



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 269 912**

51 Int. Cl.:

**B23K 1/20** (2006.01)

**B23K 35/00** (2006.01)

**B81B 7/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **03090047 .6**

86 Fecha de presentación : **25.02.2003**

87 Número de publicación de la solicitud: **1415748**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **06.05.2004**

54

Título: **Procedimiento para la unión y la fabricación de componentes de microestructuras y láminas microestructuradas aptas para componentes de microestructuras.**

30

Prioridad: **01.11.2002 DE 102 51 658**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**01.04.2007**

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**01.04.2007**

73

Titular/es: **ATOTECH Deutschland GmbH**  
**Erasmusstrasse 20**  
**10553 Berlin, DE**

72

Inventor/es: **Meyer, Heinrich;**  
**Crämer, Konrad;**  
**Kurtz, Olaf;**  
**Herber, Ralph;**  
**Friz, Wolfgang;**  
**Schwiekendick, Carsten;**  
**Ringtunatus, Oliver y**  
**Madry, Christian**

74

Agente: **Isern Jara, Jorge**

ES 2 269 912 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la unión y la fabricación de componentes de microestructuras y láminas microestructuradas aptas para componentes de microestructuras.

El presente invento hace referencia a un procedimiento para unir láminas de componentes microestructuradas hechas de metal, especialmente de aluminio y/o aleaciones de aluminio, cobre/aleaciones de cobre y/o aceros nobles, y componentes de microestructuras que comprendan una pila de láminas microestructuradas unidas entre sí y formadas por metales y/o aleaciones metálicas, especialmente de aluminio y/o aleaciones de aluminio, cobre y/o aleaciones de cobre y/o aceros nobles.

Los componentes de microestructuras, como son los microrreactores, los micromezcladores o los microintercambiadores térmicos, ya se emplean en la ingeniería química de procesos, en la investigación y en proyectos de desarrollo, y los primeros procesos industriales son ya una realidad. Por ejemplo, la empresa Clariant/Suiza en colaboración con la empresa CPC/Alemania ha puesto en marcha unas instalaciones piloto para la fabricación de dos azopigmentos comerciales y ha realizado pruebas del procedimiento aplicado de forma continua. El resultado de este procedimiento ha sido la obtención de hasta un 149% más de intensidad cromática, unas partículas más brillantes y transparentes, etc. (*CHEmanager*, 5/2002). El estudio PAMIR ("PAMIR: Potential and Applications of Microreaction Technology - A Market Survey", Institut für Mikrotechnik Mainz GmbH y YOLE Development; 2002) ofrece una visión general con respecto al potencial de la tecnología de microestructuras y las aplicaciones industriales actuales de dicha tecnología. Se incluye más información sobre proyectos de investigación y desarrollo, por ejemplo, en Ehrfeld y otros, *Microreactors*, Wiley-VCH, 2000 y en las actas de la conferencia "Microreaction Technology" (IMRET, ediciones de la 1 a la 6, años de 1997 a 2002) celebrada anualmente desde el año 1997.

En comparación con los reactores y los intercambiadores térmicos tradicionales, los componentes de microestructuras destacan por las siguientes ventajas: 1. Comportamiento prácticamente isotérmico; 2. Relación elevada entre superficie y volumen; 3. Una mejor transferencia térmica en relación con las dimensiones, es decir, intercambiadores térmicos extremadamente compactos y con un elevado rendimiento para las más diversas aplicaciones, por ejemplo, para celdas de combustible, climatizadores para automóviles y aviones o refrigeradores para componentes electrónicos con una elevada producción de calor; 4. Modo de construcción altamente compacto; 5. Elevada integración del sistema; 6. Controles de proceso mejorados; 7. Estándar de seguridad muy elevado incluso ante reacciones exotérmicas bruscas; 8. Más ecológico.

Los componentes de microestructuras generalmente constan de una pila de láminas metálicas delgadas que se caracterizan por su estructura refinada. Mediante la unión de las láminas estructuradas se forman componentes con canales muy finos con un perfil normalmente inferior a 1 mm<sup>2</sup>. Las láminas pueden estructurarse empleando corrosión seca, corrosión química profunda en húmedo o micromecanizado mecánico.

Como norma general las láminas estructuradas están provistas de una placa base y una placa protectora y se unen entre sí para formar una pieza compacta. Utilizando dicha construcción se pueden conseguir unas prestaciones máximas de intercambio térmico con un volumen muy reducido, a la vez que se pueden determinar las condiciones de flujo de la pieza y conseguir unas propiedades prácticamente isotérmicas en el interior de los microcanales.

Debido a las técnicas de mecanizado que se describirán a continuación, los microrreactores, microintercambiadores térmicos y micromezcladores se presentan en su mayor parte fabricados con aceros nobles especiales. Con estas técnicas de mecanizado, no se ha podido hacer llegar los componentes de microestructuras a amplios campos de aplicación. Esto se debe, por un lado, a la imposibilidad de conseguir una producción en masa o de grandes series que sea rentable y a la dificultad para alcanzar elevados números de piezas si no es con una inversión importante, y por otro, a la necesidad de que el proceso de fabricación cumpla con los siguientes requisitos técnicos: 1. Estanqueidad, tanto entre los microcanales de flujo como con el exterior; 2. Estabilidad y resistencia a la presión; 3. Resistencia a la corrosión frente a los medios empleados; 4. Resistencia a la temperatura; 5. Canales de flujo despejados definidos geométricamente, es decir, canales que queden libres de residuos derivados del proceso de fabricación.

Según el estado de la técnica actual, en la fabricación de microrreactores, micromezcladores y microintercambiadores de calor metálicos se emplea exclusivamente la soldadura por termodifusión como método de unión de las láminas metálicas apiladas. En esta técnica se suelda la pila compuesta por láminas microestructuradas independientes en alto vacío sometiendo a alta presión y altas temperaturas por interdifusión. La ventaja de este procedimiento consiste en el hecho de que se crean monolitos, es decir, núcleos de componentes de un material unitario. Para garantizar la interdifusión en modo suficiente, se exigen unos requisitos muy elevados de calidad de superficie (aspereza, pureza, exactitud de la forma/planaridad) a los componentes unidos por soldadura por termodifusión. Esto provoca restricciones en cuanto a la elección del material, unas condiciones de procesamiento costosas y el pretratamiento de los materiales. En el caso del aluminio y de sus aleaciones, este hecho es particularmente importante ya que la elevada afinidad con el oxígeno provoca la formación de capas de óxido incluso cuando se procesa en buenas condiciones de vacío. Hasta ahora, este problema genera altos índices de rechazos en la producción, de modo que el proceso de unión mencionado no es rentable para aplicaciones industriales. El proceso de alojamiento (formación de una junta de la carcasa incluyendo conexiones con el cuerpo del reactor) que naturalmente le sigue, generalmente por soldadura por haz de electrones, está sometido aún con mayor intensidad a esta reacción ya que las combinaciones de materiales en el interior del componente son muy difíciles y pueden producirse permeabilidades en las juntas de la soldadura por

## ES 2 269 912 T3

difusión del cuerpo del reactor en caso de desarrollarse temperaturas muy elevadas en puntos localizados. Así pues, las desventajas de la soldadura por termodifusión son los costosos pasos de fabricación que se mencionan a continuación: alto vacío, temperaturas de unión preferentes muy elevadas (~1.000°C), prolongados tiempos de tratamiento y procesamiento y limitaciones con respecto a los materiales básicos y las combinaciones de materiales. Los costes derivados de la fabricación de estos productos limitan en gran medida la utilización del método. Por ese motivo, en la actualidad los precios de los componentes creados de esta manera se sitúan en torno a unos centenares o millares de euros (por ejemplo, según la lista de precios del Institut für Mikrotechnik Mainz).

Los procedimientos de soldadura pueden tener el inconveniente de que la capa de unión esté formada por metales distintos de los de las láminas apiladas, pero ofrecen considerables ventajas desde el punto de vista económico. Aunque los procedimientos de soldadura se vienen recomendando como técnica de unión para la formación de componentes microestructurados, todavía no se ha conseguido aplicarlos a la fabricación industrial de microcomponentes puesto que las exigencias son muy elevadas: 1. Durante el proceso de fusión no debe entrar metal de aporte en los canales para impedir que estos se atasquen; 2. Debe trabajarse obligatoriamente sin fundente ya que pueden quedar residuos en la pieza que *a posteriori* son difíciles y costosos de eliminar; 3. La capa de metal de aporte debe ser muy delgada, homogénea, uniforme y carecer de errores debido a las reducidas dimensiones y a la complejidad de la estructura.

En Humpston (Humpston, G. J., Jacobson, D. M., *Principles of Soldering and Brazing*, 4 (2001), ASM Internacional, The Materials of Information Society, ISBN 0-87170-462-5) se describe con mayor detalle la unión por fase líquida transitoria. Se trata de un procedimiento de soldadura de fusión por difusión en el que se crean una o dos capas de metal de aporte entre las piezas que se van a unir y la junta se calienta a una temperatura superior al punto de fusión del material de aporte. Para posibilitar la interdifusión de los metales de aporte y de los materiales básicos, la junta se calienta durante un periodo de tiempo más prolongado. Si se emplean dos metales o aleaciones de aporte distintos, también pueden formarse aleaciones o un eutéctico de ambos metales. En la mayoría de los procesos de soldadura se utiliza cobre, plata u oro. Un ejemplo típico de aleación soldante para la aplicación del proceso de fusión por difusión es la aleación de cobre y zinc.

En la patente CH 690 029 A5 se describe una capa fundible compuesta por un mínimo de dos capas sobre un sustrato que se emplea particularmente para soldar. Los sustratos producidos pueden emplearse para unir por soldadura fuerte piezas de la caja de un reloj con estanqueidad a los líquidos y a los gases. Para fabricar la capa de metal de aporte se precipitan dos capas parciales por electrólisis. Las capas forman durante el proceso de soldadura un eutéctico que presenta un punto de fusión similar a la temperatura normal que se alcanza durante la soldadura, es decir, generalmente un punto de fusión superior a los 450°C e inferior a los 1.000°C. En la capa de metal de aporte se utilizan como componentes oro y níquel en una relación aproximada de 7:3 para la soldadura de oro blanco, acero inoxidable y titanio y aleaciones de titanio con alto contenido de este último metal. Otras combinaciones metálicas utilizables para la soldadura deberían contener, por ejemplo, manganeso y cobre o cobre y plata. En caso de que se aplique una capa de oro/níquel sobre acero noble, en primer lugar será conveniente precipitar una capa intermedia de oro sobre el sustrato.

Por otro lado, en la patente EP 0.212.878 A1 se describe un procedimiento para fabricar un intercambiador térmico en el que los canales de flujo del medio térmico están formados por placas de acero. Las placas de acero se sueldan entre sí por unión por difusión.

Como ya se ha mencionado, actualmente los componentes de microestructuras se fabrican y se presentan mayormente en acero noble por causas inherentes a la producción. Uno de los principales retos de la producción de componentes de microestructuras es la utilización de aluminio o aleaciones de aluminio, en especial en lo que respecta a la unión. Hasta el momento no se han podido fabricar componentes microestructurados de aluminio que satisficieran los requisitos técnicos mencionados más arriba. Por este motivo, aquí se pretende tratar el problema con mayor detalle.

La reducida densidad del aluminio (2,7 g/cm<sup>3</sup>) unida a sus propiedades de resistencia permite una estructura ligera óptima del material y la forma y, con ello, un ahorro sustancial en el peso. Esta reducción de masa de los componentes adquiere una especial importancia en campos como la industria automovilística o la tecnología aérea o aeroespacial. Aparte de combinar ligereza con alta resistencia, el aluminio se caracteriza por un fuerte carácter electropositivo y, en consecuencia, por una elevada afinidad con el oxígeno atmosférico. A diferencia del acero, que se oxida con facilidad, el aluminio es resistente al aire gracias a la formación de una fina capa de óxido continua, pues ésta evita un mayor ataque del oxígeno y, con ello, la corrosión.

