



ESPAÑA

Se concede el registro de la invención con los datos que preceden y según el contenido de la memoria adjunta.

10 ES	11 NUMERO 479.819	19 A1
	21 FECHA DE PRESENTACION 21 Abril 1979	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO 897.931	21-4-1978	EE. UU.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL B 23 K 35/34	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA PASTA DE UNION DE METALES"

71 SOLICITANTE (S)
SCM CORPORATION (244272
CASE I-2473-2478)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
299 Park Avenue, Nueva York, Nueva York, EE.UU.

72 INVENTOR (ES)
John Louis Snyder y
Paul Douglas Johnson

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-71.782)

jga.

La presente invención se refiere a un nuevo procedimiento para la preparación de pasta para la unión de metales. La invención se describirá en particular con respecto a la preparación de pasta para soldar utilizable para soldeo de precisión, en que se utiliza un equipo distribuidor de orificio fino, pero para los expertos en la técnica resultará evidente que la presente invención tiene otras aplicaciones, por ejemplo, en la preparación de pastas para soldadura fuerte y para infiltración. Ejemplos de aplicaciones en que se utiliza un equipo distribuidor de orificio fino, son la fabricación de equipo electrónico y la joyería.

Las pastas de unión para los fines de la presente invención están compuestas por dos componentes: una composición metálica de unión, en polvo, en el margen de aproximadamente 50 a 90%; y un vehículo en el margen de aproximadamente 10 a 50%. El vehículo consiste, a su vez, en un disolvente para darle fluidez, y en ingredientes de segunda fase, que incluyen un agente fundente y diversos aditivos especiales, tales como activadores para aumentar el efecto fundente, detergentes, agentes de suspensión o agentes tensioactivos, agentes espesadores y agentes desespumantes. La composición particular depende de la aplicación considerada.

Las actuales aplicaciones de unión de precisión implican técnicas altamente complicadas, que requieren propiedades muy especializadas de las pastas de unión. Con esta finalidad se ha dedicado un considerable esfuerzo en la técnica para desarrollar fórmulas especializadas, severas especificaciones de materiales y cuidadosos controles del almacenamiento y de la manipulación. Sin embargo, se ha pres

tado poca atención al desarrollo de técnicas mejoradas de elaboración para la preparación de las pastas. Tradicionalmente, las composiciones en pasta se preparan de manera sencilla, mezclando todos los ingredientes entre sí, de una vez, en un recipiente mezclador adecuado. El mezclado o combinación puede o no realizarse a temperaturas elevadas. Si se efectúa a temperaturas elevadas, es posible dejar sencillamente que el enfriamiento hasta la temperatura de almacenamiento tenga lugar a una velocidad de enfriamiento ordinaria, dependiente de factores tales como la temperatura ambiente, el tamaño de la tanda de fabricación y el recipiente en el que tiene lugar el enfriamiento.

Una exigencia que se plantea a las pastas de unión adecuadas para las técnicas de soldado de precisión, tales como las que se utilizan en la fabricación de componentes electrónicos y en joyería, es que la pasta sea distribuida desde un equipo distribuidor de orificio fino; por ejemplo, un equipo distribuidor que tenga un tamaño de orificio de aproximadamente 1,27 a 0,254 mm. Incluso las aplicaciones generales para automoción requieren un equipo de un tamaño de orificio relativamente fino, por ejemplo un equipo con un tamaño de orificio de 0,793 a 4,76 mm. Se encontró que las técnicas de fabricación empleadas tradicionalmente daban como resultado la preparación de pastas que pueden ser inadecuadas para la distribución automática en un equipo de orificio pequeño, bien sea debido al excesivo tamaño de partícula de los ingredientes de las pastas, o bien debido a la inestabilidad de la pasta. Por inestabilidad de la pasta se entiende la separación de fases de los ingredientes en la pasta (estabilidad de la suspensión), o

el aumento de viscosidad o endurecimiento de la pasta por almacenamiento (estabilidad de la viscosidad). Los criterios de estabilidad son que la pasta sea capaz de almacenarse durante por lo menos 6 meses, sin una separación de fases visible y con una variación de viscosidad inferior a aproximadamente $\pm 15\%$ (en centipoises).

Mediante la presente invención se descubrió que las desventajas anteriores y otras desventajas podían superarse, preparando primero el vehículo a una temperatura elevada y, después, sometiendo éste a un rápido enfriamiento, en condiciones de enfriamiento brusco o de choque, hasta una temperatura final inhibidora de cualquier reacción importante del polvo metálico de la pasta con los constituyentes ácidos del vehículo. El polvo metálico se combina preferiblemente con el vehículo, después del enfriamiento. Es esencial evitar una exposición importante del polvo metálico a la acción del vehículo caliente.

Para la mayoría de las aplicaciones, de acuerdo con los conceptos de la presente invención, el enfriamiento será hasta menos de unos 32°C .

Para los fines de la presente solicitud, el término "vehículo" significa aquella composición que contiene un agente fundente normalmente sólido, aditivos especializados opcionales y un disolvente, en la cual el agente fundente y los aditivos, cuando se utilizan en las proporciones necesarias para las aplicaciones de las pastas de unión, son substancialmente solubles a una temperatura elevada. Dicha temperatura elevada es aquella temperatura para la cual los ingredientes de la segunda fase, incluidos el fundente y los aditivos especializados, son substancial

mente solubles en el disolvente, de tal manera que producen una solución transparente o substancialmente transparente.

