

400634



P.- 50.132

N-8597-SP

Int. Cl.: C23C

Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

para solicitar 2º CERTIFICADO DE ADICION por años

a nombre de UNION CARBIDE CORPORATION

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

con domicilio en 270 Park Avenue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América.

por: "Mejoras introducidas en el objeto de la Patente Principal nº 361.038, concedida el 4 de Septiembre de 1969 por: "UN PROCEDIMIENTO PARA METALIZAR UN CUERPO QUE CONTIENE NITRURO DE BORO"

(Clase Internacional B22c, C23c)

400634

10 MAR 1972



La presente invención se refiere a un recipiente que contiene nitruro de boro, que tiene depositado - sobre su superficie un revestimiento a base de zirconio y silicio que es fácilmente humedecido por metales fundidos, tales como aluminio fundido y similares. El revestimiento puede ser aplicado haciendo reaccionar una porción de la aleación a base de zirconio y silicio con el recipiente que contiene nitruro de boro con el que se pone en contacto, a temperaturas elevadas.

5
10

El revestimiento o la metalización de un artículo por deposición por vapor se efectúa en una cámara de vacío que contiene tanto el metal a evaporar como, en relación de separación en el espacio, el artículo a revestir o metalizar. Generalmente, el metal a evaporar es mantenido o puesto en un recipiente refractario, tal como un crisol, y es calentado en él hasta una temperatura suficiente para hacer que funda y comience a evaporarse.

15

En esta técnica de deposición con vapor es - práctica común emplear recipientes que sean humedecidos fácilmente por el material de metalización. Las características necesarias de tales recipientes son que no reaccionen con el material que se esté depositando, que puedan soportar el entorno a alta temperatura asociado con la deposición con vapor, y que proporcionen una superficie que sea fácilmente humedecible por el material de metalización, de manera que se facilite el máximo de deposición en el mínimo de tiempo.

20
25

Los recipientes de nitruro de boro han sido empleados como recipientes de evaporación (también cono-

30



cidos como navecillas de evaporación) con algún éxito.

En la deposición por vapor de aluminio sobre diversos artículos compuestos por materiales diversos tales como acero, caucho, plástico y similares, el aluminio es lento en humedecer la superficie de evaporación de la navecilla de nitruro de boro, lo que da como resultado una velocidad de evaporación lenta. Este retraso del humedecimiento reduce la eficacia total del procedimiento de metalización, y se añade al coste global de la aplicación del revestimiento.

Se expone un recipiente de evaporación perfeccionado en el 1^{er} Certificado de Adición español Núm. 363.658, que describe un recipiente que contiene nitruro de boro y que tiene un revestimiento de aleación a base de titanio y silicio, que es admirablemente adecuado para la deposición con vapor de aluminio.

La presente invención se dirige a un revestimiento de aleación a base de zirconio y silicio, para recipientes que contienen nitruro de boro, y que proporciona una superficie fácilmente humedecida por metales fundidos, tales como aluminio, plata, oro y similares, haciéndola así adecuada para aplicaciones de deposición con vapor.

En términos generales, la invención se refiere a un recipiente que contiene nitruro de boro, y que tiene al menos una porción de su superficie revestida con una aleación a base de zirconio y silicio que hace que la superficie sea humedecida fácilmente por metales fundidos tales como aluminio, plata, oro y similares.

Esta superficie revestida del recipiente es admirable-

400634

10 MAR 1954



mente adecuada para uso en aplicaciones de deposición por vapor, para la metalización de diversos materiales.

La aleación de zirconio y silicio puede ser unida a al menos una porción de la superficie de un recipiente por deposición de la aleación sobre la superficie usando cualquier técnica usual, y sometiendo luego el recipiente revestido a una temperatura suficiente - para hacer que una porción de la aleación de zirconio y silicio se difunda en el interior del cuerpo que contiene nitruro de boro y reaccione con el nitruro de boro allí presente con el que entra en contacto, formando ZrB_2 y ZrN , al tiempo que deja al menos una capa molecular de aleación de zirconio y silicio sin difundir, sobre la superficie del cuerpo. Este tratamiento de calentamiento produce una unión metalúrgica entre el zirconio-silicio y el cuerpo que contiene nitruro de boro, sin usar material de interfase alguno, y se consigue primordialmente por difusión de una porción del zirconio-silicio en el cuerpo que contiene nitruro de boro.

