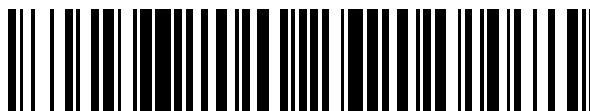


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 559 302**

51 Int. Cl.:

**H05B 3/14** (2006.01)

**H05B 3/42** (2006.01)

**H05B 3/64** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.06.2009 E 09757808 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.10.2015 EP 2283696**

54 Título: **Elementos de calentamiento por resistencia eléctrica**

30 Prioridad:

**06.06.2008 GB 0810406**

**09.06.2008 US 129178**

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

**11.02.2016**

73 Titular/es:

**SANDVIK MATERIALS TECHNOLOGY UK  
LIMITED (100.0%)  
Inveralmond  
Perth, Tayside PH1 3EE, GB**

72 Inventor/es:

**MCIVER, MARTIN;  
SEATON, HELEN;  
MOUG, STANLEY y  
BEATSON, JOHN**

74 Agente/Representante:

**DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto**

**ES 2 559 302 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**

Elementos de calentamiento por resistencia eléctrica

5 La presente invención se refiere a elementos de calentamiento por resistencia eléctrica, más particularmente a elementos de calentamiento eléctrico de carburo de silicio.

10 Los elementos de calentamiento de carburo de silicio son bien conocidos en el campo de los elementos de calentamiento eléctrico y hornos eléctricos. Los elementos de calentamiento convencionales de carburo de silicio comprenden predominantemente carburo de silicio y pueden incluir algo de silicio, carbono y otros componentes en menores cantidades. Habitualmente, los elementos de calentamiento de carburo de silicio están en la forma de barras macizas, barras tubulares o barras tubulares cortadas helicoidalmente, aunque son conocidas otras formas tales como elementos en tiras. La presente invención no está limitada a una forma particular de los elementos.

15 Los elementos de calentamiento eléctrico de carburo de silicio comprenden partes comúnmente conocidas como "extremos fríos" y "zonas calientes", que se diferencian por su resistencia relativa a la corriente eléctrica. Puede haber una sola zona caliente o más de una zona caliente [por ejemplo en elementos de tres fases (tales como en los documentos GB 845496 y GB 1279478)].

20 Un elemento de calentamiento típico de carburo de silicio tiene una zona caliente única que tiene una resistencia relativamente elevada por unidad de longitud y, en cada extremo de la zona caliente, extremos fríos que tienen una resistencia relativamente baja por unidad de longitud. Esto da lugar a que la mayor parte del calor sea generado desde las zonas calientes cuando se hace pasar una corriente a través del elemento. Los "extremos fríos", en virtud de su resistencia relativamente pequeña, generan menos calor y se usan para soportar el elemento de  
25 calentamiento en el horno y para conectarlo a una alimentación eléctrica desde la cual es suministrada la energía eléctrica a la zona caliente.

30 En las reivindicaciones y en la siguiente descripción, la expresión "elemento de calentamiento de carburo de silicio" (elemento de calentamiento de carburo de silicio) se ha de tomar con el significado (excepto cuando el contexto lo exija de otro modo) de que se trata de un cuerpo que comprende predominantemente carburo de silicio y que comprende una o más zonas calientes y dos o más extremos fríos.

35 Con frecuencia, los extremos fríos comprenden una porción extrema terminal metalizada distante de la zona caliente para ayudar a la buena conexión eléctrica con el suministro o alimentación eléctrica. Convencionalmente, la conexión eléctrica a los extremos fríos tiene lugar por medio de trenzas de aluminio planas mantenidas en compresión alrededor de la circunferencia del extremo terminal por medio de una abrazadera o clip de acero inoxidable. Los extremos fríos tienen, en funcionamiento, un gradiente de temperatura a lo largo de su longitud, a partir de la temperatura de funcionamiento de la zona caliente donde los extremos fríos se unen a la zona caliente, hasta cerca de la temperatura ambiente en los extremos terminales.

40 Uno de los primeros diseños de elementos de calentamiento era de la forma de un elemento en forma de pesa (con extremos de más sección que el centro) en el que los extremos fríos estaban hechos del mismo material que la zona caliente, pero tenían una mayor sección transversal que en la zona caliente. Normalmente, la relación de resistencia eléctrica por unidad de longitud del extremo frío a las zonas calientes para tales elementos de calentamiento era de aproximadamente 3:1.  
45

50 Una solución o enfoque alternativo es, en efecto, arrollar un elemento en forma de pesa formando una hélice simple o doble. Se obtiene una tal geometría cortando helicoidalmente parte de una barra tubular. Barras típicas de este tipo son elementos Crusilite® Type X y barras Globar® SG (un elemento de hélice único) o SR (elemento de hélice doble).

55 Una solución alternativa es utilizar materiales de inferior resistividad para formar los extremos fríos y material de mayor resistividad para formar la zona caliente. Métodos conocidos para producir el material de resistividad inferior incluyen la impregnación de la estructura de poros de los extremos de un cuerpo de carburo de silicio con metal de silicio mediante un proceso conocido como "silicionación". El documento GB 2307384 describe un elemento de carburo de silicio de sección transversal esencialmente uniforme y que tiene zonas frías de carburo de silicio poroso impregnadas de silicio.

60 El documento GB 513728 (The Carborundum Company) describe una técnica de unión en la que se unen materiales de diferente resistividad aplicando un cemento carbonoso en la unión y calentando de manera que el exceso de silicio en los extremos fríos penetra en la unión entre los extremos fríos y la zona caliente, reaccionando de ese modo con carbono del cemento para formar una unión de carburo de silicio. Mediante estos métodos se puede aumentar la relación de resistencia eléctrica por unidad de longitud del extremo frío a la zona caliente a aproximadamente 15:1.  
65

El documento JP2005149973 (Tokai Konetsu KK) explicó los problemas alegados en la migración de silicio desde los extremos fríos a la zona caliente, y describió la adición de disiliciuro de molibdeno al material del extremo frío para impedir esta migración y mejorar la resistencia de la interfaz de extremos fríos/zona caliente. Se reveló una construcción de cinco partes en la que una zona caliente de carburo de silicio recristalizado es enclavada por un compuesto de  $\text{MoSi}_2/\text{SiC}$  y después un compuesto de  $\text{SiC/Si}$ . Esta disposición tenía como consecuencia disminuir la resistividad del extremo frío, mejorando así la eficacia.

Aunque estas técnicas ofrecen una relación incrementada de resistencia eléctrica, el aumento del coste de las materias primas y la complejidad de múltiples uniones en los materiales, conduce a un coste elevado.

Con el aumento de la preocupación medioambiental sobre el calentamiento global, y el aumento de los precios de la energía, muchas industrias de consumo intensivo de energía que utilizan hornos de calentamiento eléctrico necesitan reducir su utilización de energía mediante medios favorables a los costes.

Mejoras tales como aislamiento mejorado del horno, para evitar la excesiva pérdida de calor, han jugado un rol importante en la reducción del consumo de energía. Sin embargo, poco se ha hecho para mejorar la eficacia energética de los elementos de una manera efectiva con respecto al coste. La solicitante ha explorado varias soluciones que, separadamente o en combinación, proporcionan un aumento de relaciones de resistencia efectivo con respecto al coste, y por lo tanto de uso disminuido de energía.

En un primer enfoque, no reivindicado, la presente solicitante aspira a mitigar los anteriores problemas basándose en la percatación de que la diferencia de conductividad eléctrica entre carburo de silicio- $\beta$  y carburo de silicio- $\alpha$  se puede utilizar para reducir la resistividad del material del extremo frío, lo que conduce a una reducción de la resistencia por unidad del extremo frío, y por lo tanto una reducción en el consumo de potencia.

De las muchas forma polimórficas del carburo de silicio, las dos de interés que influyen en las características de los extremos fríos del elemento de calentamiento son carburo de silicio- $\alpha$  ( $\text{SiC } 6\text{H}$ ) que tiene una estructura de cristal hexagonal y carburo de silicio- $\beta$  ( $\text{SiC } 3\text{C}$ ) que tiene una estructura cúbica centrada en las caras.

Bauman, "La Relación de Carburo de Silicio Alfa y Beta", Journal of the Electrochemical Society, 1952 ISSN:0013-4651, describe la formación de carburo de silicio y observó que el carburo de silicio primario (es decir, primero en formarse) era el carburo de silicio- $\beta$  a todas las temperaturas estudiadas.

Sin embargo, Bauman observó que:

*"El SiC beta comienza a transformarse monotrópicamente en SiC Alfa lentamente a 2100° C. Cambia a la forma alfa rápida y completamente a 2400° C".*

Se sabe que el nitrógeno actúa como un dopante en carburo de silicio que tiene el efecto de reducir la resistividad eléctrica.

Resistividades eléctricas típicas de materiales de elementos de calentamiento comúnmente producidos que consisten en dos tipos polimórficos de carburo de silicio se resumen en la Tabla 1 siguiente, que muestra que el carburo de silicio- $\beta$  tiene una resistividad eléctrica mucho menor que el carburo de silicio- $\alpha$ .

Normalmente, las zonas calientes se forman ya sea a partir de carburo de silicio recristalizado que tiene la característica de ser una matriz de carburo de silicio auto-unida compacta con porosidad abierta, o a partir de material más denso unido por reacción, que ha sido recristalizado. Tales materiales son casi totalmente carburo de silicio- $\alpha$  y, en comparación con material impregnado con silicio, tienen una conductividad térmica relativamente baja y una conductividad eléctrica relativamente baja.

Estos valores de resistividad son para materiales producidos comercialmente – de manera típica para barras o tubos de carburo de silicio- $\alpha$  recristalizado y también para tubos de carburo de silicio- $\beta$  de una sola pieza, hechos por transformación de carbono en carburo de silicio por reacción de tubos de carbono con mezclas de silicio y polvo de coque (elementos CRUSILIT®).

Tabla 1		
	carburo de silicio- $\alpha$ (dopado con nitrógeno)	carburo de silicio- $\beta$ (dopado con nitrógeno)
Resistividad eléctrica	0,070 – 0,100 $\Omega \cdot \text{cm}$	0,007 – 0,01 $\Omega \cdot \text{cm}$

Las elevadas temperaturas de caldeo utilizadas tradicionalmente en la impregnación con silicio del extremo frío dan lugar predominantemente a la formación de una elevada proporción de carburo de silicio  $\alpha$  a partir del silicio y carbono presentes.

Puesto que el carburo de silicio- $\alpha$  comienza a formarse a temperaturas superiores a 2100° C, se podría suponer que bajando la temperatura de impregnación con silicio se promovería el carburo de silicio- $\beta$  en lugar del carburo de silicio- $\alpha$ . Sin embargo, con el fin de conseguir una infiltración y conversión completas del material verde, tienen que ser eliminados el dióxido de silicio presente en la superficie del metal silicio y los granos de carburo de silicio. Con el fin de hacer esto, se requiere una temperatura que exceda de 2150° C. Ensayos a temperaturas de impregnación con silicio de alrededor de 1900° C – 2000° C dan lugar a una pobre infiltración del material verde con silicio, una inferior producción de carburo de silicio secundario que da carbono no reaccionado de baja resistencia mecánica y elevada resistencia. El tratamiento a tales temperaturas da lugar a un producto pobremente reaccionado debido a que no ha sido retirado el dióxido de silicio. Los solicitantes han encontrado medios para promover la formación de carburo de silicio- $\beta$  y de ese modo producir materiales de inferior resistividad para elementos de calentamiento de carburo de silicio que los previamente conocidos en este sector (incluso inferior a la de elementos de carburo de silicio- $\beta$  convencionales mencionados en la Tabla 1 anterior).

