



144201



C/L.

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

para una patente de invención, por veinte años, por: " Procedimiento para metalizar objetos metálicos mediante pulverización catódica o vaporización térmica al vacío " a favor de D. Bernhard BERGHAUS, residente en Berlin - Lankwitz (Alemania) 31, Charlottens-trasse.-

====

Para recubrir con metales objetos metálicos mediante vaporización térmica o pulverización catódica del material que se ha de recubrir se usa métodos ya conocidos. La adherencia de las capas producidas sobre los objetos metálicos no resiste, sin embargo, a los esfuerzos mecánicos o térmicos, pues la base de la capa no posee con el material fundamental una unión suficiente. El material pulverizado o evaporado, que es de construcción finísima cristalina, presenta en la cara de contacto de la base una línea de separación muy definida. El material aplicado, como ocurre en las capas galvánicas, sólo se agarra por adhesión y cuando el espesor de la capa que ya de por sí posee cierta resistencia mecánica,



144201



940 - 2. -

es de cierto grado, permite desprenderse de la base. Esta adherencia insuficiente, se evita gracias al siguiente invento.

Este invento se distingue por el hecho de que al objeto que se ha de recubrir, antes, durante o después de la aplicación de la capa metálica, se aplica tal temperatura que con ella la base de la capa metálica aplicada puede unirse con el material fundamental mediante difusión o formando una aleación. La aplicación del metal mediante vaporización térmica o pulverización catódica se efectúa también al vacío. La presión del gas que queda en los aparatos puede ser entonces de 10^{-6} hasta 3 milímetros.

La temperatura del objeto se escoge tan elevada que el material que se ha de aplicar pueda en la zona exterior del objeto unirse bien por difusión o por formar una aleación. Según que al metal o a la aleación de que se compone el objeto o según el metal requerido para la capa, se habrán de ajustar diversas temperaturas, pudiendo ya bastar temperaturas desde 300° C. La temperatura que se ha de comunicar al objeto puede comunicarse de diversos modos. Se pueden, por ejemplo, emplear los conocidos métodos de caldeo: por resistencia, por alta frecuencia y por radiación. Se ha demostrado ser especialmente ventajosa y fácil de aplicar la calefacción del objeto mediante descarga gaseosa. En este caso dicho objeto se expone como catodo de un trayecto de descarga gaseosa, pudiendo los iones que lo alcanzan, según la intensidad de la descarga, que regulando la corriente o la tensión puede hacerse de modo sencillísimo, comunicar al mismo la temperatura requerida. En la pulverización catódica el caldeo del objeto puede también efectuarse por la emisión electrónica del catodo que se ha de pulverizar.

La disposición del objeto que se ha de recubrir es entonces tal que se le expone a la corriente electrónica, pudiendo conectarse al hilo neutro o como catodo de la descarga gaseosa. Según que se la intensidad de esta descarga en el catodo que se ha de pulverizar, varía la corriente electrónica que ha de caldear al obje



144201



- 3. -

2 1940

to, de suerte que regulando la capacidad de dicha descarga, se tiene fácilmente en la mano el medio de comunicar al objeto la temperatura requerida. En la pulverización catódica el metal que se ha de pulverizar se encuentra en forma sólida o en estado de fusión.

5 Según las temperaturas que se hayan de mantener en el objeto, se escogerá la forma y el estado del grupo del catodo que se ha de pulverizar. Este catodo puede también por enfriamiento ponerse a tal temperatura que sólo la intensidad de la emisión electrónica sea una medida para la temperatura que se ha de ajustar y mantener.

10 Las capas obtenidas de este modo durante la fase gaseosa del metal que se ha de precipitar en el vacío, presentan, a la correspondiente temperatura del material fundamental, una zona de difusión o de aleación. Entonces, es fácil lograr que forme una aleación cuando los dos metales, el fundamental y el de la capa, presentan en conjunto una temperatura de fusión más baja que uno de los metales.

