

26 JUL. 1976

Pat. No. GOIB; (23C) (25D)

ADICIONADA

3462

MEMORIA DESCRIPTIVA  
de una Patente de Invención a nombre de:  
Kollmorgen Corporation, de nacionalidad  
estadounidense, domiciliada en 31 Sea --  
Cliff Avenue, Glen Cove, N.Y. 11542, (USA)  
por: "DISPOSITIVO PARA LA DETERMINACION -  
DEL ESPESOR Y DE LA VELOCIDAD DE DEPOSI--  
CION DE CAPAS EN PROCESOS DE DEPOSICION -  
SIN APLICACION DE CORRIENTE Y GALVANICOS".

---ooo000ooo---

5

El invento se refiere a un dispositivo para la medi-  
ción del espesor de capa y/o de la velocidad de deposición de  
capas que se forman o se depositan, sin aplicación de corrien-  
te o galvánicamente, sobre objetos en una solución de baño que  
sirva para la deposición.

10

Además de la determinación de la velocidad de deposi-  
ción durante el trabajo de deposición, también es posible ave-  
riguar y detectar modificaciones de la velocidad de deposición  
y efectuar su evaluación para el control del proceso de deposi-  
ción.

La medición directa y digna de confianza de los espe

sores de capa formados junto al objeto que se encuentra dentro del baño de deposición es deseable ya que en la práctica sólo de este modo se logran de manera digna de confianza espesores de capa previamente establecidos y se pueden controlar de modo correcto. Para numerosos casos de utilización de objetos revegetados sin aplicación de corriente o por vía galvánica es altamente importante la formación de una capa con un espesor determinado y previamente establecido. El hecho de que no se llegue a alcanzar el espesor de capa conduce a perturbaciones en el funcionamiento, por ejemplo a una insuficiente protección contra la corrosión o a propiedades eléctricas defectuosas, y por consiguiente a la formación de piezas de rechazo. La formación de capas con espesores que son mayores que los prescritos puede conducir igualmente a productos de rechazo, por ejemplo por razones de tolerancias mecánicas. Sobre todo, debido a la formación de capas de espesor inutilmente grande se prolonga el proceso de deposición y se aumenta el consumo de costoso material utilizado para la formación de las capas. Ambas circunstancias producen un empeoramiento de la rentabilidad. Los costos producidos por la formación de capas de magnitud excesiva pueden -- adoptar por ejemplo una considerable magnitud al fabricar capas aplicadas de oro. Las capas de oro son utilizadas en gran extensión como material para contactos en la moderna industria eléctrica. Con el fin de garantizar un buen comportamiento de contacto, no se debe quedar por debajo de un espesor de capa prescrito y determinado. De acuerdo con los procedimientos hasta -- ahora conocidos sólo es posible medir el espesor de capa de las capas aplicadas de oro sobre objetos, con elevado grado de exactitud.

5 titud, cuando dichos objetos han sido retirados del baño. Ya -  
solamente la necesidad de devolver el objeto de nuevo dentro -  
de la solución de baño caso de que tenga un insuficiente espe-  
sor y proseguir el proceso de deposición, da lugar a una esen-  
cial complicación del procedimiento y a un empeoramiento de la  
10 rentabilidad. Para procedimientos de deposición galvánica ya -  
es sabido utilizar la cantidad de corriente para la determina-  
ción de la cantidad de metal depositado. En este caso, no obs-  
tante, se determina solamente, la cantidad total del metal de-  
15 positado. Sin embargo, la forma geométrica de los objetos que  
se encuentran dentro del baño de deposición y la influencia --  
ejercida sobre ellos por objetos contiguos y por medios auxi--  
liares de galvanización (los denominados ladrones de corriente)  
hace que tal medición tenga un dudoso valor para la determing-  
20 ción de los espesores de capa realmente obtenidos en un lugar  
determinado en el baño de deposición.

Para la deposición de metales sin aplicación de co--  
rriente no existe ni siquiera esta posibilidad en sí poco satig-  
factoria, de determinar el espesor de capa, antes de que el co  
25 rrespondiente objeto sea retirado de la solución de baño. No -  
obstante, también en este caso es extraordinariamente deseable,  
por razones de rentabilidad igual que por razones de calidad,  
conocer el espesor de la capa formada antes de que el objeto -  
revestido sea retirado de la solución de baño.