Por lo tanto, en este enfoque, se proporciona un elemento de calentamiento de carburo de silicio que tiene una o más zonas calientes y dos o más extremos fríos, comprendiendo las zonas calientes un carburo de silicio diferente que contiene material procedente de los extremos fríos y en el cual el carburo de silicio del material de los extremos fríos comprende suficiente carburo de silicio- $\beta$  para que el material tenga una resistividad eléctrica menor que 0,002  $\Omega \cdot \text{cm}$  a 600° C y menor que 0,0015  $\Omega \cdot \text{cm}$  a 1000° C.

Se pueden conseguir fácilmente valores típicos inferiores a 0,00135  $\Omega \cdot \text{cm}$  a 600° C.

Opcionalmente, en este enfoque (y separadamente o en combinación):

- el carburo de silicio del material del extremo frío puede comprender carburo de silicio- $\alpha$  y carburo de silicio- $\beta$ ;
- la fracción de volumen del carburo de silicio- $\beta$  puede ser mayor que la fracción de volumen del carburo de silicio- $\alpha$ ;
- la relación de la fracción de volumen de carburo de silicio- $\beta$  a la fracción de volumen de carburo de silicio- $\alpha$  puede ser mayor que 3:2;
- el material de los extremos fríos puede comprender más que 45% en volumen de carburo de silicio- $\beta$ ;
- la cantidad total de carburo de silicio puede ser mayor que 70% en volumen; o de hecho superior a 75%;
- el material del extremo frío puede comprender:

SiC	70-95% en volumen
-----	-------------------

Si	5-25% en volumen
----	------------------

C	0-10% en volumen
---	------------------

siendo SiC + Si + C > 95% del material;

- la relación de la resistividad eléctrica del material de la zona caliente a la resistividad eléctrica del material del extremo frío puede ser mayor que 40:1.

Para formar un tal elemento se proporciona un método que comprende el paso de exponer un cuerpo de carburo de silicio carbonoso, que comprende carburo de silicio y carbono y/o precursores de carbono, a silicio a una temperatura de reacción controlada, suficiente para permitir que el silicio reaccione con el carbono y/o carbono producido a partir de los precursores de carbono para formar carburo de silicio- $\beta$  con preferencia a carburo de silicio- $\alpha$ , y durante un tiempo de exposición suficiente para que la cantidad de carburo de silicio- $\beta$  en el extremo frío sea suficiente para que el material tenga una resistividad eléctrica menor que 0,002  $\Omega \cdot \text{cm}$  a 600° C y menor que 0,0015  $\Omega \cdot \text{cm}$  a 1000° C.

Adicionalmente, así como el control de temperatura, los parámetros de reacción son controlados para promover la formación de carburo de silicio- $\beta$  con preferencia al carburo de silicio- $\alpha$  controlando una o más de las siguientes variables del proceso:

- tamaño de partículas del silicio
- niveles de pureza de las materias primas
- ritmo de ascenso a la temperatura de reacción

Estas variables pueden ser controladas para limitar el efecto de la reacción exotérmica entre el silicio y el carbono que puede dar lugar a una superación de temperatura como se explica con más detalle en lo que sigue.

Suprimiendo la formación de carburo de silicio- $\alpha$  a la temperatura de impregnación con silicio y aumentando la proporción de carburo de silicio- $\beta$  en el material en masa del extremo frío, se puede aumentar la conductividad eléctrica.

5 Se ha de observar que la atmósfera durante la impregnación con silicio es una variable importante del proceso, siendo preferida con una atmósfera de nitrógeno. Es posible la impregnación con silicio bajo vacío, pero la ausencia de un dopante de nitrógeno (a menos que sea suministrado en alguna otra forma) produce carburo de silicio- $\beta$  de mayor resistividad.

10 Mediante la sustitución de extremos fríos de elementos existentes por extremos fríos hechos de acuerdo con este enfoque, se puede conseguir un aumento de la relación de resistencia eléctrica de la zona caliente al extremo frío.

Adicionalmente, si la relación de resistencia eléctrica de la zona caliente al extremo frío de un elemento convencional es aceptable, el uso de extremos fríos hechos de acuerdo con este enfoque permite el uso de zonas calientes de resistencia inferior, que conduce a una disminución de la resistencia global del elemento, lo que puede ser útil en algunas aplicaciones.

Además, el uso de extremos fríos hechos de acuerdo con este enfoque permite la utilización de zonas calientes de inferior resistividad de manera que permiten hacer elementos más largos de una resistencia global dada, en comparación con elementos convencionales.

El uso de material de extremo frío de pequeña resistividad permitirá hacer cambios térmicamente beneficiosos en la geometría tradicional de los extremos fríos. Puesto que la resistividad del material mejorado es mucho menor que en materiales convencionales, es posible reducir el área de la sección transversal del extremo frío (por ejemplo en hasta 50%) mientras se mantienen todavía relaciones de la resistividad eléctrica del material de la zona caliente a la resistividad eléctrica del material del extremo frío que son aceptables (por ejemplo, de 30:1). El espesor de pared de elementos con extremos fríos de dimensión exterior estándar puede ser reducido, con una reducción correspondiente de la transferencia térmica.

30 Sin embargo, la reducción de la sección transversal usando extremos fríos de diámetro exterior menor dará lugar a una pérdida de calor reducida al permitir que orificios de entrada del horno sean taponados a menor dimensión. Tales extremos fríos de diámetro exterior reducido pueden ser provistos de manguitos aislantes. Aislando de esta manera se reducirá la pérdida de calor, elevando de ese modo la temperatura del extremo frío. A medida que el carburo de silicio aumenta de conductividad eléctrica con el aumento de temperatura, esto servirá también para mantener la resistencia del extremo frío más baja que en un extremo frío no aislado.

En un segundo enfoque, objeto de la presente invención, se proporciona un elemento de calentamiento de carburo de silicio, que tiene una o más zonas calientes y dos o más extremos fríos, en el cual:

- las áreas de la sección transversal de los dos o más extremos fríos son esencialmente la misma o menor que las áreas de la sección transversal de las una o más zonas calientes; y
- al menos parte de al menos un extremo frío comprende un cuerpo de material de carburo de silicio recristalizado revestido con un revestimiento conductor que tiene una resistividad eléctrica inferior a la del material de carburo de silicio recristalizado.

En este aspecto, la solicitante se ha dado cuenta de que la conductividad térmica del material del extremo frío es un factor importante en la determinación de la pérdida de calor y por tanto del consumo de energía. Fabricando los extremos fríos de material de carburo de silicio recristalizado (que tiene una conductividad térmica menor que la de extremos fríos de carburo de silicio impregnados de metal tradicionales) se puede reducir la pérdida de calor a través del extremo frío. Tradicionalmente, el material de carburo de silicio recristalizado no habría sido utilizado como un material de extremo frío al tener una conductividad eléctrica demasiado baja. El revestimiento de baja resistividad eléctrica para el extremo frío proporciona una buena trayectoria eléctrica, permitiendo de ese modo tanto elevada conductividad eléctrica como baja conductividad térmica. Un revestimiento delgado (por ejemplo de 0,2 – 0,25 mm) con respecto a una sección transversal de elemento típico (por ejemplo, 20 mm) proporciona conductividad eléctrica adecuada mientras proporciona una pequeña trayectoria para la pérdida de calor y por lo tanto baja transferencia de calor. El revestimiento puede tener, por ejemplo, un espesor de menos de 0,5 mm, aunque puede ser aceptable uno mayor en algunas aplicaciones. El espesor del revestimiento puede ser, por ejemplo, menor que 5% o menor que 2% del diámetro del elemento, aunque puede ser aceptable que sea mayor en algunas aplicaciones. Preferiblemente se utiliza material de carburo de silicio recristalizado de auto-unión, ya que su porosidad le proporciona una conductividad térmica inferior a la de un material unido por reacción.

El inventor se ha dado cuenta además de que la temperatura de funcionamiento del elemento de calentamiento puede ser comprometida por la limitación de la temperatura de funcionamiento de la parte revestida del extremo frío, y ha diseñado una construcción híbrida del elemento, mediante la cual la sección revestida del extremo frío está desplazada de la zona caliente por la inserción de una sección de material de resistividad eléctrica inferior a la del

material de carburo de silicio recristalizado. Este material de resistividad eléctrica inferior puede ser un material (por ejemplo, carburo de silicio impregnado con silicio) de extremo frío convencional. La sección de material de resistividad eléctrica inferior puede ser enteriza con el elemento, o puede ser unida al mismo, usando unión por reacción u otras técnicas. La longitud de esta sección de material del extremo frío puede ser variada, de acuerdo con la longitud total del extremo frío, la temperatura de funcionamiento del horno y el espesor y propiedades de aislamiento del forro térmico del equipo.

En un tercer enfoque, no reivindicado, se proporciona un elemento de calentamiento de carburo de silicio que tiene una o más zonas calientes y dos o más extremos fríos, teniendo uno o más de los extremos fríos uno o más conductores metálicos flexibles unidos al mismo. (El término "unido" debe ser tomado, en este contexto, con el significado de unido para formar un cuerpo unitario, e incluye, sin limitación, técnicas tales como soldadura blanda, soldadura fuerte, soldadura de estaño y plomo, unión por difusión y unión con adhesivo).

Los anteriores tres aspectos pueden ser utilizados separadamente o en cualquier combinación de los mismos y pueden permitir:

- la producción de elementos que tengan elevadas relaciones de la resistencia eléctrica por unidad de longitud de toda la zona caliente a todo el extremo frío, con la consiguiente reducción de requisitos de energía
- la producción de elementos que tengan relaciones más normales de la resistencia eléctrica por unidad de longitud de toda la zona caliente a todo el extremo frío (por ejemplo, < 40:1), pero con una resistencia global menor del elemento
- la producción de elementos que tengan relaciones más normales de la resistencia eléctrica por unidad de longitud de toda la zona caliente a todo el extremo frío (por ejemplo <40:1), pero de mayor longitud mientras se mantiene la resistencia global del elemento
- la producción de elementos con pérdida de calor inferior desde los extremos fríos.

El alcance de la invención resultará evidente a partir de las reivindicaciones y de la siguiente descripción ilustrativa, hecha con referencia a los dibujos que se acompañan, en los cuales:

- La figura 1 es un diagrama de flujo que muestra el proceso de fabricación de un elemento de calentamiento;  
 La figura 2 es un diagrama de resistividad en función de la temperatura para material producido a partir de silicio de tamaño de grano variable y contenido de aluminio constante;  
 La figura 3 es un diagrama de resistividad en función de la temperatura para un material producido a partir de silicio de tamaño de grano constante y contenido de aluminio constante, formado haciendo pasar a través de un horno de tubo a diferentes velocidades;  
 Las figuras 4 (a – b) son una micrografía electrónica de retro-dispersión y exploración respectivamente de una muestra tratada de acuerdo con un enfoque de la presente invención.  
 Las figuras 5 (a – b) son diagramas esquemáticos de elementos de calentamiento, que representan el grado de revestimiento sobre el material del extremo frío.  
 Las figuras 6 (a – c) son esquemas conceptuales que describen el proceso de caldeo durante la formación de un material de extremo frío.  
 Las figuras 7 (a – b) son diagramas esquemáticos de elementos de calentamiento con extremos fríos estructurados de modo diferente.  
 La figura 8 es diagrama esquemático de un elemento de calentamiento según se ha reivindicado.  
 La figura 9 muestra temperaturas internas de algunos elementos de calentamiento.

