

11	NUMERO	485.671/6
22	FECHA DE PRESENTACION	2-11-79



ESPAÑA

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	957.373		2-11-78		Estados Unidos
	55.939		9-7-79		"

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	52	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C23C 17/00; C23C 15/00		

54 TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO DE METALIZACION A PARTIR DE FUENTES DE VAPOR POR BOMBARDEO DE LOS DEPOSITOS CON PARTICULAS ENERGETICAS.

71 SOLICITANTE (ES)

FORD MOTOR COMPANY

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

The American Road, Dearborn, Michigan, U.S.A.

72 INVENTOR (ES)

Martin Rudolph GAERTNER y David Wyeth HOFFMAN ambos de nacionalidad estadounidense.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a la formación de depósitos en el vacío e incluye, en particular, esta formación de depósitos en la cual los depósitos son mejorados por medio de partículas energéticas relativamente poco numerosas. De esta manera se altera y se controla de manera benéfica las tensiones internas de los depósitos y se obtienen también otras ventajas, tales como por ejemplo una elevada reflectancia en el caso del cromo.

En la patente de los Estados Unidos Nº 3.528.387, se describe un aparato para la modificación de un sustrato incluyendo una limpieza que emplea una evaporación y una fuente de iones. Esta patente no sugiere la alteración de las tensiones internas de las películas depositadas puesto que su único ejemplo se refiere al aluminio, metal relativamente blando, que es depositado a partir del vapor sin presentar normalmente niveles perjudiciales de fuerzas internas.

En las patentes de los Estados Unidos números 3.904.505 y 3.961.103, se describe un aparato y un procedimiento, que, en un modo de realización, utilizan al mismo tiempo un dispositivo de evaporación y una fuente de iones para formar los depósitos. No se indica ningún cambio de las tensiones internas de los depósitos y, además, las patentes (por ejemplo la patente de los Estados Unidos Nº 3.904.505, columna 5, líneas 29-33) indican que los iones están presentes en un número tal que entran en contacto con los "átomos neutrales de la película que han de ser depositados" en lugar de la película condensada.

El artículo "Physics of Ion Plating and Ion Beam Deposition" por Aisenberg (inventor de las patentes de los

1 Estados Unidos mencionadas más arriba 3.904.505 y 3.961.103)
y socios, J. Vac. Sci., Vol. 10, Nº 1, Jan. 1 de febrero,
1973, paginas 104-107, describe la utilización simultánea
de un dispositivo de evaporación y de fuentes de iones para
5 formar los depósitos, pero no se menciona la alteración ven-
tajosa de las fuerzas internas por medio de este procedimien-
to.

El artículo "The Compressive Stress Transition in
Al, V, Zr, Nb and W Metal Films Sputtered at Low Working
10 Pressures" por Hoffman (inventor de la presente patente) y
Thornton en THIN SOLID FILMS 45 (1977) 387-396, describe la
modificación de las fuerzas internas mediante una pulveriza-
ción de partículas utilizando un ambiente de plasma produci-
do por magnetron y describe también que la pulverización
15 polarizada puede modificar las fuerzas internas de los depó-
sitos. En este artículo no se describe la utilización de
fuentes de vapor y de partículas energéticas accionadas por
separado.

El artículo "Stress in Ion-Implanted CVD Si_3N_4
20 Films" por EarNisse en JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, volumen
48, Nº 8, agosto de 1977, describe las modificaciones de
las tensiones internas de los depósitos de películas de
 Si_3N_4 formadas por CVD sobre silicio utilizando un bombar-
deo iónico, pero sin embargo no describe ninguna modifica-
25 ción de las fuerzas internas de los metales, en particular
de los metales brillantes y el incremento correspondiente
de la reflectancia óptica.

Se estima que hasta la fecha, a pesar de las pu-
blicaciones tales como las que anteceden, no se sabía que
30 las tensiones internas y otras propiedades tales como la

1 reflectancia optica de depósitos de metales podian ser modificadas mediante su bombardeo con particulas energéticas en número relativamente reducido.

BREVE DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

5 La Figura 1 ilustra esquemáticamente un aparato adaptado para ser utilizado de acuerdo con la presente invención, que está provisto de una fuente de iones y de una fuente de vapor separadas.

10 La Figura 2 ilustra graficamente los resultados del ejemplo 1 indicando los cambios de tensiones internas conjuntamente con el cambio de reflectancia de los depósitos de cromo que han sido bombardeados con diferentes números y niveles de energía de particulas energéticas.

15 La Figura 3 ilustra graficamente los resultados del ejemplo 2 y representa el efecto de la temperatura del substrato sobre las tensiones internas de la película depositada.

20 La Figura 4 ilustra esquemáticamente otro aparato destinado a ser utilizado en la presente invención, provisto de fuentes separadas de iones y de vapor.

RESUMEN DE LA INVENCION

La presente invención se refiere a un procedimiento de formación de depósitos en el vacío, por ejemplo un procedimiento de metalización a partir de fuentes de vapor, mejorado por bombardeo de los depósitos con particulas energéticas. Una relación ventajosamente reducida entre las particulas energéticas y las otras particulas de formación de los depósitos permite obtener, cuando las particulas energéticas se aceleran suficientemente, depósitos que tienen las tensiones internas adecuadas. Un número de particulas energéticas

25

30

1 no superior a 1 o 2 por cada 200 particulas depositadas
puede dar lugar al cambio deseado (por ejemplo reducción
de las tensiones internas, obtención de una fuerza de com
5 presión), e incluso, si se desea, pueden utilizarse rela-
ciones más pequeñas.

Para depositar un metal de transición tal como
vapor de cromo que se deposita normalmente en tensión, el
bombardeo de sus depósitos por medio de particulas enérgé
10 ticas de un gas inerte, por ejemplo, puede modificar el de
pósito metálico de modo que presente fuerzas de compresión
de magnitud comparable a las fuerzas de tensión que se pro
ducen sin bombardeo.

