



# OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: 2 551 082

51 Int. Cl.:

H01L 41/29 (2013.01) H01L 41/313 (2013.01) B06B 1/06 (2006.01) G21C 17/025 (2006.01)

(12)

# TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- (96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: 29.06.2012 E 12730966 (4)
  (97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: 26.08.2015 EP 2727159
- (54) Título: Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura que utiliza un cristal de niobato de litio soldado con oro e indio
- (30) Prioridad:

30.06.2011 FR 1155880

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente: 16.11.2015

(73) Titular/es:

COMMISSARIAT À L'ÉNERGIE ATOMIQUE ET AUX ÉNERGIES ALTERNATIVES (100.0%) 25, Rue Leblanc, Bâtiment "Le Ponant D" 75015 Paris, FR

(72) Inventor/es:

LHUILLIER, CHRISTIAN

74) Agente/Representante:

**VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro** 

#### **DESCRIPCIÓN**

Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura que utiliza un cristal de niobato de litio soldado con oro e indio

5

El campo de la invención es el de los dispositivos emisor, receptor o emisor-receptor de ondas ultrasónicas o acústicas que pueden propagarse en sólidos y fluidos, denominados de aquí en adelante en la descripción: Transductor Ultrasónico de Alta Temperatura o TUSAT, concebidos para funcionar a altas temperaturas, normalmente superiores a varios centenares de grados Celsius.

10

De manera general, las ondas acústicas pueden ser de tipo longitudinal (propagación en los fluidos y los sólidos) o de tipo transversal (propagación en los sólidos y los fluidos viscosos, por ejemplo), o unas combinaciones de estos dos tipos de ondas (propagación de ondas de superficie, de ondas guiadas, en los sólidos).

15 Ac

25

Actualmente existe una necesidad para incrementar los campos de funcionamiento de los transductores ultrasónicos o acústicos y su duración de utilización particularmente en las condiciones físicas del colector caliente de la cuba principal de reactores de neutrones rápidos refrigerados por metal líquido.

Este tipo de transductores pueden encontrar en efecto unas aplicaciones en reactores de neutrones rápidos, debiendo dirigirse sin embargo al buen funcionamiento de los transductores principalmente bajo las condiciones físicas indicativas siguientes:

una inmersión en metal o aleación líquida (sodio por ejemplo);

- una temperatura de trabajo en condiciones normales: 200 °C (con el reactor parado), 550 °C (reactor en funcionamiento);
- una temperatura de trabajo en condiciones transitorias: 700 °C;
- unos ciclos de temperatura entre 200 °C y 550 °C;
- un gradiente ocasional de temperatura (choque térmico): -20 °C/s entre 550 °C y 400 °C;
- un flujo de neutrones rápidos y térmicos y de fotones gamma;
- 30 una duración de funcionamiento de varias decenas de años (duración de explotación de los reactores: 60 años):
  - una temperatura de pruebas (ensayos) o de acondicionamientos iniciales superiores a la temperatura de utilización (600 °C aproximadamente para una utilización a 550 °C).

Los transductores deben igualmente poder funcionar a temperatura ambiente (algunos grados) para los ensayos de laboratorio.

Los transductores deben poder funcionar en emisores de ondas acústicas o ultrasónicas, en receptores de ondas acústicas o ultrasónicas, en emisores-receptores.

40 Los transductores deben finalmente poder funcionar en un campo extendido de frecuencias acústicas o ultrasónicas, normalmente desde casi continuo a varios megahercios.

Por sus características genéricas, las mejoras de los transductores están indicadas igualmente en otros campos de aplicación tales como la instrumentación de los reactores de agua presurizada o incluso la instrumentación de alta temperatura en la industria no nuclear.

De manera conocida, la generación y/o la recepción de ondas acústicas se efectúan con la ayuda de un elemento en material convertidor de la energía eléctrica en energía mecánica y/o inversamente, de tipo piezoeléctrico, o magnetostrictivo, o electro-magnético-acústico (EMAT), u otro.

50

55

60

65

45

El elemento convertidor (de tipo piezoeléctrico por ejemplo) está separado del medio de propagación de las ondas por una lámina de protección (generalmente metálica o de aleación metálica) denominada en la descripción lámina de soporte (a veces denominada lámina de interfaz, lámina de separación, lámina de fase, lámina de acoplamiento, lámina delantera, cara delantera, diafragma,...) o más generalmente soporte, en la práctica se puede integrar en una parte de la caja o de una pieza a registrar, o de una guía de ondas.

Con el fin de obtener unos rendimientos satisfactorios, es conveniente determinar principalmente:

- la elección del material convertidor;
- la elección del material de soporte y más en general de la caja;
- la elección y la puesta en práctica del tipo de enlace (unión) entre el material convertidor y el soporte, debiendo asegurar este enlace, unas funciones mecánicas y acústicas, es decir ser capaz de transmitir unos ultrasonidos en un amplio intervalo de frecuencias (desde casi continuo a algunos megahercios) y de temperatura (desde algunos grados a 550 °C, incluso 700 °C). En su segunda cara, el material convertidor está acoplado a un electrodo, pudiendo efectuarse el acoplamiento de la misma manera que entre el material convertidor y el soporte, o pudiendo efectuarse de manera diferente. Puede en efecto ser interesante que el electrodo no esté

acoplado acústicamente con el elemento convertidor. La lámina puede servir de segundo electrodo. Se pide al tipo de enlace que sea compatible con la función eléctrica de los electrodos (electrodo y soporte, realizados en materiales conductores), es decir que no introduzca entre los electrodos y el convertidor un elemento cuyas propiedades eléctricas (resistividad) y/o dieléctricas puedan formar un obstáculo a la conexión eléctrica resistiva y/o capacitiva, por ejemplo, mediante contacto entre dichos electrodos y el convertidor.