La figura 5a muestra esquemáticamente un elemento 1 convencional en forma de barra, que comprende una zona caliente 2 y extremos fríos 3 que se encuentran en interfaces 4 de zona caliente/extremo frío formadas por la unión entre diferentes materiales de la zona caliente y de los extremos fríos.

Un método típico de fabricación es formar la zona caliente 2 y los extremos fríos 3 de manera separada y después unirlos o soldarlos conjuntamente para formar el elemento de calentamiento. Sin embargo, esto no impide que sean usados otros métodos tradicionales conocidos en la técnica, incluyendo formar un cuerpo de una pieza, tal como tubos cortados helicoidales. En la presente invención, no es necesariamente aplicado un tratamiento especial a la zona caliente, ya que se desea mantener la zona caliente a una resistencia relativamente elevada. Sin embargo, no se excluyen procedimientos conocidos tales como la formación de un barnizado en el elemento. Son aplicables cualesquiera medios conocidos en la técnica para producir la zona caliente usando un material a base de carburo de silicio. Un material apropiado es carburo de silicio recristalizado. El término "recristalizado" indica que, después de la formación, el material es calentado a temperaturas elevadas (normalmente mayores que 2400° C, por ejemplo 2500° C) para formar una estructura auto-unida que comprende predominantemente carburo de silicio- $\alpha$ . Valores típicos de resistividad de la zona caliente están comprendidos entre 0,07  $\Omega \cdot \text{cm}$  y 0,08  $\Omega \cdot \text{cm}$ .

La figura 1 muestra un esquema de un procedimiento típico utilizado para fabricar un elemento de calentamiento soldado de tres piezas. Para la fabricación de los extremos fríos, cantidades predeterminadas de polvo de carburo de silicio de varios tamaños y purezas de partículas y carbono y/o una fuente de carbono (por ejemplo polvo de

## ES 2 559 302 T3

madera, cáscaras de arroz, polvo de corteza de nogal o cualquier otra fuente de carbono apropiada) se mezclan con un aglutinante (por ejemplo un aglutinante a base de celulosa) en una mezcladora apropiada (por ejemplo una Hobart mixer™) a la reología deseada para extrusión.

5 Una formulación típica para la mezcla utilizada para el material del extremo frío se muestra en la Tabla 2.

Tabla 2		
Material	Nombre comercial	Cantidad (% en peso)
Carburo de Silicio Negro	36/70 Sika PCK	15,79
Carburo de Silicio Verde	F80 Sika III	26,43
Fuente de carbono/inductor de porosidad	Harina de trigo	17,21
Fuente de carbono/inductor de porosidad	Polvo de madera	6,71
Fuente de carbono	Polvo de coque de petróleo	31,46
Aglutinante	Magnafloc 139	2,37

10 La harina de trigo y el polvo de madera proporcionar una fuente de carbono e introducen porosidad en el material. 36/70 Sika y F80 Sika son materiales de carburo de silicio comercialmente disponibles (suministrados por Saint Gobain, aunque se pueden utilizar otras calidades comercialmente equivalentes) y comprenden predominantemente carburo de silicio- $\alpha$ . 36/70 Sika es carburo de silicio negro que contiene trazas de impurezas menos importantes. F80 Sika es carburo de silicio verde y contienen menos impurezas que el carburo de silicio negro. Magnafloc® es un material aglutinante basado en copolímero de acrilamida comercialmente disponible, fabricado por CIBA (WT), Bradford. La formulación no está limitada a esta receta y se pueden utilizar otras recetas que comprendan carburo de silicio, otras fuentes de carbono y aglutinantes conocidos en la técnica. Sin embargo, para los fines de explicación del presente enfoque, fue utilizada la receta mostrada en la Tabla 2 a través de todas las investigaciones.

15 La mezcla es extrudida a la forma deseada, aunque se pueden utilizar otras técnicas de conformación (por ejemplo, prensado o laminación) si es apropiado. Formas convencionales de elemento de calentamiento incluyen barras o tubos. Una vez extrudida, a la mezcla conformada se le permite secar para eliminar la humedad y a continuación es calcinada para carbonizar los precursores de carbón de la harina de trigo y polvo de madera para introducir porosidad en el material en masa. Normalmente la porosidad es superior a 40%, dando lugar a una densidad de masa en el intervalo de 1,3 a 1,5 g.cm<sup>-3</sup>. El material calcinado es a continuación cortado a la forma deseada. Para los elementos juntados, una espiga fabricada de material de extremo frío calcinado puede ser unida a un extremo por medio de un cemento que comprenda una mezcla de resina, carburo de silicio y carbono. La espiga prepara el material del extremo frío para la unión sobre el material de la zona caliente. (No es necesario utilizar una espiga - se pueden hacer soldaduras sin una espiga – pero una espiga refuerza la resistencia mecánica de la junta).

20 La etapa final de preparación del extremo frío es la impregnación con silicio. Esto comprende la reacción de silicio con el carbono presente y la infiltración de silicio fundido en la porosidad del material calcinado. La barra calcinada se sitúa, junto con la espiga unida, en un recipiente y se cubre con una mezcla de una cantidad controlada de metal silicio, aceite vegetal y polvo de grafito, normalmente en la relación 100:3:4. La cantidad de silicio requerida depende de la porosidad de la barra calcinada – cuanto menor es la porosidad, menos es el silicio requerido. Son cantidades típicas 1,4-2 (por ejemplo, 1,6) veces el peso de la barra calcinada.

25 Normalmente se utiliza un recipiente de grafito para el paso de impregnación con silicio. La pureza del metal silicio es importante para evitar que cualesquiera impurezas interfieran con el paso de impregnación con silicio. Se pueden utilizar varios metales de silicio comerciales, dependiendo del tamaño de grano y de la pureza. Impurezas típicas encontradas en el metal de silicio son aluminio, calcio y hierro.

30 El recipiente que contiene la barra calcinada y la mezcla de silicio/carbono es después calentado en un horno bajo una atmósfera protectora (por ejemplo nitrógeno fluyente) a una temperatura superior a 2150° C. Una atmósfera protectora limita la oxidación no deseable de componentes del horno, así como la mezcla calcinada de material y silicio a la elevada temperatura. Es deseable una atmósfera que contenga nitrógeno, ya que el nitrógeno actúa como un dopante del carburo de silicio formado. A esta temperatura, el metal de silicio se funde e infiltra en la estructura de poros del material calcinado, con lo que algo reacciona con el carbono en el cuerpo para formar carburo de silicio secundario y el silicio restante llena la estructura de poros para proporcionar un compuesto casi completamente denso de silicio-carburo de silicio.

Durante el proceso de impregnación con silicio, el metal de silicio penetra también en la unión entre la espiga y el material en masa y reacciona con el exceso de carbono en el material de cemento para formar una junta unida por reacción a elevada temperatura con la espiga.

5 La zona caliente se hace mediante pasos análogos de mezcla, conformación (por ejemplo, por extrusión) y secado, pero no necesariamente a partir de la misma mezcla que el extremo frío (no se requiere porosidad para la impregnación con silicio para la zona caliente) y a continuación se recristaliza. Para los fines de ese enfoque se puede utilizar cualquier material de zona caliente de resistencia apropiada y están disponibles comercialmente cuerpos apropiados de carburo de silicio- $\alpha$  recristalizado.

10 La zona caliente puede ser unida entonces al extremo frío (es decir, el otro extremo de la espiga) usando el mismo material de cemento, completando el elemento de calentamiento. El elemento de calentamiento que incluye la parte caliente unida es a continuación se calienta nuevamente a temperaturas suficientes para la unión por reacción de la zona caliente a la espiga. Una temperatura típica está comprendida entre 1900° C y 2000° C, que es inferior a la temperatura a la cual el SiC- $\beta$  se transforma en SiC- $\alpha$ . Opcionalmente, se puede aplicar un barnizado o revestimiento al elemento de calentamiento para proporcionar protección química al cuerpo inferior..

15 Como se ha indicado anteriormente, se pueden usar otros métodos para asegurar la zona caliente a los extremos fríos sin el uso de una espiga.

20 Si es necesario, se puede aplicar un barnizado al elemento.

25 Convencionalmente, la superficie del extremo frío próxima al extremo terminal es a continuación preparada para proporcionar una superficie lisa, tal como mediante chorreado de arena para un paso de metalización. Un revestimiento de metalización proporciona un área de baja resistencia eléctrica para proteger cualesquiera contactos eléctricos unidos del sobrecalentamiento. Una capa de metalización tal como metal aluminio se aplica a la superficie de una proporción de extremo frío en los extremos terminales mediante rociado u otros medios conocidos en la técnica. A continuación se fijan tiras de contacto sobre la zona metalizada para proporcionar suficiente capacidad de conexión eléctrica a una fuente de potencia. En lo que sigue se explican más detalles del paso de metalización.

30 La presente solicitante se ha percatado, en un enfoque no reivindicado, de que controlando los parámetros de reacción durante la etapa de impregnación con silicio, se pueden crear condiciones para promover la formación de carburo de silicio- $\beta$  en lugar de carburo de silicio- $\alpha$ . La velocidad de reacción se controla controlando parámetros del proceso tales como tamaño de partículas del silicio, impurezas y el tiempo de reacción durante la etapa de impregnación con silicio. Inhibiendo la formación de carburo de silicio- $\alpha$  a la temperatura de impregnación con silicio y aumentando la proporción de carburo de silicio- $\beta$  en el material en masa del extremo frío, se reduce la resistividad, lo que da lugar a una relación de resistencia mejorada del elemento. Fueron utilizados varios cambios de proceso por la presente solicitante, contribuyendo cada uno a reducir la resistencia eléctrica del material en masa del extremo frío. Combinando estos efectos, la resistencia eléctrica global del extremo frío puede ser notablemente reducida. A continuación se muestran los parámetros del proceso investigados por la presente solicitante para reducir la resistencia eléctrica del material del extremo frío.

35 Se utilizaron varios metales de silicio comerciales que tenían grados variables de impureza de aluminio en la fabricación de materiales de extremo frío. La Tabla 3 muestra los diversos metales de silicio comerciales utilizados.

45

Proveedor	Tamaño de grano especificado (mm)	Contenido de aluminio (%)
Elkem	0,5-3	0,04
Elkem	0,2-2	0,17
Graystar LLC	0,5-6,0	0,21
S & A Blackwell	0,5-3,0	0,25

50 Se encontró variación de resistividad con contenido de aluminio, pero era evidente que el tamaño de partícula del metal de silicio tenía un efecto mayor. Las muestras hechas usando material de fuente Graystar LLC, que tenía un contenido de aluminio de 0,21% y tamaño de partícula en el intervalo de 0,5-6,0 mm mostraron la menor resistividad y por tanto se utilizó este contenido de aluminio en todos los ensayos subsiguientes.

55 Con el fin de aislar los efectos del tamaño de grano sobre la resistividad del material del extremo frío con respecto a los otros parámetros, se realizaron intentos usando metales de silicio durante el proceso de impregnación con silicio que tenían un contenido de aluminio constante de 0,21% (establecido en la primera investigación), pero variando el



5 tamaño de grano (véase la Tabla 4). La figura 3 muestra la variación de la resistividad eléctrica con la temperatura para extremos fríos producidos usando silicio con tamaños de grano variables. Todas las muestras fueron tratadas en un horno de tubo de grafito a temperatura constante de 2180° C y velocidad constante de introducción o empuje en el horno de ~2,54 cm/minuto (1"/minuto). El gráfico muestra que existe una relación entre el tamaño de partícula del silicio y la resistividad del material del extremo frío. Un tamaño de partícula de menos que 0,5 mm se consideró perjudicial para el proceso, aunque, como se explica más abajo, se pueden tolerar tamaños de partícula inferiores con cambios apropiados de las condiciones de fabricación.

