



⑩ ES	⑪ NUMERO	⑩ A 1
	⑫ FECHA DE PRESENTACION	
	459.671	
	10-6-77	

PATENTE DE INVENCION

③① PRIORIDADES: ③② NUMERO	③③ FECHA	③④ PAIS
PC 6228	10 de Junio de 1976	Australia.

④⑦ FECHA DE PUBLICIDAD	④⑧ CLASIFICACION INTERNACIONAL	④⑨ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C23C	

④④ TITULO DE LA INVENCION
Procedimiento y aparato para producir una capa depositada por sublimación catódica sobre un sustrato tubular alargado.

④⑤ SOLICITANTE (S)
UNIVERSITY OF SYDNEY, entidad australiana,

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
residente en Parramatta Road, Sydney, New South Wales, Australia.

④⑥ INVENTOR (ES)
DAVID ROBERT MCKENZIE, GEOFFREY LESTER HARDING y BRIAN WINDOW.

④⑦ TITULAR (ES)

④⑧ REPRESENTANTE
D. Jose Miguel Gomez-Acebo y Pombo.

La presente invención se refiere a sublimación catódica por plasma y de un modo más particular se refiere a la técnica de sublimación catódica conocida como sublimación catódica reactiva.

5. La técnica de sublimación catódica se utiliza actualmente para formar una película de material altamente reflectante, por ejemplo de cromo, sobre un sustrato. El cromo se expulsa desde un electrodo metálico que es bombardeado con iones o átomos como resultado de una descarga eléctrica producida en un gas inerte entre un ánodo y el electrodo de cromo que compone el cátodo.

10. El gas inerte es normalmente argón a baja presión.

La sublimación catódica reactiva es una variante de la técnica de sublimación catódica citada, en la cual el gas inerte se mezcla con una pequeña cantidad de impureza gaseosa que proporciona átomos de un material diferente los cuales se depositan sobre la superficie que se ha de recubrir simultáneamente con el metal sublimado del electrodo catódico. Una de dichas impurezas gaseosas es un gas hidrocarburo que se descompone para proporcionar átomos de carbono por lo que la capa depositada por sublimación es un carburo metálico. Se pueden producir capas de óxido de nitrógeno empleando también la técnica de sublimación catódica reactiva.

15.

20.

Los recientes experimentos en el campo de los tubos colectores de energía solar, descrito en la revista de Vacuum Science Technology volumen 13 nº 5, Septiembre/Octubre 1970 (publicada por American Vacuum Society) en la página 1070 en un artículo titulado "Superficies de Absorción Selectivas Solares de Carburo Metálico depositado por sublimación catódica" ha demostrado que la eficacia de un tubo colector puede mejorar si se recubre con una delgada capa uniforme de material que tenga una composición igual desde un punto hasta otro en todos los puntos a la misma profundidad.

25.

30.

- dad en la capa, y otras ciertas propiedades. Desgraciadamente, esto no se puede conseguir por una sublimación catódica reactiva de tipo normal porque los trabajos experimentales han demostrado que la cantidad de gas de impurezas presentes en diferentes lugares en la zona de deposición por sublimación catódica, no es siempre igual. Por consiguiente, la densidad de los átomos de impurezas que surgen del gas de impurezas no es la misma en todos los puntos sobre la superficie de la capa que se deposita sobre el substrato.
- 5.
10. La invención tiene por objeto proporcionar un procedimiento y un aparato perfeccionado para llevar a cabo las sublimaciones catódicas reactiva.
- Según la presente invención, se proporciona un procedimiento para producir una capa depositada por sublimación catódica, de composición y espesor relativamente uniforme, sobre un substrato tubular alargado mediante átomos de sublimación reactivas desde una impureza gaseosa y desde un electrodo metálico, simultáneamente, sobre la superficie del substrato en una zona de sublimación que se extiende a lo largo del substrato, en cuyo procedimiento el electrodo se dispone con su superficie paralela a la superficie del substrato y se produce un movimiento de rotación relativo entre las dos superficies de modo que el substrato se recubre progresivamente alrededor de sus circunferencias con el material depositado por sublimación catódica, mientras que el flujo de impureza gaseosa se regula en la zona de sublimación de modo que su flujo entre regiones diferentes a lo largo de la longitud de la zona de sublimación se reduzca al mínimo o se evite.
- 15.
- 20.
- 25.
30. En la ventaja del invento es que las condiciones según las cuales se recubre la superficie del substrato se puede mantener de modo que pueda mantenerse también con precisión la consis-

5. tencia, calidad y espesor del recubrimiento. En procedimientos de sublimación catódica reactiva de la tecnología anterior, la impureza gaseosa barre a lo largo de la superficie del substrato mientras tienen lugar la sublimación catódica, por lo que partes diferentes de la superficie se revisten en diferentes atmosferas y la capa producida no tiene la uniformidad necesaria de calidad y espesor precisos para una capa selectiva de colector de energía solar, por ejemplo.