Esta modificación de las fuerzas internas permi-
te evitar que el depósito se agriete y se separe del subs-
15 trate. Además, con un metal tal como el cromo, el bombar-
deo que produce el cambio de las tensiones internas en el
depósito puede tambien mejorar la reflectancia.

Puesto que solamente un número reducido de parti-
culas energéticas en relación con las demás particulas depó
20 sitadas permite obtener la modificación deseada, pueden uti-
lizarse substratos tales como plasticos resistentes al ca-
lor sin que se deformen, se deterioren , etc., incluso cuan-
do se depositan películas de espesor relativamente importan-
te, por ejemplo superior a 1000 A.

25 La presente invención en uno de sus aspectos, per-
mite también la formación rápida de un depósito de película
metálica fina de alta calidad sobre materiales sensibles al
calor utilizando una fuente de vapor conjuntamente con par-
ticulas energéticas de un nivel capaz de modificar las fuer-
30 zas internas, inferior al que produce un calentamiento inde-

1 seable del substrato.

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

5 Diversos materiales pueden ser depositados a partir de la fase de vapor en el vacio y pueden utilizarse de acuerdo con la presente invención. Puesto que estos materiales o derivados de los mismos constituyen lo que formará la mayor parte sino la totalidad del peso del depósito sobre el substrato, se llamará aquí "materiales principales de formación del depósito".

10 Los materiales principales de formación del depósito a los cuales la invención es particularmente aplicables son metales que normalmente forman depósitos sometidos a tensión por medio de operaciones realizadas en el vacio, por ejemplo formación de depósitos a partir de fuentes de vapor. Los metales de transición refractarios constituyen una clase de metales de este tipo y es posible elegir entre ellos un metal adecuado, en particular, a título de ejemplo, para obtener una mejor reflectancia optica cuando el depósito obtenido a partir de las fuentes de vapor presenta una
15 reflectancia inferior a la que se desea conseguir. Por consiguiente, los metales adecuados pueden incluir cualquier metal elegido entre los que se mencionan más adelante, así como sus aleaciones (por ejemplo acero inoxidable), basadas en (o conteniendo) uno o varios de ellos: titanio, vanadio, cromo, hierro, níquel, cobalto, molibdeno, platino, paladio, metales de tierras raras tales como gadolinio, rutenio, circonio, rodio, niobio, osmio, renio y otros metales que son metales de los grupos IIIa-VIIa y VIII. También pueden incluirse algunos materiales no refractarios. Por ejemplo la
20 aleación de aluminio 6061 puede someterse a una modificación

1 de las tensiones internas en el sentido deseado cuando se
ha depositado a partir del vapor.

Entre los metales de transición, la primera se-
rie de metales tales como el cromo, ilustra una aplicación
5 particular de la presente invención. El cromo y sus alea-
ciones brillantes, por ejemplo, se depositan normalmente a
partir de fuentes de vapor con un color no adecuado y con
unas tensiones internas que limitan su utilización cuando
ha sido tenido a partir de fuentes de vapor. Además de la
10 primera serie de metales tales como el cromo, otros depósi-
tos que pueden también beneficiarse de la presente inven-
ción incluyen el niobio, el molibdeno, el tantalio y el gado-
linio así como las aleaciones de estos metales.

En un primer modo de realización, la presente in-
15 vención consiste en formar un depósito a partir de una fuen-
te de vapor del material principal de formación del depósi-
to, es decir una fuente calentada por resistencia, por bom-
bardeo electrónico, o de otra manera, situada en una cámara
de vacío mantenida convenientemente a niveles inferiores a
20 10^{-2} Torr, y en particular a niveles inferiores a 10^{-4} Torr
aproximadamente, como se ilustra en la Figura 1. Aunque
puede utilizarse cualquier fuente o fuente de vapor o vapo-
res de material principal de formación de depósito, las fuen-
tes evaporantes presentan ventajas particulares tales como
25 por ejemplo facilidad de utilización, rendimiento energéti-
co y formación rápida de los depósitos.

La presión de vacío exacta que debe utilizarse
durante la formación de los depósitos no constituye normal-
mente un factor crítico de la presente invención. Se enten-
30 derá sin embargo que con cualquier procedimiento de forma-

1 ción de depósito, las presiones parciales de sustancias per-
judiciales, (por ejemplo presión parcial de oxígeno reactivo
durante la formación del depósito de cromo) deberán ser man-
tenidas tan bajas como sea posible. Cuando existen o se in-
5 cluyen convenientemente vapores, estos pueden existir en el
vacío a presiones de vapor diferentes de las presiones me-
dias de la cámara de vacío mencionada más arriba (por ejem-
plo la presión del vapor del material principal de formación
del depósito en su fuente o en el lugar donde se forma el
10 depósito).

En este primer modo de realización, utilizando
una fuente evaporante, se coloca un sustrato en el vacío
para que pueda entrar en contacto con el vapor y de modo que
sea posible formar un depósito sobre el sustrato con el ma-
15 terial principal de formación de depósito. El sustrato pue-
de estar constituido por un material conductor o un material
no conductor. La invención presenta la ventaja que consiste
en que los sustratos sensibles al calor tales como las ma-
terias plásticas, por ejemplo las que se conocen corriente-
20 mente bajo la designación "ABS" pueden utilizarse para la for-
mación de depósitos finos. De manera ventajosa, el sustrato
puede prepararse para formar depósitos mediante bombardeo con
partículas energéticas antes de cualquier formación de depó-
sito de vapor. Este bombardeo previo puede dar lugar a una
25 pulverización de las partículas contaminantes, separándolas
así de la superficie, lo que permite obtener una superficie
de sustrato más adherente.

