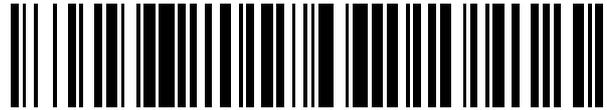


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 527 929**

51 Int. Cl.:

C04B 38/00 (2006.01)
C04B 35/58 (2006.01)
C04B 35/645 (2006.01)
C04B 35/575 (2006.01)
H01T 13/38 (2006.01)
H01T 13/39 (2006.01)
C04B 35/593 (2006.01)
C04B 35/597 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.06.2008 E 08104446 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.08.2014 EP 2008986**

54 Título: **Procedimiento de preparación de una cerámica sinterizada**

30 Prioridad:

18.06.2007 FR 0755820

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

02.02.2015

73 Titular/es:

**MEGITT (FRANCE) (100.0%)
10 rue Mercoeur
75011 Paris, FR**

72 Inventor/es:

**JANKOWIAK, AURÉLIEN;
BLANCHART, PHILIPPE y
TRENIT, FRÉDÉRIC**

74 Agente/Representante:

PONTI SALES, Adelaida

ES 2 527 929 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 de preparación de una cerámica sinterizada.

5 **[0001]** La invención se refiere al ámbito de las bujías de encendido, y más especialmente al de las cerámicas semi-conductoras utilizadas en la fabricación de bujías del tipo alta energía baja tensión.

[0002] Se recuerda que las bujías de encendido, en especial para turbinas de gas y motores a reacción, pueden ser de dos tipos:

10

- las bujías del tipo alta energía alta tensión (HEHT), cuya tensión de funcionamiento es del orden de 20 kV;
- las bujías del tipo alta energía baja tensión (HEBT) cuya tensión de funcionamiento es del orden de 2 a 3 kV;

Son capaces suministrar una energía de algunos 1/10 de Joule a algunos Joules.

15

[0003] Las bujías HEBT comprenden un material tal como un cermet entre sus electrodos, para que la aplicación de una tensión suficiente entre estos electrodos conduzca al paso de una chispa.

20

[0004] El comportamiento del material durante las diferentes fases de la chispa se ha sido analizado como siendo el siguiente.

25

[0005] Primero, el cermet está activo durante la fase de ionización que corresponde a una acumulación de cargas en la superficie del material. A continuación viene la fase de cebado que, esta, corresponde a una zona intermedia durante la cual hay propagación paso a paso de micro-arcos en dicha superficie. Finalmente, viene la fase de chispa durante la cual el semi-conductor está inactivo pero padece tensiones mecánicas y térmicas elevadas generadas por el paso de la chispa.

30

[0006] Se notará que en el lenguaje corriente de los fabricantes de bujías de encendido, a este material se lo califica, a veces, de « semi-conductor ». Esta costumbre no corresponde, sin embargo, realmente a la realidad. Efectivamente, durante la fase de cebado, el material se vuelve conductor en su superficie, pero no en el conjunto de su volumen.

35

[0007] Las ventajas de las bujías HEBT están, por un lado, ligadas a su funcionamiento que depende poco de las condiciones que reinan en la cámara de combustión (re-encendido de alta presión), y, por otro lado, a la cadena de encendido de menor importancia que es suficiente con poner en su lugar para asegurar su funcionamiento. Son estas ventajas las que han conducido al desarrollo de materiales cerámicos a base de carburo de silicio descritos en particular en los documentos US-A-5 028 346 y FRA- 2 346 881. Estos materiales también tienen una fase aislante a base, por ejemplo, de nitruro de silicio y de oxinitruro de silicio modificado, o de sílice, de alumina y de óxido de alcalino-terroso.

40

[0008] Sin embargo, si estos sistemas no se han generalizado en los motores, es porque la duración de vida de una bujía que comprende estos materiales se vuelve muy reducida en el caso de una utilización en condiciones severas, es decir a presiones elevadas y altas temperaturas combinada con ataques químicos ligados al tipo de carburante utilizado.