Es precisamente esta capa protectora responsable de la alta resistencia del aluminio a la corrosión la que evita que se produzca una unión correcta de capas o piezas de aluminio en la fabricación de componentes de microestructuras o genera altas tasas de rechazos y, por ello, debe eliminarse obligatoriamente con anterioridad al proceso de unión. Para ello, se aplican durante la soldadura, por ejemplo, fundentes que se funden normalmente a temperaturas cercanas a los 570°C y que desprenden la capa de óxido del aluminio. Puesto que la aplicación de fundentes implica importantes inconvenientes (como, por ejemplo, contaminación, corrosión, reacciones no deseadas entre el fundente y, por ejemplo, los componentes de la aleación del material de base o costes extraordinarios), en la medida de lo posible es recomendable excluir esta posibilidad. Además, al emplear fundentes las superficies mayores muchas veces sólo quedan fijadas de forma insuficiente, ya que se pueden producir acumulaciones durante la soldadura por un proceso incompleto del fundente y ello provocar un aumento extremo de la probabilidad de corrosión. Por este motivo, se han desarrollado procedimientos en los que se suelda sin fundente. Sin embargo, todos estos procedimientos no han podido utilizarse con éxito en la fabricación de componentes microestructurados.

## ES 2 269 912 T3

Debido a la suma importancia del aluminio, actualmente se está trabajando en buscar una solución para el problema de la soldadura de componentes microestructurados de aluminio o aleaciones de aluminio.

5 En general, la soldadura se aplica a gran escala como procedimiento de unión térmica en vacío o en atmósfera de gas inerte. Sin embargo, las pastas o láminas de soldadura utilizadas en este método pueden provocar fácilmente la oclusión de los microcanales, por lo que esta técnica no es adecuada para el procedimiento de unión de componentes de microestructuras. Además, la adición de fundentes, algo habitual en la soldadura, puede generar corrosión de las juntas puesto que estos fundentes se acumulan en las hendiduras de soldadura de los microcanales. Por añadidura, los fundentes son altamente contaminantes, algo que sólo puede minimizarse mediante caros sistemas de purificación de 10 aguas residuales y gases de escape. Por otro lado, pueden producirse reacciones no deseadas entre el fundente y los aditivos de la aleación, de modo que es posible que no se obtenga una unión entre las piezas con las características deseadas. En la fabricación de microrreactores cubiertos con catalizadores, la utilización de fundentes puede desactivar incluso el catalizador empleado.

15 Para unir aluminio o aleaciones de aluminio, la patente US 2002/0012811 A1 indica que el material de las superficies de unión debe primero pretratarse, aplicando seguidamente por electrólisis a esta capa pretratada una capa metálica que contenga níquel y también bismuto. El procedimiento de unión puede realizarse con fundente o sin éste. Los materiales de aluminio recubiertos con níquel/bismuto pueden utilizarse para la fabricación de intercambiadores térmicos.

20 En Steffens, H.-D., Tilden, J., Möhwald, K., “Einsatz von Ionenplattierten Diffusionsbarrieren und Belotungssystemen beim Löten von Stahl/Leichtmetallverbindungen” (DVS, 166, 94-98, (1995)) se describe que pueden emplearse metales de aporte eutécticos basados en aluminio para soldar sin fundente. Antes de aplicar el aporte basado en aluminio, se aplica mediante un revestimiento iónico de TiNi una capa de titanio como medio de retención y una capa de 25 níquel como superficie humedecible que también actúa como barrera de difusión.

En Petrunin, I.E., “Kontakt-Reaktionslöten”, Handbuch Löttechnik, Verlag Technik GmbH Berlín, 1990, se incluyen técnicas de soldadura de aluminio y aleaciones de éste. Según este artículo, puede soldarse aluminio sin fundente en una atmósfera gaseosa por el procedimiento de reacción de contacto sin utilizar capas protectoras de la superficie. 30 Como material de aporte se emplea silicio, cobre o plata, los cuales se aplican sobre la capa de aluminio por electrólisis, evaporación o serigrafía. Las capas superficiales de protección, por ejemplo, las capas de aluminio, cobre, níquel, plata, zinc y similares, también pueden utilizarse cuando se renuncia a utilizar fundente. Asimismo, las capas pueden formarse por electrólisis o químicamente.

35 En la patente DE 197.08.472 A1 se describe un procedimiento de fabricación de microrreactores químicos en el que los canales de flujo se forman en distintos niveles. Cada uno de los niveles fabricados individualmente se unen a continuación en una pila y, por ejemplo, se funden por soldadura. Los sustratos pueden estar constituidos por metal o aleaciones metálicas. Para unir las distintas capas se menciona un procedimiento de soldadura fuerte con material de aporte con contenido de plata y un procedimiento en el que se precipita primero una capa de estaño seguida de una 40 capa de bismuto. En este caso, al calentar las capas se produce en la superficie límite una mezcla eutéctica de baja fusión y, al seguir templándolas, una unión por soldadura con un punto de fusión elevado.

Para fabricar un intercambiador térmico para un motor Stirling, según Bocking, C., Jacobson, D., Bennett G., “Layer Manufacturing of Heat Exchange Elements Using Photochemical Machining, Electroplating and Diffusion 45 Brazing”, Trans. IMP, 2000, 78 (6), 243-246, se emplean láminas de cobre en las que se forman canales de flujo mediante corrosión química. Las láminas se unen entre sí utilizando un procedimiento de soldadura por difusión. Para ello se precipita estaño por electrólisis sobre las láminas de cobre y luego se sueldan las láminas por aplicación de calor.

50 En Bartels, F., Muschik, T., Gust, W., “Untersuchungen thermisch stabiler Mikroverbindungen aus intermetallischen Phasen”, DVS, (1991), 141, 22-24, se informa sobre un procedimiento de soldadura en el que se forman fases intermetálicas de sistemas binarios cuyos componentes presentan puntos de fusión muy distintos. Por ejemplo, se indican sistemas binarios como Cu(Sn), Pt(Sn), Ni(Sn) y Ni(In). En el documento, se describe con mayor detalle el sistema Cu(Sn).

55 Cabe mencionar que, a pesar de la existencia de una gran variedad de trabajos desarrollados en el ámbito de los procedimientos de unión, hasta hoy no se ha conseguido cumplir con todos los requisitos enumerados anteriormente para la fabricación de componentes de microestructuras y eso aun conociéndose desde hace bastante tiempo que los componentes de microestructuras son elementos de construcción muy prometedores para una amplia gama de 60 aplicaciones.

Pese a la gran necesidad de aplicar dichos componentes en todo tipo de aplicaciones, hasta hoy no se ha logrado fabricar componentes de microestructuras en un número considerable con unos costes ajustados. Uno de los motivos de esta situación radica en el hecho de que las técnicas disponibles para unir las distintas láminas de los componentes no son adecuadas para poder fabricar componentes de microestructuras con un beneficio suficiente. El problema consiste 65 en que los requisitos mencionados anteriormente no pueden cumplirse satisfactoriamente. Por ejemplo, simplemente no se puede alcanzar una resistencia a la presión con una estanqueidad a los gases y los líquidos suficiente ni entre los microcanales de flujo ni con respecto al exterior (por ejemplo, prueba de fugas de He:  $1 \cdot 10^{-8}$  mbar·l/s) y garantizar al

## ES 2 269 912 T3

mismo tiempo que los microcanales queden libres y no se bloqueen con el material de unión, como puede ser el metal de aporte.

De ahí que el problema en el que se basa el presente invento consista en el hecho de que los procedimientos de fabricación conocidos para componentes de microestructuras no son los bastante fiables para garantizar que la resistencia a la presión y a la corrosión del componente sea suficiente, que la estanqueidad del componente con respecto a la salida de fluidos del mismo o al paso de fluidos entre microcanales sea lo bastante alta ni que los microcanales presenten una resistencia al flujo lo bastante baja. Además, los procedimientos de fabricación conocidos no son tan rentables para que los componentes microestructurados puedan introducirse en amplios ámbitos de aplicación.

Los problemas descritos se solucionan mediante el procedimiento según la reivindicación 1 y mediante el componente de microestructura según la reivindicación 26. En las reivindicaciones subordinadas se indican realizaciones preferentes del invento.

A efectos del presente invento, se entiende por componentes de microestructuras todos aquellos componentes compuestos por láminas individuales microestructuradas que son aptos para la ejecución de reacciones químicas, para el intercambio térmico exclusivo, para la refrigeración o el calentamiento de objetos, para la mezcla de fluidos o para una combinación de aplicaciones. Los componentes de microestructuras generalmente están constituidos por varias láminas que se unen entre sí quedando estancas a líquidos y gases. En dichos componentes se forman microcanales para fluidos, en especial microcanales de flujo para fluidos y otros espacios huecos, que son responsables de la funcionalidad del componente.

Cuando, a continuación en la descripción y en las reivindicaciones, se haga mención a un procedimiento de soldadura, deberá entenderse un procedimiento en el que las piezas por soldar se unen por mediación de un material ajeno (metal de aporte), presentando dicho material de soldadura una forma fundida, como mínimo al inicio, en la junta de soldadura. Se hace distinción entre soldadura fuerte y soldadura blanda. En la soldadura fuerte se emplea un metal de aporte que presenta un punto de fusión superior a los 450°C, al menos inicialmente. En la soldadura blanda el punto de fusión inicial es como mucho de 450°C.

Cuando a partir de ahora en la descripción y en las reivindicaciones se haga referencia a una capa de metal de aporte de fusión elevada, deberá entenderse un material que posee un punto de fusión superior a los 450°C. Cuando a partir de ahora se mencione a una capa de metal de aporte de fusión baja, deberá entenderse un material que presente un punto de fusión máximo de 450°C.

El procedimiento reivindicado tiene por objeto unir entre sí láminas de componente microestructuradas para formar un componente de microestructura por soldadura. Para fabricar componentes de microestructuras según el presente invento, se dotan las superficies de unión de las láminas microestructuradas primero de, como mínimo, una capa de barrera y luego de una capa de metal de aporte; a continuación, se apilan las láminas preparadas y se sueldan entre sí por calor.

Así se crea un componente de microestructura que está compuesto por una pila de láminas de componente microestructuradas constituidas por sustancias seleccionadas de un grupo que comprende metales o aleaciones metálicas y que presenta como mínimo una capa de barrera multifuncional y una capa de metal de aporte entre cada una de las láminas. Así pues, el presente invento hace referencia a un procedimiento de unión para componentes de microestructuras compuesto por láminas que presentan como mínimo una capa de barrera multifuncional, en especial sobre las superficies de unión de cada una de las láminas, y una capa de metal de aporte sobrepuesta.

Con la aplicación de técnicas de unión conocidas se ha puesto de manifiesto que las uniones no son lo bastante resistentes, sobre todo cuando el componente de microestructura está sometido a una elevada presión de funcionamiento. En concreto, se ha observado que el fluido procesado en el interior del componente se sale habitualmente de éste cuando la presión de funcionamiento dentro del componente es relativamente alta. En muchos casos se ha determinado que el fluido pasa de un circuito a otro porque no existe suficiente estanqueidad entre los distintos circuitos. Las causas de este problema no han podido determinarse sin más. Una posible causa observada es que las superficies de unión de los componentes de microestructuras son extremadamente pequeñas ya que los microcanales deben situarse en espacios muy estrechos debido a la elevada densidad de integración del componente de microestructura. De ese modo, para resolver este vicio se ha sugerido modificar el diseño de los canales de flujo de tal modo que exista una superficie de unión lo bastante grande entre los distintos microcanales. No obstante, esta optimización ha topado rápidamente con problemas ya que la libertad de modificar el diseño a voluntad está limitada por los requisitos de densidad de integración de los componentes de microestructuras.

Con un enlace por difusión muy cuidadoso de componentes de microestructuras compuestos de láminas de acero y cobre se resuelve el problema con las limitaciones ya mencionadas anteriormente. Sin embargo, se ha planteado un nuevo problema. Sólo las láminas de acero o cobre extremadamente planas con una elevada calidad de superficie son apropiadas para la unión estanca a gases y fluidos, mientras que el proceso de unión con láminas de distintas calidades de superficie, y especialmente con calidades no muy buenas, no produce la estanqueidad a gases y líquidos deseada. Además, las láminas de aluminio o de aleaciones de aluminio dejan de ser una opción cuando se trata de lograr una estanqueidad a gases y líquidos en el componente de microestructura en caso de una elevada presión interna.

## ES 2 269 912 T3

Los problemas descritos se resuelven por primera vez con la fabricación de la estructura de capas descrita que incluye una capa de barrera multifuncional y una capa de metal de aporte:

Se ha determinado que la capa de barrera multifuncional impide tanto una difusión de los elementos de la capa de metal de aporte hacia el material metálico de base como una difusión de los elementos del material metálico de base hacia la capa de metal de aporte. Con ello se evita, sobre todo, un empobrecimiento de la fase líquida de soldadura en determinadas especies metálicas durante la soldadura y, con ello, interacciones no deseadas entre la capa de metal de aporte y el material de base. Asimismo, se evita también que se formen fases frágiles en el material de base y/o en la capa de metal de aporte por interdifusión. Se impide del mismo modo que la fase líquida de metal de aporte se empobrezca por difusión de los componentes de éste en el material de base y, con ello, se evite una unión sólida entre el metal de aporte y el material de base. De este modo también se consigue que las piezas por unir se suelden sin la utilización de un fundente. La capa de barrera también evita que se produzca oxidación del material de base.