10. En un medio de poner en práctica el procedimiento del invento, la impureza gaseosa se dirige para que fluya a lo largo de un trayecto que tiene en la zona de sublimación catódica y se extiende entre el electrodo y el substrato. En el proceso, el régimen de admisión de la impureza gaseosa es prácticamente igual a su régimen de consumo en el proceso de sublimación catódica, v. g. se admite de una manera cuidadosamente controlada. En cada región de la zona de sublimación catódica, el gas admitido se consume por lo que efectivamente no se produce un exceso de gas de impureza que pudiera fluir a una región adyacente y cambiar las condiciones atmosféricas en la misma. La "calidad" de la atmósfera a través de la zona de sublimación catódica se puede mantener por lo tanto. El gas de impureza se dirige preferiblemente hacia el substrato desde orificios previstos en un tubo conectado a una fuente de gas de impureza cuidadosamente regulada. El gas inerte, v.g., argón se admite en la cámara por un orificio de admisión y se extrae de la cámara empleando un orificio de salida, por lo que la presión parcial del gas inerte permanece constante y la atmósfera de gas inerte se repone en la proporción necesaria para evitar la acumulación de gases de impureza que no sean el admitido intencionadamente. Dichas impurezas pueden surgir durante el proceso de sublimación catódica por liberación de gases confina-

15.

20.

25.

30.

das en las superficies expuestas a la presión reducida.

5. En otra forma de poner en práctica el procedimiento del invento, el movimiento de gas de impureza entre puntos diferentes en la zona de sublimación catódica se evita dirigiendo la impureza gaseosa y el gas inerte en el cual es arrastrada para que fluya en ángulo recto al substrato tubular. El gas que fluye desde la zona de sublimación catódica es arrastrado hacia un orificio de salida de gas mantenido bajo aspiración, El orificio de salida de gas comprende convenientemente un tubo de aspiración que se extiende longitudinal a una cavidad alargada paralela al eje geométrico del electrodo y el substrato. El exceso de gas de impureza es arrastrado por el flujo gaseoso inerte y confinado, por lo tanto, a moverse a través de la zona de sublimación catódica y es barrido de la zona antes de que pueda pasar de una región de la zona de sublimación catódica a otra. En este modo de poner en práctica el invento, el gas de impureza puede ser admitido en la cámara después de mezclarse con el gas inerte y/o el gas inerte se puede admitir por separado.

10. El invento comprende también un aparato para realizar la sublimación catódica reactiva y producir una capa de revestimiento sobre un substrato tubular alargado, cuyo aparato comprende un electrodo alargado, dispositivos de montaje para sostener el substrato, tubular manteniendo una relación de separación paralela con el electrodo, una envoltura que define una cámara en la cual ha de tener lugar la sublimación catódica entre el electrodo y el substrato, un primer dispositivo para admitir impureza gaseosa en la cámara un segundo dispositivo para regular el flujo de impureza gaseosa en una zona de sublimación catódica entre el electrodo y el substrato, de modo que el flujo de impureza gaseosa entre diferentes regiones separadas longitudinalmente con relación a la

5. zona de sublimación catódica se evite o reduzca al mínimo, y un tercer dispositivo para producir un movimiento de rotación relativo sin desplazamiento axial entre el electrodo y el substrato, por lo que todos los puntos sobre su circunferencia pasan a través de la zona de sublimación catódica a lo largo de la cual el material del electrodo se sublima simultáneamente hacia el substrato.

10. En un aparato del invento, se utiliza un orificio de escape para establecer y/o mantener la zona en la cual tiene lugar la sublimación catódica a baja presión, medios de admisión para admitir un gas inerte y una cantidad controlada de impureza gaseosa en la zona, y un orificio de salida para extraer gas y cualquier exceso de gas de impureza de la zona; en cuyo aparato el dispositivo de entrada y la salida se sitúan de tal modo, con respecto a la posición del substrato que se desea revestir, que el flujo gaseoso entre los mismos se extiende prácticamente a través, en lugar de hacerlo en un plano que define una zona a lo largo de la cual el material depositado por sublimación catódica desde el electrodo pasa hacia la posición del substrato. La sublimación catódica tiene lugar simultáneamente en todos los puntos a lo largo de la zona por lo que, para revestir el substrato tubular, se puede mantener contra el desplazamiento axial y girar simplemente alrededor de su eje geométrico para cubrir su superficie con material sublimado.

15.

20.

25. En una variación del aparato, una partida de substrato tubulares, colocados con sus ejes paralelos, se montan coaxialmente en un anillo alrededor de un electrodo central fijo cuya longitud es aproximadamente igual o más larga que la longitud del substrato que se desea revestir por sublimación catódica. Los substratos giran cada uno alrededor de sus ejes respectivos durante la sublimación catódica por lo que un conjunto de los mismos

30.

- se reviste en una sola operación de sublimación catódica. El gas de impureza se puede admitir a través de orificios en el electrodo que pueden ser tubulares para esta finalidad, en una proporción controlada, de modo que su régimen de admisión a la zona de sublimación catódica sea igual al régimen de consumo en el proceso de sublimación. En otra variación del aparato, una partida de substratos tubulares, colocada con sus ejes paralelos, se montan coaxialmente en un anillo y quedan contenidos dentro de un electrodo cilíndrico hueco cuyo eje es paralelo al tubo que se desea revestir.
- 5.
- 10.

