



(10) **DE 10 2020 001 816 A1** 2020.10.01

(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2020 001 816.5**
(22) Anmeldetag: **19.03.2020**
(43) Offenlegungstag: **01.10.2020**

(51) Int Cl.: **C04B 35/64 (2006.01)**
C04B 35/565 (2006.01)
F27B 9/04 (2006.01)

(30) Unionspriorität:
2019-064908 **28.03.2019** **JP**

(71) Anmelder:
NGK Insulators, Ltd., Nagoya-shi, Aichi, JP

(74) Vertreter:
**Lederer & Keller Patentanwälte Partnerschaft
mbB, 80538 München, DE**

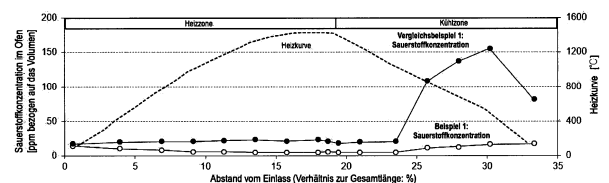
(72) Erfinder:
**Kamei, Yoshiyuki, Nagoya-shi, Aichi, JP; Ihara,
Chikashi, Nagoya-shi, Aichi, JP; Shimada,
Masato, Nagoya-shi, Aichi, JP; Matsumoto,
Kazuhi, Nagoya-shi, Aichi, JP**

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen.

(54) Bezeichnung: **VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINES KERAMISCHEN PRODUKTES, DAS SILICIUMCARBID ENTHÄLT**

(57) Zusammenfassung: Ein Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, umfassend einen Schritt des Brennens eines Formkörpers aus einem Grünkörper, der Siliciumcarbid enthält, durch Transportieren des Formkörpers von einem Einlass zu einem Auslass eines Durchlaufofens, wobei der Durchlaufofen den Einlass, eine Heizzone, eine Kühlzone und den Auslass in dieser Reihenfolge umfasst, und die Ofenatmosphäre sowohl in der Heizzone als auch der Kühlzone ein Inertgas mit einer Sauerstoffkonzentration von 100 ppm bezogen auf das Volumen oder weniger ist.



Beschreibung

GEBIET DER ERFINDUNG

[0001] Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält. Genauer gesagt, bezieht sich die vorliegende Erfindung auf ein Verfahren zur Herstellung einer Wabenstruktur, die als ein Filter oder ein Katalysatorträger zum Reinigen von Automobilabgas verwendet wird, unter Siliciumcarbid-enthaltenden keramischen Produkten.

HINTERGRUND DER ERFINDUNG

[0002] Siliciumcarbid (SiC), das einen Vorteil aus seinen Eigenschaften wie hohe Wärmebeständigkeit, hohe Härte, hervorragende Chemikalienbeständigkeit und hervorragende Abriebbeständigkeit zieht, wurde für verschiedene keramische Produkte wie Wärmesenken, Abgasfilter, Katalysatorträger, Gleitstücke, Düsen, Wärmetauscher und Teile für Ausrüstung zur Herstellung von Halbleitern verwendet. Im speziellen findet aufgrund seiner hervorragenden Wärmeleitfähigkeit ein Si-impregniertes SiC-Material, bei dem ein poröser Siliciumcarbidkörper mit metallischem Silicium imprägniert ist, Anwendung als ein Wärmesenkenmaterial. Ferner verfügt ein Si-gebundenes SiC-Material, bei dem Siliciumcarbidpartikel mit metallischem Silicium gebunden sind, über Merkmale wie hervorragende Wärmebeständigkeit, Wärmeschockbeständigkeit und Oxidationsbeständigkeit und ist als ein typischer Materialbestandteil einer Wabenstruktur bekannt, die für einen Filter zum Auffangen von Feinpartikeln in Abgas aus einem Verbrennungsmotor, einem Boiler oder dergleichen oder für einen Katalysatorträger eines Abgasreinigungskatalysators und dergleichen verwendet wird.

[0003] Keramische Produkte, die Siliciumcarbid enthalten, können beispielsweise durch Zugeben von metallischem Silicium, eines organischen Bindemittels und eines Erdalkalimetalls zu einem Rohmaterial aus Siliciumcarbidpulver; Mischen und Kneten der Materialien unter Erhalt eines Grünkörpers; Formen des Grünkörpers in eine vorbestimmte Form; Kalzinieren des Formkörpers zum Entfernen des organischen Bindemittels in dem Formkörper und danach Brennen des Formkörpers hergestellt werden. Im Stadium des Brennens kann der Formkörper in einem Ofenwerkzeug (ein Ofenmaterial und eine Brennkapsel oder dergleichen) platziert und in einer Ar-Gas-Atmosphäre gebrannt werden, wobei die Produktmerkmale umgesetzt (oder verbessert) werden.

[0004] Das japanische Patent, Veröffentlichungsnummer 2007-254237 (Patentliteratur 1) offenbart ein Verfahren zur Herstellung eines Si-enthaltenden Nicht-Oxid-Keramikkörpers, der Si als ein Element enthält, umfassend das Formen eines Grünkörpers, erhalten aus einem Material, das ein metallisches Silicium und ein organisches Bindemittel enthält, in eine vorbestimmte Form, Platzieren des erhaltenen Formkörpers in einer Brennkapsel, die über einen Schlitz für Gasströmung verfügt; Kalzinieren zum Entfernen des organischen Bindemittels in dem Formkörper; Brennen bei einer Temperatur von 1.600 °C oder niedriger in einer Atmosphäre von einem Inertgas wie N₂ oder Ar.

[0005] Das japanische Patent, Veröffentlichungsnummer 2004-292197 (Patentliteratur 2) offenbart ein Verfahren zur Herstellung einer Wabenstruktur, umfassend das Zugeben eines Rohmaterials, enthaltend ein metallisches Silicium, ein organisches Bindemittel und ein Erdalkalimetall, zu einem Rohmaterial aus Siliciumcarbidpulver; Mischen und Kneten der Materialien unter Erhalt eines Grünkörpers; Formen des Grünkörpers in eine vorbestimmte Form; Kalzinieren des Formkörpers zum Entfernen des organischen Bindemittels in dem Formkörper und danach Brennen des Formkörpers, dadurch gekennzeichnet, dass während des Kalzinierens und des Brennens zumindest das Brennen durch Platzieren eines Aluminium-enthaltenden Feststoffes als eine Komponente in einem Siliciumcarbid-basierten Ofenmaterial durchgeführt wird. Patentliteratur 2 beschreibt, dass das Brennen in einer inerten Atmosphäre wie Ar durchgeführt wird.

[0006] Das japanische Patent, Veröffentlichungsnummer 2018-154536 (Patentliteratur 3) offenbart ein Verfahren zur Herstellung einer Siliciumcarbid-basierten Wabenstruktur, umfassend einen Brennschritt, bei dem ein extrudierter Wabenformkörper, der eine Siliciumcarbid-basierte Komponente enthält, zusammen mit einem Brennelement in einen Brennofen eingesetzt und unter Herstellung einer Siliciumcarbid-basierten Wabenstruktur gebrannt wird, wobei das Brennelement unter Verwendung eines keramischen Materials mit einem Aluminiumoxidgehalt von 70 Gew.-% oder mehr gebildet wird, und der Brennschritt ferner einen Inertgaszuführungsschritt, bei dem dem Ofenraum des Brennofens ein Inertgas zugeführt wird, und einen Gaszugabeschritt, bei dem ein Reduktionsgas in den Ofenraum gegeben wird, umfasst.

[0007] Gemäß Patentliteratur 3 kann das Brennelement ferner eine Regalplatte, auf der der Wabenformkörper platziert wird, und einen Rahmenkörper umfassen, auf dem der Wabenformkörper aufwärts und abwärts plat-

ziert wird und der den auf der Regalplatte platzierten Wabenformkörper umgibt. Ferner fungiert das Reduktionsgas als ein sogenannter „Sauerstoff-Fangstoff“, der mit einer Sauerstoffkomponente, die in dem Ofenraum während des Brennschrittes verbleibt, reagiert und den Ofenraum in einen stabilen sauerstoffarmen Zustand bringen kann. So kann der Ofeninnenraum in einem sauerstoffarmen Zustand gehalten werden, und ein Wabensegment mit stabiler Qualität kann hergestellt werden, ohne die Brennbedingungen für den Wabenformkörper zu beeinflussen.

ZITATENLISTE

Patentliteratur

[Patentliteratur 1] japanisches Patent, Veröffentlichungsnummer 2007-254237

[Patentliteratur 2] japanisches Patent, Veröffentlichungsnummer 2004-292197

[Patentliteratur 3] japanisches Patent, Veröffentlichungsnummer 2018-154536

ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG

[0008] Wie oben beschrieben, wurde der Brennschritt (letztes Brennen) bei der Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, in einer Inertgasatmosphäre mit einem in einem Ofenwerkzeug (ein Ofenmaterial und eine Brennkapsel und dergleichen) platzierten Formkörper durchgeführt. Bekannt ist auch, dass in dem Brennschritt die Qualität des Produktes kontrolliert wird, indem die Sauerstoffkonzentration im Ofen reduziert wird.