El orden con el cual las partículas energéticas
bombardean el depósito de vapor no es crítico. Por el con-
30 trario, el flujo de vapor que se deposita así como el flujo

1 de partículas energéticas pueden ser alterados según se de-
see. Por ejemplo, las partículas energéticas pueden bombar-
dear de manera continua o de manera intermitente el depósi-
to durante su formación. Además, las partículas energéticas
5 pueden bombardear el depósito mientras no se está formando
o durante un periodo en el cual no se forma con la misma ra-
pidez que durante otro periodo de tiempo.

Es una manera ventajosa de reducir todavía más el
calentamiento del substrato, si se desea, el substrato o las
10 fuentes pueden desplazarse los unos respecto a los otros pa-
ra cambiar así la cantidad de vapor y de partículas energéti-
cas que entran en contacto con el substrato en cada momento.
Por ejemplo, el substrato que debe recibir el material prin-
cipal de formación de depósito puede girar, desplazarse y mo-
15 verse de otra manera entre los emplazamientos de flujo de va-
por de gran intensidad y de flujo de partículas fuertemente
energéticas para separar, por lo menos parcialmente, los
efectos de calentamiento producidos por cada uno de estos
flujos y permitir su enfriamiento intermedio si se desea.
20 En el caso de películas gruesas, esta secuencia de formación
de depósito de vapor y de bombardeo de partículas energéticas
puede emplear ventajosamente más de dos fuentes de vapor y de
partículas energéticas o utilizar una rotación o una oscila-
ción entre ellas. Esta secuencia puede repetirse numerosas
25 veces, por ejemplo 100 veces o más.

Un procedimiento conveniente consiste en utilizar,
como partículas energéticas, unas partículas constituidas
por iones procedentes de fuentes iónicas activadas separada-
mente tales como cañones iónicos del tipo bien conocido y dis-
30 ponible en el comercio. Los cañones iónicos pueden situarse

al exterior de la cámara donde se produce el depósito de vapor y pueden ser accionados como se desea. Pueden utilizarse iones de gas inerte tal como cripton, argon, xenon, o de material principal de formación de depósito tal como cromo, o incluso partículas neutrales o haces mixtos de iones y electrones, así como otros átomos tales como nitrógeno. A cualquier nivel de energía dado de este modo de realización o de otros modos de realización, puede necesitarse un cierto grado de experimentación para determinar el número relativo de partículas energéticas en función del número de partículas de material principal de formación de depósito en cualquier substrato particular empleado para que el depósito tenga ventajosamente las tensiones internas deseadas así como otras propiedades físicas convenientes. El número final elegido de partículas energéticas a cualquier nivel dado de energía en los procesos industriales puede también depender de factores secundarios tales como consumo de energía, velocidad de formación de depósito y de bombardeo, naturaleza del material principal de formación de depósito, o, material de bombardeo, material de substrato incluyendo su capacidad para soportar el calor, espesor deseado de la película, etc. Sin embargo, si por cada nivel de energía no se alcanza el número mínimo de partículas de bombardeo en función de las otras partículas depositadas, respecto al cambio de tensiones internas deseado no se observa ningún efecto notable. Como anteriormente este número mínimo es ventajosamente reducido.

Sin embargo, es importante no emplear un número excesivo de partículas energéticas a un nivel de energía dado ya que esto podría conducir a una pulverización indeseable del material principal depositado después de la formación del

1 depósito. Esta pulverización puede dar lugar a una erosión de la superficie de depósito y también a otra posible deterioración de la película.

Por tanto, por ejemplo, en los procesos simultá-
5 neos de bombardeo y de formación del depósito de vapor, cuando se establece la dosis de partículas energéticas a un nivel de energía dado que modifica las fuerzas internas de modo que pasen de tensión a compresión proporcionando así una reflectancia deseable, el número de partículas energéticas
10 debe convenientemente no ser superior a un factor de 20 y preferentemente un factor de 10 o menos, es decir el número de partículas energéticas crítico para conseguir el cambio de tensión a compresión.

Aunque la experimentación puede, como se ha indi-
15 cado más arriba, ser útil para determinar los niveles óptimos de partículas energéticas, una gama de hasta aproximadamente 30 o eventualmente menos, por ejemplo 0,1-5, partículas energéticas en forma de iones de gas inerte y parecidos a razón de 1,1-30 Kev, por cada 100 partículas depósi-
20 tadas del material principal de formación de depósito tal como cromo y sus aleaciones brillantes, cuando se utiliza una fuente evaporante de este material principal de formación de depósito y un cañon iónico activados por separado, es normalmente suficiente con los substratos no conductores.
25 Puede ser ventajoso utilizar relaciones más elevadas entre partículas energéticas y las otras partículas de formación de depósito, si las partículas energéticas están constituidas por iones o átomos del mismo tipo que el material principal de formación de depósito, en particular a las energías
30 más baja en cuestión. Además, pueden utilizarse partículas

1 energéticas de mayor energía (por ejemplo 300 Kev) necesi-
tando así solamente relaciones más bajas de partículas ener-
géticas para obtener el efecto deseado, siempre y cuando no
se produzca una pulverización indebida por las partículas
5 de elevado contenido energético y los depósitos sean sufi-
cientemente gruesos.

La medición de las tensiones internas de los depó-
sitos puede efectuarse por cualquier método adecuado tal co-
mo por ejemplo los métodos indicados por D.S. Campbell en
10 "Handbook of Thin Film Technology" Maissel y Glang, eds.
p. 21-1, McGraw-Hill. Para metales tales como el cromo,
una simple comparación (ocular) es normalmente adecuada pa-
ra distinguir entre (a) la formación de un depósito a par-
tir de una fuente evaporante y (b) la formación de un depó-
15 sito modificado por partículas energéticas. Esto se debe
a que el cromo y sus aleaciones brillantes presentan una
correlación entre el brillo reflectante y la formación del
depósito bajo compresión.

