo (54) magnético esencialmente perpendicular a la superficie del blanco. Entre el cátodo y el ánodo se dispone un anillo (19) de limitación aislado eléctricamente de ambos.

Exposición del invento

El objeto del presente invento es crear un procedimiento según la reivindicación 1 para generar capas aislantes por medio de una vaporización con chispa, que evite los inconvenientes del estado de la técnica y que haga posible conducir un proceso de vaporización con chispa con una buena productividad. Otro objeto es crear un procedimiento con el que sea posible por primera vez el funcionamiento de un proceso de vaporización con chispa con estabilidad de larga duración en una atmósfera, que contenga un gas reactivo, incluso sin la aplicación de fuentes de arco pulsadas y/o el baño simultáneo de las fuentes de arco con un gas inerte, respectivamente el re-recubrimiento simultáneo de la superficie vaporizada del blanco, en el que se depositen capas malas conductoras o aislantes.

De manera sorprendente se comprobó, que con una medida relativamente sencilla, como es la aplicación de un campo magnético pequeño esencialmente perpendicular a la superficie del blanco y por medio de una bobina polarizada al menos parcialmente con una forma geométrica análoga al contorno del blanco y con una componente B_z perpendicular así como con una componente B_r radial o paralela a la superficie esencialmente más pequeña, es decir en la mayor parte de la superficie del blanco, radial o paralela a la superficie, también es posible un proceso de recubrimiento con una estabilidad a largo plazo para la obtención de capas malas conductoras, en especial aislantes. La componente B_z perpendicular se ajusta en este caso en la superficie del blanco en un margen entre 3 y 50 Gauss, sin embargo con preferencia en un margen entre 5 y 25 Gauss.

En un procedimiento de esta clase también es superflua la necesidad, descrita en el estado de la técnica, del recubrimiento mutuo, de manera, que el grado de re-recubrimiento de la superficie del blanco con otra fuentes de recubrimiento se puede elegir menor que el 10 %, con preferencia menor que el 5 %, con especial preferencia menor que el 1 % o cero % de la cantidad de metal eliminada del cátodo.

De manera alternativa también es posible, que el procedimiento trabaje sin campo magnético, pero en este caso es preciso renunciar a la ionización incrementada ventajosamente, que se produce incluso con la aplicación de campos magnéticos pequeños por encima de la superficie del blanco.

5 Con ello es posible elegir la disposición de la(s) fuente(s) de chispa de manera esencialmente libre, por ejemplo en paralelo, formando un ángulo entre sí o también enfrentadas y que las piezas a recubrir se dispongan o muevan de manera cualquiera por ejemplo entre varias fuentes de chispa, con lo que se aprovecha mejor el material del blanco y se incrementa la tasa de recubrimiento. En este caso también se puede prescindir de las medidas auxiliares usuales, como el baño del blanco con gas inerte o la adición al gas reactivo de cantidades mayores de gas inerte. En especial, el proceso también puede trabajar con un contenido en gas inerte inferior al 30 %, con preferencia inferior al 10 %, respectivamente sin adición de gas inerte. En este caso tampoco es necesaria la combinación del presente invento con la asistencia al proceso conocida a través de los documentos CH 00518/05 (reactive pulsed arc) y CH 1289/2005 (dual pulsed arc) por medio de la aplicación de una señal pulsada al (a los) cátodo(s), si bien una combinación de esta clase puede aportar ventajas para determinadas aplicaciones, como por ejemplo en el caso de desear un mejor aprovechamiento del blanco, una mayor tasa de recubrimiento o un movimiento más rápido de la chispa sobre la superficie del blanco.

El campo magnético sobre, respectivamente en la superficie del blanco se debe ajustar en este caso de tal modo, que no resulte demasiado grande para mantener la chispa sobre pistas definidas geométricamente. Esto se consigue ajustando la componente B_z perpendicular del campo magnético en valores inferiores a 50 Gauss, pero con preferencia inferiores a 25 Gauss. La componente B_r debe ser ajustada correspondientemente menor.

20 Si con estos procesos se depositan capas malas conductoras o aislantes se pueden evitar las dificultades conocidas de los procedimientos con corriente continua con fuente de arco con asistencia de un campo magnético, como la contaminación en gran superficie de la superficie del blanco y la disminución consiguiente de la tasa de recubrimiento, que puede dar lugar al fallo de la fuente de arco. Con este procedimiento se puede obtener al mismo tiempo una mayor calidad de la superficie del material a recubrir, ya que la chispa se subdivide, incluso con corrientes de chispa relativamente pequeñas, en varios focos pequeños, que se mueven con rapidez sobre la superficie del blanco, haciendo posible con ello una abrasión uniforme del blanco con una menor emisión de gotitas. La contaminación de la superficie del blanco parece contribuir adicionalmente a una mejor distribución de la chispa en comparación con las superficies conductoras.

Este efecto es especialmente manifiesto en las capas aislantes, que incrementen la emisión de electrones de la superficie metálica del blanco. Ejemplos de ello son las capas de óxido de aluminio o las capas de aluminio y óxido metálico, que se pueden obtener por medio de la vaporización de aleaciones de aluminio por ejemplo con uno o varios metales de transición de los grupos IV a VI, como Fe, Si, B y C, con preferencia de una aleación AlTi, AlTa, AlV, AlCr, respectivamente una aleación AlZr en una atmósfera, que contenga oxígeno. En este caso se utiliza con preferencia una cantidad nula o sólo relativamente pequeña de gas inerte, respectivamente nitrógeno, con preferencia inferior al 20 % en volumen, en especial inferior al 10 % en volumen para garantizar una oxidación completa de las partículas metálicas vaporizadas del blanco. Una distribución análogamente buena de la chispa sobre la superficie del blanco puede ser observada en la obtención de capas borídicas aislantes, como por ejemplo TiB_2 . También en este caso se puede desarrollar el proceso en una atmósfera, que contenga borano, por ejemplo con diborano, incluso sin o con una adición pequeña de gas inerte, como por ejemplo nitrógeno.