45

[0009] En las bujías HEHT, es el desgaste de los electrodos lo que limita la duración de vida de las bujías mientras que en las bujías HEBT, el desgaste de la cerámica interviene sensiblemente antes del desgaste de los electrodos, y es este el que limita la duración de vida.

50

[0010] El objetivo de la invención es aumentar la duración de vida, y por lo la fiabilidad, de las bujías del tipo HEBT.

[0011] A tal efecto, la invención tiene por objeto un procedimiento de preparación de una cerámica, según el cual:

55

- se mezclan en un recipiente que contiene un líquido, 50% a 75% en masa de un compuesto destinado a formar una fase conductora, y 25% a 50% en masa de uno o varios materiales que permiten la formación de fases aislantes compuestas por nitruro de silicio y de oxinitruro de silicio modificado después de un tratamiento térmico que llevan a una sinterización de la cerámica;

- se realizan operaciones de triturado, de secado y de tamizado de esta mezcla;

- se realiza un prensado de esta mezcla;

60

- y se realiza una sinterización de esta mezcla para obtener una cerámica de porosidad comprendida entre 0 y 30%,

caracterizado por el hecho de que la sinterización se realiza bajo una presión de al menos 50 bares de un gas no reactivo con respecto a los constituyentes de la mezcla.

65

[0012] Preferentemente, dicho gas no reactivo es nitrógeno.

[0013] Preferentemente, la presión es de al menos 80 bares.

[0014] La fase conductora puede ser escogida entre el SiC y el MoSi₂ y sus mezclas.

5 [0015] Preferentemente, se realiza la mezcla de compuestos y la sinterización para obtener una concentración de nitruro de silicio libre de 15 a 22% en la cerámica final.

[0016] La porosidad de la cerámica obtenida está preferentemente comprendida entre 0% y 15%.

10 [0017] Se pueden añadir a la mezcla 3% a 10% en masa, con respecto a la masa total de los compuestos destinados a formar las fases conductora y aislante, de uno o varios compuestos orgánicos ligantes y/o plastificantes, y se realiza tras el prensado y antes de la sinterización una operación de deslizado.

15 [0018] Entonces se puede realizar el triturado en dos etapas; la adición del plastificante ocurre entre las dos etapas, y la segunda etapa de triturado es menos enérgica que la primera etapa.

[0019] Dichos materiales que permiten la formación de fases aislantes pueden ser: Si₃N₄, Al₂O₃, MgO, CaO y óxidos de tierras raras tales como el Y₂O₃.

20 [0020] La invención también tiene por objeto una cerámica sinterizada, caracterizada por el hecho de que se obtiene mediante el procedimiento precedente.

[0021] La fase conductora puede ser SiC o MoSi₂ o sus mezclas.

25 [0022] La fase aislante puede estar compuesta por nitruro de silicio y oxinitruros de silicio modificados de tipo M Si M'ON o M SiM"ON con:

- M escogido de entre Ca, Mg, Sr,
- M' y M" escogidos de entre Al, Y, Pr, Nd, La.

30 [0023] En una bujía de encendido del tipo de alta energía de baja tensión que comprende una cerámica entre sus electrodos, se puede utilizar una cerámica del tipo precedente.

35 [0024] Como se habrá comprendido, se utilizan fases aislantes compuestas por nitruro de silicio y de oxinitruro de silicio modificados obtenidas por una sinterización a presión gaseosa elevada (procedimiento llamado « *Gas Pressure Sintering* » o GPS) con la finalidad de asegurar una buena densidad y una buena estabilidad de los materiales obtenidos. Las fases que componen las cerámicas tienen muy buenas propiedades mecánicas y termomecánicas. Además su resistividad eléctrica muy elevada, combinada con su fuerte rigidez dieléctrica, las hace utilizables en los sectores de aplicación objetivo.