15 Según el espesor de la zona de difusión o de aleación las temperaturas requeridas se mantienen durante más largo o más breve tiempo. Para obtener en esta zona una capa del material de recubrimiento, la temperatura se escoge inmediatamente más profunda, de manera que sea imposible se forme más aleación o que se reduzca fuertemente la

20 velocidad de la difusión. Por el procedimiento descrito se han obtenido, por ejemplo, capas cuyo espesor puede llegar desde 1/100 hasta algunos milímetros. Entonces la zona de aleación o de difusión puede ser más gruesa o más débil que la capa de metal puro aplicada, y también, cuando sea necesario, puede producirse solo una zona de

25 difusión o de aleación.

En las adjuntas fotografías de placas pulimentadas puede verse un chapeado de plata sobre cobre con una zona de aleación y también un chapeado de plata sobre una aleación de metal ligero con una zona de difusión y finalmente otra fotografía con una zona de

30 aleación.

(Fotos.)

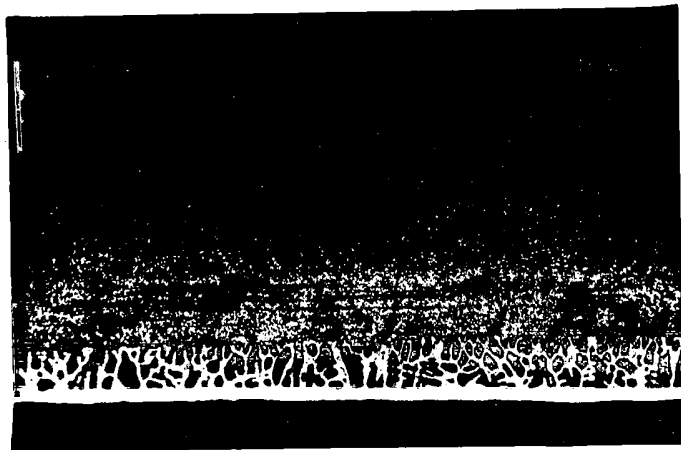


144201

26

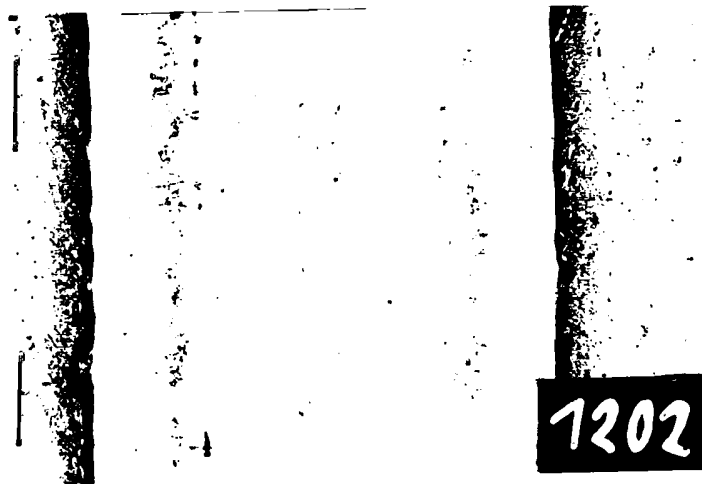


1
2
3



- 1). Capa de plata
- 2). Aleación
- 3). Material fundamental: cobre

5



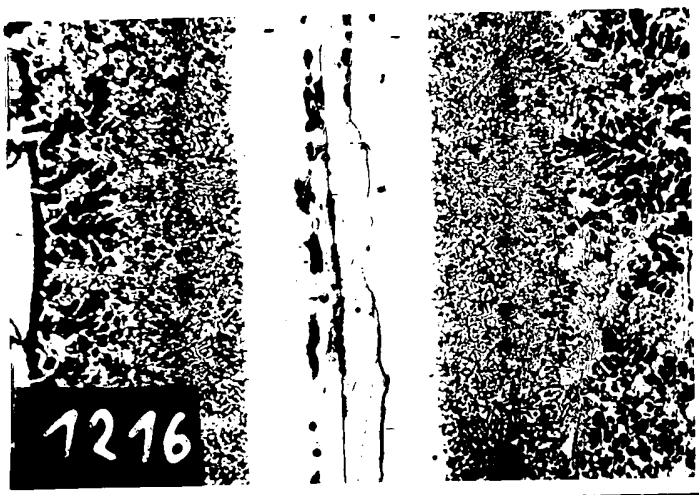
- 1). Capa de plata pura
- 2). Zona de difusión
- 3). Material fundamental: metal ligero. (Aleación de pistones)
- 4). Hoja interpuesta de cobre

10

15

1202

4 1 2 3



- 1). Capa de plata pura
- 2). Zona de aleación
- 3). Material fundamental: metal ligero. (Aleación de pistones)
- 4). Hoja interpuesta de cobre.

20

25

4 1 2 3

30

El procedimiento para metalizar objetos metálicos mediante pulverización catódica o vaporización térmica al vacío o a presión reducida, se distingue porque al objeto que se ha de recubrir. antes. durante o después de la pulverización o vaporización,



144201



- 5. -

40