40 Como explicación de este comportamiento sirva aquí, sin pretender, que sean completas y sin una demostración científica, las diferentes emisión de electrones o el diferente trabajo de emisión de electrones de superficies metálicas a superficies aislantes, respectivamente oxidicas. Así por ejemplo, el óxido de aluminio da lugar a una emisión de electrones considerablemente mayor que el aluminio metálico. Probablemente tiene lugar en el procedimiento según el invento una distribución de las chispas controlada por la emisión de electrones de la superficie contaminada. Dado que la chispa ya no es obligada a recorrer una pista por la aceleración transversal de un campo magnético radial, salta con preferencia hasta los puntos del blanco con la emisión de electrones más alta. En el caso de un blanco de aluminio, que se vaporice con chispas en oxígeno, se desplaza al punto en el que la capa de óxido de aluminio crece con mayor rapidez. Un campo magnético perpendicular débil puede favorecer en este caso adicionalmente la emisión, mientras que un campo magnético perpendicular intenso produce efectos negativos. Esto último se podría justificar porque los campos magnéticos no se pueden generar de una manera totalmente homogénea sobre la superficie del blanco con un orden de magnitud admisible técnica y económicamente. Con campos magnéticos perpendiculares intensos se produce por ello siempre una componente paralela creciente, que finalmente limita la movilidad libre de la chispa sobre la superficie. Para retener la chispa sobre el lado delantero del blanco se pueden aplicar medidas conocidas, como anillos de confinamiento de un material aislante (por ejemplo nitruro de boro), respectivamente anillos de confinamiento buenos conductores, que repelan la chispa por medio de un campo de corrientes parásitas generado por la propia chispa en movimiento en el anillo.

60 Para obtener un sistema técnico de capas con propiedades funcionales especiales es deseable, según la aplicación, aplicar sobre la pieza junto con las capas aislantes otras capas de adherencia y/o duras por ejemplo metálicas, de nitruros, de carburos o de carbonitruros, aplicando con preferencia como último paso del recubrimiento una capa, que contenga óxidos, respectivamente una capa de óxido. Estas últimas se pueden utilizar por ejemplo como capa

de entrada, respectivamente protección contra oxidación de las capas duras situadas debajo. Para el depósito de los demás sistemas de capas se pueden prever procedimientos en sí conocidos, pero ventajosamente procedimientos PVD, como la pulverización catódica, el recubrimiento con arco de baja tensión, pero nuevamente en especial la vaporización con chispa. La obtención de sistemas de capas múltiples en la que se depositan alternativamente capas conductoras y capas no conductoras o distintas capas no conductoras también es posible con el procedimiento según el invento. Para ello se puede hacer funcionar por ejemplo una fuente de arco alternativamente bajo nitrógeno y oxígeno o proveer varias fuentes de arco con material de blanco distinto y depositar a continuación uno de los materiales como nitruro, carbonitruro u otros compuestos y el otro material como óxido no conductor. Para ello se pueden generar sin problemas entre las capas, contrariamente a otros procedimientos PVD y CVD, capas de transición entre las zonas de capas conductoras y no conductoras, por ejemplo con un contenido en oxígeno creciente, respectivamente decreciente, lo que representa una gran ventaja del procedimiento según el invento. En comparación con ello se producen en los procesos de pulverización catódica zonas con parámetros inestables debidas a la contaminación de la superficie del blanco (curva de histéresis), que dan lugar a una variación brusca de las condiciones de depósito. También se elimina el laborioso ajuste de diferentes niveles de temperatura para el depósito de diferentes materiales duros y el baño con gas inerte entre los diferentes pasos del procedimiento, como es necesario en los procedimientos CVD. De una manera general se pueden trabajar con este procedimiento con temperaturas mucho más bajas que en los procedimientos CVD, por lo que también se presta para el recubrimiento de, por ejemplo, aceros.

En el depósito de multicapas puede surgir el problema de vaporizar diferentes materiales de blanco, existiendo algunos materiales, que sólo se pueden vaporizar con un aprovechamiento útil del blanco con la aplicación de un campo magnético. En estos casos puede ser ventajoso, que a la corriente de la fuente de corriente continua se superponga adicionalmente una señal de impulsos. En relación con otros detalles de un proceso de esta clase se remite a los dos documentos CH 00518/05 y CH 1289/2005 ya mencionados más arriba, en los que se describen con detalle dos posibilidades de un funcionamiento de esta clase con impulsos. Además, se pueden exigir del sistema magnético para la vaporización con arco de un material de blanco metálico desnudo, como resulta de lo expuesto más arriba, requerimientos distintos de los de la oxidación del mismo material con un recubrimiento con óxido. Así por ejemplo, para la vaporización con arco de TiAl para el depósito de TiAlN es ventajoso, que la fuente trabaje con un sistema magnético. Según la proporción Ti/Al pueden conducir en este caso diferentes sistemas magnéticos a resultados óptimos, aplicando para ello eventualmente campos magnéticos del orden de magnitud de las intensidades de campo magnético indicadas más arriba o superiores a ellas. Si en estos casos, por ejemplo al utilizar imanes permanentes, no es posible adaptar la intensidad del campo magnético a las diferentes condiciones de vaporización (por ejemplo superficie metálica, de nitruro, oxidada del blanco), es ventajoso o incluso necesario una pulsación adicional en el caso de superficies oxidadas del blanco y con campos magnético correspondientemente intensos.

Lo mismo es válido para la realización de capas graduadas y multicapas de óxidos y de, por ejemplo, nitruros y/o carburos. En estos casos no sólo se trabaja en una atmósfera pura de oxígeno, sino que con mezclas de gases con contenido en oxígeno distinto, con frecuencia pequeño. La emisión de electrones en la superficie del blanco no es controlada totalmente por el oxígeno, ya que sólo existe una superficie de blanco recubierta parcialmente con óxido. También en este caso puede ser ventajoso, que se prevea una pulsación adicional de la corriente del blanco.