40 [0025] Así, el elemento cerámico situado entre los electrodos de la bujía puede resistir las solicitaciones elevadas a los que está sometido durante la fase de ionización (fuerte presión, alta temperatura, presencia de agentes químicos) y también durante la fase de chispa donde el semiconductor es pasivo pero está sometido a choques térmicos y mecánicos. Estos conducen a un desprendimiento de partículas de fase conductora situadas en la vecindad de la superficie inter-electrodos, en el caso de las bujías HEBT que utilizan cerámicas conocidas en el estado de la técnica cuyos materiales de partida utilizados para fabricarlas son otros relativamente análogos a los de la presente invención, pero que no se han fabricado mediante utilización del procedimiento GPS. El resultado del procedimiento de la invención es la obtención de cerámicas que se distinguen del estado de la técnica por una microestructura mejor controlada, menos susceptible de presentar defectos, y donde el nitruro de Si generalmente ha reaccionado de manera más pronunciada con los otros compuestos que forman la fase aislante.

50 [0026] La invención se comprenderá mejor con la lectura de la descripción siguiente, determinada haciendo referencia a la figura única adjunta siguiente que muestra el desgaste medio en mm en el curso del tiempo (expresado en número de ciclos de arranque: 30 s ON - 30 s OFF en condiciones de gota a gota de queroseno) de una cerámica de referencia y de una cerámica de la invención cuando se utilizan en una bujía HEBT durante un ensayo en condiciones de gota a gota de queroseno a una frecuencia de 2 Hz con una energía de 3,3 J almacenada.

60 [0027] Como ejemplos privilegiados de fases conductoras utilizables en el marco de la invención, se pueden citar SiC y MoSi₂, que muestran excelentes propiedades termomecánicas. SiC presenta una excelente resistencia a la oxidación, en especial a temperaturas del orden de 650°C.

65 [0028] Se puede destacar que el MoSi₂ tiende a oxidarse fuertemente entre 300 °C y 700°C para formar de sílice y MoO₃ cuyo volumen de malla es muy superior al del MoSi₂, lo cual conduce a la larga a una fisuración de las piezas. Pero a temperaturas muy elevadas (1 100°C o más), este fenómeno no se produce, puesto que se forma una capa de sílice protectora que evita la formación brusca de MoO₃.

