

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 621 164**

51 Int. Cl.:

H01J 37/32 (2006.01)

H05H 1/46 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.10.2008 PCT/FR2008/051824**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.04.2009 WO09053614**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.10.2008 E 08842172 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **01.02.2017 EP 2201593**

54 Título: **Procedimiento de tratamiento de superficie de al menos una pieza mediante fuentes elementales de plasma por resonancia ciclotrónica electrónica**

30 Prioridad:

16.10.2007 FR 0758368

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

03.07.2017

73 Titular/es:

**H.E.F. (100.0%)
RUE BENOÎT FOURNEYRON
42160 ANDREZIEUX-BOUTHEON, FR**

72 Inventor/es:

**SCHMIDT, BEAT;
HEAU, CHRISTOPHE y
MAURIN-PERRIER, PHILIPPE**

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 621 164 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 de tratamiento de superficie de al menos una pieza mediante fuentes elementales de plasma por resonancia ciclotrónica electrónica

5 La invención está relacionada con el sector técnico de la producción de plasma por resonancia ciclotrónica electrónica (RCE) a partir de un medio gaseoso y se refiere, más particularmente, a un tratamiento de superficie.

10 De una manera perfectamente conocida para un experto en la materia, el plasma generado por resonancia ciclotrónica electrónica puede intervenir, o no, en el tratamiento de superficie de piezas metálicas, tal como la limpieza de las piezas por decapado iónico, asistencia iónica a un procedimiento de depósito de PVD, la activación de especies gaseosas para preparar revestimiento de PACVD. Estos métodos de tratamiento de superficie por plasma pueden utilizarse, entre otros, en el campo de la mecánica, de la óptica, de la protección contra la corrosión o el tratamiento de superficie para la producción de energía.

15 La invención encuentra una aplicación particularmente ventajosa en el tratamiento de una o varias piezas que presentan múltiples caras a tratar, o también formas denominadas complejas.

20 De manera conocida, para realizar un tratamiento con plasma sobre piezas de formas complejas, se realiza una polarización de dichas piezas que se puede efectuar de forma continua, de forma pulsada o con radiofrecuencia, para crear un plasma directamente en la superficie de las piezas a tratar. Esta solución presenta el inconveniente de que la producción de plasma y el bombardeo de la superficie por los iones del plasma, no son independientes, dado que la tensión de trabajo determina a la vez la densidad de plasma y la energía de los iones que llegan a la superficie. Se observa también que esta polarización es eficaz, únicamente a presiones de aproximadamente 1 a 10 Pa. Ahora bien, dicha presión, que es relativamente elevada para un tratamiento de plasma, corresponde a un recorrido libre medio corto, lo que hace al transporte de materia de o hacia las piezas a tratar, particularmente difícil y favorece la formación de cátodos huecos entre las piezas, de modo que el tratamiento obtenido no sea homogéneo. Para evitar la formación de cátodos huecos, es necesario supervisar particularmente las distancias entre las piezas a tratar.

30 Incluso cuando la presión de trabajo se rebaja utilizando una fuente exterior para la creación del plasma, por ejemplo ondas de radiofrecuencia o microondas, queda el problema del tratamiento homogéneo de las piezas.

35 Se han propuesto numerosas soluciones técnicas para crear un plasma homogéneo en la superficie de la o de las piezas a tratar.

40 De acuerdo con la enseñanza de la patente FR 2.658.025, el plasma homogéneo se obtiene aplicando un campo magnético homogéneo en volumen. El tratamiento homogéneo de la pieza resulta, por lo tanto, de la homogeneidad del plasma. Además, este tipo de configuración es extremadamente limitante, dado que las piezas de tipo ferromagnético modifican necesariamente la homogeneidad del campo magnético y, por consiguiente, la homogeneidad del tratamiento.

45 La patente FR 2.838.020 propone una distribución de fuentes en la periferia de un reactor para producir un confinamiento del plasma para que sea homogéneo en volumen para obtener un tratamiento homogéneo. De acuerdo con esta solución, la naturaleza magnética o no de las piezas no es importante sino que la homogeneidad del plasma está afectada necesariamente por la presencia de las piezas. En efecto, la obtención de un plasma homogéneo en volumen, resulta de la suma de las contribuciones de las fuentes elementales distribuidas en la pared del sistema de tratamiento. El hecho de colocar un objeto en el plasma induce necesariamente un sombreado de las fuentes que perjudica a la homogeneidad del plasma y del tratamiento.