Una ventaja particular del método según la inven-
20 ción consiste en que no se necesita una polarización exter-
na del substrato. Por el contrario, la fuente de partículas
energéticas puede ser accionada por separado a los niveles
deseados y puede ser orientada o puede entrar en contacto
de otra manera con el substrato para formar depósitos del
25 material principal en este. Este accionamiento separado
permite utilizar varias fuentes de partículas energéticas
de varios tipos simultáneamente o en secuencia, si se desea,
y permite obtener un control exacto de la calidad de la pe-
lícula, particularmente en los substratos curvos.

30 Actualmente no se entiende claramente si es la

1 energía cinética o el momento de las partículas energéti-
cas que es el factor fundamental relacionado con la modi-
ficación de las tensiones internas de las películas deposi-
tadas. El conocimiento de la relación exacta no es sin em-
5 bargo necesario para llevar a la practica la invención pue-
to que las características de tensiones internas finales
pueden comprobarse facilmente determinando la cantidad de
partículas energéticas a cualquier nivel de energía dado.

10 Un aspecto ventajoso de la presente invención con-
siste en que pueden formarse películas gruesas, por ejemplo
con un espesor superior a 1.000 A, por ejemplo un espesor
incluido entre 2.000A y 20.000A o más, de cromo o de sus
aleaciones u otros metales decorativos, sobre un substrato
resistente al calor o un substrato de plastico refrigerado.
15 Estas películas gruesas pueden obtenerse por ejemplo de la
manera que sigue.

El cromo o la aleación brillante se evapora en una
cámara mantenida a una presión incluida en una gama inferior
a un millitorr aproximadamente, con lo cual la formación del
20 depósito empieza sobre el substrato de plástico en el vacío.
Una fuente de partículas energéticas, por ejemplo iones de
gas inerte, átomos o iones de cromo y metales parecidos, se
introduce en el vacío para entrar en contacto con el depósi-
to de cromo mientras se forma a partir de la fuente evaporan-
te. Las partículas energéticas necesarias para producir el
25 incremento de la fuerza de compresión tienen un potencial
incluido convenientemente entre 0,5 y 15 Kev o más, y el nú-
mero de partículas energéticas a estos niveles de energía es
ta incluido entre aproximadamente 0,2-20 por 100 átomos de
30 vapor de cromo o de aleación brillante incluidos en el depó-

1 sito. El bombardeo de los depósitos de vapor por las par-
 tículas energéticas se prosigue hasta que el depósito final
 que esté constituido por una película gruesa con una fuerza
 de compresión aproximadamente igual o ligeramente superior.
5 o inferior a la fuerza de compresión deseada en esta aplica-
 ción particular. En variante, el contacto con las particu-
 las energéticas puede ser intermitente (por ejemplo después
 de que se ha depositado a partir del vapor una película de
 1-5.000A) con resultados similares.

10 Durante el periodo de formación de los depósitos,
 como se ha indicado más arriba, no es necesario aplicar nin-
 guna polarización externa al substrato aunque, si se desea,
 esta polarización externa puede ser aplicada.

15 Los ejemplos que siguen sirven para ilustrar cier-
 tos aspectos de la presente invención que ha sido descrita
 más arriba y no están destinados a limitar el alcance de la
 invención.

EJEMPLO I

20 La Figura 1 ilustra de manera esquemática una dis-
 posición del aparato que puede utilizarse para depositar pe-
 lículas de acuerdo con la presente invención.

25 En este aparato, una fuente de iones Colutron 2
 se utiliza para producir partículas energéticas constituidas
 por iones. El gas que ha de ser ionizado entra en la cama-
 ra de la fuente 2 a través de una válvula de aguja 4 que ajus-
 ta el caudal de modo que la presión del gas en la cámara 2
 esté incluida en la gama de 5 a 100 millitorr. La presión
 en el resto del sistema de vacío se mantiene a un valor in-
 ferior a 2×10^{-4} torr para impedir cualquier pérdida inde-
30 seable de la corriente del haz iónico y para impedir que pe

1 netren en las películas átomos de impurezas gaseosas.

Se forma un arco entre el filamento 6 calentado por resistencia (rodeado parcialmente por un aislador de cerámica 9) y el ánodo 8 de la fuente iónica, formando un plasma denso en la proximidad del filamento y del ánodo. A partir de este plasma se extraen iones a través de un orificio 10 formado en la fuente de iones y se aceleran estos iones hasta la energía deseada (por ejemplo 1 a 15 Kev) aplicando una tensión positiva a la fuente iónica con relación a la lente de extracción 12 conectada con la masa. Los iones atraviesan la lente de extracción así como el resto de la óptica iónica (no representada pero situada entre la lente de extracción 12 y el orificio 20), penetrando así en la cámara del sistema de vacío 18. Se utiliza un orificio 20 para limitar la extensión del haz iónico en el interior de la cámara.

Una fuente 22 calentada por resistencia (no se representa la fuente de alimentación) asegura una velocidad controlada de formación del depósito, por ejemplo de cromo sobre un par de sustratos 24a y 24b en el soporte de sustrato 26 montado en un carrusel giratorio 28 (no se representa el sistema giratorio de aplicación de vacío y la transmisión mecánica). Haciendo girar el carrusel, el haz iónico puede chocar con cualquiera de los sustratos o con ambos. Es posible hacer girar un colector de iones 30 en el sentido apropiado para supervisar la corriente del haz iónico. Midiendo esta corriente, la cual se mantiene generalmente en un valor constante en este ejemplo, es posible determinar el flujo de bombardeo iónico sobre el sustrato. El dispositivo 16 es un monitor de película de cristal de cuarzo.

1 El haz de iones choca con uno de los substratos
24a y al mismo tiempo el cromo se vaporiza sobre el par
de substratos. El segundo substrato 24b acumula aproxima-
damente el mismo depósito de cromo que el substrato 24a; sin
5 embargo, a título de comparación, no se bombardea con iones
el substrato 24b. El obturador móvil 34 (la conexión mecá-
nica no se ha representado) permite el control del substra-
to bombardeado con iones.