- 5 **[0029]** Haciendo referencia a la fase aislante, esta está compuesta por uno o varios oxinitruros de silicio modificados obtenidos durante la sinterización, a partir, por ejemplo, de Si_3N_4 , de Y_2O_3 y de MgO , y de Si_3N_4 libre que representa una parte del Si_3N_4 inicialmente presente en el estado puro en la mezcla, y que no ha reaccionado con los óxidos durante la sinterización por el procedimiento GPS.
- [0030]** De manera general, estos oxinitruros de silicio modificados responden a la fórmula general M Si M'ON o M Si M''ON con: * M escogido de entre Ca, Mg, Sr * M' y M'' escogidos de entre Al, Y, Pr, Nd, La.
- 10 **[0031]** Los compuestos que han sido citados permiten la formación de fases lo que garantiza una densificación óptima y procuran a la cerámica una dureza elevada y buenas propiedades mecánicas y termomecánicas. La porosidad de la cerámica obtenida no debe sobrepasar 30%, preferentemente 15%, con la finalidad de asegurar una buena resistencia mecánica a la pieza y limitar los riesgos de perforación de esta última por el arco eléctrica.
- 15 **[0032]** Las proporciones respectivas de los diferentes compuestos esenciales se refieren, en porcentajes en masa al total de las materias sólidas que subsisten en la cerámica final:
- 50% a 75% para los materiales que constituyen la fase conductora;
 - 25% a 50% para los materiales que constituyen la fase aislante que son uno o varios oxinitruros de Si modificados y nitruro de Si libre, por lo tanto que se ha quedado en el estado no combinado; preferentemente, este nitruro de Si libre representa entre 15 y 22% de la masa total de los compuestos que constituyen las fases aislante y conductora de la cerámica.
- 20 **[0033]** Se pueden utilizar compuestos que permiten facilitar la obtención de una cerámica que tiene la morfología deseada, pero no destinados a subsistir en calidad de tales en el producto final, durante la preparación. En especial se pueden utilizar dispersantes, ligantes y plastificantes. Los dispersantes pueden estar presentes en cantidades de hasta 1% en masa con respecto a las dos clases de compuestos que constituyen las fases conductora y aislante, y los plastificantes y ligantes en cantidades de, por ejemplo, de 3% a 10% en masa con respecto a los compuestos que constituyen las fases conductora y aislante. Los ligantes y plastificantes no deben contener alcalinos o de alcalino-terrosos, y deben ser puramente orgánicos con el fin de no contaminar la composición de base.
- 25 **[0034]** Como ejemplo no limitativo de procedimiento de preparación de cerámicas según la invención, se puede citar el modo operativo siguiente.
- 30 **[0035]** En el transcurso de una primera etapa, se mezclan compuestos en forma de polvos, preferentemente en dos sub-etapas.
- [0036]** En la primera sub-etapa, se vierten en una jarra 35 g de Si_3N_4 alfa, 3 g de Al_2O_3 5 g de Y_2O_3 y 1 g de MgO . La jarra contiene 10 medias de triturado de un diámetro de 13mm aproximadamente. Se añaden en la jarra 22 g de agua osmotizada, 0.3g de DARVAN C o de A88 (5r,6r,2,4-bis-(4-hidroxi-3-metoxibencil)-1,5-dibenzil-oxo-6-hidroxi-1,2,4-triazalicloheptano) o de DOLAPIX PC33. Estos compuestos son unos dispersantes. Se podrían utilizar otros medios líquidos distintos del agua, por ejemplo alcohol, pero en este último caso habría que utilizar otros dispersantes (por ejemplo del BEYCOSTAT C213 que es un éster fosfórico), no siendo los citados anteriormente compatibles con el alcohol.
- 40 **[0037]** Se realiza a continuación un triturado de la mezcla a velocidad relativamente elevada, colocando la jarra en un planetario durante 45 minutos. El objetivo es romper los eventuales aglomerados de polvo y de dispersar la matriz. La utilización de un triturador de bolas sería posible, pero se tardaría más en obtener una mezcla homogénea (4 horas aproximadamente).
- 45 **[0038]** En una segunda sub-etapa, se añaden en la jarra 56 g de carburo de silicio SiC de granulometría media 10 mm y una solución que contiene 27 g de agua osmotizada, 7 g de PEG600 y 1 g de eSACOL HS26. El PEG 600 es un polietileno glicol. Este compuesto es un plastificante que facilita la etapa de prensado ulterior. El ESACOL HS26 es un ligante a base de goma de guar. A continuación se vuelve a colocar la jarra en el planetario y se realiza un triturado a velocidad moderada durante 20 minutos para no deteriorar los plastificantes. Un triturado demasiado enérgico rompería las cadenas de polímeros que confieren a los productos sus propiedades elásticas. Es también por esta razón que los plastificantes no se introducen en la mezcla hasta después de la primera etapa de triturado puesto que esta es enérgica.
- 50 **[0039]** A continuación la mezcla obtenida se seca en una estufa a 70°C durante 24 horas para eliminar el agua de la mezcla.
- 55 **[0040]** La galleta obtenida se tritura con ayuda de un mortero. El polvo obtenido se tamiza con un tamiz de 500 mm.

[0041] El polvo que ha atravesado el tamiz se somete a una operación de prensado en dos etapas: un prensado uniaxial en un molde de 13 mm de diámetro para obtener una preforma, y luego un prensado isostático en un recinto a 2 000 bares.

5 **[0042]** Luego las preformas se desligan en atmósfera de argón puro o en vacío a una temperatura máxima de 600°C durante 3 días, con el fin de quemar los aditivos orgánicos presentes en las preformas.

[0043] El ciclo de desligado utilizado es el siguiente:

10 - subida a 0,2°C/min hasta 600°C
 - estabilización de 5 horas a 600°C
 - Descenso a 10°C/min.

