

375146



PATENTE DE INVENCION

Docket A69-6.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE H 05
SUBCLASE K

375146

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para metalizar la superficie de un elemento cerámico.

Solicitante: GLOBE-UNION INC., entidad norteamericana, residente en P.O.Box 591 Milwaukee, Wisconsin 53201, EE.UU. de A.

Este invento se refiere a materias cerámicas metalizadas. En otro aspecto este invento se refiere a un procedimiento perfeccionado para aplicar recubrimientos metálicos sobre un elemento cerámico, cuyos recubrimientos son apropiados para la fabricación de conjuntos de circuitos

5.

**POOR
QUALITY**



electrónicos integrados híbridos y al artículo producido por dicho procedimiento.

- Se conocen varios procedimientos para metalizar elementos cerámicos que utilizan molibdeno o tungsteno como compuesto del recubrimiento. La mayoría de estos procedimientos, concebidos principalmente para utilización en el campo de la fabricación de tubos de vacío o válvulas electrónicas, exigen etapas múltiples de cocción, una operación de galvanoplastia, o varios componentes metálicos adicionales en el compuesto de recubrimiento para conseguir un recubrimiento metálico adaptable a la soldadura con estaño o a la soldadura con metal. Las materias cerámicas metalizadas están encontrando mayores aplicaciones cada día en la industria de la electrónica, especialmente en el campo de los circuitos microeléctricos impresos. En muchas de estas aplicaciones, el recubrimiento metálico debe tener capacidad para la soldadura con estaño o metal. La industria está constantemente investigando métodos simplificados para proporcionar un recubrimiento metálico herméticamente adherente con capacidad para la soldadura con estaño o metal en un intento de reducir al mínimo los costos generales de fabricación.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Recientemente, en el campo de la compactación de componentes electrónicos, se han realizado considerables esfuerzos para desarrollar varios conjuntos de circuitos intergrados híbridos en un intento de cumplir con la mayor demanda de circuitos lógicos altamente complicados en forma compacta para uso en dispositivos o aparatos tanto civiles como militares. Un tipo de conjuntos híbridos utilizado con profusión comprende un substrato de materia cerámica con recubrimientos metálicos configurados, formados por lo menos
- 25.
- 30

375146



5. en una de sus superficies, para proporcionar uno o más circuitos eléctricos separados a los que se unen componentes electrónicos como son los transistores, diodos, resistores, condensadores, condensadores de capacidad fija o capacitores, etc., frecuentemente en forma de pequeñas láminas.
10. Comúnmente se suelen fabricar módulos herméticamente cerrados adhiriendo un elemento de tapa, hecho de materiales tales como la cerámica, porcelana, cristal, diversas aleaciones metálicas (como es la aleación de níquel-cobalto-hierro que se vende con diversas marcas registradas, v.g., Kovar) etc., al substrato portador de los circuitos. El cierre hermético está concebido para excluir el aire u otros gases, humedad, polvo y otras materias perjudiciales, evitando que se pongan en contacto con los componentes electrónicos, asegurando al mismo tiempo que los componentes realicen finalmente la función a que están destinados. El substrato de materia cerámica tiene normalmente una parte periférica metalizada sobre su superficie a la que se adhiere el elemento de tapa.
15. Debido a las diversas etapas de fabricación y a las exigencias de funcionamiento de los conjuntos de circuitos integrados híbridos, y otros conjuntos electrónicos similares, el recubrimiento metálico utilizado para los circuitos separados y/o partes de cierre en un substrato cerámico debe cumplir con ciertos criterios. Los más importantes de estos criterios son: (1) gran fuerza de adherencia con la materia cerámica, (2) buena capacidad de soldadura con una amplia variedad de materiales de soldadura, (3) buena capacidad de soldadura con una amplia variedad de aleaciones para soldadura, (4) elevada conductividad eléctrica, (5)
- 20.
- 25.
- 30.