[0009] Atmosphärenkontrolle im Brennschritt kann relativ leicht in einem periodisch arbeitenden Ofen erfolgen, und auch eine Kontrolle der Produktqualität ist möglich. In einem Durchlaufofen ist es jedoch zu Problemen wie einer Verringerung der Festigkeit des gebrannten Körpers, einer Verschlechterung der Porencharakteristik (speziell einer Verringerung des Porendurchmessers) und Verfärbung gekommen, selbst wenn die Atmosphäre im Brennschritt mit Hilfe der oben beschriebenen Verfahren kontrolliert wurde, wenn das Werkstück an einer Stelle platziert war, die durch die Atmosphäre im Ofen leicht beeinflusst wird (beispielsweise nahe dem Außenumfang des Ofenwerkzeugs). Es ist herausgefunden worden, dass dieses Problem besonders auffällig ist, wenn die Porosität des keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, höher ist. Aus diesem Grund wird ein Totraum im Ofenwerkzeug erzeugt, und die Fläche, mit der der Formkörper platziert werden kann, wird verringert, was zu einer Verringerung der Herstellungseffizienz führt.

[0010] Die vorliegende Erfindung entstand im Hinblick auf die obigen Umstände, und in einer Ausführungsform ist ein Gegenstand der vorliegenden Erfindung die Bereitstellung eines Verfahrens zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, unter Verwendung eines Durchlaufofens, das zu einer Verbesserung der Herstellungseffizienz beiträgt.

[0011] Die betreffenden Erfinder stellten Nachforschungen über die Sauerstoffkonzentrationsverteilung im Ofen an, um den Grund für das obige Problem zu finden. Im Ergebnis wurde herausgefunden, dass die Sauerstoffkonzentration in der Kühlzone etwa 150 ppm bezogen auf das Volumen beträgt und die Sauerstoffkonzentration etwas höher war als in der Heizzone. Das liegt vermutlich daran, dass die Kühlleitung zum indirekten Kühlen die Ofenwand in der Kühlzone durchdringt und es schwierig ist, die Dichtungseigenschaft zwischen der Kühlleitung und der Ofenwand sicherzustellen. Bedenkt man, dass das gebrannte Produkt in der Kühlzone, die eine Niedrigtemperaturzone ist, kaum oxidiert wird, kann man sagen, dass eine Sauerstoffkonzentration von etwa 150 ppm bezogen auf das Volumen eine ausreichend sauerstoffarme Bedingung ist. Gemäß den Studienergebnissen der betreffenden Erfinder wurde jedoch herausgefunden, dass durch eine noch strengere Kontrolle der Sauerstoffkonzentration in der Kühlzone die Fläche, mit der der Formgegenstand im Ofenwerkzeug platziert werden kann, signifikant erweitert wird. Die vorliegende Erfindung wurde basierend auf diesen Erkenntnissen erstellt und wird wie folgt veranschaulicht.

[1] Ein Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, umfassend einen Schritt des Brennens eines Formkörpers aus einem Grünkörper, der Siliciumcarbid enthält, durch Transportieren des Formkörpers von einem Einlass zu einem Auslass eines Durchlaufofens, wobei der Durchlaufofen den Einlass, eine Heizzone, eine Kühlzone und den Auslass in dieser Reihenfolge umfasst, und die Ofenatmosphäre sowohl in der Heizzone als auch der Kühlzone ein Inertgas mit einer Sauerstoffkonzentration von 100 ppm bezogen auf das Volumen oder weniger ist.

[2] Das Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, gemäß [1], wobei die Strömungsgeschwindigkeit des dem Durchlaufofen zugeführten Inertgases $1 \text{ Nm}^3/\text{h}$ oder weniger pro 1 m^3 eines Feuerrauminhaltes beträgt.

[3] Das Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, gemäß [1] oder [2], wobei die Kühlzone mindestens eine Durchgangsbohrung, die in einer Ofenwand ausgebildet ist und eine Außenseite des Ofens und eine Innenseite des Ofens verbindet; und mindestens eine Kühlleitung, die in die Durchgangsbohrung eingeführt ist, umfasst, wobei ein Spalt zwischen der Durchgangsbohrung und der Kühlleitung mit mindestens einem Gummiring abgedichtet ist.

[4] Das Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, gemäß einem von [1] bis [3], wobei die Heizzone mindestens eine Durchgangsbohrung, die in einer Ofenwand ausgebildet ist und eine Außenseite des Ofens und eine Innenseite des Ofens verbindet; und mindestens ein stabförmiges Heizelement, das in die Durchgangsbohrung eingeführt ist, umfasst, wobei ein Spalt zwischen der Durchgangsbohrung und dem stabförmigen Heizelement mit mindestens einem Gummiring abgedichtet ist.

[5] Das Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, gemäß [3] oder [4], wobei der Gummiring aus Fluorkautschuk oder Silikonkautschuk ist.

[6] Das Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, gemäß einem von [1] bis [5], wobei der Formkörper aus dem Grünkörper ferner Silicium umfasst.

[7] Das Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, gemäß einem von [1] bis [6], wobei der Formkörper aus dem Grünkörper eine säulenförmige Wabenstruktur umfasst, die eine Außenumfangsseitenwand und innerhalb der Außenumfangsseitenwand angeordnete Trennwände aufweist, wobei die Trennwände mehrere Zellen definieren, die Fließwege für ein Fluid von einer Endfläche zu einer anderen Endfläche der säulenförmigen Wabenstruktur bilden.

[8] Das Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, gemäß einem von 1 bis 7, wobei die Porosität des keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, 45 % oder mehr beträgt.

[9] Das Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, gemäß einem von [1] bis [7], wobei der Ofendruck in der Heizzone und der Kühlzone höher ist als der atmosphärische Druck außerhalb des Ofens.

[10] Ein Abdichtungsverfahren zum Reduzieren der Sauerstoffkonzentration in einem Ofen, umfassend: einleitend einen Schritt des Prüfens des Entweichens eines Inertgases in einem Durchlaufofen aus einer Ofenwand mit einem Lecksuchgerät, und wenn das Entweichen des Inertgases von dem Lecksuchgerät nachgewiesen wurde, einen Schritt des Abdichtens, um zu verhindern, dass an einer Leckstelle Luft aus einer Außenseite des Ofens in eine Innenseite des Ofens strömt; und

danach Ausführen eines Verfahrens zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, umfassend einen Schritt des Brennens eines Formkörpers aus einem Grünkörper, der Siliciumcarbid enthält, durch Transportieren des Formkörpers aus einem Einlass zu einem Auslass des Durchlaufofens, wobei der Durchlaufofen den Einlass, eine Heizzone, eine Kühlzone und den Auslass in dieser Reihenfolge umfasst, und die Atmosphäre in dem Ofen eine Inertgasatmosphäre ist.

[11] Das Abdichtungsverfahren zum Reduzieren der Sauerstoffkonzentration in einem Ofen gemäß [10], wobei der Schritt des Prüfens des Entweichens des Inertgases in dem Ofen aus der Ofenwand mit dem Lecksuchgerät zumindest an einer Stelle ausgeführt wird, an der eine Komponente in eine Durchgangsbohrung eingeführt ist, die in der Ofenwand ausgebildet ist und die Außenseite und die Innenseite des Ofens verbindet.

[12] Das Abdichtungsverfahren zum Reduzieren der Sauerstoffkonzentration in einem Ofen gemäß [10] oder [11], wobei der Schritt des Abdichtens die Verwendung eines Gummiringes umfasst.

[0012] Gemäß einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung können in einem Durchlaufofen, wenn ein Werkstück an einem Platz platziert wird, der leicht von der Atmosphäre in dem Ofen beeinflusst wird (beispielsweise nahe dem Außenumgang des Ofenwerkzeugs), können die Verringerung der Festigkeit des gebrannten Körpers, die Verschlechterung der Porencharakteristik und die Verfärbung unterbunden werden. Aus diesem Grund kann die Fläche des Werkstücks (das heißt, der Formkörper aus dem Grünkörper, der Siliciumcarbid

enthält), die im Ofenwerkzeug platziert werden kann, vergrößert werden, und die Herstellungseffizienz kann verbessert werden.

Figurenliste

Fig. 1 ist eine schematische Darstellung, die eine Gesamtkonstruktion eines Durchlaufofens gemäß einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung zeigt.

Fig. 2 ist ein Diagramm, das eine Heizkurve und eine Sauerstoffkonzentrationsverteilung in dem Ofen in Beispiel 1 und Vergleichsbeispiel 1 zeigt.

Fig. 3 ist eine schematische perspektivische Explosionsdarstellung, die eine exemplarische Struktur eines Ofenwerkzeugs zeigt.

Fig. 4 ist eine schematische Darstellung zur Erläuterung einer Querschnittsstruktur einer Stelle, an der eine Kühlleitung in eine Ofenwand eingeführt ist.

Fig. 5 ist eine schematische Darstellung zur Erläuterung einer Querschnittsstruktur eines Abschnitts, an dem ein stabförmiges Heizelement in eine Ofenwand eingeführt ist.

AUSFÜHRLICHE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG

[0013] Nachstehend werden Ausführungsformen der vorliegenden Erfindung ausführlich unter Bezugnahme auf die Zeichnungen beschrieben. Es versteht sich, dass die vorliegende Erfindung nicht auf die folgenden Ausführungsformen beschränkt ist und eine Veränderung, Verbesserung oder dergleichen der Gestaltung basierend auf den gewöhnlichen Kenntnissen eines Fachmannes vorgenommen werden können, ohne vom Sinn der vorliegenden Erfindung abzuweichen.