**Tabla 4**

Proveedor	Tamaño de grano especificado (mm)	Contenido de aluminio (%)
S & A Blackwell	0,5-6,0	0,21
S & A Blackwell	0,25-6,0	0,21
S & A Blackwell	0,5-3,0	0,21
S & A Blackwell	0,2-2,0	0,21

10 El aumento del tamaño de partícula de silicio tiende a reducir la velocidad de reacción de silicio y carbono de tal manera que no son favorables las condiciones para la formación de carburo de silicio- $\alpha$ . En consecuencia, se forma de manera preferente carburo de silicio- $\beta$ . Por supuesto, un tamaño de partículas de silicio demasiado grande dará lugar a una pobre cubrición del artículo que está siendo impregnado con silicio y puede conducir a falta de homogeneidad en el elemento producido. Se prefiere un tamaño de partícula mínimo de 0,5 mm, aunque, como se puede ver en la figura 2, se pueden tolerar valores menores.

15 Otros parámetros de control que afectan a los parámetros de reacción y por tanto afectan a la resistividad del extremo frío, son la temperatura de reacción, la velocidad de ascenso o rampa a la temperatura y el tiempo de permanencia en la temperatura de reacción.

20 El carburo de silicio- $\beta$  comienza a convertirse en carburo de silicio- $\alpha$  sólo a unos 2100° C y, por lo tanto, se supondría que reduciendo la temperatura de reacción se formaría preferentemente más carburo de silicio- $\beta$ . La impregnación con silicio del material del extremo frío a temperaturas comprendidas entre 1900° C y 2180° C realizada en un horno de túnel a una velocidad de introducción de ~4,57 cm/minuto (1,8 pulgadas/min) y ~2,54 cm/minuto (1 pulgada/min) reveló una relación no clara entre la resistividad del material del extremo frío y la temperatura del horno. En la mayoría de los casos, el valor de resistividad mínimo conseguido era a una temperatura máxima del horno de 2180° C, aunque, por razones expuestas en lo que sigue, esta no necesitaba ser la temperatura máxima experimentada por el producto. A temperaturas relativamente bajas, tales como 1900° C se encontró que la impregnación con silicio era incompleta y en algunas zonas el material permanecía sin reaccionar.

25 Con el fin de permitir la reacción de silicio y carbono, parece ser aconsejable una temperatura superior a 2150° C. Esto parece ser debido al hecho de que, a la presión atmosférica, el óxido de silicio no se evaporará a temperaturas inferiores y actúa como una barrera al movimiento del silicio. Cualquier reacción entre el óxido de silicio y el carbono ocurrirá también sólo a tales temperaturas. Se ha mostrado que la impregnación con silicio bajo un vacío permite que ocurra la reacción a temperaturas mucho menores, por ejemplo 1700° C, debido a que ocurre vaporización de óxido de silicio a temperaturas inferiores en un vacío. Sin embargo, la solicitante cree es necesario el nitrógeno como un dopante con el fin de hacer óptima la resistividad de los extremos fríos, haciendo impráctico el tratamiento en un vacío.

30 Sin embargo, se forma carburo de silicio- $\alpha$  a temperaturas por encima de 2150° C.

35 Una vez que la reacción está en marcha, la reacción entre el metal de silicio y el carbono es exotérmica. Resultados exotérmicos en una temperatura localizada aumentan dentro de recipientes potadores que contienen el carburo de silicio carbonoso y silicio. Como el carburo de silicio- $\alpha$  es estable a temperaturas mayores que el carburo de silicio- $\beta$ , la solicitante cree que el aumento de la temperatura localizada da lugar a que se forme carburo de silicio- $\alpha$  con preferencia al carburo de silicio- $\beta$ . Controlando los efectos de la reacción exotérmica, se puede inhibir en cierto grado la transformación de carburo de silicio- $\beta$  en carburo de silicio- $\alpha$ .

40 El efecto de la reacción exotérmica puede ser controlado por la velocidad de ascenso a la temperatura, por ejemplo, en un horno de tubo, controlando la velocidad de empuje a través del horno. La figura 6a muestra conceptualmente como un diagrama de temperatura/tiempo lo que está pasando durante un paso típico de impregnación con silicio en un horno de tubo de grafito que tiene una curva de temperaturas con una velocidad de ascenso uniforme a la temperatura máxima, una parte horizontal de temperatura y una velocidad de enfriamiento uniforme. A medida que

un recipiente portador que contiene artículos para impregnar con silicio pasa a través del horno experimenta un ambiente de horno que tiene el perfil o curva de la línea llena representada por una velocidad de ascenso a la temperatura 5, una parte horizontal de temperatura 6 y una velocidad de enfriamiento 7 de descenso de temperatura. La temperatura de un artículo soportado por el recipiente sigue la curva de temperatura del horno hasta que el silicio comienza a reaccionar con el carbono. La naturaleza exotérmica de esta reacción significa que el artículo experimentará una temperatura localizada por encima del ambiente del horno. Esto se muestra por la línea discontinua 8, que indica la temperatura máxima 9, atribuible el aumento de temperatura a la reacción exotérmica que está indicada por la flecha 10.

La figura 6a muestra la temperatura para el mismo horno de tubo, pero con una velocidad de empuje inferior del recipiente portador a través del horno. Aunque la velocidad de aumento de temperatura del artículo es más lenta durante el ciclo de calentamiento inicial, esto sólo resulta crítico cuando el óxido de silicio comienza a vaporizarse. Durante este periodo, la evolución controlada del vapor de óxido de silicio actúa como una restricción en la rápida infiltración de silicio en el artículo. Esto controla efectivamente la reacción exotérmica de carbono y silicio, limitando el aumento localizado de temperatura. Adicionalmente, la elevación más lenta a la temperatura da un tiempo mayor para que escape el calor generado por la reacción exotérmica, limitando así el aumento de la temperatura alcoholizada. Estas limitaciones al aumento de temperatura localizada dan lugar a una conversión reducida de carburo de silicio- $\beta$  en carburo de silicio- $\alpha$ , resultando así una mayor relación de carburo de silicio- $\beta$  a carburo de silicio- $\alpha$  en el material caldeado.

Se observará que otro resultado de hacer más lenta la velocidad de empuje es que la rampa descendente de temperatura es de más duración y el tiempo de la parte horizontal es mayor. Esto puede facilitar la más completa impregnación con silicio del artículo y de ese modo el aumento de la producción de carburo de silicio- $\beta$ . Por supuesto, una temperatura máxima demasiado larga (si es superior a 2100° C) puede comenzar a dar lugar a la transformación de carburo de silicio- $\beta$  en carburo de silicio- $\alpha$  y de ese modo puede variar la curva real de tiempo y temperatura para usar. Estos tiempos se pueden cambiar utilizando un horno de tubo que tenga una curva de temperatura diferente, como se indica esquemáticamente en la figura 6c, en la que una rampa lenta de ascenso a velocidad 5, como en la figura 6b, se combina con una rampa de velocidad de descenso 7 más rápido, como en la figura 6a.

En lo anterior se ha hecho referencia a un horno de tubo. Será evidente que se pueden obtener curvas de temperatura similares en otros hornos que funcionen en modo continuo o en tandas con control apropiado de temperatura y atmósfera. Además, se pueden adoptar curvas más complejas (por ejemplo, una velocidad de rampa a una primera temperatura, una permanencia en esa temperatura para permitir que ocurra una fracción grande de impregnación con silicio, y a continuación un cambio a una segunda temperatura para permitir que ocurra el equilibrio de impregnación con silicio).

Con el fin de investigar los efectos del tiempo de reacción, se utilizó un horno de tubo de grafito. El horno usado tenía dimensiones internas de ~20,3 cm (8") de diámetro x ~152,4 cm (60") de longitud. Variando la velocidad de empuje a través del horno, puede variar la duración a la temperatura de reacción, controlando con ello la velocidad de reacción. Cuando más rápida es la velocidad de empuje, más corto es el tiempo de reacción, e inversamente, cuando más lenta es la velocidad de empuje, mayor es el tiempo de reacción. Sin embargo, esto no impide que sean usados otros hornos conocidos en la técnica que puedan proporcionar temperaturas de reacción y tiempos de reacción variables.

Tomando en consideración estos factores, la presente solicitante investigó la resistividad del material del extremo frío impregnado con silicio a varias velocidades de empuje comprendidas entre ~1,27 cm/min (0,5 pulgadas/min) y ~4,57 cm/min (1,8 pulgadas/min) a una temperatura fija del horno de 2180° C. En estas investigaciones fue utilizado metal de silicio Graystar™ (como se indica en la Tabla 3 anterior), y se obtuvo una resistividad mínima para una velocidad de empuje de ~1,27 cm/min (0,5 pulgadas/min). La figura 3 muestra un gráfico de resistividad del material del extremo frío en función de la temperatura cuando se impregnó con silicio a velocidades de empuje diferentes. La reducción de resistividad conseguida haciendo más lenta la velocidad de empuje desde ~2,54 cm/min (1 pulgada  $\varnothing$ /min) a ~1,27 cm/min (0,5 pulgadas/min) es pequeña en comparación a la que se produce cuando la velocidad de empuje se reduce desde ~3,81 cm/min (1,5 pulgadas/min) a 2,54 cm/min (1 pulgada/min). Aunque la velocidad de empuje de ~1,27 cm/min (0,5 pulgadas/min) mostró la máxima reducción de resistividad, una tal velocidad de empuje lenta puede limitar la capacidad de producción. Se puede así establecer un compromiso entre la duración a la temperatura de reacción y los requisitos de producción. Con el horno particular utilizado, una velocidad de empuje de ~2,54 cm/min (1 pulgada/min) se consideró óptima.

#### Ejemplo comparativo 1

Este ejemplo se propuso hacer elementos de geometría similar al tipo de elemento comercial Global SD que es de 20 mm de diámetro, con una longitud de zona caliente de 250 mm y una longitud de extremo frío de 450 mm, y una resistencia de 1,44 ohmios.

La mezcla del extremo frío fue hecha de acuerdo con la receta mostrada en la Tabla 2 (Mezcla A) y fue extrudida a la forma de un tubo. Después de la calcinación, la barra fue cortada aproximadamente a longitudes de 450 mm y se unió una espiga al material del extremo frío aplicando un cemento que comprendía carburo de silicio, resina y carbono. A continuación se colocó el tubo, junto con la espiga, en un recipiente de grafito para la etapa de impregnación con silicio y se cubrió en un amanta de una cantidad predeterminada de metal de silicio y carbono. Después se impregnó con silicio el material del extremo frío usando los pasos de proceso descritos anteriormente. Estos son:

- La distribución de tamaños de partículas de silicio era de 0,5 a 6,0 mm;
- La velocidad de empuje en el horno se fijó en ~2,54 cm/min (1 pulgada/min);
- El contenido de aluminio del silicio era de 0,21%.

El material del extremo frío fue impregnado con silicio a una temperatura de 2180° C. Después del paso de impregnación con silicio, se unió una zona caliente sobre la espiga del extremo frío utilizando el cemento. Se unió un extremo frío a cada extremo de la zona caliente. La zona caliente era un material Gobar SD Hot Zone recristalizado de 250 mm de longitud, comercialmente disponible de Kanthal e identificado como Mezcla B. La combinación de los extremos fríos y la zona caliente fue entonces calentada en un horno a una temperatura de entre 1900° C y 2000° C, para unir por reacción la zona caliente a los extremos fríos con espiga.