- capacidad para formar un cierre hermético, (6) compatibilidad con materiales semiconductores para que no ocurra una reacción perjudicial entre el recubrimiento y el semiconductor cuando éste se fusiona con el mismo,
5. (7) capacidad para resistir el severo tratamiento químico subsiguiente y las etapas de manejo físico en el proceso de fabricación del módulo, (8) adherencia a los alambres extremadamente delgados, como son los alambres de oro y aluminio, ampliamente utilizados para conectar
10. los componentes entre sí, (9) capacidad para adherirse a elementos de tapa o cubiertas mediante soldadura termocompresiva o ultrasónica y otras técnicas tradicionales de aglutinamiento, (10) capacidad antimigratoria y, preferiblemente, (11) capacidad de aplicación en una sola etapa de cocción. Se comprenderá fácilmente que un recubrimiento capaz de cumplir con todos estos criterios se podría emplear universalmente en una amplia variedad de aplicaciones en el campo de la electrónica.
- 15.

20. Para los fines más prácticos, el cumplimiento con las condiciones o criterios anteriores exige que la superficie exterior del recubrimiento sea de oro de gran pureza. Se han propuesto varias técnicas para aplicar circuitos impresos recubiertos de oro sobre un sustrato cerámico.

25. Según un procedimiento, una composición de pintura metálica refractaria, que contiene normalmente molibdeno y manganeso principalmente en polvo, se imprime mediante estarcidor, o se aplica de cualquier otro modo apropiado, al menos sobre una superficie de un sustrato cerámico en una disposición que se conforma en líneas
- 30.



- generales al diseño final deseado. Los diseños se interconectan para una ulterior operación de electroplastia. El elemento cerámico se cuece después en una atmósfera reductora húmeda para adherir el polvo metálico sobre el substrato y después se electroplastia oro sobre el recubrimiento metálico. El elemento se cuece después una vez más para sintetizar el recubrimiento de oro al metal refractario y hacerlo fácilmente soldable con estaño y/o soldable con metal. Las partes de interconexión de los diseños se eliminan por medios químicos o mecánicos para aislarlos en circuitos separados.
- 5.
- 10.

- En otro procedimiento, se aplica un compuesto de pintura metálica refractaria a toda la superficie de un elemento cerámico y el elemento se cuece en una atmósfera reductora húmeda para aglutinar el polvo metálico sobre el substrato. Después se enmascara la superficie recubierta de metal del elemento, empleando por ejemplo la técnica tradicional de fotoresistencia, en aquellos lugares donde se desea un aislamiento eléctrico y después se electroplastia oro sobre las superficies sin enmascarar. La máscara y el recubrimiento metálico situado debajo de la misma se quitan después y el elemento se cuece ulteriormente en una atmósfera reductora húmeda para adherir el recubrimiento de oro
- 15.
- 20.

- Según otro procedimiento, se pinta una superficie del elemento cerámico con un compuesto de pintura de oro que contiene materia vítrea con el diseño apropiado y se cuece el elemento en una atmósfera apropiada.
- 25.

- Aun cuando son aceptables para algunas aplicaciones, estos métodos de técnicas anteriores tienen varias desventajas. Además del tiempo y costo que suponen las etapas
- 30.



- múltiples del primer procedimiento mencionado, el recubrimiento de oro proporcionado por el mismo es muy delgado y se degrada considerablemente cuando se somete al medio ambiente severo de las varias etapas de tratamientos químicos y físicos y atmósferas de cocción del proceso de fabricación del módulo. Frecuentemente, el recubrimiento de oro se disuelve completamente o se degrada durante la soldadura necesaria para montar algunos tipos de componentes electrónicos y/o durante el sellaje o cierre hermético. Por lo tanto, el recubrimiento metálico proporcionado por este procedimiento tiene aplicaciones limitadas. Asimismo, el recubrimiento de oro contiene inherentemente algunas impurezas químicas residuales sobre la superficie procedentes del baño de electroplastia que interfieren en la adherencia o en los materiales de soldadura y pueden reaccionar con un material semiconductor adherido a las mismas.
- 5.
- 10.
- 15.

- Además de las mismas desventajas generales del primer procedimiento mencionado, el segundo procedimiento comprende otras etapas adicionales costosas en tiempo y dinero.
- 20.
- 25.
- 30.