- Una forma de aparato que ha demostrado ser particularmente idónea para revestir por sublimación catódica un substrato tubular cilíndrico, tiene el tubo del substrato dirigido axialmente con respecto a la cámara cilíndrica o envoltura. El electrodo de sublimación catódica se extiende longitudinalmente a la corona circular formada entre el tubo del substrato y la pared cilíndrica de la cámara. Los orificios de entrada y salida se disponen también dentro de la corona circular en posiciones respectivas diametralmente opuestas con respecto al electrodo y adoptan apropiadamente la forma de tubos rectos que tienen orificios distribuidos a lo largo de sus longitudes y dirigidos preferiblemente hacia fuera en dirección a la pared cilíndrica de la cámara. El electrodo adopta convenientemente la forma de una barra que mantiene una relación de separación paralela con el tubo del substrato en un punto medio entre los tubos de entrada y de salida.
- 15.
- 20.
- 25.

- Durante el proceso de sublimación catódica, parte del material del electrodo se deposita por sublimación hacia el substrato y corre transversal al flujo gaseoso desde los orificios del tubo de entrada hasta los orificios del tubo de salida. Como en la modalidad de preferencia estos orificios se dirigen hacia
- 30.

fuera y sirven también para barrer hacia el tubo de salida las impurezas situadas en la pared de la cámara y el electrodo de sublimación catódica. A medida que progresa la sublimación catódica, el tubo gira, apropiadamente a una velocidad uniforme, para acumular una capa uniforme de material depositado por sublimación catódica en toda su longitud.

5.

El invento se describe a continuación con más detalle, a título de ejemplo tomando como referencia los dibujos adjuntos que lo ilustra:

10.

La figura 1 es una vista esquemática en sección, parcialmente cortada, de un aparato para revestir por sublimación catódica un tubo cilíndrico de un colector de energía solar, tomada a lo largo de la línea I-I de la figura 2.

15.

La figura 2 es una vista en sección transversal esquemática, tomada a través de la parte central del aparato de la figura 1, a lo largo del plano A-A; y

La figura 3 es una vista en sección transversal esquemática a través del aparato de sublimación catódica para revestir simultáneamente una partida de substratos tubulares.

20.

La figura 1 ilustra el aparato que comprende una envoltura de vidrio 1, que forma una cámara cilíndrica 2 con un extremo cerrado por una caperuza perforada 3 y el otro extremo en comunicación con la boca de escape 4 que se extiende hasta una bomba de alto vacío, no ilustrada.

25.

Un tubo de substrato cilíndrico 5 se extiende axialmente a través de la cámara 2 y se taponan sus extremos por dispositivos de montaje de sustentación de tapones 6 y 7. El dispositivo de montaje 6 es empujado por resorte hacia el dispositivo de montaje 7 por un conjunto formado por un manguito cilíndrico 8, montado deslizantemente sobre un pasador 9, y que contiene un muelle de com-

30.

presión 10. El conjunto permite la rotación del dispositivo de montaje 6. El segundo dispositivo de montaje 7 se sitúa en un extremo de un eje 11 que se extiende hasta un motor eléctrico 12 y pasa a través de un tapón obturador rotatorio 13 previsto en el centro de la caperuza 3.

5. El exterior del tubo 5 y la superficie interior de la envoltura 1 define una corona circular, que según se ilustra en la figura 2 contiene un par de electrodos 15, 16 que se disponen diametralmente. Estos electrodos son tubulares cada uno y de construcción idéntica, aunque el electrodo 15 se fabrica de acero inoxidable mientras que el electrodo 16 se fabrica de cobre. Según se ilustra en la figura 1, el electrodo 15 contiene un tubo dirigido axialmente 17 que está abierto por un extremo en el interior del electrodo y se proyecta por su otro extremo a través de un cierre 18 hasta una boca de salida de agua refrigerante, no ilustrada. 10. La pared del electrodo 15 pasa a través de un tapón obturador 20 adaptado en el extremo de un tubo aislado 21 cerrado a la caperuza 3. Una entrada ramificada 22 permite la circulación de agua fría a través del electrodo 15 saliendo por el tubo 17 según indican las flechas. Un aislador de vidrio 23 montado en una placa de sustentación 29 sostiene un extremo interior cerrado del electrodo 15. Este aislador de vidrio no se extiende a través de todo el espesor de la placa de sustentación 29, por lo que el aislador no se reviste con material conductor durante la sublimación catódica. 15. 20. 25.

Partes del electrodo 16, correspondientes a las del electrodo 15, llevan los mismos números de referencia pero con virgulilla, por lo que no se describirán por separado.

30. En la corona circular, en posiciones en un punto medio entre los electrodos tubulares 15 y 16, se colocan un tubo de en-

trada 27 y un tubo de salida 28, según se ilustra en la figura 2 pasan cada uno a través de juntas en la caperuza 3 y se cierran en sus extremos en el interior de la envoltura 1. Sus otros extremos, o extremos exteriores se extienden, respectivamente hasta una fuente de argón que contiene una cantidad controlada de impureza gaseosa en forma de metano y hasta una bomba de vacío.

Cada uno de los tubos 27 y 28 se fabrica de cobre y tiene una línea de orificios distribuidos a lo largo de su longitud en el lado encarado al exterior de la corona circular. En el caso de los orificios de admisión de gas, la sección transversal agregada a través de la cual el gas fluya al interior de la cámara es menor que la sección transversal agregada de los orificios en el tubo de salida de gas por lo que, en condiciones de funcionamiento estables, se mantiene una presión media baja constante en la cámara 2 y el flujo gaseoso barre de una forma arqueada las dos mitades de la corona circular con un flujo imperceptible axialmente con respecto a la corona circular.