Utilizando los parámetros optimizados del proceso descritos anteriormente, la resistividad del extremo frío disminuyó desde 0,03 Ω·cm para un extremo frío convencional hasta 0,012 Ω·cm a 600° C, lo que, de acuerdo con la ley de Ohm, representa una disminución de la potencia disipada de 66%. En términos de relación de resistencia de zona caliente por unidad de longitud a extremo frío por unidad de longitud, las anteriores técnicas dan lugar a una relación de 60:1 en comparación con 30:1 para material estándar comercialmente disponible.

Para medir la eficacia de energía que resulta de presente enfoque, se instaló un elemento de calentamiento conformado en un horno forrado de ladrillos sencillos y la potencia requerida para mantener la temperatura del horno de 1250° C se midió y comparó con un elemento Gobar estándar disponible comercialmente de Kanthal de exactamente las mismas dimensiones y resistencia, siendo la única diferencia la resistividad del extremo frío como se ha descrito anteriormente.

La potencia consumida por el elemento de calentamiento estándar era de 1286 W, pero usando el material de acuerdo con el presente enfoque se consumió una potencia de sólo 1160 W, lo que representa un ahorro de potencia de 126 W o 9,8%.

Ejemplo comparativo 2

Como una ilustración más de las ventajas de esta invención, se hicieron comparaciones entre muestras preparadas utilizando la técnica descrita en el Ejemplo Comparativo 1 con muestras conocidas actualmente en el mercado. Se tomaron al azar muestras de cada uno de los extremos fríos y de la zona caliente de cierto número de elementos de calentamiento. Las Muestras 1 a 2 representan material que ha sufrido diferentes tratamientos del proceso y las Muestras 3 y 4 representan materiales comerciales. En la Tabla 5 se muestra una descripción de cada tipo de muestra.

Tipo de muestra	Descripción
Muestra 1	Material de acuerdo con la presente invención (silicio Graystar 0,25-6,0 mm; 0,20% Al; velocidad de empuje en horno 2,54 cm/min) – véase Ejemplo Comparativo 1
Muestra 2 (comparativa)	Muestra 1, pero velocidad de empuje en horno fijada en 4,57 cm/min
Muestra 3 (comparativa)	Material comercial (Erema E®)
Muestra 4 (comparativa)	Material comercial (I2R Type®)

Debido a la dificultad en diferenciar exactamente entre carburo de silicio-α y carburo de silicio-β utilizando técnicas de difracción de rayos X, las muestra fueron analizadas utilizando Difracción Retrodispersada de Electrones (EBSD). Como se sabe en la técnica, EBSD utiliza electrones retro-dispersados emitidos desde la muestra en una SEM para formar una pauta o modelo de difracción que forma imagen en una pantalla de fósforo. El análisis de la pauta de difracción permite la identificación de las fases presentes en su orientación de cristales. Imágenes del detector retrodispersada y antedispersada (FSD) se agruparon usando diodos en un detector NordlysS. Se agruparon imágenes secundarias y en lentes utilizando los detectores en la SEM. Los modelos de EBSD se agruparon y guardaron usando el detector OI-HKL NordlysS. Los mapas de EBSD y Espectro de Análisis Dispersivo

de Energía (EDS) se agruparon usando software de OI-HKL CHANNELS (INCA-Synergy). Estableciendo la EBSD para analizar el modelo de difracción generador por las fases:

- carburo de silicio- $\alpha$  (SiC 6H);
- carburo de silicio- $\beta$  (SiC 3C);
- silicio;
- y
- carbono

se pueden determinar así sus cantidades cuantitativas. Las estructuras del cristal de las fases utilizadas en el análisis se muestran en la Tabla 6.

Fase	Estructura cristalina	Parámetro de red (Å)
SiC 3C ( $\beta$ )	Cúbica	a = 4,36
SiC 6H ( $\alpha$ )	Hexagonal	a = 3,08, c = 15,12
Si	Cúbica	a = 5,43
C	Amorfa	-

La figura 4a muestra una imagen retrodispersada para la Muestra 1. Los diferentes contrastes en la imagen representan diferentes fases en el cuerpo del material. Las zonas oscuras representan grafito, las zonas grises representan carburo de silicio y las zonas claras representan silicio. El contraste de fases entre fase de carburo de silicio- $\alpha$  (SiC 6H) y fase de carburo de silicio- $\beta$  (SiC 3C) se puede descubrir en la imagen del detector en lente de SEM de la figura 4b. Las zonas grises representan la fase de carburo de silicio- $\beta$  (SiC 3C) y las zonas más claras representan la fase de carburo de silicio- $\alpha$  (SiC 6H). El resto del cuerpo es una matriz de carbono y silicio. Se usó el análisis de imagen para medir la proporción de la fase de carburo de silicio- $\alpha$  (SiC 6H) y la fase de carburo de silicio- $\beta$  (SiC 3C) en la imagen.

La Tabla 7 muestra un análisis de los resultados para las Muestras 1 a 4, medidos utilizando la técnica anterior y se hicieron comparaciones con sus correspondientes propiedades eléctricas.

Propiedades	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4
SiC 3C ( $\beta$ )% en Vol.	51	37	36	31
SiC 6H ( $\alpha$ )% en Vol.	28	30	36	14
Silicio% en Vol.	15	15	15	7
Carbono% en Vol.	6	18	13	48
Resistividad media de Extremo Frío, $\Omega$ -cm	0,001269	0,002473	0,003600	0,002368
Resistencia media por unidad de longitud del Extremo Frío (RCE), $\Omega$ /cm	0,000550	0,001071	0,001522	0,001099
Resistividad media de Zona Caliente, $\Omega$ -cm	0,070184	0,073076	0,075119	0,071737
Resistencia media por unidad de longitud de Zona Caliente (RHE), $\Omega$ /cm	0,030394	0,031646	0,031765	0,033296
Relación media RHE:RCE (equivalente a relación de resistividad según sección transversal uniforme)	55,300	29,5474	20,8636	30,29327

La muestra 1 representa el material óptimo formulado de acuerdo con una realización de la presente invención y demuestra una relación positiva entre la proporción de carburo de silicio- $\beta$  (51% en volumen) en el cuerpo con sus correspondientes propiedades eléctricas.

Además, la Muestra 1 produce la mayor proporción de SiC total (51% en volumen + 28% en volumen). Controlando óptimamente los parámetros del proceso, es generado más SiC por medio de la sola reacción.

## ES 2 559 302 T3

Comparando la Muestra 1 con las Muestras 2 y 3, se puede ver que la proporción incrementada de carburo de silicio- $\beta$  en la Muestra 1 (51% comparado con 37% y 36% en las Muestras 2 y 3) da lugar a un material de resistividad inferior. El efecto de la resistividad reducida tiene un efecto directo en la mejora de la relación de la resistencia por unidad de longitud de la zona caliente al extremo frío.

5 De ese modo, optimizando los parámetros de control durante la reacción entre silicio y carbono, se pueden crear condiciones que favorecen la formación del componente de carburo de silicio- $\beta$  (Si 3C) más eléctricamente conductor.

10 Tradicionalmente, sólo una pequeña área del cuerpo del extremo frío en los extremos terminales está metalizada con el fin de crear una zona de resistencia de contacto disminuida sobre la cual estén fijadas con clips o abrazaderas tiras de contacto metálicas tales como trenza de aluminio. Esto es para evitar el sobrecalentamiento de los contactos eléctricos y de ese modo la degradación. Esto ha sido la norma durante muchos años. Por ejemplo, la Tabla 8 siguiente indica el diámetro, la longitud de extremo frío y la longitud metalizada para algunos elementos comerciales procedentes de dos fabricantes. También están mostrados el % de extremo frío rociado y la relación de la longitud metalizada al diámetro. Normalmente, es utilizado aluminio para el proceso de metalización.

15

Tabla 8				
Diámetro (mm)	Longitud mín. del extremo frío (mm)	Longitud metalizada (mm)	% de extremo frío rociado	Longitud metalizada/diámetro
Kanthal				
10	100	50	50,0%	5,00
12	100	50	50,0%	4,17
14	100	50	50,0%	3,57
16	100	50	50,0%	3,13
20	100	50	50,0%	2,50
25	200	50	25,0%	2,00
32	250	70	28,0%	2,19
38	250	70	28,0%	1,84
45	250	70	28,0%	1,56
55	250	70	28,0%	1,27
Erema				
10	150	30	20,0%	3,00
12	150	30	20,0%	2,50
14	200	30	15,0%	2,14
16	250	30	12,0%	1,88
20	300	50	16,7%	2,50
25	300	50	16,7%	2,00
30	300	50	16,7%	1,67
35	300	50	16,7%	1,43
40	300	50	16,7%	1,25
45	400	50	12,5%	1,11
50	400	50	12,5%	1,00

20 La presente solicitante se ha percatado de que aplicando un revestimiento eléctricamente conductor a lo largo de una proporción incrementada de la longitud, se proporciona una trayectoria de resistencia reducida a la zona

caliente, aumentando con ello la relación de resistencia eléctrica de la zona caliente al extremo frío. Esto se demuestra mediante una representación esquemática del elemento de calentamiento como se muestra en la figura 5 (a y b). La figura 5a muestra el caso que utiliza técnicas de metalización tradicionales en las que las partes terminales 12 están previstas para permitir el contacto con conductores. Los extremos fríos entre partes terminales 12 y las interfaces 4 de extremo frío/zona caliente no están metalizadas. Sobre esta parte no metalizada la transferencia de corriente tiene lugar totalmente a través del material del extremo frío.

Aplicando un revestimiento conductor sobre 70% o más de la longitud del extremo frío (>70%, o >80% o >90%, o incluso en todo el extremo frío), se proporciona una trayectoria adicional para la corriente en paralelo con el material del extremo frío. Este revestimiento conductor puede ser una metalización. La figura 5b muestra un elemento de acuerdo con este aspecto, en el que un revestimiento conductor (12, 13) se extiende sobre una gran parte de la superficie del extremo frío, proporcionando tanto una trayectoria conductora paralela como preferida 13, y, en los extremos distantes de la zona caliente, partes terminales 12.

Aunque ha sido utilizado tradicionalmente el aluminio, y podría ser utilizado en la presente invención, en algunos casos no es el mejor apropiado como un material del revestimiento debido a que las elevadas temperaturas experimentadas cerca de la zona caliente pueden tender a degradar el revestimiento de aluminio. Se pueden utilizar metales más resistentes a elevadas temperaturas. Normalmente tales metales tendrían puntos de fusión por encima de 1200° C o incluso superiores a 1400° C. Ejemplos de tales metales incluyen hierro, cromo, níquel o una combinación de los mismos, pero la invención no está limitada a estos metales. En la mayoría de las aplicaciones demandadas, se podrían utilizar metales más refractarios, si se desea. Aunque se ha mencionado anteriormente metales, cualquier material mecánica y térmicamente aceptable que tenga una resistividad eléctrica significativamente inferior que el material del extremo frío conseguiría una ventaja sobre un extremo frío no tratado.

Además, se puede aplicar más de un tipo de revestimiento al extremo frío para satisfacer las diferentes temperaturas experimentadas a lo largo del extremo frío. Por ejemplo, podría ser utilizado metal aluminio cerca del extremo terminal o zona de contacto eléctrico donde está relativamente frío y se podría usar un metal de mayor punto de fusión, o uno menos reactivo en la región de temperatura más elevada cerca de la zona caliente.

Puesto que el proceso de metalización proporciona un área de resistencia reducida, ello tiene la ventaja de que puede mejorar los materiales existentes altamente resistivos y que es el objeto de la presente invención reivindicada. Por ejemplo, el revestimiento de metalización puede ser usado para convertir un cuerpo recristalizado altamente resistivo que podría ser usado generalmente para la zona caliente, en un extremo frío y todavía ser capaz de proporcionar una relación de resistencia eléctrica apreciable, por ejemplo del orden de 30:1.