375146



Un objeto de este invento es proporcionar un mé-

todo mejorado y simplificado, y el artículo producido por el mismo, que se caracteriza porque se aplica un recubrimiento metálico soldable herméticamente adherente en un ele-

5. elemento cerámico. Otro objeto de este invento es proporcionar un procedimiento para obtener un recubrimiento grueso de oro de alta pureza en forma configurada sobre un elemento cerámico que es adaptable a una amplia variedad de componentes electrónicos, incluyendo dispositivos semiconductores, y tiene buenas características de soldadura con estaño y otros metales. Otro objeto adicional del invento es proporcionar un procedimiento para formar dicho recubrimiento sobre un elemento cerámico con una sola etapa de cocción.
10. Según este invento, se aplica un compuesto metálico que comprende por los menos un 10 por ciento en peso, preferiblemente un 30 por ciento en peso por lo menos, de un óxido de metal refractario elegido del grupo consistente en trióxido de molibdeno, trióxido de tungsteno, o una mezcla de los mismos, y por lo menos un 30 por ciento en peso de un material soldable elegido del grupo consistente en oro, cobre, plata o aleaciones de los mismos, al menos sobre una superficie de un elemento cerámico y ulteriormente se cuece dicho elemento cerámico en una atmósfera reductora húmeda a una temperatura superior al punto de fusión del material soldable para reducir prácticamente el óxido u óxidos refractarios a la forma metálica y producir un recubrimiento metálico fuertemente adherente y grueso sobre el elemento cerámico. Cuando se utiliza una mezcla de trióxido de molibdeno y trióxido de tungsteno como óxido de metal refractario, es preferible que la composición de la mezcla sea de
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



aproximadamente un 60 a un 90 por ciento en peso de trióxido de tungsteno y aproximadamente de un 10 a un 40 por ciento en peso de trióxido de molibdeno, basado en el peso total de los óxidos metálicos refractarios.

5. Según una modalidad de este invento, el óxido u óxidos metálicos refractarios se aplican primero en el elemento cerámico y el material soldable se aplica después sobre este primer recubrimiento. Según otra modalidad, el óxido u óxidos metálicos refractarios y el material soldable se mezclan y aplican como una mezcla.

10.

Según una forma preferente de realización del invento, primero se aplica una suspensión de trióxido de molibdeno o trióxido de tungsteno en polvo, o una mezcla de los mismos. (siendo preferible el trióxido de molibdeno), en la superficie de un elemento cerámico con un diseño deseado.

15.

Después de haberse secado el primer recubrimiento, se aplica una suspensión de oro en polvo sobre el primer recubrimiento y se deja secar. El elemento cerámico doblemente recubierto se cuece después en una atmósfera reductora húmeda, como puede ser una atmósfera de hidrógeno, para reducir prácticamente el trióxido de molibdeno y/o el trióxido de tungsteno a la forma metálica produciendo de este modo un recubrimiento metálico grueso fuertemente adherente con el diseño deseado sobre el elemento cerámico. Se ha averiguado que el recubrimiento de oro proporcionado por este método simplificado de una sola etapa de cocción tiene un poder adherente generalmente igual o superior a la resistencia intrínseca del elemento cerámico y posee excelentes características de soldadura con estaño u otros metales. Por lo tanto, un artículo cerámico metalizado producido según esta

20.

25.

30.



modalidad de preferencia se puede utilizar en una amplia variedad de aplicaciones electrónicas.

5. Aun cuando no es una característica esencial de este invento, se pueden emplear en el compuesto metálico diversos aditivos tradicionales como son los compuestos de níquel, manganeso, cobalto, vanadio, cromo, hierro, berilio, titanio, niobio, y otros.

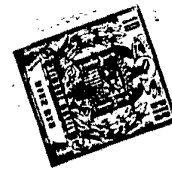
10. El óxido u óxidos metálicos refractarios en polvo y el material soldable se pueden aplicar en el elemento cerámico de cualquier modo que sea conveniente. De preferencia, se aplican como una suspensión compuesta por los materiales en polvo y un vehículo líquido que comprende un disolvente y un aglutinante orgánico apropiado. La suspensión se aplica sobre el elemento cerámico mediante cualquier método normal, por ejemplo pintando con estarcidor, pincel o pulverización.