El aparato funciona a una presión gaseosa baja.

Las partes eléctricamente conductoras del aparato, a excepción del electrodo de cobre 15, se ponen a tierra y el electrodo de cobre tiene un potencial negativo con respecto a tierra. En la cámara 2 se produce una descarga iónica y el impacto de iones positivos sobre el electrodo de cobre hace que el cobre metálico se sublime radialmente.

Parte de este cobre se deposita sobre la pared exterior del tubo del substrato 5 sometido a rotación. Durante esta etapa inicial del revestimiento del tubo del substrato con una capa de cobre, solamente se alimenta argón puro entre el tubo de entrada 27 y el tubo de salida 28. El proceso es, por lo tanto, un proceso de sublimación catódica por plasma normal. Si se desea, la su-

blimación catódica puede tener lugar sin que pase argón a través de la cámara 2, aun cuando este sistema deja mucho que desear. Cuando la capa de cobre que se deposita sobre el tubo 5 ha alcanzado el espesor deseado, determinado empíricamente por los parámetros según los cuales se somete a sublimación catódica, se forma una capa a modo de película metálica con un alto grado de reflectividad de rayos infrarrojos.

5.

Las conexiones de los electrodos 15 y 16 se invierten entonces y el argón puro se reemplaza con una corriente de argón con una cantidad controlada de metano como impureza.

10.

Entonces tiene lugar la sublimación catódica reactiva entre el electrodo 16 y la capa de cobre o revestimiento sobre el substrato 5. La sublimación catódica reactiva da por resultado carbono y hierro, cromo y níquel procedente del electrodo de acero inoxidable 16, que se deposita sobre la capa de cobre continuamente a lo largo de su longitud. El proceso de sublimación catódica continúa durante un periodo determinado empíricamente como el necesario para crear el espesor conveniente de revestimiento de carburo metálico sobre el tubo 5. Se determina por parámetros fi-

15.

jos y conocidos durante la sublimación catódica. Como el flujo de gas en el interior de la corona circular se confina prácticamente al mismo plano que la dirección de descarga del metal sublimado, y el gas fluye a través de la zona plana en la cual se deposita el metal del electrodo al tubo 5, pero no fluye en el interior

20.

de la misma, las condiciones gaseosas a través de las cuales se produce la sublimación catódica entre el electrodo y el tubo son iguales en toda la longitud del tubo. De este modo se asegura la consistencia de espesor y composición de la capa depositada por sublimación catódica, porque el gas a través del cual se ha pro-

25.

ducido la sublimación catódica se extrae de la corona circular 2

30.

antes de que tenga tiempo de recircular en dirección axial a otras regiones de la zona de sublimación catódica.

5. Se puede emplear diversos metales para la capa de deposición por sublimación catódica para conseguir un revestimiento de gran reflectividad sobre el tubo del substrato. Por ejemplo, se pueden emplear plata u oro en lugar de cobre. De igual modo, en lugar de acero inoxidable para el electrodo 16, se pueden emplear otros metales, por ejemplo molibdeno, cromo, hierro, tungsteno, níquel, tantaló, o aun titanio, aun cuando los resultados no son tan buenos cuando se emplea titanio. De igual modo, aunque el metano y el argón constituyen la mezcla gaseosa preferible para la sublimación catódica reactiva, se pueden emplear otros hidrocarburos o impurezas gaseosas de acuerdo con la composición de la capa requerida y otros gases para proporcionar siliciuros, boruros y otras composiciones.
- 10.
- 15.

- Se consiguen los mejores resultados cuando la cámara 2 se rarifica a una presión inferior a 10^{-6} torr durante varias horas, por lo que se produce una concentración imperceptible de gases residuales en la cámara que pudieran contaminar el gas inerte que fluye a través del sistema durante la primera etapa de sublimación catódica. Normalmente el cobre se deposita por sublimación catódica con un potencial de menos 1400 voltios sobre el electrodo de cobre y a una presión gaseosa en la cámara 2 de 0,2 torr. Durante la etapa de sublimación catódica de cobre deberá mantenerse un caudal mayor de gas argón a través de la cámara.
- 20.
- 25.

- La concentración de metano en el argón durante la segunda etapa de sublimación catódica depende de la corriente de sublimación, el área superficial del electrodo de sublimación y el caudal. La concentración de metano determina la composición de la película de carburo en cuanto la relación de átomos metálicos a
- 30.

átomos de carbono en la capa. Una indicación de esta composición es la resistencia eléctrica por metro cuadrado. En la práctica, se ha averiguado que se consigue una calidad óptima de película cuando la resistencia eléctrica por metro cuadrado de la película de carburo metálico es de 10 kilohmios y 1 megaohmio. La deposición continúa hasta que se ha acumulado un espesor de aproximadamente 10^{-7} metros de película de carburo metálico.