<Gesamtkonstruktion des Durchlaufofens>

[0014] **Fig. 1** ist eine schematische Darstellung, die die Gesamtkonstruktion eines Durchlaufofens (**10**) gemäß einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung zeigt. Der Durchlaufofen (**10**) gemäß der vorliegenden Ausführungsform umfasst einen Einlass (**11**), eine Heizzone (**12**), eine Kühlzone (**13**) und einen Auslass (**14**) in dieser Reihenfolge und kann ein Werkstück (hier einen Formkörper aus einem Grünkörper, der Siliciumcarbid enthält), das auf eine Grundplatte (**15**) geladen ist, von dem Einlass (**11**) zum Auslass (**14**) transportieren, während das Werkstück wärmebehandelt wird. Der Durchlaufofen (**10**) ist in der vorliegenden Ausführungsform ein Stoßofen und das auf die Grundplatte (**15**) geladene Werkstück wird durch Drücken der Grundplatte (**15**) mit einem hydraulischen Schieber (**19**) transportiert.

[0015] Die Heizzone (**12**) bezieht sich auf den Bereich in einer Werkstücklaufrichtung ausgehend vom Einlass (**11**) des Durchlaufofens (**10**) zu einem Heizelement (**17**), das an einer Position vorgesehen ist, die dem Auslass (**14**) am nächsten liegt, zum Heizen der Innenseite des Ofens. Die Kühlzone (**13**) bezieht sich auf einen Bereich in der Werkstücklaufrichtung direkt nach dem Heizelement (**17**), das dem Auslass (**14**) am nächsten liegt, zum Auslass (**14**) des Durchlaufofens (**10**). In der Kühlzone (**13**) kann ein Kühler (**16**) vorgesehen sein. Der Begriff des „Heizens“ umfasst „Brennen“. Ebenso kann in der Heizzone (**12**) eine „Vorheizzone“ vorgesehen sein, in der das Bindemittel entfernt wird.

[0016] Zur Steigerung der Produktivität können Ofenwerkzeuge zum Platzieren einer großen Anzahl von Werkstücken verwendet werden. In einer Ausführungsform kann das Ofenwerkzeug aus Keramik sein, beispielsweise kann Keramik verwendet werden, die eines oder zwei, ausgewählt aus der Gruppe, bestehend aus Siliciumcarbid (SiC), Siliciumcarbid-enthaltendem Siliciumnitrid ($\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}$) und Aluminiumoxid (Al_2O_3), enthält. Das Ofenwerkzeug kann turmförmig ausgebildet sein, indem wiederholt Regale, auf denen mehrere Wabenformkörper platziert werden können, gestapelt werden.

[0017] **Fig. 3** zeigt eine exemplarische Struktur gemäß einer Ausführungsform des Ofenwerkzeugs (**30**). Es wird ein Verfahren zur Herstellung des Ofenwerkzeugs (**30**) gemäß der veranschaulichten Ausführungsform beschrieben. Eine rechteckige Regalplatte (**33**) wird auf einer flachen Grundplatte (**32**), die an der untersten Position angeordnet ist, platziert und mehrere Werkstücke (**31**) werden bündig auf der Oberfläche der Regalplatte (der Oberseite) (**33a**) der Regalplatte (**33**) platziert. Danach wird ein rechteckiger, röhrenförmiger Rahmenkörper (**34**), der mit einer Rahmenhöhe ausgebildet ist, die höher ist als die Höhe der Werkstücke (**31**), auf der Oberfläche der Regalplatte (**33a**) platziert, so dass er die platzierten Werkstücke (**31**) umgibt. Danach wird eine neue Regalplatte (**33**) auf der Oberseite (**34a**) des platzierten Rahmenkörpers (**34**) platziert. Dieser

Vorgang wird wiederholt und es wird eine Deckplatte (35) auf die Oberseite (34a) des obersten Rahmenkörpers (34) aufgelegt und so wird ein turmförmiges Ofenwerkzeug (30) erzeugt, in dem Regale (33) in mehreren Stufen gestapelt sind. In der Unterseite des Rahmenkörpers (34) sind Kerben (39) an zwei Stellen auf jeder Seite vorgesehen, durch die das Ofengas strömen kann.

[0018] Es gibt keine besonderen Einschränkungen für die Art des Durchlaufofens. Der veranschaulichte Durchlaufofen ist ein Stoßofen, kann beispielsweise aber auch ein Tunnelofen oder ein Rollenherdofen sein. Ferner ist der in der vorliegenden Ausführungsform verwendete Durchlaufofen ein Atmosphärenofen, und die Atmosphäre in dem Ofen in der Heizzone und der Kühlzone kann eine Inertgasatmosphäre mit einer Sauerstoffkonzentration von 100 ppm bezogen auf das Volumen oder weniger sein. So wird Oxidation signifikant unterbunden, sogar bei Werkstücken nahe dem Außenumfang des Ofenwerkzeugs. Aus diesem Grund können die Verringerung der Festigkeit des gebrannten Körpers von Werkstücken nahe dem Außenumfang des Ofenwerkzeugs, die Verschlechterung der Porencharakteristik und Verfärbung unterbunden werden, und die Fläche des Werkstückes, die in dem Ofenwerkzeug platziert werden kann, kann vergrößert werden, was zu einer Verbesserung der Herstellungseffizienz führt.

[0019] Die Sauerstoffkonzentration im Ofen beträgt vorzugsweise 50 ppm bezogen auf das Volumen oder weniger, stärker bevorzugt 40 ppm bezogen auf das Volumen oder weniger, noch stärker bevorzugt 30 ppm bezogen auf das Volumen oder weniger und am stärksten bevorzugt 20 ppm bezogen auf das Volumen oder weniger, sowohl in der Heizzone als auch der Kühlzone. Auch wenn für die Sauerstoffkonzentration im Ofen keine Untergrenze festgelegt ist, kann sie sowohl in der Heizzone als auch in der Kühlzone mit 1 ppm bezogen auf das Volumen oder mehr festgelegt werden, und selbst wenn die Konzentration mit 3 ppm oder mehr festgelegt ist, kann ein Effekt der ausreichenden Unterbindung von Oxidation erzielt werden.

[0020] Als das die Atmosphäre in dem Ofen bildende Inertgas kann ein Edelgas wie ein Argongas verwendet werden. Durch die Verwendung eines Inertgases, kann verhindert werden, dass das Werkstück eine unbeabsichtigte chemische Reaktion wie Oxidation verursacht. Wünschenswerterweise wird kein Stickstoff als die Ofenatmosphäre verwendet, um eine Nitridierung des Werkstückes zu verhindern.

[0021] Unter erneuter Bezugnahme auf **Fig. 1** sind der Einlass (11) und der Auslass (14) mit luftdichten Klappen versehen, die zwischen der Innenseite bzw. der Außenseite des Ofens geöffnet und luftdicht geschlossen werden können. Überdies sind eine Zuführöffnung (20) und eine Ablassöffnung (21) für ein Inertgas in dem Ofen vorgesehen, und das in den Ofen aus den Zuführöffnungen (20) eingebrachte Inertgas strömt durch den Ofen und wird dann aus den Ablassöffnungen (21) abgelassen.

[0022] Um die Kontamination von Luft von außerhalb des Ofens zu unterbinden, strömt vorzugsweise ein Inertgas in den Ofen, so dass der Druck in dem Ofen in der Heizzone und in der Kühlzone höher ist als der atmosphärische Druck außerhalb des Ofens. Im speziellen beträgt der Ofendruck in der Heizzone und in der Kühlzone vorzugsweise +10 Pa oder mehr, stärker bevorzugt +30 Pa oder mehr und noch stärker bevorzugt +50 Pa oder mehr, bezogen auf den atmosphärischen Druck außerhalb des Ofens. Es gibt keine besondere Obergrenze für den Druck in der Heizzone und der Kühlzone. Ist jedoch der Druck im Ofen zu hoch, steigen die Kosten. Daher betragen der Druck in dem Ofen in der Heizzone und der Druck in der Kühlzone vorzugsweise +500 Pa oder weniger, stärker bevorzugt +300 Pa oder weniger und noch stärker bevorzugt +100 Pa oder weniger, bezogen auf den atmosphärischen Druck außerhalb des Ofens.

[0023] Ist der Druck innerhalb des Ofens höher als der Druck außerhalb des Ofens, sollte theoretisch keine Luft von außerhalb des Ofens einströmen. Gemäß den Studienergebnissen der betreffenden Erfinder ist es jedoch schwierig, die Sauerstoffkonzentration im Ofen innerhalb eines ökonomischen Bereiches der Menge an verwendetem Argon ausreichend zu reduzieren. Um die Sauerstoffkonzentration im Ofen ausreichend zu reduzieren, wird wünschenswerterweise vorher ein Entweichen des Inertgases in dem Ofen aus der Ofenwand mit einem Lecksuchgerät geprüft. Der Schritt des Prüfens des Entweichens des Inertgases aus der Ofenwand des Ofens mit dem Lecksuchgerät sollte zumindest an einem Abschnitt der Ofenwand, an dem eine Komponente in eine Durchgangsbohrung eingeführt ist, die die Außenseite des Ofens und die Innenseite des Ofens verbindet, ausgeführt werden. Beim Prüfen des Entweichens des Inertgases in dem Ofen aus der Ofenwand mit dem Lecksuchgerät, wie oben beschrieben, erfolgt das Prüfen vorzugsweise dann, wenn der Ofendruck höher ist als der Druck außerhalb des Ofens, und das Prüfen erfolgt stärker bevorzugt unter Bedingungen, bei denen der Druck im Ofen der tatsächlichen Betriebsbedingung entspricht. Ferner erfolgt das Prüfen vorzugsweise dann, wenn der Durchlaufofen geheizt wird, und stärker bevorzugt dann, wenn eine Heizkurve gebildet wird, die den tatsächlichen Betriebsbedingungen entspricht.