El recipiente resultante que contiene nitruro de boro, revestido con aleación de zirconio-silicio, es admirablemente adecuado para ser usado como navecilla de evaporación para metales fundidos, tales como aluminio, en sistemas usuales de metalización bajo vacío.

El recipiente que contiene nitruro de boro puede estar compuesto por aproximadamente 20 a aproximadamente 80% en peso de nitruro de boro, siendo el resto un material refractario compatible. En las aplica

400634

10 MAR 1972



ciones de deposición por vapor en las que sea importante la conductividad del recipiente se requiere un material refractario que posea características de conductividad eléctrica, de manera que cuando sea añadido al nitruro de boro haga al material resultante lo suficientemente conductor para ser usado en tales aplicaciones.

Para uso con nitruro de boro se pueden emplear con éxito diversos materiales refractarios. Por ejemplo, los materiales tales como diboruro de titanio, diboruro de zirconio y similares son bien adecuados como material refractario, siendo el diboruro de titanio el material preferido. La lista anterior de materiales refractarios tiene fines ilustrativos, y no está destinada a limitar indebidamente el ámbito de la invención.

Descripción del dibujo

La única figura que se muestra en el dibujo es una ilustración isométrica de un recipiente o navecilla rectangular del tipo comúnmente empleado en un aparato usual de metalización bajo vacío.

Haciendo referencia al dibujo, se muestra una ilustración isométrica de una navecilla 1 de evaporación que tiene una cavidad 2 dispuesta en una porción de su superficie longitudinal y lateral. El suelo de la cavidad 2 constituye la superficie de evaporación de la navecilla 1, y está revestido con una aleación 4 a base de zirconio y silicio que está química y mecánicamente unida al mismo. La navecilla 1 de evaporación está formada de un material refractario 3 que contiene nitruro de boro.

400634

10



La realización preferida de la invención comprendería una aleación de zirconio y silicio unida a una porción de la superficie de un material compuesto que comprende nitruro de boro y diboruro de titanio. Se obtienen los mejores resultados usando una aleación de zirconio y silicio que tenga un contenido de zirconio de aproximadamente 62 a aproximadamente 86% en peso, siendo el resto esencialmente silicio.

La aleación de zirconio y silicio puede ser aplicada a la superficie de un recipiente que contiene nitruro de boro por cualquier técnica usual, tal como revistiendo la superficie con aleación fundida de zirconio y silicio, usando técnicas de pulverización a la llama, o preparando una suspensión de partículas de zirconio y silicio, depositándola sobre la superficie del recipiente, y calentando luego el recipiente hasta una temperatura suficiente para hacer que algo de la aleación se difunda al interior del substrato que contiene nitruro de boro, para reaccionar con él, dejando al mismo tiempo al menos una capa molecular del zirconio y silicio sobre la superficie del recipiente. Cuando se usa la técnica de suspensión, el revestimiento de partículas de zirconio y silicio debe ser preferiblemente calentado hasta una temperatura justamente por debajo del punto de fusión de la aleación, que es usualmente de aproximadamente 1700°C a aproximadamente 2200°C, dependiendo de la composición exacta de la aleación empleada. También es permisible, pero no tan eficaz calentar el recipiente, tal como queda revestido, hasta una temperatura por encima del punto de fusión de la aleación. Los



métodos para formar una suspensión de partículas de zirconio y silicio son bien conocidos en la técnica, y por tanto no serán discutidos aquí en detalle.