Los detalles que siguen se relacionan con un empleo experimental del aparato descrito anteriormente:

10.	Voltaje del Revestimiento	1400V
	Corriente del revestimiento	300mA
	Tiempo de Recubrimiento para una doble capa (Cobre más mezcla de carburo de hierro, cromo y níquel)	50 Minutos
	Presión Gaseosa (típica)	$1,5 \times 10^{-1}$ Torr
15.	Composición del gas para el revestimiento de carburo	8% Metano en Argón
	Velocidad de rotación del tubo del sustrato	11 R.P.M.
	Longitud del Tubo del Substrato	1,5 m
	Diámetro máximo del Tubo del Substrato	50 mm
20.	Orificios de admisión de gas	Longitudes de 1 cm de tubo con un ánima de 0,300 mm de diámetro, separaciones de 70 mm en tubo de 13 mm de diámetro exterior con un espesor de pared de 1 mm.
25.	Orificios de salida de gas	Orificios de 1 mm de diámetro en tubo con un espesor de pared de 1mm, diámetro exterior 13 mm, 100 mm entre centros.
30.	Caudal	0,11 cc/segundo a S.T.P.

Diámetro exterior de la cámara de vidrio	10 cm
Espesor de pared de la cámara	5 mm
Diámetro exterior de los electrodos negativos	13 mm.

5. La figura 3 ilustra, en sección transversal, una forma modificada de aparato para llevar a cabo el revestimiento por sublimación catódica reactiva, en una forma esquemática y notablemente simplificada.
10. La sublimación catódica se lleva a cabo en una cavidad cilíndrica provista en el interior de un electrodo tubular 30 de acero con su eje vertical y cerrado por sus extremos por placas extremas (no ilustradas): El electrodo 30 está provisto de serpentines de agua refrigerante (no ilustrado) enrollados alrededor de su superficie exterior. Un electrodo de cobre tubular 32 se
15. extiende axialmente a través del centro de la cavidad y está provisto de 8 líneas de orificios 33 dirigidos axialmente y un tubo interno en forma de U (no ilustrado) en contacto con el electrodo de cobre 32 y para agua refrigerante. Cada una de estas líneas de orificio 33 se dirige hacia un substrato tubular respectivo 34.
20. Ocho de dichos substratos 34 están previstos en un anillo dispuesto concéntricamente alrededor del electrodo 32 y cada substrato se monta por su extremo superior en un soporte rotatorio 35. Cada soporte 35 se mueve por un piñón (no ilustrado) desde una transmisión de cadena flexible (ilustrada por una línea de rayas) movida desde un eje rotatorio (no ilustrado) que pasa a través de una
25. junta en la placa del extremo superior de la cavidad. Las placas extremas de la cavidad se mantienen a potencial de tierra y se aíslan del electrodo exterior 30 por juntas tóricas de un diámetro en sección transversal preciso para que exista un espacio de
30. separación entre 1 y 2 mm entre la cara extrema anular del elec

trodo exterior 30 y cada placa extrema. El espacio de separación anular alrededor de la placa extrema inferior se adapta a una boca de escape para conectarse a una bomba de vacío. El electrodo central 32 se aísla de la placa extrema superior por un anillo de vidrio y pasa a través de la placa extrema por un agujero cuyo diámetro es mayor que el del electrodo 32 entre 2 y 4 mm.

Si se efectúa una sublimación catódica no reactiva para producir la primera de las dos capas sobre el substrato, la envoltura se rellena con argón a presión reducida y el electrodo de cobre 32 empleado como cátodo, o la fuente de material y las placas extremas y el electrodo exterior se utilizan como ánodo. El gas argón se alimenta en la cámara a través de los orificios en el electrodo de cobre 32 y escapa a través de la abertura y alrededor de la placa extrema inferior. Entonces se produce sublimación catódica para depositar una película de cobre sobre cada uno de los substratos tubulares que giran al tiempo de modo que se acumula sobre cada uno una película del mismo espesor.

Para formar la capa de carburo sobre la capa de cobre, se utiliza el electrodo de cobre 35, como ánodo junto con las placas extremas, y el electrodo exterior 30 se utiliza como cátodo, por lo que se produce sublimación catódica desde la envoltura exterior de acero. Se alimenta argón a través de un orificio de admisión en la placa superior y se admite metano al interior del electrodo 32 de modo que su caudal a través de los orificios 33 sean igual a su régimen de consumo durante la sublimación catódica. Las condiciones reinantes en las 8 zonas de sublimación catódica son iguales y, dentro de cada zona no dependen de la distancia a lo largo de la zona paralela al eje del substrato medida desde la placa extrema superior. Por consiguiente, la capa de carburo producida sobre los substratos es de composición uniforme

desde un punto a otro sobre el substrato y la capa es de espesor uniforme.

El aparato ilustrado en la figura 3 tiene la ventaja de que permite revestir al mismo tiempo una partida de 8 electrodos tubulares. Los detalles siguientes se refieren a un uso experimental del aparato anterior de la figura 3.

