



338442

ANULADO
MEMORIA DESCRIPTIVA

se representa para unir a la solicitud
INDICACIONES
PATENTE DE INVENCIÓN

formulada el 25 de Marzo de 1.967, con el n.º. 338.442

• •

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de H.V. PHILIPS'GLOEILAMPENFABRIEKNE, entidad holande-
sa, establecida en Kemasingel 29, Eindhoven, Holanda, por:

**"UN METODO DE UNIR HERMETICAMENTE UN CUERPO CERAMICO REFRACTARIO
A UNA SUPERFICIE DE METAL REFRACTARIO"**

El invento se refiere a uniones herméticas de mate-
rial cerámico refractario a metal refractario, y a métodos de pre-
pararlas, y en particular a alternativas y mejoras en el método
de preparar dichas uniones herméticas, tal como se describe en
5 la solicitud de patente de EE.UU. No. 364.739 presentada el 4 de
Mayo de 1.964.

Uno de los métodos descritos y reivindicados en la
solicitud de EE.UU. No. 364.739 implica en primer lugar, la for-
mación sobre el cuerpo cerámico, de una capa esponjosa fuertemen-
10 te adherente de molibdeno, wolframio, o una combinación de ambos



metales para formar una fuerte unión mecánica con el material cerámico. Después de la formación de esta capa esponjosa, se aplica al material cerámico metalizado un agente humectante en la forma de una aleación de molibdeno y rutenio, o una aleación de molibdeno y rodio. Esta aleación de molibdeno y rutenio, o de molibdeno y rodio, que se forma preferiblemente reduciendo una mezcla de óxidos de estos metales para formar una aleación de los mismos, no solamente moja a la capa esponjosa de molibdeno o wolframio o una combinación de estos últimos metales, sino que también penetra en los poros de la misma y los llena.

El cuerpo cerámico, provisto de una capa esponjosa de molibdeno, o wolframio, o una combinación de los mismos, y que tiene aplicada sobre ella una capa de un metal humectante que es una aleación de rutenio y molibdeno, o de rodio y molibdeno, puede ser soldado ahora a un metal refractario utilizando una aleación de rutenio-molibdeno o una aleación de rodio-molibdeno, o aleaciones de soldadura fuerte menos refractarias.

Se ha encontrado ahora que este método puede ser extendido y mejorado. Así, se ha encontrado que la capa de molibdeno que se forma en primer lugar sobre el producto cerámico no necesita ser esponjosa, con la condición solamente de que sea fuertemente adherente. Consiguientemente, cualquier método de aplicar la capa inicial tal como deposición electrónica, evaporación en vacío, o deposición en fase vapor, es satisfactorio, siempre que la capa metalizadora sea fuertemente adherente.

Una mejora está basada en el descubrimiento de que no es necesario fundir el agente humectante con el fin de hacer mojable a la capa de molibdeno.

En segundo lugar, el metal de soldadura fuerte puede ser colocado directamente sobre la capa de óxidos mixtos no cal-



cinados de rutenio y molibdeno, o de rodio y molibdeno, que cubre la capa metalizadora subyacente sobre el material cerámico y puede ser calcinada juntamente con el miembro metálico, y en contacto con él, para lograr simultáneamente el mojado y la soldadura.

5

En tercer lugar, se ha encontrado con una soldadura de alto punto de fusión que se puede formar la capa de molibdeno, la capa que constituye el agente humectante, y soldar el material cerámico a un cuerpo metálico en una única operación, combinando de esta manera en una operación las tres operaciones de calentamiento que se describen y reivindican en la solicitud precedente de la firma solicitante.

10

Como ejemplo de una extensión del método descrito en la solicitud de EE.UU. No. 364.739 de la firma solicitante, una capa sustancialmente no porosa de 4 micras de espesor, de molibdeno fuertemente adherente, fue depositada electrónicamente sobre el extremo de un cilindro de alúmina de alta densidad y de gran pureza. El extremo metalizado del cilindro fué soldado entonces, con la aleación eutéctica de rutenio-molibdeno, a un disco de molibdeno de 0,05 mm de espesor, tal como se describe en la solicitud de EE.UU. No. 364.739,, para formar una unión hermética al vacío. Esta unión permanecía estanca al vacío después de un recalentado térmico hasta el punto de fusión del paladio.

15

20

Como ejemplo de la primera mejora de este método, se formó una capa fuertemente adherente de molibdeno sobre un tubo de alúmina, tal como se describe en la solicitud de EE.UU. No. 364.739. Un recubrimiento de RuO_2-MoO_3 , correspondiente a la mezcla eutéctica en el sistema Ru-Mo, fué aplicado sobre ésta y fué calcinado en una atmósfera reductora a aproximadamente 1000°C durante un corto tiempo. Es significativo hacer observar que esta

25

30



temperatura está más de 900°C por debajo del punto de fusión mínimo, 1945°C, del sistema Ru-Mo. Consiguientemente, esta capa no funde. Sin embargo, esta pieza fué unida después a un disco de molibdeno de 0,05 mm, utilizando un alambre de aleación eutéctica de paladio-cobalto (p. de f. 1235°C), como material de soldadura. Se encontró que la junta era estanca al vacío, utilizando un detector de fugas de helio.

Como ejemplo de la segunda mejora de este método, se formó una capa fuertemente adherente de molibdeno sobre un tubo de alúmina tal como se describe en la solicitud de EE.UU. No. - 364.739. Se aplicó un recubrimiento de $\text{RuO}_2\text{-MoO}_3$, correspondiente a la mezcla eutéctica en el sistema Ru-Mo, sobre esta capa de molibdeno, y el tubo así recubierto fué soldado, con una aleación de cobalto (35%) y paladio (65%), a un disco de molibdeno de 0,05 mm en una única operación adicional de calcinación en una atmósfera reductora.

