



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 362 190**

51 Int. Cl.:

**B23K 20/02** (2006.01)

**C04B 37/00** (2006.01)

**F01D 25/28** (2006.01)

**C04B 35/575** (2006.01)

**C04B 35/584** (2006.01)

**C04B 35/58** (2006.01)

**C04B 35/563** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05019343 .2**

96 Fecha de presentación : **06.09.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1637271**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **22.03.2006**

54

Título: **Procedimiento para el soldeo por difusión con poca deformación de componentes cerámicos sinterizados no oxidicos.**

30

Prioridad: **16.09.2004 DE 10 2004 044 942**

45

Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**29.06.2011**

45

Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**29.06.2011**

73

Titular/es: **ESK Ceramics GmbH & Co. KG.**  
**Max-Schaidhauf-Strasse 25**  
**87437 Kempten, DE**

72

Inventor/es: **Meschke, Frank;**  
**Kayser, Ursula y**  
**Rendtel, Andreas**

74

Agente: **Morgades Manonelles, Juan Antonio**

ES 2 362 190 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 el soldeo por difusión con poca deformación de componentes cerámicos sinterizados no oxidicos.

5 La invención se refiere a un procedimiento para el soldeo por difusión con poca deformación de componentes cerámicos según el preámbulo de la reivindicación 1 (véase, por ejemplo, el documento US 4 925 608).

10 Los componentes cerámicos se utilizan en la construcción de instalaciones y máquinas en las áreas donde ocurren desgaste, corrosión y altas cargas de temperatura. La dureza, resistencia química y estabilidad a altas temperaturas de las cerámicas son muchas veces superiores a las del acero. Asimismo, el carburo de silicio como representante de la cerámica técnica presenta la ventaja adicional de una conductividad térmica particularmente satisfactoria (cuatro veces mejor que la de acero). Esto predestina el material, además de su utilización en toberas, válvulas, cierres de anillos deslizantes, cojinetes de deslizamiento, también para ser utilizado en reactores, tales como por ejemplo intercambiadores de calor de haces de tubos o filtros para partículas de negro de humo diesel. En muchas de dichas aplicaciones, los componentes cerámicos deben presentar una estructura muy compleja por razones constructivas. A menudo, el diseño no es compatible con los procedimientos de conformado cerámicos disponibles, por lo cual resulta imprescindible unirlos a partir de los componentes individuales. Por lo tanto, la literatura contiene numerosos trabajos sobre el ensamblaje de cerámicas, entre ellos muchos sobre el ensamblaje de cerámicas SiC. Según el procedimiento, el término técnico utilizado en la literatura es "soldero por difusión", "enlazado por reacción" o "soldadura". La soldadura y el enlazado por reacción dejan una soldadura en la interfase de los componentes a ensamblar, mientras que el soldeo por difusión puede utilizarse de modo que los componentes a ensamblar formen un elemento estructural sin soldaduras. Los elementos estructurales de este tipo libres de soldaduras se denominan también monolitos.

25 Los trabajos básicos sobre el tema de soldeo por difusión de los componentes SiC sinterizados fueron publicados por Thomas Moore ya en los años ochenta. En el artículo "Feasibility Study of the Welding of SiC" en J. Am. Ceram. Soc. 68 [6] C151-C153 (1985) demostró que una unión estable integral de placas planas pulidas a partir de  $\alpha$ -SiC mediante el soldeo por difusión únicamente es posible si la temperatura y presión aplicadas son tan altas que en dirección de la presión de prensado es preciso causar una deformación plástica de aproximadamente un 25% de los elementos estructurales a ensamblar. En el artículo constata que no es posible establecer una junta de soldadura de SiC sinterizado sin soldadura sin que exista deformación plástica. Incluso si se realiza un prensado en caliente a 1.950°C y a una presión de 13,8 MPa (tiempo 2 h), se encuentran soldaduras en las placas ensambladas y deformaciones sustanciales. No se esperan mejores resultados con relación a una unión ensamblada al disminuirse la temperatura. Según el artículo, aumentar la presión hasta 138 MPa, realizado mediante el prensado isostático en caliente, tampoco consigue obtener una junta aceptable. La unión insuficiente de los materiales que se observa se debe a la actividad de sinterizado demasiado baja de SiC.

40 En la patente estadounidense 4,925,608 (1990), se describe el soldeo por difusión de componentes SiC ligeramente presinterizados basándose en el prensado isostático en caliente como un procedimiento para obtener un compuesto SiC integral sin soldaduras. Se hace hincapié en particular en la  $\beta$ -modificación de SiC y en la actividad de sinterizado aumentada de los componentes, que todavía son porosos en un 85%. Se prefieren una temperatura > 1.700°C y una presión de más de 150 MPa. Puesto que durante el ensamblaje tiene lugar un compactado de los componentes porosos, las deformaciones plásticas obtenidas son relativamente grandes.