Si bien de una manera general se pueden depositar con el procedimiento según el invento y sin otras medidas adicionales capas aislantes, puede ser a pesar de ello eventualmente ventajoso, como se expuso más arriba, que la fuente de arco se alimente al mismo tiempo con una corriente continua y también con una corriente pulsada, respectivamente alterna. En este caso se ajusta la componente de corriente continua del flujo de corriente en el margen del 100 al 300 %, en especial entre el 100 y el 200 % de la corriente de retención. Bajo corriente de retención se entiende en este caso la corriente más pequeña con la que todavía es posible el funcionamiento estable de una fuente de arco eléctricamente conductora con una alimentación sencilla con corriente continua. El valor de la corriente de retención, respectivamente la potencia de retención depende en este caso del material del blanco, del tipo de construcción de la fuente de arco, respectivamente del funcionamiento de la descarga, por ejemplo si esta funciona en el vacío con o sin la adición de un gas inerte, respectivamente reactivo. Esto equivale en los materiales de blanco usuales y utilizando las fuentes de arco descritas más abajo a un flujo de corriente continua en el margen entre 30 y 90 A, con preferencia entre 30 y 60 A.

En una configuración especial se puede hacer funcionar la alimentación con corriente pulsada entre un cátodo y un segundo electrodo dispuesto separado de la fuente de arco, en especial un cátodo de otra fuente de arco. De manera alternativa también se puede conectar la fuente de alimentación con corriente pulsada entre la fuente de arco y otro tipo de fuente, por ejemplo un cátodo de pulverización catódica, en especial un magnetrón.

Para generar el campo magnético se puede excitar por ejemplo un sistema magnético polarizado axialmente en sí conocido, que se componga de al menos una bobina con una forma geométrica análoga a la del blanco, con una corriente de excitación. El sistema magnético se dispone en este caso en un plano con la superficie del blanco o con preferencia detrás de la superficie del blanco, ya que en este caso la disposición de la bobina en una atmósfera es relativamente sencilla. La forma geométrica del sistema magnético también se puede elegir en este caso algo menor que el contorno del blanco por razones de economizar espacio. Sin embargo, si se desea una distribución vertical especialmente uniforme, es favorable una forma geométrica igual o incluso algo mayor, que también haga posible,

por ejemplo abarcar el blanco, paralela y lo más próxima posible al plano geométrico de la superficie del blanco. La utilización de disposiciones del Helmholtz alejadas de la fuente, que dan lugar a un campo magnético en zonas grandes de la instalación, no es necesaria y por razones de flexibilidad tampoco es deseable.

5 Un campo magnético de esta clase puede ser generado de una manera especialmente sencilla aplicando al cátodo una corriente continua y/o la corriente pulsatoria, respectivamente alterna de la fuente de corriente a través de una bobina, por ejemplo una bobina según la clase de construcción indicada más arriba. En este caso no es necesario un generador para los impulsos magnéticos. El aprovechamiento de una conexión en serie de esta clase de una bobina y de un cátodo es especialmente manifiesto en el caso de que se produzca una ionización adicional, que favorezca el funcionamiento con impulsos y que refuerce la emisión de electrones. El número de espiras de la bobina para las corrientes de fuente indicadas más arriba se elige para ello ventajosamente entre 1 y 20, con preferencia entre 1 y 10, en especial entre 1 y 5 espiras. Con ello también es posible ajustar esencialmente el campo magnético a la magnitud del correspondiente valor del campo magnético propio de la corriente del arco voltaico, que en la mayoría de los casos es de un orden de magnitud igual o menor que 10 Gauss. Un campo magnético exterior más brevemente intenso, generado por ejemplo al atravesar la bobina una cresta de impulso, respectivamente un flanco pendiente del impulso, no es usualmente perjudicial.

Obviamente, de manera alternativa también es posible alimentar el campo magnético de manera separada de una fuente de arco activada con corriente continua o pulsada con una excitación y alimentación con impulsos propias

20 De esta manera también es posible generar, con un diseño adecuado de las bobinas y con la previsión adicional de un anillo magnético, campos magnéticos más grandes, cuando se desea una mayor densidad del plasma. Sin embargo, en este caso es ventajoso en el depósito de capas aislantes, que, además de la señal de corriente continua aplicada a las fuentes de arco, se aplique una señal pulsatoria, como se menciona más arriba.

25 Además, es ventajoso hacer funcionar el procedimiento con una fuente de arco en la que se disponga entre el cátodo y el ánodo un anillo de limitación aislado eléctricamente de ambos y que este se componga de un aislador eléctrico, como por ejemplo BN, o de un metal muy buen conductor, como por ejemplo Al, Cu, Ag. Con ello se asegura, en especial en combinación con un campo magnético pequeño, que la chispa no abandone la superficie del blanco.

Breve descripción de las figuras

En lo que sigue se describirá el invento con detalle por medio de figuras, que únicamente representan diferentes ejemplos de ejecución. Las figuras muestran:

- 30 La figura 1, superficies de blancos de clase reactiva.
 La figura 2, una fuente de arco con sistema magnético.
 La figura 3, la intensidad Z de campo en los procedimientos conocidos.
 La figura 4, la intensidad V de campo en los procedimientos conocidos.
 La figura 5, una fuente de arco con bobina.
 35 La figura 6, la intensidad de campo en el procedimiento según el invento.

40 De la figura 1 desprende el estado de la superficie de diferentes blancos de chispas después de su funcionamiento en una atmósfera pura de oxígeno. Para el ensayo se montaron blancos con un diámetro de 160 mm y un grueso de 6 mm sobre una fuente de arco estándar de la firma Balzers en una instalación de recubrimiento y utilizando diferentes sistemas magnéticos se hicieron funcionar durante 50 minutos con una corriente de fuente de 180 A en una atmósfera pura de oxígeno. Los parámetros utilizados fueron los siguientes:

Intensidad _{arc} de la fuente:	180 A
Flujo de O ₂ :	Incrementado escalonadamente desde 400 sccm hasta 1600 sccm, se trabajó en una atmósfera pura de oxígeno
Altura/ancho de los escalones:	300 sccm/10 min
45 Presión de proceso	0,44 a 4,9 Pa
Tensión del sustrato:	pulso bipolar asimétrico: -100 V/36 μs, +100 V/ 4 μs
T _{sustrato} :	550 °C

50 En la figura 1 designan "MAG.Z" y "MAG.V" dos blancos, que trabajan con un campo magnético relativamente intenso con una componente B_r radial manifiesta. La superficie presenta en los dos casos una erosión muy irregular de manera manifiesta y huellas esencialmente anulares del movimiento de la chispa. La chispa ya dejó en este caso

huellas relativamente profundas y en los dos casos un máximo de erosión ya apreciable ópticamente en el centro del blanco. La superficie es en los dos casos tan rugosa y está tan deteriorada, que los blancos ya no pueden ser utilizados para una aplicación adicional sin un repaso de la superficie. La propia pista de la chispa se estrangula cada vez más durante el funcionamiento y se producen inestabilidades del proceso. Un comportamiento de esta clase sólo se pudo evitar ampliamente con el pulsado de la corriente del blanco, como se describe en los documentos CH 00518/05 y CH 1289/2005. Esto significa, sin embargo, un coste adicional y exige fuentes de alimentación con corriente especiales.