10 La Figura 2 ilustra gráficamente los resultados
de la formación de un depósito de cromo sobre vidrio (a una
velocidad de aproximadamente 3 A/segundo) utilizando el apa-
rato descrito más arriba de acuerdo con la invención. El
eje X representa el porcentaje de iones que bombardean el
metal depositado por vapor sobre el substrato. El eje Y re-
15 presenta la reflectancia óptica en el caso de la curva A y
la tensión interna en el caso de la curva B.

Basándose en la curva A puede verse que la reflec-
tancia es modificada de manera provechosa por determinadas
dosis de iones de xenón a 12 Kev. En la curva B puede ver-
20 se que se altera también la tensión interna por medio de una
dosis determinada de iones de xenón a 12 Kev.

Comparando las curvas A y B, puede verse que el
brillo óptico está igualmente relacionado con la formación
de una película bajo compresión con las mismas relaciones
de partículas energéticas al mismo nivel de energía.
25

El espesor de la película de cromo es en este ejem-
plo de 2.000 A. La dosis absoluta de la Figura 2 no es segu-
ra, y la dosis crítica podría ser inferior en una tercera
parte a la dosis de 0,9% indicada. La dosis se refiere a
30 la Figura 2 y el objeto de esta Figura 2 consiste en ilus-

1 trar el cambio de reflectividad optica de la misma dosis a
la cual la tensión interna se transforma en una fuerza de
compresión.

EJEMPLO 2

5 Utilizando los procedimientos del ejemplo 1 se
efectuó el bombardeo con iones de argon en lugar de iones
de xenon. Igualmente, se supervisaron y controlaron las
temperaturas de los substratos bombardeados. El control
de la temperatura (60° C) de los substratos bombardeados se
10 hizo con un radiador térmico constituido por un bloque de co
bre macizo utilizando una aleación eutéctica líquida de ga
lio-indio. Los "substratos calientes" están constituidos
por vidrio que se calentó por medio de la energia combina
da aplicada a los substratos (por ejemplo por radiación,
15 corriente de haz ionico, y condensación del cromo). Se es
tima que la temperatura del "substrato caliente" es supe
rior a 200° C.

La Figura 4 representa los resultados de la dosis
(iones por cada 100 atomos depósitos) en función de la ten
20 sión interna de las películas de cromo a diferentes tempera
turas. Los resultados se representan con curvas progresivas
que han sido dibujadas a partir de puntos de referencia que
no difieren en más de $\pm 25\%$ respecto a la curva. La tensión
interna se determina como se indica más arriba.

25

EJEMPLO 3

Los iones de xenon a 12 Kev del ejemplo 1 han si
do sustituidos por iones de cromo y se repitieron las opera
ciones del ejemplo 1 utilizando el aparato de la Figura 1,
obteniendose resultados similares.

30

1

EJEMPLO 4

Se realizaron de nuevo las operaciones del ejemplo 1 con relación a la formación de un depósito modificado por iones, utilizando el aparato de la Figura 1, salvo que la formación del depósito con vapor y el bombardeo iónico se efectuaron secuencialmente permitiendo la formación de capas de cromo de 200 Å antes de empezar el bombardeo con los iones de gas inerte. El porcentaje de iones utilizados para bombardear las capas de cromo de 200 Å se hizo variar de acuerdo con la Figura 2. Los resultados indican la mejora similar de las tensiones internas y de la reflectancia a dosis críticas.

5
10

EJEMPLO 5

Se realizaron las operaciones del ejemplo 1 salvo que se utilizó una fuente de evaporación diferente 22' en lugar de la fuente 22 y no se empleo el obturador móvil 34. Se llenó el carrusel 28 con varios substratos separados y se hizo girar el carrusel para asegurar alternativamente la formación de un depósito con vapor y el bombardeo iónico de los substratos durante la rotación. Se obtuvo una tensión interna y un brillo adecuados con la formación de un depósito de cromo modificado por los iones de argón a 12 Kev.

15

20

EJEMPLO 6

La Figura 3 ilustra un aparato de revestimiento para formar a gran velocidad un depósito sobre una importante superficie de substratos o partes de substratos fijos o en movimiento (animados de un movimiento de traslación y/o de rotación).

25

Los componentes en cuestión son:

30

1. Una cámara de vacío con bombeo por difusión

1 100 de tamaño industrial con la posibilidad de mantener
la presión en un valor igual o inferior a 10^{-3} torr; la
posibilidad de introducir y extraer de manera continua o
5 semicontinua las piezas que han de ser revestidas por me-
dio de vestíbulos 102 y 104 con bombeo separado y de vál-
vulas de compuerta de vacío (no representada); y un dispo-
sitivo (no representado) para la traslación y/o la rota-
ción de las piezas 120 a través de la cámara.

10 2. Un evaporador 106 a gran velocidad calenta-
do por un haz electrónico con introducción continua del
evaporante 112 por medio de barras, con una capacidad de
evaporación del orden de $0,1-10 \text{ cm}^3$ de metal por cada minu-
to y por cada fuente.

15 3. Una fuente de haz de iones 108 del tipo
"ion-milling" (superficie importante, alta densidad de co-
rriente, haz neutralizado) que proporciona $0,5 \text{ mA/cm}^2$ de
argon ionizado 110 sobre un diametro de 30 centímetros.
El aparato puede utilizar fuentes multiples de vapor y de
iones para cubrir mayores superficies si se desea. Los pa-
20 rametros de funcionamiento se ajustan para obtener una ele-
vada velocidad de formación de los depósitos con una dosis
suficiente de iones acelerados para producir películas bri-
llantes sometidas a fuerzas de compresión, como en el ejem-
plo 1, y como se describe más arriba. Debido a la naturale-
25 za de transición brusca del fenómeno (véase Figura 2) no es
necesario que la dosis de iones sea siempre uniforme, sino
que solamente es preciso que rebase (de manera conveniente
en un factor no superior a 15) la dosis mínima necesaria,
según se determina por cada aplicación particular examinan-
30 do la calidad de la película.