5 En la práctica de la presente invención, es esencial el enfriamiento de choque, y se define como el enfriamiento de una solución transparente o substancialmente transparente, a dicha temperatura elevada, a una velocidad suficientemente rápida para obtener una nucleación o precipitación en masa de los componentes de la segunda fase del vehículo, evitando un crecimiento de grano importante. Preferiblemente, la pasta tiene un tamaño de partícula máximo (de los ingredientes de la segunda fase, principalmente el fundente) no substancialmente mayor de aproximadamente cuarenta (40) micras, siendo una mayoría de las partículas inferiores a aproximadamente diez (10) micras, tal como se determina mediante un calibrador de finura de molienda.

10 Para la mayoría de los fines prácticos, de acuerdo con los conceptos de la presente invención, el enfriamiento tiene lugar a una velocidad media de por lo menos 1,7°C por minuto.

15 En una realización preferida de la presente invención, el enfriamiento se realiza en una zona de enfriamiento que tiene una superficie de cambio de calor indirectamente enfriada, con un raspado continuo de la capa enfriada desde dicha superficie. Sin embargo, el enfriamiento se realiza con la menor agitación mecánica posible.

20 Después del enfriamiento de choque, se obtiene un vehículo que tiene una consistencia espesa y cremosa, y una segunda etapa cristalina de un tamaño de partícula muy fino, que lo hace adecuado para combinarlo con una suspensión

5 sión de polvo metálico de tamaño de partícula fino. En el momento de la adición del polvo metálico, pueden introducirse también en el vehículo otros aditivos de un tamaño de partícula fino, por ejemplo, una composición activadora del fundente, finamente molida.

10 La viscosidad del producto en pasta final es la necesaria para la distribución conveniente en un equipo distribuidor de orificio fino. Para la mayoría de las aplicaciones, de acuerdo con los conceptos de la presente invención, la viscosidad se encuentra entre 30.000 y 500.000 centipoises, preferiblemente entre 80.000 y 200.000 centipoises (medidos a 25,56°C con un viscosímetro Brookfield, modelo número RVF, utilizando un husillo del número 7, a 20 revoluciones por minuto), dependiendo de los ingredientes y proporciones particulares empleados. Las proporciones son las necesarias para conseguir una viscosidad dentro de estos márgenes.

15 Se encontró que empleando un enfriamiento de choque, la viscosidad deseada permanecía substancialmente constante durante el almacenamiento, durante un periodo de 6 meses o mayor, dentro de un 15% de la deseada (en términos de centipoises). Además, se encontró que el vehículo y/o la pasta eran excepcionalmente estables, porque no tenía lugar ninguna separación de fase visible durante un periodo de almacenamiento de 6 meses.

25 La invención y sus ventajas resultarán evidentes por consideración de la siguiente memoria, con referencia al dibujo que se acompaña y ejemplos que siguen, en el cual:

La figura 1 es un diagrama de procesos que ilus

tra el procedimiento de la presente invención; y

la figura 2 es una vista en alzado en sección de un recipiente mezclador para la práctica del procedimiento de la figura 1.

5 Haciendo referencia a la figura 1, la presente invención comprende, preferiblemente, introducir disolvente, agente fundente y aditivos especializados, que componen el componente de vehículo de la pasta de unión, en un recipiente mezclador adecuado, y calentar los mismos hasta una temperatura elevada, y mantener los mismos a esta temperatura, con acción mezcladora, hasta que los aditivos especializados y el agente fundente están completamente disueltos o disueltos substancialmente por completo, en el disolvente del vehículo. Después de esto, los componentes del vehículo se someten a condiciones de enfriamiento de choque para reducir la temperatura del vehículo a menos de 32°C preferiblemente. Durante el enfriamiento de choque, el agente fundente y, quizá ciertos aditivos especializados, precipitan del disolvente para dejar una consistencia de pasta cremosa. En este momento, se introducen en el vehículo el polvo metálico fino y, opcionalmente, otros aditivos de un tamaño de partícula fino, y se mezclan con dicho vehículo, durante un período de tiempo suficiente para obtener una mezcla homogénea. El producto en pasta se retira seguidamente del recipiente mezclador. Dicho producto puede someterse o no a una clasificación y, finalmente, se envasa.

EJEMPLO 1

En este ejemplo se ilustra la preparación de una pasta de soldadura adecuada para aplicaciones de soldeo de

precisión. Se emplearon los siguientes ingredientes de vehículo:

	<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje</u>
5	Colofonia	55
	Carbowax 6000 (marca registrada, Union Carbide)	10
	Cera de ozoquerita	4
	Dietilcarbitol	13
10	N-metil-2-pirrolidona	18
	Total	100

Esta formulación de pasta es caracterizable como no corrosiva, teniendo solamente una suave acción fundente.

15 El único agente fundente utilizado fue la colofonia. El dietilcarbitol y la N-metil-2-pirrolidona actúan como co-disolventes para la formulación de vehículo. Estos son ingredientes no tóxicos, tienen presiones de vapor relativamente altas, tales que no se evaporan fácilmente, y proporcionan un vehículo fundente de consistencia similar a los ungüentos, en el cual precipita la colofonia por enfriamiento, para proporcionar un precipitado coloidal. El carbowax 20 6000 es un producto de la Union Carbide Corporation, y es polietilenoglicol, de peso molecular 6.000. Este compuesto funciona principalmente como agente tensioactivo. La cera 25 de ozoquerita es una cera mineral y funciona principalmente como agente espesante. La cera de ozoquerita particular empleada fue 77 W Flakes (marca registrada, Frank B. Ross Co., Inc.), que tenía un punto de fusión de 73 a 79°C y una penetración de 8, a 25°C, determinada mediante la utiliza-

ción de un penetrómetro de la Krebs Electronic Mfc. Co., que tenía divisiones de 1/10 mm, y un peso de 50 gramos (ensayo ASTM D 1321-65 ó 65-65).