La superficie "MAG S", que presenta en la figura 1 una imagen totalmente distinta, se hizo funcionar con excepción del campo magnético bajo los mismos parámetros que las superficies de los blancos "MAG Z" y "MAG V" de la figura 1. La superficie se presenta con una erosión uniforme en la zona, como también se pudo comprobar con mediciones realizadas con un profilómetro. La premisa para un comportamiento de esta clase es un campo magnético pequeño con al menos una componente radial pequeña. La componente vertical puede ser elegida con una libertad a algo mayor. En lo que sigue se expondrán brevemente las diferencias esenciales de los campos magnéticos utilizados.

La figura 2 muestra esquemáticamente la sección transversal de una fuente de arco con un sistema magnético como el utilizado para los blancos "MAG Z" y "MAG V" de la figura 1. Alrededor de la superficie 2 de un blanco 1 montado sobre la superficie 4 de refrigeración se dispone un anillo 3 de confinamiento corrido para limitar la chispa a la superficie del blanco. Un contraelectrodo usual, igualmente corrido, generalmente un ánodo, no se representa en este caso con detalle. En la zona trasera central del blanco se halla la alimentación 5 con corriente, que también puede comprender una tubería de entrada y de salida de agua de refrigeración no representada aquí con detalle. En la zona trasera central se halla igualmente un anillo 6 interior de imán permanente y en la zona del contorno exterior del blanco se dispone un anillo 7 exterior de imán permanente. Los dos anillos magnéticos están magnetizados axialmente con polos opuestos, de manera, que una parte de las líneas de campo, que emergen del lado superior del anillo 7 exterior de imán permanente penetran nuevamente en el lado superior del anillo 6 interior de imán permanente, mientras que las líneas de campo se extienden en el dorso esencialmente simétricas con relación al plano de los anillos. Para modificar la intensidad del campo se pueden utilizar por ejemplo imanes con distinta fuerza, una bobina adicional como en la figura 3 o también otras disposiciones.

En la figura 3 se representa la intensidad de campo local de un sistema magnético como la que se genera en la superficie de un blanco de arco, cuando se utiliza un sistema "MAG Z" magnético así construido de la firma Balzers. La figura muestra la curva de la componente B_z vertical y de la componente B_r radial sobre una mitad del blanco. B_z presenta en el centro (coordenada 0) y en el borde (75 mm) un máximo y corta la línea cero aproximadamente en 45 mm. El punto de 45° definido por el punto de intersección de las componentes absolutas, es decir el punto, respectivamente el entorno en el que las líneas de campo inciden con un ángulo de 45° en la superficie del blanco se halla aproximadamente a 27 mm y 59 mm. En la zona intermedia, la componente B_r radial es mayor que B_z y atraviesa un máximo. B_r no atraviesa, contrariamente a B_z , sobre la correspondiente mitad del blanco un cambio de dirección y corta la línea de cero en el punto cero y en el borde del blanco. Como se esperaba, la zona intermedia en la que actúan fuerzas radiales de aceleración relativamente grandes sobre la chispa, que se desplaza sobre, respectivamente por encima del blanco, es una zona de ubicación preferida, lo que se puede apreciar claramente por medio de la correspondiente característica de erosión "MAG Z" de la figura 1. Por otro lado, debido a la componente radial muy pequeña en la zona central del blanco y del lento movimiento, debido a ella, de las diferentes chispas, que abandonan la zona de ubicación preferida se produce por sobrecalentamiento y con ello por una vaporización explosiva una mayor erosión, el deterioro de la superficie y una mayor formación de gotitas. Este efecto es menos importante en el borde del blanco, ya que en comparación con la zona central migra una menor cantidad de chispas por superficie de la zona preferida y, por otro, porque las chispas son repelidas por un campo de corrientes parásitas autoinducido en el anillo metálico de limitación construido por ejemplo con cobre.

La figura 4 muestra la correspondiente característica de la intensidad de campo del blanco con sistema "MAG V" magnético representado en la figura 1 para la vaporización. El campo magnético se diferencia, con una característica en principio análoga, por una intensidad de campo de las dos componentes aproximadamente un 50 % mayor por término medio con relación a la figura 3. Por lo tanto, en la superficie del blanco se observa en "MAG V" de la figura 1 un desgaste mayor incluso en la zona exterior. La superficie también está muy dañada en este caso.

Finalmente, la figura 5 muestra una sección transversal esquemática de una fuente de arco con un sistema 8 magnético "MAG S", como el que se utilizó para la vaporización de las superficies del blanco en "MAG S" de la figura 1 de acuerdo con el procedimiento según el invento. En lugar de los anillo 6, 7 de imán permanente de la figura 2 se utiliza en este caso una bobina 8 electromagnética dispuesta detrás del blanco en la zona de la proyección del contorno del blanco.

En este caso son ventajosos los sistemas magnéticos, que se compongan de una o de varias bobinas eléctricas construidas sin asistencia o con sólo una asistencia débil de imanes permanentes fuertes. En estos sistemas se puede modificar la corriente de las bobinas de manera análoga a la variación del estado de la superficie del blanco. Así por ejemplo, en la creación de una transición continua entre una capa dura conductora de nitruro y una capa oxidica o conductora se puede regular hacia abajo el campo magnético paralelamente a la rampa de nitrógeno, mientras que se incrementa de una manera continua el flujo de oxígeno. De esta manera se pueden obtener, incluso

sin un funcionamiento pulsado de la fuente de arco, transiciones continuas cualesquiera con materiales, que para la vaporización de la superficie conductora necesiten la asistencia de un campo magnético.