[0024] Wird ein Austreten des Inertgases mit dem Lecksuchgerät nachgewiesen, wird die Austrittsstelle gründlich abgedichtet, um zu verhindern, dass Luft von außerhalb des Ofens in den Ofen strömt. Als ein Abdichtungsverfahren kann beispielsweise ein Verfahren des Anpassens eines Gummiringes an eine Stelle, an der eine Komponente in eine Durchgangsbohrung eingeführt ist, die die Außenseite des Ofens und die Innenseite des Ofens verbindet, genannt werden. Ebenso kann ein Dichtungsmittel wie ein Silikondichtungsmittel auf die Austrittsstelle aufgebracht werden. Da ein Gummiring und ein Silikondichtungsmittel über Elastizität verfügen, können sie der Ausdehnung und Kontraktion der Komponente aufgrund einer Temperaturveränderung folgen. So kann Luftdichtigkeit aufrechterhalten werden, ungeachtet der Temperaturveränderung in dem Ofen. Im Falle eines Durchlaufofens, insbesondere eines großen Durchlaufofens wie einer Massenproduktionsausrüstung, steigt die Anzahl von Komponenten und die Ofenstruktur wird kompliziert, jedoch kann durch die Verwendung eines elastischen Dichtungsmittels die Dichtungsstruktur vereinfacht werden.

[0025] Die Art des Lecksuchgerätes ist nicht besonders eingeschränkt. Beispielsweise kann ein Lecksuchgerät verwendet werden, das eine Differenz bezüglich der Wärmeleitfähigkeit aus Luft nutzt. Wünschenswerterweise verfügt das Lecksuchgerät über eine Funktion, durch die es ein Inertgas (beispielsweise Argon) von $1,0 \times 10^{-4} \text{ atm}\cdot\text{cm}^3/\text{s}$ oder mehr als eine Nachweisuntergrenze nachweisen kann.

[0026] Bezogen auf **Fig. 4** umfasst in einer Ausführungsform die Kühlzone mindestens eine Durchgangsbohrung (**44**), die in der Ofenwand (**41**) ausgebildet ist und die Außenseite des Ofens und die Innenseite des Ofens verbindet, und mindestens eine Kühlleitung (**43**), die durch die Durchgangsbohrung (**44**) eingeführt ist. Jede Kühlleitung (**43**) kann so ausgebildet sein, dass sie auf einer Seite der Ofenwand (**41**) eintritt, den Ofen durchquert und aus der anderen Seite der Ofenwand (**41**) austritt. Es kann ein Kühlmittel durch die Kühlleitung (**43**) strömen, so dass das Innere des Ofens indirekt gekühlt werden kann. Durch das Anordnen mehrerer Kühlleitungen (**43**) parallel in der Ofenlängenrichtung und durch Anpassen der Strömungsgeschwindigkeit und der Temperatur des durch jede Kühlleitung (**43**) strömenden Kühlmittels kann eine gewünschte Heizkurve in der Kühlzone erhalten werden. Als das Kühlmittel kann beispielsweise Luft, Wasser, Wasserdampf, Fluorchlorkohlenwasserstoffe und dergleichen verwendet werden. Von diesen ist Luft bevorzugt, weil sie kostengünstig ist und keiner Lagerausrüstung oder eines Heizelements und dergleichen bedarf, und auch die Entsorgung des Kühlmittels nach der Verwendung ist einfach. Der Spalt zwischen der Durchgangsbohrung (**44**) und der Kühlleitung (**43**) wird vorzugsweise mit mindestens einem Gummiring (**42**) abgedichtet. So kann die Luftdichtigkeit der Stelle, an der die Kühlleitung die Ofenwand durchquert, leicht sichergestellt werden, selbst wenn die Kühlleitung aus Keramik ist. Ist ein Gummiring (**42**) nicht ausreichend, werden vorzugsweise mehrere Gummiringe installiert, bis das Lecksuchgerät kein Austreten mehr nachweist. Am Spalt zwischen der Durchgangsbohrung (**44**) und der Kühlleitung (**43**) kann neben dem Gummiring ein anderes Dichtungsbauteil, beispielsweise ein wärmebeständiges Seil (**45**), das mit synthetischen Fasern umflochten ist, verwendet werden.

[0027] Spezielle Materialien, die für den für die Kühlzone verwendeten Gummiring verwendet werden können, umfassen, sind aber nicht beschränkt auf Fluorkautschuk, Silikonkautschuk, Epichlorhydrinkautschuk, Ethylenvinylacetatkauschuk, Acrylkauschuk, Butylkauschuk, Ethylenpropylenkauschuk, chloresulfonierten Polyethylenkauschuk und dergleichen. Von diesen sind Fluorkautschuk und Silikonkautschuk aufgrund ihrer hohen Wärmebeständigkeit bevorzugt, und Fluorkautschuk ist hinsichtlich einer hervorragenden Luftdichtigkeit noch stärker bevorzugt.

[0028] Die Wärmebeständigkeit des für die Kühlzone verwendeten Gummiringes ist vorzugsweise so, dass die in JIS K6380: 2014 spezifizierte Wärmebeständigkeitskategorie im Bereich von D bis K, stärker bevorzugt im Bereich von E bis K und noch stärker bevorzugt im Bereich von F bis K liegt.

[0029] Bezogen auf **Fig. 5** umfasst in einer Ausführungsform die Heizzone mindestens eine Durchgangsbohrung (**54**), die in der Ofenwand (**51**) ausgebildet ist und die Außenseite des Ofens und die Innenseite des Ofens verbindet, und mindestens ein stabförmiges Heizelement (**53**), das durch die Durchgangsbohrung (**54**) eingeführt ist. Das stabförmige Heizelement (**53**) ist für gewöhnlich elektrothermisch. In der Heizzone kann durch die Anordnung mehrerer stabförmiger Heizelemente (**53**) parallel in der Ofenlängenrichtung und durch Anpassen der Leistung jedes Heizelements eine gewünschte Heizkurve in der Heizzone erhalten werden. Der Spalt zwischen der Durchgangsbohrung (**54**) und dem stabförmigen Heizelement (**53**) wird vorzugsweise mit mindestens einem wärmebeständigen Gummiring (**52**) abgedichtet. Ist ein wärmebeständiger Gummiring (**52**) nicht ausreichend, werden vorzugsweise mehrere Gummiringe installiert, bis das Lecksuchgerät kein Austreten mehr nachweist. Am Spalt zwischen der Durchgangsbohrung (**54**) und dem stabförmigen Heizelement (**53**) kann neben dem Gummiring ein anderes Dichtungsbauteil, beispielsweise ein wärmebeständiges Seil (**55**), das mit synthetischen Fasern umflochten ist, verwendet werden. Ferner können in der Heizzone zur elektrischen Isolierung des stabförmigen Heizelements (**53**) und des Zylinderkörpers (**57**) ein zylindrisches Isolier-

material (56) in den Spalt zwischen der Durchgangsbohrung (54) und dem stabförmigen Heizelement (53) eingepasst werden.

[0030] Als das Material für den für die Heizzone verwendeten Gummiring ist wärmebeständiger Kautschuk bevorzugt. In der vorliegenden Erfindung bezieht sich der wärmebeständige Kautschuk auf einen Kautschuk mit einer Wärmebeständigkeitskategorie im Bereich von E bis K, spezifiziert in JIS K6380: 2014, und stärker bevorzugt ist die Verwendung eines wärmebeständigen Kautschuks im Bereich von F bis K. Als ein spezielles Material für den für die Heizzone verwendeten Gummiring sind Fluorkautschuk und Silikonkautschuk bevorzugt, und Fluorkautschuk ist hinsichtlich einer hervorragenden Luftdichtigkeit stärker bevorzugt.

<Keramisches Produkt, das Siliciumcarbid enthält>

[0031] Gemäß einer Ausführungsform der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, umfassend einen Schritt des Brennens eines Formkörpers aus einem Grünkörper, der Siliciumcarbid enthält, durch Transportieren des Formkörpers vom Einlass zum Auslass des oben beschriebenen Durchlaufofens, vorgesehen.

[0032] Der Formkörper kann beispielsweise durch Zugeben von Wasser zu einem Rohmaterialgemisch, enthaltend Siliciumcarbidpulver und ein Bindemittel, Kneten unter Bildung eines Grünkörpers, Formen mit verschiedenen Formungsverfahren und weiter Trocknen hergestellt werden. Ferner kann der Formkörper aus dem Grünkörper, der Siliciumcarbid enthält, die Form eines entfetteten Körpers haben, der beim Trocknen und dann Entfernen organischer Substanzen wie einem Bindemittel durch Erwärmen erhalten wurde.

