

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 656 677**

51 Int. Cl.:

C25B 11/04 (2006.01)

C02F 1/461 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **24.09.2015** E 15186725 (6)

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.11.2017** EP 3147386

54 Título: **Electrodo de diamante**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
28.02.2018

73 Titular/es:

**SCHUNK KOHLENSTOFFTECHNIK GMBH
(100.0%)
Rodheimer Strasse 59
35452 Heuchelheim, DE**

72 Inventor/es:

**DR. SCHNEWEIS, STEFAN y
WELLER, STEFFEN**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

Observaciones :

**Véase nota informativa (Remarks, Remarques
o Bemerkungen) en el folleto original publicado
por la Oficina Europea de Patentes**

ES 2 656 677 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

Electrodo de diamante

5 La invención se refiere a un electrodo para un procedimiento de electrólisis, que consta de un sustrato de electrodo no metálico, una capa de acumulación que crece sobre el sustrato de electrodo con composición química variable en dirección del crecimiento de la capa y un revestimiento que crece sobre la capa de acumulación con diamante cristalino.

Además, la invención se refiere a procedimientos para la producción del electrodo de acuerdo con la invención para un procedimiento de electrólisis.

10 Por el ámbito de aplicación del procedimiento de electrólisis se conocen electrodos en los que un cuerpo base está provisto de un revestimiento de diamante policristalino eléctricamente conductor. Como materiales para los cuerpos base se utilizan de manera generalizada metales y aleaciones, semiconductores, cerámicas así como carbono o grafito. Por los documentos WO 2004/106241 A1 y EP 0 994 074 A2 se conocen electrodos de diamante para la electrólisis en los que se utiliza como cuerpo base un sustrato de electrodo del grupo de los materiales anteriormente mencionados.

15 En el caso del revestimiento directo del sustrato de electrodo con la capa de diamante cristalino, pueden producirse de manera desventajosa lugares defectuosos en el revestimiento que pueden dar como resultado altas corrientes locales y una carga alternante térmica resultante de ello del electrodo. En el caso de coeficientes de dilatación térmica muy diferentes del sustrato de electrodo y el diamante, puede producirse la conformación de microgrietas en la superficie del sustrato que exponen el sustrato de manera especialmente expuesta a los procedimientos electroquímicos durante los que se desarrolla la electrólisis. La consecuencia de ello es una mayor conformación de lugares defectuosos en el revestimiento que pueden dar lugar hasta a la destrucción completa de los electrodos, de manera que, a causa de una durabilidad correspondientemente reducida, se necesita un intercambio más frecuente de los electrodos de diamante.

20

25 Por eso, en el documento EP 2 145 985 A1 se ha propuesto un electrodo con durabilidad aumentada que presenta un sustrato de electrodo que consta de un cuerpo base de material de carbono y de una capa de acumulación que porta el revestimiento de un material no metálico eléctricamente conductor. La capa de acumulación presenta una escasa profundidad de rugosidad en su superficie que va a recubrirse, de manera que puede evitarse en su mayor parte la conformación de lugares defectuosos en el área de contacto respecto a la capa de diamante cristalino. No obstante, en cuanto a la producción de electrodos más fiables, es deseable un mayor incremento de la capacidad de revestimiento, así, un fortalecimiento de las fuerzas de adhesión para el revestimiento sobre la superficie de la capa de acumulación con una capa de diamante cristalino.

30

35 Por el documento US 5 900 127 A se conoce un electrodo para la electrólisis que presenta un material de sustrato especialmente resistente sobre el que está aplicado un revestimiento mediante procedimientos de CVD o PVD (deposición química de vapor o deposición en fase de vapor, por sus siglas en inglés), el cual consta de un material compuesto de diamante y de un material eléctricamente conductor. El electrodo puede presentar una capa intermedia para unir la capa conductora más fuertemente al sustrato.

El documento EP 1 036 861 A1 muestra un electrodo recubierto con diamante y un procedimiento para su producción, presentando el electrodo una capa de diamante exenta de poros.

40 Por el documento US 2009/324810 A1 se conoce un procedimiento para la producción de un electrodo de diamante mediante un procedimiento de CVD.

El documento EP 1 640 479 A1 muestra un electrodo de diamante eléctricamente conductor que consta de un sustrato que contiene carbono sobre el que está aplicada una capa de diamante conductora mediante un procedimiento de CVD o PVD.

45 Por lo tanto, la presente invención se basa en el objetivo de perfeccionar un electrodo para la electrólisis de tal manera que esté garantizado un revestimiento fiable y duradero con diamante cristalino.

El objetivo se resuelve porque la capa de acumulación presenta excrecencias de silicio en forma de partículas de silicio (partículas de Si) en la superficie límite respecto al revestimiento con diamante cristalino.