El procedimiento de unión según el presente invento sirve para fabricar láminas microestructuradas de componentes y componentes de microestructuras en unas condiciones que protejan los materiales. Además de cobre/aleaciones de cobre y aceros nobles, admite por primera vez el uso de aluminio y aleaciones de aluminio como materiales rentables para la fabricación de componentes de microestructuras. Si bien el proceso de unión según el presente invento permite por primera vez la fabricación de componentes de microestructuras con aluminio y aleaciones de aluminio, ofrece además todas las ventajas de un proceso de baja temperatura para los demás metales y aleaciones metálicas. Con ello se consigue ahorrar energía, reducir los costes y preservar el medio ambiente. Además, puede evitarse recurrir a materiales de alta resistencia a las temperaturas para la construcción de hornos de altas temperaturas, reduciendo así la cuantía de la inversión inicial para conseguir el equipo necesario para el proceso de fabricación. Por añadidura, el proceso protector a baja temperatura aumenta la estabilidad de la forma de los componentes cumpliendo al mismo tiempo los exigentes requisitos tecnológicos de calidad en referencia a la estanqueidad, la solidez y, en especial, la resistencia a la corrosión.

El procedimiento de unión según el presente invento resuelve los problemas discutidos anteriormente, que se originan por la formación de una capa de óxido sobre el aluminio, en especial en lo que se refiere a la unión de este material, y no sólo cumple con los requisitos técnicos del producto y del procedimiento de fabricación y, en especial, del procedimiento de unión, sino que además proporciona la posibilidad de fabricar de forma industrial y económica. Sólo en este caso podrán emplearse los componentes de microestructuras en amplios ámbitos de aplicación de forma sostenida.

La capa de barrera multifuncional está formada, especialmente, por un metal como mínimo, seleccionado a partir de un grupo que incluye molibdeno, manganeso, cromo, paladio, hierro, níquel y aleaciones de hierro y/o níquel con fósforo. Si se elige una temperatura de soldadura no muy alta, prácticamente no se produce interdifusión de los elementos de la capa de barrera hacia el material de base o desde éste.

La capa de barrera multifuncional presenta un grosor aproximado de entre 1 y 10  $\mu\text{m}$ . Mediante esta capa de barrera multifuncional pueden igualarse las imperfecciones del material de base cuando éste se precipita con un grosor suficiente. De este modo, la capa de barrera forma una base homogénea para la capa de metal de aporte que se precipitará seguidamente. Además, la capa de barrera proporciona solidez de adhesión entre el material de base y la capa de metal de aporte. Con aplicación de calor, la capa de barrera forma una unión firme con el material de base. Con ello se sienta la base para que el componente esté dotado de una solidez y una resistencia a la presión suficientes.

La capa de barrera multifuncional puede generarse mediante métodos de galvanización. Como método de galvanización para aplicar la capa de barrera, por ejemplo, se emplea preferentemente un dispositivo de precipitación de metales por electrólisis, sin corriente externa o cementativa. Por procedimiento de precipitación de metales se entiende un procedimiento en el que se precipitan metales sin intervención de una corriente eléctrica externa. Por procedimiento cementativo se entiende, por ejemplo, un procedimiento en el que el metal se precipita a partir de un baño de precipitación que contiene a tal efecto un medio reductor. También se considera un procedimiento cementativo, por ejemplo, aquel en el que el metal se precipita mediante un baño de precipitación que no contiene medio reductor, sino que la precipitación se produce por el intercambio de cargas con la superficie del material de base. En este caso, el metal se precipita por disolución del material de base. Como el grosor de la capa del metal precipitado y, con ello, la cantidad de material precipitado puede limitarse con facilidad al aplicarse galvanización, puede garantizarse que los microcanales del componente de microestructura no quedan atascados por el material de la capa de barrera.

Como procedimiento de soldadura se prefiere un procedimiento de soldadura de difusión por fusión, esto es, un procedimiento de soldadura en el que se interdifunden varios elementos del metal de aporte y se forman fases intermetálicas. Siempre y cuando se utilice únicamente un metal puro como metal de aporte, éste podrá difundirse en una de las dos partes por unir. En ese caso también pueden producirse fases intermetálicas. Por ejemplo, la composición y la densidad de las capas parciales de metal de aporte pueden armonizarse entre sí de tal manera que durante el proceso de unión se forme un eutéctico inicial. De ese modo, en principio se alcanza una temperatura de fusión muy baja. Por interdifusión de los elementos del metal de aporte entre distintas capas, el punto de fusión se desplaza durante el proceso de soldadura paulatinamente hacia un valor superior. Templando la junta de unión durante la soldadura de difusión por fusión se obtiene poco a poco una junta de unión firme con un punto de fusión que es considerablemente superior al punto de fusión que existe al inicio de la fundición de la capa de metal de aporte. Se ha demostrado la gran conveniencia de fabricar una capa de metal de aporte formada como mínimo por una capa parcial y, en especial,

## ES 2 269 912 T3

por dos capas parciales de metal de aporte. En ese caso, la capa de barrera multifuncional puede aplicarse a ambas superficies por unir para evitar la difusión de elementos del material de base a la junta y viceversa. Por difusión de los elementos de ambas capas parciales de metal de aporte entre sí se obtiene un metal de aporte con un punto de fusión elevado. De forma alternativa, la capa de metal de aporte puede formarse por precipitación conjunta de varios metales.

5 Una realización preferente del invento consiste en emplear capas parciales de metal de aporte con punto de fusión elevado por un lado y capas parciales de metal de aporte con punto de fusión bajo por otro, precipitando primero la capa parcial de metal de aporte de punto de fusión elevado y luego la capa parcial de metal de aporte de punto de fusión bajo. Mediante esta realización se consigue una alta solidez de la junta de soldadura. Eligiendo la composición de las capas parciales de metal de aporte puede determinarse la temperatura de refusión de la junta de soldadura. Así, por ejemplo, con un excedente del componente de fusión elevada puede aumentarse de forma precisa la temperatura de refusión por formación de soluciones sólidas y/o de fases intermetálicas con un fuerte excedente de componentes de metal de aporte de punto de fusión elevado. La estabilidad a la presión (presión de rotura) tan importante para los componentes de microestructuras será alta cuando la capa de metal de aporte esté compuesta por las capas parciales mencionadas. 10 Los elementos de ambas capas parciales de soldadura se combinan preferentemente, pero no necesariamente, entre sí en la estequiometría de las fases intermetálicas deseadas. En el caso de la formación de soluciones sólidas deseadas se minimiza la cantidad de componentes de fusión baja correspondientemente. Si se eligen los elementos de ambas capas parciales de tal modo que ambos elementos puedan formar un eutéctico, puede fijarse la temperatura de soldadura por debajo de la temperatura de fusión de cada elemento del metal de aporte, siempre y cuando la temperatura de soldadura sea superior a la temperatura de fusión de la fase intermetálica eutéctica. Si la composición de las capas parciales de metal de aporte no se corresponde con su eutéctico, preferentemente se elegirá una temperatura ligeramente superior a la temperatura de fusión de la capa parcial de fusión baja. Si las exigencias del componente en cuanto a estabilidad a la presión y solidez no son muy altas, pueden reducirse los tiempos del proceso en los dos casos descritos más arriba incluyendo una fase de templado (tratamiento calorífico posterior) tras el proceso de soldadura reducido. Esto produce, 15 sin necesidad de presión superficial adicional, una mejora de la estabilidad a la presión y la solidez de los componentes, los cuales pueden utilizarse idóneamente para determinadas aplicaciones. Si el rango de temperatura disponible de la herramienta de prensa está limitado, podrá llevarse a cabo el proceso de prensado a una temperatura inferior. El templado posterior a una temperatura superior sin herramienta de prensado da como resultado una mayor solidez del componente (véase la ejecución en el ejemplo 2 c y e). La fase de templado sirve para proseguir la interdifusión y/o la formación de fases y/o la formación de la solución sólida en función del tiempo de templado y la temperatura tras la fase reducida de soldadura. En dicho caso, el enfriamiento podrá ser pasivo o activo, por ejemplo, mediante prensa fría. 20 25 30

Por todo ello, es posible trabajar con una temperatura de soldadura muy baja. En especial, con ello se consigue que el tratamiento de las láminas de componentes no sea dañino en absoluto, de modo que prácticamente se excluye la posibilidad de que las láminas, incluidas las placas base y protectora, se distorsionen por influencia del calor. El proceso de templado (proceso de soldadura) debe llevarse a cabo preferentemente a una temperatura constante (isotérmica). Durante el proceso de templado, puede aplicarse además una presión uniforme sobre las partes por unir para conseguir entre éstas una unión fuerte y homogénea. Para garantizar que durante la soldadura no se forme de nuevo la capa de óxido sobre el material de base o sobre la capa de metal de aporte, los componentes se soldarán preferentemente en vacío o en una atmósfera de gas inerte (por ejemplo, argón, nitrógeno). 35 40

Las láminas de componentes se unen entre sí por la aplicación simultánea de calor y presión superficial. Mediante la formación de fases líquidas fundidas durante la fundición del metal de aporte y el templado isotérmico, puede conseguirse una junta de unión muy homogénea con una resistencia a la corrosión muy alta y una solidez muy elevada. 45

Las capas parciales de fusión alta y de fusión baja pueden aplicarse a una cara o ambas caras y en distinto orden sobre cada lámina de componente y/o sobre láminas alternas, por ejemplo, bien de forma local o bien en toda su superficie. Preferentemente, primero se aplicará la capa parcial de fusión alta y luego la capa parcial de fusión baja. Si la capa de metal de aporte está compuesta como mínimo por una capa parcial de fusión alta y una capa parcial de fusión baja, dicha capa parcial de fusión alta puede estar formada por un mínimo de un metal perteneciente preferentemente al siguiente grupo: níquel, plata, oro y cobre. En dicho caso, la capa parcial de fusión baja puede estar constituida por un mínimo de un metal perteneciente preferentemente al siguiente grupo: estaño, indio y bismuto. 50

Mediante la fusión de la capa de metal de aporte formada por las dos capas parciales se forma una fase intermetálica, compuesta por ejemplo de oro, plata, níquel y/o cobre por una parte, y estaño y/o indio y/o bismuto por otro. Tras una interdifusión de los metales de las capas parciales de fusión alta y baja lo suficientemente prolongada durante el proceso de templado, se produce una unión por soldadura que presenta una alta solidez y, sobre todo, una elevada temperatura de fusión que es considerablemente superior a la temperatura de soldadura. 55

El grosor de las capas de metal de aporte debe estar situado preferentemente entre 1 y 20  $\mu\text{m}$ . También es preferible que las capas de metal de aporte se formen por galvanización. Controlando cuidadosamente el grosor de capa del metal de aporte precipitado y, por ende, la cantidad de material precipitado se garantiza que el metal de aporte no entre en los finísimos microcanales y no los obstruya. Así pues, con el procedimiento según el presente invento puede lograrse una fabricación segura de componentes de microestructuras con una resistencia al flujo limitada. En el caso del procedimiento de intercambio de cargas para la formación de las capas de metal de aporte o las capas parciales, se produce por ejemplo un intercambio de cargas con la capa de barrera sobre la que se ha precipitado la capa de metal de aporte. No obstante, cuando la capa de barrera sea bastante fina, ésta podría presentar poros, de manera que el intercambio de cargas podría producirse de forma parcial con la superficie del material de base. 60 65

## ES 2 269 912 T3

Las capas de metal de aporte y/o la capa de barrera multifuncional pueden precipitarse bien exclusivamente sobre las superficies de unión de las láminas de componentes o bien sobre las paredes de los microcanales de dichas láminas. En el último caso, la composición de las fases intermetálicas que se forman por fusión del metal de aporte se elige de tal forma que dichas fases actúen al mismo tiempo protegiendo los microcanales de la corrosión.