50 Una solución para el tratamiento de objetos de geometría plana o que tienen una geometría de tipo superficie ligeramente curva, surge de la enseñanza de la patente FR 2.797.372. De acuerdo con la enseñanza de esta patente, las fuentes de plasma están situadas a una distancia constante de la superficie de las piezas a tratar, para que el plasma sea homogéneo en esta superficie. Sin embargo, como se ha indicado, esta solución es específica para la geometría determinada de las piezas. Para cada nueva geometría, es necesario modificar el reactor y, más particularmente, la posición de las fuentes de plasma.

60 Otra solución, para el tratamiento de objetos de geometría plana, surge de la enseñanza de la patente WO2007/023350. Esta patente utiliza una condición de resonancia inusual en la inducción magnética $B = \pi m f / e$ donde f es la frecuencia de la onda electromagnética y m y e son la masa y la carga del electrón. De acuerdo con la enseñanza de esta patente, se obtiene una zona homogénea de tratamiento acercando suficientemente las fuentes elementales para obtener una isosuperficie de inducción B común que cumple la condición de resonancia anterior. A la frecuencia utilizada habitualmente de 2,45 GHz, esta condición se cumple para un campo de aproximadamente 437 Gauss. Esta solución necesita, entonces, respetar distancias bastante pequeñas entre las fuentes elementales inferiores a 5 cm sea cual sea la presión. Es necesario, por lo tanto, disponer de muchas fuentes individuales, lo que aumenta el coste del tratamiento. Del mismo modo, el campo magnético delante de las fuentes, se encuentra

reforzado, lo que puede ser perjudicial si se desea tratar piezas magnéticas.

Otra solución surge de la enseñanza de la patente FR 2.826.506 que se refiere a un dispositivo de amplificación de corriente de una descarga eléctrica anormal. El dispositivo amplifica un plasma existente y necesita, por lo tanto, para funcionar, una asociación con otro electrodo tal como un cátodo magnetrón. El plasma es amplificado por la aplicación de una tensión positiva. Ahora bien, un plasma muy positivo, presenta como inconveniente potencial la pulverización de las paredes del reactor y, por consiguiente, la contaminación de las piezas a tratar.

La patente US 5.378.284 describe un procedimiento de acuerdo con el preámbulo de la reivindicación 1.

La invención se ha marcado como objetivo remediar estos inconvenientes de una manera sencilla, segura, eficaz y racional.

El problema que se propone resolver la invención es poder realizar un tratamiento de superficie que permita tratar piezas de formas complejas de forma homogénea, dicho de otro modo permitir un tratamiento homogéneo en volumen aunque el propio plasma no sea homogéneo en el volumen, lo que limita el número de fuentes individuales y disminuye el coste del tratamiento.

Para resolver dicho problema, se han concebido y desarrollado un procedimiento y un dispositivo de tratamiento de superficie de al menos una pieza mediante fuentes elementales de plasma por resonancia ciclotrónica electrónica.

El procedimiento consiste en someter la(s) pieza(s) a al menos un movimiento con respecto a al menos una fila lineal fija de fuentes elementales.

El dispositivo comprende al menos una fila lineal fija de fuentes elementales dispuestas en frente de la(s) pieza(s) sujeta(s) a medios para someterse a al menos un movimiento de revolución.

Para que los plasmas de las fuentes elementales se superpongan y den lugar a un tratamiento homogéneo a lo largo de la fila de fuentes elementales, la fila o las filas lineal(es) de fuentes elementales se dispone(n) de manera paralela al eje de revolución de la(s) pieza(s).

En el caso de la utilización de varias filas lineales, estas filas están dispuestas de manera que no interfieran magnéticamente entre sí.

De acuerdo con estas características, las fuentes elementales de plasma constituyen una zona localizada de tratamiento, de modo que el aumento de escala se vuelve extremadamente sencillo.

Ventajosamente, el movimiento de revolución está en forma de una rotación simple o en forma de un movimiento planetario, simple o doble.