El conjunto siguiente "soporte-primera unión-material convertidor-segunda unión-electrodo", denominado en lo que sigue en la descripción: ensamblaje, debe funcionar (mecánicamente, eléctricamente y acústicamente) de modo durable y con unas características estables en las condiciones severas enumeradas anteriormente.

Una técnica utilizada a veces consiste en recurrir a unas guías de ondas, en las que un extremo está en contacto con el medio a alta temperatura, estando situado el otro extremo en zona más fría y sometido a unos flujos nucleares débiles, llevando un transductor convencional de baja temperatura. Estos dispositivos son de puesta en práctica delicada, principalmente en presencia de gradientes y de inestabilidades de temperatura.

Se ha de tomar nota por otro lado de que los transductores ultrasónicos denominados "de alta temperatura" comerciales, no permiten alcanzar los rendimientos solicitados con relación al intervalo de temperaturas, el intervalo de frecuencias y la duración de utilización. En efecto las limitaciones son aportadas principalmente por:

20 - el material convertidor piezoeléctrico de temperatura de Curie insuficientemente elevada, por ejemplo;

5

10

15

30

35

45

50

55

60

65

- el tipo de unión utilizada en este material y la lámina (caja): adhesivos, pastas, juntas licuables..., que no soportan la temperatura impuesta o unos ciclos o gradientes de temperatura, o no soportan las limitaciones mecánicas inducidas por la temperatura o el funcionamiento del transductor, o incluso degradando el transductor por agresividad o reacciones químicas,...;
- el tipo de unión utilizada entre este material y la lámina; el contacto seco por presión (tornillo, resorte) por ejemplo está adaptado a la transmisión de ultrasonidos de alta frecuencia.

Además, los materiales utilizados (convertidor, unión) son con frecuencia debilitados por las condiciones de las radiaciones nucleares.

Es esto por lo que la presente invención tiene por objetivo un procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura, comprendiendo dicho transductor un electrodo superior de acero o metal, un convertidor de material piezoeléctrico y un soporte en acero o metal que asegura la interfaz entre el convertidor y el medio de propagación de las ondas acústicas, una primera unión entre el soporte y el cristal piezoeléctrico, una segunda unión entre el convertidor y el electrodo superior, caracterizado por que comprende las etapas siguientes para realizar dichas uniones:

- el depósito de una capa de oro seguida del depósito de una capa de indio sobre una de las caras del electrodo superior, sobre las dos caras del convertidor y sobre una cara del soporte de acero;
- 40 el apilado del soporte, del convertidor y del electrodo superior, mantenido bajo presión;
  - la realización de la primera unión y de la segunda unión a base de compuestos de oro y de indio, mediante una operación de soldadura y de difusión;
  - incluyendo dicha operación de soldadura y de difusión las etapas siguientes:
    - una primera etapa de elevación de temperatura a una primera temperatura comprendida entre aproximadamente 150 °C y aproximadamente 400 °C y el mantenimiento a esta primera temperatura durante una primera duración correspondiente a un primer escalón;
      - una segunda etapa de elevación de la temperatura a una segunda temperatura comprendida entre aproximadamente 400 °C y aproximadamente 1000 °C y el mantenimiento a esta segunda temperatura durante una segunda duración correspondiente a un segundo escalón.

La invención tiene también por objetivo un procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura, comprendiendo dicho transductor un electrodo superior de acero o metal, un convertidor de material piezoeléctrico y un soporte en acero o metal que asegura la interfaz entre el convertidor y el medio de propagación de las ondas acústicas, una primera unión entre el soporte y el cristal piezoeléctrico, una segunda unión entre el convertidor y el electrodo superior, caracterizado por que comprende además las etapas siguientes para realizar dichas uniones:

- el depósito de una capa de oro seguida del depósito de una capa de indio sobre una primera cara del convertidor y sobre una cara del soporte de acero;
- siendo la segunda cara del convertidor independientemente del tratamiento efectuado sobre la cara del electrodo, dejada desnuda o recubierta de una capa de oro seguida de una capa de indio o recubierta de una capa de oro, o de cualquier otro material, preferentemente no oxidable, y cuyas propiedades eléctricas y dieléctricas sean compatibles con una conexión eléctrica resistiva y/o capacitiva, por ejemplo, del convertidor y del electrodo por contacto;