50 Las partículas de Si forman un dentado con la capa de diamante cristalino, de manera que puede evitarse un desconchamiento de la superficie funcional realizada como capa de diamante. Con ello, está garantizado un revestimiento de diamante fiable y duradero con gran capacidad de adhesión.

De acuerdo con la invención, las partículas de Si poseen un tamaño promedio de 100 nm a 2000 nm. Las partículas de Si a modo de perla posibilitan un dentado óptimo con la capa de diamante en el caso de un diámetro en esta magnitud.

De acuerdo con la invención, la densidad de distribución espacial de las partículas de Si asciende entre

50 000 partículas/mm² y 500 000 partículas/mm². Con una densidad en este intervalo, según el tamaño de partícula pretendido (muchas partículas de Si pequeñas frente a pocas partículas de Si grandes), puede encontrarse un compromiso óptimo para la respectiva aplicación.

5 En otra configuración, la capa de acumulación presenta una capa de carburo de silicio en composición estequiométrica en la superficie límite respecto al sustrato de electrodo.

Para garantizar un enlace químico estable y duradero de la capa de diamante cristalino, ha demostrado ser conveniente si la capa de acumulación que se encuentra entre la capa de diamante y el sustrato presenta una capa de carburo de silicio (SiC) en composición estequiométrica aplicada directamente sobre la superficie del sustrato de electrodo.

10 Además, la capa de acumulación presenta una capa de carburo de silicio en composición no estequiométrica en la superficie límite respecto al revestimiento con diamante cristalino.

Otra capa de SiC rica en silicio no estequiométrica aplicada sobre la capa de carburo de silicio (SiC) en composición estequiométrica sirve como base para una pasivación y forma una capa límite funcional frente a agentes de oxidación de acción externa.

15 Preferentemente, la capa de carburo de silicio en composición no estequiométrica en la superficie límite respecto al revestimiento con diamante cristalino conforma una capa pasivante de dióxido de silicio en el caso de que, durante el funcionamiento del electrodo a causa de lugares defectuosos en el revestimiento con diamante cristalino, se produzca un contacto entre la capa de carburo de silicio en composición no estequiométrica y un electrolito.

20 Por un procedimiento de oxidación intencionado, se produce un estrato vítreo, denso y aislante de dióxido de silicio, que inhibe una reacción de agentes de oxidación exteriores con las capas de SiC subyacentes y, de esta manera, protege el componente. Por lo tanto, tiene lugar una pasivación de la superficie en las áreas que entran en contacto con un agente de oxidación a causa de defectos en la capa de diamante.

25 Preferentemente, el crecimiento de la capa de acumulación y el crecimiento del revestimiento de diamante cristalino se realizan mediante deposición química de vapor, manteniéndose una temperatura de sustrato de 550 grados Celsius a 1500 grados Celsius durante el crecimiento de la capa de acumulación.

30 Como procedimiento para el revestimiento de la superficie de sustrato, se emplea preferentemente la deposición química de vapor (CVD, *Chemical Vapour Deposition*). Durante este procedimiento de revestimiento, se deposita una sustancia sólida de la fase gaseosa sobre la superficie calentada en el espacio interior de una carcasa de reactor a causa de las reacciones químicas de los gases de reacción suministrados. La homogeneidad y la tasa de crecimiento de las capas depositadas pueden verse afectadas por parámetros de procedimiento como, por ejemplo, concentración de gas, composición de la fase gaseosa como mezcla de distintos gases de reacción, presión del gas o temperatura del sustrato. Como consecuencia del sustrato de electrodo no metálico, la deposición de la capa de acumulación de SiC puede realizarse típicamente a una temperatura de sustrato de 550 grados Celsius a 1500 grados Celsius, de manera que se produce una alta tasa de crecimiento. La temperatura sobre la superficie del sustrato durante el crecimiento del diamante asciende asimismo por encima de 550 grados Celsius.

De manera ventajosa, se provoca una conformación de las excrescencias de silicio en forma de partículas de Si por una modificación de los parámetros de procedimiento durante la deposición química de vapor.

40 La generación de partículas de Si puede realizarse por una guía de procedimiento correspondiente, es decir, por una modificación *in situ* de los parámetros de procedimiento como, por ejemplo, una modificación de los porcentajes de los distintos gases de reacción, de la temperatura o de la presión. Con ello, se interrumpe el propio crecimiento de Si al final del procedimiento de revestimiento y se inicia la formación de partículas de Si en la superficie. Además, un tamaño pretendido y una densidad de distribución espacial pretendida de las partículas de silicio pueden ajustarse específicamente por una modificación de los parámetros de procedimiento de la deposición química de vapor.

45 Otras características ventajosas de la configuración se deducen de la siguiente descripción y del dibujo que explica una forma de realización preferente de la invención mediante un ejemplo.