1 En resumen, la presente patente de invención
que se solicita deberá recaer en las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento de metalización a partir de
fuentes de vapor por bombardeo de los depósitos con par-
tículas energéticas que incluye:

(A) mantener un vacío en una cámara;

(B) situar un sustrato en la cámara;

10 (C) formar un vapor depositable constituido por
un metal de transición en el vacío a partir de una fuente
de vapor, depositándose normalmente el vapor bajo tensión;

(D) permitir que el vapor entre en contacto con
el sustrato para formar un depósito en él; y

15 (E) bombardear el depósito con partículas acele-
radas que comprenden partículas atómicas, energéticas pro-
cedentes de otra fuente cuyo número y energía son suficien-
tes como para que la tensión interna del depósito sea
aproximadamente cero a su compresión.

20 2. Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque el vapor es vapor de cromo o de una
cualquiera de sus aleaciones brillantes;

3. Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque el bombardeo continúa mientras se
forma el depósito;

25 4. Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque el bombardeo y el contacto con el va-
por son secuenciales.

30 5. Procedimiento según las reivindicaciones 3
o 4, caracterizado porque el sustrato está constituido
por plástico y el vapor es vapor de cromo o de una cual-

1 quiera de sus aleaciones.

6. Procedimiento según la reivindicación 3 ó 4, caracterizado porque las partículas energéticas están constituidas por iones de gas inerte.

5 7. Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque los iones tienen una energía incluida entre 0,1 y 30 Kev aproximadamente.

8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la relación entre iones y atomos de vapor está incluida en la gama de 0,1:100-30:100 aproximadamente.

9. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las partículas energéticas están constituidas por iones de metal de transición.

15 10. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el depósito está sometido a una compresión después del bombardeo.

11. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el substrato está constituido por plastico.

12. Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque el metal es cromo o una cualquiera de sus aleaciones.

13. Procedimiento según la reivindicación 1, 11 ó 12, caracterizado porque las partículas energéticas están constituidas por iones.

14. Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque los iones están constituidos por iones de cromo.

30 *pe* 15. Se reivindica por último como objeto sobre

1 el que ha de recaer la Patente de Invención que se solli-
cita: PROCEDIMIENTO DE METALIZACION A PARTIR DE FUENTES
DE VAPOR POR BOMBARDEO DE LOS DEPOSITOS CON PARTICULAS
ENERGETICAS.

5 Todo conforme queda descrito y reivindicado
en la presente memoria descriptiva que consta de
veintidos páginas mecanografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid 2 noviembre 1979

BERNARDO UNGRIA

P.p.

10



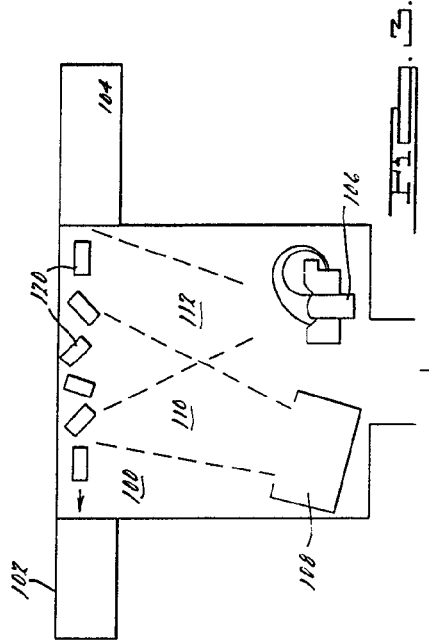
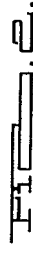
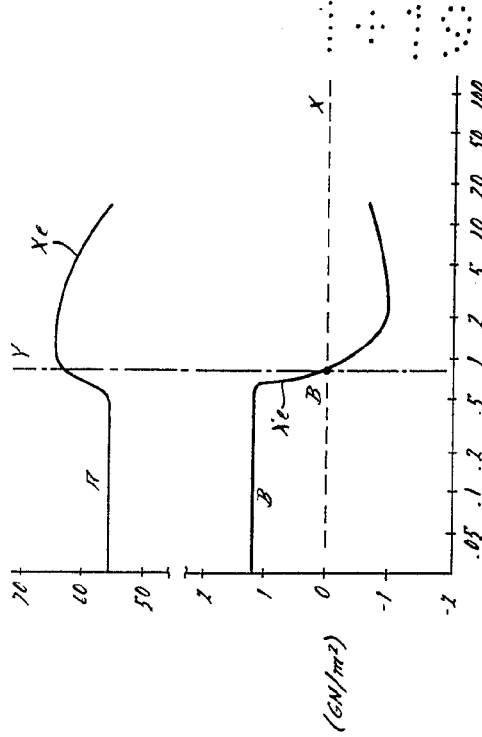
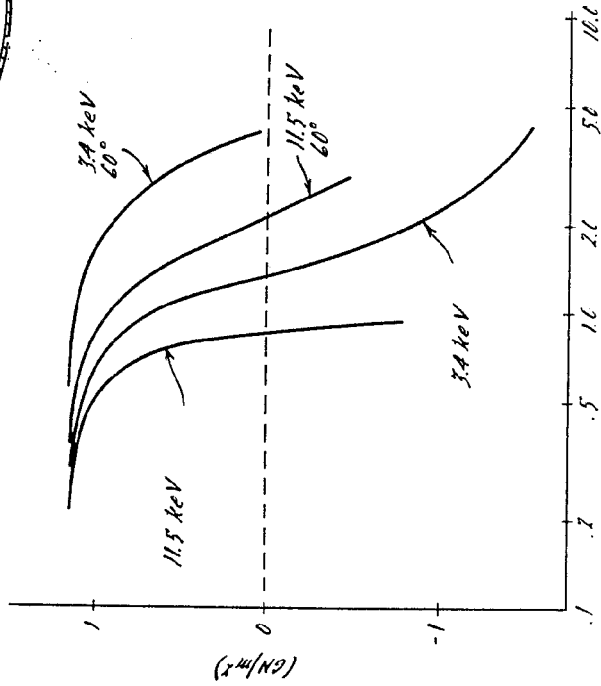
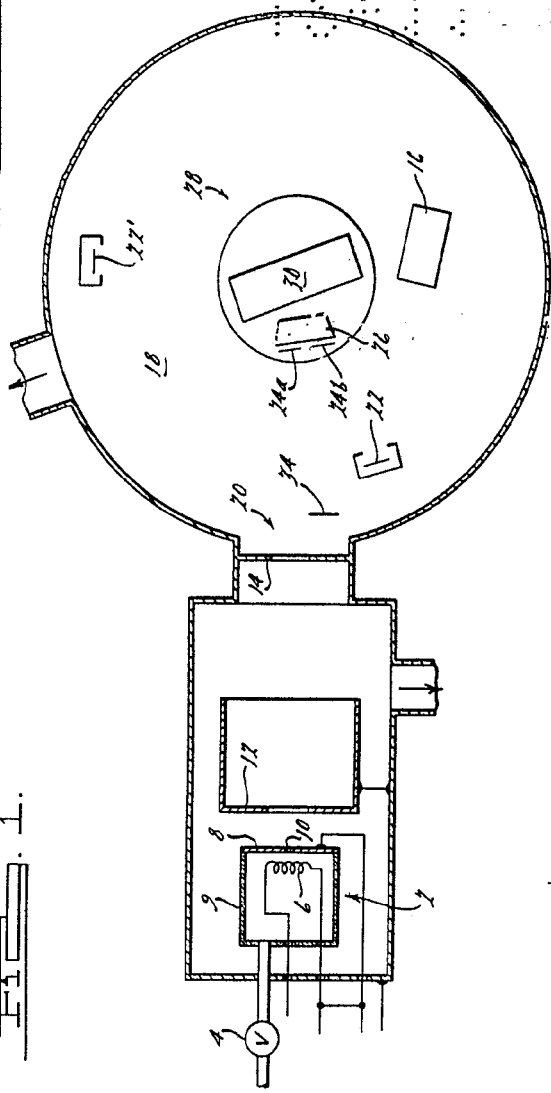
15