25 Otra desventaja que aparece en ciertos casos al pro-  
ducir revestimientos metálicos consiste en que la superficie,  
ya después de corto tiempo de estar fuera de la solución de ba-  
ño queda pasivada, de manera que después de una etapa de medi-

ción de espesor de tipo usual debe ser reactivada, caso de que deba proseguirse la metalización.

5 En la realización del proceso de revestimiento, por ejemplo en la metalización mediante soluciones de baño, autocatálíticas, que trabajan sin aportación exterior de corrientes, se desea para la conducción óptima del proceso de deposición - así como para el reconocimiento de perturbaciones, poder averiguar según la técnica de medición la velocidad de deposición - así como sus modificaciones y observar o evaluar dichos datos  
10 permanentemente o en determinados momentos.

También para revestimientos galvánicos y para revestimientos electroforéticos es deseable la medición de la velocidad de deposición durante el proceso de deposición.

15 De acuerdo con el presente invento, la medición del espesor de capa se realiza durante el proceso de deposición en la solución de baño por medio de un dispositivo emisor de inmersión colocado en el líquido del baño de deposición, que puede ser colocado en un lugar cualquiera del baño de deposición, y que consta de una caja envolvente, que sirve para sostener -  
20 una sonda, cuya superficie enfrentada al líquido del baño es revestida, siendo determinado el espesor de la capa formada mediante un procedimiento de medición por reflexión, en si conocido. Para ello la radiación emitida por un preparado radioactivo apropiado es reflejada a través de la sonda hasta junto a  
25 la capa aplicada. La cantidad de la radiación reflejada es una medida del espesor de capa en el momento de la medición; la variación cronológica de la radiación reflejada corresponde a la variación cronológica del espesor de capa durante el proceso de

deposición y, por consiguiente, corresponde a la velocidad de deposición. El valor y la variación de la velocidad de deposición dan información acerca del trabajo del baño o de las perturbaciones que aparecen en el mismo.

5 El invento consiste, por consiguiente, en determinar por medio de una sonda que se encuentra dentro de la solución de baño de revestimiento mediante medición por reflexión hasta  
10 junto a la capa depositada sobre la sonda, el espesor de capa formado en cada caso y, a partir de éste, la velocidad de deposición. Si la sonda consiste en el material del objeto que ha de ser revestido, el espesor de la capa formada sobre la sonda y el de la capa formada sobre el objeto se corresponden directamente entre sí. Si se utiliza un material diferente para la sonda, existe entre el valor de medición y la capa formada sobre el objeto una sencilla relación. Como ejemplo para el último  
15 mo caso se hará uso de la metalización sin aplicación de corriente. Si la superficie del objeto a metalizar y la de la sonda consisten en el mismo material, y éstas son activadas de igual modo para la deposición de metal sin aplicación de corriente,  
20 el comportamiento de deposición sobre la sonda y el comportamiento de deposición sobre el objeto se corresponden entre sí. Por el contrario, si como material para la sonda se utiliza un soporte de material sintético ya provisto con una capa del metal que ha de ser depositado, mientras que el objeto que ha de ser  
25 metalizado posee una superficie de material sintético catalizada para la deposición de metal sin aplicación de corriente según un procedimiento cualquiera apropiado, durante el intervalo de tiempo que transcurre hasta la formación de una película metálica

ca cerrada existe una asociación, correspondiente a una función sencilla, entre el valor de medición y el espesor de capa o la velocidad de deposición sobre el objeto. El curso de esta función depende del tratamiento previo utilizado para catalizar la superficie y es establecido de modo inequívoco por dicho tratamiento previo.

El dispositivo de medición de acuerdo con el invento puede servir ventajosamente también para la determinación de la actividad catalítica de superficies. El tiempo de iniciación de funcionamiento (es decir el período inicial que transcurre hasta que comienza la deposición de metal) así como la velocidad de deposición como función de la actividad catalítica hasta la formación de una película metálica cerrada son valores de medición apropiados para ello, y pueden ser determinados de acuerdo con el invento de una manera sencilla.

Asimismo es posible determinar de una manera sencilla con el dispositivo de acuerdo con el invento, determinados parámetros de la capa metálica depositada, tal como por ejemplo el espesor de la misma, a partir de la medición del espesor de capa y de la velocidad de deposición, especialmente durante el intervalo de tiempo que transcurre hasta la formación de la película metálica cerrada.