- pudiendo dejarse la cara del electrodo, independientemente del tratamiento efectuado sobre la segunda cara del convertidor, desnuda o recubierta de una capa de oro seguida de una capa de indio o recubierta de una capa de oro, o de cualquier otro material, preferentemente no oxidable, y cuyas propiedades eléctricas y dieléctricas sean compatibles con una conexión eléctrica resistiva y/o capacitiva, por ejemplo, del electrodo y del convertidor por contacto;
- el apilado del soporte y del convertidor mantenido bajo presión, estando dicha primera cara del convertidor enfrentada a dicho soporte;
- la realización de la primera unión a base de compuestos de oro y de indio, mediante una operación de soldadura y de difusión;
- 10 incluyendo dicha operación de soldadura y de difusión las etapas siguientes:
  - una primera etapa de elevación de temperatura a una primera temperatura comprendida entre aproximadamente 150 °C y aproximadamente 400 °C y el mantenimiento a esta primera temperatura durante una primera duración correspondiente a un primer escalón;
  - una segunda etapa de elevación de la temperatura a una segunda temperatura comprendida entre aproximadamente 400 °C y aproximadamente 1000 °C y el mantenimiento a esta segunda temperatura durante una segunda duración correspondiente a un segundo escalón.
  - el apilado del electrodo superior sobre el convertidor;
- 20 la realización de la segunda unión por contacto entre el convertidor y el electrodo superior.

De ese modo, según la presente invención, el hecho de efectuar en la operación de soldadura y de difusión, un primer escalón, a "media" temperatura y posteriormente en segundo escalón a "alta" temperatura permite asegurar una muy buena que calidad de la unión particularmente bien adaptada a las aplicaciones a las que se dirige la presente solicitud.

Según una variante de la invención, el material piezoeléctrico es de niobato de litio.

El niobato de litio puede presentarse bajo todas sus formas, composiciones químicas y tratamientos, por ejemplo: niobato de litio monocristalino o policristalino, congruente, estequiométrico o cuasi estequiométrico, reducido ("black lithium niobate"), con campos de polarización alternos o invertidos, con polarización periódica (PPL, periodically poled lithium niobate), dopado (inclusión o sustitución de elementos químicos); el niobato de litio puede elaborarse por cualquier técnica, por ejemplo: la emisión por método Czochralski o Czochralski modificado, la elaboración por fusión de zona, la elaboración mediante procedimiento sol-gel.

Según una variante de la invención, el porcentaje atómico del indio es inferior a aproximadamente el 35%.

Según una variante de la invención, el niobato de litio es un niobato natural o un niobato enriquecido en el isótopo 7 del litio.

Según una variante de la invención, el niobato de litio presenta un corte de orientación Z (Y 90°).

Según una variante de la invención, el niobato de litio presenta un corte de orientación Y 36° o un corte de orientación Y 163°.

Según una variante de la invención, dicha primera temperatura es superior a la temperatura de fusión del indio puro.

Según una variante de la invención, dicha primera temperatura es del orden de 170 °C.

50 Según una variante de la invención, dicha segunda temperatura es del orden de 650 °C.

Según una variante de la invención, la primera temperatura es ligeramente ascendente durante la primera duración.

Según una variante de la invención, la primera duración es del orden de 1 hora, siendo la segunda duración del orden de 2 horas, siendo la elevación de temperatura entre dicha primera temperatura y dicha segunda temperatura del orden de 4 horas.

Según una variante de la invención, las etapas de realización de las uniones soldadas se efectúan bajo un vacío secundario que puede ser del orden de 10<sup>-5</sup> mbar.

Según una variante de la invención, las etapas de realización de las uniones soldadas se efectúan manteniendo el ensamblaje bajo una limitación de presión moderada, que puede ser inferior a aproximadamente 2 kg/cm².

Según una variante de la invención, el procedimiento comprende la integración del ensamblaje: soporte-primera unión-convertidor-segunda unión-electrodo superior en una caja, siendo dicho soporte una lámina integrada en dicha caja.

4

5

15

25

35

40

45

Según una variante de la invención, dicha caja comprende unos medios de aireación que permiten renovar el contenido en oxígeno presente en dicha caja.

Según una variante de la invención, el procedimiento comprende además para realizar las uniones soldadas:

5

- el ensamblado del conjunto constituido por el electrodo superior, el convertidor y el soporte, o el convertidor y el soporte, en presencia de una hoja intercalada a base de oro y de indio, o de mezclas de oro y de indio, entre cada uno de los elementos antes citados;
- una operación de soldadura y difusión.

10

Según una variante de la invención, el procedimiento comprende además la realización de capas previas de oro sobre las caras de dichos elementos destinados a estar enfrentados en la operación de ensamblado por soldadura, de manera que favorezca la adherencia de dichas hojas a base de oro y de indio, o de mezcla de oro y de indio.

15 Según una variante de la invención, los depósitos de capas se realizan por pulverización catódica.

Según una variante de la invención, el procedimiento comprende además, previamente a los depósitos de las capas de oro, la realización de capas de colocación sobre las capas del electrodo y/o del convertidor y/o del soporte.

- La capa de colocación puede hacer igualmente de barrera con relación a la migración de los elementos de oro y/o de indio en los materiales situados de un lado y otro de las uniones, durante los depósitos y/o en las condiciones de temperatura y de presión que preceden a las operaciones de soldadura. Esto permite evitar de ese modo que los depósitos penetran en los materiales antes de la soldadura.
- Según una variante de la invención, la o las capas de enganche son a base de cromo y/o de cromo y de níquel o de titanio.

Según una variante de la invención, el procedimiento comprende además, el depósito de una capa de protección sobre la capa de indio.