45 Con el fin de minimizar las deformaciones plásticas en su totalidad y producir, a pesar de ello, uniones de alta calidad, la mayoría de los trabajos en la literatura se centra en los procedimientos de ensamblaje de "soldadura" y "enlazado por reacción" a temperaturas claramente más bajas. En la actualidad, el estado de la técnica es unir los componentes cerámicos mediante adhesivos a temperatura ambiente, ensamblarlos mediante soldaduras metálicas y de vidrio alrededor de aproximadamente 1.000°C o unirlos mediante enlazado por reacción a aproximadamente 50 1.400°C para dar elementos estructurales. Aquí cabe mencionar en particular el enlazado por reacción de SiC infiltrado con silicio (Si-SiC), el cual se ha utilizado también en el pasado para preparar elementos estructurales complejos, tales como intercambiadores de calor de placas. El punto débil de los elementos estructurales continúa siendo la soldadura de unión. A cargas elevadas de temperatura, corrosión o desgaste, dichas uniones están sujetas muy pronto a una descomposición, reblandecimiento o disolución de silicio, seguido de fallo. En la actualidad, todavía es considerado imposible ensamblar SiC (SSiC) sinterizado con poca deformación y sin soldaduras.

60 Por lo tanto, el objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento que permita ensamblar componentes constituidos por una cerámica sinterizada no oxidica, de modo que se forme un monolito sin soldaduras y las deformaciones plásticas ocasionadas durante el ensamblaje se minimicen de modo que los contornos del monolito ya correspondan a los del elemento estructural deseado. Por lo tanto, no es necesario realizar un endurecimiento posterior.

65 Un procedimiento según la invención se ha definido en la reivindicación 1.

Preferentemente, el soldeo por difusión es un procedimiento de prensado en caliente.

La resistencia a la deformación plástica en el área de temperaturas elevadas se denomina en la ciencia de los materiales resistencia a la fluencia a temperatura elevada. La denominada velocidad de fluencia se utiliza como medida de la resistencia a la fluencia. Sorprendentemente, se ha hallado que la velocidad de fluencia de los materiales a ensamblar puede utilizarse como parámetro central para minimizar la deformación plástica en un proceso de ensamblaje para el ensamblaje sin soldaduras de componentes cerámicos sinterizados.

La mayoría de los materiales SiC (SSiC) sinterizados disponibles en el mercado poseen estructuras similares con una granulometría monomodal y una granulometría de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ . Por lo tanto, a la temperatura de ensamblaje  $> 1.700^\circ\text{C}$ , presentan una actividad de sinterizado lo suficientemente alta. Sin embargo, también presentan una resistencia a la fluencia comparable y demasiado baja para un ensamblaje con poca deformación. Por lo tanto, en los procedimientos de soldeo por difusión que han tenido éxito, siempre se ha observado una alta deformación plástica. Puesto que las resistencias a la fluencia de los materiales SSiC en general no se distinguen mucho, hasta la actualidad no se ha considerado la velocidad de fluencia como un parámetro variable utilizable para el ensamblaje de SSiC.

Ahora se ha puesto de manifiesto que la velocidad de fluencia de SSiC puede variarse dentro de un amplio intervalo variando la formación de la estructura. El ensamblaje con poca deformación de los materiales de SSiC sólo se ha podido conseguir mediante la utilización de tipos determinados.

En general, la resistencia a la fluencia de los materiales cerámicos puede aumentarse sustancialmente mediante dos tipos de estrategias:

- Hacer la estructura más gruesa. Al hacer una estructura más gruesa, el camino de difusión necesario para el transporte de sustancias que tiene lugar en el proceso de fluencia se alarga considerablemente, decelerando drásticamente la velocidad de fluencia. En la literatura, se ha especificado una relación recíproca de la velocidad de fluencia con el tamaño de partícula potenciada con un factor de 3. Para materiales como alúmina y nitruro de silicio esta relación está documentada extensivamente.
- Nanopartículas. Con la ayuda de la nanotecnología, pueden obtenerse nanopartículas cerámicas, que al insertarlas dentro de los límites de partículas de una cerámica, deceleran sustancialmente la velocidad de fluencia de las mismas a altas temperaturas y posiblemente su carga. Como representante de las cerámicas no oxídicas, puede reducirse por ejemplo la velocidad de fluencia [unidad  $\text{s}^{-1}$ ] denominada como velocidad de deformación de alúmina en un orden de magnitud de 2 por dopaje con partículas de nano-SiC. Lo mismo se ha demostrado también para los materiales de nitruro de silicio y también es posible para todas las cerámicas no oxídicas.

Ambas estrategias son igualmente aptas para preparar materiales resistentes a la fluencia y activos para el sinterizado y permitir un ensamblaje con poca deformación de los componentes preparados a partir de los mismos.

Según la presente invención, por lo menos uno de los componentes a ensamblar está constituido por un material cuya velocidad de fluencia en el proceso de ensamblaje es siempre menor de  $2 \cdot 10^{-4}/\text{s}$ , preferentemente siempre menor de  $8 \cdot 10^{-5}/\text{s}$ , de forma particularmente preferida siempre menor de  $2 \cdot 10^{-5}/\text{s}$ .

El material cerámico se ha seleccionado preferentemente del grupo constituido por diboruro de titanio, carburo de boro, nitruro de silicio, carburo de silicio y sus mezclas.

Preferentemente, por lo menos uno de los componentes a ensamblar es carburo de silicio sinterizado (SSiC) con una granulometría bimodal y una granulometría media de más de 5  $\mu\text{m}$ , siendo posible que el material contenga más componentes de hasta un 35% en volumen, preferentemente menos de un 15%, de modo particularmente preferido menos de un 5%, tales como grafito, carburo de boro u otras partículas cerámicas, preferentemente nanopartículas.