En algunos casos, esto no tiene que ver con la necesidad de formular un cuerpo de extremos fríos separado y permitiría también utilizar elementos de construcción de una pieza. En algunas aplicaciones, los elementos de una pieza tienen ventajas en términos de resistencia mecánica. La figura 8 muestra un elemento formado de una pieza única de carburo de silicio recristalizado, en el que la extensión de metalización 13 define los extremos fríos 3.

Además, pueden ser fabricados extremos fríos de múltiples secciones. Tales extremos fríos tendrían la ventaja de que se cree que la conductividad térmica del material recristalizado ha de ser inferior a la conductividad térmica del material normal del extremo frío y de ese modo actúa para educir la pérdida de calor a través del extremo frío. Un tal elemento se muestra en la figura 7a descrita más adelante.

En otros casos, el revestimiento conductor sería igualmente aplicable a elementos de calentamiento formados como una pieza tales como barras tubulares helicoidales. Barras típicas de este tipo son elementos Crusilite™ Type X y barras Globar™ SG y SR. Cuando está aplicado al extremo frío formado por el primer enfoque descrito anteriormente, el efecto del revestimiento de metalización aumenta la relación de resistencia eléctrica por unidad de longitud a valores que exceden de 100:1.

Tradicionalmente, el revestimiento es aplicado mediante alambre de aluminio de rociado por llama, de manera que el aluminio se adhiera a la superficie del cuerpo. La presente solicitante se ha dado cuenta de que el proceso de revestimiento no está restringido a tales técnicas y se pueden usar otras técnicas de revestimiento, y se usarán necesariamente para algunos metales. Ejemplos de tales métodos incluyen rociado de plasma y rociado de arco. El rociado de arco puede ser usado para algunos metales resistentes a elevadas temperaturas, por ejemplo alambre de rociado Kanthal® - un intervalo de aleaciones de FeCrAl FeCrAlY y Ni-A1 - y estos materiales pueden ser usados convenientemente en la presente invención.

#### Ejemplo 1

Para verificar los efectos de un revestimiento de metal independiente del cuerpo subyacente, fue aplicada la técnica de metalización de la presente invención a dos tipos de materiales del cuerpo de extremos fríos.

El primer elemento (figura 5b) era como se ha descrito en el Ejemplo comparativo 1.

El segundo elemento (figura 7a) era de dimensiones similares al primer elemento, pero comprendía una zona caliente 14 con extremos fríos híbridos 15 que comprendían una parte 16 formada de la mezcla de la Tabla 2 impregnada con silicio de acuerdo con los parámetros de proceso descritos en el Ejemplo Comparativo 1, y una segunda parte 17 formada de material recristalizado de la zona caliente (Mezcla B).

En ambos casos la longitud del extremo frío fue mantenida a 450 mm. Para el material híbrido, 100 mm de su longitud estaban formados a partir de la Mezcla A y la parte restante del extremo frío se extendió hasta 450 mm mediante la unión de 350 mm de material recristalizado de la zona caliente (Mezcla B).

El cuerpo de la zona caliente hecho a partir de la Mezcla B que consistía en GLOBAR SD recristalizado (véase la Tabla 2) fue a continuación unido al material del cuerpo del extremo frío para completar el elemento de calentamiento. El extremo frío (450 mm) fue a continuación metalizado rociando con metal aluminio. En la investigación particular, fue metalizada toda la longitud del extremo frío, pero será evidente que esto no es un requisito necesario.

El elemento de calentamiento fue a continuación instalado en un horno simple forrado de ladrillos y se midió la potencia requerida para mantener la temperatura del horno a 1250° C. Se hicieron comparaciones con un elemento de calentamiento estándar "GLOBAR SD" de dimensiones de zona caliente y extremo frío similares al primer y segundo elementos, pero metalizadas como se conoce en la técnica, es decir, en las que sólo están metalizados 50 mm del extremo frío (véase la figura 5a).

Se encontró que la potencia consumida por el elemento de calentamiento estándar (figura 5a) era de 1286 W, pero usando el paso de metalización mejorado de acuerdo con la presente invención, se produjo un consumo de potencia de sólo 1160 W cuando el cuerpo del extremo frío estaba hecho completamente de la Mezcla A (figura 5b), lo que representa un ahorro de potencia de 126 W o 9,8%. Además, utilizando el proceso de metalización mejorado en el material del extremo frío híbrido que consistía parcialmente en material recristalizado de la zona caliente (figura 7a), se consumió una potencia de 1203 W, que representa un ahorro de potencia de 83 W o 6,4%.

Aunque el cuerpo del extremo frío híbrido subyacente de la figura 7a no es tan eficiente como el extremo frío descrito en el Ejemplo Comparativo 1 (figura 5b), el inferior consumo de potencia en comparación con los elementos de calentamiento estándar conocidos en la técnica demuestra las ventajas de sobre-rociar el cuerpo del extremo frío, creando con ello un área de resistencia reducida.

#### Ejemplo 2

En un ensayo más, se hicieron comparaciones para ver el efecto de la metalización de un cuerpo subyacente de extremo frío usando el paso de metalización mejorado de a presente invención. En estos ensayos fueron metalizados 200 mm (80% de la longitud del extremo frío) desde el extremo terminal, en comparación con 50 mm (20% de la longitud del extremo frío), como en la técnica conocida. En ambos casos, el revestimiento de metalización se aplicó a un extremo frío formado utilizando los parámetros de proceso como se ha descrito en el Ejemplo Comparativo 1.

El elemento de calentamiento estaba hecho del siguiente tamaño:  
Zona caliente: 950 mm (Globar SD™ recristalizado)  
Extremo frío: 250 mm

Se midió la potencia requerida para mantener los elementos de calentamiento a una temperatura de la superficie de la zona caliente de 1000° C al aire libre. Usando la técnica de metalización de terminal convencional, la relación de la resistencia eléctrica por unidad de longitud de la zona caliente al extremo frío se midió que era 54:1. Sin embargo, utilizando el revestimiento de metalización de la presente invención, la relación mejoró hasta 103:1, lo cual, mediante cálculo a partir de la Ley de Ohm, representa una reducción esencial de disipación de potencia de 50%.

La resistividad reducida de los nuevos materiales de extremo frío de la presente invención va acompañada en cierto grado por un aumento de la conductividad térmica, lo que puede contrarrestar en un cierto grado las ventajas del material. Sin embargo, puede presentar la ventaja de que la sección transversal del extremo frío puede ser reducida mientras se mantiene todavía una relación de calidad aceptablemente buena de la resistividad eléctrica de la zona caliente al extremo frío (por ejemplo, 30:1). Una tal construcción reduce la transferencia de calor dentro del extremo frío en comparación con un extremo frío de diámetro completo del mismo material. Esta reducción de sección transversal se puede conseguir para elementos de tubo aumentando el diámetro interior del tubo del extremo frío mientras se deja el diámetro exterior constante para igualarse al diámetro exterior de la zona caliente. Sin embargo, es preferible, en su lugar, reducir el diámetro exterior de los extremos fríos para que sean más pequeños que en la zona caliente. Esto tiene la ventaja particular de que:

- la superficie de radiación de extremo frío se reduce, reduciéndose así la pérdida de calor
- los extremos fríos pueden ser cubiertos con material térmicamente aislante o con un manguito térmicamente aislante para reducir todavía más la pérdida de calor

- el material aislante o el manguito aislante no precisan extenderse más allá del diámetro exterior de la zona caliente.

5 La transferencia de calor a través de los extremos fríos puede reducirse también adelgazando o perforando el material en puntos seleccionados en los extremos fríos (por ejemplo, mediante el uso de hendiduras), y esto se puede combinar con la reducción del espesor del material en la totalidad o parte de los extremos fríos.

10 Proporcionando extremos fríos térmicamente aislados resultará una pérdida de calor reducida y por tanto una temperatura aumentada del extremo frío. Esta elevación de temperatura dará lugar a una disminución de la resistividad y en consecuencia de la resistencia del extremo frío.

La sección transversal del extremo frío no tiene que ser reducida en toda su longitud.

Ejemplo comparativo 3

15 Elementos como se ha concretado en la Tabla 9 siguiente fueron ensayados en un Horno de Ensayo para Elementos especialmente construido, fabricado por Carbolite, número 3-03-414 de diseño de horno, de tal manera que todas las condiciones ambientales externas no tenían efecto sobre la potencia requerida para mantener la temperatura del horno. Usando este horno, fue posible controlar y vigilar todos los aspectos de las condiciones en las que eran ensayados los elementos, incluyendo:

- temperatura del horno;
- carga de potencia superficial deseada aplicada a los elementos (mediante el uso de tubos enfriados con agua que actuaban como una carga artificial que extraía calor del horno); y
- las condiciones atmosféricas.

30 Los elementos fueron ensayados en conjuntos de tres al mismo tiempo, siendo la potencia para cada elemento controlada separadamente con dependencia de la resistencia de cada elemento. Cada ensayo fue realizado bajo un flujo constante de gas nitrógeno seco regulado hacia el interior del horno a 20 litros/min. Esto creó condiciones atmosféricas constantes. El aislamiento del horno, orificios de entrada del elemento, tiras de aluminio y conexiones de clip de potencia del elemento permanecieron constantes en todo el ensayo de los diversos tipos de elementos. La potencia aplicada a cada elemento fue vigilada a intervalos de 10 minutos y de este modo se pudo hacer una determinación del punto en el que podían hacerse las condiciones de equilibrio o de estado estable aplicadas (la potencia suministrada que iguala la pérdida de calor a la carga y entorno).

Tipo de elemento	Relación de resistencia RHE:RCE	Sección trans. de extremo frío (cm <sup>2</sup> )	Potencia Media (W)	Ahorro (%)
Elemento de 3 piezas como Fig., 5a, extremos fríos de material convencional- Material de extremo frío como el Ejemplo 2, Tabla 5 Diámetro exterior (OD) de extremo frío de 19,1 mm x ID de 8,5 mm	25,0	2,3	8537,36	
Elemento de 3 piezas como Fig. 5a, extremos fríos de baja resistividad Material de extremo frío como Muestra 1, Tabla 5 Extremo frío de 19,1 mm OD x 8,5 mm ID	65,2	2,3	8369,68	1,97
Elemento de 3 piezas con extremos fríos aislados de 14 mm, como Fig. 7b Material de extremo frío como Muestra 2, Tabla 5 Extremo frío de 14,0 mm x 7,5 mm ID Zona caliente de 19,1 mm OD	27,2	1,1	8331,45	2,41
Global SD de 3 piezas con extremos fríos aislados y taponados de 14 mm, como Fig. 7b, con orificio aislado Material de extremo frío como Muestra 2, Tabla 5 Extremo frío de 14,0 mm x 7,5 mm ID Zona caliente de 19,1 mm OD	27,2	1,1	8318,78	2,56

Bajo estas condiciones de ensayo se obtuvieron resultados como se detalla en la Tabla 9 para elementos (de diseño Global SD 20-600-1300-2.30 dentro de modificaciones indicadas en la Tabla 9), en los que el diámetro es



5 normalmente de 20 mm, la longitud de la zona caliente es de 600 mm, la longitud total es de 1300 mm y la resistencia nominal es de 2,30 ohmios. La temperatura del horno se fijó en 1000° C y el sistema de enfriamiento por agua fue dispuesto de tal manera que se consiguió una carga de potencia superficial sobre los elementos de aproximadamente 8,5 Vatios/cm<sup>2</sup>. Estas condiciones son representativas de un conjunto de condiciones típicas bajo las cuales se pueden usar dichos elementos.