se comunica tal temperatura que el material pulverizado o evaporado sobre el objeto se torna fluido. El caldeo del objeto se realiza preferentemente por calefacción de corriente de efluvios. Con preferencia se pulverizan o vaporizan los metales, que se

5 alean con el metal fundamental, con lo que se garantiza una adherencia absoluta. Entonces no siempre se requiere que la temperatura del objeto corresponda a la temperatura de fusión del metal de la capa, sino que más bien basta obtener una aleación cuando

10 al menos la temperatura del punto eutéctico de la aleación se ajusta en el objeto. El punto de fusión del metal de la capa puede también ser más alto que el del metal fundamental, siempre que éste proporcione con el material fundamental una aleación de

15 baja fusión y que precisamente funda por debajo del punto de fusión del material fundamental. Pueden con especial ventaja pulverizarse o evaporarse las aleaciones que por un lado presentan un punto de fusión más bajo que los metales puros y que, por

20 otro lado, poseen propiedades físicas o químicas preferidas como protección superficial. Las aleaciones pueden entonces pulverizarse o vaporizarse directamente como catodo o los diversos componentes pueden pulverizarse o vaporizarse mediante electrodos separados simultáneamente o en cualquier sucesión con relación a la

25 aleación perseguida. En este caso el caldeo del objeto se efectúa mediante corriente de efluvios, pero también puede efectuarse de otro modo, por ejemplo mediante alta frecuencia, mediante resistencia o radiación. El caldeo del objeto en la descarga gaseosa, puede efectuarse aplicando tensión continua o alterna o por superposición de tensión continua y alterna. La frecuencia de la

30 tensión alterna puede ser la que se quiera. Pueden también aplicarse frecuencias como producidas por generadores tubulares, o sea, frecuencias altas. El objeto que se ha de metalizar se conecta para ello preferentemente antes y durante la metalización de forma permanente o periódica como catodo frente al anodo de