20

25

30





ESCALA VARIABLE
 Madrid, 2 de Noviembre de 1979
 BERNARDO OJERIL
 J.A.P.



FORD MOTOR COMPANY

FIG. 1.

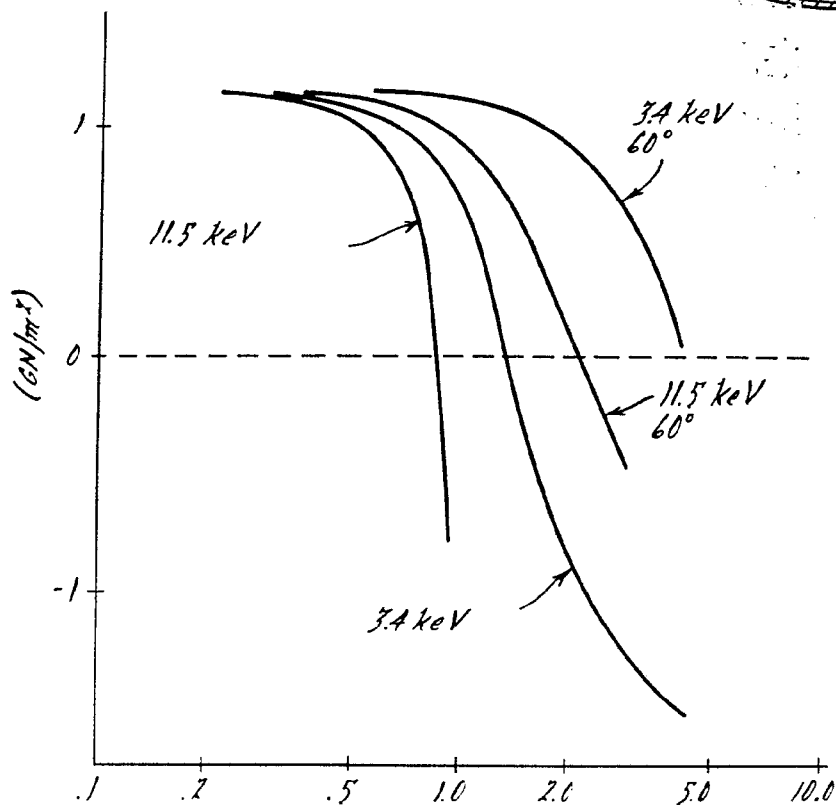
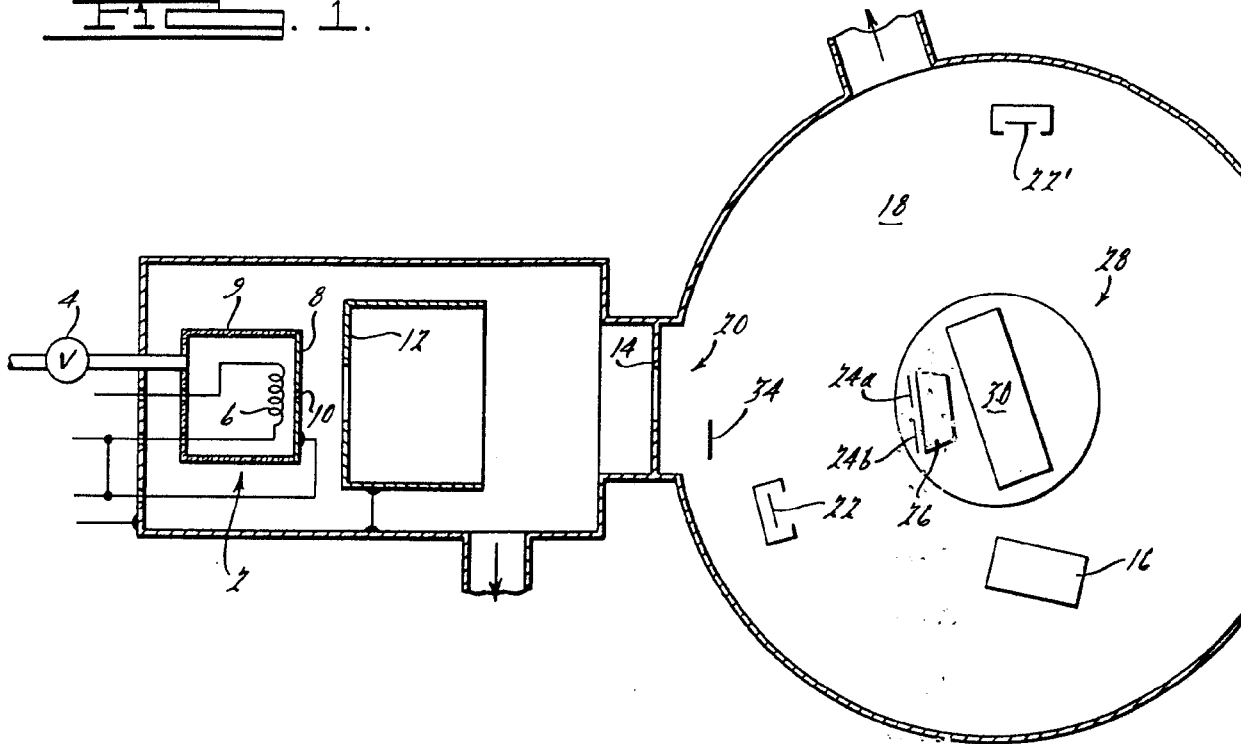