En la figura 6 se representa la intensidad de campo resultante en el funcionamiento de un sistema magnético de esta clase con corrientes pequeñas. En este caso se alimentó un sistema magnético "MAG S" (432 espiras) de serie de la firma Balzers con una corriente de 1 A. Con ello es posible ajustar, como se representa, los campos magnéticos con una curva muy uniforme de la componente B_z así como con una componente B_r muy pequeña por término medio. La componente B_z se ajusta ventajosamente inferior a 50 Gauss, en especial inferior o igual a 30 Gauss. Si, de manera sorprendente, las fuentes de arco pueden funcionar en principio en una atmósfera de oxígeno sin asistencia de un campo magnético con una tasa aceptable y una imagen de la erosión según "MAG S" en la figura 1, la utilización de un sistema magnético como el descrito da lugar a una distribución todavía algo mejor. En los campos con un B_z inferior a 10 Gauss, por ejemplo de 3 y 5 Gauss, ya se pudo comprobar un efecto. En este caso es ventajosa una curva de B_z lo más uniforme posible, que no oscile en la mayor parte de la superficie del blanco en más del 10 %, como máximo el 20 %. Únicamente en la zona del blanco a aproximadamente 10 mm a 20 mm del canto del blanco es admisible una desviación algo mayor. Además, un sistema magnético de esta clase facilita los procedimientos de recubrimiento en los que el blanco es utilizado sucesivamente para la obtención de capas conductoras y de capas no conductoras, respectivamente malas conductoras, ya que en este caso se pueden adaptar los campos la correspondiente fase del procedimiento. Para la optimación de estos procedimientos también se pueden utilizar otros sistemas magnéticos conocidos por el técnico. Así por ejemplo, para algunos procesos sería ventajosa la utilización de un sistema desplazable adicionalmente en el sentido perpendicular a la superficie del blanco para obtener una distribución favorable del campo magnético en la superficie del blanco aproximadamente análoga a las figuras 3 y 4 con campos magnéticos grandes en la obtención de determinados nitruros metálicos.

En el ejemplo siguiente se expone el desarrollo completo de un procedimiento de recubrimiento con un campo magnético débil esencialmente perpendicular a la zona de la superficie del blanco.

Después de colocar las piezas en los soportes dobles o triples rotativos previstos para ello y de introducir los soportes en la instalación de tratamiento en vacío se evacua la cámara de tratamiento hasta una presión de aproximadamente 10^{-4} mbar.

Para el ajuste de la temperatura del proceso se enciende en una atmósfera de argón e hidrógeno un plasma de arco de baja tensión (NVB) por medio de una calefacción por radiación entre una cámara de cátodo con cátodo caliente separada por un diafragma y las piezas conectadas anódicamente.

Se ajustan los siguientes parámetros de calefacción:

	Corriente NVB de descarga	250 A
	Flujo de argón	50 sccm
	Flujo de hidrógeno	300 sccm
	Presión del proceso	$1,4 \times 10^{-2}$ mbar
35	Temperatura del sustrato	aprox. 550 °C
	Tiempo de proceso	45 min

El técnico conoce alternativas de esto. Los sustratos se conectaron en este caso con preferencia como ánodo del arco de baja tensión y con preferencia se pulsaron adicionalmente de modo unipolar o bipolar.

Como paso siguiente del proceso se inicia el ataque químico. Para ello se conecta el arco de baja tensión entre el filamento y el ánodo auxiliar. También en este caso se puede conectar una corriente continua, una corriente continua pulsada o una alimentación con MF o RF activada con corriente alterna entre las piezas y la masa. Con preferencia se conectaron, sin embargo, las piezas a una tensión de polarización negativa.

En este caso se ajustaron los siguientes parámetros del ataque químico:

	Flujo de argón	60 sccm
45	Presión del proceso	$2,4 \times 10^{-3}$ mbar
	Corriente NVB de descarga	150 A
	Temperatura del sustrato	aprox. 500 °C
	Tiempo de proceso	45 min
	Corriente de polarización	200 – 250 V

Para garantizar la estabilidad de la descarga (NVB) de arco de baja tensión en la obtención de capas aislantes se trabaja en todos los pasos de proceso con asistencia NVB con un cátodo auxiliar conductor caliente o con una fuente de alta intensidad pulsada entre el ánodo auxiliar y masa.

5 En el paso de proceso siguiente tiene lugar el recubrimiento del sustrato con una capa de AlCrO y una capa intermedia de TiAlN. Todos los procesos de recubrimiento pueden ser asistidos en el caso de necesitar una mayor ionización por el plasma del arco de baja tensión.

Se ajustaron los siguientes parámetros para el depósito de la capa intermedia de TiAlN:

	Flujo de argón	0 sccm (sin adición de argón)
	Flujo de nitrógeno	con presión regulada en 3 Pa
10	Presión de proceso	3×10^{-2}
	Intensidad de la fuente de corriente continua TiAl	200 A
	Intensidad del campo magnético	
	Fuente ("MAG S")	1 A
15	Corriente continua de polarización del sustrato	U = -40 V
	Temperatura del sustrato	aprox. 550 °C
	Tiempo de proceso	25 min

20 Para la transición, que dura aproximadamente 15 min, hacia la capa funcional propiamente dicha se refuerzan las fuentes de arco de AlCr con una corriente continua de fuente de 200 A, conectando el polo positivo de la fuente de corriente continua con el anillo de ánodo de la fuente y con masa. A los sustratos se aplica durante este paso una corriente continua de polarización del sustrato de -40 V. Cinco minutos después de la conexión de los blancos de AlCr se inicia la adición de oxígeno, regulándola en 10 min de 50 a 1000 sccm. Al mismo tiempo se reduce el N₂ hasta aproximadamente 100 sccm. Poco antes de la adición de oxígeno se conmuta la corriente de polarización del sustrato de continua a impulsos bipolares y se eleva hasta -60V. Al final de la rampa de oxígeno se desconectan los dos blancos de TiAl. Con ello se terminan la capa intermedia y la transición gradual hacia la capa funcional.