Para realizar la condición de resonancia ciclotrónica electrónica, las fuentes elementales pueden estar constituidas por una guía de ondas coaxial y por una pieza terminal que contiene un imán determinado para permitir la resonancia ciclotrónica electrónica y adaptada a la frecuencia del o de los generadores de alimentación de dichas fuentes, como se describe en la patente FR 2.797.372.

Para preservar la simetría de revolución de la guía y para garantizar que las trayectorias de los electrones se cierran sobre sí mismas, el eje de alimentación del imán es colineal con el eje de la guía de ondas.

De acuerdo con otra característica, las fuentes elementales pueden ser alimentadas por un generador único cuya potencia se divide a partes iguales entre las fuentes, como surge de la patente FR 2.798.552. Las fuentes elementales pueden estar alimentadas por generadores cuya potencia se ajusta para tener un tratamiento homogéneo a lo largo de la fila de dichas fuentes.

La distancia mínima que separa dos fuentes viene impuesta por su interacción magnética. Ésta es del orden de dos veces el diámetro del imán de una fuente elemental. Por debajo de esto, la interacción entre imanes, desplaza la zona de RCE. En el caso de polaridades opuestas entre los dos imanes, la zona se acerca demasiado a la superficie de la fuente; en caso contrario, se aleja demasiado de ella.

De la superficie de la fuente, el plasma extiende una distancia $R_{\text{máx}}$, de aproximadamente 5 cm a una presión P_0 de $2 \cdot 10^{-3}$ mbar.

La separación máxima $D_{\text{máx}}$ entre dos fuentes está, por lo tanto limitada a dos veces esta distancia (aproximadamente 10 cm). A presión más baja, la separación máxima podrá ser mayor y, a presión más alta, será más baja. Esta distancia es, por lo tanto, inversamente proporcional a la presión.

$$D_{m\acute{a}x} = 2R_{m\acute{a}x} \frac{P_o}{P}$$

La invención se expone a continuación con más detalle con ayuda de las figuras de los dibujos adjuntos en los que:

- 5 - la figura 1 es una vista de frente con carácter puramente esquemático de una realización simplificada del dispositivo de tratamiento utilizado en el procedimiento de acuerdo con la invención;
- la figura 2 es una vista desde arriba correspondiente a la figura 1 en el caso en el que el movimiento es de tipo revolución, en forma de una rotación simple;
- 10 - la figura 3 es una vista semejante a la figura 2 en el caso en el que el movimiento es de tipo revolución, en forma de un movimiento planetario simple;
- la figura 4 es una vista semejante a la figura 3 en el caso de un movimiento de tipo revolución en forma de un movimiento planetario doble;
- las figuras 5 y 6 muestran dos disposiciones de las fuentes elementales que presentan una alimentación de polaridades diferentes (figura 5) o, preferentemente, de las mismas polaridades (figura 6);
- 15 - la figura 7 es una vista en perspectiva de un ejemplo de realización de una fuente elemental;

La figura 1 presenta la estructura general del dispositivo de tratamiento de la superficie de al menos una pieza (1) mediante fuentes elementales de plasma (2) de resonancia ciclotrónica electrónica.

- 20 De acuerdo con la invención, el dispositivo comprende al menos una fila lineal fija de fuentes elementales (2) dispuestas en frente de la o las piezas (1).

De manera importante, la o las piezas (1) está o están sujetas a cualquier tipo de medio conocido y apropiado para que sean sometidas a al menos un movimiento de revolución.

- 25 Esta combinación de un movimiento de revolución de las piezas con las disposiciones lineales de las fuentes elementales de plasma por resonancia ciclotrónica electrónica, permite producir un tratamiento homogéneo de las superficies tridimensionales de las piezas complejas.

- 30 El movimiento está adaptado al tamaño y a la geometría de las piezas a tratar y a la carga del recinto al vacío. Para una pieza de gran tamaño (figura 2), este movimiento puede estar constituido por una rotación simple.

Para piezas de menor tamaño, el movimiento puede ser de tipo planetario simple (figura 3) o de tipo planetario doble (figura 4).

- 35 En una realización, cada fuente elemental (2) está constituida por una guía de ondas coaxial (2a) y por una pieza terminal (2b) que contiene un imán suficientemente potente (3) para realizar la resonancia ciclotrónica electrónica. El eje de imantación del imán es colineal con el eje de la guía coaxial (2a). Estas disposiciones permiten preservar la simetría de revolución de la guía y garantizar que las trayectorias de los electrones se cierran sobre sí mismas.