Como se puede ver, el cambio desde material estándar de extremo frío con geometría como se ha definido en la figura 5a para nuevo material de extremo frío produce una reducción de uso de potencia de 1,97% en equilibrio.

10 Con la reducción del área de la sección transversal del extremo frío y la aplicación de una capa de 2,5 mm de grueso de material 18 de aislamiento de fibra cerámica, como se muestra en la figura 7c, en este caso a 47,8% del original, la relación de elementos disminuye de 65:1 a 27:1, pero se ve que el ahorro de potencia mejora desde 1,97% a 2,41%. Esto demuestra claramente que a pesar de una relación disminuida de resistencia de zona caliente:extremo frío, se mejora la eficacia del elemento de calentamiento como consecuencia de la reducción de la sección transversal. El aislamiento de los extremos fríos tiene el efecto combinado de evitar pérdidas de calor y aumentar la temperatura del material, reduciendo así más la resistividad. También permanece invariable el diámetro nominal del elemento y el elemento continúa siendo fácilmente colocado en un orificio de entrada en un horno sin que sea necesario aislamiento o taponamiento adicional.

20 Además, si los extremos fríos están aislados con un material de aislamiento de fibra cerámica de 2,5 mm de grueso, se consigue una reducción adicional de potencia desde 1,97% a 2,56% sobre el estándar. El aislamiento de orificio de los extremos fríos tiene un efecto adicional de evitar pérdidas de calor y de aumentar la temperatura del material del extremo frío, con lo que se reduce más la resistividad.

25 Más Ejemplos y Ejemplos Comparativos

Para proporcionar un conjunto comparable de resultados de rendimiento se hicieron cierto número de elementos tubulares que tenían (excepto cuando se indica) diámetro nominal de extremos fríos de 20 mm que soportaban cada uno de ellos una zona caliente de 20 mm de diámetro, de 600 mm de longitud. Los diámetros reales eran:

Diámetro nominal (mm)	Diámetro exterior mínimo (mm)	Diámetro exterior máximo (mm)	Diámetro interior mínimo (mm)	Diámetro interior máximo (mm)
20	18,80	19,30	7,90	8,70

30 Estos elementos fueron ensayados de la manera del Ejemplo 5 anterior y las potencias de equilibrio de 12 horas requeridas para mantener una temperatura de 1000° C se resumen en la Tabla 10.

Tabla 10

	Potencia (W)	%Potencia	%Ahorro	Relación de resistencias
[A] Un elemento de carburo de silicio recristalizado de una pieza en el que partes extremas fueron impregnadas con silicio para formar los extremos fríos (Ejemplo Comparativo)	8410	100	0	13,1
[B] Un elemento de carburo de silicio recristalizado de una pieza en el que partes extremas fueron impregnadas con silicio para formar extremos fríos y el orificio del tubo fue taponado con fibra refractaria (Ejemplo comparativo)	8416	100,07	-0,07	13,2
[C] Una zona caliente de carburo de silicio recristalizado de tres piezas que tiene extremos fríos de carburo de silicio impregnado de silicio unidos a la zona caliente (Ejemplo Comparativo)	8424	100,17	-0,17	24,7
[D] Una zona caliente de carburo de silicio recristalizado de tres piezas que tiene extremos fríos formados por el primer enfoque mencionado antes, unidos a la zona caliente (Ejemplo Comparativo)	8357	99,38	0,62	52,1
[E] Una zona caliente de carburo de silicio recristalizado de tres piezas que tiene extremos fríos terminales de 14 mm de diámetro formados por el primer enfoque mencionado antes, unidos a la zona caliente (Ejemplo Comparativo)	8375	99,59	0,41	25,3

[F] Un elemento de carburo de silicio recristalizado de pieza única rociado con metal [FeCrAl] para formar extremos fríos [Ejemplo]	8139	96,78	3,22	16,9
[G] Un elemento de carburo de silicio recristalizado de pieza única rociado con metal [FeCrAl] para formar extremos fríos con el orificio de tubo taponado con fibra refractaria [Ejemplo]	8128	96,65	3,35	16,9
[H] Un elemento de una pieza que comprende una zona caliente de carburo de silicio recristalizado, partes de extremo frío de 75 mm impregnadas con silicio unidas a la zona caliente y partes terminales de carburo de silicio metalizado recristalizado que completan las zonas frías [Ejemplo (figura 7a)]	8049	95,71	4,29	51

5 Como se puede ver en estos ensayos, la metalización de un material de carburo de silicio recristalizado para formar un extremo frío proporciona ahorros de potencia significativos sobre la utilización de extremos fríos convencionales impregnados de silicio. Un elemento híbrido en el cual está interpuesto un material de resistencia eléctrica inferior que el carburo de silicio recristalizado (por ejemplo carburo de silicio impregnado con silicio) entre el carburo de silicio recristalizado y la zona caliente, proporciona todavía ahorros.

10 Un efecto más de utilizar carburo de silicio recristalizado metalizado como unos medios de reducir la pérdida de calor desde los extremos de elemento de calentamiento de carburo de silicio es que ello da lugar a temperaturas inferiores en el extremo terminal del elemento. La figura 9 muestra los resultados de la medición de la temperatura en el orificio de elementos [A], [C] y [H] anteriores. Como se puede ver, la temperatura en el extremo terminal (~25 mm desde el extremo) es significativamente inferior para el elemento [H] de acuerdo con la presente invención que para los elementos [A] y [C]. Temperaturas del extremo terminal inferiores reducirán el riesgo de sobrecalentamiento de las tiras del terminal.

15 Las longitudes relativas del material de extremo frío de resistencia eléctrica relativamente baja y del carburo de silicio recristalizado metalizado se pueden elegir para satisfacer la aplicación particular. La longitud del material de extremo frío de resistencia eléctrica de sección relativamente baja se puede variar, de acuerdo con la longitud del extremo frío, de la temperatura de funcionamiento del horno y del espesor y propiedades de aislamiento del forro térmico del equipo. Preferiblemente, el material de extremo frío de resistencia eléctrica relativamente baja será menor del 50% de la longitud total del extremo frío que está situado dentro del forro térmico.

20 Por ejemplo, si el forro térmico es de 300 mm de grueso, y la longitud total del extremo frío es de 400 mm, habrá 100 mm de longitud de extremo frío situado fuera de los confines del forro, para permitir efectuar conexiones eléctricas, y 300 mm de extremo frío dentro de los confines del forro térmico. En este caso, la longitud preferida del material de extremo frío de resistencia eléctrica relativamente baja interpuesto entre el carburo de silicio recristalizado metalizado y la zona caliente será menor que 50% de 300 mm, o menor que 150 mm. Resultará evidente que se pueden utilizar precisamente más de cinco secciones (como en el ejemplo [H]) en la construcción de un elemento de calentamiento de carburo de silicio, y tales construcciones están incluidas en el alcance de la presente invención.

25 En lo que antecede, la explicación se ha dirigido principalmente a elementos tubulares. Se ha de entender que la presente invención se extiende a elementos de barra y a elementos de sección transversal distinta de la circular. Cuando se utiliza la palabra "diámetro", se ha de considerar que significa el diámetro máximo transversal al eje más largo del elemento, o parte del elemento, a que se refiere.

35

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio que tiene una o más zonas calientes (1, 14) y dos o más extremos fríos (3, 15), **caracterizado por que:**
- las áreas de la sección transversal de los dos o más extremos fríos (3, 15) son esencialmente la misma o menor que las áreas de la sección transversal de la una o más zonas calientes (2, 14); y
  - parte al menos de al menos un extremo frío (3, 15) consiste en un cuerpo de material de carburo de silicio recristalizado recubierto de un revestimiento conductor (13) que tiene una resistividad eléctrica inferior a la del material de carburo de silicio recristalizado.
- 10 2. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según la reivindicación 1, en el que la una o más zonas calientes (2, 14) consisten en un material de carburo de silicio recristalizado.
- 15 3. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según la reivindicación 2, en el que la una o más zonas calientes (2, 14) y los dos o más extremos fríos (3, 15) son un cuerpo unitario formado a partir del mismo material de carburo de silicio recristalizado.
- 20 4. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según la reivindicación 1, en el que el al menos un extremo frío (15) comprende una o más regiones (16) de material de carburo de silicio que tienen una resistividad eléctrica menor que la del material de carburo de silicio recristalizado (17), interpuestas entre el material de carburo de silicio recristalizado (17) y una zona caliente adyacente (14).
- 25 5. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según la reivindicación 4, en el que la región (16) de material de carburo de silicio que tiene resistividad eléctrica inferior que la del material de carburo de silicio recristalizado (17) comprende un material de carburo de silicio impregnado de silicio.
- 30 6. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el revestimiento conductor (13) es metálico.
- 35 7. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según la reivindicación 6, en el que el revestimiento conductor (13) consiste en aluminio.
- 40 8. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según la reivindicación 6 o la 7, en el que el revestimiento metálico (13) tiene un punto de fusión superior a 1200° C.
- 45 9. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según la reivindicación 8, en el que el revestimiento metálico (13) tiene un punto de fusión superior a 1400° C.
- 50 10. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según la reivindicación 9, en el que el revestimiento metálico (13) consiste en níquel, cromo, hierro o mezclas de los mismos.
- 55 11. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el revestimiento conductor (13) cambia de composición a lo largo de su longitud, teniendo la composición del revestimiento hacia las zonas calientes (2, 14) una mayor estabilidad a la elevada temperatura que la composición del revestimiento distante de las zonas calientes (2, 14).
- 60 12. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según la reivindicación 11, en el que el revestimiento (13) es metálico que comprende más de un tipo de metal y en el que el punto de fusión de cada tipo de metal aumenta a lo largo de la longitud del extremo frío (3, 15) desde un primer extremo para la conexión a una fuente eléctrica hacia un segundo extremo más cerca de las zonas calientes (2, 14).
13. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que el elemento tiene una forma plegada de tal manera que partes de los extremos fríos (3, 15) se sitúan lado a lado.
14. Un elemento de calentamiento de carburo de silicio según la reivindicación 13, en el que la forma plegada comprende una parte generalmente helicoidal.