5 Las láminas microestructuradas pueden recubrirse primero con la capa de barrera multifuncional y luego con la capa de metal de aporte. Estas láminas recubiertas pueden dejarse reposar por periodos prolongados sin temor a que las superficies del material de base se corroan y luego sólo puedan soldarse con la ayuda de fundente. Así pues, durante la soldadura puede renunciarse al uso de fundente. Gracias a la capa de metal de aporte y, sobre todo, a la  
10 capa de barrera multifuncional se evita el deslustre de las superficies del material de base de modo seguro por lo que se mantiene su soldabilidad por más tiempo. La capa de metal de aporte debe estar formada, preferentemente, por varias capas de distinta composición por precipitación metálica por electrólisis o sin corriente aplicada, localmente o en toda la superficie. Las láminas de componentes microestructuradas y revestidas de metal de aporte finalmente se solapan de tal forma que se origina una pila. Entre las distintas láminas de componente está presente el metal de  
15 aporte, el cual no toca directamente el material de base y está espacialmente limitado (“encerrado”) por la capa de barrera. Aplicando una presión uniforme sobre la pila con la intervención de calor se funde el metal de aporte creando la junta de soldadura sólida y estanca a gases y líquidos deseada.

Previa formación de la capa de barrera multifuncional y la capa de metal de aporte, el material de base recibe un  
20 pretratamiento químico adecuado. Por ejemplo, se desgrasa y se limpia de óxidos superficiales. También se puede emplear un decapado de zincato compuesto básicamente por un solución altamente alcalina de hidróxido de zinc. A continuación, se aplica la capa de barrera en la forma descrita anteriormente. Si sobre la capa de barrera multifuncional se precipita un metal precioso como componente de fusión alta de la capa de metal de aporte, para mejorar el agarre y evitar una subprecipitación (una precipitación cementativa), primero debe precipitarse una fina capa de un metal precioso, especialmente una capa fina del metal precioso que se utilizará posteriormente como componente del metal  
25 de aporte, a partir de una solución que contenga complejantes. A continuación se precipita la capa de metal de aporte tal y como se ha descrito anteriormente. Para ello, primero se aplican los componentes de fusión alta, como el cobre, el oro, el níquel y/o la plata, y luego los componentes de fusión baja, como el estaño y/o el indio y/o el bismuto.

30 En una realización preferente del procedimiento según el presente invento, tras la fase fotolitográfica, la corrosión química para la creación de la microestructura y la precipitación por galvanización de las capas funcionales descrita más arriba para la unión de la pila de láminas y/o las láminas y, en su caso, las láminas terminales no estructuradas, que pueden presentar tubos de entrada o desviación del fluido, por individual o en paneles múltiples, puede recurrirse a dispositivos de laminación en vacío (prensas de laminado, por ejemplo, RMV 125, RMV 125 de la empresa Mas-  
35 chinenfabrik Lauffer GmbH & Co. KG) que ya se utilizan para la fabricación de placas de ordenador multicapa, por ejemplo. Así pues, pueden fabricarse microrrefrigeradores, microintercambiadores térmicos y microrreactores con un diseño adecuado para la producción en masa y de una forma rentable utilizando el presente procedimiento.

Las herramientas de prensado normales de una planta de laminado consisten generalmente en dos placas, planchas  
40 o láminas de un material perteneciente al siguiente grupo: metales, cerámicas, grafito y materiales compuestos. Se utilizan sobre todo placas de metal, cerámica o grafito, siendo una la placa de base y la otra la placa de cierre del dispositivo de prensado. Ambas placas de prensado deben cumplir necesariamente el requisito de formar un yugo despreciable para poder garantizar superficies de presión planas para la aplicación de la presión.

45 Sobre la placa de base, preferentemente, se colocan papeles de fibra cerámica resistentes a las altas temperaturas en forma de baldosines de cerámica con un grosor comprendido entre 1 y 10 mm, preferentemente entre 2 y 4 mm, para que actúen como amortiguadores de la presión. De este modo, se igualan las posibles diferencias de altura entre los componentes y se consigue una distribución uniforme de la presión. A continuación, se coloca sobre el papel de fibra  
50 cerámica una placa intermedia, preferentemente hecha de grafito, cerámica, acero o material compuesto, con una resistencia a la flexión, una estabilidad a la presión y una conductibilidad térmica suficientes con un grosor comprendido entre 1 y 30 mm, preferentemente entre 10 y 20 mm, para evitar que dicho papel se una con los componentes metálicos. Sobre la placa intermedia se apilan los componentes unos sobre otros individualmente o en paneles múltiples. En caso de que se suelden a la vez las láminas de varios componentes apilados de forma individual o, preferentemente,  
55 en paneles múltiples, dichas láminas se separarán entre sí, por ejemplo, utilizando placas intermedias de grafito.

En caso de soldar una sola pila, se minimizará el desplazamiento de las láminas mediante dispositivos especiales de registro, clavijas de registro o plantillas. Los dispositivos de registro, las clavijas de registro y las plantillas es-  
tarán compuestas preferentemente de un material correspondiente al siguiente grupo: grafito, cerámica y metal. La  
60 superficie de éstos se recubrirá con una capa protectora adecuada, preferentemente hecha de cerámica. La altura de los dispositivos de registro, las clavijas de registro o las plantillas debe ser inferior a la pila de láminas. No obstante, puede verse la presencia de rebajos en las placas de base y de cobertura, lo que proporciona la ventaja de un registro a doble cara (por arriba y por abajo). Por medio de paneles múltiples, puede trabajarse con clavijas de registro metálicas y no metálicas. Para ello, se prevén en el proceso de estructuración en el borde del panel unos rebajos en los que pueden introducirse clavijas de registro garantizándose así un desplazamiento mínimo de los componentes con una tolerancia  
65 ínfima. También en este caso, las clavijas de registro deberán presentar preferentemente una altura inferior a la del componente. Los paneles podrán poseer también, por ejemplo, marcas estructurales, preferentemente en los bordes de las láminas de componentes, que permitan un autorregistro (por ejemplo, rebajos impresos, mordidos o troquelados) que impida el desplazamiento de las láminas individuales al ser apiladas. Tras el proceso de soldadura, se separan las

## ES 2 269 912 T3

láminas de componentes de los paneles múltiples, por ejemplo, por corte, fresado, troquelado o aplicación de láser. Sobre los paneles o las láminas apiladas en los dispositivos de registro se coloca también una placa de grafito y un papel de fibra cerámica que forman el coronamiento de la placa de presión superior.

5 La pila de láminas de componentes recubiertas de metal de aporte y/o microestructuradas (láminas o paneles múltiples) se sueldan a continuación por intervención de calor y compresión en vacío o atmósfera de gas inerte. Son condiciones preferentes para el proceso de soldadura una temperatura de soldadura de entre 100 y 600°C y una presión de compresión de la pila de 0,1 MPa como mínimo y, en especial, de 0,5 MPa como mínimo. Otros parámetros importantes para el proceso de soldadura son la presión de los útiles de unión, la tasa de calentamiento, el tiempo de mantenimiento de la temperatura (tiempo de temperatura) y el tiempo de enfriamiento. Los tres parámetros mencionados en última instancia así como el grosor de cada una de las capas intermedias de metal de aporte y la presión de compresión pueden regularse sobre todo para controlar la formación de las fases intermetálicas en la junta de soldadura. Alargando las fases de calentamiento y enfriamiento y aumentando los tiempos de temperatura pueden interdifundirse los elementos de las capas parciales de forma más pronunciada. Por otro lado, eligiendo el tiempo de temperatura también puede controlarse el tipo de las fases intermetálicas que se forman en la junta de soldadura. La clase de fases intermetálicas depende, evidentemente, del tipo de metales que conforman la capa de metal de aporte. En una realización preferente del invento, las láminas de componentes se unen entre sí como mínimo por un procedimiento veloz seleccionado del grupo que comprende calentamiento y enfriamiento. Por calentamiento y enfriamiento veloz se entienden procesos en los que la velocidad es superior a los 5 grados/min.

20 Para conseguir una unión homogénea y completa de las láminas individuales, debe ejercerse una presión mínima, en función de la temperatura y el grosor de la capa de metal de aporte o las capas parciales, distribuida uniformemente sobre la pila por soldar. Aparte de mejorar el contacto de las superficies por soldar y la aceleración de la interdifusión y la formación de las fases intermetálicas relacionadas, puede controlarse o evitarse completamente la formación y propagación de fases frágiles mediante la aplicación de presión de compresión. La evitación de la formación o la propagación de fases frágiles es determinante para la solidez y la resistencia a la corrosión finales. Las presiones de compresión inferiores a los 0,1 MPa durante el proceso de soldadura producen una solidez y una estabilidad a la presión insuficientes.

30 En función de la composición de la capa de metal de aporte, la temperatura de soldadura se situará entre los 100 y los 600°C. La tasa de calentamiento debe elegirse de tal manera que por un lado la capa de barrera pueda reaccionar con el material de base para conferir el suficiente agarre. Por otro lado, la interdifusión de los componentes del metal de aporte no debe provocar un empobrecimiento de las fases fundidas en las otras capas durante el calentamiento, ya que de lo contrario no se alcanzaría una solidez suficiente.

35 La siguiente figura y los ejemplos aportarán aclaraciones sobre el presente invento:

La figura 1 muestra esquemáticamente la formación de una capa de barrera multifuncional y de fases intermetálicas a partir de capas intermedias sobre un material de base en cuatro pasos (figura 1a a figura 1d).

### 40 Ejemplo 1

Se proveyeron canales de flujo sobre láminas de AlMg<sub>3</sub> de 0,3 mm de grosor copiando modelos de canales sobre la lámina mediante fotolitografía y, a continuación, formando propiamente los canales por aplicación de ácido.

45 Antes de aplicar capas funcionales sobre las paredes de los canales de flujo, se limpiaron y se pretrataron las láminas. Para ello, las láminas, incluidas las láminas de base y cobertura

1. se desgrasaron (solución alcalina con agente humectante; Uniclean® 155, al 3%, Atotech Deutschland GmbH)

50 1a. se enjuagaron

2. se decaparon (corrosivo ácido; AlumEtchS®, Atotech Deutschland GmbH)

55 2a. se enjuagaron

3. se trataron con corrosivo de zincato (solución muy alcalina de hidróxido de zinc; AlumSeal650®, Atotech Deutschland GmbH)

60 3a. se enjuagaron

Los pasos del pretratamiento 2, 2a, 3 y 3a se llevaron a cabo dos veces de forma consecutiva.

65 Después de que se hubiera formado una capa uniforme de zincato, se precipitó la capa de barrera y la capa de metal de aporte. Para ello, primero

4. se precipitó el níquel (sin corriente o por electrólisis), grosor de 5 μm (baño de sulfamato de níquel de Atotech Deutschland GmbH).

## ES 2 269 912 T3

4a. se enjuagó

La capa de níquel sirvió de capa de barrera multifuncional. A continuación, se precipitó una capa fina de plata a partir de un electrolito con complejo de plata. Para ello

5. se realizó una precipitación previa de plata (por electrólisis), grosor  $< 1 \mu\text{m}$  (Trisalylt<sup>®</sup> de plata, Atotech Deutschland GmbH)

5a. se enjuagó

Después, se formó la capa de metal de aporte. Para ello primero

6. se precipitó plata (por electrólisis), grosor  $7 \mu\text{m}$  (AgO-56<sup>®</sup>, Atotech Deutschland GmbH)

6a. se enjuagó

La plata actuaba como capa parcial de fusión alta. A continuación, se precipitó la capa parcial de fusión baja. Para ello

7. se precipitó estaño (por electrólisis), grosor  $2,5 \mu\text{m}$  (Sulfotech TM, Atotech Deutschland GmbH)

7a. se enjuagó

7b. se secó

En cada ocasión, las láminas se enjuagaron con agua desionizada. Las láminas recubiertas se apilaron en una prensa de laminado por separado o, preferentemente, en paneles múltiples. Con una tasa de calentamiento de  $7 \text{ K/min}$ , se consiguió una temperatura de soldadura de  $330^\circ\text{C}$ . La temperatura de soldadura se mantuvo 30 segundos tras ser alcanzada. Transcurridos 30 min, la pila no se enfrió activamente. La duración de la fase de enfriamiento comprendió 90 minutos. Durante todo el proceso de soldadura, se ejerció una presión de  $4,5 \text{ MPa}$ .