La colofonia empleada en este ejemplo fue la Primarex 80, marca registrada de la Sylvachem Corporation. Este producto es una colofonia de aceite de resina, que tiene una composición típica de aproximadamente 87% de ácidos de la colofonia, 3,3% de ácidos grasos y 4,5% de material insaponificable. Las especificaciones típicas son:

10	Color, USDA, máximo	XA	(ASTM D 509)
	Indice de acidez, mínimo	165	(ASTM D 465)
	Punto de reblandecimiento, mínimo	73°C	(ASTM E 28)
15	Indice de saponificación	179	(ASTM D 464)

Haciendo referencia a la figura 2, la preparación de la pasta se realizó por introducción del disolvente, agente fundente y aditivos especializados en el recipiente 12, a través de la lumbrera de carga 14. Se introdujo vapor de agua, a una presión de 1,05 kg/cm², en la camisa 16 del recipiente, a través de la entrada 18, y la totalidad de la mezcla se calentó hasta una temperatura de unos 88 a 93°C. Se tuvo la precaución durante la etapa de calentamiento de asegurarse de que la temperatura no sobrepasará los 96°C aproximadamente.

Durante la etapa de calentamiento, se sometieron los ingredientes del vehículo a un mezclado continuo, empleando un mezclador de rodete 20, de alta velocidad, y una rasqueta 22. Inicialmente, durante la etapa de calenta

miento, solamente se empleó la rasqueta, a unas 27 revoluciones por minuto. Después de unos 12 minutos de mezclado con la rasqueta 22, se hizo girar el mezclador de rodete 20, de alta velocidad, a unas 650 revoluciones por minuto, y se continuó el mezclado durante otros 13 minutos más. Esto proporcionó un tiempo total de calentamiento y mezclado de unos 25 minutos, al cabo de los cuales todos los componentes se habían disuelto en el disolvente del vehículo, para producir una solución transparente.

En este ejemplo particular, el recipiente mezclador era uno que había sido fabricado por Big H Equipment Corporation. Se hace referencia a él como a un mezclador de cuba concéntrica, modelo número HCS-2, que tiene una capacidad de unos 57 litros. El rodete 20 y la hoja de rasqueta 22 están montados sobre ejes concéntricos independientes 24 y 26, respectivamente, y son accionados independientemente mediante montajes independientes de motor y de transmisión, no mostrados. La rasqueta es esencialmente un elemento en forma de U, que se extiende contiguamente a las paredes laterales del recipiente y de un lado a otro del fondo del recipiente. Las hojas de la rasqueta son de un polímero sintético, por ejemplo, nylon o politetrafluoretileno (resistente a los disolventes comerciales comunes). Se emplearon cuatro hojas, las hojas 28 y 30 que estaban en contacto con las paredes laterales del recipiente, y las hojas 32 y 34 separadas, en contacto con la pared del fondo del recipiente.

Aunque los tiempos de calentamiento y mezclado pueden variar dependiendo de la composición del vehículo, los tiempos representativos son de 20 a 40 minutos para el

calentamiento (para evitar la carbonización) y de 5 a 15 minutos para el mezclado a temperatura elevada, a fin de evitar la evaporación del disolvente y la degradación de los ingredientes.

5 La rasqueta 22 y el mezclador de rodete 20 pueden hacerse girar a velocidades variables, por ejemplo, desde aproximadamente 15 a 50 revoluciones por minuto para la rasqueta, y desde aproximadamente 550 a 750 revoluciones por minuto para el rodete de alta velocidad.

10 La temperatura de calentamiento, a la cual se calientan los ingredientes del vehículo, puede variar también dentro de un amplio margen, que depende de los ingredientes y proporciones particulares seleccionados. Hablando en términos generales, el calentamiento se realiza a una temperatura de unos 82 a unos 127°C. Una temperatura de calentamiento demasiado baja dificulta la disolución del fundente y de los ingredientes aditivos en el disolvente, y la consecución de un tamaño de partícula apropiado por enfriamiento. El sobrecalentamiento tiende a provocar la degradación química, la descomposición y las pérdidas de evaporación.

15 Una vez completado el mezclado y el calentamiento, se desplazó la válvula 36 del vapor de agua hasta una posición de cerrada, interrumpiendo el flujo de vapor de agua a la camisa del recipiente, y se abrió la válvula 38 del agua, que introducía agua (a una temperatura aproximadamente ambiente de unos 21°) en la camisa. Se interrumpió la rotación del rodete 20 de alta velocidad, y se continuó el mezclado con la rasqueta 22, todavía a unas 27 revoluciones por minuto. Se mantuvo la velocidad de enfriamiento a unos 1,7°C por minuto como promedio, hasta que toda la

mezcla se volvió opaca y la temperatura del vehículo era de unos 27°C.

Se entiende que durante el enfriamiento, los períodos de temperatura descendente estarán interrumpidos por períodos de temperatura bastante constante, cuando tiene lugar la precipitación de ciertos componentes del vehículo. La velocidad de enfriamiento de por lo menos 1,7°C por minuto, se refiere a la caída media de temperatura en el ciclo de enfriamiento.

En este ejemplo particular, el enfriamiento tuvo lugar en unos 30 minutos.

La temperatura final hasta la cual se enfrían los ingredientes del vehículo, es esencial y debe ser aquella temperatura que inhibe cualquier reacción importante entre el polvo metálico y los constituyentes ácidos del vehículo. Hablando en términos generales, la temperatura final será inferior a unos 32°C. Por debajo de unos 7°C, el vehículo se vuelve demasiado viscoso para un mezclado óptimo del polvo metálico con el vehículo. Después del enfriamiento del vehículo, se determina el tamaño de partícula de la pasta de vehículo, empleando un calibrador de finura de molienda, similar a un calibrador Hegman, identificable como el modelo GR-6409 de los Gardner Laboratories, que tiene una escala de 0 a 180 micras. Se comprobó que el tamaño de partícula era inferior a 40 micras, teniendo una mayoría de las partículas un tamaño de partícula inferior a 10 micras. La viscosidad a 25,56°C, era de 35.000 a 60.000 centipoises*.