En las figuras se representa:

- Fig. 1: La velocidad de fluencia de materiales de SiC en función de la temperatura
- Fig. 2: Un microrreactor monolítico constituido por SSiC de partículas gruesas sin cierres ni soldaduras diseñado para circular el gas en una corriente cruzada (sección de  $45^\circ$ )
- Fig. 3: Un monolito ensamblado sin soldaduras a partir de 6 componentes de SSiC a  $2.150^\circ\text{C}$ . Se utilizaron 3 tipos de materiales de SiC sinterizados. Las medidas especifican la granulometría media inicial.
- Fig. 4: Un punto de ensamblaje sin soldaduras de un elemento estructural de SSiC
- Fig. 5: Un elemento estructural ensamblado sin soldaduras a partir de 6 componentes SSiC a  $1.800^\circ\text{C}$ . Se utilizaron 3 tipos de materiales de SiC sinterizados. Las medidas especifican la granulometría media inicial.
- Fig. 6: Una probeta metalográfica pulida de un punto de ensamblaje de un elemento estructural B4C soldado por difusión a partir de 2 componentes
- Fig. 7: Una probeta metalográfica con ataque químico de un punto de ensamblaje de un elemento estructural B4C soldado por difusión a partir de 2 componentes

Los SiC sinterizados con granulometría bimodal particularmente aptos para el procedimiento según la presente invención son los SSiC con una granulometría media de más de 5  $\mu\text{m}$ , preferentemente de más de 20  $\mu\text{m}$ , de forma particularmente preferida de más de 50  $\mu\text{m}$ . Por lo tanto, la granulometría media del material es en un factor de 10-100 mucho mayor que la de SiC de partículas finas, sinterizado de forma convencional, que presenta una granulometría media de únicamente unos 5  $\mu\text{m}$ . Por dicho motivo, el denominado carburo de silicio sinterizado de partículas gruesas (SSiC) presenta una resistencia a la fluencia considerablemente más alta que el SSiC de partículas finas. La literatura no contiene datos sobre las velocidades de fluencia de materiales de SiC modernos de este tipo. La Figura 1 ilustra la velocidad de fluencia más baja de un SSiC de partículas gruesas (granulometría media de aproximadamente 200  $\mu\text{m}$ ) a distintas temperaturas y las compara en condiciones idénticas de carga con la versión de SSiC de partículas finas (granulometría media de 5  $\mu\text{m}$ ), que está distribuida por ejemplo bajo el nombre de EKasic® F por ESK Ceramics GMBH & Co. KG.

El procedimiento según la presente invención se lleva a cabo preferentemente a una temperatura > 1.700°C, en particular > 1.800°C, de forma particularmente preferida > 2.000°C. Preferentemente, el procedimiento se lleva a cabo a una presión > 10 kPa, preferentemente > 1 MPa, de forma particularmente preferida > 10 MPa. Preferentemente, el tiempo de mantenimiento de temperatura comprende por lo menos 10 min, de forma particularmente preferida por lo menos 30 min.

El procedimiento según la invención permite fabricar elementos estructurales con un contorno cerca del contorno final para la construcción de instalaciones y máquinas, que presentan una resistencia extrema a la temperatura, a la corrosión o al desgaste, a partir de componentes cerámicos de configuración compleja. Los reactores en los que hasta la actualidad los cierres o soldaduras han sido los puntos débiles pueden fabricarse ahora en forma de un monolito sin soldaduras.

De este modo, el procedimiento permite preparar por ejemplo intercambiadores de calor de placas constituidos por cerámicas SiC sinterizadas que presentan una resistencia a la temperatura y corrosión extremadamente altas. Los intercambiadores de calor de placas ya fueron fabricados antes a partir de cerámicas SiC sinterizadas (SSiC) a través del enlazado por reacción. Sin embargo, su resistencia a la corrosión no universal constituye una restricción considerable para sus posibles aplicaciones.

Ahora también los filtros y en particular los microrreactores cerámicos pueden fabricarse como monolitos constituidos por cerámicas sinterizadas SSiC. En particular, los microrreactores con canales diseñados para la corriente cruzada pueden fabricarse ahora también como monolito SSiC.

Entre las otras aplicaciones, se incluyen elementos de calefacción constituidos por cerámicas SSiC eléctricamente conductores, por ejemplo para hornos y reactores.

Revestimientos, protección contra los impactos o componentes "first-wall" para los reactores de fusión también son posibles. Otros elementos estructurales de configuración compleja y con alta resistencia a la fluencia para la tecnología de altas temperaturas, tales como rodillos y soportes para hornos y componentes de quemadores pueden fabricarse. Los elementos estructurales de configuración más o menos compleja tales como herramientas de conformado, placas, tubos, bridas o contenedores herméticamente obturados pueden ensamblarse de esta forma a partir de cerámicas no oxidicas aislantes o eléctricamente conductores.

Puesto que el presente procedimiento permite proporcionar, por primera vez, componentes aptos con puntos de ensamblaje sin soldaduras, la invención se refiere también a los componentes constituidos por una cerámica no oxidica con por lo menos un punto de ensamblaje sin soldaduras.