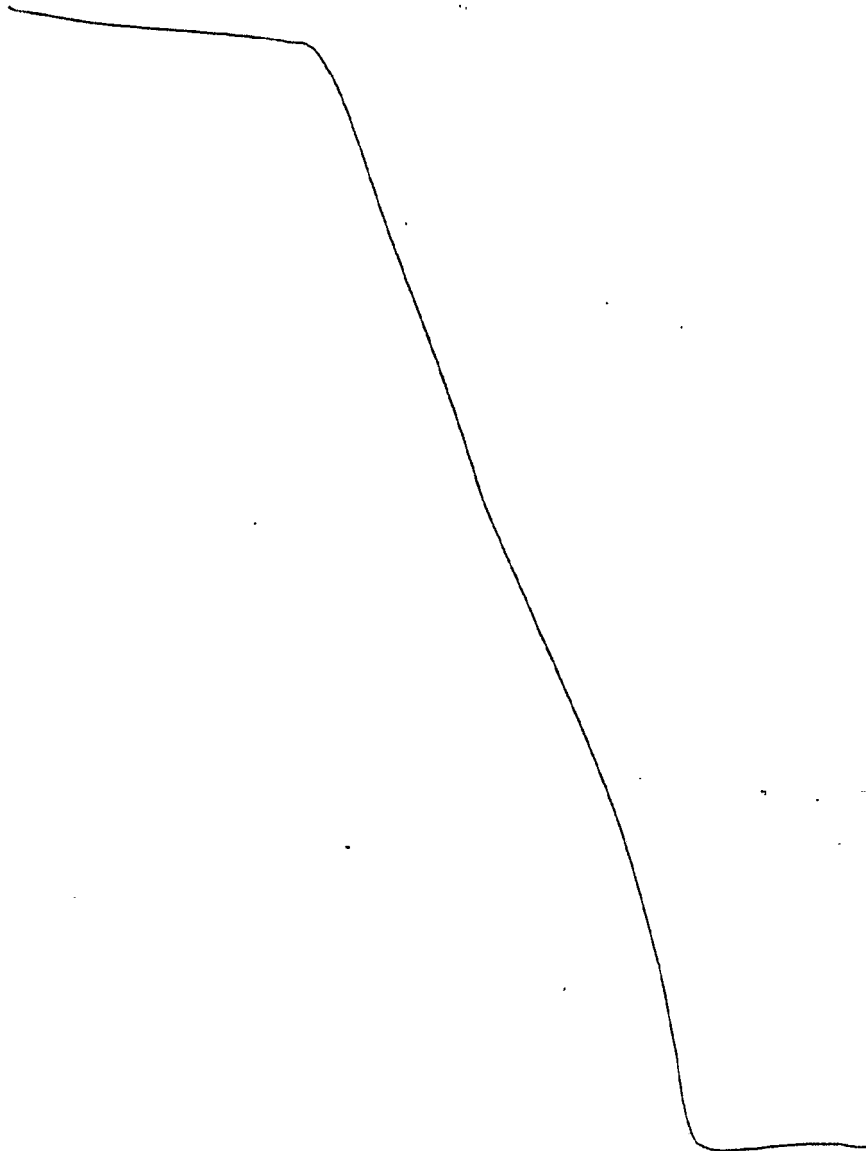
	Voltaje de Revestimiento	1000V
	Corriente del Revestimiento	2,5A
	Tiempos de Revestimiento para 8 tubos	
10.	revestidos con doble capa	50 minutos
	Presión de gas total (Típica)	$1,5 \times 10^{-1}$ Torr
	Velocidad de rotación del substrato	11 R.P.M.
	Longitud de los tubos de substrato	1,5 m
	Diámetro de los tubos de substrato	22 mm
15.	Diámetro exterior del electrodo interior	25,4 mm
	Diámetro interior del electrodo interior	150 mm
	Orificios de admisión de gas	Longitudes de 1 cm de tubo con ánima de 02 mm de diámetro y separaciones de 70 mm
20.	Caudal de gas Argón	$0,5 \text{ cc/segundos}^{-1}$
	Caudal de metano(aproximado)	$0,07 \text{ cc/segundos}^{-1}$

Para poner en práctica el invento, el gas inerte se puede admitir en la cámara de sublimación catódica mezclado con el gas de impureza o a través de un orificio separado de admisión y se bombea a través de un orificio de escape al régimen necesario para mantener la presión dentro de la cámara a un nivel elegido.

El régimen de emisión del gas inerte se puede controlar por una válvula de control gaseoso regulable conectada a la fuente

te de suministro de gas reactivo y conocida en sí por el experto en la materia.

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

5. 1.-Procedimiento y aparato para producir una capa depositada por sublimación catódica sobre un substrato tubular alagado de composición y espesor relativamente uniformes, sublimando reactivamente átomos de una impureza gaseosa y desde un electrodo mecánico simultáneamente sobre la superficie del substrato procedimiento, caracterizado porque el electrodo se dispone con su superficie paralela a la superficie del substrato y se produce un movimiento de rotación relativo entre las dos superficies de modo que el substrato se revista progresivamente alrededor de su circunferencia con material de sublimación catódica, mientras que el flujo de impureza gaseosa se controla en la zona de sublimación catódica de modo que su flujo entre regiones diferentes a lo largo de la longitud de la zona de sublimación catódica se reduzca al mínimo o se evite.

20. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la impureza gaseosa fluye a lo largo de un trayecto que queda en la zona de sublimación catódica y se extiende entre el electrodo y el substrato, y el régimen de admisión de la impureza gaseosa es prácticamente igual a su régimen de consumo en el proceso de sublimación catódica.

25. 3.-Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque el electrodo está provisto de orificios a través de los cuales se admiten la impureza gaseosa a la zona de sublimación catódica.

30. 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el movimiento de la impureza gaseosa entre regiones diferentes en la zona de sublimación catódica se evita arrastrando

ME

la impureza gaseosa en un gas inerte que fluye hacia una boca de salida de gas en una dirección a través del plano de la zona de sublimación catódica en lugar de hacerlo en el interior de la misma.