* Determinada con un viscosímetro Brookfield (supra).

Una vez completado el enfriamiento, se introdujo

polvo metálico en el recipiente, por la lumbrera de carga 14, y se continuó el mezclado, empleando la rasqueta, todavía a unas 27 revoluciones por minuto, durante 45 minutos más. Durante las etapas de enfriamiento y de mezclado, es importante una agitación suave. El enfriamiento y el mezclado se realizan con la menor agitación mecánica posible. El metal se introdujo en el recipiente, en la proporción de aproximadamente un 80% de polvo metálico y aproximadamente un 20% de vehículo. El polvo metálico empleado fue un polvo de soldadura 60/40 (que tenía 60% de plomo y 40% de estaño), y era de un tamaño de partícula que le permitía pasar a través de un tamiz Tyler de malla 200 (aproximadamente 75 micras). Después de mezclar el polvo metálico, se comprobó que la pasta de soldadura tenía un tamaño de partícula inferior a unas 75 micras, empleando un calibrador de finura de molienda, teniendo la mayor parte de la pasta un tamaño de partícula inferior a unas 65 micras.

El producto de pasta de soldadura final se sometió seguidamente a una clasificación granulométrica a través de un tamiz de abertura de malla 0,841 mm, aunque esta etapa no es necesaria, y se envasó. El producto era fácilmente distribuible mediante el empleo de un equipo distribuidor automático, que tenía un tamaño de orificio de aproximadamente 1,27 a 0,254 mm, y era adecuado para utilizarlo con técnicas de soldeo de precisión, por ejemplo, en la fabricación de componentes electrónicos y de joyería. El producto tenía una viscosidad de 35.000 a 65.000 centipoises (supra) y mostraba, también una buena estabilidad de la suspensión y de la viscosidad, tal como se ha definido arriba. La pasta soldaba bien sobre cobre o latón, sin que sal

picara bajo la acción de la llama directa.

La presente invención es adecuada para la fabricación de pastas para soldadura fuerte y para infiltración, además de para pastas para soldadura blanda. A este respecto, el componente de polvo metálico puede ser cualquier metal, óxido o aleación, que en las condiciones de temperatura y/o atmósfera que reinan durante la operación de unión, sea capaz de unirse mecánicamente o fundirse con un substrato o substratos de metal, óxido o aleación, a los cuales es aplicado. A modo de ejemplo, aquel puede ser cualquiera de los materiales de unión usuales, tales como polvos de aleación para soldadura blanda (mezclas de polvo de plomo y estaño), mezclas de polvo de zinc y estaño para unir aluminio, polvo de cobre, polvo de cobre y de óxido de cobre, polvo de cobre y de cobre fosforoso y polvo de plata.

Los tamaños de partícula de los polvos metálicos empleados, depende de la aplicación y, en particular, del equipo de distribución utilizado. En el caso de las pastas de soldadura, utilizando polvos de aleación blanda de plomo y estaño, el tamaño de partícula debe ser inferior a abertura de malla 0,149 mm. Para la distribución en un equipo de un tamaño de orificio de 1,27 a 0,254 mm, el polvo metálico pasa preferiblemente a través de un tamiz de abertura de malla 0,044 mm.

Los disolventes que pueden emplearse en el procedimiento de la presente invención, son aquellos compuestos orgánicos, normalmente líquidos, tradicionalmente utilizados para la preparación de pastas de unión. Es esencial que el disolvente no sea volátil a la elevada temperatura empleada para el mezclado de los componentes del vehículo de

la pasta, y que dicho disolvente sea uno en el cual los in
gredientes de la segunda fase (principalmente el fundente)
no sean solubles a la temperatura ambiente. Ejemplos de di
solventes adecuados son: monocleato de éter dihidroxidietíli
5 co; Pluronic L-61 (derivado polioxialcoholénico del pro-
pilenglicol, marca registrada, Wyandot Chemical); éter di
hidroxi-dietílico; 1,2-dihidroxiopropano; éter dietílico de
dietilenglicol; 1,2-etanodiol; isopropanol; agua; gliceri-
na; metoxipolietilenglicoles; acetato de éter monobutílico
10 de etilenglicol; éter monohexílico de etilenglicol; aceites
minerales ligeros; gasolina; queroseno; éter monohexílico
de dietilenglicol; metil-etil-cetona y dimetil-benceno. Se
obtuvieron resultados particularmente eficaces, utilizando
una cetona, tal como N-metil-2-pirrolidona. Este disolven
15 te tiene un alto punto de ebullición y es miscible con nu
merosos codisolventes polares y no polares. Otras de tales
cetonas adecuadas son: N-vinil-2-pirrolidona, N-betahidroxi-
-etilpirrolidona y 1-etil-2-pirrolidinona.

El ingrediente fundente puede ser cualquier fun-
20 dente orgánico o inorgánico empleado tradicionalmente en
las pastas de unión, siendo fundentes preferidos la colofonia
o la beta-alanina. Otros fundentes adecuados son los
ácidos carboxílicos monobásicos, tales como ácido cáprico
y ácido láurico; los ácidos carboxílicos dibásicos, tales
25 como ácido adípico y ácido fumárico; los ácidos carboxíli-
cos tribásicos, tales como ácido cítrico; los ácidos aromá-
ticos, tales como ácido benzoico y ácido isoftálico; ácido
málico; diestearato de polialcoholglicol; derivados de ami
nas, tales como dibromhidrato de hidrazina, urea, diclorhi-
30 drato de hidrazina, bromhidrato de monoetanolamina, trieta

nolamina, dimetilformamida y bromhidrato de trietilamina; y fundentes inorgánicos, tales como ácido bórico, cloruro amónico, cloruro de amonio y zinc y fluoborato potásico. Estos deben ser solubles, en las proporciones tradicionalmente empleadas, en el disolvente, a una temperatura elevada, y no deben ser solubles a la temperatura ambiente.

