

<b>SECCION TECNICA</b>	
CLASIFICACION I/P.C.	
CLASE	<u>C23/Hol</u>
SUBCLASE	<u>C J</u>

369064

P.- 42.220

PHN 3627

Spain

CH/AM

16 AGO. 1969

### Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de N.V. PHILLIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN

entidad / ~~de nacionalidad~~ holandesa

con domicilio en Emmasingel 29, Eindhoven, Holanda

por: "UN METODO DE DEPOSITAR UNA CAPA DE ORO SOBRE UN  
"SUSSTRATO"

(Clase Internacional G23c, HOLj)



La presente invención se refiere a un método para depositar una capa de oro sobre un substrato consistente en un metal o material aislante. La invención se refiere además a un artículo que comprende una capa de oro depositada de esta manera.

Según un método conocido, se depositan capas delgadas de oro evaporando oro bajo vacío, condensándose el oro sobre un substrato.

Según otro método conocido, el oro es obtenido por pulverización iónica a partir de un cátodo mediante una descarga eléctrica, depositándose el oro sobre un substrato dispuesto en un ánodo. Este método es conocido como "sublimación catódica". La sublimación catódica se efectúa en una atmósfera de gas enrarecido consistente en aire, un gas raro, por ejemplo argón, o una mezcla de gases.

Las capas depositadas por sublimación catódica se adhieren generalmente mejor que las capas depositadas por evaporación. Esto se achaca al hecho de que las primeras moléculas de la sustancia que sublima reaccionan con las moléculas de oxígeno aún presentes en el recipiente, de manera que se forma una delgada capa intermedia de óxido que asegura la buena adherencia.

Dado que el oro no se oxida, se ha hallado que es muy difícil depositar de esta manera una capa de oro realmente adherente. Además, la adherencia no solo depende del material del substrato, sino también de la forma de la superficie a recubrir.

El método según la invención permite depositar, mediante sublimación catódica, capas de oro en



las que se evitan los inconvenientes antes mencionados.

Según la invención, en un método de sublimación catódica de una capa delgada de oro en una atmósfera gaseosa enrarecida inerte o que contiene oxígeno, se usa un cátodo consistente al menos superficialmente en una aleación dispuesta sobre el cátodo por electrolisis, la cual aleación consiste principalmente en oro y, en una pequeña parte, en un metal que sea capaz de formar un compuesto con el oxígeno.

La propiedad del metal aleado con oro de formar un compuesto con el oxígeno es necesaria para formar una capa de núcleos de óxido, como punto de partida para la capa delgada de oro, en el caso de que la naturaleza del substrato no permita la difusión del metal. La cantidad de metal aleado con oro en la aleación ha de ser pequeña, para que sus primeras moléculas se difundan en el substrato o formen una capa de óxido, y pueda crecer sobre dicha capa intermedia una capa sustancialmente pura de oro. La cantidad de oxígeno también ha de ser pequeña, para que no estén presentes moléculas libres de oxígeno. Dado que el oro no es atacado por el nitrógeno ni el hidrógeno, no es necesario eliminar cuidadosamente estos gases. El resultado es que en el método según la invención se puede depositar muy rápidamente una capa de oro. Pasan aproximadamente 10 min entre la introducción y la extracción del artículo que forma el substrato, en y del espacio de descarga, respectivamente. En este periodo de tiempo se puede depositar sobre el substrato una capa de oro de unos pocos miles de angstroms. Si se forma una capa intermedia por difusión del metal

16 AGO



aleado con oro en el substrato, la ignición de la descarga se realiza después de haberse obtenido un vacío de aproximadamente  $10^{-6}$  torr. La muy pequeña cantidad de oxígeno aún presente causa la formación de óxidos que son incorporados en la capa intermedia, entre la superficie del substrato y la capa de oro, sin que la adherencia sea influida adversamente por ello.

El cátodo que sirve para la sublimación catódica consiste preferiblemente en una aleación de 98% en peso de oro y 2% en peso de un metal oxidable, por ejemplo una aleación de oro-cobalto que contiene aproximadamente 93% en peso de oro. Sin embargo, se pueden usar alternativamente otras aleaciones, por ejemplo una aleación de oro-níquel. Se ha hallado que en el método según la invención se forma, como tal, una capa intermedia que tiene un espesor de unas pocas décimas de angstroms.

El cátodo consistente en una aleación de oro-cobalto es manufacturado depositando electrolíticamente dicha aleación sobre un electrodo de acero que ha sido cubierto previamente con una capa adherente, consistente, por ejemplo, en níquel.

El baño puede ser un baño de oro-cobalto disponible comercialmente, conocido como "Selrex".