Preferentemente, en el punto de ensamblaje sin soldaduras el componente presenta una resistencia a la ruptura por flexión > 150 MPa, de forma particularmente preferida > 250 MPa, medida mediante el método de 4 puntos.

De forma particularmente preferida, la resistencia a la ruptura por flexión de los componentes según la presente invención en el área del punto de ensamblaje sin soldaduras es tan alta como en el material básico del componente.

Preferentemente, los componentes son elementos estructurales o elementos funcionales, preferentemente contenedores, tubos, reactores, revestimientos, válvulas, intercambiadores de calor, elementos de calefacción, blindajes, componentes contra el desgaste, tales como cojinetes de deslizamiento y cierres de anillos deslizantes, frenos, embragues, toberas o herramientas de conformado.

Además, la presente invención se refiere a la utilización de componentes preparados conforme al procedimiento según la presente invención, como elementos estructurales y elementos funcionales, incluidos contenedores, reactores, revestimientos, válvulas, intercambiadores de calor, herramientas de conformado, toberas, blindajes.

Es particularmente ventajoso si los componentes citados están constituidos por una cerámica SSiC de partículas particularmente gruesas (granulometría media > 50  $\mu\text{m}$ ). En este caso, no sólo el ensamblaje sin soldaduras se

conseguirá más fácilmente, sino también la resistencia a la corrosión de los componentes se verá sustancialmente mejorada.

Los ejemplos que siguen a continuación sirven para ilustrar la presente invención con mayor detalle.

5

#### Ejemplo 1: Soldeo por difusión de componentes de SSiC de partículas gruesas

Placas pulidas con dimensiones 50 X 35 X 5 mm constituidas por SiC sinterizado de partículas gruesas (granulometría media aproximadamente 200  $\mu\text{m}$ ) se apilaron en capas en un molde de prensado en caliente. Un ciclo de ensamblaje con una atmósfera de nitrógeno, una temperatura de 2.150°C, una carga de 11,4 MPa y un tiempo de mantenimiento de temperatura de 45 min dio como resultado una deformación plástica de menos un 1% en dirección de la aplicación de fuerza. El componente ensamblado está configurado en forma de un monolito sin soldaduras. La velocidad de fluencia de dicho material de SSiC a 2.150°C constituía por lo menos de  $2 \cdot 10^{-5}/\text{s}$ .

10

15

Dicho ciclo de ensamblaje permite, por ejemplo, preparar un microrreactor, tal como se ha representado en la Fig. 2, en forma de monolito. La probeta metalográfica a un ángulo de 45°, relativo a la dirección del canal, permite ver que el monolito está constituido de forma homogénea por un SSiC de partículas gruesas, que los canales no presentan deformaciones y que no están presentes ningún tipo de soldaduras.

20

#### Ejemplo 2: Soldeo por difusión de componentes constituidos por diferentes tipos de SSiC

Placas pulidas con las dimensiones 50 X 35 X 5 mm constituidas por diferentes calidades de SiC sinterizado se apilaron en capas en un molde de prensado en caliente. Para el monolito a ensamblar se utilizaron 2 placas cada una de un material de SSiC de partículas gruesas (granulometría media de aproximadamente 200  $\mu\text{m}$ ), de partículas finas (granulometría media de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ ) y 2 placas de un material compuesto de SSiC con una granulometría media inicial (aproximadamente 50  $\mu\text{m}$ ). La pila se cargó a una temperatura de 2.150°C con una carga de 11,4 MPa bajo una atmósfera de nitrógeno durante 45 min.

25

30

La Fig. 3 muestra la probeta metalográfica pulida del monolito constituido por 6 componentes. Una deformación plástica de aproximadamente un 15% en paralelo a la dirección de la aplicación de fuerza está presente en el componente sólo en los sitios donde inicialmente estaba presente el material de SiC de partículas finas (2 placas a mano izquierda en la figura). El material de SiC de partículas gruesas (2 placas a mano derecha en la figura) y también el material de SiC con granulometría media (2 placas en el centro) permanecen dimensionalmente estables durante el ensamblaje (deformación < 1%). Este ejemplo muestra que los componentes constituidos por diferentes tipos de SiC seleccionados pueden ensamblarse también sin soldaduras y con poca deformación para dar un monolito.

35

40

En la probeta metalográfica pulida representada, no pueden detectarse por microscopio interfases en ninguno de los puntos de ensamblaje. Un ataque químico de la probeta metalográfica, que expone los límites de granos, tampoco permite detectar una soldadura. En lugar de ello, tal como puede apreciarse en la Fig. 4 a base de los componentes de SSiC de partículas gruesas, puede verse que los granos de las dos placas han crecido uno dentro de otro y por lo tanto han disuelto la interfase de los componentes. Lo mismo puede detectarse en los puntos de ensamblaje del mismo tipo así como en los puntos de ensamblaje de los componentes de SiC de tipos distintos. De la buena unión resulta una estabilidad mecánica muy alta. La estabilidad de una viga de flexión fabricada a partir del componente excede el valor de 290 MPa en la prueba de flexión de 4 puntos.