En la figura 1 se reproduce esquemáticamente la secuencia de aplicación de las capas sobre el material de base en las distintas fases del proceso de fabricación:

En la figura 1a se observa que sobre el material de base de aluminio se ha formado una capa de barrera de níquel, sobre ésta, una capa parcial de fusión elevada de plata y, sobre ésta última, una capa parcial de fusión baja de estaño. En la figura 1b se indica esquemáticamente la formación de la pila antes del proceso de soldadura. Las capas todavía son independientes. En la figura 1c puede observarse el desarrollo de la interdifusión de las capas parciales entre sí: mientras que las capas de barrera se mantienen íntegras sobre el material de base de aluminio, ya ha comenzado una interdifusión parcial de las capas parciales al formarse una fase media intermetálica Ag<sub>x</sub>Sn. Todavía se conserva una parte de las capas parciales de fusión alta y baja. En la figura 1d se muestra de forma esquemática el resultado de la interdifusión tras llevar a cabo el proceso de soldadura: las dos capas parciales han desaparecido completamente por difusión.

La composición estequiométrica de cada una de las capas se determinó por microscopía electrónica de barrido/espectroscopía EDX. Se correspondía en gran parte con la fase intermetálica Ag<sub>5</sub>Sn (fase  $\zeta$ ).

### Ejemplo 2

Se proveyeron canales de flujo sobre láminas de Cu de  $0,3 \text{ mm}$  de grosor copiando modelos de canales sobre la lámina mediante fotolitografía y, a continuación, formando propiamente los canales por aplicación de ácido. Antes de aplicar capas funcionales sobre las paredes de los canales de flujo, se limpiaron y se pretrataron las láminas. Para ello, las láminas, incluidas las láminas de base y cobertura

1. se desgrasaron (solución alcalina con agente humectante; Uniclean<sup>®</sup> 155, al 3%, Atotech Deutschland GmbH)

1a. se enjuagaron

2. se decaparon (ácido, Uniclean<sup>®</sup> 675, Atotech Deutschland GmbH)

2a. se enjuagaron

3. se desgrasaron por electrólisis (alcalino, Uniclean<sup>®</sup> 279, Atotech Deutschland GmbH)

3a. se enjuagaron

4. se trataron al ácido microscópicamente (decapado, ácido; Uniclean<sup>®</sup> 697, Atotech Deutschland GmbH)

## ES 2 269 912 T3

4a. se enjuagaron

5. se precipitó níquel (sin corriente o por electrólisis), grosor  $\mu\text{m}$  (baño de sulfamato de níquel, Atotech Deutschland GmbH)

5a. se enjuagaron

La capa de níquel sirvió de capa de barrera multifuncional. A continuación, se precipitó una capa fina de plata a partir de un electrolito con complejo de plata. Para ello

6. se realizó una precipitación previa de plata (por electrólisis), grosor  $< 1 \mu\text{m}$  (Trisalylt<sup>®</sup> de plata, Atotech Deutschland GmbH)

6a. se enjuagó

Después, se formó la capa de metal de aporte. Para ello primero

7. se precipitó plata (por electrólisis), grosor  $7 \mu\text{m}$  (AgO-56<sup>®</sup>, Atotech Deutschland GmbH)

7a. se enjuagó

La plata actuaba como capa parcial de fusión alta. A continuación, se precipitó la capa parcial de fusión baja. Para ello

8. se precipitó estaño (por electrólisis), grosor  $3 \mu\text{m}$  (Sulfotech TM, Atotech Deutschland GmbH)

8a. se enjuagó

8b. se secó

En cada ocasión, las láminas se enjuagaron con agua desionizada.

Las láminas recubiertas se apilaron en una prensa de laminado por separado o, preferentemente, en paneles múltiples. A continuación, se procedió con la siguiente secuencia de ensayos para la fabricación de componentes con el mismo diseño pero con características de calidad distintas:

a. Con una tasa de calentamiento de  $7 \text{ K/min}$ , se consiguió una temperatura de soldadura de  $250^\circ\text{C}$ . Tras alcanzarse dicha temperatura, se dejó enfriar sin periodo de mantenimiento. La pila no se enfrió de forma activa. La duración de la fase de enfriamiento fue de unos 60 minutos aproximadamente. Durante todo el proceso de soldadura, se ejerció una presión de  $4,5 \text{ MPa}$  sobre la pila. Los componentes demostraron una resistencia a la presión de menor calidad y una elevada tasa de rechazos (80%). Asimismo, los componentes, con el diseño utilizado en este ejemplo y un grosor de placa de base de  $1 \text{ mm}$ , presentaron permeabilidad a una presión interna de entre 0 y 2 bar. Se determinó la composición de las soldaduras mediante microscopia electrónica de barrido/espectroscopia EDX y se obtuvo que las capas parciales de alta y baja fusión seguían encontrándose en gran parte en su forma pura.

b. Con una tasa de calentamiento de  $7 \text{ K/min}$ , se consiguió una temperatura de soldadura de  $250^\circ\text{C}$ , que al alcanzarse se mantuvo durante 30 minutos. La pila no se enfrió de forma activa. La duración de la fase de enfriamiento fue de unos 60 minutos aproximadamente. Durante todo el proceso de soldadura, se ejerció sobre la pila una presión de  $4,5 \text{ MPa}$ . Los componentes presentaron, con un diseño idéntico al del ensayo a. y un grosor de placa de base de  $1 \text{ mm}$ , permeabilidad a una presión interna de entre 10 y 15 bar. Se determinó la composición de las soldaduras mediante microscopia electrónica de barrido/espectroscopia EDX y se obtuvo que, aparte de las capas parciales de fusión alta y baja, se formó la fase de composición  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  (fase  $\epsilon$ ).

c. Los componentes soldados según el ensayo a. se depositaron *a posteriori* en un horno durante 30 minutos expuestos a una temperatura de  $330^\circ\text{C}$  sin ejercer presión sobre ellos. En la sucesiva prueba de presión de reventón, presentaron permeabilidad al aplicárseles una presión interna de unos 30 bar. Se determinó la composición de las soldaduras mediante microscopia electrónica de barrido/espectroscopia EDX y se obtuvo que aparte de las capas parciales de fusión alta y baja, se formó la fase de composición  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  (fase  $\epsilon$ ) y la fase de composición  $\text{Ag}_5\text{Sn}$  (fase  $\zeta$ ).

d. Con una tasa de calentamiento de  $7 \text{ K/min}$ , se consiguió una temperatura de soldadura de  $330^\circ\text{C}$ . Tras alcanzarse dicha temperatura, se dejó enfriar sin periodo de mantenimiento. La pila no se enfrió de forma activa. La duración de la fase de enfriamiento fue de unos 90 minutos aproximadamente. Durante todo el proceso de soldadura, se ejerció una presión de  $4,5 \text{ MPa}$  sobre la pila. En el test de presión de reventón sucesivo, los componentes presentaron, con un diseño idéntico al del ensayo a. y un grosor de placa de base de  $1 \text{ mm}$ , permeabilidad a una presión interna de entre 5 y 10 bar. Se determinó la composición de las soldaduras mediante microscopia electrónica de barrido/espectroscopia EDX y se obtuvo que, aparte de las capas parciales de fusión alta y baja, se había formado la fase de composición  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  (fase  $\epsilon$ ).

## ES 2 269 912 T3

e. Los componentes soldados según el ensayo c. se depositaron *a posteriori* en un horno durante 30 minutos expuestos a una temperatura de 330°C sin ejercer presión sobre ellos. En la sucesiva prueba de presión de reventón, presentaron permeabilidad al aplicárseles una presión interna de unos 35-40 bar. Se determinó la composición de las soldaduras mediante microscopía electrónica de barrido/espectroscopia EDX. El análisis indicó que aparte de las capas parciales de fusión alta y baja, se había formado la fase de composición  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  (fase  $\epsilon$ ) y la fase de composición  $\text{Ag}_5\text{Sn}$  (fase  $\zeta$ ).

f. Los componentes soldados según el ensayo c. se depositaron *a posteriori* en un horno durante 30 minutos expuestos a una temperatura de 330°C ejerciendo sobre ellos una presión de 4,5 MPa durante todo el proceso. En la sucesiva prueba de presión de reventón, los componentes se mantuvieron estancos con presiones internas de 60 bar. Se determinó la composición de las soldaduras mediante microscopía electrónica de barrido/espectroscopia EDX. El análisis indicó que se había formado la fase de composición  $\text{Ag}_3\text{Sn}$  (fase  $\epsilon$ ) y, preponderantemente, la fase de composición  $\text{Ag}_5\text{Sn}$  (fase  $\zeta$ ).

Los resultados muestran la relación cualitativa entre temperatura de soldadura, duración de la soldadura y presión y la resistencia a reventones de los componentes de microestructuras. Los valores absolutos de las presiones de reventón dependen en gran medida del diseño y del grosor de la placa de base y por tanto sólo pueden compararse entre componentes de diseño idéntico sometidos a las mismas condiciones. No obstante, en conjunto los ensayos indican que, por ejemplo, podía reducirse el tiempo de procesado a una temperatura de 330°C y aumentar significativamente la resistencia a reventones mediante un paso posterior de templado sin presión adicional.

Este aumento de la resistencia a reventones, por ejemplo, está directamente ligado a la formación reforzada de la fase intermetálica rica en plata y de la solución sólida. Puede conseguirse una mayor resistencia incrementando el grosor de la capa de plata, el tiempo de mantenimiento de la temperatura, la temperatura o las temperaturas de procesado y la presión de prensado.

Con el procedimiento aquí descrito pueden determinarse con precisión las características del producto en función de los costes del proceso.

Las figuras que se incluyen a continuación tienen por objeto describir con mayor detalle el invento. Muestran lo siguiente:

La figura 2a muestra una representación esquemática de una estructura de soldadura con componentes de microestructuras en corte transversal;

La figura 2b muestra una representación esquemática de una estructura de soldadura con componentes de microestructuras en vista superior;

La figura 3 muestra una representación esquemática de una plantilla para el registro de los componentes de microestructuras en sección transversal y vista lateral;

La figura 4 muestra una representación esquemática de una montura para componentes con componentes de microestructuras en vista superior;

La figura 5 muestra una representación esquemática de una plantilla correspondiente a una primera realización en vista superior;

La figura 6a muestra una representación esquemática de una plantilla correspondiente a una segunda realización en vista superior;

La figura 6b muestra una representación esquemática de un detalle de la figura 6a;

La figura 7 muestra una representación esquemática de un panel múltiple con orificios de registro en vista superior;

La figura 8a muestra una representación esquemática de una estructura de soldadura para soldar paneles múltiples en corte transversal;

La figura 8b muestra una representación esquemática correspondiente a la figura 7a.

En la figura 2a se representa una estructura de soldadura con componentes de microestructuras (3) en corte transversal. Estos componentes de microestructuras (3) están registrados sobre clavijas de registro (4) montadas en la placa de base (6). La presión se aplica mediante herramientas prensadoras (1), sirviendo los amortiguadores (2) para igualar la altura de los componentes de microestructuras (3) y conseguir así una distribución de la presión uniforme. En la figura 2b se muestra esquemáticamente la estructura de soldadura en vista superior. Cabe apreciar que las clavijas de registro (4) están montadas sobre la placa de base (6). Los componentes de microestructuras se designan con la cifra de referencia (3).

La figura 3 muestra una representación esquemática de una plantilla (7) para el registro de componentes de microestructuras (3) en corte transversal y vista lateral. Los componentes de microestructuras (3) están situados en la

## ES 2 269 912 T3

plantilla (7) separados por placas intermedias (5). La presión se aplica mediante herramientas prensadoras (1), sirviendo los amortiguadores (2) para igualar la altura de los componentes de microestructuras (3) y conseguir así una distribución de la presión uniforme.

5 La figura 4 muestra una representación esquemática de una montura con componentes de microestructuras (3) en vista superior. Estos componentes de microestructuras (3) están registrados por medio de dispositivos de registro (9) móviles que se desplazan a través de un dispositivo de sujeción (10). Un marco (8) sirve para dirigir los dispositivos de registro (9) y para absorber la fuerza del dispositivo de sujeción (10). Las flechas indican la dirección en la que los dispositivos de registro (9) y el dispositivo de fijación (10) pueden ejercer una fuerza de sujeción sobre los componentes de microestructuras (3) para su registro.

En la figura 5 se representa esquemáticamente una plantilla (7) en vista superior. Los componentes de microestructuras (3) se registran mediante una placa de prensado lateral con muelles (11). Con ello los componentes de microestructuras (3) se empujan desde dos lados hacia las paredes de la plantilla (7).