30

Según una variante de la invención, la capa de protección es a base de oro.

La invención se comprenderá mejor y surgirán otras ventajas con la lectura de la descripción a continuación dada a título no limitativo y gracias a las figuras adjuntas entre las que:

35

40

- las figuras 1a y 1b ilustran un primer ejemplo de realización de un transductor según la invención;
- las figuras 2a y 2b ilustran algunos ejemplos de ciclos de soldadura que permiten obtener las uniones presentes en un transductor de la presente invención;
- la figura 3 ilustra un segundo ejemplo de realización de un transductor según la invención, que comprende la utilización de una hoja de separación;
- la figura 4 ilustra un dispositivo que comprende un transductor de la invención y unos medios que permiten hacerlo funcionar a unas temperaturas que alcanzan normalmente 530 °C a 600 °C, siendo la temperatura límite de funcionamiento del ensamblaje soporte-convertidor-electrodo superior a 900 °C.
- La presente invención se describirá en el marco de la realización de un transductor ultrasónico integrado en una caja y principalmente para su utilización en la realización de la detección de los defectos de objetos, de presencia de burbujas de gas, etc., en el sodio, medio opaco que no permite la detección óptica, o para realizar la detección de ruidos.
- 50 El interés de la presente invención reside principalmente en los materiales constitutivos de las uniones realizadas por soldadura lo que permite la transmisión de ondas acústicas en una gran banda de frecuencias.

Primer ejemplo de realización de un ensamblaje utilizado en un transductor de la invención:

55 Se realizan los apilados de capas siguientes sobre cada uno de los elementos: soporte, convertidor, electrodo superior, correspondiendo dicho soporte a la lámina de una caja. De ese modo, como se ilustra en la Figura 1:

Se recubre un soporte 1 por un apilado de capas constituido por las capas siguientes:

- 60
- una capa de enganche 11;
- una capa de oro 21;una capa de indio 31;
- una capa de protección 41.
- Un electrodo superior 2 comprende igualmente el apilado de las capas siguiendo:

- una capa de protección 42;
- una capa de indio 32;
- una capa de oro 22;
- una capa de enganche 12.

5

Pudiendo estar constituido el convertidor por un cristal piezoeléctrico 3 que comprende sobre su cara inferior el apilado de las capas siguiendo:

- una capa de protección 43i;
- una capa de indio 33i;
- una capa de oro 23i;
- una capa de enganche 13i

y en la cara superior, un apilado simétrico de capas, es decir:

15

10

- una capa de enganche 13s;
- una capa de oro 23s;
- una capa de indio 33s;
- una capa de protección 43s.

20

Ventajosamente el soporte de tipo lámina y el electrodo denominado superior pueden ser de acero de diversos atributos, siendo el acero más comúnmente utilizado el acero austenítico de tipo 304L (eventualmente refundido en vacío).

Después del ensamblado, se obtiene la estructura de transductor ilustrada en la figura 1b que pone en evidencia las primeras y segundas uniones J<sub>1</sub> y J<sub>2</sub> situadas respectivamente entre el soporte y el convertidor por un lado y entre el convertidor y el electrodo superior por otro lado.

El convertidor puede ser un disco de:

30

35

40

- niobato de litio monocristalino, congruente, en corte cristalográfico denominado Z (eje del disco paralelo al eje "óptico" del cristal), elaborado mediante la técnica de crecimiento denominada de emisión "Czochralski", las caras planas de los discos de niobato de litio se pulen o bruñen inicialmente:
- niobato de litio natural que permite unos funcionamientos a alta temperatura (límite teórico de aproximadamente 1140 °C);
- niobato de litio enriquecido en litio 7, elaborado a partir de carbonato de litio enriquecido en litio 7, de contenido isotópico en litio 7 superior al 99,9% y de óxido de niobio natural y que permite incrementar unos funcionamientos bajo la fluencia de neutrones elevada;
- niobato de litio (natural o enriquecido en litio 7) que puede haberse sometido, antes del crecimiento del cristal, a un procedimiento térmico destinado a eliminar el gas CO<sub>2</sub> de los productos de base.

Se ha de hacer notar que la utilización de acero de tipo 304L y del corte cristalográfico denominado Z permite ensamblar favorablemente estos dos materiales por soldadura, siendo suficientemente próximos los valores de los coeficientes de dilatación térmica en el plano de la unión.

45

Ventajosamente, los depósitos sucesivos de las cuatro capas sobre cada uno de los elementos se pueden efectuar mediante pulverización catódica bajo vacío, y esto en un mismo ciclo, no siendo roto el vacío entre las diferentes fases de los depósitos.

50 Los depósitos (naturaleza, grosores) son idénticos sobre cada una de las caras a ensamblar por soldadura por razones de simetría, pudiendo igualmente no ser idénticos los grosores.

Se dan en el presente documento a continuación dos ejemplos de apilamiento de capas metálicas, siendo la primera capa la depositada sobre el soporte o el convertidor o el electrodo.