[0033] Im Hinblick auf eine Erhöhung der Packdichte des Rohmaterialgemisches beträgt der durchschnittliche Teilchendurchmesser der Siliciumcarbidteilchen, die das Siliciumcarbidpulver bilden, vorzugsweise 1 µm oder mehr, stärker bevorzugt 5 µm oder mehr und noch stärker bevorzugt 10 µm oder mehr. Überdies beträgt im Hinblick auf eine Verbesserung der Formbarkeit der durchschnittliche Teilchendurchmesser der Siliciumcarbidteilchen, die das Siliciumcarbidpulver bilden, vorzugsweise 1.000 µm oder weniger, stärker bevorzugt 500 µm oder weniger und noch stärker bevorzugt 100 µm oder weniger. In der vorliegenden Erfindung bezieht sich der durchschnittliche Teilchendurchmesser von Siliciumcarbidteilchen auf einen arithmetischen durchschnittlichen Durchmesser auf Volumenbasis beim Messen einer Häufigkeitsverteilung von Teilchengrößen durch ein Laserbeugungsverfahren.

[0034] Zur Erhöhung der Festigkeit des gesinterten Körpers beträgt die Konzentration an dem Siliciumcarbidpulver in dem Rohmaterialgemisch vorzugsweise 50 Masse-% oder mehr, stärker bevorzugt 60 Masse-% oder mehr und noch stärker bevorzugt 70 Masse-% oder mehr. Überdies beträgt zur Verbesserung des Formhaltevermögens des Formkörpers die Konzentration des Siliciumcarbidpulvers in dem Rohmaterialgemisch vorzugsweise 98 Masse-% oder weniger, stärker bevorzugt 96 Masse-% oder weniger und noch stärker bevorzugt 94 Masse-% oder weniger.

[0035] Durch Mischen von Pulver aus metallischem Silicium in das Rohmaterialgemisch kann ein Verbundmaterial aus Silicium und Siliciumcarbid erhalten werden. Wird Pulver aus metallischem Silicium beigemischt, damit die mechanische Festigkeit signifikant erhöht werden kann, beträgt die Menge an Pulver aus metallischem Silicium vorzugsweise 10 Masse-% oder mehr, stärker bevorzugt 15 Masse-% oder mehr, noch stärker bevorzugt 20 Masse-% oder mehr, bezogen auf die Gesamtsumme der Masse an Siliciumcarbidpulver und der Masse an Pulver aus metallischem Silicium. Überdies beträgt, wenn Pulver aus metallischem Silicium beigemischt wird, zur Verbesserung des Formhaltevermögens des Formkörpers, die Menge an Pulver aus metallischem Silicium vorzugsweise 40 Masse-% oder weniger, stärker bevorzugt 35 Masse-% oder weniger, noch stärker bevorzugt 30 Masse-% oder weniger, bezogen auf die Gesamtsumme der Masse an Siliciumcarbidpulver und der Masse an Pulver aus metallischem Silicium.

[0036] Beispiele für das Bindemittel umfassen, sind aber nicht beschränkt auf Methylcellulose, Hydroxypropylmethylcellulose, Hydroxypropoxylcellulose, Hydroxyethylcellulose, Carboxymethylcellulose und Polyvinylalkohol. Von diesen werden vorzugsweise Methylcellulose und Hydroxypropoxylcellulose in Kombination verwendet, da die Trocknungsschrumpfung gering und Maßkontrolle einfach ist.

[0037] Zur Verbesserung des Formhaltevermögens des Formkörpers beträgt die Konzentration des Bindemittels in dem Rohmaterialgemisch vorzugsweise 2 Masse-% oder mehr, stärker bevorzugt 4 Masse-% oder mehr und noch stärker bevorzugt 6 Masse-% oder mehr. Überdies beträgt im Hinblick auf eine Vereinfachung

des Formens die Konzentration des Bindemittels in dem Rohmaterialgemisch vorzugsweise 18 Masse-% oder weniger, stärker bevorzugt 14 Masse-% oder weniger und noch stärker bevorzugt 12 Masse-% oder weniger.

[0038] Es kann ein Porenbildner in das Rohmaterialgemisch gemischt werden. Wird beispielsweise das keramische Produkt, das Siliciumcarbid enthält, als ein Abgasfilter verwendet, kann ein Porenbildner in das Rohmaterialgemisch gemischt werden, um die Porosität zu erhöhen. Die Mischungsmenge des Porenbildners kann beispielsweise 30 Masseteile oder weniger, bezogen auf 100 Masseteile der Gesamtmenge an dem Siliciumcarbidpulver und dem Pulver aus metallischem Silicium, betragen.

[0039] Die Art des zu verwendenden Porenbildners ist nicht besonders eingeschränkt, jedoch können Graphit, Schaumharz, Schaumharz nach dem Schäumen, Weizenmehl, Stärke, Phenolharz, Polymethylmethacrylat, Polyethylen, Polymethacrylat, Polyethylenterephthalat und dergleichen genannt werden. Der Porenbildner kann allein oder in Kombination aus zwei oder mehr verwendet werden.

[0040] Dem Rohmaterialgemisch kann ein Erdalkalimetall zugegeben werden, um die Benetzbarkeit des metallischen Siliciums beim Brennen zu verbessern. Die Mischungsmenge des Erdalkalimetalls kann beispielsweise 5 Masseteile oder weniger, bezogen auf 100 Masseteile der Gesamtmenge an dem Siliciumcarbidpulver und dem Pulver aus metallischem Silicium, betragen. Die Art des zu verwendenden Erdalkalimetalls ist nicht besonders eingeschränkt, jedoch können speziell Calcium und Strontium genannt werden. Die Erdalkalimetalle können allein oder in Kombination aus zwei oder mehr verwendet werden.

[0041] Um das Kneten zu ermöglichen, beträgt das Verhältnis von Wasser, das dem Rohmaterialgemisch zugegeben wird, vorzugsweise 5 Masseteile oder mehr, stärker bevorzugt 7,5 Masseteile oder mehr und noch stärker bevorzugt 10 Masseteile oder mehr, bezogen auf 100 Masseteile des Rohmaterialgemisches. Überdies beträgt zur Verbesserung des Formhaltevermögens des Formkörpers das Verhältnis von Wasser, das dem Rohmaterialgemisch zugegeben wird, vorzugsweise 40 Masseteile oder weniger, stärker bevorzugt 35 Masseteile oder weniger und noch stärker bevorzugt 30 Masseteile, bezogen auf 100 Masseteile des Rohmaterialgemisches.

[0042] Das Verfahren zum Formen des Grünkörpers ist nicht eingeschränkt und Beispiele umfassen: Pressformen, Extrusionsformen, Spritzgießen und Bandformen. Wird beispielsweise ein Wabenformkörper mit Hilfe von Extrusionsformen hergestellt, kann durch Extrudieren des Grünkörpers ein Formkörper hergestellt werden, der eine säulenförmige Wabenstruktur umfasst, die eine Außenumfangsseitenwand und innerhalb der Außenumfangsseitenwand angeordnete Trennwände aufweist, wobei die Trennwände mehrere Zellen definieren, die Fließwege für ein Fluid von einer Endfläche zu einer anderen Endfläche der säulenförmigen Wabenstruktur bilden.

[0043] Beim Extrudieren kann eine Düse mit einer gewünschten Gesamtform, Zellenform, Trennwanddicke, Zellendichte oder dergleichen verwendet werden. Als nächstes wird der ungetrocknete Formkörper zum Entfernen des Wassers getrocknet. Das Trocknen kann beispielsweise durch Blasen von Heißluft von etwa 120 bis 160 °C auf den Formkörper erfolgen. Wünschenswerterweise wird darauf geachtet, dass organisches Material beim Trocknen nicht zersetzt wird.

[0044] Die Form der Zelle im Querschnitt orthogonal zu der Zellenfließwegrichtung ist nicht eingeschränkt, ist vorzugsweise aber ein Viereck, ein Sechseck, ein Achteck oder eine Kombination davon. Von diesen sind Quadrat und Sechseck bevorzugt. Durch derartiges Festlegen der Zellenform kann der Druckabfall, wenn ein Gas durch den Wabenformkörper strömt, nach dem Brennen verringert werden.

[0045] Die Form des Wabenformkörpers ist beispielsweise eine Säulenform mit einer kreisförmigen Endfläche (zylindrische Form), eine Säulenform mit einer ovalen Endfläche oder eine Säulenform mit einer vieleckigen Endfläche (viereckig, fünfeckig, sechseckig, siebeneckig, achteckig und dergleichen). Was die Größe des Wabenformkörpers, beispielsweise im Falle eines viereckigen Prismas, anbelangt, kann der Endflächenbereich mit 100 mm² bis 2.500 mm² und üblicherweise mit 1.200 mm² bis 2.000 mm² festgelegt werden. Überdies kann die Länge (Höhe) der Zellen des Wabenformkörpers in der Fließwegrichtung mit beispielsweise 30 bis 500 mm und üblicherweise mit 100 bis 350 mm festgelegt werden.