45

Además, la Fig. 3 ilustra que la estructura de todos los tres materiales de SSiC se ha hecho más gruesa durante dicho ciclo de ensamblaje a temperatura muy elevada.

50

#### Ejemplo 3: Soldeo por difusión de componentes constituidos por diferentes tipos de SSiC

Según la presente invención, placas pulidas con dimensiones 50 X 35 X 5 mm constituidas por diferentes calidades de SiC sinterizado se apilaron en capas en un molde de prensado en caliente. Para el monolito a ensamblar se utilizaron 2 placas cada una de un material de SSiC de partículas gruesas (granulometría media de aproximadamente 200  $\mu\text{m}$ ), de partículas finas (granulometría media de aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ ) y 2 placas de un material compuesto de SSiC con una granulometría media inicial de aproximadamente 50  $\mu\text{m}$ . A diferencia del ejemplo 2, la pila se cargó a una temperatura menor de 1.800°C y una carga de 11,4 MPa a una atmósfera de nitrógeno durante 45 min.

55

60

La velocidad de fluencia del SSiC de partículas finas a esta temperatura es lo suficientemente baja para un ensamblaje de todos los componentes de SSiC con poca deformación. Todos los tipos de SSiC, incluido el SSiC de partículas finas, presentan una deformación plástica de menos de un 1% en dirección de la aplicación de fuerza. La velocidad de fluencia de todos los materiales de SSiC a 1.800°C es de menos de  $2 \cdot 10^{-5}/\text{s}$ .

65

A pesar de la baja temperatura, en la probeta metalográfica pulida representada en la Fig. 5 no puede detectarse una soldadura de ensamblaje por microscopio. La estructura no se hace más gruesa. No tiene lugar un crecimiento

de los granos. En lugar de ello, el ciclo de ensamblaje convierte las interfases de componentes en un límite intergranular, que forma parte de un monolito policristalino. Después de un tratamiento con ataque químico para exponer las interfases, un plano de límite intergranular en serie puede detectarse. Por lo tanto, los componentes forman un monolito. La estabilidad de la unión ensamblada excede el valor de 200 MPa.

5

Ejemplo 4: Haciendo los componentes de SSiC de partículas finas más gruesos y su soldeo por difusión

Placas pulidas con dimensiones 50 X 35 X 5 mm constituidas por SSiC sinterizado de partículas finas (granulometría media aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ ) se apilaron en capas en un molde de prensado en caliente. La aplicación de un ciclo de ensamblaje con una temperatura de 2.150°C y una atmósfera de nitrógeno, en la que adicionalmente, antes de aplicar la carga máxima de 11,4 MPa, el material se convirtió en un SSiC de partículas gruesas con una granulometría media de 50  $\mu\text{m}$ , mediante un recocido in-situ durante 30 min, dio lugar, después de un tiempo de mantenimiento de temperatura de 45 min bajo carga, a una deformación plástica de menos del 1% en dirección de la aplicación de fuerza. La velocidad de fluencia de dicho material de SSiC más grueso a 2.150°C era de menos de  $2 \cdot 10^{-5}/\text{s}$ .

10

15

Ejemplo 5: Soldeo por difusión de carburo de boro con partículas con límite intergranular

Placas pulidas (50x50x6 mm) constituidas por un carburo de boro reforzado con partículas se apilaron en capas en un molde de prensado en caliente. Un ciclo de ensamblaje a 2.150°C con una atmósfera de nitrógeno, una carga de 8 MPa y un tiempo de mantenimiento de temperatura de 45 min dio lugar a una deformación plástica de un 5% en dirección de la aplicación de fuerza. La velocidad de fluencia de dicho material a 2150°C era de menos de  $8 \cdot 10^{-5}/\text{s}$ .

20

25

El componente resultante fue un monolito sin soldaduras. La Fig. 6 representa la probeta metalográfica pulida del componente. En el microscopio, no se detectó ninguna soldadura en el punto de ensamblaje. No tuvo lugar un crecimiento de granos de componentes opuestos. En lugar de ello, el ciclo de ensamblaje convirtió las interfaces de los componentes en un límite intergranular, que forma parte de un monolito policristalino. Después de un tratamiento con ataque químico para exponer las interfases, un plano de límite intergranular en serie pudo detectarse (Fig. 7).

Ejemplo comparativo 6: Soldeo por difusión de componentes de SSiC de partículas finas

Placas pulidas constituidas por SiC sinterizado (granulometría media aproximadamente 5  $\mu\text{m}$ ) con dimensiones 50 X 35 X 5 mm se apilaron en capas en un molde de prensado en caliente. La aplicación de un ciclo de ensamblaje a 2.150°C con una atmósfera de nitrógeno, una carga de 11,4 MPa y un tiempo de mantenimiento de temperatura de 10 min dio lugar a un componente fuertemente deformado plásticamente, con una deformación plástica de aproximadamente un 12% en dirección de la aplicación de fuerza. La velocidad de fluencia de dicho material a 2.150°C era de aproximadamente  $2 \cdot 10^{-4}/\text{s}$ .

35

**DOCUMENTOS CITADOS EN LA DESCRIPCIÓN**

5 Esta lista de los documentos citados por la Solicitante se ha recogido solamente a fines de información para el lector y no forma parte del documento de patente europea. Se ha recopilado con el mayor cuidado, pero la Oficina de Patentes Europeas no asume ninguna responsabilidad por errores u omisiones eventuales.