5 Un beneficio esencial derivado del uso de la técnica de suspensión para depositar la aleación sobre la superficie de un cuerpo es que los cuerpos de forma irregular pueden ser revestidos fácil y económicamente, extendiéndose así el beneficio atribuído a la invención a objetos de formas diversas.

10 El siguiente ejemplo servirá para ilustrar en detalle la práctica de la presente invención.

EJEMPLO

15 Un recipiente rectangular del tipo que se muestra en el dibujo, de 165 mm de longitud por 38 mm de anchura por 13 mm de altura, y que contenía una cavidad que medía aproximadamente 49 cm³, fué fabricado a partir de un material refractario compuesto que comprendía 50% en peso de nitruro de boro, siendo el resto esencialmente diboruro de titanio.

20 Una suspensión de partículas de disiliciuro de zirconio ($ZrSi_2$) que tenían un tamaño medio de partícula de 3 a 6 micras fué preparada por suspensión de una aleación en polvo de 62% en peso de zirconio y 38% en peso de silicio, en un sistema de suspensión de xileno que contenía 20% en volumen de ciclopentadieno como des-
25 floculador.

30 Esta suspensión fué aplicada al suelo de la cavidad del recipiente que contiene nitruro de boro (es decir, a su superficie de evaporación) y fué unida a él

400634



por calentamiento del recipiente en un gas inerte (argón) hasta una temperatura de 1680°C en aproximadamente 4 horas. Se empleó un tiempo de retención de aproximadamente 5 minutos a esta temperatura. El recipiente, según estaba revestido, fué enfriado luego hasta temperatura ambiente, y fué retirado del horno. Esta reacción a alta temperatura produjo una unión metalúrgica entre el disiliciuro de zirconio ($ZrSi_2$) y el recipiente que contiene nitruro de boro.

10 El recipiente así preparado fué usado luego como recipiente de evaporación de aluminio, en un aparato de evaporación usual. Bajo condiciones idénticas, se usó también un recipiente que contiene nitruro de boro, sin revestir, como recipiente de evaporación de aluminio, en el mismo aparato de evaporación. El aluminio humedeció la cavidad de revestimiento inmediatamente, mientras que la cavidad sin revestir requirió 30 minutos antes de ser humedecida completamente. La velocidad de evaporación de aluminio desde el recipiente revestido fué el doble de la velocidad de evaporación de aluminio desde el recipiente sin revestir. Este aumento de la velocidad de evaporación fué debido primordialmente al hecho de que el aluminio humedeció fácil y completamente la superficie de evaporación del recipiente revestido, mientras que no sucedió tal cosa en el recipiente sin revestir.

20
25
30 Con el término superficie de evaporación, según se usa en esta Memoria y en las reivindicaciones adjuntas, se pretende describir la superficie del recipiente de evaporación que es humedecida por el metal a



evaporar.

El ejemplo anterior tiene fines ilustrativos, y se destina a mostrar un uso de un recipiente que contiene nitruro de boro, revestido de zirconio y silicio. En general, el recipiente revestido de la invención puede hallar utilidad como recipientes para contener metales fundidos, tal como aluminio, en otros procedimientos de manipulación de metales.

La presente solicitud que corresponde a la - presentada en Estados Unidos de América, con fecha 12 de Marzo de 1971, bajo el Número 123.552, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- REIVINDICACIONES -

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de 2º Certificado de Adición en España, son los siguientes:

1.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente principal nº 361.038 concedida el 4 de Septiem-

7.3.72

400634

10 MAR 1972



bre de 1969 por: "Un procedimiento para metalizar un
cuerpo que contiene nitruro de boro", caracterizadas
porque dicho cuerpo es un recipiente que comprende por
lo menos 20% a aproximadamente 80% en peso de nitruro
5 de boro, siendo el resto un material refractario compa-
tible, teniendo dicho recipiente al menos una porción
de su superficie revestida con una aleación de zirconio
y silicio.

10 2.- Mejoras según la reivindicación 1, en don-
de dicho material refractario se elige del grupo que
consta de diboruro de titanio y diboruro de zirconio.