15. En la modalidad de preferencia, el recubrimiento de óxido u óxidos metálicos refractarios se aplican sobre el elemento cerámico con el diseño deseado, por lo que la impresión con estarcidor el método preferible para formar este recubrimiento.

20.

25. Cuando se utiliza el método de dos recubrimientos de este invento, no es necesario que el segundo recubrimiento de material soldable se aplique con un diseño determinado aún cuando se desee una configuración final en el recubrimiento metálico. El material soldable se aplica preferentemente prácticamente en toda la superficie del elemento cerámico. Durante la etapa de cocción, el material soldable se funde y forma un menisco alrededor del primer recubrimiento configurado, evitando de este modo la necesidad

30. de tener que alinear el segundo recubrimiento o de ulterior



tratamiento para eliminar el exceso de material al objeto de conseguir un aislamiento eléctrico. Este efecto de formación de menisco del material soldable fundido produce un recubrimiento grueso sobre el primer recubrimiento al enfriarse.

5.

El procedimiento de este invento es adaptable a cualquier substrato de material cerámico aislante que no se vea afectado perjudicialmente por una atmósfera reductora húmeda a temperaturas elevadas. En general se pueden emplear cuerpos refractarios densos o vítreos, cocidos, formados por materias del tipo cerámico capaces de verse sometidos a este medio ambiente, por ejemplo alúmina (incluyendo la alúmina de alta pureza), berilia, esteatita, foresterita, cordierita, zafiro de cristal simple sintético y otros. Como este procedimiento utiliza una atmósfera reductora húmeda para la cocción, no se pueden utilizar materiales reductibles como son la mayoría de los titanatos. Si así se desea, se pueden emplear las características esenciales de este procedimiento para metalizar cuerpos cerámicos no vítreos o porosos.

10.

15.

20.

La superficie del cuerpo cerámico que se ha de metalizar debe estar químicamente limpia, v.g., libre de grasa, marcas extrañas, etc. Se puede realizar una limpieza apropiada lavando el elemento cerámico cocido con un detergente, acetona u otros agentes tradicionales de limpieza.

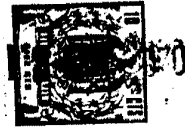
25.

Después de la limpieza, el artículo cerámico limpio se maneja empleando medios concebidos para mantenerlo limpio y libre de grasa. En general se han de evitar los vidriados sobre las superficies en las que se ha de aplicar el recubrimiento. Si se emplea vidriado en otras partes del elemento

30.

cerámico, deberá ser estable y refractario en la atmósfera

375 146



de cocción de este proceso de elaboración, y en los tipos y a las temperaturas de cualquier atmósfera de cocción de posteriores procesos en la fabricación del módulo.

5. El tamaño de partícula del óxido u óxidos metálicos refractarios, material soldable, y aditivos si se emplean, no es un factor crítico en particular. Deberán encontrarse en forma de polvo fino, con un tamaño de partícula en general inferior a unas 20 micras, siendo el promedio preferible del tamaño de partícula del óxido u óxidos metálicos refractarios y de los materiales soldables del orden de 2 a 10 micras.

10. El vehículo empleado para formar la suspensión deberá quedar completamente volatilizado en la atmósfera reductora de la etapa de cocción. Esta volatilización durante la cocción deberá ocurrir de una forma controlada no violenta para que no se formen burbujas o poros en el recubrimiento resultante. Ni el disolvente ni el aglutinante deberán dejar residuo alguno sensible, especialmente residuo carbonáceo, después de la cocción y no deberán reaccionar con componentes metálicos del recubrimiento o del elemento cerámico.

15. Entre los ejemplos representativos de disolventes apropiados se encuentran el benceno, los ésteres de ácidos grasos y los alcoholes de peso molecular bajo, como son los disolventes de acetato de etilo, butilo, y amilo, y disolventes aromáticos y alifáticos tales como el xileno y el hexano; cetonas como son la acetona y butanona, y éteres superiores tales como glicoldietiléter, dietilcarbitol y acetato de butilcarbitol, siendo preferible el acetato de butilcarbitol.
- 20.
- 25.
- 30.