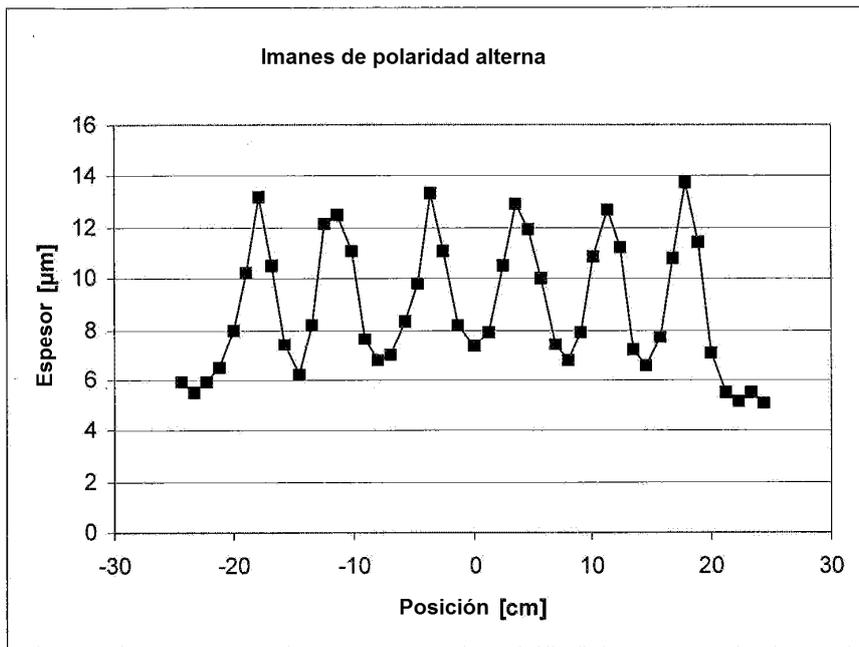
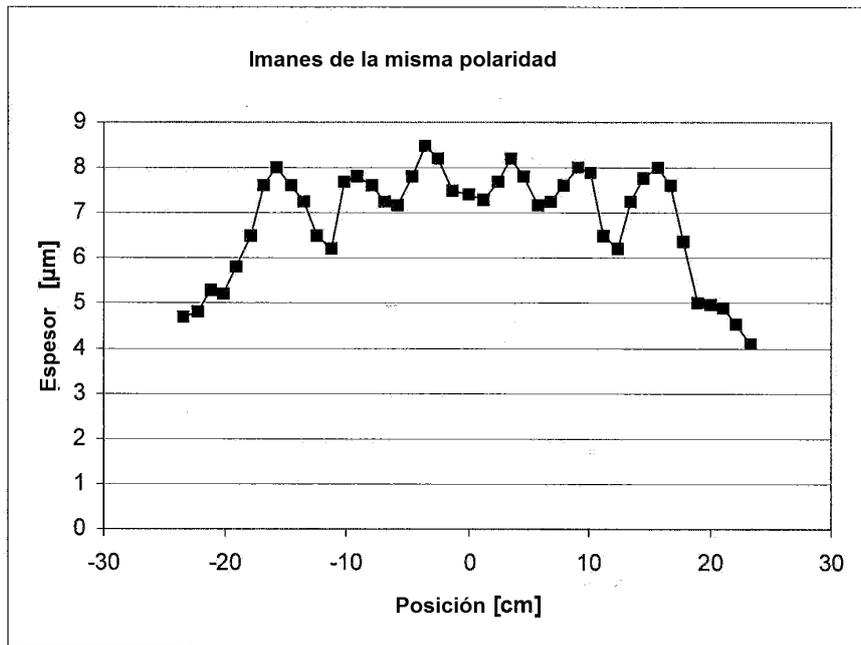
- 40 La imantación de las diferentes fuentes (2) puede determinarse libremente, de modo que fuentes adyacentes pueden tener la misma polaridad (figura 6) o polaridades diferentes (figura 5).