[0046] Der Formkörper kann nach dem Trocknen einem Schritt des Entferns organischer Substanzen wie einem Bindemittel durch Erwärmen unter Erhalt eines entfetteten Körpers (Entfettungsschritt) unterzogen werden. Hinsichtlich des einfachen Verbrennens des Bindemittels beträgt die Erwärmungstemperatur des Formkörpers im Entfettungsschritt vorzugsweise 300 °C oder mehr, stärker bevorzugt 350 °C oder mehr, noch stärker

ker bevorzugt 400 °C oder mehr. Um jedoch die Herstellungskosten beim Entfetten gering zu halten, beträgt die Erwärmungstemperatur des Formkörpers im Entfettungsschritt vorzugsweise 600 °C oder weniger, stärker bevorzugt 550 °C oder weniger und noch stärker bevorzugt 500 °C oder weniger.

[0047] Hinsichtlich des einfachen Verbrennens des Bindemittels beträgt die Erwärmungszeit bei der oben angegebenen Erwärmungstemperatur vorzugsweise 1 Stunde oder mehr, stärker bevorzugt 2 Stunden oder mehr, noch stärker bevorzugt 3 Stunden oder mehr. Um jedoch die Herstellungskosten beim Entfetten gering zu halten, beträgt die Erwärmungszeit bei der oben angegebenen Erwärmungstemperatur vorzugsweise 10 Stunden oder weniger, stärker bevorzugt 8 Stunden oder weniger und noch stärker bevorzugt 6 Stunden oder weniger.

[0048] Die Atmosphäre zur Durchführung des Entfettungsschrittes kann beispielsweise eine Luftatmosphäre, eine inerte Atmosphäre oder eine Atmosphäre von vermindertem Druck sein. Von diesen sind die inerte Atmosphäre und die Atmosphäre von vermindertem Druck hinsichtlich einer Verhinderung von unzureichendem Sintern aufgrund einer Oxidation des Rohmaterials und einer einfachen Verringerung der Oxide, die in dem Rohmaterial enthalten sind, bevorzugt. Die Durchführung des Entfettungsschrittes in einer inerten Atmosphäre und einer Atmosphäre von vermindertem Druck dauert jedoch lange. Da überdies die Entfettungstemperatur nicht so hoch ist, wird der Formkörper kaum oxidiert, selbst wenn er in der Luftatmosphäre durchgeführt wird. Daher wird unter Berücksichtigung des Gleichgewichts zwischen Herstellungseffizienz und Qualität der Entfettungsschritt in einer Luftatmosphäre durchgeführt.

[0049] Indem der Formkörper nach dem Trocknen oder der Formkörper nach dem Entfetten unter einer inerten Atmosphäre unter Verwendung des oben beschriebenen Durchlaufofens gebrannt wird, wird ein keramisches Produkt, das Siliciumcarbid enthält, hergestellt. Wird der Formkörper nach dem Trocknen in dem oben beschriebenen Durchlaufofen gebrannt, können der Entfettungsschritt und der Brennschritt zusammen in dem Durchlaufofen durchgeführt werden.

[0050] Das Verfahren zum Brennen umfasst, ist aber nicht beschränkt auf Reaktionssintern, Rekristallisationssintern, Si-Imprägnierung unter vermindertem Druck, Si-Imprägnierung unter Normaldruck und Si-gebundenes SiC. Das Reaktionssintern bezieht sich auf ein Brennverfahren, in dem ein Formkörper aus SiC und C mit geschmolzenem Si unter Erhalt von SiC durch eine Reaktion zwischen C und Si imprägniert wird. Das Rekristallisationssintern bezieht sich auf ein Brennverfahren, in dem SiC-Teilchen, die mit einer hohen Dichte gebildet wurden, bei einer hohen Temperatur von 2.000 °C oder höher gesintert werden. Die Si-Imprägnierung unter vermindertem Druck bezieht sich auf ein Brennverfahren, in dem metallisches Silicium unter vermindertem Druck imprägniert wird. Die Si-Imprägnierung unter Normaldruck bezieht sich auf ein Brennverfahren, in dem metallisches Silicium unter Normaldruck imprägniert wird. Das Si-gebundene SiC bezieht sich auf ein Brennverfahren, in dem ein Rohmaterialgemisch, bestehend aus SiC und Si, unter Erhalt eines Sinterkörpers mit einer Struktur, bei der SiC durch Si gehalten wird, gesintert wird.

[0051] Damit das Sintern ausreichend vorgenommen werden kann, beträgt die Brenntemperatur vorzugsweise 1.350 °C oder mehr, stärker bevorzugt 1.400 °C oder mehr und noch stärker bevorzugt 1.450 °C oder mehr. Um die Herstellungskosten beim Brennen gering zu halten, beträgt die Brenntemperatur vorzugsweise 2.200 °C oder weniger, stärker bevorzugt 1.800 °C oder weniger und noch stärker bevorzugt 1.600 °C oder weniger.

[0052] Damit das Sintern ausreichend vorgenommen werden kann, beträgt die Erwärmungszeit des entfetteten Körpers bei der oben beschriebenen Brenntemperatur vorzugsweise 0,25 Stunden oder mehr, stärker bevorzugt 0,5 Stunden oder mehr und noch stärker bevorzugt 0,75 Stunden oder mehr. Um die Herstellungskosten beim Brennen gering zu halten, beträgt die Erwärmungszeit des entfetteten Körpers bei der oben beschriebenen Brenntemperatur vorzugsweise 5 Stunden oder weniger, stärker bevorzugt 4 Stunden oder weniger und noch stärker bevorzugt 3 Stunden oder weniger.

[0053] Die Porosität des keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, ist nicht besonders eingeschränkt, beträgt vorzugsweise aber 45 % oder mehr und stärker bevorzugt 60 % oder mehr, im Hinblick auf einen starken Antioxidationseffekt. Hinsichtlich der mechanischen Festigkeit beträgt die Porosität vorzugsweise 75 % oder weniger und stärker bevorzugt 68 % oder weniger. In der vorliegenden Erfindung bezieht sich die Porosität auf einen Wert, der mit der Archimedes-Methode gemessen wird.

[0054] Das erfindungsgemäße keramische Produkt, das Siliciumcarbid enthält, kann als verschiedene keramische Produkte wie eine Wärmesenke, ein Abgasfilter, ein Katalysatorträger, eine Gleitkomponente, eine Düse, ein Wärmetauscher und eine Komponente für ein Gerät zur Herstellung von Halbleitern verwendet werden.

BEISPIELE

(Vergleichsbeispiel 1)

[0055] Es wurden mehrere Wabenformkörper durch Extrudieren eines Grünkörpers, enthaltend Siliciumcarbid, metallisches Silicium, ein wasseraufnehmendes Harz (Porenbildner), ein anorganisches Hilfsmittel, eine Methylcellulose (Bindemittel) und Wasser, geformt. Jeder Wabenformkörper hatte eine säulenförmige Wabenstruktur, die eine Außenumfangsseitenwand und innerhalb der Außenumfangsseitenwand angeordnete Trennwände aufweist, wobei die Trennwände mehrere Zellen definieren, die Fließwege für ein Fluid von einer Endfläche zu einer anderen Endfläche der säulenförmigen Wabenstruktur bilden.

[0056] Nachdem jeder Wabenformkörper durch dielektrisches Hochfrequenzheizen getrocknet worden war, wurde er bei 120 °C für 2 Stunden unter Verwendung eines Heißlufttrockners getrocknet und nach Bedarf durch Schneiden beider Endflächen auf eine vorbestimmte Länge bearbeitet, und dadurch wurde ein rechteckiger, parallelepipedischer, getrockneter Wabenkörper mit einer Höhe von 45 mm x einer Breite von 45 mm x einer Länge (in der Zellenverlaufsrichtung) von 140 mm erzeugt. Als nächstes wurde der getrocknete Wabenkörper in einem elektrischen Durchlaufofen platziert und durch Erwärmen bei 450 °C oder weniger für 20 Stunden in einer Luftatmosphäre unter Erhalt eines entfetteten Wabenkörpers entfettet (Bindemittel entfernt).

[0057] Als nächstes wurden mehrere entfettete Wabenkörper auf einer rechteckigen Regalplatte (Länge 420 mm x Breite 390 mm) aus Siliciumnitrid-enthaltendem Siliciumcarbid platziert. Es wurde dieselbe Regalplatte wiederholt in der Aufwärts-Abwärts-Richtung gestapelt, indem ein Siliciumnitrid-enthaltender Siliciumcarbid-Rahmenkörper, der den Außenumfang der Regalplatte umgibt, zwischengeschoben wurde, um ein turmförmiges Ofenwerkzeug mit insgesamt 11 Stufen mit der in **Fig. 3** gezeigten Struktur zusammenzusetzen. Dabei wurde die Anzahl der auf der Regalplatte montierten entfetteten Wabenkörper mit 16 festgelegt. Die Installationsfläche des entfetteten Wabenkörpers nahm 60 % der Regalplattenfläche (Fläche, auf der der entfettete Wabenkörper platziert werden kann) innerhalb der Seitenwand ein.