Fig. 1

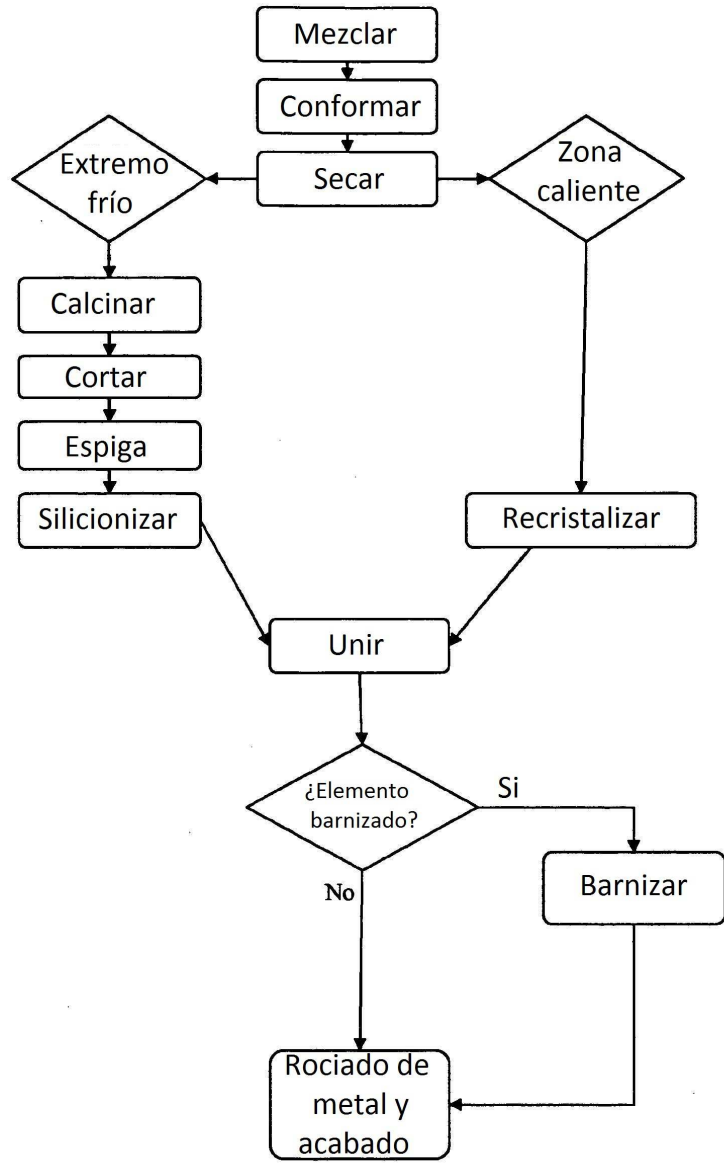


Fig. 2

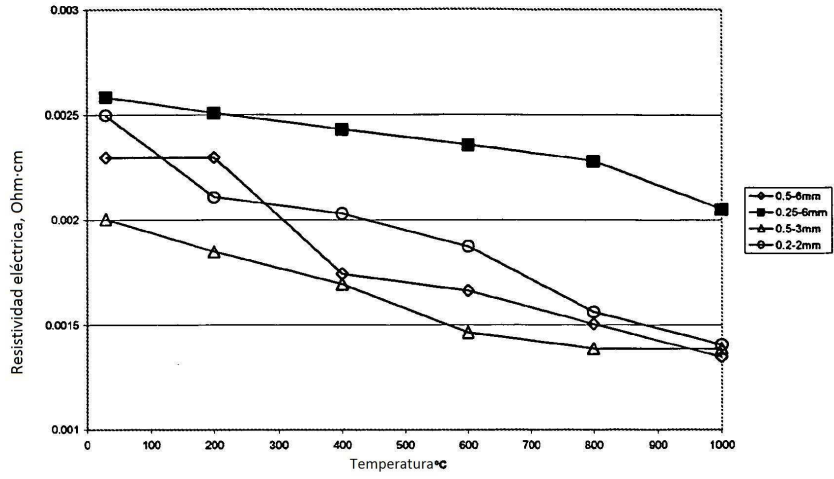


Fig. 3

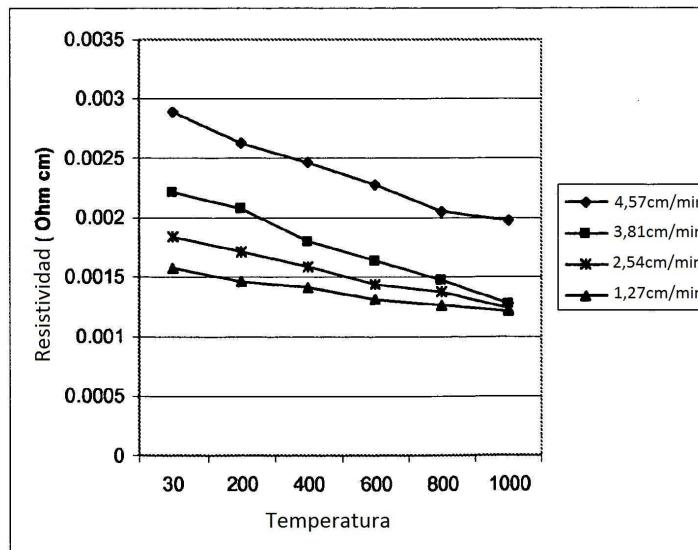


Fig. 4a

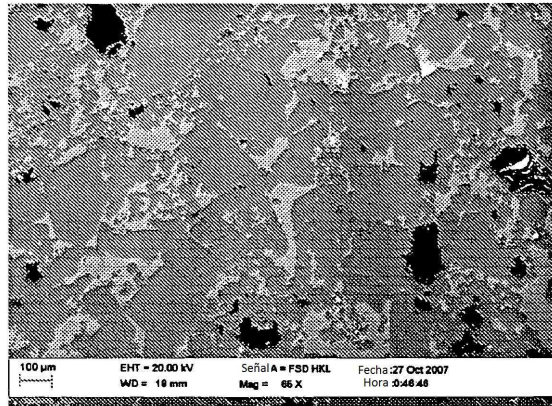


Fig. 4b

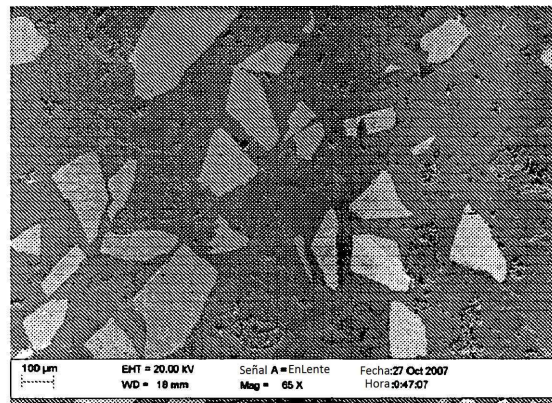
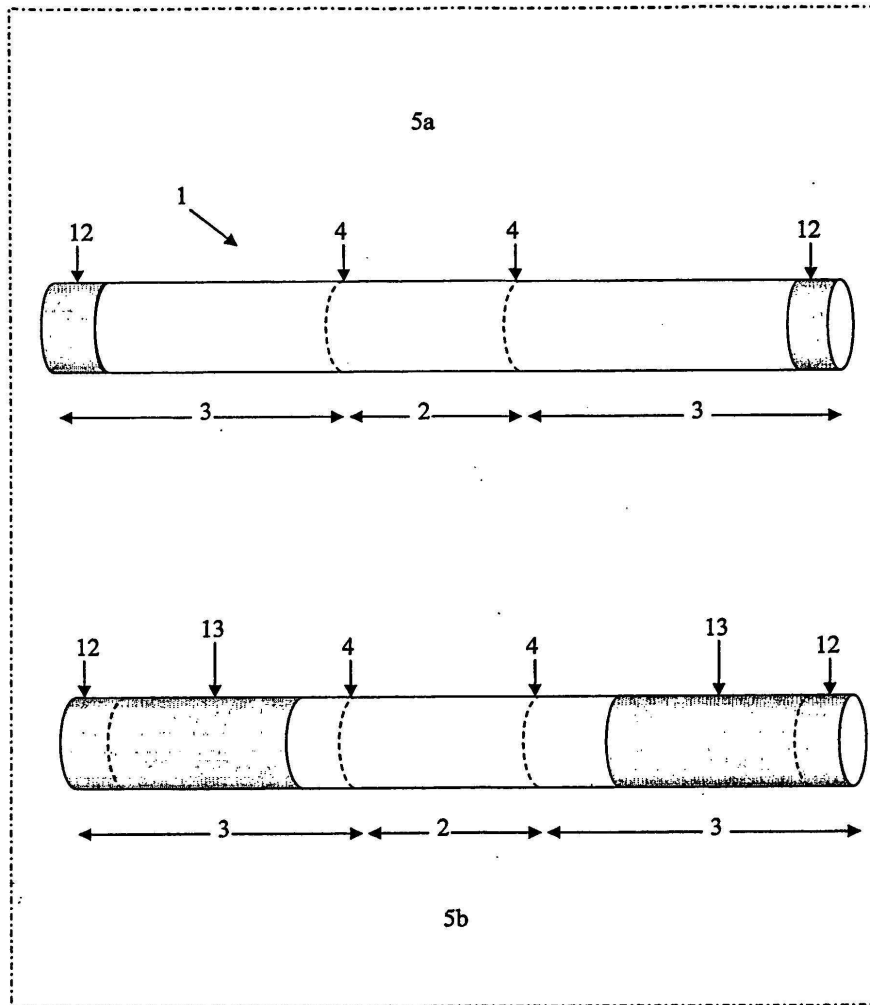


Fig. 5



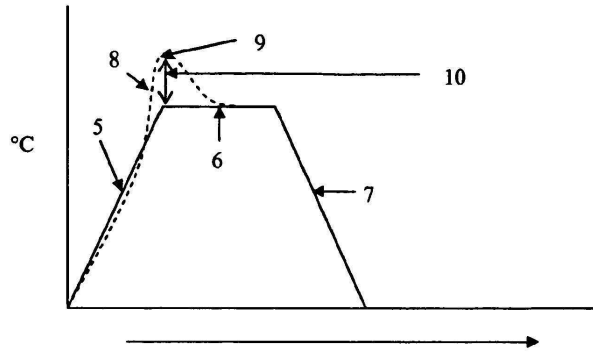


Fig. 6a

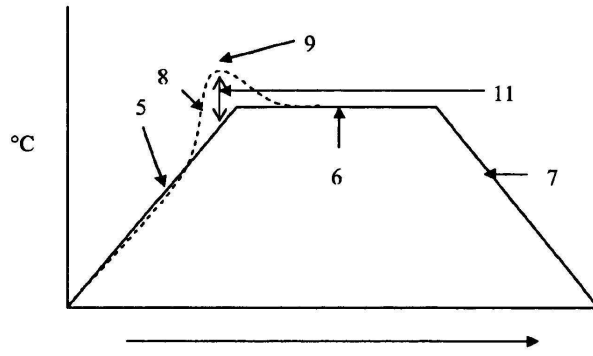


Fig. 6b

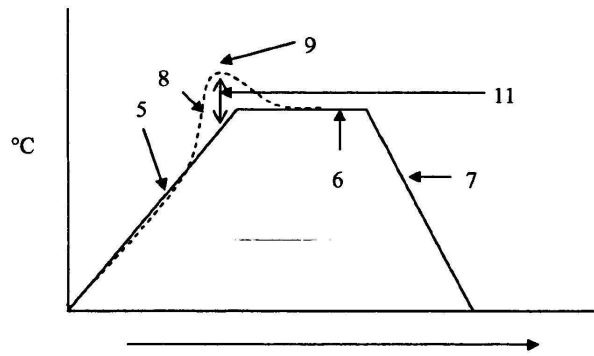


Fig. 6c



Figura 7

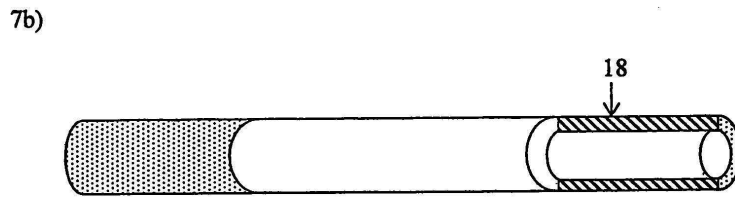
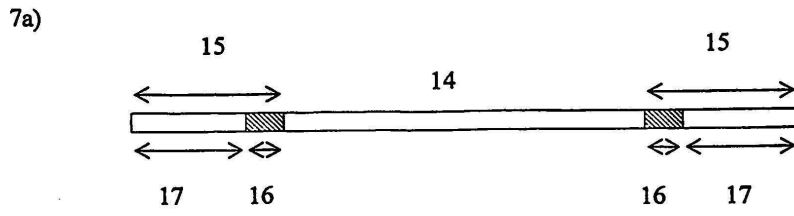


Figura 8