375146



5. Entre los ejemplos representativos de aglutinantes orgánicos apropiados se encuentran el metacrilato de isobutilo (particularmente el que se vende con la marca registrada de "Lucite"), ésteres y éteres de celulosa, como es el nitrato de celulosa, acetato de celulosa, butirato de celulosa, metilcelulosa y etilcelulosa, siendo preferibles el metacrilato de isobutilo y la etilcelulosa.

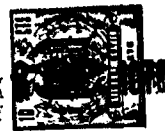
10. El aglutinante se disuelve en el disolvente y los polvos finamente divididos se añaden a la solución moliendo en un mortero automático o en molino de tres rodillos. Se continúa mezclando hasta que se obtiene una suspensión uniforme. La viscosidad de la suspensión puede ajustarse a la consistencia deseada para la técnica particular utilizada para aplicación sobre el elemento cerámico añadiendo más disolvente. Puede ser conveniente añadir cantidades de un agente gelificante a la solución para asegurar la tixotropía cuando se aplica la suspensión sobre el elemento cerámico.

15. Los compuestos de recubrimiento deberán aplicarse sobre el elemento cerámico en una capa lisa uniforme. Según se ha indicado anteriormente, la primera capa se aplica preferiblemente mediante estarcidor en una configuración que se conforme a la deseada en el producto final. Esta configuración puede consistir en varias partes eléctricamente aisladas para el montaje de componentes, así como una configuración periférica para montar un cierre hermético con un elemento de tapa o cubierta. Se pueden formar placas de base para varios conjuntos eléctricos simultáneamente sobre un elemento cerámico que se dividen después en unidades individuales mediante una ulterior etapa de elaboración.

20.

25.

30.



5. Cuando se utiliza la técnica del doble recubrimiento, el grosor del primer recubrimiento será en general del orden de unas 12,7 a unas 76,2 micras, aunque puede hacerse todavía más grueso mediante múltiples aplicaciones después de dejar que se seque el vehículo entre aplicación y aplicación. Después de la aplicación de cada recubrimiento, se deja secar el elemento cerámico durante un tiempo suficiente para que se evapore por lo menos la mayor parte del disolvente. Si así se desea, el secado se puede acelerar colocando el elemento cerámico recubierto en un horno de
10. aire durante unos minutos a una temperatura relativamente baja, por ejemplo de unos 176°C.

15. Cuando se emplea la técnica del doble recubrimiento, el material soldable se aplica sobre el primer recubrimiento una vez seco. El material soldable se aplica preferiblemente sobre toda la superficie del elemento cerámico en una capa uniforme y en cantidad suficiente para que el grosor total de las dos capas sea de por lo menos 25,4 micras. Al igual que el primer recubrimiento, este recubrimiento
20. puede hacerse más grueso mediante aplicaciones múltiples dejándose secar el recubrimiento entre aplicación y aplicación.

25. Después se coloca el elemento cerámico recubierto seco en un aparato apropiado de cocción, como puede ser un horno, en una atmósfera reductora húmeda, preferiblemente de hidrógeno o amoníaco disociado, y se cuece a una temperatura superior al punto de fusión del material soldable. En general, es preferible una temperatura del orden de 926,6°C a 1.371,1°C. siendo la temperatura mejor del orden de unos 1.093,3°C. Durante la etapa de cocción, el trióxido de molibdeno y/o el trióxido de tungsteno se reducen práctica-
- 30.



- mente al estado metálico. El tiempo para el calentamiento depende del tipo de aditivos secundarios, si los hubiera, en el compuesto de recubrimiento y de la temperatura específica empleada. En general será aceptable un tiempo de 1 a 30 minutos a las temperaturas indicadas. Se ha descubierto que, cuando se emplea la técnica del recubrimiento doble, con trióxido de molibdeno como único componente del primer recubrimiento, se obtienen los mejores resultados con un tiempo de unos 5 minutos a una temperatura cumbre de unos 1.093,3°C.