144201



25

- 6. -

40

descarga. Por medios reguladores como resistencias, bobinas de
reacción, etc., puede la descarga eléctrica sobre el objeto ajus-
tarse en conformidad con la temperatura requerida. El objeto puede
calentarse constantemente o de vez en cuando, esto es, la energía
5 introducida por la electricidad puede hacerse actuar ininterrumpi-
damente o con pausas. Estas pausas intermedias pueden ser grandes
respecto a los periodos de caldeo de suerte que el grado de efica-
cia de la pulverización o vaporización sea el más elevado posible.
Como un medio sencillísimo del caldeo periódico del objeto se ha
10 comprobado la corriente alterna, suprimiéndose una o varias semion-
das mediante rectificadores o válvulas tubulares. El interrumpir
la corriente continua mediante conexión de relés, permite ajustar
los impulsos de caldeo en cualquier relación respecto a las pau-
sas en el mismo. Se ha demostrado ser ventajoso el escoger la re-
15 lación entre el periodo de caldeo y el de pausas tan grande que
la temperatura del objeto oscile entre la máxima que se ha de ajus-
tar y otra temperatura mucho más profunda. Al alcanzarse la tempe-
ratura máxima se efectúa la aleación del material pulverizado o va-
porizado en el intermedio sobre el objeto más frío, de suerte que
20 durante el proceso de la pulverización o la vaporización se llega
periódicamente a formar la aleación, con lo que se evita que la
capa líquida de aleación se reuna sobre la superficie del objeto.
En la mayoría de los casos basta ya con ajustar brevemente una vez
la temperatura necesaria para la aleación, para conseguir así que
25 el material se fije por aleación, sobre el cual se puede después
a temperatura más baja pulverizar o vaporizar metal puro. Aquí se
puede también realizar constante o periódicamente la descarga de
la corriente de efluvios del objeto para regular la temperatura.
Por la conexión catódica del objeto antes de comenzar la pulveri-
30 zación o vaporización, se garantiza la limpieza radical del obje-
to que se ha de recubrir y proveer de una aleación. Ante todo, se
pulverizan los residuos de óxido adheridos todavía a la superficie



144201



10 - 7. -

o se reducen por los correspondientes gases de relleno. La pulverización catódica o la pulverización térmica, se realiza preferentemente en un gas o mezcla gaseosa reductora, como hidrógeno o en una mezcla de hidrógeno y nitrógeno con lo que se obtienen capas puras y fuertemente adheridas.

Con auxilio del método descrito pueden aplicarse capas metálicas sobre cuerpos metálicos de cualquier clase. Se pueden, por ejemplo, obtener capas fuertemente adheridas y exentas de poros, de metal puro o puede formarse en la zona exterior del objeto una aleación entre dos o varios metales. Sobre la aleación puede adicionalmente pulverizarse o vaporizarse el metal de la misma aleación u otro metal en forma pura. Así, por ejemplo, objetos de hierro, acero, cobre o latón y especialmente de metales ligeros, como aluminio y aleaciones del mismo y magnesio y aleaciones del mismo metal, pueden recubrirse ventajosamente con capas metálicas o de aleaciones metálicas extraordinariamente resistentes a los esfuerzos químicos y mecánicos. Como material para las capas pueden emplearse por ejemplo metales del grupo del hierro, como hierro, cobalto, níquel, manganeso; del grupo del cobre, como cobre, plata, oro; del grupo del cinc, como cadmio y cinc; del grupo del cromo; del grupo del arsénico, como antimonio, bismuto y también aluminio, litio, berilio, magnesio o sus aleaciones.

El invento se refiere también a un dispositivo para llevar a la práctica el procedimiento descrito, dispositivo que se distingue por una cámara de pulverización catódica o de vaporización metálica, en la que puede hacerse el vacío y que se alimenta con una fuente de corriente continua o de corriente alterna y por una disposición para el caldeo del objeto mediante descarga de efluvios empleando medios de conexión para conectar el objeto al trayecto de descarga gaseosa antes y durante la metalización y también por una fuente de corriente continua o alterna con resistencia regulable para ajustar la corriente de caldeo continua para



14420126



8. -

el objeto. El dispositivo se distingue además por una cámara de vaporización metálica o pulverización catódica en la que puede hacerse el vacío, con tubería de entrada regulable para un gas o mezcla gaseosa reductora y también con dispositivos para regular el caldeo del objeto.

En el dibujo adjunto se explica más detenidamente en forma esquemática el invento en un ejemplo de ejecución, presentando la figura una sección por un dispositivo para metalizar objetos metálicos mediante pulverización catódica con disposición para calentar el objeto por corriente de efluvios y con disposición para retemplar, y también con los correspondientes medios de conexión.