15 En la figura 6a se representa esquemáticamente una plantilla (7) en vista superior. Los componentes de microestructuras (3) se registran por medio de una placa de prensado con tornillos de registro (13) que se insertan a través de una tuerca de ajuste (12). Con ello los componentes de microestructuras (3) se empujan desde dos lados hacia las paredes de la plantilla (7). El dispositivo de ajuste se muestra ampliado en la figura 6b. En dicha figura se reproduce en detalle el tornillo de registro (13) con la tuerca de ajuste (12) (la flecha sólida indica la dirección de giro). El componente de microestructura (3) allí dispuesto se empuja en la dirección de la flecha vacía contra la pared opuesta para ajustar cada uno de los componentes con respecto al resto.

20 En la figura 7 se representa esquemáticamente un panel múltiple (14) con orificios de registro (15) en vista superior. El panel múltiple (14) está compuesto por varias láminas de microestructuras (16) que se emplean para la fabricación de componentes de microestructuras. En este caso, las láminas de microestructuras (16) se separan tras el proceso de soldadura.

30 En la figura 8a se representa esquemáticamente una estructura de soldadura en corte transversal y vista lateral para la soldadura de paneles múltiples (14). Los paneles múltiples (14) se registran mediante clavijas de registro (4) aplicadas exteriormente que están unidas con las placas intermedias (5). La presión de unión se aplica mediante la herramienta prensadora (1). Los amortiguadores (2) aseguran una distribución de la presión uniforme. En la figura 8b se reproduce una representación esquemática de correspondiente a la figura 8a. Los paneles múltiples (14) se registran por medio de clavijas de registro (4) que se introducen en los orificios de registro (15) del panel múltiple (14) mostrados en la figura 7.

### Lista de números de referencia

- 1 herramienta prensadora
- 40 2 amortiguador
- 3 componentes de microestructuras
- 45 4 clavija de registro
- 5 placas intermedias
- 6 placa de base
- 50 7 plantilla
- 8 marco
- 9 dispositivo de registro móvil
- 55 10 dispositivo de sujeción
- 11 placa prensadora con muelles
- 60 12 tuerca de ajuste
- 13 placa prensadora con tornillos de registro
- 14 panel múltiple
- 65 15 orificio de registro
- 16 lámina de microestructura

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para unir láminas de componentes microestructuradas hechas de un material perteneciente al grupo que comprende metales y aleaciones metálicas y aptas para la fabricación de componentes para microestructuras, en el que se aplica a las láminas de unión como mínimo una capa de barrera multifuncional y sobre esta capa de barrera -de la que existe como mínimo una-, una capa de metal de aporte, se apilan las distintas láminas de componentes y se sueldan seguidamente por aplicación de calor.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1 **caracterizado** por el hecho de que el material de composición pertenece a un grupo que comprende aluminio, aleaciones de aluminio, cobre, aleaciones de cobre y aceros nobles.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que el procedimiento de soldadura es un procedimiento de soldadura de difusión por fusión.
- 15 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que el procedimiento de soldadura se efectúa sin fundente.
- 20 5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que se emplea como mínimo una capa parcial de metal de aporte para la formación de la capa de metal de aporte.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que se emplean dos capas parciales de metal de aporte para la formación de la capa de metal de aporte.
- 25 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 5 o 6 **caracterizado** por el hecho de que las capas parciales de metal de aporte son, como mínimo, una capa parcial de fusión elevada y una capa parcial de fusión baja.
8. Procedimiento según la reivindicación 7 **caracterizado** por el hecho de que la capa parcial de metal de aporte de fusión alta, de la que existe como mínimo una, está formada por al menos uno de los metales pertenecientes al grupo que comprende plata, oro, níquel y cobre.
- 30 9. Procedimiento según una de las reivindicaciones 7 y 8 **caracterizado** por el hecho de que la capa parcial de metal de aporte de fusión baja, de la que existe como mínimo una, está formada por al menos uno de los metales pertenecientes al grupo que comprende estaño, indio y bismuto.
- 35 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones de la 7 a la 9 **caracterizado** por el hecho de que en primer lugar se precipita sobre la lámina de componente la capa o las capas parciales de fusión elevada y seguidamente, la capa o las capas parciales de fusión baja.
- 40 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que la capa de barrera multifuncional, de la que existe como mínimo una, está formada por al menos un metal perteneciente al grupo que comprende molibdeno, manganeso, cromo, paladio, hierro, níquel y aleaciones con fósforo de como mínimo un metal perteneciente al grupo que comprende hierro y níquel.
- 45 12. Procedimiento según una de las reivindicaciones de la 5 a la 11 **caracterizado** por el hecho de que la composición y el grosor de las capas parciales de metal de aporte están seleccionados de tal forma que durante la soldadura puedan formar un eutéctico inicial.
- 50 13. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que las láminas de componentes se unen entre sí por soldadura isotérmica.
14. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que las láminas de componentes se unen entre sí por la suministración simultánea de calor y presión.
- 55 15. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que las láminas de componentes se unen entre sí por medio de, como mínimo, un procedimiento rápido perteneciente al grupo que comprende calentamiento y enfriamiento.
- 60 16. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que se suelda a una temperatura comprendida entre los 100 y los 600°C, con una presión aplicada sobre la pila de un mínimo de 0,1 MPa y con un tiempo de mantenimiento comprendido entre los 0 y los 60 minutos y que se aplica un tratamiento de calor con un tiempo de templado comprendido entre los 0 y los 60 minutos.
- 65 17. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que al menos una capa perteneciente al grupo que comprende las capas de barrera multifuncionales, las capas parciales de metal de aporte de fusión elevada y las capas parciales de metal de aporte de fusión baja se forman siguiendo un método de galvanizado.

## ES 2 269 912 T3

18. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que las láminas de componentes se sueldan en paneles múltiples.

5 19. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que las láminas de componentes se sueldan en una prensa de laminado de placas impresas.

10 20. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que durante la soldadura se utilizan placas, planchas o láminas hechas de un material perteneciente al grupo que comprende metales, cerámica, grafito y materiales compuestos.

21. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que se emplean baldosines de cerámica como amortiguadores.

15 22. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que durante la soldadura se emplean dispositivos o clavijas de registro o plantillas.

23. Procedimiento según la reivindicación 22 **caracterizado** por el hecho de que los dispositivos o las clavijas de registro o las plantillas están hechos de un metal perteneciente al grupo que comprende grafito, cerámica y metal.

20 24. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que durante la soldadura se emplean características de la propia estructura de las láminas de componentes para el registro.

25 25. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores **caracterizado** por el hecho de que las láminas de componentes se separan tras el proceso de soldadura por corte, fresado, troquelado o aplicación de láser.

30 26. Componente de microestructura **caracterizado** por una pila compuesta por láminas de componentes microestructuradas unidas entre sí y hechas de materiales seleccionados de un grupo que comprende metales y aleaciones metálicas, el cual componente presenta como mínimo una capa de barrera multifuncional y una capa de metal de aporte entre las distintas láminas de componentes.

27. Componente de microestructura según la reivindicación 26 **caracterizado** por el hecho de que los materiales corresponden a un grupo que comprende aluminio, aleaciones de aluminio, cobre, aleaciones de cobre y aceros nobles.

35 28. Componente de microestructura según una de las reivindicaciones 26 y 27 **caracterizado** por el hecho de que las láminas de componentes se unen entre sí por un procedimiento de soldadura de difusión por fusión.

40 29. Componente de microestructura según una de las reivindicaciones de la 26 a la 28 **caracterizado** por el hecho de que la capa de metal de aporte está compuesta por al menos una capa parcial de fusión elevada y al menos una capa parcial de fusión baja.

30 30. Componente de microestructura según la reivindicación 29 **caracterizado** por el hecho de que el metal de fusión elevada, del que como mínimo existe uno, pertenece al grupo que comprende oro, plata, níquel y cobre.

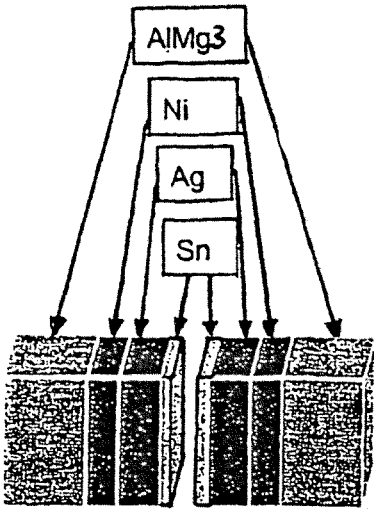
45 31. Componente de microestructura según una de las reivindicaciones de la 29 a la 30 **caracterizado** por el hecho de que el metal de fusión baja, del que como mínimo existe uno, pertenece al grupo que comprende estaño, indio y bismuto.

50 32. Componente de microestructura según una de las reivindicaciones de la 26 a la 31 **caracterizado** por el hecho de que la capa de barrera multifuncional, de la cual existe como mínimo una, está compuesta por al menos un metal perteneciente al grupo que comprende molibdeno, manganeso, hierro, níquel y aleaciones con fósforo de al menos un metal perteneciente al grupo que comprende hierro y níquel.

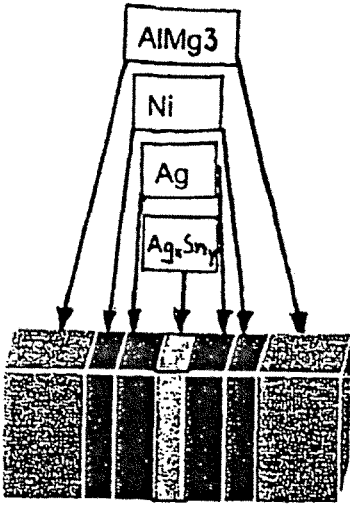
55 33. Componente de microestructura según una de las reivindicaciones de la 26 a la 32 **caracterizado** por el hecho de que las láminas de componentes se sueldan en paneles múltiples.

60

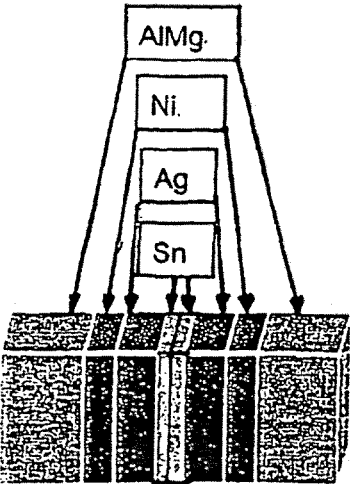
65



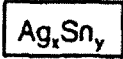
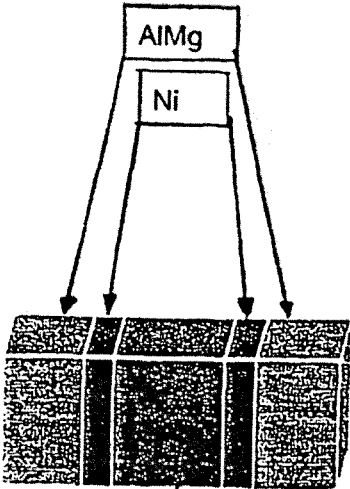
1a