25 El recubrimiento del sustrato con la capa funcional propiamente dicha tiene lugar en oxígeno puro. Dado que en el caso del óxido de aluminio se trata de capas aislantes, se utiliza una alimentación con corriente alterna de polarización o una fuente pulsada.

30	Los parámetros esenciales de la capa funcional se ajustaron en este caso como sigue.	
	Flujo de oxígeno	1000 sccm
	Presión de proceso	2×10^{-2} mbar
	Corriente continua de fuente Al	200 A
	Corriente del campo magnético de	
35	fuelle ("MAG S")	0,5 A
	Corriente de polarización del sustrato	U = 60 V bipolar, (36 µs negativa, 4 µs positiva)
	Temperatura del sustrato	aprox.550 °C
	Tiempo de proceso	60 a 120 min

40 Con el proceso descrito más arriba se pudieron obtener capas duras y muy adherentes. Las pruebas de comparación de la capa sobre herramientas de torno y de fresa pusieron de manifiesto vidas útiles manifiestamente mejoradas con relación a capas de TiAlN conocidas, a pesar de que la rugosidad se hallaba claramente por encima de los valores de rugosidad de las capas de TiAlN puras.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la obtención de capas aislantes sobre al menos una herramienta por medio de un recubrimiento en vacío, en el que se establece una descarga eléctrica de arco entre al menos un ánodo y un cátodo de una fuente de arco en una atmósfera, que contenga un gas reactivo, y generando en la superficie de un blanco conectado eléctricamente con el cátodo un campo magnético exterior, que comprende una componente B_z perpendicular a la superficie del blanco y una componente B_r radial o paralela a la superficie menor que aquella, para la asistencia del proceso de vaporización, por el hecho de que un sistema magnético formado por al menos una bobina polarizada axialmente se ataca con la corriente de excitación, caracterizado porque el sistema magnético posee una forma geométrica y un tamaño análogos a los del blanco y porque en la superficie del blanco se elige la componente B_z perpendicular en un margen entre 3 y 50 Gauss.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la componente B_z perpendicular se ajusta en la superficie del blanco en una margen entre 5 y 25 Gauss.
3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el sistema magnético está dispuesto en un plano con la superficie del blanco o, con preferencia, detrás de la superficie del blanco.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la descarga de chispas, respectivamente la al menos una fuente de arco se alimenta al mismo tiempo con una corriente continua y con una corriente pulsada o, respectivamente alterna.
5. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque por medio de un recubrimiento aislante de la superficie del blanco se obtiene un aumento de la fracción de corriente continua de la tensión de fuente de al menos un 10 %, con preferencia al menos un 20 % con relación al funcionamiento con una superficie sin recubrimiento aislante.
6. Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque entre el cátodo de una fuente de arco como primer electrodo y un segundo electrodo dispuesto separado de la fuente de arco se aplica una alimentación con corriente pulsada.
7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el segundo electrodo se hace funcionar como cátodo de una fuente de arco adicional conectada igualmente con una fuente de alimentación de corriente continua.
8. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque como segundo electrodo se conecta un cátodo de pulverización catódica.
9. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se utilizan al menos dos blancos en una disposición mutua angular o enfrentada y porque entre los blancos se dispone al menos una pieza.
10. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la corriente de excitación, que es corriente continua y/o de la corriente pulsada, respectivamente alterna, es la que se aplica al cátodo desde la fuente a alimentación a través de la bobina.
11. Procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque la bobina se diseña de tal modo, que el campo magnético exterior se ajuste durante el flujo de la corriente de excitación al valor del campo magnético propio de la corriente del arco voltaico.
12. Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque se utiliza una bobina con un número de espiras entre 1 y 20, con preferencia entre 1 y 10, en especial entre 1 y 5 espiras.
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque se utiliza un blanco de una aleación, que contenga aluminio y desde la superficie del blanco se vaporiza una aleación, que contiene aluminio, respectivamente un compuesto de una aleación, que contenga aluminio.
14. Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque la aleación comprende aluminio puro, respectivamente una aleación de aluminio con uno o varios metales de transición de los grupos IV a VI así como Fe, Si, B y C, pero con preferencia una aleación AlTi, AlTa, AlV, AlCr, respectivamente una aleación AlZr.
15. Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la atmósfera con contenido en gas reactivo comprende oxígeno, respectivamente se compone de oxígeno y porque se deposita una capa, que contiene óxido, con preferencia un óxido.
16. Procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado porque además de la al menos una capa, que contiene óxido se aplica sobre la pieza al menos otra capa de adherencia y/o dura, aplicando con preferencia como último paso de recubrimiento una capa, que contenga óxido, con preferencia un óxido.

17. Procedimiento según la reivindicación 16, caracterizado porque al menos una vez se aplica entre dos capas de adherencia, duras y/o de óxido inmediatamente sucesivas una capa de transición, que contenga los elementos de las dos capas, que se suceden se manera inmediata.

5 18. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque la atmósfera con contenido en gas reactivo comprende un compuesto, que contenga boro, respectivamente sea un compuesto, que contiene boro, y porque se deposita una capa, que contenga boro, con preferencia un boruro, con especial preferencia TiB_2 .

10 19. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la fuente de arco funciona individualmente en una instalación de recubrimiento en vacío o porque otras fuentes de recubrimiento se disponen en la instalación de recubrimiento con vacío de tal modo, que el grado de re-recubrimiento de la superficie del blanco sea inferior al 10 %, con preferencia inferior al 5 %, con especial preferencia inferior al 1 % de la cantidad de metal vaporizada por el cátodo.

20. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque entre el cátodo y el ánodo se dispone un anillo de limitación aislado eléctricamente de ambos, que se compone de un aislador eléctrico, con preferencia BN, o de metal, con preferencia de Al, Cu, Ag.