Los aditivos particulares empleados, dependen de la aplicación o uso de la pasta de unión. Como en el caso del fundente, estos deben también ser solubles en el disolvente a una temperatura elevada, y no deben ser solubles a la temperatura ambiente. Los aditivos típicos son uno o más agentes tensioactivos, agentes espesantes, detergentes, activadores y agentes desespumantes.

Los aditivos particulares utilizados no son esenciales para la práctica de la presente invención, y se ajustan a la tecnología conocida. Los agentes tensioactivos incluyen alcanolamidas grasas y nonilfenoxipoli(etilenoxi)etanol. Un agente tensioactivo preferido es el Carbowax 6000, un polietilenglicol de un peso molecular de 6.000, vendido por la Unión Carbide. Los agentes espesantes adecuados son hidroxietilcelulosa, metocelulosa y goma xantham. Un agente espesante preferido es la cera de ozoquerita, siendo una de tales ceras la 77 W Flakes, mencionada arriba, fabricada por Frank B. Ross Company. La cera es totalmente saturada y es excepcionalmente estable a la oxidación.

En cuanto a la selección de componentes utilizada, las proporciones empleadas dependen del uso final o aplicación. El componente de polvo metálico está presente, normalmente, en el margen del 50 al 90%, y el vehículo está presente en el margen de aproximadamente 10 a 50%. La

cantidad de disolvente en el vehículo es la necesaria para obtener una solución transparente o substancialmente transparente, a la temperatura de mezclado seleccionada y, está dictada, también, por la viscosidad del producto final deseado.

5

EJEMPLO 2

Este ejemplo ilustra la preparación de una pasta de soldadura, que tiene una actividad fundente relativamente intensa. Es utilizable para el soldeo de metales fabricados, por ejemplo, en la industria de automoción, y para el soldeo en joyería.

10

	<u>Ingrediente</u>	<u>Porcentaje</u>
15	<u>Ingredientes fundentes</u>	
	Acido adípico	14
	Urea	14
	Diestearato de polialcoholglicol (Peg 6000 DS, marca registrada, Unión Carbide)	3
20	<u>Disolventes</u>	
	Monooleato de éter dihidroxi-dietílico (Peg 400 M.O., marca registrada, Unión Carbide)	40
25	Derivado polioxialcoholénico de propilenglicol (Pluronic L-61, marca registrada, Wyandot Chemical)	18
	N-metil-2-pirrolidona	1
	<u>Activador</u>	
30 26059	Beta-alanina	2,5 %)

Bromhidrato de trietilamina	2,5 %	}	10
N-metil-2-pirrolidona	5,0 %		
Total			100 %

5 En este ejemplo, se empleó en general el mismo método que en el Ejemplo 1, a excepción de que la formulación activadora fue molida por separado hasta un tamaño de partícula fino, y fue añadida al vehículo enfriado de otros ingredientes fundentes y disolventes, después del enfriamiento, por ejemplo, con adición de metal. La molienda fina de la formulación activadora fue realizada por molienda en húmedo, utilizando una cantidad de la N-metil-2-pirrolidona como disolvente, hasta un tamaño de partícula aproximadamente igual que el del metal, por ejemplo, aproximadamente inferior a 85 micras, determinado con un calibrador de finura de molienda, Como en el caso del metal, este tamaño de partícula estaba dictado por el tamaño del orificio del equipo distribuidor automático. En contraste, la formulación de disolvente/fundente se enfrió a una velocidad lo suficientemente rápida para obtener un tamaño de partícula inferior a unas 30 micras (determinado con un calibrador de finura de molienda), a fin de obtener una estabilidad de la viscosidad y una estabilidad de la suspensión satisfactorias. Se comprobó que la viscosidad del vehículo era de 30.000 a 40.000 centipoises, determinada a 25,56°C, con un viscosímetro Brookfield, mencionado arriba.

El vehículo, incluido el activador, se mezcló con polvo de aleación de plomo-estaño (60/40), en la proporción de un 80% de polvo metálico y un 20% de vehículo, para la preparación del producto en pasta final.

Los datos específicos sobre el método empleado fueron los siguientes:

	Temperatura de calentamiento del vehículo	104°C
5	Tiempo de calentamiento	15 a 25 minutos
	Tiempo de mezclado adicional	25 minutos
	Tiempo de enfriamiento	unos 20 minutos
	Temperatura final de enfriamiento	32°C.
	Mezclado con activador	10 minutos.

10 El mezclador de rodete 20, de alta velocidad, se utilizó durante el calentamiento y mezclado iniciales, a unas 650 revoluciones por minuto, y durante aproximadamente los primeros 5 minutos del ciclo de enfriamiento, después de lo cual se realizó el mezclado utilizando la rasqueta

15 22, a unas 27 revoluciones por minuto. La rasqueta se utilizó durante el ciclo de elaboración.

En este ejemplo, el activador y el metal pueden ser mezclados con el vehículo en cualquier momento; los dos

20 juntos o por separado. En todos los casos, es posible preparar el vehículo de la pasta y almacenar el mismo durante períodos de tiempo substanciales, antes de mezclarlo con el metal y/o activador. Desde luego, se entiende que otros ingredientes aditivos cristalinos o normalmente sólidos, distintos del activador, pueden ser mezclados con el vehícu-

25 lo de la pasta, después de la preparación del mismo.