[0058] Es wurde ein Durchlaufofen mit der in **Fig. 1** gezeigten Struktur vorbereitet. In der Kühlzone des Durchlaufofens wurden mehrere Durchgangsbohrungen, die in der Ofenwand ausgebildet sind und die Außenseite und Innenseite des Ofens verbinden, und mehrere Kühlleitungen, die durch diese Durchgangsbohrungen eingeführt waren, parallel in der Ofenlängsrichtung angeordnet. Die Luftdichtigkeit wurde durch dreifaches Einpassen eines wärmebeständigen Seiles in den Spalt zwischen den Durchgangsbohrungen und den Kühlleitungen verbessert. Ferner wurden in der Heizzone des Durchlaufofens, mehrere Durchgangsbohrungen, die in der Ofenwand ausgebildet sind und die Außenseite und Innenseite des Ofens verbinden, und mehrere stabförmige Heizelemente, die in diese Durchgangsbohrungen eingeführt waren, parallel in der Ofenlängsrichtung angeordnet. Die Luftdichtigkeit wurde durch dreifaches Einpassen eines wärmebeständigen Seiles in den Spalt zwischen der Durchgangsbohrung und dem stabförmigen Heizelement verbessert.

[0059] Das oben zusammengesetzte Ofenwerkzeug wurde auf einer Grundplatte platziert, und die Grundplatte wurde mit einem Schieber geschoben, um das Ofenwerkzeug vom Einlass aus in den Durchlaufofen einzubringen. Nachdem die Grundplatte in den Ofen eingebracht worden ist, wird ein Argongas mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 1 Nm³/h pro 1 m³ des Feuerrauminhaltes durch den Ofen gespeist, während die Einlass- und die Auslasstür des Durchlaufofens geschlossen sind, so dass das Innere des Ofens unter eine Argonatmosphäre gesetzt wurde (Ofeninnendruck = Ofenaußendruck + 10 Pa). Danach wurde die Grundplatte ausgehend vom Einlass zum Auslass entfernt, und der entfettete Wabenkörper in dem Ofenwerkzeug wurde entsprechend der in Tabelle 1 und **Fig. 2** gezeigten Heizkurve gebrannt. Die Grundplatte bewegte sich in dem Durchlaufofen mit einer konstanten Geschwindigkeit, und es dauerte 30 Stunden, bis sie ausgehend vom Einlass den Auslass des Durchlaufofens erreicht hatte. Überdies wurde das Argongas mit der oben beschriebenen Strömungsgeschwindigkeit über die Zeit, in der die Grundplatte den Ofen durchquerte, in den Ofen strömen gelassen.

<Messung der Sauerstoffkonzentration>

[0060] Beim Durchqueren der Grundplatte durch den Durchlaufofen wurde die Sauerstoffkonzentration unter Verwendung eines Messgerätes für die Sauerstoffkonzentration in Form einer galvanischen Zelle (Produktname: oxy.IQ von GE Sensing & Inspection Technologies Co. Ltd.) an mehreren Punkten über die gesamte Länge des Ofens gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 und **Fig. 2** gezeigt.

<Prüfung des Erscheinungsbildes>

[0061] Nach dem Brennen wurde jeder gebrannte Wabenkörper aus dem Ofenwerkzeug herausgenommen und zur Prüfung des Erscheinungsbildes in Augenschein genommen. Im Ergebnis waren viele Anomalitäten des Erscheinungsbildes aufgrund von Oxidation bei den gebrannten Wabenkörpern, die nahe dem äußeren Rand der Regalplatte platziert waren, festzustellen. Von den im Ofenwerkzeug platzierten gebrannten Wabenkörpern wurde der Anteil der Anzahl der gebrannten Wabenkörper mit Anomalitäten im Erscheinungsbild (Fehlerquote) mit 75 % berechnet.

<Mechanische Festigkeit>

[0062] Überdies wurde beim Abtasten einiger gebrannter Wabenkörper mit Anomalitäten im Erscheinungsbild festgestellt, dass diese spröde waren und leicht splitterten.

<Porosität>

[0063] Bei einigen der gebrannten Wabenkörper ohne Anomalitäten im Erscheinungsbild betrug beim Messen der Porosität der Trennwände mit Hilfe der Archimedes-Methode diese etwa 63 %. Ferner wurde die Porosität einiger der gebrannten Wabenkörper mit Anomalitäten im Erscheinungsbild in derselben Weise gemessen und betrug etwa 65 %.

(Beispiel 1)

[0064] Aufgrund der Ergebnisse von Vergleichsbeispiel 1 wurde die folgende Prüfung vorgenommen. Zunächst wurde das Innere des Ofens unter eine Argonatmosphäre gesetzt (Innendruck des Ofens: 1003 hPa, Außendruck des Ofens: 1000 hPa), und während das Innere des Ofens so erhitzt wurde, dass eine Heizkurve erhalten wurde, die den Brennbedingungen entspricht, wurde das Entweichen von Argongas aus der Ofenwand mit einem Lecksuchgerät (hergestellt von der Restek Corporation, Nachweisverfahren: Nutzung der Differenz bezüglich der Wärmeleitfähigkeit mit Luft) überprüft. Das Lecksuchgerät konnte Argon von $1,0 \times 10^{-4}$ atm·cm³/s oder mehr nachweisen. Die Überprüfung mit dem Lecksuchgerät wurde an allen Stellen vorgenommen, an denen Komponenten in Durchgangsbohrungen eingeführt waren, die an der Ofenwand ausgebildet sind und die Außenseite des Ofens und die Innenseite des Ofens verbinden (umfassend indirekte Kühlleitungen zur Luftströmung und elektrisch heizende stabförmige Heizelemente). Auch die Verbindungsstellen zwischen dem Deckendeckel und dem Ofenkörper wurden mit dem Lecksuchgerät überprüft. Überdies wurden die Verbindungsstellen, an denen das Argongas im Ofenkörper austreten könnte, mit dem Lecksuchgerät überprüft.

[0065] Mit dem Lecksuchgerät wurden viele Entweichungen von Argongas in den Spalten zwischen den Durchgangsbohrungen und den stabförmigen Heizelementen und in den Spalten zwischen den Durchgangsbohrungen und den Kühlleitungen nachgewiesen. Daher wurde zusätzlich ein einzelner Gummiring aus Fluorkautschuk an der Außenseite des wärmebeständigen Seils in den Spalt zwischen der Durchgangsbohrung und dem stabförmigen Heizelement eingepasst, um zu verhindern, dass Luft von außerhalb des Ofens an den Austrittsstellen in den Ofen strömt (siehe **Fig. 5**). Dem ähnlich wurde zusätzlich ein einzelner Gummiring aus Fluorkautschuk an der Außenseite des wärmebeständigen Seils in den Spalt zwischen der Durchgangsbohrung und der Kühlleitung einpasst (siehe **Fig. 4**). Überdies wurde als ein Ergebnis der Überprüfung unter Verwendung des Lecksuchgerätes auch die Luftdichtigkeit verbessert, indem ein Silikondichtungsmittel auf die Verbindungsstellen zwischen dem Deckendeckel und dem Ofenkörper, an denen ein Austreten von Argongas nachgewiesen wurde, aufgebracht wurde.

[0066] Unter denselben Bedingungen wie in Vergleichsbeispiel 1, außer dass der Durchlaufofen mit der verbesserten Luftdichtigkeit so verwendet wurde, wurden mehrere auf den Regalplatten in dem Ofenwerkzeug platzierte entfettete Wabenkörper gebrannt. Dabei wurde die Sauerstoffkonzentration in derselben Weise wie in Vergleichsbeispiel 1 gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 und **Fig. 2** gezeigt.

<Prüfung des Erscheinungsbildes>

[0067] Bei der Durchführung der Prüfung des Erscheinungsbildes des erhaltenen gebrannten Wabenkörpers in derselben Weise wie in Vergleichsbeispiel 1 betrug die Fehlerquote 0 %.

<Mechanische Festigkeit>

[0068] Überdies wurde beim Abtasten der gebrannten Wabenkörper nahe der Mitte der Regalplatte und der gebrannten Wabenkörper nahe dem äußeren Rand der Regalplatte kein signifikanter Unterschied bezüglich der mechanischen Festigkeit zwischen den beiden festgestellt.

<Messung der Porosität>

[0069] Für die gebrannten Wabenkörper nahe der Mitte der Regalplatte und die gebrannten Wabenkörper nahe dem äußeren Rand der Regalplatte wurde die Porosität der Trennwände mit Hilfe der Archimedes-Methode gemessen. Beide betragen etwa 63 %, es wurde kein signifikanter Unterschied zwischen den beiden festgestellt.