5. 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el orificio de salida de gas comprende un tubo de aspiración que se extiende longitudinalmente a la cámara alargada paralelo al eje del electrodo y el substrato.

10. 6.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque el electrodo se dispone coaxialmente con respecto a un anillo de substratos tubulares separados que giran gradualmente alrededor de sus ejes respectivos a medida que se acumula sobre los mismos la capa de material de sublimación catódica.

15. 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el electrodo comprende una barra colocada coaxialmente en el interior del anillo.

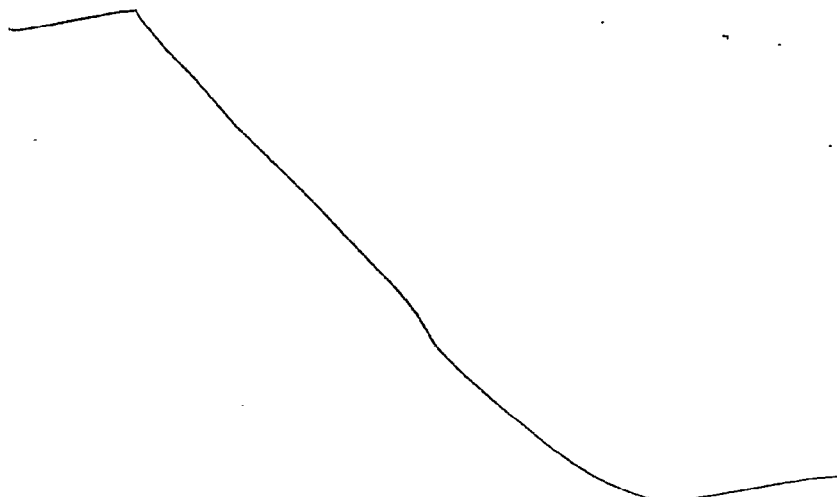
20. 8.- Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque el electrodo está formado por la superficie interior de una envoltura cilíndrica metálica que rodea el anillo de substratos tubulares.

25. 9.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores caracterizado porque la impureza gaseosa utilizada crea un carburo o un siliciuro en una capa de revestimiento sobre el substrato.

30. 10.- Aparato para la aplicación del procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende un electrodo alargado, monturas para sostener un substrato tubular manteniendo una relación de separación paralela por el electrodo, una envoltura que define una cámara en la cual tiene la sublima-

me

- ción catódica entre el electrodo y el substrato, un primer dispositivo para admitir una impureza gaseosa en la cámara, un segundo dispositivo para controlar el flujo de impureza gaseosa en la zona de sublimación catódica entre el electrodo y el substrato, de modo que el flujo de impureza gaseosa entre regiones diferentes separadas longitudinalmente en la zona de sublimación catódica se evite o se reduzca al mínimo, y un tercer dispositivo para producir un movimiento de rotación relativo sin desplazamiento axial entre el electrodo y el substrato, por lo que
5. todos los puntos en su circunferencia pasan a través de la zona de sublimación catódica a lo largo de la cual el material se sublima de la longitud del electrodo simultáneamente hacia el substrato.
- 10.
- 11.- Aparato según la reivindicación 10, caracterizado porque el electrodo comprende la superficie interior de la envoltura que es de metal.
- 15.
- 12.- Aparato según la reivindicación 10, o la reivindicación 11, caracterizado porque se dispone un anillo de monturas para sostener un anillo de substratos tubulares rectos separados circunferencialmente que se desean revestir, y el electrodo se coloca coaxialmente con respecto al anillo.
- 20.



mte

13.- Procedimiento y aparato para producir una capa depositada por sublimación catódica sobre un substrato tubular alargado, tal y como queda sustancialmente descrito y dibujo adjunto.

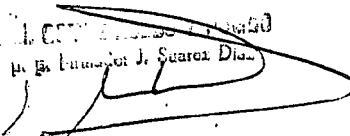
Esta Memoria consta de veintiuna hoja escrita a máquina por una sola cara.

5.