El substrato dieléctrico puede consistir también en sustancias orgánicas, si no desprenden carbono como resultado del bombardeo electrónico que tiene lugar durante la sublimación catódica.

Para que la invención se pueda llevar fácilmente a efecto, será descrita ahora con más detalle, a



título de ejemplo, con referencia al dibujo adjunto, en el que:

5 La figura 1 es una vista en sección recta de una capa de oro depositada según la invención, sobre un substrato que permite la difusión del metal de la capa intermedia; y

La figura 2 es una vista en sección recta de una capa de oro sobre un substrato en el que no puede tener lugar la difusión del metal de la capa intermedia.

10 Haciendo referencia ahora a la figura 1, el número de referencia 10 indica el substrato, que consiste, por ejemplo, en titanio, tántalo, cromo o molibdeno, en el que se forma una capa 11 adherente intercrystalina, en la superficie, por difusión de cobalto, y sobre la cual capa se ha formado una capa 12 de oro que contiene  
15 cobalto, por sublimación catódica de una aleación de oro-cobalto.

20 La capa 11 puede tener un espesor de unas pocas decenas de angstroms, dependiendo del material del substrato 10.

El espesor de la capa 12 de oro puede variar entre 1000 angstroms y unos pocos miles de angstroms. Si es deseable, se puede hacer crecer la capa 12 según un método conocido, por ejemplo por evaporación bajo vacío.  
25

30 En la figura 2 se ha dispuesto, en el espacio de descarga de un aparato usual para sublimación catódica, un substrato 20 consistente en un material que no permite la difusión del metal aleado con oro, en este caso cobalto, por ejemplo una sustancia vítrea o crist-



lina, por ejemplo un material cerámico, cuarzo, ferrita, vídrio y similares. Primero se obtiene una capa 21 adherente de óxido de cobalto, y luego una capa 22 mixta de los óxidos del metal de la capa 21 mezclados con oro y cobalto puro; aumentando gradualmente el contenido de oro y cobalto en la capa, en la dirección de la flecha F, hasta que la capa consiste exclusivamente en oro que contiene cobalto, de la misma composición que la del cátodo.

10 El espesor de la capa 21 se hace menor que 10 angstroms, el de la capa 22 es de 20 a 30 angstroms, mientras que la capa 23, así como la capa 12 de la figura 1, puede tener un espesor de 1000 angstroms a unos pocos miles de angstroms. El espesor de la capa 23 se puede aumentar mediante métodos conocidos.

Independientemente de la naturaleza del substrato 10 ó 20, el cátodo de sublimación catódica puede tener siempre la misma composición.

Una aleación de oro-cobalto es depositada sobre un núcleo de acero niquelado, a partir de un baño de electrolisis que contiene oro y cobalto, que tiene una concentración de oro aproximadamente igual a 8 g/litro y una concentración de cobalto aproximadamente igual a 60 mg/litro. El núcleo de acero se conecta como cátodo, usándose un ánodo de titanio o platino. La electrolisis se efectúa con una intensidad de corriente de 0,8 amp/dm<sup>2</sup>, aumentando el espesor de la capa de aleación de oro-cobalto sobre el cátodo, por término medio, a razón de 1700 angstroms/min.

30 En el dispositivo de sublimación catódica



el cátodo se dispone preferiblemente encima del ánodo, y el sustrato se dispone sobre la superficie del ánodo. En el sustrato de la figura 1, el aire es sacado del recipiente de descarga, por bombeo, hasta que se obtiene un vacío de aproximadamente  $10^{-6}$  torr. Luego se purga el espacio con argón a una presión de unas pocas decenas de torr., tras lo cual se vuelve a ajustar el vacío a  $10^{-6}$  torr. Sin tratamiento previo ni ningún otro tratamiento, la descarga es accionada con un voltaje de 3 kV y una intensidad de 50 a 100 mA, siendo la distancia del electrodo aproximadamente 5 cm y teniendo el cátodo un área de  $1 \text{ dm}^2$ . La presión de descarga se ajusta a  $10^{-2}$  torr.