- 45 En el caso en el que las polaridades de dos imanes vecinos son opuestas, líneas de campo pasan del polo de un imán hacia el polo opuesto del otro imán. Electrones calientes serán atrapados entonces en sus líneas e irán y volverán entre los dos imanes. Esta localización de electrones se encuentra en el espacio delante y entre dos fuentes y da lugar a un plasma más fuerte en este lugar. De ello resulta una velocidad de depósito mayor entre dos imanes. En el caso en el que la polarización de las fuentes es la misma, las líneas de campo de dos imanes vecinos se repelen y ninguna línea une los dos imanes. La localización de electrones calientes en el espacio delante y entre las fuentes no tiene lugar entonces y el depósito es más homogéneo. Para recuperar una homogeneidad equivalente con las polarizaciones alternas, se puede aumentar la distancia fuentes - sustrato en varios centímetros, pero en este caso se pierde velocidad de depósito. Por estas razones, la disposición preferencial de los imanes es aquella en la que la polaridad es la misma en todas partes.

- 55 Ejemplo 1 no conforme: Depósito en estático de carbono por PACVD

Se utilizaron dos configuraciones de las polaridades de los imanes: 6 piezas terminales de la misma polaridad y 6 piezas terminales de polaridad alterna. Los sustratos se colocan frente a las fuentes y permanecen fijos durante el tratamiento.

- 60 Las medidas de espesor muestran que el depósito en estático no es homogéneo. La configuración en polaridades alternas da un resultado un poco mejor pero presenta, no obstante, variaciones de espesor del 30 al 40 %.



»

Ejemplo 2 conforme: Depósito de carbono por PACVD

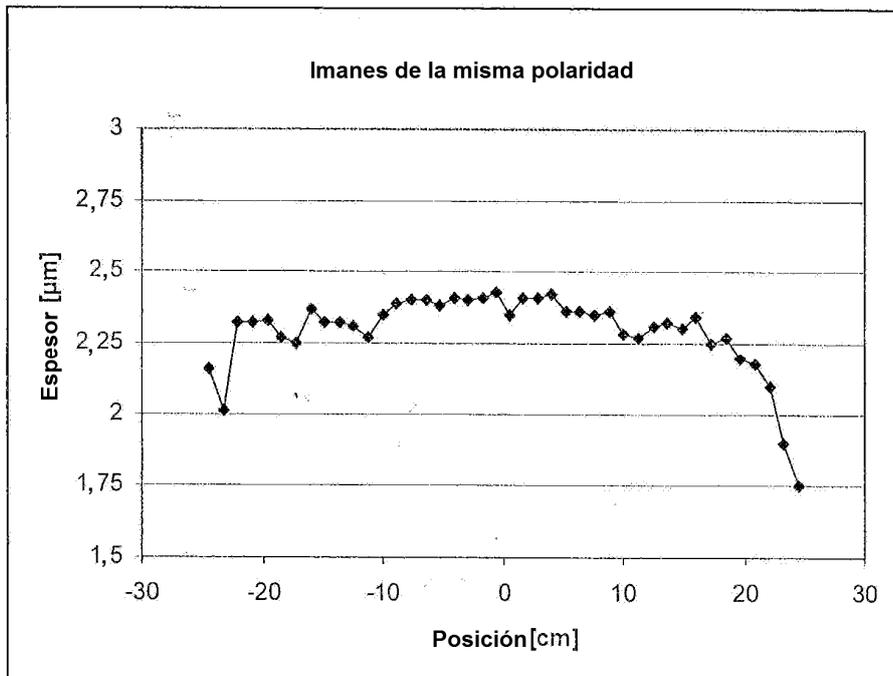
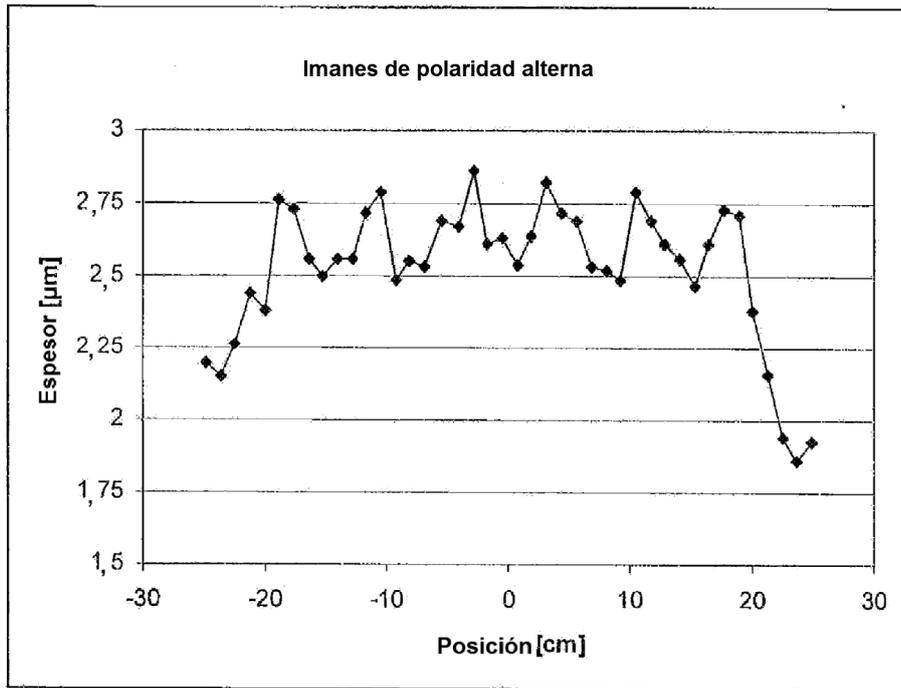
Este depósito se realiza a partir de un hidrocarburo como gas precursor. Se utilizaron dos configuraciones de las polaridades de los imanes: 6 piezas terminales de la misma polaridad y 6 piezas terminales de polaridad alterna.