1c



1b



1d

Fig. 1

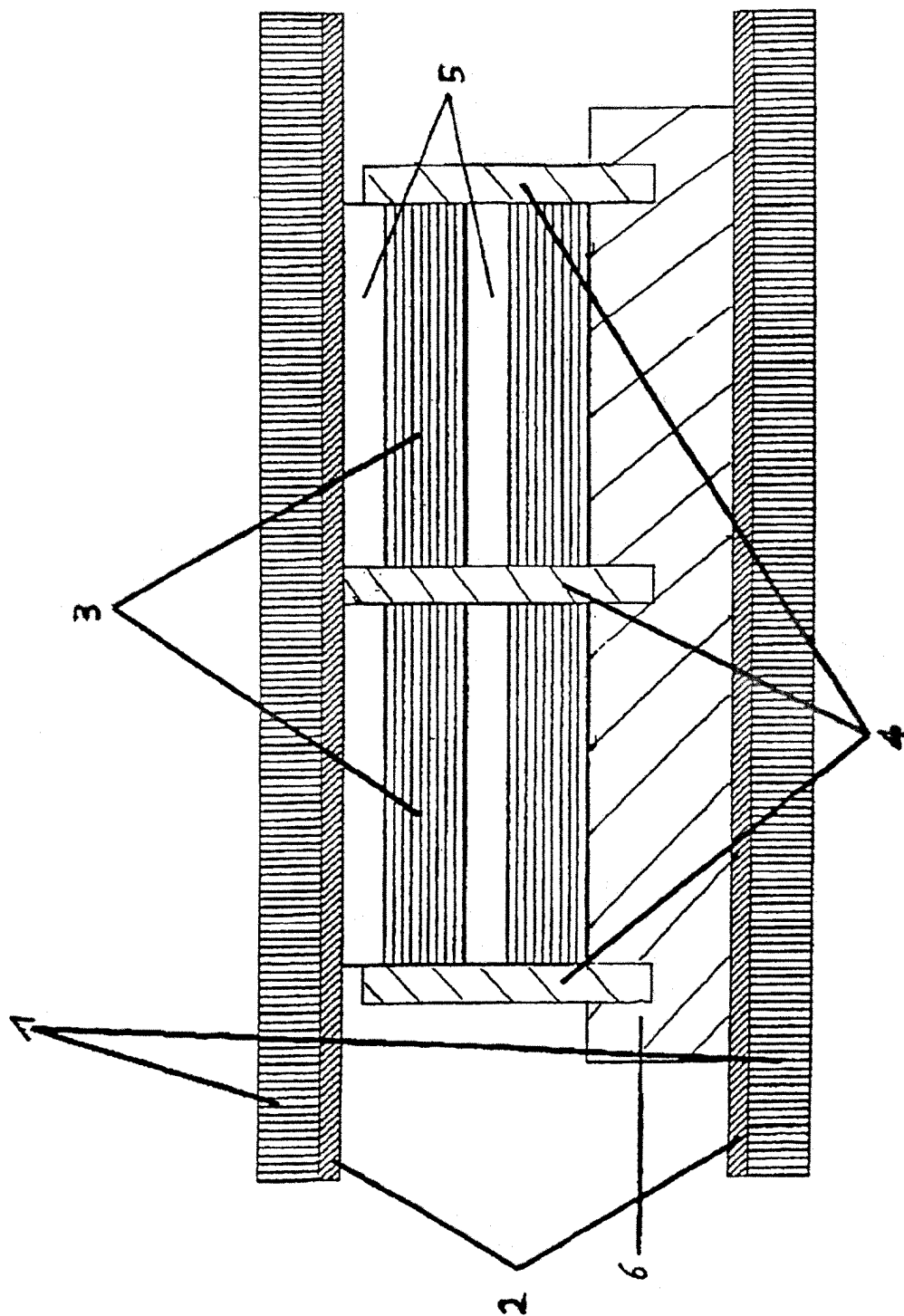


Fig. 2 a

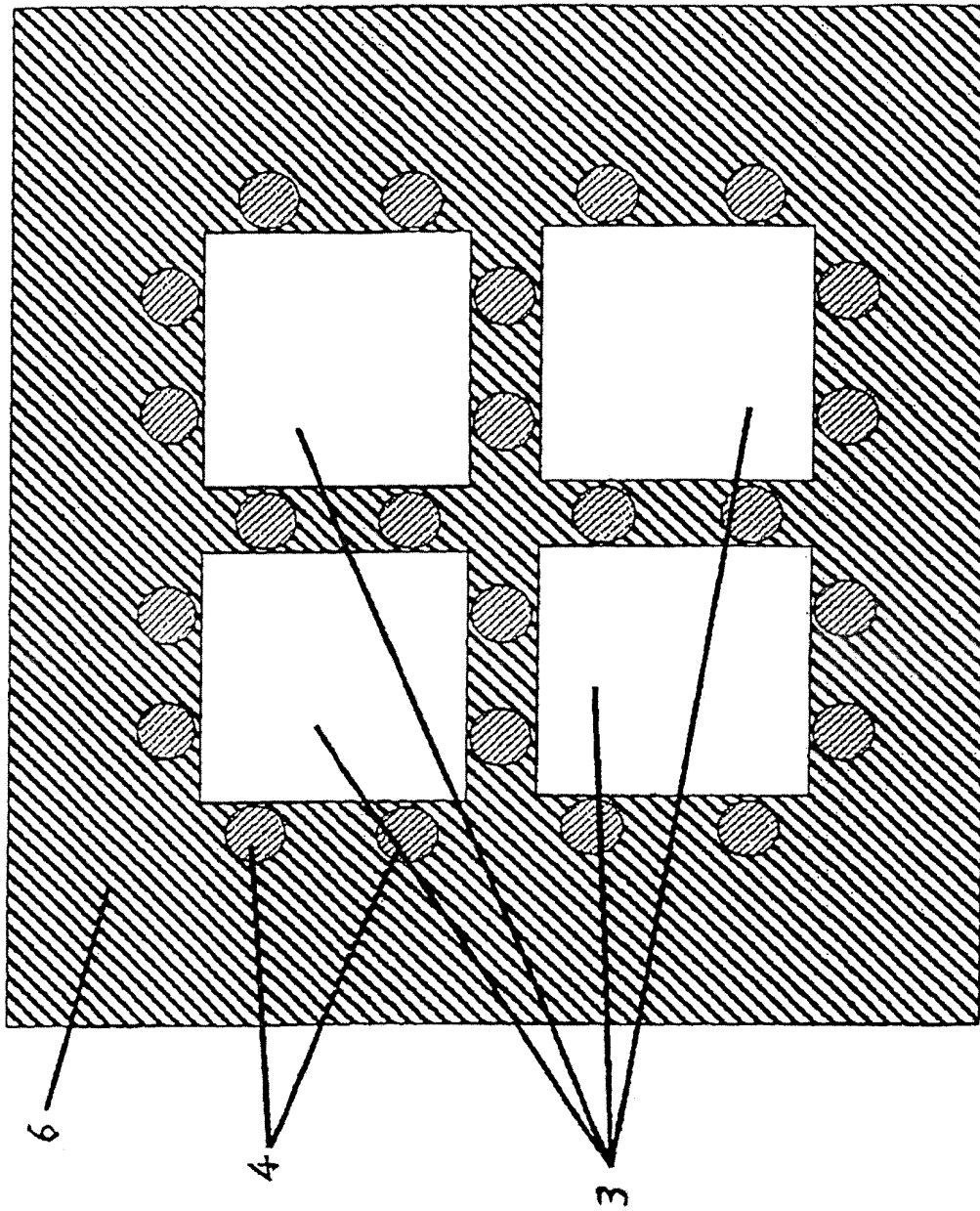


Fig. 2 b

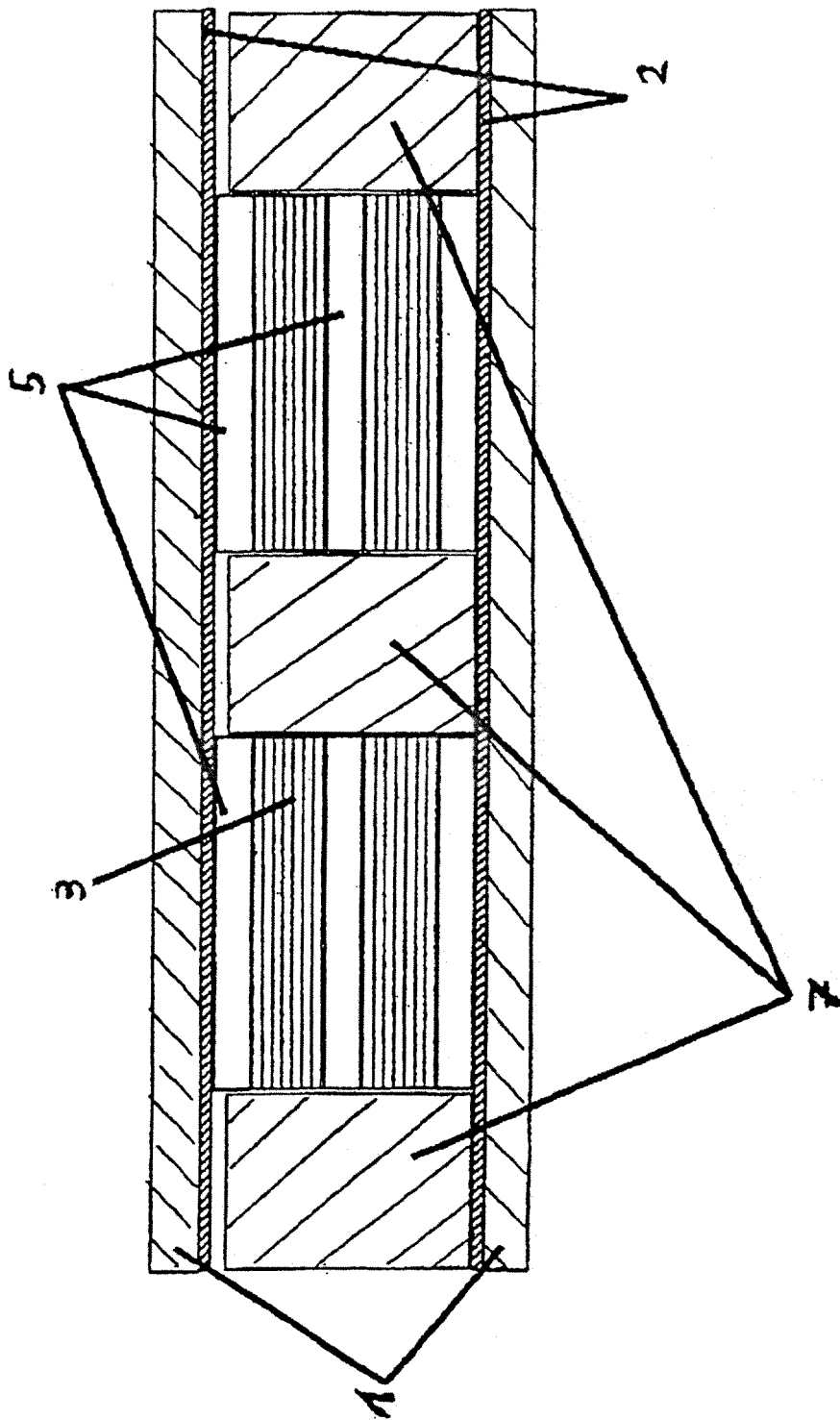


Fig. 3

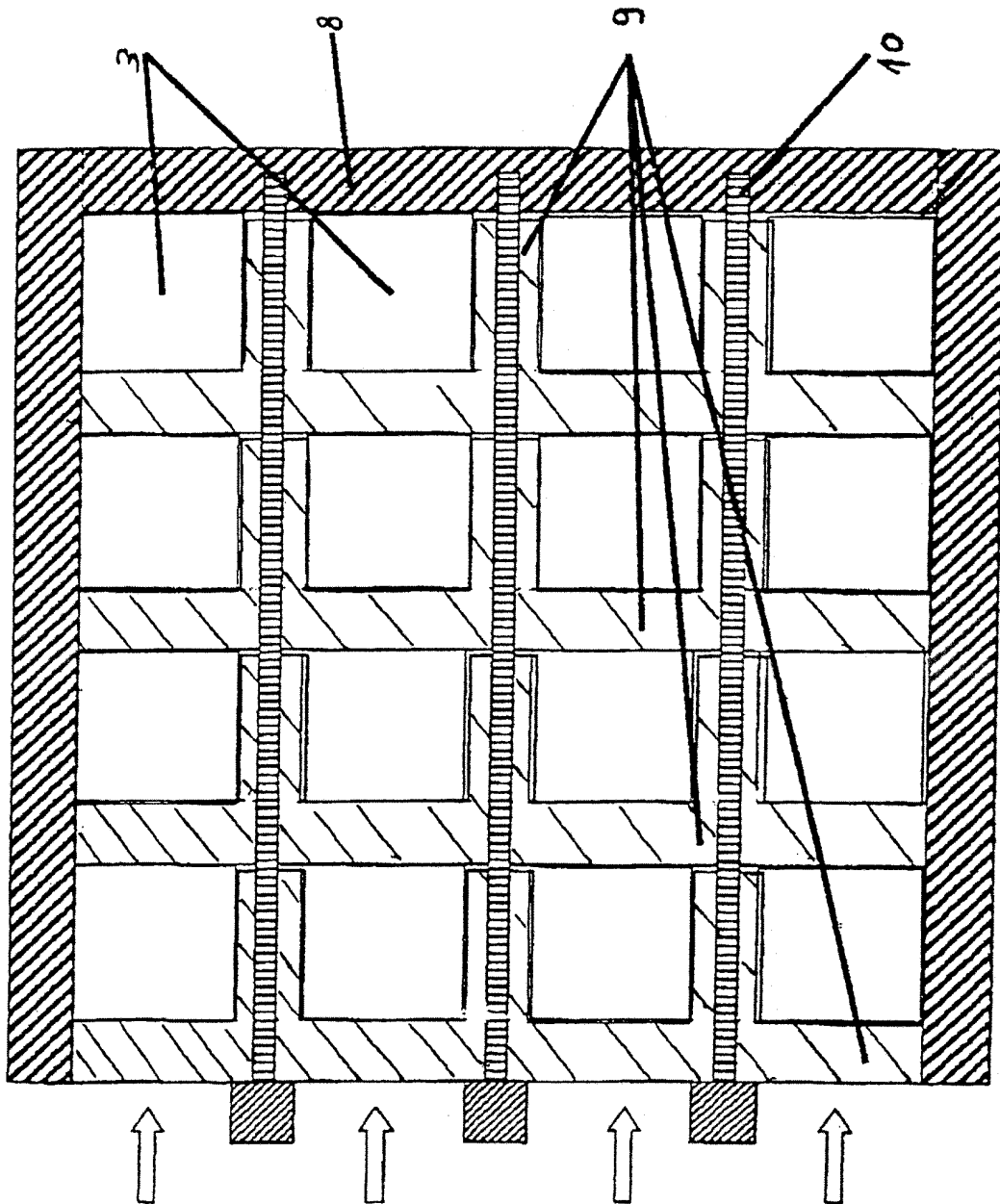


Fig. 4

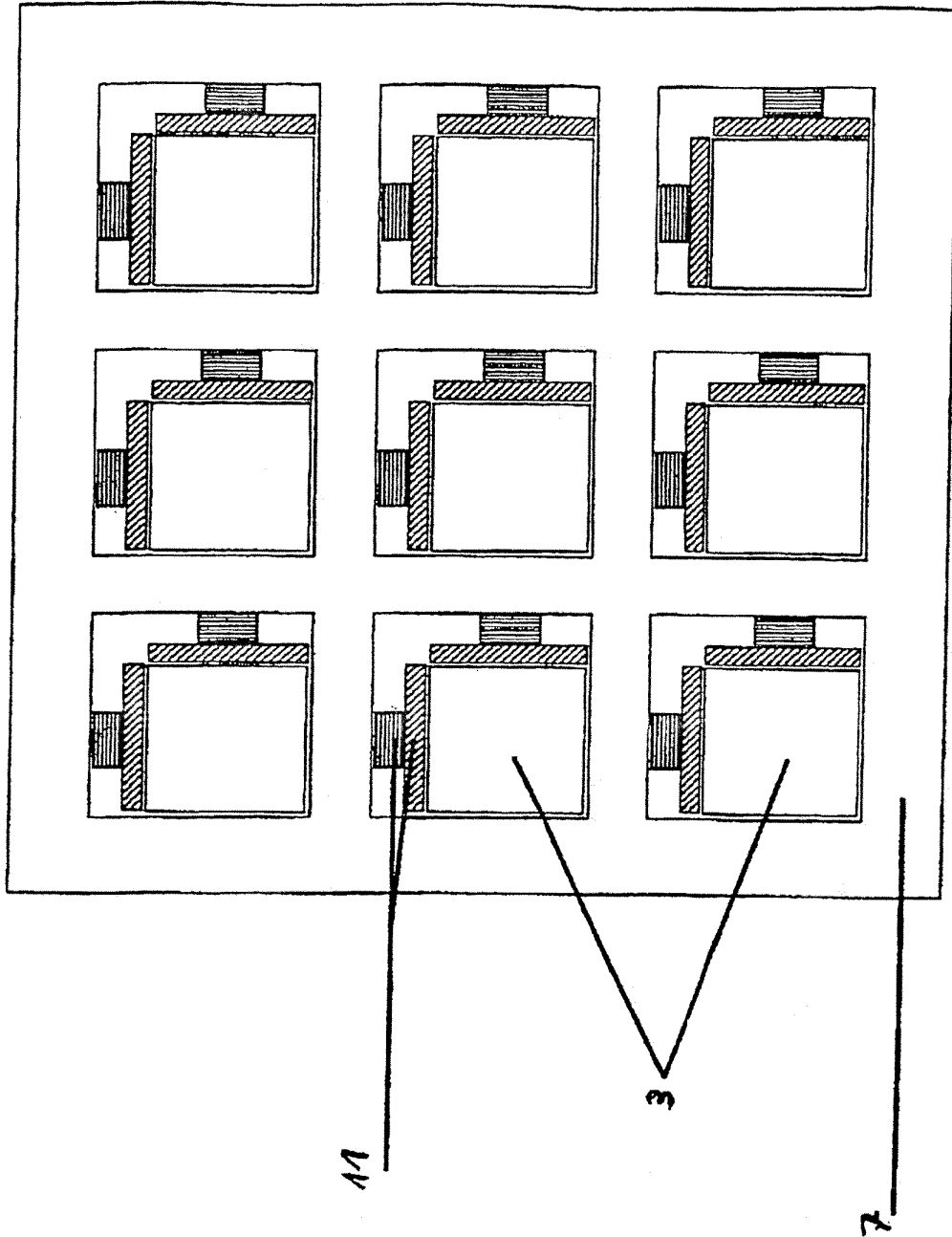