55

Ejemplo A:

Capa	Función	Material	Grosor (μm)	
1ª capa	Colocación	Cromo	0,05	
2ª capa	Soldadura	Oro	5	
3ª capa	Soldadura	Indio	2	
4ª capa	Protección	Oro	0,1	

#### Ejemplo B:

Сара	Función	Material	Grosor (μm)
1ª capa	Colocación	Níquel-Cromo 80-20	0,05
2ª capa	Soldadura	Oro	5
3ª capa	Soldadura	Indio	2
4ª capa	Protección	Oro	0,15

Las uniones J<sub>1</sub> y J<sub>2</sub> se elaboran gracias al ciclo de soldadura efectuado en las condiciones siguientes:

5

10

15

- las piezas a ensamblar se sitúan cara metalizada contra cara metalizada, y se mantienen por presión moderada (el valor normalmente utilizado es de cerca de 10<sup>2</sup> g/cm<sup>2</sup>, inferior a 2 kg/cm<sup>2</sup>, para unos convertidores de diámetro 40 y 15 mm) durante toda la duración del ciclo;
- las piezas así situadas se someten un ciclo de soldadura en un horno, bajo vacío (es decir a una presión inferior o igual a 3x10<sup>-5</sup> torr, es decir 4x10<sup>-5</sup> mbar o 4x10<sup>-3</sup> Pa), sin flujos gaseosos;

El ciclo de soldadura incluye dos escalones de temperatura ilustrados en la figura 2a, sucesivamente:

- un primer escalón P1 que permite principalmente la fusión del indio, a baja temperatura: 170 °C, de duración T1 igual a 1 hora, permitiendo también el mantenimiento de este escalón las desgasificaciones;
- una rampa de temperatura entre 170 °C y 650 °C, de duración de 4 horas;
- un segundo escalón P2, a alta temperatura: 650 °C, de duración T2 igual a 2 horas;
- un descenso progresivo de la temperatura.
- 20 Una variante del ciclo de soldadura se ilustra en la figura 2b. Se ha de hacer notar en efecto que es igualmente posible efectuar los ciclos de soldadura por elevaciones progresivas y no escalones estrictos.

Es igualmente posible efectuar unos escalones intermedios para favorecer la colocación a igual temperatura de las piezas a soldar.

25

35

40

45

De manera general, las cuatro capas metálicas se depositan sucesivamente sin romper el vacío entre dos depósitos sucesivos y los depósitos (naturalezas, grosores) son idénticos sobre las dos piezas a ensamblar por soldadura por razones de simetría, sin que la igualdad de los grosores de las capas sea una necesidad.

30 Los grosores de indio y de oro destinados a formar la capa final de unión de oro y de indio, pueden estar ventajosamente en la relación 2/5, correspondiente a un porcentaje teórico de indio (indio/(indio + oro)) del orden del 13% en masa y del 20% el número de átomos.

Las especificidades de la composición oro-indio y de temperatura-duración de soldadura proporcionan en el ensamblaje soldado una temperatura de fusión y de desunión, por lo tanto en la práctica una temperatura máxima de utilización, más elevada que la de los métodos de enlace a base de oro-indio que utilizan unas relaciones indio/oro más grandes y que se limitan al escalón "baja temperatura" de fusión del indio, en unas temperaturas próximas a las del escalón P1, para las que la temperatura de fusión y de desunión del ensamblaje es insuficiente para las aplicaciones citadas anteriormente.

Segundo ejemplo de realización de un ensamblaje utilizado en un transductor según la invención:

Se realiza sobre una cara del soporte 1, sobre las dos caras del convertidor 3 y sobre una cara del electrodo superior 2, el depósito de una capa de oro (después del depósito inicial de una capa de colocación, no representada en la figura 3) respectivamente 11, 13i, 13s y 12 como se ha ilustrado en la figura 3 y se intercalan unas hojas de oro y de indio (hoja de indio insertada entre dos hojas de oro), o de mezcla de oro y de indio, F1 y F2 entre estos diferentes elementos (en la figura 3, F1 y F2 pueden representar un conjunto de hojas). Normalmente el grosor de las hojas de indio y de oro puede ser del orden de una decena de micrómetros.

Se puede proceder entonces a uno de los ciclos de soldadura descrito anteriormente con el fin de obtener el transductor que comprende las dos uniones J1 y J2 a base de oro y de indio.

#### Ejemplo de transductor TUSAT de la invención:

Los ensamblajes anteriormente descritos pueden integrarse ventajosamente en un transductor ultrasónico TUSAT tal como el representado en la figura 4 y destinado a poder funcionar a unas temperaturas muy elevadas, potencialmente del orden de 900 a 1000 °C, que permiten diseñar unas aplicaciones en la cuba principal de un reactor nuclear de neutrones rápidos refrigerado por sodio, en todos sus regímenes de funcionamiento.

El convertidor 3 comprende un disco piezoeléctrico de niobato de litio plano que puede tener normalmente un diámetro de 40 mm o 15 mm o 6 mm y de grosor 0,78 mm.

La lámina de acero 1 es plana y puede ser de un grosor de 1,2 mm. Este valor habitual no es limitativo, sin embargo restrictivo por la obligación de mantenerse en una larga duración en sodio.

El electrodo 2 es igualmente de acero y plano, de grosor habitualmente comprendido entre 1 y 2 mm, no siendo estos valores limitativos.

10 La lámina se suelda a una caja B igualmente de acero.

El transductor está equipado con un cable eléctrico Cel, de tipo coaxial por ejemplo), cuyo alma está soldada al electrodo y la malla externa de acero está soldada a la caja y por tanto eléctricamente conectada a la lámina.