15 **[0044]** Finalmente, las preformas desligadas se colocan en un crisol de grafito, para ser ahí sinterizadas entre 1 650 y 1 950°C durante una duración que va de 30 minutos a 2 horas en atmósfera controlada y bajo presión de argón o de nitrógeno, preferentemente bajo nitrógeno. Esta presión es de al menos 50 bares, preferentemente al menos de 80 bares, con un límite superior impuesto únicamente por la construcción de la instalación. Usualmente la presión de trabajo es de 80 a 120 bares. Por lo tanto se utiliza, según la invención, el procedimiento GPS de sinterización en una atmósfera bajo presión.

20 **[0045]** Este procedimiento consiste en realizar la sinterización en presencia de un gas a presión no reactivo con respecto a los compuestos puestos en juego, de ahí la selección privilegiada de argón o de nitrógeno. Con respecto a una sinterización realizada clásicamente a presión de gas reducida, el procedimiento GPS permite realizar la sinterización a alta temperatura durante una larga duración, evitando una descomposición de la cerámica en curso de sinterización. Específicamente en el caso de la sinterización de compuestos de nitruro de Si y de oxinitruro de Si tales como aquellos utilizados o formados durante la fabricación de las cerámicas según la invención, la utilización de una presión elevada de nitrógeno permite evitar con más garantías su descomposición. Por lo tanto se preferirá generalmente la utilización de nitrógeno al argón (u otros gases inertes) en la realización de la invención.

30 **[0046]** Esta utilización del procedimiento GPS se realiza colocando un lecho de polvo de nitruro de Si en el crisol y alrededor de las preformas. El nitruro de Si podría ser reemplazado en especial por otro nitruro poco reactivo con respecto al Si_3N_4 de las preformas, tal como BN o AlN. El lecho de polvo permite separar las preformas, si hay varias en el mismo crisol, y también permite una difusión regular de la atmósfera de nitrógeno bajo presión. Esta es por lo tanto homogénea alrededor de las preformas.

35 **[0047]** Esta técnica favorece la reducción del tamaño y del número de los defectos en la microestructura de los materiales en especial de las porosidades, lo cual disminuye su fragilidad. Los poros del material actúan como defectos críticos desde el punto de vista eléctrico aumentando localmente el campo eléctrico en su vecindad. De manera general, gracias a la técnica GPS, se obtiene un mejor control de la microestructura y de los defectos presentes. Una porosidad mal controlada, o la presencia de macrodefectos, puede aumentar la posibilidad de perforación de la cerámica en caso de sollicitación eléctrica en un entorno extremo.

40 **[0048]** Se aumenta así la duración de vida de los materiales en servicio cuando están sometidos a altas temperaturas y a variaciones rápidas de temperatura por una reducción de la erosión de la superficie situada entre los electrodos, bajo el efecto de la energía aportada localmente por la chispa de alta energía, en especial en presencia de queroseno y bajo una presión elevada. Igualmente, las propiedades mecánicas y termomecánicas del material mejoran, lo que se piensa que se puede atribuir en especial a la posibilidad de obtener una reacción más intensa del nitruro de Si con los óxidos que forman el resto de la fase aislante que se traduce generalmente en una concentración más reducida de nitruro de Si libre de la cerámica tras la sinterización. Desde este punto de vista, es en especial el aumento de la tenacidad de la cerámica que es ventajosa, porque disminuye el impacto del choque acústico del arco eléctrico. Por lo tanto, se atenúa la fisuración por fatiga y erosión de la cerámica.

[0049] El ciclo de sinterización utilizado en este ejemplo es el siguiente:

55 - subida a 10°C/min hasta 1 800°C
 - Estabilización de 60 min a 1 800°C a 100 bar de N_2
 - Descenso a 10°C/min hasta 20°C

60 **[0050]** Se obtiene según la invención una cerámica que contiene SiC, Si_3N_4 libre y uno o varios de los compuestos siguientes: Mg-SiYAlON, Mg-SiYON, y Mg-SiAlON u otros, que pertenecen al diagrama $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-Si}_3\text{N}_4$, y de porosidad total (abierta y cerrada) igual a 25% como máximo, resultante de la combinación de una parte del Si_3N_4 inicialmente presente con los óxidos introducidos en la mezcla.