En los ejemplos anteriores, se empleó una elaboración discontinua. La presente invención tiende también por sí misma a una elaboración continua. Esta se realiza mezclando los componentes del vehículo, a una temperatura elevada, en un recipiente mezclador, empleando preferible-

mente un intercambio de calor indirecto y, seguidamente, haciendo pasar de modo continuo el producto fluido a un cambiador de calor indirecto y continuo, que puede ser un refrigerante del tipo de contracorriente o de corrientes del mismo sentido, que comprende un recipiente o una serie de recipientes, a través de los cuales se hace pasar un refrigerante alrededor del recipiente interior o de la serie de ellos, que contienen el producto fluido. En el interior del recipiente o de la serie de éstos, se disponen rasquetas giratorias, para evitar la acumulación de producto enfriado sobre las paredes del recipiente. Sin embargo, aquí también es deseable una agitación mecánica mínima. Sin embargo, el enfriamiento de choque se efectúa para reducir la temperatura del vehículo a la necesaria para inhibir una reacción importante del polvo metálico con los constituyentes ácidos del vehículo. El producto enfriado se traslada continuamente, desde el refrigerante, por medio de una bomba Moyno o de una bomba similar de desplazamiento positivo, hasta un recipiente mezclador, en el que, empleando técnicas de mezclado tradicionales, se mezcla el polvo metálico con la pasta del vehículo.

En lugar de enfriar mediante intercambio indirecto de calor, es posible enfriar bruscamente de otras maneras, por ejemplo, empleando un polvo metálico que ha sido sobreenfriado hasta una temperatura suficientemente baja para efectuar el enfriamiento brusco o de choque. La temperatura del polvo metálico debe ser lo suficientemente baja para evitar una exposición indebida o excesiva del metal a la acción del vehículo caliente. Como la proporción en peso de polvo metálico a vehículo es del orden de 4 a 1,

5 se puede efectuar con facilidad el enfriamiento mediante polvo metálico sobreenfriado. Desde luego, puede utilizarse el enfriamiento por intercambio directo de calor con metal sobreenfriado, en combinación con el enfriamiento indirecto, para efectuar el enfriamiento de choque. Hablando en términos generales, cuanto más rápido sea el enfriamiento, mejor.

10 Es esencial que la temperatura final del polvo metálico inhiba cualquier reacción importante del polvo metálico con los constituyentes ácidos del vehículo. Dicha temperatura final puede aumentarse algo, disponiendo una capa protectora sobre el polvo metálico, y se entiende que esto se encuentra dentro del alcance de la presente invención. Por ejemplo, puede dotarse al polvo metálico de una capa de 15 cera protectora, empleando una cera que tenga un punto de fusión más alto que la temperatura elevada empleada para mezclar los ingredientes del vehículo, pero que, al mismo tiempo, sea fácilmente dispersada dicha cera a las temperaturas de soldeo.

20 Por lo tanto, de los ejemplos precedentes resulta evidente un amplio aspecto de esta invención para la preparación de pastas de partículas metálicas, y ésta implica disolver un agente formador de partículas, en un vehículo a temperatura elevada, enfriar el vehículo, usualmente hasta una consistencia pastosa, mientras se precipita también, 25 por lo menos una parte del agente formador de partículas, en forma de sólidos (tal como cristales) en el vehículo, dispersar en él las partículas metálicas, cuando es seguro que la temperatura del vehículo es suficientemente baja para evitar su reacción superficial substancial, y recoger la

pasta producto resultante a una temperatura que inhibe una reacción mutua apreciable de sus componentes.

La consistencia de la pasta producto puede regularse mediante el efecto de gelificación de uno o más componentes de ella, distintos de los agentes formadores de partículas precipitados y de las partículas metálicas, por ejemplo, agentes espesantes celulósicos, tales como carboxi metilcelulosa, jabones amínicos o amónicos o metálicos, y similares. Estos pueden estar disueltos o en dispersión coloidal en el vehículo. Puede obtenerse un control adicional de la consistencia mediante el tamaño y la concentración de las partículas precipitadas en el vehículo. Tales agentes formadores de partículas pueden ser, por ejemplo, un fundente, tal como colofonia, o substancialmente inertes, tales como una cera, y otros numerosos ingredientes comunes. La rapidez del enfriamiento del vehículo ejerce un control sobre el tamaño del precipitado, de tal manera que cuanto más rápido es el enfriamiento, más fino es dicho precipitado y cuanto más disminuye el tamaño y aumenta la concentración de tales partículas, más alta es la consistencia.

Las propias partículas metálicas pueden ser tratadas, por ejemplo, con agentes de quelación y/o con agentes tensioactivos, pudiendo ser también utilizadas para ajustar la consistencia, es decir, controlando la concentración de tales partículas en la pasta, su tamaño de partícula y/o la diversidad de las configuraciones de las partículas metálicas, incluyendo estas configuraciones las partículas metálicas fraccionadas, las partículas formadas por finos aglomerados (incluso trabados), incluidos aquellos aglomerados con fundentes tales como boratos, o con materiales refracta

rios, tales como sílice, estando unas molidas en molino de rodillos o en forma de copos, siendo otras esferoidales, otras aciculares y/u otras de forma geométrica esencialmente regular, tal como cúbica. Diversas mezclas de estas diversas configuraciones y diversos tamaños, pueden proporcionar una consistencia más suave, más plástica, más atractiva, para una carga bastante alta (que se aproxima al 40-50% en volumen o incluso superior), que si tales partículas metálicas son pequeñas y de configuración comparativamente uniforme. Todas las partículas deben ser lo suficientemente finas para poderse distribuir a través de orificios de la manera que sea necesaria, y generalmente no deben ser más largas de unas 300 micras.