- Lógicamente el grosor del recubrimiento metálico final depende del grosor del recubrimiento o recubrimientos aplicados; no obstante, es preferible que el grosor final total sea de por lo menos 7,6 micras. Se ha averiguado que un recubrimiento final que tenga por lo menos este grosor mínimo da los mejores resultados cuando el elemento cerámico metalizado se somete a las vigorosas operaciones de fabricación de los módulos de circuitos integrados híbridos.

- Los ejemplos que siguen se presentan para ilustrar este invento, pero no deben en modo alguno interpretarse como limitaciones a su alcance.

Ejemplo I

- Se molieron 327 gramos de trióxido de molibdeno en presencia de 250 cc. de acetona en un molino de 0,946 litros de capacidad con 600 gramos de bolas cerámicas de 12,7 mm de diámetro, durante cuatro horas, y después se secó la mezcla para eliminar la acetona. Entonces se combinaron 80 gramos del trióxido de molibdeno con 20 gramos de un vehículo que comprendía 2 partes de acetato de butilcarbitol y una parte de metacrilato de isobutilo (Lucite), 2 gramos de éter de p.



- tróleo y 4 gotas de Triton (un agente humectante). La solución resultante se pintó con estarcidor sobre ambos lados de 25 discos circulares pequeños de cerámica de alumina al 95%. Una vez estuvo seco este primer recubrimiento, se pintó con estarcidor una suspensión de oro, preparada mezclando 80 gramos de polvo de oro con 20 gramos del vehículo anterior, sobre el primer recubrimiento de después se secaron los discos con el recubrimiento doble en un horno de aire a una temperatura de aproximadamente 148,8°C. Después se cocieron los discos secos en atmósfera de amoníaco disociado a varias temperaturas cumbre de cocción durante el mismo tiempo, 5 discos a cada temperatura de cocción. Después de enfriarse, se soldaron terminales de acero a ambas superficies de cada disco con un material de soldadura de aleación eutéctica de plomo-estaño 40/60. Se determinó el poder adherente del recubrimiento en cada disco montando los dos terminales en un aparato para pruebas de tracción que aplicó una carga de tracción en los terminales. La capa o recubrimiento metalizado no se desprendió de la cerámica en ninguna de estas pruebas. El promedio de carga de tracción en el punto de fractura y el tipo de fractura de los discos e las diversas temperaturas de cocción fué como sigue:

TABLA I

	<u>Temperatura de Cocción</u> °C	<u>Promedio de Resistencia</u> <u>a la Tracción Kg/cm²</u>	<u>Tipo de</u> <u>Fractura</u>
25.	1.093,3	688,2	(1)
	1.121,1	667,9	(2)
	1.148,8	670,7	(2)
	1.176,6	710,1	(3)
30.	1.232,2	456,9	(3)



- (1) Fractura en la adherencia soldadura-acero
 - (2) Algunas fracturas en la adherencia soldadura-acero, otras ocurrieron en la zona interfacial de la cerámica, v.g., comprendían partes de la cerámica desprendidas.
 - 5. (3) La fractura comprendía partes de cerámica desgarradas.
- Estos resultados demuestran que se puede obtener un recubrimiento metálico con un poder adherente excelente mediante el procedimiento de este invento cuando se utiliza trióxido de molibdeno como único material activo.
10. Ejemplo II
- Una mezcla metálica que comprendía 327 gramos de trióxido de molibdeno, 6,75 gramos de titanía y 0,25 gramos de óxido cuproso se molió con bolas en presencia de 250 cc. de acetona, durante cuatro horas, y después se secó con
15. aire para eliminar la acetona. Se combinaron 240 gramos de la mezcla resultante con 60 gramos de un vehículo que contenía partes iguales de metacrilato de isobutilo (Lucite) y un disolvente de etilxileno para formar una suspensión homogénea. Una parte de la suspensión se pintó con estarcidor sobre ambas superficies de ocho discos circulares pequeños de cerámica de alúmina al 95%. Después de secar el recubrimiento al aire, se pintó con estarcidor una segunda
20. suspensión que comprendía un 80 por ciento en peso de polvo de oro y un 20 por ciento en peso de un vehículo que contenía partes iguales de celulosa de etilo y acetato de butilcarbitol, sobre el primer recubrimiento. Los discos con doble recubrimiento se secaron al aire y después se cocieron en atmósfera húmeda de amoniaco dissociado: tres discos a una temperatura cumbre de 1.115,5°C durante 15 minutos
25. y cinco a una temperatura cumbre de 1.093,3°C durante 15
- 30.