FIG. 4.

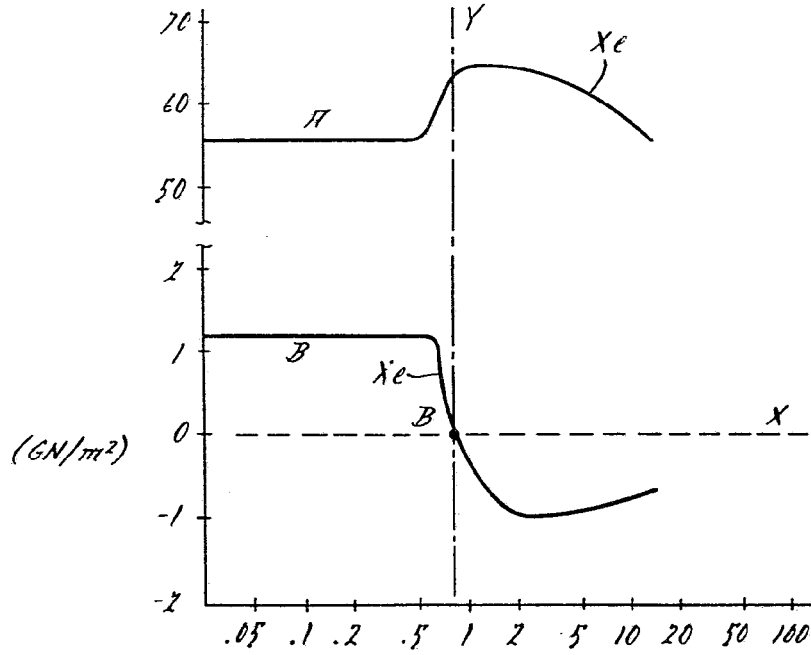
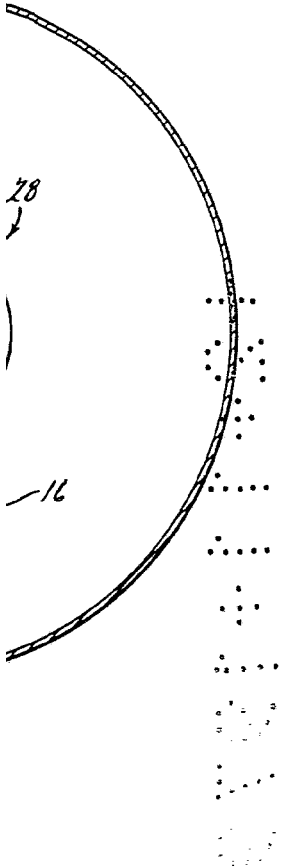


FIG. 2.

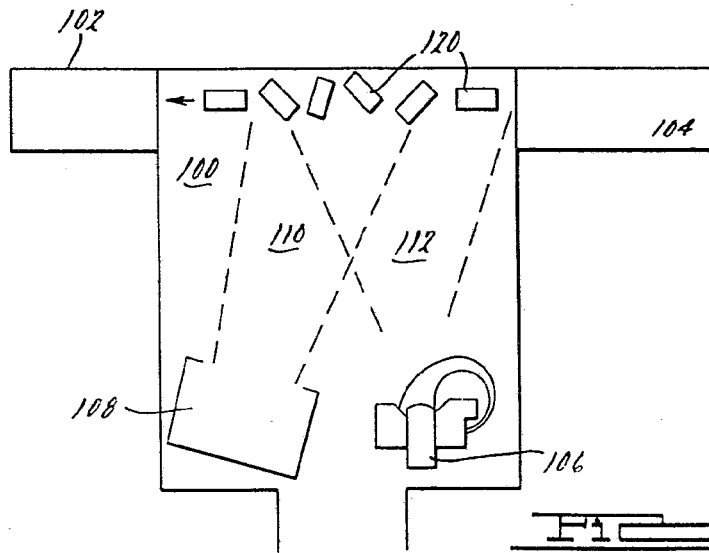


FIG. 3.

ESCALA VARIABLE
 Madrid, 2 de Noviembre de 1979
 BERNARDO UNGRIA
 P.P.