Una tuerca 4, atornillada a la caja, puede apoyarse sobre el electrodo a través de una arandela realizada en un material eléctricamente aislante (de estumatita, por ejemplo). Esta tuerca puede sustituirse por cualquier dispositivo (resorte,...), que realice la misma función.

La tuerca 4 tiene como objetivo:

20

25

50

60

5

- oponerse a las deformaciones de la lámina que pueden dañar el conjunto bajo la acción de una presión exterior por ejemplo. El dimensionamiento de la tuerca está diseñado para las condiciones físicas de temperatura y de presión representativas de una cuba de reactor de agua presurizada (170 bar, 320 °C), la tuerca no es necesaria para un funcionamiento en las condiciones normales de la cuba principal de un reactor de neutrones rápidos refrigerado por sodio líquido (bajo reducida presión, el dimensionamiento garantiza un funcionamiento bajo 550 °C y 40 bar);
- apoyar el electrodo sobre el elemento piezoeléctrico en la versión de electrodo no soldada (continuidad eléctrica por contacto resistivo y/o capacitivo).
- 30 El número, la posición y la amortiguación de las frecuencias de resonancia se ajustan modificando los grosores de los materiales que se acoplan acústicamente: lámina, elemento piezoeléctrico, electrodo o lámina y elemento piezoeléctrico, según las variantes.
- Un TUSAT puede poseer simultáneamente varias frecuencias de resonancia (poseyendo cada una su propia banda pasante) y utilizarse indiferentemente o simultáneamente en cada una de estas frecuencias, entre emisor y receptor por ejemplo, teniendo como repercusión:
  - la posibilidad de efectuar unas mediciones sobre diversas escalas de resolución axial o lateral (directiva), estando ligadas éstas a la frecuencia, a través de la longitud de onda de las señales,
- la posibilidad de efectuar las mediciones a la(s) frecuencia(s) más apropiada(s) en función de la atenuación de las ondas acústicas por el medio de propagación, la cual depende en general de la frecuencia y que puede ser un dato variable.
- En el dimensionamiento estándar, los TUSAT soldados se pueden utilizar como emisor, como receptor, como emisor-receptor en un campo extendido de frecuencias (hasta 5 MHz al menos).

Ventajosamente, la caja está equipada además por tubos de aireación Ta y de aislantes eléctricos I<sub>el</sub>. Puede preverse una fina capa de oro 51 en el exterior de la caja del lado de la lámina 1, con el fin de facilitar el impregnado (en el sentido acústico de la transmisión de los ultrasonidos) por el medio de propagación de las ondas ultrasónicas Multra, si éste es sodio líquido a baja temperatura (inferior a 350 °C) por ejemplo.

El transductor de la presente invención puede comprender igualmente de modo ventajoso:

- unos ensamblajes multi-estrato, que comprenden uno o varios discos piezoeléctricos asociados según el modelo Tonpiltz, bajo limitación mecánica, con el objetivo de incrementar el rendimiento del transductor (aplicación a las técnicas de acústica no lineal), eventualmente en asociación con una lámina de focalización.

Puede ser igualmente interesante ensamblar unos transductores multi-elementos (compuestos de recubrimientos yuxtapuestos), utilizables en unos dispositivos de tipo imagen que implementan unos procedimientos de tratamiento electrónico o informático de las señales de diversos elementos (sumas, combinaciones, retardos,...).

La realización se puede obtener de diversas maneras y por ejemplo:

- realizando inicialmente un ensamblaje soldado clásico (monoelemento) soporte-convertidor-electrodo, posteriormente la definición de los recubrimientos por mecanizado de muescas (por sierra mecánica o por cualquier otro procedimiento) en el grosor del ensamblaje (muescas que atraviesan al menos el electrodo,

- incluso el elemento piezoeléctrico y que penetran en la lámina);
- realizando inicialmente un ensamblaje monoelemento soporte-convertidor-electrodo cuyas metalizaciones de soldadura (sobre el elemento piezoeléctrico, incluso sobre la lámina y el electrodo) están limitadas (por técnicas de máscaras,...) a unos recubrimientos que definen los elementos del transductor y posteriormente la separación mecánica de los recubrimientos por mecanizado de muescas;
- mediante soldadura individual de los recubrimientos previamente cortados (material piezoeléctrico y electrodo).

Finalmente, se ha de hacer notar que la técnica de ensamblaje por soldadura se puede adaptar a diversas geometrías: asimétricas de revolución (discos), placas (paralelepipédicas, por ejemplo).