Finalmente, investigaciones adicionales de la firma solicitante han mostrado que es posible una nueva mejora y simplificación de los procedimientos descritos en la solicitud de - EE.UU. No 364.739. Así, cuando se forma una unión hermética de material cerámico a metal en la que se emplean aleaciones de Ru-Mo o Rh-Mo, tanto en calidad de agentes humectantes como de soldadura, es posible reunir en una las tres operaciones de calentamiento descritas en la precedente solicitud. En este caso, un cilindro de alúmina fué recubierto con MoO_3 en un aglutinante de acetato de amilo y nitro-celulosa, y fué secado al aire. Una arandela de soldadura, aproximadamente con la composición eutéctica de Ru-Mo, fué centrada sobre un disco de molibdeno montado en un aislador de apoyo cerámico en un horno de inducción de radio-frecuencia, y el cilindro de alúmina recubierto pero no cal-



5 cinado fué colocado sobre la arandela, estando el recubrimiento y la arandela en buen contacto, y estando comprimido todo el conjunto mediante un peso apropiado. Se realizó la soldadura en una atmósfera húmeda de hidrógeno. La soldadura resultante era estanca a las fugas, cuando fué ensayada en un detector de fugas de helio.

El último procedimiento, especialmente de como resultado un considerable ahorro de tiempo.

10 Desde luego, se sobreentenderá que, en lugar de molibdeno, se puede utilizar wolframio o una combinación del mismo con molibdeno, como la primera capa metálica, en todos los casos aquí descritos.

15 Aunque se ha descrito el invento en relación con ejemplos específicos y aplicaciones del mismo, otras modificaciones resultarán evidentes a los técnicos en esta materia, sin apartarse del espíritu y alcance del invento, tal como se define en las reivindicaciones siguientes.

20 La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América el 28 de Marzo de 1966, bajo el n.º. 537.649, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

25 Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTI años, son los siguientes:



1.- Un método de unir herméticamente un cuerpo cerámico refractario a una superficie de metal refractario, que comprende las operaciones de: depositar sobre una porción de la superficie del cuerpo cerámico una capa sustancialmente no porosa fuertemente adherente de un primer metal refractario seleccionado del grupo que consiste en molibdeno, wolframio y mezcla de los mismos, aplicar sobre la superficie de la capa de metal refractario un segundo metal refractario seleccionado del grupo que consiste en rutenio, aleaciones de rutenio y molibdeno, y aleaciones de rodio y molibdeno, y capas de niójar al primer metal refractario, y unir la superficie de metal refractario a la porción de superficie, así cubierta, del cuerpo cerámico con un metal de soldadura fuerte.

2.- Un método según la reivindicación 1, en que el primer metal refractario es depositado sobre la superficie del cuerpo cerámico por deposición electrónica.

3.- Un método según la reivindicación 1, en que el primer metal refractario es depositado sobre la superficie del cuerpo cerámico por evaporación en vacío.

4.- Un método según la reivindicación 1, en que el primer metal refractario es depositado sobre la superficie del cuerpo cerámico por deposición de vapor.

5.- Un método de unir herméticamente un cuerpo cerámico refractario a una superficie de metal refractario, que comprende las operaciones de formar, sobre una porción de la superficie del cuerpo cerámico, una capa fuertemente adherente de un primer metal refractario seleccionado del grupo que consiste en molibdeno, wolframio y mezcla de los mismos, aplicar una capa de una aleación metálica seleccionada del grupo, que consiste en una aleación de rutenio y molibdeno y una aleación de

MA 5



radio y molibdeno, sobre la porción de superficie de material cerámico cubierta con metal, calentar el material cerámico recubierto con metal, con la capa de aleación metálica encima en una atmósfera reductora hasta una temperatura sustancialmente por debajo del punto de fusión de dicha aleación, pero a una temperatura suficiente para calcinar la aleación en la capa de zolibdeno subyacente, y soldar la superficie del cuerpo cerámico cubierta con metal, recubierto de esta manera, a la superficie de metal refractario.

5

10

6.- Un método según la reivindicación 5, en que el agente humectante de metal refractario se forma "in situ", reduciendo los correspondientes óxidos metálicos.

15

7.- Un método según la reivindicación 6, en que la aplicación del agente humectante de metal refractario y la formación de la soldadura están reunidas en una operación de calentamiento.

20

8.- Un método de unir herméticamente un cuerpo cerámico refractario a una superficie de metal refractario, que comprende las operaciones de aplicar, a una porción de la superficie del cuerpo cerámico, una capa de MoO_3 , aplicar sobre la capa de MoO_3 un metal de soldadura fuerte que consiste en una aleación seleccionada del grupo que consiste en una aleación de rutenio y molibdeno, y una aleación de radio y molibdeno, colocar sobre dicha capa de aleación el metal refractario, y calentar el conjunto así recubierto en una atmósfera reductora para unir el cuerpo cerámico a la superficie de metal refractario, en una única operación de calentamiento.

25

30

9.- Un método según la reivindicación 8, en que el metal de soldadura fuerte es obtenido por reducción "in situ" de los óxidos metálicos.



10.- Un método de unir herméticamente un cuerpo co-
sómico refractario a una superficie de metal refractario.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede,
y para los fines que se han especificado.

5

Esta Memoria consta de ocho hojas escritas a máquina
por una sola cara.

Madrid,

P.A.

15 ABR 1967

Alberto de Elzaburu
Por el Dip.