15

Fig.1

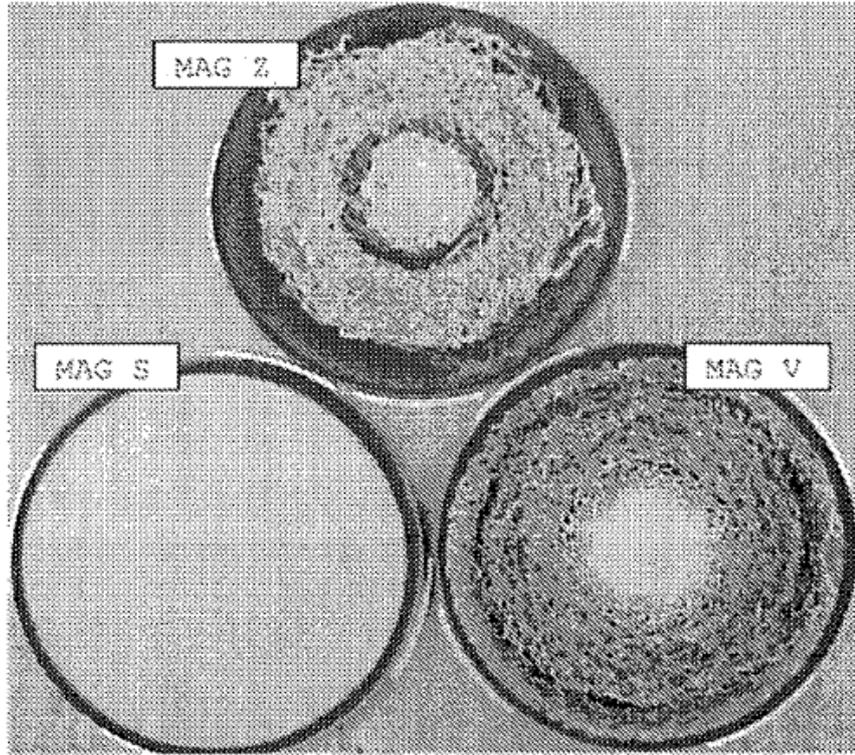


Fig.2

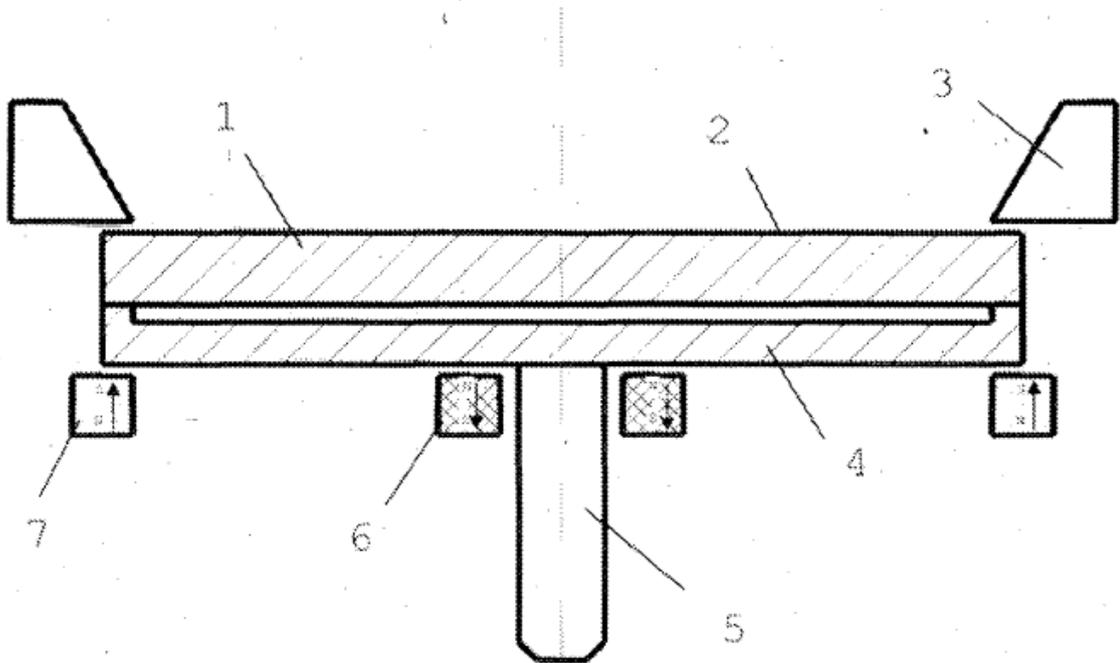


Fig. 3