10

#### REIVINDICACIONES

- 1. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura, comprendiendo dicho transductor un electrodo superior (2) de acero o metal, un convertidor (3) de material piezoeléctrico y un soporte (1) en acero o metal que asegura la interfaz entre el convertidor y el medio de propagación de las ondas acústicas, una primera unión (J<sub>1</sub>) entre el soporte y el material piezoeléctrico, una segunda unión (J<sub>2</sub>) entre el convertidor y el electrodo superior, **caracterizado por que** comprende las etapas siguientes para realizar dichas uniones:
  - el depósito de una capa de oro seguida del depósito de una capa de indio sobre una de las caras del electrodo superior, sobre las dos caras del convertidor y sobre una cara del soporte de acero;
  - el apilado del soporte, del convertidor y del electrodo superior, mantenido bajo presión;
  - la realización de la primera unión y de la segunda unión a base de compuestos de oro y de indio, mediante una operación de soldadura y de difusión;
  - incluyendo dicha operación de soldadura y de difusión las etapas siguientes:

15

20

25

30

35

40

50

55

65

10

- una primera etapa de elevación de temperatura a una primera temperatura comprendida entre aproximadamente 150 °C y aproximadamente 400 °C y el mantenimiento a esta primera temperatura durante una primera duración correspondiente a un primer escalón;
- una segunda etapa de elevación de la temperatura a una segunda temperatura comprendida entre aproximadamente 400 °C y aproximadamente 1000 °C y el mantenimiento a esta segunda temperatura durante una segunda duración correspondiente a un segundo escalón.
- 2. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura, comprendiendo dicho transductor un electrodo superior (2) de acero o metal, un convertidor (3) de material piezoeléctrico y un soporte (1) en acero o metal que asegura la interfaz entre el convertidor y el medio de propagación de las ondas acústicas, una primera unión (J<sub>1</sub>) entre el soporte y el material piezoeléctrico, una segunda unión (J<sub>2</sub>) entre el convertidor y el electrodo superior, caracterizado por que comprende además las etapas siguientes para realizar dichas uniones:
  - el depósito de una capa de oro seguida del depósito de una capa de indio sobre una primera cara del convertidor y sobre una cara del soporte de acero;
  - siendo la segunda cara del convertidor independientemente del tratamiento efectuado sobre la cara del electrodo, dejada desnuda o recubierta de una capa de oro seguida de una capa de indio o recubierta de una capa de oro, o de cualquier otro material, preferentemente no oxidable y cuyas propiedades eléctricas y dieléctricas sean compatibles con una conexión eléctrica resistiva y/o capacitiva, por ejemplo, del convertidor y del electrodo por contacto;
  - pudiendo dejarse la cara del electrodo, independientemente del tratamiento efectuado sobre la segunda cara del convertidor, desnuda o recubierta de una capa de oro seguida de una capa de indio o recubierta de una capa de oro, o de cualquier otro material, preferentemente no oxidable, y cuyas propiedades eléctricas y dieléctricas sean compatibles con una conexión eléctrica resistiva y/o capacitiva, por ejemplo, del electrodo y del convertidor por contacto:
  - el apilado del soporte y del convertidor mantenido bajo presión, estando dicha primera cara del convertidor enfrentada a dicho soporte:
  - la realización de la primera unión a base de compuestos de oro y de indio, mediante una operación de soldadura y de difusión;
- incluyendo dicha operación de soldadura y de difusión las etapas siguientes:
  - una primera etapa de elevación de temperatura a una primera temperatura comprendida entre aproximadamente 150 °C y aproximadamente 400 °C y el mantenimiento a esta primera temperatura durante una primera duración correspondiente a un primer escalón;
  - una segunda etapa de elevación de la temperatura a una segunda temperatura comprendida entre aproximadamente 400 °C y aproximadamente 1000 °C y el mantenimiento a esta segunda temperatura durante una segunda duración correspondiente a un segundo escalón.
  - el apilado del electrodo superior sobre el convertidor;
  - la realización de la segunda unión por contacto entre el convertidor del electrodo superior.
  - 3. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura según una de las reivindicaciones 1 o 2, **caracterizado por que** el material piezoeléctrico es de niobato de litio.
- 4. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** el porcentaje atómico del indio es inferior a aproximadamente el 35%.
  - 5. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura según una de las reivindicaciones 3 o 4, **caracterizado por que** el niobato de litio es un niobato natural o un niobato enriquecido con el isótopo 7 del litio.

- 6. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura según una de las reivindicaciones 3 a 5, **caracterizado por que** el niobato de litio presenta un corte de orientación Z (Y 90°).
- 7. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura según una de las reivindicaciones
  3 a 5, caracterizado por que el niobato de litio presenta un corte de orientación Y 36° o un corte de orientación Y 163°.
  - 8. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura según una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado por que** dicha primera temperatura es superior a la temperatura de fusión del indio puro.
  - 9. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura según la reivindicación 8, caracterizado por que dicha primera temperatura es del orden de 170 °C.
- 10. Procedimiento de fabricación de un transductor según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que
  dicha segunda temperatura es del orden de 650 °C.
  - 11. Procedimiento de fabricación de un transductor según una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado por que** la primera temperatura es ligeramente ascendente durante la primera duración.
- 20 12. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura según una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado por que** la primera duración es del orden de 1 hora, siendo la segunda duración del orden de 2 horas, siendo la elevación de temperatura entre dicha primera temperatura y dicha segunda temperatura del orden de 4 horas.
- 25 13. Procedimiento de fabricación de un transductor según una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado por que** las etapas de realización de las uniones soldadas se efectúan bajo un vacío secundario que puede ser del orden de 10<sup>-5</sup> mbar.
- 14. Procedimiento de fabricación de un transductor según una de las reivindicaciones 1 o 13, **caracterizado por que**30 las etapas de realización de las uniones soldadas se efectúan manteniendo el ensamblaje bajo una limitación de presión moderada, que puede ser inferior a aproximadamente 2 kg/cm².
  - 15. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura según una de las reivindicaciones 1 a 14, **caracterizado por que** comprende la integración del ensamblaje: soporte-primera unión-convertidor-segunda unión-electrodo superior en una caja, siendo dicho soporte una lámina integrada en dicha caja.
  - 16. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura según la reivindicación 15, caracterizado por que dicha caja comprende unos medios de aireación que permiten renovar el contenido de oxígeno presente en dicha caja.
  - 17. Procedimiento de fabricación de un transductor ultrasónico de alta temperatura según una de las reivindicaciones 1 a 16, **caracterizado por que** comprende, además, para realizar las uniones soldadas:
    - el ensamblado del conjunto constituido por el electrodo superior, el convertidor y el soporte, o el convertidor y el soporte, en presencia de una hoja intercalada a base de oro y de indio, o de mezclas de oro y de indio, entre cada uno de los elementos antes citados;
    - una operación de soldadura y difusión.