50 La figura muestra en una representación esquemática un electrodo 2 de acuerdo con la invención para un procedimiento de electrólisis. El electrodo 2 consta de un sustrato de electrodo 4 no metálico, sobre cuya superficie está aplicada una capa de acumulación 8 con estructura multicapa. La capa de acumulación 8 comprende una capa de carburo de silicio en composición estequiométrica 10 que limita directamente en la superficie de sustrato. Sobre esta capa de carburo de silicio en composición estequiométrica 10 está depositada una capa de carburo de silicio en composición no estequiométrica 11. La parte superior del dibujo muestra el electrodo 2 en representación aumentada, expresándose mejor la rugosidad de la capa de carburo de silicio en composición no estequiométrica 11.

55 Sobre la superficie límite respecto al revestimiento con el diamante cristalino 14 se encuentran partículas de silicio 13 (aquí no representadas a escala), que provocan un dentado y, con ello, un revestimiento fiable y duradero de acuerdo con el objetivo con el diamante cristalino 14.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Electrodo (2) para un procedimiento de electrólisis, que consta de un sustrato de electrodo no metálico (4), una capa de acumulación (8) que crece sobre el sustrato de electrodo (4) con composición química variable en dirección del crecimiento de la capa y un revestimiento que crece sobre la capa de acumulación (8) con diamante cristalino (14),
caracterizado porque
10 la capa de acumulación presenta excrecencias de silicio en forma de partículas de silicio (13) en la superficie límite respecto al revestimiento con diamante cristalino (14), presentando las partículas de silicio (13) un tamaño promedio de 100 nm a 2000 nm, y ascendiendo la densidad de distribución espacial de las partículas de silicio (13) a entre 50 000 partículas/mm² y 500 000 partículas/mm².
- 15 2. Electrodo según la reivindicación 1,
caracterizado porque
la capa de acumulación presenta una capa de carburo de silicio en composición estequiométrica (10) en la superficie límite respecto al sustrato de electrodo (4).
3. Electrodo según la reivindicación 1,
caracterizado porque
la capa de acumulación presenta una capa de carburo de silicio en composición no estequiométrica (11) en la superficie límite respecto al revestimiento con diamante cristalino (14).
- 20 4. Procedimiento para la fabricación de un electrodo para un procedimiento de electrólisis descrito en las reivindicaciones 1 a 3,
caracterizado porque
el crecimiento de la capa de acumulación (8) y el crecimiento del revestimiento con diamante cristalino (14) se realiza mediante deposición química en fase gaseosa, manteniéndose una temperatura de sustrato de 550 grados Celsius a 1500 grados Celsius durante el crecimiento de la capa de acumulación (8).

25

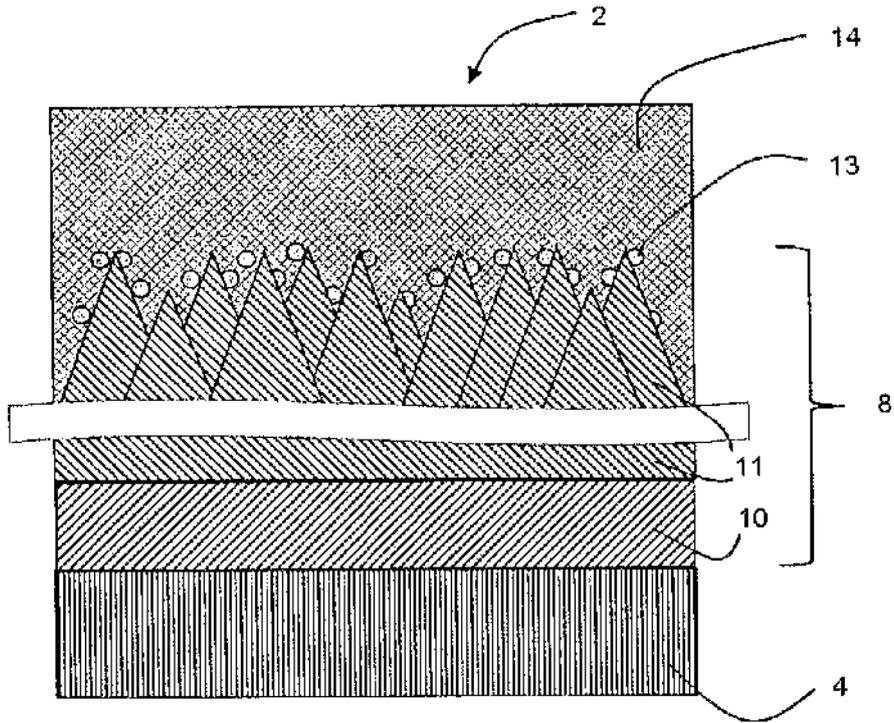


Fig.