375146

ES



5.

minutos. Se soldaron terminales de acero a los discos y se determinó el poder adherente de los recubrimientos del mismo modo que en el Ejemplo I. El promedio de resistencia a la tracción en el punto de fractura fué de 703,7 Kg/cm² en los tres primeros discos y de 682,1 Kg/cm² en los últimos discos.

10.

Estos resultados demuestran que se pueden mezclar aditivos tradicionales en pequeñas cantidades con los óxidos metálicos refractarios sin afectar notablemente el poder adherente del recubrimiento resultante. En algunas aplicaciones, puede resultar conveniente el uso de dichos aditivos en una pequeña cantidad debido a la técnica de aplicación del recubrimiento particular empleada.

15.

También se han efectuado pruebas en las que se mezcló oro en polvo con el óxido u óxidos metálicos refractarios y un recubrimiento aplicado en una sola operación de pintura. Se ha descubierto que la capa metalizada producida por esta técnica resulta apropiada para muchas aplicaciones donde no es necesaria una sobrecapa gruesa de oro de gran pureza. Para aquellas aplicaciones donde es necesario dicho sobrecubrimiento de oro, esta técnica particular no sería aceptable, porque el oro se dispersa con el óxido u óxidos metálicos refractarios en lugar de formar una capa gruesa sobre el recubrimiento.

20.

25.

Ejemplo III

Varios discos de cerámico pequeños, compuestos por un 95% y un 99,6% de alumina, se metalizaron y probaron prácticamente del mismo modo que en el Ejemplo II, a excepción de que se utilizaron trióxido de molibdeno, trióxido de tungsteno y mezclas de trióxido de molibdeno y trió-

30.



xido de tungsteno como polvo del primer recubrimiento. Los resultados obtenidos en estas pruebas fueron como sigue:

TABLA II

Tipo de Cerámica % Al ₂ O ₃	Comp. del primer recubrimiento	Temp. de cocción, °C	Tiempo aproxim. a la temp. de cocción, minutos	Promedio de Resistencia a la tracción en el punto de fractura, Kg/cm ²
99,6	MoO ₃	1.110,0	6	748,76
95	MoO ₃	1.110,0	6	722,75
99,6	WO ₃	1.115,5	6	323,41
95	WO ₃	1.115,5	6	597,61
95	[75% peso, WO ₃ 75% " , MoO ₃]	1.104,4	6	558,93
99,6	[80% peso, WO ₃ 20% peso, MoO ₃]	1.110,0	6	327,62
95	[80% peso, WO ₃ 20% peso, MoO ₃]	1.110,0	6	473,86

- Estos resultados demuestran que se pueden obtener recubrimientos con excelente resistencia o poder adherente cuando se emplean como óxido metálico refractario trióxido de molibdeno, trióxido de tungsteno, o mezcla de los mismos. Esto resulta particularmente notorio porque, hasta el momento presente, se ha creído que ciertos aditivos, como son el manganeso, rutenio, hierro, cobalto y níquel, debían mezclarse con molibdeno, tungsteno, o los óxidos de los mismos para obtener una adherencia aceptable a una materia cerámica. Las razones para esta excelente adherencia sin agente humectante no se comprenden plenamente. Se ha observado que el material soldable líquido penetra fácilmente en el óxido metálico refractario y se integra con la matriz adherida a la cerámica, del óxido metálico refractario durante la etapa de cocción.
- 5.
 - 10.
 - 15.