**Documentos de patente citados en la descripción**

- 10
- US 4925608 A [0001] [0004]

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para el ensamblaje de componentes cerámicos, en el que los componentes a ensamblar están constituidos por una cerámica no oxidica sinterizada y los componentes se contactan uno con otro en un procedimiento de soldeo por difusión en presencia de una atmósfera de gas inerte y se ensamblan con poca deformación para dar un monolito, aplicando una temperatura de por lo menos 1.600°C y una carga > 10 kPa con un tiempo de mantenimiento de temperatura de por lo menos 10 min, **caracterizado porque** los componentes a ensamblar experimentan una deformación plástica de menos de un 5% en dirección de la aplicación de fuerza, preferentemente de menos de 1%, y en el que por lo menos uno de los componentes a ensamblar está constituido por una cerámica no oxidica, que durante el proceso de ensamblaje posee una velocidad de fluencia siempre menor de  $2 \cdot 10^{-4}$ /s, preferentemente siempre menor de  $8 \cdot 10^{-5}$ /s, de forma particularmente preferida siempre menor de  $2 \cdot 10^{-5}$ /s.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** el procedimiento de soldeo por difusión utilizado es un procedimiento de prensado en caliente.
3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado porque** por lo menos uno de los componentes a ensamblar está constituido por diboruro de titanio, carburo de boro, nitruro de silicio, carburo de silicio o sus mezclas, de forma particularmente preferida por carburo de silicio.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, **caracterizado porque** por lo menos uno de los componentes a ensamblar está constituido por carburo de silicio sinterizado de partículas gruesas con una granulometría bimodal y una granulometría media de más de 5  $\mu\text{m}$ , preferentemente de más de 20  $\mu\text{m}$ , de forma particularmente preferida de más de 50  $\mu\text{m}$ , que puede contener hasta un 35% en volumen de otros componentes, tales como grafito, carburo de boro u otras partículas cerámicas.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** se lleva a cabo a una temperatura > 1800°C, de forma particularmente preferida > 2.000°C, y una carga > 1 MPa, preferentemente > 10 MPa, excediendo el tiempo de mantenimiento de temperatura preferentemente una duración de 30 min.
6. Utilización de componentes como elementos estructurales o elementos funcionales, incluidos contenedores, tubos, reactores, revestimientos, válvulas, intercambiadores de calor, elementos de calefacción, blindajes, componentes contra el desgaste, tales como cojinetes de deslizamiento y cierres de anillos deslizantes, frenos, embragues, toberas, herramientas de conformado, comprendiendo dicha utilización la etapa de preparación del componente conforme un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.