10

35

40

45

- 18. Procedimiento de fabricación de un transductor según la reivindicación 17, **caracterizado por que** comprende además la realización de capas previas de oro sobre las caras de dichos elementos destinados a estar enfrentados en la operación de ensamblado por soldadura, de manera que favorezca la adherencia de dichas hojas a base de oro y de indio, o de mezcla de oro y de indio.
- 19. Procedimiento de fabricación de un transductor según una de las reivindicaciones 1 a 18, **caracterizado por que** los depósitos de capas se realizan por pulverización catódica.
  - 20. Procedimiento de fabricación de un transductor según una de las reivindicaciones 1 a 19, **caracterizado por que** comprende además, previamente a los depósitos de las capas de oro, la realización de capas de colocación sobre las capas del electrodo y/o del convertidor y/o del soporte.
  - 21. Procedimiento de fabricación de un transductor según la reivindicación 20, **caracterizado por que** la o las capas de enganche son a base de cromo y/o de cromo y de níquel o de titanio.
- 22. Procedimiento de fabricación de un transductor según una de las reivindicaciones 1 a 21, **caracterizado por que** comprende además el depósito de una capa de protección sobre la capa de indio.

23. Procedimiento de fabricación de un transductor según la reivindicación 22, **caracterizado por que** la capa de protección es a base de oro.

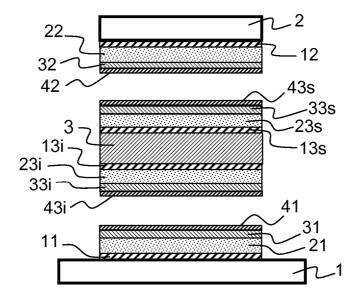


FIG.1a

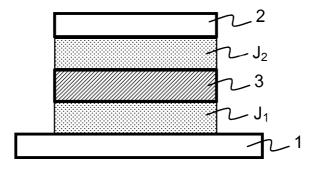
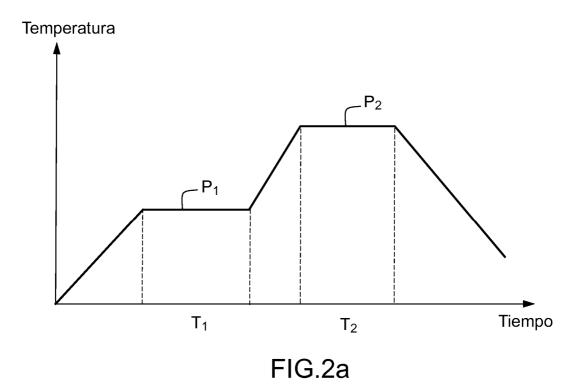
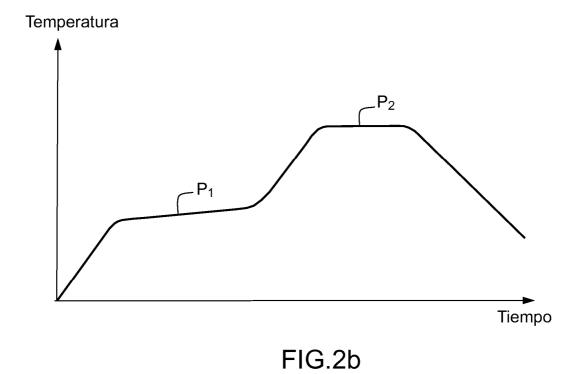


FIG.1b





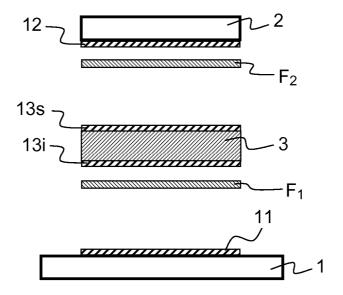


FIG.3

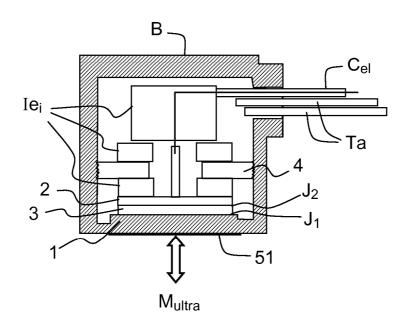


FIG.4