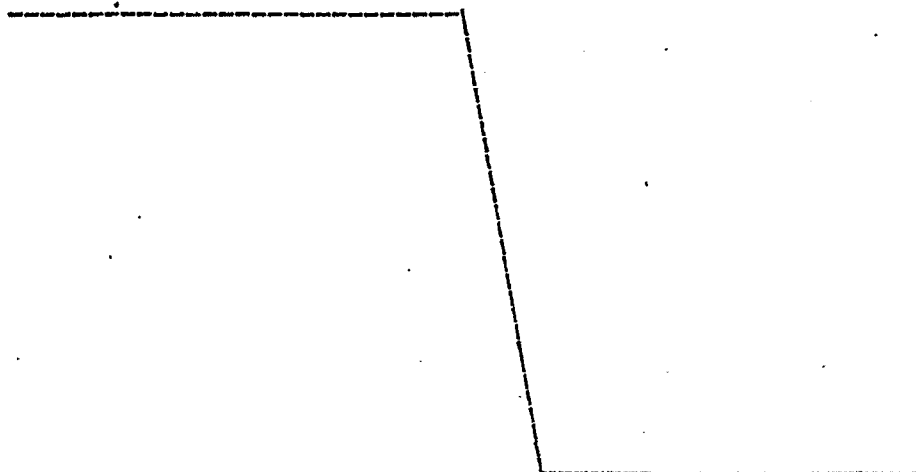
Debido a que lo que queda principalmente, después de que se efectúa una unión o una infiltración con piezas metálicas de substrato, o de que se infiltra un substrato poroso, es metal (y, ocasionalmente, algún ingrediente fundente en una concentración muy pequeña, si es que hay alguno), la fase continua o vehículo debe ser susceptible de desaparecer, es decir, debe ser capaz de vaporizarse, descomponerse y/o quemarse, en las condiciones de uso, por ejemplo, en un horno. Tales vehículos son hidrocarburos líquidos normales de un bajo índice de carbono Conradson, glicoles, glicoles alcoxilados y/o glicerina, espesada opcionalmente con polímeros hidrocarbonados, materiales celulósicos, llevando, además, agentes desespumantes, agentes tensioactivos y activadores, tales como N-metil-2-pirrolidona y bromhidrato de trietilamina. Las partículas precipitadas del agente formador de partículas, deben ser también, por lo tanto, susceptibles de desaparecer (a excepción del de

pósito de fundente, minúsculo o para ataque químico, que pueda quedar).

Por consiguiente, siguiendo los preceptos de esta invención, se pueden ejercer, conjunta o individualmente, diversos controles sobre la reología de la pasta, no solamente mediante la selección de los componentes químicos de la pasta, sino, también, controlando un surtido de configuraciones, tamaños de partícula y concentración. Las ventajas de esta invención con relación a las prácticas anteriores, incluyen la reproducibilidad del producto, el control de su aptitud para ser extendido y su aptitud para ser distribuido.

En la Figura 1 de los dibujos

- A = Disolvente
- B = Agente fundente
- C = Aditivo especializado
- D = Mezcla a temperatura elevada
- E = Enfriamiento brusco del vehículo a $< 29^{\circ}\text{C}$
- F = Metal en polvo
- G = Mezcla del vehículo y el metal en polvo
- H = Retirada del producto en forma de pasta.



REIVINDICACIONES

5

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

10

1ª. Un procedimiento para preparar una pasta de unión de metales, en particular adecuada para el soldeo de precisión con soldadura blanda y con soldadura fuerte, o para infiltración, caracterizado porque se prepara un vehículo de pasta, mezclando, a una temperatura elevada, ingredientes de la pasta, que incluyen disolvente, fundente y aditivos especializados; enfriar dicho vehículo y mezclar polvo metálico con él; teniendo lugar el mezclado sin una exposición importante del metal en polvo a la acción del vehículo a una temperatura elevada, y realizándose el enfriamiento hasta una temperatura que inhiba cualquier reacción importante del polvo metálico con el vehículo, así como en condiciones de enfriamiento de choque.

15

20

25

2ª. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1ª, caracterizado porque la temperatura elevada es lo suficientemente alta para disolver el fundente y los aditivos especializados, en dicho disolvente.

3ª. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizado porque el enfriamiento tiene lugar a una velocidad suficiente para obtener una suspensión de un tamaño de partícula fino, en la cual el tama

ño de partícula máximo de los ingredientes de la segunda fase no es substancialmente mayor de aproximadamente 40 micras.

5 4ª. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1ª, 2ª o 3ª, caracterizado porque una mayoría de las partículas es inferior a unas 10 micras, tal como se determina mediante un calibrador de finura de molienda.

10 5ª. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho enfriamiento tiene lugar a la velocidad de por lo menos 1,7°C aproximadamente, por minuto.

15 6ª. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho enfriamiento tiene lugar hasta una temperatura inferior a unos 32°C.

7ª. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicha temperatura elevada se encuentra en el margen de aproximadamente 82 a aproximadamente 127°C.

20 8ª. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho enfriamiento se realiza en una zona de enfriamiento que tiene una superficie de intercambio de calor, enfriada indirectamente, con raspado continuo de la capa enfriada desde dicha superficie.

25

9ª. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho disolvente está seleccionado de entre: N-metil-2-pirrolidona, N-vinil-2-pirrolidona, N-beta-hidroxi-etil-pirrolidona, 1-etil-2-pirrolidinona, monooleato de éter di

hidroxidietílico, derivado polioxialcoholilénico de propilenglicol, éter dihidroxidietílico, 1,2-dihidroxiopropano, glicerina, éter dietílico de dietilenglicol, isopropanol, agua y mezclas de los anteriores.

5 10a. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho fundente es un compuesto seleccionado de entre : colofonia, beta-alanina, ácidos orgánicos monobásicos, ácidos orgánicos dibásicos, ácidos orgánicos tribásicos, ácidos aromáticos, diestearato de polialcoholglicol, derivados orgánicos amínicos, ácido bórico y halogenuros de amonio inorgánico, de zinc, de sodio o de potasio.