Cuando se usa un sustrato como el que se muestra en la figura 2, se efectúa el mismo método, con la diferencia de que el primer vacío se efectúa solo hasta de  $10^{-3}$  a  $10^{-4}$  torr, y que, si es requerido, se añade un poco de oxígeno a la atmósfera de argón. La cantidad requerida de oxígeno ha de ser determinada empíricamente para cada caso individual, y también depende de la medida en que se haya hecho el vacío la primera vez en el recipiente. Aunque solo se han descrito dos ejemplos, se pueden usar otras aleaciones, gases y presiones, sin salir del ámbito de la invención.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia, el 4 de Julio de 1.968, Nº 157.807, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



## REIVINDICACIONES

=====

5                    Los puntos de invención propia y nueva que se  
presentan para que sean objeto de esta solicitud de Pa-  
tente de Invención en España, por VEINTE años, son los  
siguientes:

10                    1.- Un método de depositar una capa de oro  
sobre un sustrato que consiste en metal o en un material  
aislante, por medio de sublimación catódica en una des-  
carga eléctrica, en una atmósfera de gas enrarecida, ca-  
racterizado porque el cátodo de la descarga consiste, al  
15                    menos superficialmente, en una aleación originada sobre  
el cátodo por medio de electrolisis, cuya aleación con-  
siste principalmente en oro y, en una pequeña parte, en  
un metal que es capaz de formar un compuesto con oxígeno.

20                    2.- Un método según la reivindicación 1, en el  
cual el sustrato permite la difusión del metal aleado  
con oro, caracterizado porque en el espacio en el cual  
tiene lugar la descarga eléctrica se hace primeramente  
el vacío, antes de la ignición de la descarga, hasta  
25                    aproximadamente  $10^{-6}$  Torr, después se purga con una co-  
rriente de argón a una presión de unas pocas decenas de  
Torr y, a continuación, se hace de nuevo el vacío hasta  
aproximadamente  $10^{-6}$  Torr.

30                    3.- Un método según la reivindicación 1, en  
el cual el sustrato permite la difusión del metal alea-  
do con oro, caracterizado porque, antes de la ignición



de la descarga, se hace primeramente el vacío en el espacio hasta aproximadamente  $10^{-3}$  a  $10^{-4}$  Torr, después se purga con una corriente de argón y, a continuación, se hace el vacío de nuevo hasta aproximadamente  $10^{-6}$

5 Torr.

4.- Un método según las reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado porque la aleación del cátodo consiste en 98% en peso, de oro, y 2% en peso, de metal oxidable.

10

5.- Un método según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el metal aleado con oro es cobalto.

6.- Un método según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el metal aleado con oro es níquel.

15

7.- Un método según las reivindicaciones 1, 2, 3, 4, 5 ó 6, caracterizado porque el cátodo tiene un núcleo de acero que es recubierto electrolíticamente, primero con una capa de níquel y después con una aleación de oro.

20

8.- Un método de depositar una capa de oro sobre un sustrato.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con los fines que se han especificado.

25

16 A



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

16 AGO. 1969

Madrid,

P.A.

*[Handwritten signature]*  
Antonio de la Cruz  
Por Feder.

DNC  
13.8.69

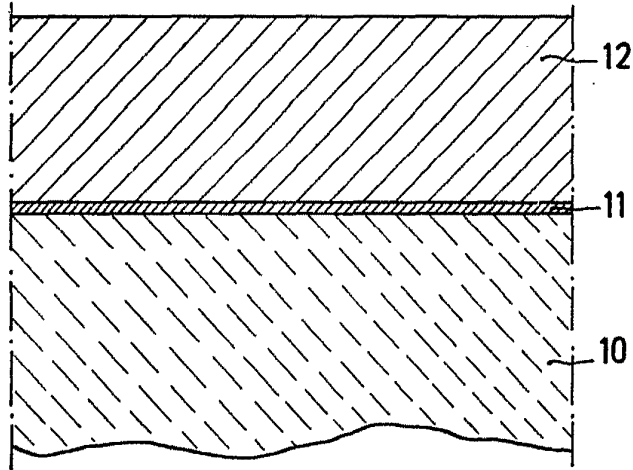


Fig.1

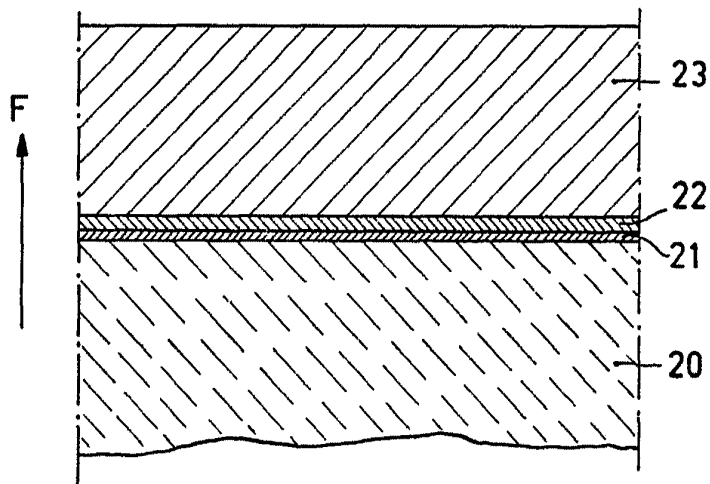


Fig.2