En la figura, que presenta una sección por una instalación para recubrir objetos metálicos con metales o aleaciones mediante pulverización catódica o vaporización térmica con fuente 12 de corriente continua o 22 de corriente alterna para suministrar la tensión pulverizadora o la vaporizadora, se designa por 1 la cámara de pulverización catódica o de vaporización con el cátodo 2, que se ha de pulverizar, en forma de crisol o el cual puede contener al material pulverizable y con el objeto 3 que se ha de pulverizar o se ha de metalizar, por ejemplo con un objeto metálico. La cámara de pulverización catódica o de vaporización se compone de un cuerpo inferior 4 y de un cuerpo superior desmontable 5. En la parte inferior 4 va dispuesto aislado el portacátodos 6 y circundado a poca distancia por una pantalla 7. En la parte superior 5 va dispuesto aislado el porta-objetos metálico 8 y circundado a poca distancia por una pantalla 9 que mediante un interruptor 10, una resistencia protectora 11 y otro interruptor 27 puede comunicarse en la sucesión requerida con el polo positivo de una fuente 12 de tensión continua o también de una fuente de corriente alterna rectificada. El polo negativo de la fuente de corriente continua se puede por un lado unir mediante los interruptores 28 y 13



44201

con el portacatodo 6 y por otro lado mediante los interruptores 29 y 14 y una resistencia reguladora 15 con el porta-objetos 8 en la sucesión requerida. Mediante la resistencia reguladora 15 puede ajustarse la corriente de caldeo por efluvios y el objeto se puede ajustar según el invento a la temperatura requerida que realice la fusión y dado el caso la unión por aleación del objeto pulverizado o vaporizado. El apantallado 9 del porta-objetos puede además mediante el conductor 16 y el interruptor 17 unirse con una de las paredes de la cámara o mediante el conductor 18 y el interruptor 19 puede en caso necesario unirse con el apantallado 7 y del porta-catodos. El interruptor 30 se coloca abierto al emplear corriente continua. Cuando se emplea corriente alterna, por ejemplo de un transformador, como fuente de tensión pulverizadora o evaporadora, se abren los interruptores 27, 28 y 29 y se cierran los interruptores 14 y 30. El apantallado 9 se une en este caso por el interruptor 10 y la válvula de detención 20 para la onda negativa mediante un conmutador 21 con uno de los polos de un transformador de corriente alterna 22 de alta tensión. El transformador con su otro polo y por un conmutador 23 y una resistencia reguladora 15 y una válvula detentora 25 conectada en paralelo con éste para la onda negativa, se puede unir con el porta-objetos 8 y por tanto con el objeto 3 ó, por otro lado, con un conductor 26, que lleve al apantallado 9 del porta-objetos mediante la válvula detentora 20 de la onda negativa. Mediante el conmutador 21 se puede además uno de los polos del transformador unir con el porta-catodos 6 y por tanto con el catodo 2 de forma de crisol que contiene al material que se ha de pulverizar o que se ha de evaporar. Los diversos interruptores pueden accionarse en cualquier sucesión requerida. Por 31 se indica una tubería que conduce a una bomba de vacío y por 32 otra tubería de entrada para un gas reductor, por ejemplo hidrógeno o para una mezcla gaseosa reductora, por ejemplo una mezcla de nitrógeno e hidrógeno, cuya admisión se regula me-



1422J1

10. -



40

diante la válvula 33.