Fig. 1

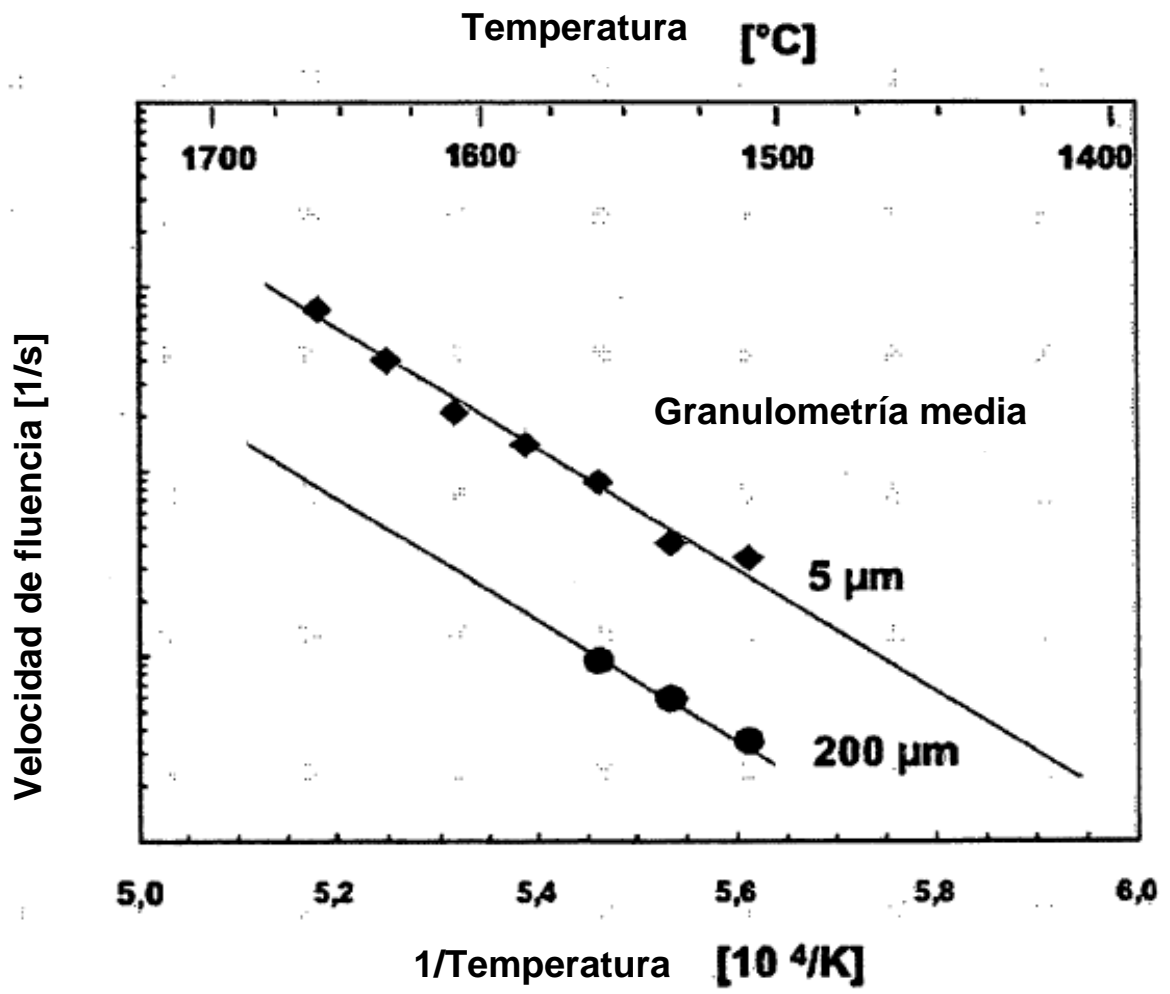


Fig. 2

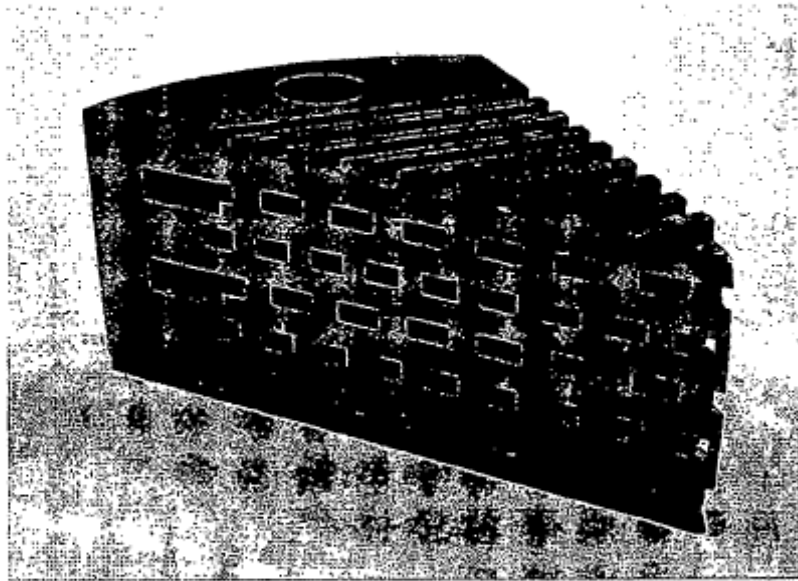


Fig. 3

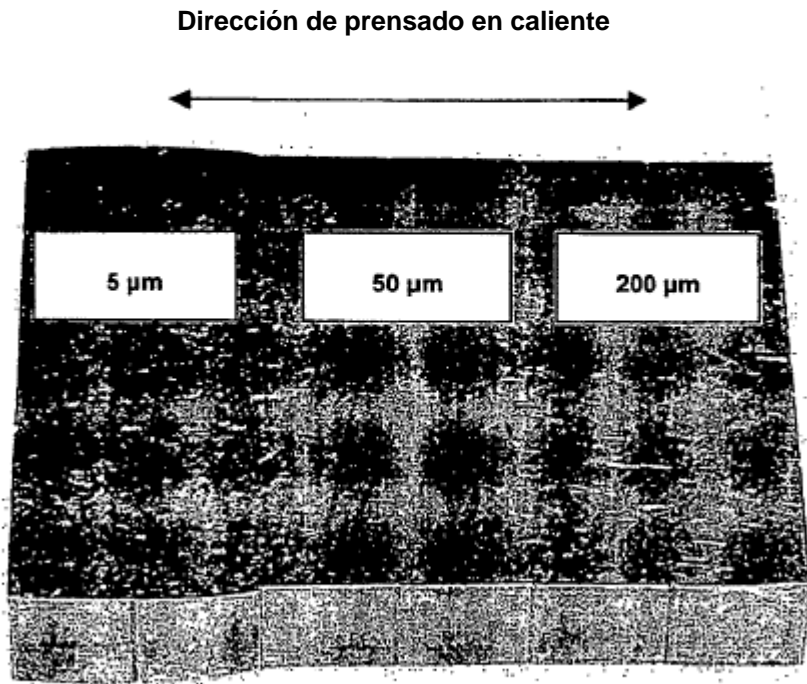


Fig. 4