En lo que sigue se representará con mayor detalle a modo de ejemplo con ayuda de la figura 1 el dispositivo de medición de acuerdo con el invento.

El dispositivo de medición consiste en el emisor de inmersión representado en la figura 1 en una forma de realización ilustrativa, y en un aparato de medición usual para la rea-

lización del procedimiento de medición por reflexión.

La caja envolvente 1 del emisor de inmersión consis-  
te en un material sintético apropiado, que sea estable frente  
a los ácidos y/o a los álcalis. Ventajosamente se escoge uno que  
5 tenga una superficie lo más lisa y exenta de poros que sea posi-  
ble, con el fin de evitar de este modo también de modo amplio  
una deposición sobre la caja envolvente en el caso de utilizar  
se baños que trabajan sin aplicación de corriente. Además de -  
ello se debe procurar necesariamente que desde el material sin-  
10 tético no se ceda ninguna impureza a la solución del baño, ya  
que esto en cualquier caso conduciría a un falseamiento del va-  
lor de medición y en determinados casos a una influencia inadmi-  
sible sobre el comportamiento del baño.

La sonda 2 consiste en una lámina de soporte, en el  
15 ejemplo un disco circular de Mylar, que está sensibilizado ca-  
talíticamente para la deposición de metales sin aplicación de  
corriente de un modo conocido, por ejemplo por tratamiento con  
una solución de un complejo de cloruro de estaño (divalente) y  
paladio (divalente).

20 En otra forma de realización del emisor de inmersión  
de acuerdo con el invento, la sonda 2 consiste en una lámina de  
soporte que está revestida por un sólo lado con una delgada pe-  
lícula del metal para deposición, por ejemplo con una película  
de cobre.

25 La sonda es colocada de modo estanco a los líquidos  
dentro de la caja envolvente mediante un anillo tórico 3 y una  
tuerca roscada 4.

En el interior de la caja envolvente 1 se encuentra

5 el cabezal de medición 5 el cual, de modo ventajoso, según se representa en la figura, se apoya directamente sobre el lado interior de la sonda bajo tensión previa. De esta manera se logra que, incluso en el caso de movimiento del cuerpo de inmersión en el líquido del baño o en el caso de una circulación intensa, etc., no se pierdan ni el contacto ni la distancia definida.

10 En el interior del cabezal de medición 5 se encuentra el manantial de radiación en forma de un radionúclido y un tubo contador Geiger-Müller con el fin de determinar la intensidad de la radiación reflejada; ambos elementos no están representados en la figura 1.

Desde el cabezal de medición 5 el conductor para señales 6 lleva hasta el aparato de medición, tampoco representado.

15 En el dispositivo, de acuerdo con el invento, el emisor, de inmersión es sumergido en la solución del baño y permanece dentro de ella durante la aplicación de la capa sobre el objeto a revestir. La forma de realización de acuerdo con la figura 1 está prevista para utilizarse en baños de metalización sin aplicación de corriente.

20 La señal suministrada por el tubo contador corresponde en este caso en todo momento al espesor de capa del revestimiento metálico depositado sobre la superficie exterior de la sonda; a partir de la variación cronológica del valor de medición proporcional al espesor de capa se puede deducir la velocidad de deposición. Esta, por ejemplo, en el caso de una descomposición de capa por vía química o electroquímica puede adoptar un valor negativo.

La señal evaluada en el aparato de medición puede ser utilizada, por ejemplo mediante un registrador trazador, para la valoración visual del proceso de medición y para influir manualmente sobre el mismo. La consecución de un espesor de capa preestablecido puede ser comprobada de modo sencillo y digno - de confianza - después de haber calibrado el aparato - y por - consiguiente el tiempo de trabajo del baño puede ser ajustado de modo óptimo, a saber de manera tal que no se apliquen espesores de capa insuficientes ni tampoco espesores de capa indeseablemente grandes.

El dispositivo según el invento puede preverse de forma tal que, la señal y su derivada en función del tiempo, que corresponde a la velocidad de deposición, pueden utilizarse para, conjuntamente con otros valores de medición tales como la concentración de los componentes del baño, la temperatura, etc. efectuar el control automático del baño y/o determinar el tiempo de permanencia del baño.