Ejemplo IV

375 146



5. Se efectuaron pruebas similares a las de los Ejemplos I y II empleando los mismos primeros recubrimientos y un segundo recubrimiento que contenía cobre o plata en polvo en lugar de oro en una suspensión similar. Se obtuvieron recubrimientos que tenían un poder adherente, determinado del mismo modo que en los Ejemplos I y II, que alcanzaba hasta 506,21 kg/cm², así como buenas características de soldadura, con estos metales soldables. Por estos resultados se
10. observará que, para aplicaciones donde no sea preciso oro de alta pureza, por ejemplo cuando se usa un elemento cerámico portador de circuitos para montar condensadores de capacidad fija, resistencias, etc., se puede obtener un recubrimiento metálico con un poder adherente y unas características de soldadura excelentes según una modalidad de este
15. invento.

20. Por la descripción anterior de este invento, se observará fácilmente que el montaje de algunos componentes y la formación del recubrimiento metálico puede llevarse a cabo simultáneamente durante la etapa de cocción. Por ejemplo, se puede yustaponer conductores eléctricos externos sobre el recubrimiento seco antes de la cocción, los cuales se adherirán al recubrimiento durante dicha etapa de cocción. Se pueden emplear otros muchos tipos similares de técnicas
25. de montaje simultáneo sin desviarse del espíritu y alcance de este invento.

N O T A

30. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indica-



das son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; también se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en EE.UU.de A. con el número y fecha de: 804.987

5. de 6 de marzo de 1969, acogiéndose por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA METALIZAR LA SUPERFICIE DE UN ELEMENTO CERAMICO"; caracterizándose por lo siguiente:

1. Procedimiento para metalizar la superficie de un elemento cerámico, caracterizado porque comprende aplicar en dicha superficie un compuesto metálico que comprende por lo menos un 10 por ciento en peso de un óxido metálico refractario en polvo, elegido del grupo consistente en trióxido de molibdeno, trióxido de tungsteno y mezclas de los mismos, y por lo menos un 30 por ciento en peso de un material soldable en polvo elegido del grupo consistente en oro, cobre, plata y aleaciones de los mismos, y calentar dicho elemento recubierto en una atmósfera reductora húmeda a una temperatura por encima del punto de fusión de dicho material soldable, para reducir prácticamente dicho óxido metálico refractario a la forma metálica y formar un recubrimiento metálico fuertemente adherente sobre dicha superficie que sea capaz de ser soldado.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque sobre la superficie de dicho elemento cerámico, se aplica un primer recubrimiento que comprende un óxido metálico refractario en polvo, elegido del grupo consistente en trióxido de molibdeno, trióxido de tungsteno, y



- mezclas de los mismos; seguidamente se aplica un segundo recubrimiento sobre dicho primer recubrimiento, que comprende un material soldable en polvo elegido del grupo consistente en oro, cobre, plata y aleaciones de estos metales; y a continuación se procede con la citada etapa de calentamiento.
5. 3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho compuesto metálico se suspende en un vehículo líquido volátil.
10. 4. Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque dicho óxido metálico refractario y dicho material soldable se suspenden en un vehículo volátil y dicho elemento recubierto se seca después de cada etapa de recubrimiento.
15. 5. Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 3, caracterizado porque dicho óxido metálico refractario comprende por lo menos un 30 por ciento en peso de dicho compuesto metálico.
20. 6. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicho óxido metálico refractario es trióxido de molibdeno.
25. 7. Procedimiento, según las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque dicho óxido metálico refractario es una mezcla de trióxido de molibdeno y trióxido de tungsteno compuesta aproximadamente por un 10 a un 40 por ciento en peso de trióxido de molibdeno y aproximadamente de un 60 a un 90 por ciento en peso de trióxido de tungsteno.
30. 8. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicho material soldable es oro.
9. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicho elemento recubierto se



mantiene a la citada temperatura en la etapa de calentamiento durante 1 a 30 minutos.

5. 10. Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque dicho elemento recubierto se calienta a una temperatura de aproximadamente 1.093,3°C por espacio de unos 5 minutos.

11. Procedimiento para metalizar la superficie de un elemento cerámico; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

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

Madrid,

8 ENE. 1970

GLOBE-UNION INC.,

A GOMEZ ACEBO Y MODER.
D. E. Hernández E. Hernández Ruiz