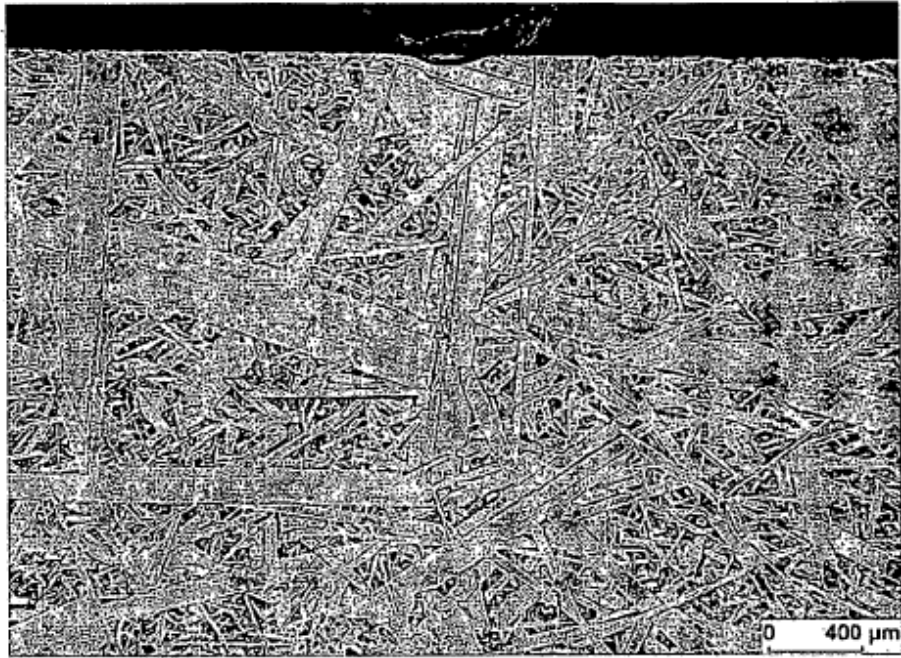


Fig. 5

Dirección de prensado en caliente

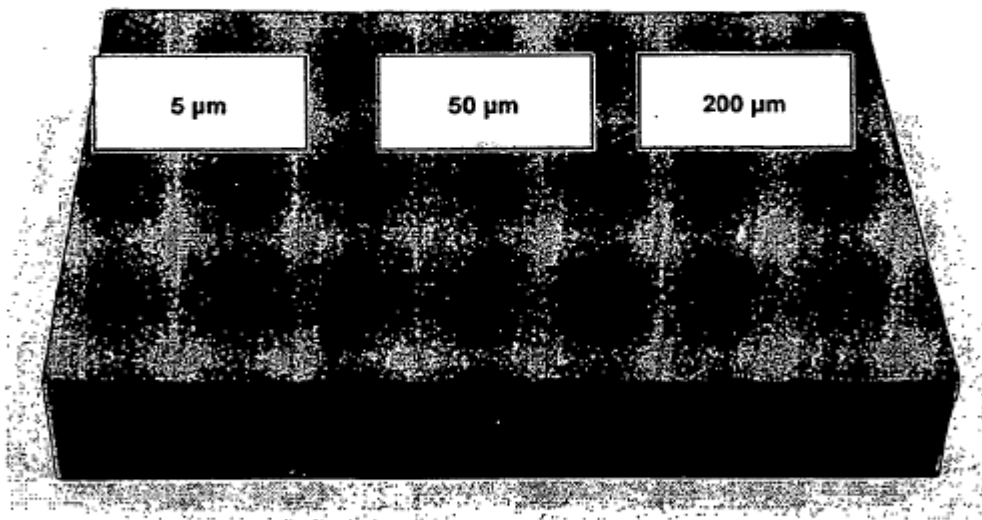


Fig. 6

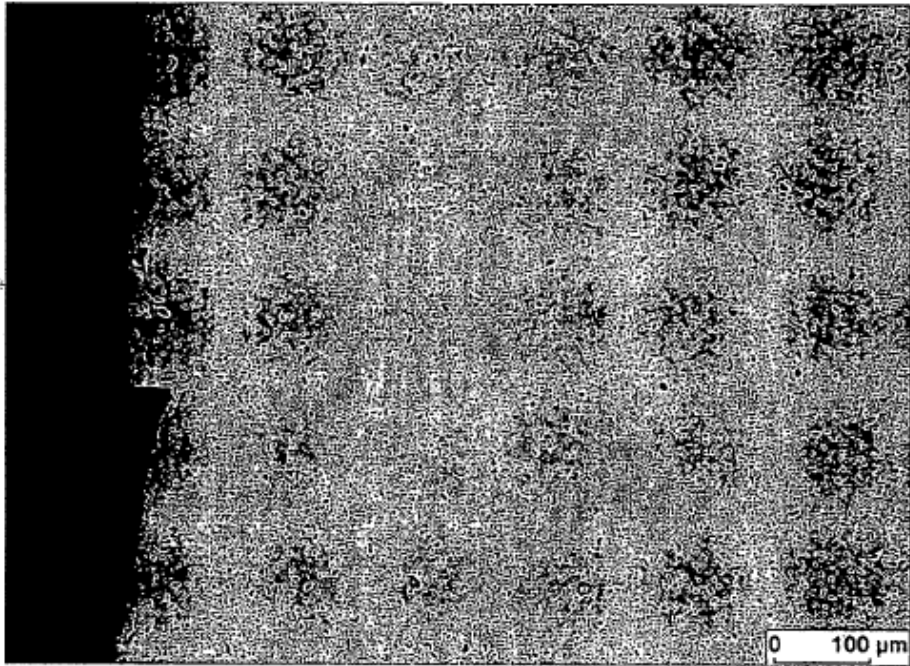


Fig. 7