Para la medición en baños que trabajan galvánicamente puede servir un emisor de inmersión similar al de la figura 1, consistiendo la sonda no obstante en una lámina metálica o en una lámina de material sintético metalizada por su exterior y estando unida con el polo correspondiente de un manantial de corriente. En este caso la polaridad se ajusta a la misión establecida, a saber si se ha de formar una capa por vía galvánica o si se trata de un procedimiento de descomposición de capa de metal por vía galvánica.

Como manantial de corriente puede servir el mismo que sirve para la metalización galvánica, etc., de los artículos, o

puede utilizarse un manantial de corriente dispuesto por separado, por ejemplo uno estabilizado de modo especial.

En otra forma de realización del emisor de inmersión éste, además de la sonda, contiene también un contraelectrodo.

5

La selección del radionúclido depende de la finalidad de la medición. Con el fin de medir en baños de cobreado que trabajan sin aplicación de corriente con pequeña velocidad de deposición, el comportamiento inicial (comportamiento de comienzo de funcionamiento) y la velocidad de deposición, puede utilizarse por ejemplo un núclido cuyo margen de medición en el cabezal de medición utilizado llegue hasta 1 a 10  $\mu\text{m}$ ; uno de éstos puede servir también para la determinación de delgados espesores de capa.

10

15

Para la medición en baños rápidos o de espesores de capa mayores puede servir ventajosamente un núclido con un margen de 5 a 100  $\mu\text{m}$ ; para mediciones de espesores totales de capa, especialmente en el caso de capas más gruesas a formar, el margen de medición se encontrará en general entre 20 y 400  $\mu\text{m}$ .

- N O T A -

20

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

25

1.- Dispositivo para la determinación del espesor y de la velocidad de deposición de capas en procesos de deposición sin aplicación de corriente y galvanicos, caracterizado por establecerse un emisor de inmersión que consta de una caja envolvente a base de material altamente resistente a los ácidos y/o a los álcalis, preferentemente consistente en un material sinté

5 tico y juntamente con una sonda dimensionada apropiadamente y  
colocada en la caja envolvente para cerrar un orificio corres-  
pondiente, forma una envolvente estanca a los líquidos y porque  
la sonda con su superficie que no entra en contacto con el lí-  
quido del baño está enfrentada a un cabezal de medición coloca-  
do en la misma caja envolvente, que tiene un manantial de radia-  
ción y un receptor para la energía de radiación reflejada por  
la lámina o por el revestimiento de ésta; y porque el emisor -  
de inmersión está equipado con una conducción para señales que  
10 está colocada de modo estanco a los líquidos y que conduce la  
señal suministrada desde el receptor de radiación al aparato -  
de medición que sirve para la evaluación, y está dispuesto por  
fuera del líquido del baño de deposición.

15 2.- Dispositivo, según la reivindicación anterior, -  
caracterizado porque la sonda es una lámina de material sinté-  
tico o una película a base de este material.

20 3.- Dispositivo, según las reivindicaciones anterior-  
res, caracterizado porque la superficie de la sonda, que entra  
en contacto con el líquido del baño, está catalizada para la -  
deposición de metal sin aplicación de corriente.

25 4.- Dispositivo, según las reivindicaciones anterior-  
res, caracterizado porque la superficie de la sonda, que entra  
en contacto con el líquido de baño, es provista con una capa -  
de metal, preferiblemente una constituida por el mismo metal que  
es depositado a partir de la solución del baño.

5.- Dispositivo, según las reivindicaciones anterior-  
res, caracterizado porque la sonda consiste en una película me-  
tálica o en una lámina metálica o en una lámina de material --

sintético metalizada preferiblemente por un único lado, y por que la sonda está en contacto eléctrico con un manantial de corriente.

5

6.- Dispositivo, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque lleva un contraelectrodo dispuesto de manera correspondiente con respecto a la sonda.

10

7.- Dispositivo, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el cabezal de medición se encuentra, bajo tensión previa, en contacto con la superficie de la sonda enfrentada al lado interior de la caja envolvente.

8.- DISPOSITIVO PARA LA DETERMINACION DEL ESPESOR Y DE LA VELOCIDAD DE DEPOSICION DE CAPAS EN PROCESOS DE DEPOSICION SIN APLICACION DE CORRIENTE Y GALVANICOS.

15

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara y de sus correspondientes dibujos.

Madrid, 9 ABR 1975