65 **[0051]** En el ejemplo preciso que se acaba de describir, la cerámica obtenida tiene la composición y la morfología siguientes:

- SiC = 56%;
- Si₃N₄ libre o modificado = 35%; entre los cuales 20% de Si₃N₄ libre, estando el resto combinado con 1% de MgO, 3% de Al₂O₃ y 5% de Y₂O₃ para formar oxinitruros de Si modificados;
- porosidad < 25%.

5
10
15
20
25

[0052] Debe entenderse que los detalles de los modos operativos para la obtención de las cerámicas según la invención pueden separarse de los ejemplos que se han descrito. Lo esencial, es que al final, se obtenga una cerámica que tiene la composición y las porosidades requeridas. En particular, es concebible omitir el prensado uniaxial y efectuar solamente un prensado isostático del polvo. Pero la utilización de las dos etapas proporciona una mejor homogeneidad de las piezas en términos de densidad. Si solamente se utiliza un prensado isostático, se aconseja utilizar ligantes y plastificantes con concentraciones situadas en lo alto de la horquilla que va de 3% a 10% precipitada.

15
20

[0053] La figura única presenta resultados experimentales obtenidos durante ensayos en condiciones gota a gota de queroseno.

20
25

[0054] Se utilizan dos bujías de encendido. La primera está montada con, entre sus electrodos, una cerámica de referencia representativa del estado de la técnica según el documento US-A-5 028 346, y que contiene carburo de silicio, nitruro de silicio y un oxinitruro de silicio modificado. Contiene 54% a 65% de SiC, 29% a 40% de nitruro de silicio libre y 8% a 22% de oxinitruro de silicio modificado. La segunda está montada con una cerámica conforme a la invención, y preparada según el procedimiento descrito en el ejemplo precipitado.

25
30

[0055] La energía almacenada es de 3,3 J, la frecuencia de las gotas de queroseno que llegan a la superficie de la bujía es 2 Hz. La frecuencia de los pulsos es de 6 Hz. La tensión de ruptura de las dos bujías está comprendida entre 600 V y 900 V.

30

[0056] La figura única muestra la profundidad de desgaste medio de la cerámica con respecto al electrodo periférico, (expresado en mm), en función del tiempo, expresado en número de ciclos de arranque. Se aprecia que el desgaste medido de la cerámica semi-conductora del estado de la técnica es claramente superior al medido en la cerámica semi-conductora según la invención, siendo este último casi-nulo incluso después de 400 ciclos de arranque.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de preparación de una cerámica, según el cual:
- se mezclan en un recipiente que contiene un líquido, 50% a 75% en masa de un compuesto destinado a formar una fase conductora, y 25% a 50% en masa de uno o varios materiales que permiten la formación de fases aislantes compuestas por nitruro de silicio y de oxinitruro de silicio modificado después de un tratamiento térmico que llevan a una sinterización de la cerámica;
 - 10 - se realizan operaciones de triturado, de secado y de tamizado de esta mezcla;
 - se realiza un prensado de esta mezcla;
 - y se realiza una sinterización de esta mezcla para obtener una cerámica de porosidad comprendida entre 0 y 30%, **caracterizado por el hecho de que** la sinterización se realiza bajo una presión de al menos 50 bares de un gas no reactivo con respecto a los constituyentes de la mezcla.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado por el hecho de que** dicho gas no reactivo es nitrógeno.
- 20 3. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado por el hecho de que** la presión es de al menos 80 bares.
- 25 4. Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizado por el hecho de que** la fase conductora se escoge de entre el SiC y el MoSi₂ y sus mezclas.
- 30 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por el hecho de que** se realiza la mezcla de compuestos y la sinterización para obtener una concentración de nitruro de silicio libre de 15 a 22% en la cerámica final.
- 35 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por el hecho de que** la porosidad de la cerámica obtenida está comprendida entre 0% y 15%.
- 40 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por el hecho de que** se añade a la mezcla 3% a 10% en masa, con respecto a la masa total de los compuestos destinados a formar las fases conductora y aislante, de uno o varios compuestos orgánicos ligantes y/o plastificantes, **y por el hecho de que** se realiza tras el prensado y antes de la sinterización una operación de desligado.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, **caracterizado por el hecho de que** se realiza el triturado en dos etapas, por el hecho de que la adición del plastificante ocurre entre las dos etapas, **y por el hecho de que** la segunda etapa de triturado es menos enérgica que la primera etapa.
9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado por el hecho de que** dichos materiales que permiten la formación de fases aislantes son: Si₃N₄, Al₂O₃, MgO, CaO y óxidos de tierras raras tales como el Y₂O₃.