10 11a. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicha pasta de unión es una pasta de soldadura que comprende un polvo de soldadura de estaño-plomo, N-metil-2-pirrolidona, colofonia, un agente espesante y un agente tensioactivo.

15 12a. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho polvo metálico y dicho vehículo se emplean en las proporciones de aproximadamente 50 a 90% de polvo metálico y 10 a 50% de vehículo.

20 13a. Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque incluye, además, el mezclado de un aditivo de un tamaño de partícula fino, con el vehículo de enfriamiento, además del polvo metálico.

25 14a. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 13a, caracterizado porque dicho aditivo es una for

mulación activadora fundente.

5 15ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivin-
dicación 1ª, caracterizado por disolver un agente formador
de partículas, susceptible de desaparecer, en dicho vehícu-
lo y a una temperatura elevada, siendo dicha temperatura
suficiente para hacer fluida la mezcla, enfriar dicho vehí-
culo en condiciones que hagan precipitar partículas en di-
cho vehículo, dispersar dichas partículas metálicas en di-
cho vehículo en condiciones que excluyan una exposición im-
10 portante de dichas partículas metálicas a la acción del ve-
hículo caliente, y recoger la pasta producto resultante, a
una temperatura suficientemente baja para que sea inhibi-
da cualquier reacción substancial entre sus componentes,
regulándose la consistencia de dicha pasta producto, me-
15 diante: (i) el efecto de gelificación de componentes de la
pasta distintos de dichas partículas precipitadas y de di-
chas partículas metálicas dispersadas en dicho vehículo, y
(ii) el ajuste de por lo menos uno de los siguientes pará-
metros: (a) concentración del agente formador de partículas
20 precipitado, (b) tamaño de partícula del agente formador de
partículas precipitado, (c) concentración de dichas partí-
culas metálicas, (d) tamaño de partícula de dichas partícu-
las metálicas, y (e) diversidad de las configuraciones de
las partículas metálicas.

25 16ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivin-
dicación 15ª, caracterizado porque dicha consistencia se
regula mediante dicho efecto de gelificación y dichos pará-
metros (a) y (b), y mediante el ajuste de por lo menos uno
de los parámetros (c), (d) y (e).

30 17ª.- Un procedimiento para preparar una pasta

de unión de metales.

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.

5

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

Madrid, 01.FEB.1980

P.A.

Fernando de Elizabete
Por Poder.



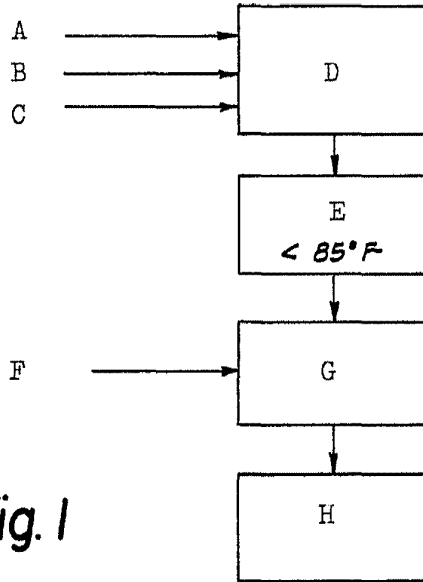


Fig. 1

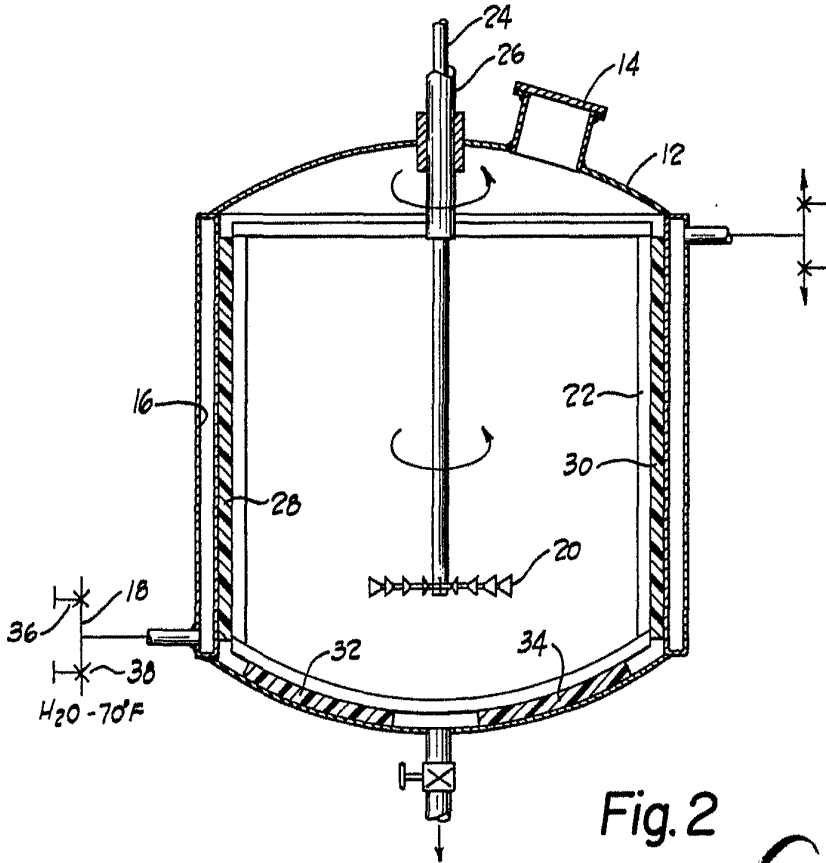


Fig. 2