5

Las medidas de espesor del depósito muestran dos cosas:

- La velocidad media de depósito es más alta en la configuración que emplea imanes de polaridad alterna.
- La uniformidad de depósito es mejor en la configuración que emplea imanes de la misma polaridad.

10



15 Estos ejemplos muestran que la asociación de una fila de fuentes con un movimiento alrededor de un eje paralelo a la fila de las fuentes da un tratamiento homogéneo incluso aunque un tratamiento en estático de un tratamiento muy inhomogéneo.

Las fuentes elementales (2) son alimentadas por un generador único cuya potencia se divide a partes iguales entre las fuentes. O bien las fuentes elementales (2) son alimentadas por generadores cuya potencia se ajusta para aumentar el grado de homogeneidad del tratamiento. El o los generadores son, por ejemplo, del tipo microondas normalmente de 2,45 gigahercios.

De acuerdo con la invención, como muestra la figura 1, varias fuentes (2) están dispuestas a lo largo de una línea paralela al eje (X-X') de rotación de las piezas. De ello resulta que las zonas de plasma de las fuentes elementales (2) se superponen permitiendo obtener un tratamiento homogéneo a lo largo de la fila de fuentes elementales.

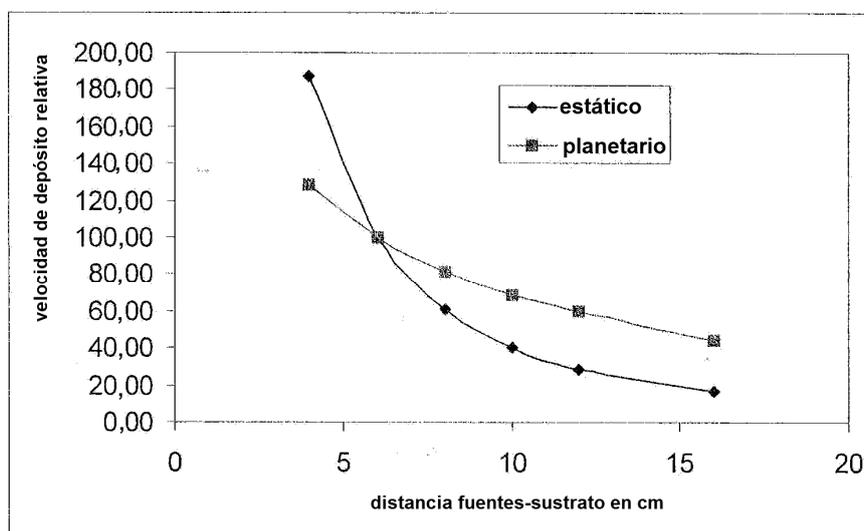
La distancia mínima D_{\min} que separa dos fuentes viene impuesta por su interacción magnética. Ésta es del orden de dos veces el diámetro del imán de una fuente elemental. Por debajo de esto, la interacción entre imanes, desplaza la zona de RCE. En el caso de polaridades opuestas entre los dos imanes, la zona se acerca demasiado de la superficie de la fuente; en caso contrario, se aleja demasiado de ella.