Fig. 5

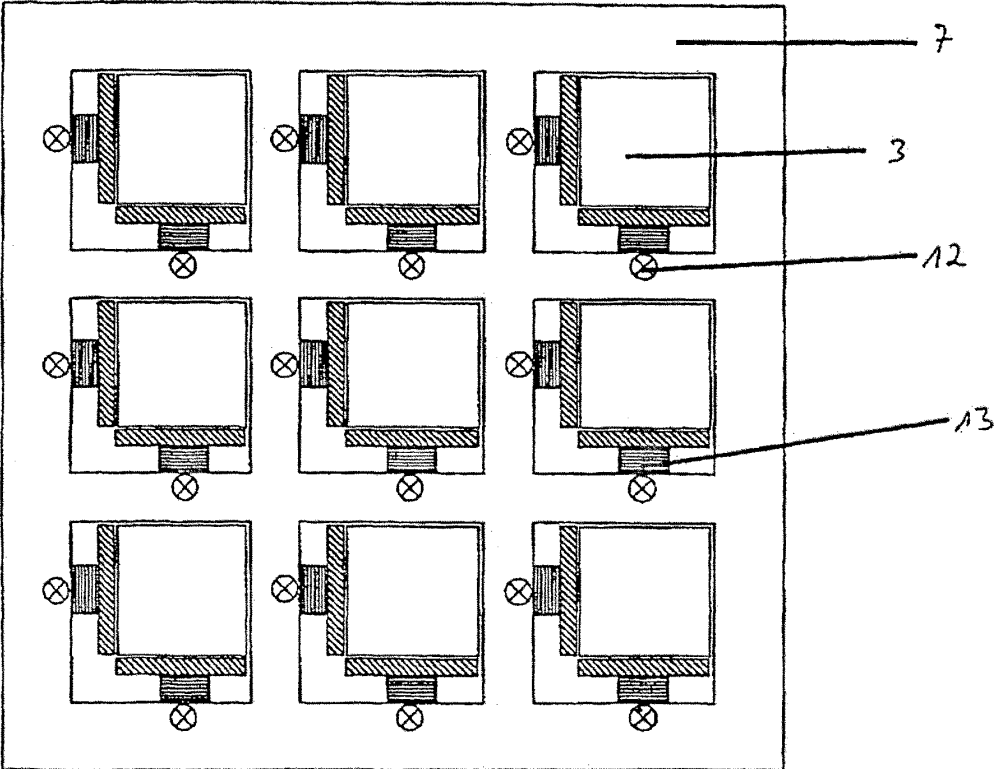


Fig. 6 a

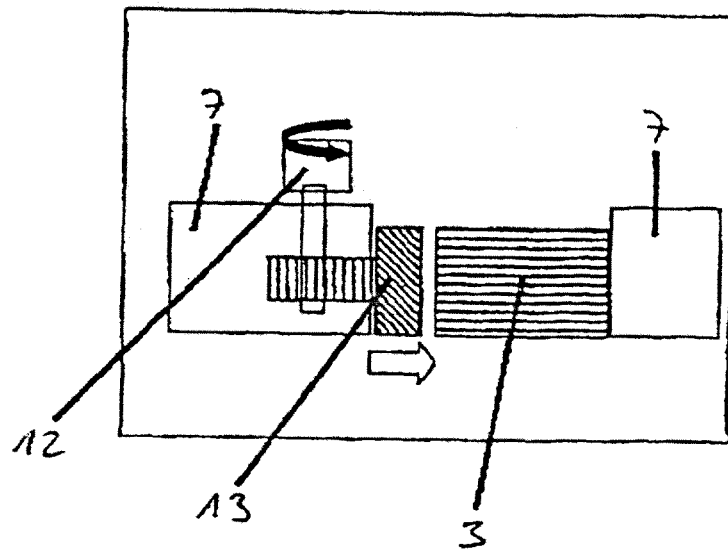


Fig 6 b

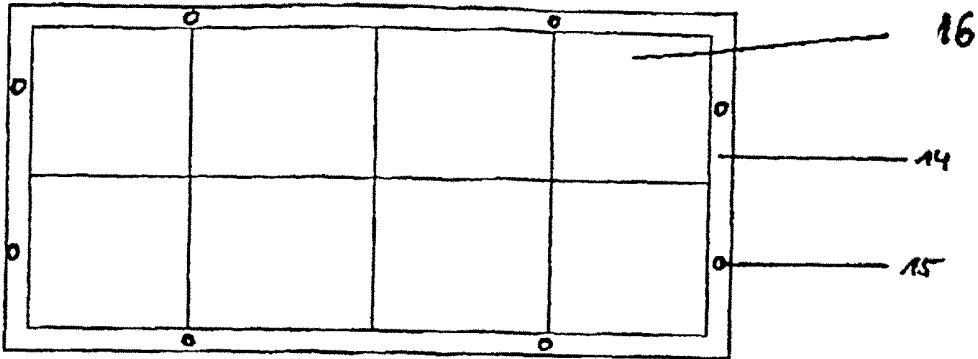


Fig. 7

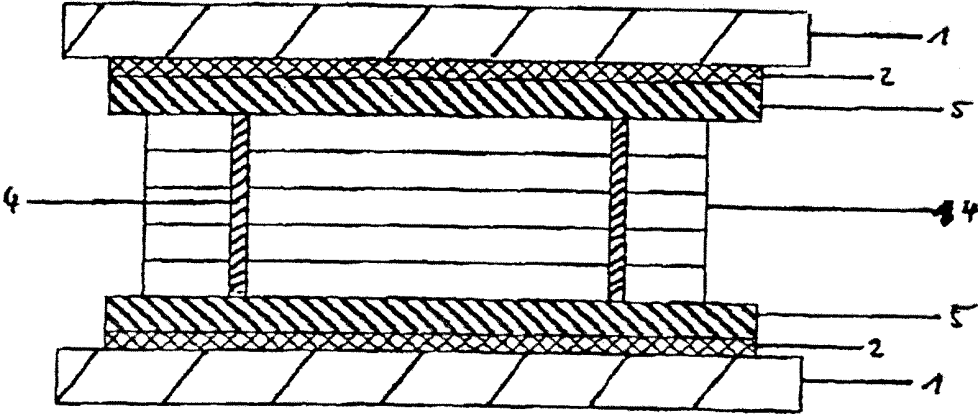


Fig 8 a

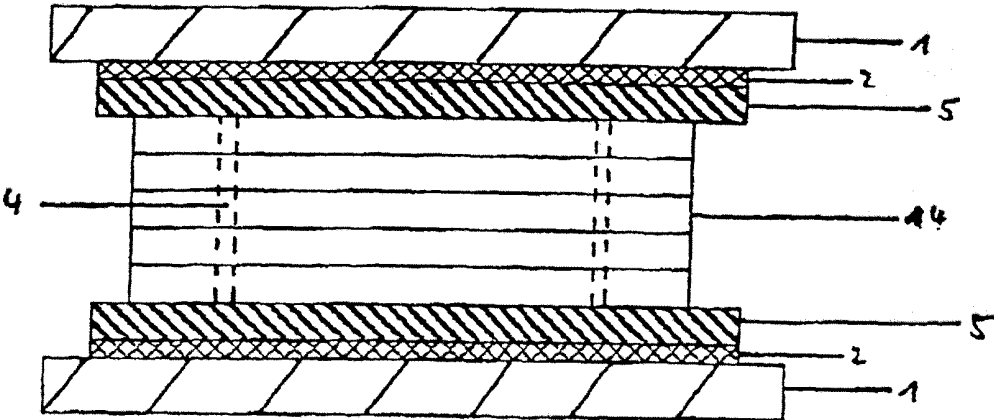


Fig 8 b