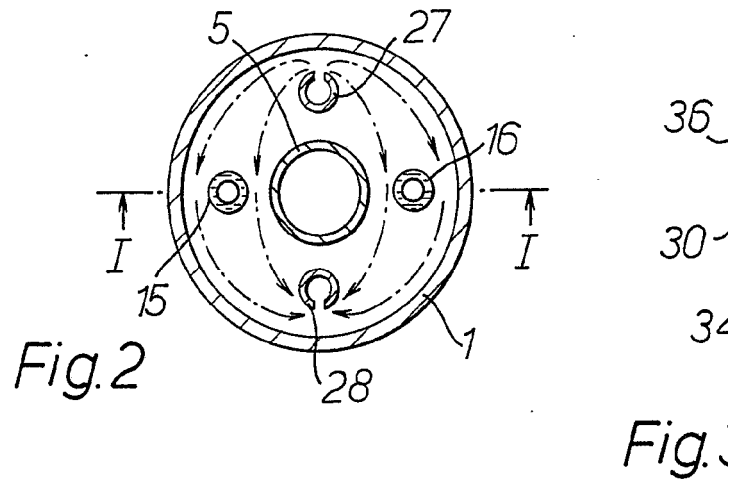
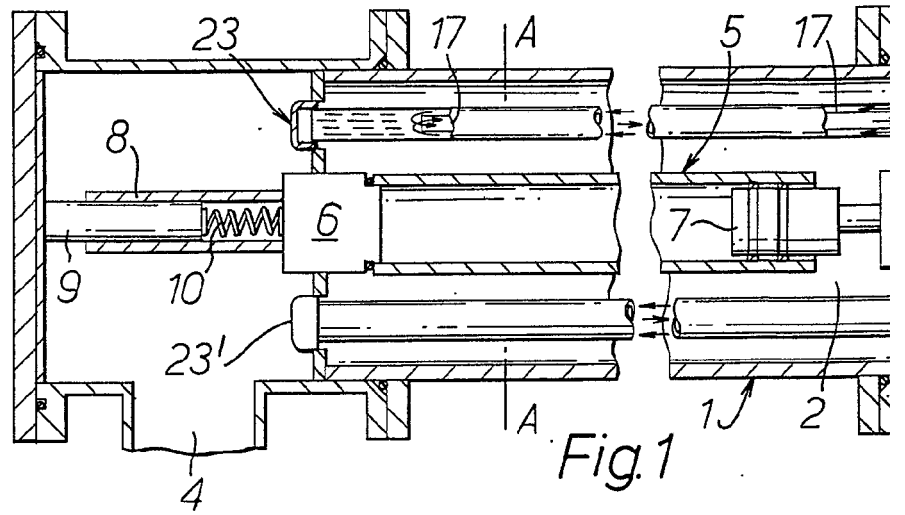
23 JUN. 1977

Madrid,

UNIVERSITY OF SYDNEY,

Dr. J. Suarez Diaz


mfe



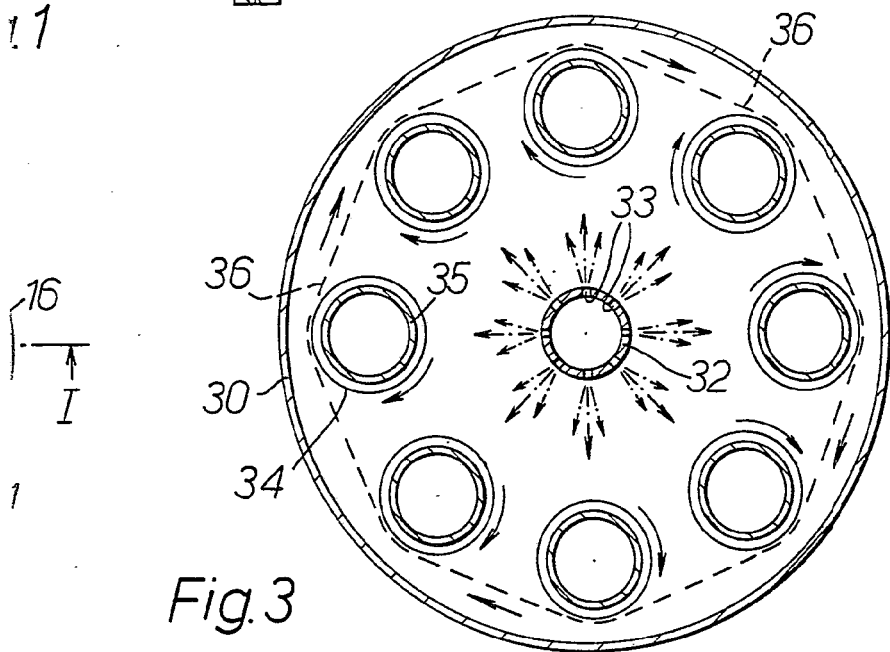
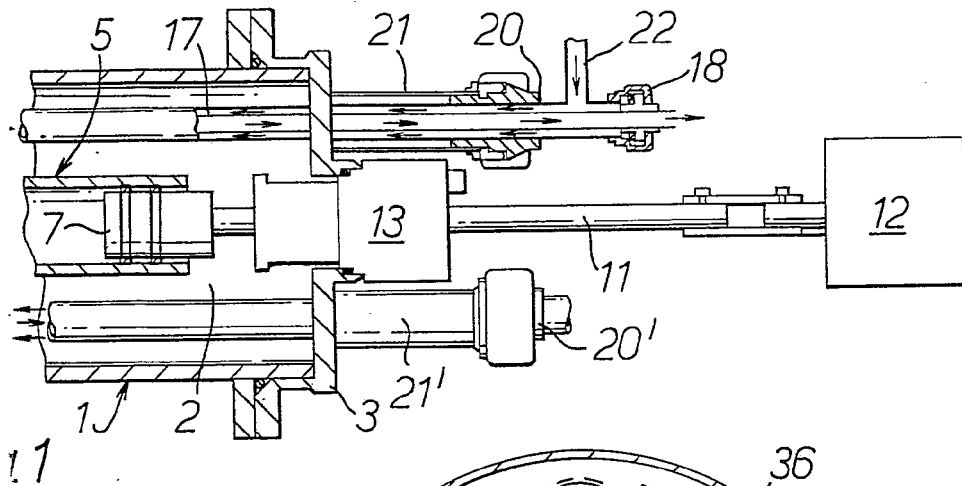


Fig.3

**ESCALA
VARIABLE**

~~Madrid 23 JUN 1977~~

J. M. AGUIRRE ARCEO Y POMEA
p. 5. Firmador J. Gomez Diez