De la superficie de la fuente, el plasma se extiende por una distancia R_{\max} , de aproximadamente 5 cm a una presión P_0 de $2 \cdot 10^{-3}$ mbar. La separación máxima D_{\max} entre dos fuentes está, por lo tanto, limitada a dos veces esta distancia (aproximadamente 10 cm). A presión más baja, la separación máxima podrá ser mayor y, a presión más alta, será más baja. Esta distancia es, por lo tanto, inversamente proporcional a la presión:

$$D_{\max} = 2R_{\max} \frac{P_0}{P}$$

Para producir un tratamiento homogéneo siguiendo la altura del reactor, la posición relativa de las diferentes fuentes debe estar comprendida, por lo tanto, entre D_{\min} y D_{\max} .

En un ejemplo de realización, las piezas a tratar pueden estar dispuestas sobre un portasustrato de capacidad de rotación de acuerdo con uno o varios movimientos y del tipo de los utilizados en el campo del depósito PVD como la pulverización por magnetrón. La distancia mínima de las piezas con respecto a las fuentes, está definida como siendo la distancia considerada la más cercana posible durante el movimiento. Se ha podido constatar que una distancia mínima comprendida entre 40 y 160 mm aproximadamente da una calidad de tratamiento adecuada a nivel de la homogeneidad buscada.



En este ejemplo se considera la homogeneidad de espesor de un depósito realizado a partir de las fuentes de RCE microondas utilizando como precursor gaseoso un hidrocarburo. Las probetas se disponen a diferentes distancias mínimas de las fuentes en frente de éstas últimas. Se compara un tratamiento en estático, es decir con los sustratos permaneciendo inmóviles, y un tratamiento con un movimiento planetario. La figura ilustra el decrecimiento de la velocidad de depósito cuando la distancia a la fila de fuentes aumenta. En el caso del movimiento planetario, la distancia fuentes-sustrato corresponde a la distancia mínima del sustrato a las fuentes durante el movimiento. Se ve claramente que el movimiento permite atenuar la caída de la velocidad de depósito.

La invención tiene una aplicación ventajosa para el tratamiento de superficie a diferentes niveles, tal que, de una manera indicativa en absoluto limitante, la limpieza de las piezas por decapado iónico, la asistencia iónica a un procedimiento de depósito PVD o también de activación de especies gaseosas para fabricar revestimientos PACVD.

Como se ha indicado en el preámbulo, estas técnicas de tratamiento con plasma se utilizan en numerosos campos, tales como mecánica, óptica, la protección contra corrosión o el tratamiento de superficie para la producción de energía.

- 5 Las ventajas surgen claramente de la descripción, en particular se recalca y se recuerda, que el procedimiento y el dispositivo de tratamiento mediante fuentes elementales de plasma por resonancia ciclotrónica electrónica, permiten:
- el tratamiento de piezas metálicas o no, de geometría variable y cualquiera, utilizando una configuración única de equipo;
- 10 - la obtención de tratamiento homogéneo en superficies complejas y variadas, sin que sea, no obstante, necesario modificar la geometría del equipo en función de la geometría de las piezas. La invención está definida por las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento de tratamiento de superficie de al menos una pieza mediante fuentes elementales de plasma por resonancia ciclotrónica electrónica, que consiste en someter la(s) pieza(s) (1) a al menos un movimiento de revolución con respecto a al menos una fila lineal fija de fuentes elementales (2), estando la o dichas filas lineales de fuentes elementales (2) dispuesta(s) de manera paralela al eje o a los ejes de revolución de la o de las piezas, caracterizado por que la distancia $D_{máx}$ entre fuentes se determina mediante la fórmula:

$$D_{máx} = 2R_{máx}_o \frac{P_o}{P}$$

10 fórmula en la que: $R_{máx}_o$ es aproximadamente 5 cm, P_o $2 \cdot 10^{-3}$ mbar, siendo P la presión de trabajo en mbar.