15 3.- Mejoras según la reivindicación 1, en
donde dicha aleación de zirconio y silicio comprende de
aproximadamente 62 a aproximadamente 86% en peso de zir-
conio, siendo el resto esencialmente silicio.

4.- Mejoras según la reivindicación 2, en
donde dicha aleación de zirconio y silicio comprende
de aproximadamente 62 a aproximadamente 86% en peso de
zirconio, siendo el resto esencialmente silicio.

20 5.- Mejoras según la reivindicación 1, en
donde dicho recipiente para ser usado en la evaporación
de metales fundidos tiene una cavidad en la que al me-
nos una porción de la superficie de evaporación de di-
cha cavidad está revestida de una aleación de zirconio
25 y silicio unida a ella para proporcionar una superficie
que es fácilmente humedecida por dicho metal fundido.

30 6.- Mejoras según la reivindicación 5, en
donde dicho material refractario se elige del grupo que
consta de diboruro de titanio y diboruro de zirconio;
y donde dicho metal fundido se elige del grupo que cons-

7.3.72



ta de aluminio, plata y oro.

5 7.- Mejoras según la reivindicación 5, en donde dicha aleación de zirconio y silicio comprende de aproximadamente 62 a aproximadamente 86% en peso de zirconio, siendo el resto esencialmente silicio.

10 8.- Mejoras según la reivindicación 6, en donde dicha aleación de zirconio y silicio comprende de aproximadamente 62 a aproximadamente 86% en peso de zirconio, siendo el resto esencialmente silicio.

15 9.- Mejoras según la reivindicación 5, en donde dicho recipiente consiste esencialmente en 50% en peso de nitruro de boro, siendo el resto diboruro de titanio, y donde dicha superficie de evaporación está revestida con una aleación consistente en 62% en peso de zirconio y 38% en peso de silicio

20 10.- Mejoras según la reivindicación 5, en donde dicho recipiente tiene forma rectangular y tiene una cavidad dispuesta en una porción de su superficie longitudinal y lateral, y que se extiende al interior de dicho recipiente en una porción de su profundidad.

25 11.- Mejoras introducidas en el objeto de la Patente Principal nº 361.038, concedida el 4 de Septiembre de 1969 por: "UN PROCEDIMIENTO PARA METALIZAR UN CUERPO QUE CONTIENE NITRURO DE BORO".

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



400634



Esta Memoria consta de doce hojas escritas
a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 10 MAR 1972

P.A.

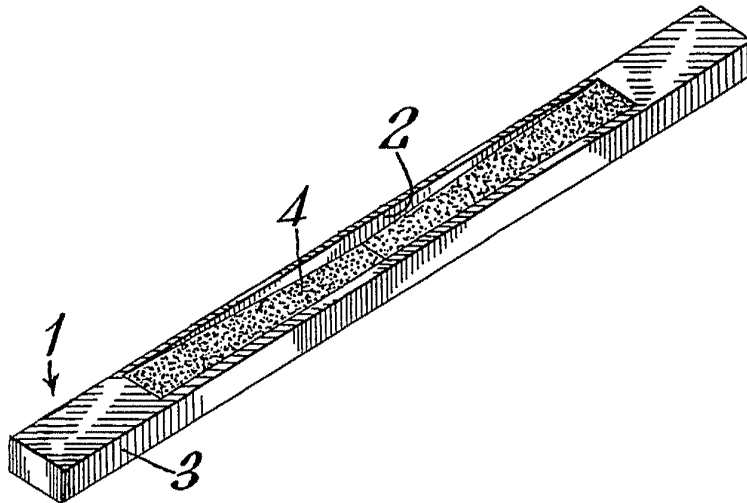
Alberto de Eizaburu
Por Poder

7.3.72/RTA.-

A handwritten mark consisting of a stylized letter 'B' with a diagonal slash through it.

400634

10 MAR 1954



Alberto de Lizaola
For Power