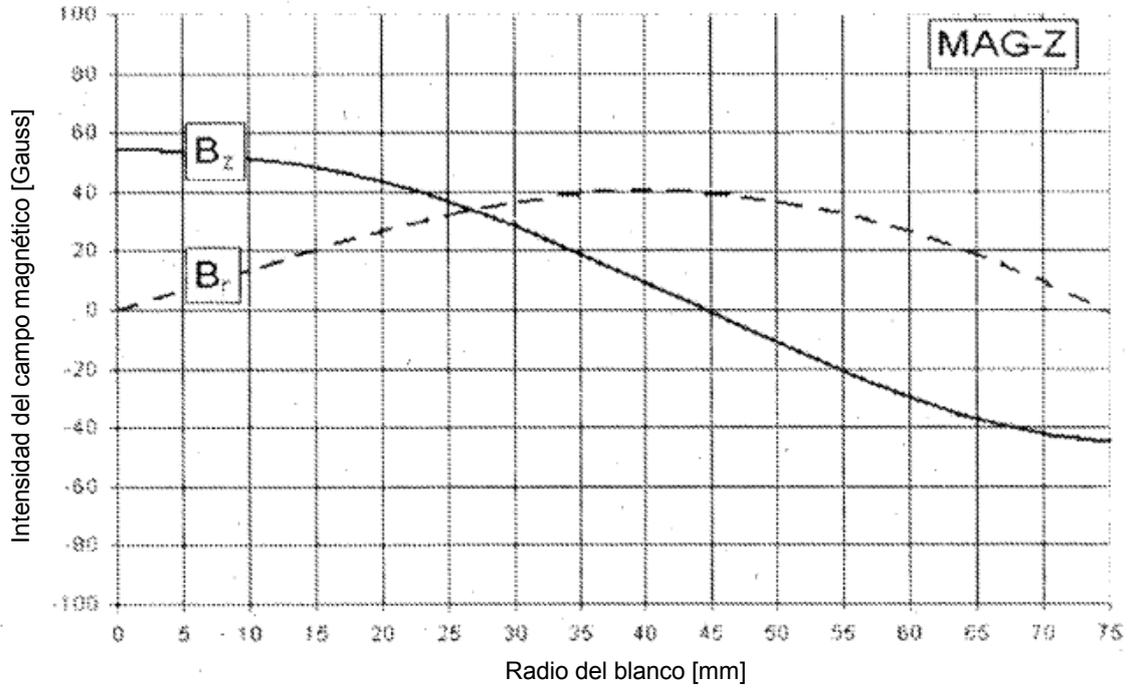


Fig. 4

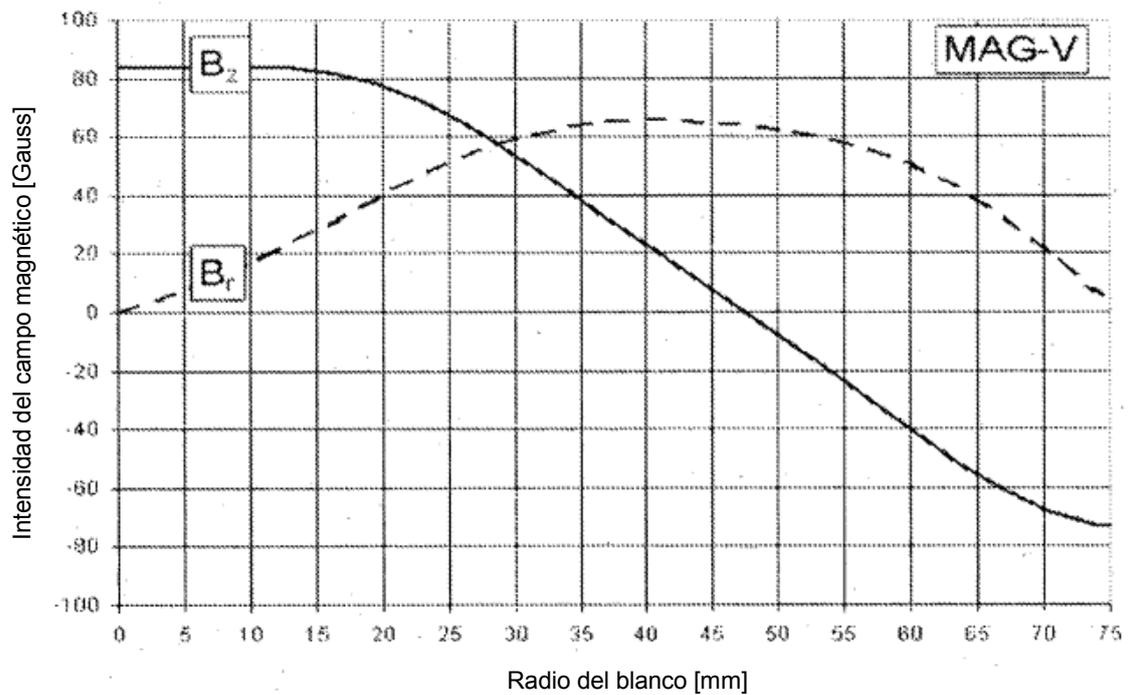


Fig. 5

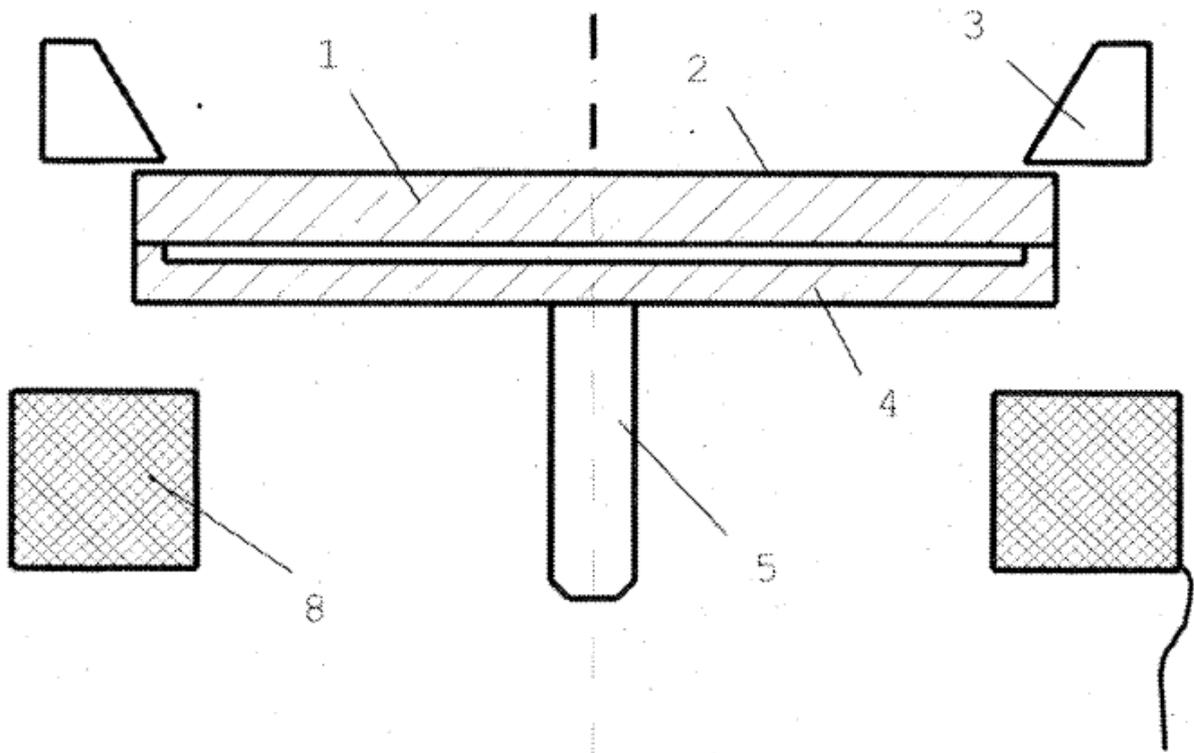


Fig. 6