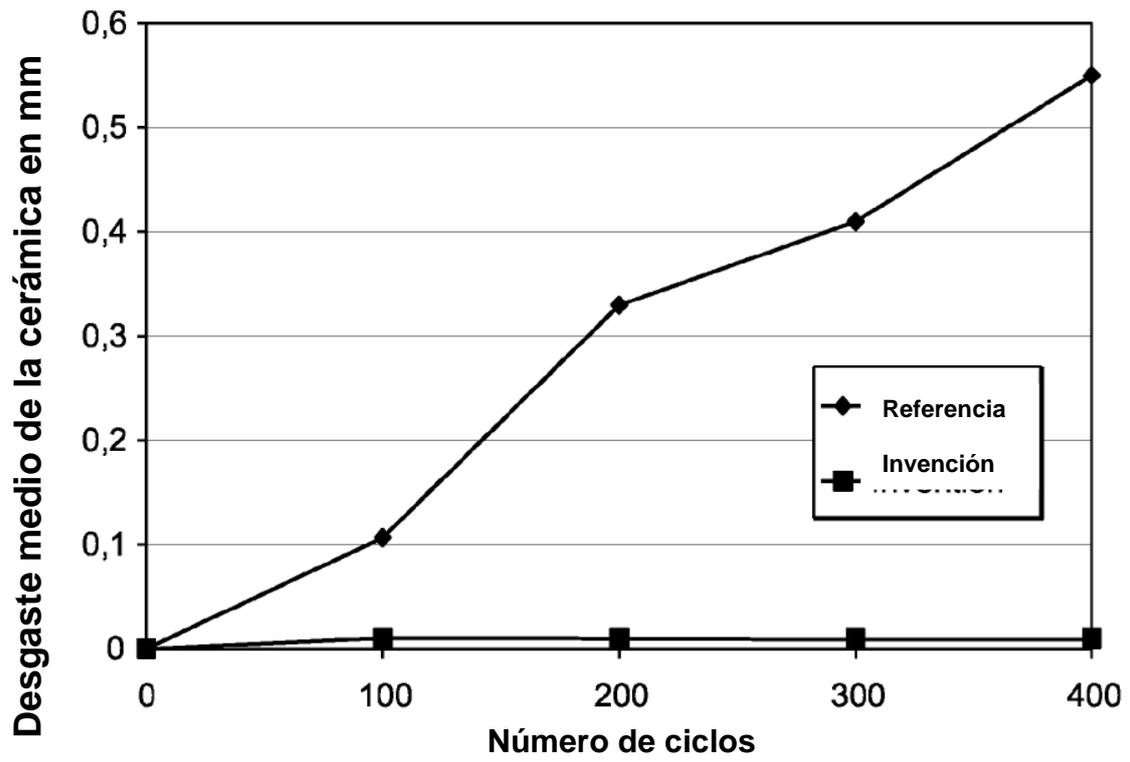


FIGURA ÚNICA