15 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que el movimiento de revolución es una rotación simple.

3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por que el movimiento de revolución es un movimiento planetario, simple o doble.

20 4. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que las fuentes elementales (2) están constituidas por una guía de onda coaxial y por una pieza terminal que contiene un imán determinado para permitir la resonancia ciclotrónica electrónica.

25 5. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 4, caracterizado por que el eje de imantación del imán es colineal con el eje de la guía de onda para preservar la simetría de revolución de dicha guía y para garantizar que las trayectorias de los electrones se cierran sobre sí mismas.

6. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que las fuentes elementales son alimentadas por un generador único cuya potencia se divide a partes iguales entre las fuentes.

30 7. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que las fuentes elementales son alimentadas por generadores cuya potencia se ajusta para tener un plasma homogéneo a lo largo de la fila de dichas fuentes.

35 8. Procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que la distancia mínima de las fuentes, con respecto a las piezas, es la distancia considerada más cercana durante el movimiento y está comprendida entre 40 y 160 mm aproximadamente.

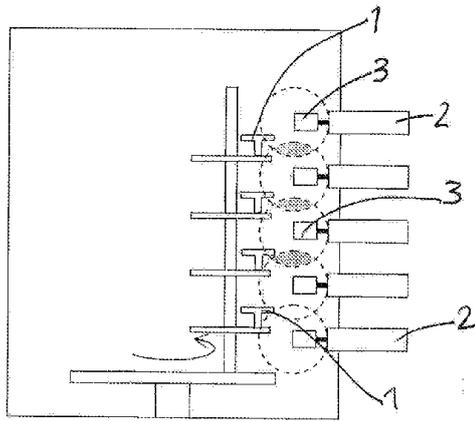


FIG. 1

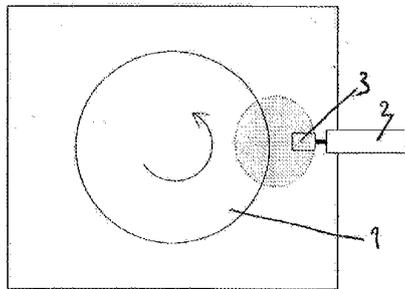


FIG. 2

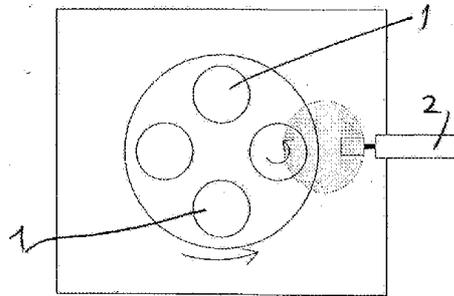


FIG. 3

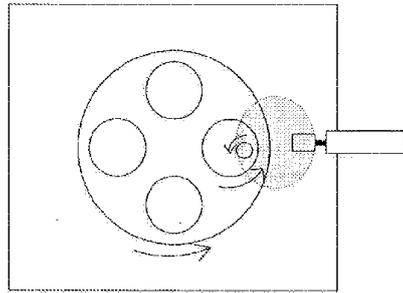


FIG. 4

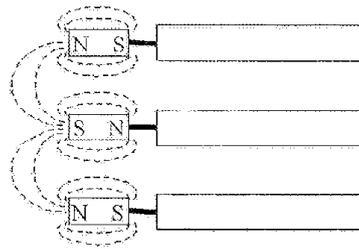


FIG. 5

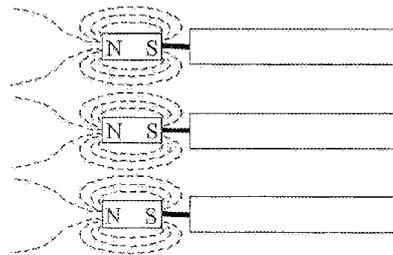


FIG. 6

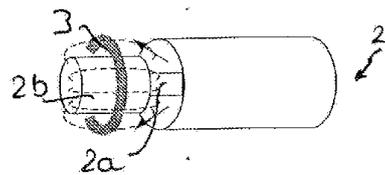


FIG. 7