Se procede por ejemplo como sigue:

Una placa de cobre de las dimensiones 120 x 120 x 0,75 mm se introdujo en el porta-objetos 8 y luego se introdujo un gas reductor por ejemplo hidrógeno por la tubería 32 y la válvula 33, en tal cantidad que se mantuvo constantemente una presión de 0,7 mm Hg. Primeramente se conectó como catodo el objeto con 1.300 voltios de tensión de descarga y se limpió durante 10 minutos. Luego la placa se cargó con 2,5 vatios/cm² de potencia de descarga con lo que se ajustó una temperatura de unos 850 a 900° C y luego se pulverizó o evaporó plata a una carga de pulverización de 33 vatios/cm². La plata llegada a la placa se aleó con el cobre en una capa metálica de extraordinaria adhesión. La presión durante el proceso fué de unos 0,7 mm Hg; la tensión de pulverización de 4.300 voltios; la tensión de caldeo de 1.700 voltios y el gas de carga o de pulverización fué hidrógeno. Después de terminar la pulverización por fusión el objeto en caso necesario puede someterse en la cámara todavía a un retemple o también a una pulverización simultánea de metal puro o de vaporización de metal puro. Terminado el tratamiento el objeto se enfría al vacío y luego se saca de la cámara.

El caldeo del objeto con el fin de fundir el material aplicado puede realizarse también en un horno especial después de la pulverización o la vaporización.

N O T A
= = = = =

La presente patente de invención comprende las siguientes reivindicaciones:

1.- Un procedimiento para metalizar objetos metálicos mediante pulverización catódica o vaporización térmica al vacío, caracterizado porque al objeto que se ha de recubrir se comunica antes, durante o después de aplicar la capa metálica, tal temperatu-

141201²⁶

11. -

ra que la base de la capa metálica aplicada se una con el material fundamental mediante difusión o formando una aleación.

5 2.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la aplicación del metal se realiza por vaporización térmica al vacío.

3.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la aplicación del metal se realiza por pulverización catódica al vacío.

10 4.- Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 3, caracterizado porque la presión del gas de carga en el aparato es de 10^{-6} hasta 3 mm.

5.- Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 1 a 4, caracterizado porque el objeto se caldea por una descarga gaseosa.

15 6.- Un procedimiento para metalizar objetos metálicos mediante pulverización catódica o vaporización térmica al vacío, según lo reivindicado en los puntos 1 a 5, caracterizado porque al objeto que se ha de recubrir se comunica antes, durante o después de la pulverización, tal temperatura que el metal pulverizado sobre el objeto se torna fluido.

7.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 6, caracterizado porque el caldeo del objeto se realiza mediante corriente de efluvios.

25 8.- Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 6 y 7, caracterizado porque se pulverizan o evaporan al vacío metales que se alean con el metal fundamental.

30 9.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 1, caracterizado porque la temperatura del objeto se elige por lo menos tan alta que corresponda a la temperatura del punto eutéctico del metal pulverizado y del material fundamental.

10.- Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 6 a 8, caracterizado porque se pulverizan aleaciones o se vaporizan



144201



12. -

26

zan al vacío.

5 11.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 7, caracterizado porque el objeto que se ha de metalizar se conecta constante o periódicamente como cátodo antes o durante la metalización.

10 12.- Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 6 y 7, caracterizado porque la pulverización catódica o vaporización térmica se realiza a depresión en un gas reductor o mezcla gaseosa reductora, como hidrógeno o una mezcla de nitrógeno e hidrógeno.

13.- Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 6 a 12, caracterizado porque la fusión del material pulverizado o vaporizado sobre el objeto se realiza periódicamente.

15 14.- Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 6 a 10, caracterizado porque después de la fusión se realiza una pulverización o vaporización de metal puro a temperatura más baja.

20 15.- Un procedimiento según lo reivindicado en los puntos 6 a 14, caracterizado porque el objeto metalizado se somete a un retemple en la cámara de pulverización catódica o de evaporización.

16.- Un procedimiento según lo reivindicado en el punto 6, caracterizado porque el caldeo del objeto después de la pulverización o vaporización se efectúa en un horno especial.

25 17.- Procedimiento para metalizar objetos metálicos mediante pulverización catódica o vaporización térmica al vacío.- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva y se ilustra con los dibujos que a la misma se acompañan.

Consta esta memoria de doce páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 18 de Noviembre de 1938.-

GUILLERMO ROBB
R.P.