[Tabelle 1]

| | | Heizzone | | | | | | | | |
|-----------------|---|----------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Messöffnung Nr. | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| | Abstand vom Einlass (Verhältnis zur Gesamtlänge: %) | 1,6 | 11,1 | 19,6 | 25,9 | 32,3 | 38,6 | 45,0 | 51,3 | 53,4 |
| | Temperatur im Ofen (°C) | 120 | 485 | 730 | 1030 | 1145 | 1350 | 1400 | 1430 | 1430 |
| Vgl.-bsp. 1 | Sauerstoffkonzentration (ppm bezogen auf das Volumen) | 17 | 19 | 20 | 20 | 22 | 23 | 21 | 23 | 21 |
| Bsp. 1 | Sauerstoffkonzentration (ppm bezogen auf das Volumen) | 14 | 10 | 8 | 6 | 6 | 5 | 5 | 5 | 6 |
| | | Kühlzone | | | | | | | | |
| Messöffnung Nr. | | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | | |
| | Abstand vom Einlass (Verhältnis zur Gesamtlänge: %) | 55,5 | 59,8 | 67,2 | 73,5 | 79,8 | 86,2 | 95,2 | | |
| | Temperatur im Ofen (°C) | 1390 | 1300 | 1025 | 700 | 530 | 400 | 70 | | |
| Vgl.-bsp. 1 | Sauerstoffkonzentration (ppm bezogen auf das Volumen) | 18 | 19 | 20 | 108 | 137 | 155 | 81 | | |
| Bsp. 1 | Sauerstoffkonzentration (ppm bezogen auf das Volumen) | 5 | 5 | 5 | 11 | 13 | 16 | 17 | | |

(Beispiel 2)

[0070] Außer dass die Strömungsgeschwindigkeit des Argongases, das in den Ofen strömt, mit 0,5 Nm³/h pro 1 m³ des Feuerrauminhalts festgelegt wurde, erfolgte das Brennen mehrerer auf den Regalplatten in dem Ofenwerkzeug platzierter entfetteter Wabenkörper unter denselben Bedingungen wie in Beispiel 1. Im Ergebnis wurde etwa dieselbe Sauerstoffkonzentrationsverteilung im Inneren des Ofens wie in Beispiel 1 erhalten. Überdies betrug bei der Überprüfung des Erscheinungsbildes der erhaltenen gebrannten Wabenkörper in derselben Weise wie in Vergleichsbeispiel 1 die Fehlerquote 0 %.

<Mechanische Festigkeit>

[0071] Überdies wurde beim Abtasten der gebrannten Wabenkörper nahe der Mitte der Regalplatte und der gebrannten Wabenkörper nahe dem äußeren Rand der Regalplatte kein signifikanter Unterschied bezüglich der mechanischen Festigkeit zwischen den beiden festgestellt.

<Messung des durchschnittlichen Porendurchmessers>

[0072] Für die gebrannten Wabenkörper nahe der Mitte der Regalplatte und die gebrannten Wabenkörper nahe dem äußeren Rand der Regalplatte wurden mehrere durchschnittliche Porendurchmesser der Trennwände mit Hilfe eines Quecksilberintrusionsverfahrens gemessen und beide betragen etwa 20 µm. Es wurde kein signifikanter Unterschied zwischen den beiden festgestellt.

Bezugszeichenliste

| | |
|------------|--|
| 10 | Durchlaufofen |
| 11 | Einlass |
| 12 | Heizzone |
| 13 | Kühlzone |
| 14 | Auslass |
| 15 | Grundplatte |
| 16 | Kühler |
| 17 | Heizelement |
| 19 | Klappe |
| 20 | Inertgas-Zuführöffnung |
| 21 | Inertgas-Ablassöffnung |
| 30 | Ofenwerkzeug |
| 31 | Werkstück |
| 32 | Grundplatte |
| 33 | Regalplatte |
| 33a | Oberfläche der Regalplatte (Oberseite) |
| 34 | Rahmenkörper |
| 34a | Rahmenkörper-Oberseite |
| 35 | Deckplatte |
| 39 | Kerbe |
| 41 | Ofenwand |
| 42 | Gummiring |
| 43 | Kühlleitung |
| 44 | Durchgangsbohrung |
| 45 | wärmebeständiges Seil |
| 51 | Ofenwand |
| 52 | wärmebeständiger Gummiring |
| 53 | stabförmiges Heizelement |
| 54 | Durchgangsbohrung |

- 55 wärmebeständiges Seil
- 56 Isoliermaterial
- 57 Zylinderkörper

ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG

Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.

Zitierte Patentliteratur

- JP 2007254237 [0004, 0007]
- JP 2004292197 [0005, 0007]
- JP 2018154536 [0006, 0007]

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, umfassend einen Schritt des Brennens eines Formkörpers aus einem Grünkörper, der Siliciumcarbid enthält, durch Transportieren des Formkörpers von einem Einlass zu einem Auslass eines Durchlaufofens, wobei der Durchlaufofen den Einlass, eine Heizzone, eine Kühlzone und den Auslass in dieser Reihenfolge umfasst, und die Ofenatmosphäre sowohl in der Heizzone als auch der Kühlzone ein Inertgas mit einer Sauerstoffkonzentration von 100 ppm bezogen auf das Volumen oder weniger ist.
2. Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, nach Anspruch 1, wobei die Strömungsgeschwindigkeit des dem Durchlaufofen zugeführten Inertgases 1 Nm³/h oder weniger pro 1 m³ eines Feuerrauminhaltes beträgt.
3. Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, nach Anspruch 1 oder 2, wobei die Kühlzone mindestens eine Durchgangsbohrung, die in einer Ofenwand ausgebildet ist und eine Außenseite des Ofens und eine Innenseite des Ofens verbindet; und mindestens eine Kühlleitung, die in die Durchgangsbohrung eingeführt ist, umfasst, wobei ein Spalt zwischen der Durchgangsbohrung und der Kühlleitung mit mindestens einem Gummiring abgedichtet ist.
4. Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei die Heizzone mindestens eine Durchgangsbohrung, die in einer Ofenwand ausgebildet ist und eine Außenseite des Ofens und eine Innenseite des Ofens verbindet; und mindestens ein stabförmiges Heizelement, das in die Durchgangsbohrung eingeführt ist, umfasst, wobei ein Spalt zwischen der Durchgangsbohrung und dem stabförmigen Heizelement mit mindestens einem Gummiring abgedichtet ist.
5. Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, nach Anspruch 3 oder 4, wobei der Gummiring aus Fluorkautschuk oder Silikonkautschuk ist.
6. Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, nach einem der Ansprüche 1 bis 5, wobei der Formkörper aus dem Grünkörper ferner Silicium umfasst.
7. Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, nach einem der Ansprüche 1 bis 6, wobei der Formkörper aus dem Grünkörper eine säulenförmige Wabenstruktur umfasst, die eine Außenumfangsseitenwand und innerhalb der Außenumfangsseitenwand angeordnete Trennwände aufweist, wobei die Trennwände mehrere Zellen definieren, die Fließwege für ein Fluid von einer Endfläche zu einer anderen Endfläche der säulenförmigen Wabenstruktur bilden.
8. Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, nach einem der Ansprüche 1 bis 7, wobei die Porosität des keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, 45 % oder mehr beträgt.
9. Verfahren zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, nach einem der Ansprüche 1 bis 8, wobei der Ofendruck in der Heizzone und der Kühlzone höher ist als der atmosphärische Druck außerhalb des Ofens.
10. Abdichtungsverfahren zum Reduzieren der Sauerstoffkonzentration in einem Ofen, umfassend: einleitend einen Schritt des Prüfens des Entweichens eines Inertgases in einem Durchlaufofen aus einer Ofenwand mit einem Lecksuchgerät, und wenn das Entweichen des Inertgases von dem Lecksuchgerät nachgewiesen wurde, einen Schritt des Abdichtens, um zu verhindern, dass an einer Leckstelle Luft aus einer Außenseite des Ofens in eine Innenseite des Ofens strömt; und danach Ausführen eines Verfahrens zur Herstellung eines keramischen Produktes, das Siliciumcarbid enthält, umfassend einen Schritt des Brennens eines Formkörpers aus einem Grünkörper, der Siliciumcarbid enthält, durch Transportieren des Formkörpers aus einem Einlass zu einem Auslass des Durchlaufofens, wobei der Durchlaufofen den Einlass, eine Heizzone, eine Kühlzone und den Auslass in dieser Reihenfolge umfasst, und die Atmosphäre in dem Ofen eine Inertgasatmosphäre ist.

11. Abdichtungsverfahren zum Reduzieren der Sauerstoffkonzentration in einem Ofen nach Anspruch 10, wobei der Schritt des Prüfens des Entweichens des Inertgases in dem Ofen aus der Ofenwand mit dem Lecksuchgerät zumindest an einer Stelle ausgeführt wird, an der eine Komponente in eine Durchgangsbohrung eingeführt ist, die in der Ofenwand ausgebildet ist und die Außenseite und die Innenseite des Ofens verbindet.

12. Abdichtungsverfahren zum Reduzieren der Sauerstoffkonzentration in einem Ofen nach Anspruch 10 oder 11, wobei der Schritt des Abdichtens die Verwendung eines Gummiringes umfasst.

Es folgen 4 Seiten Zeichnungen

Anhängende Zeichnungen

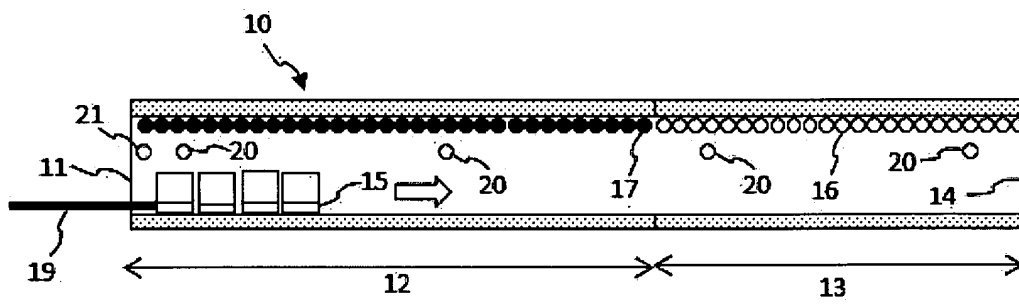


FIG. 1

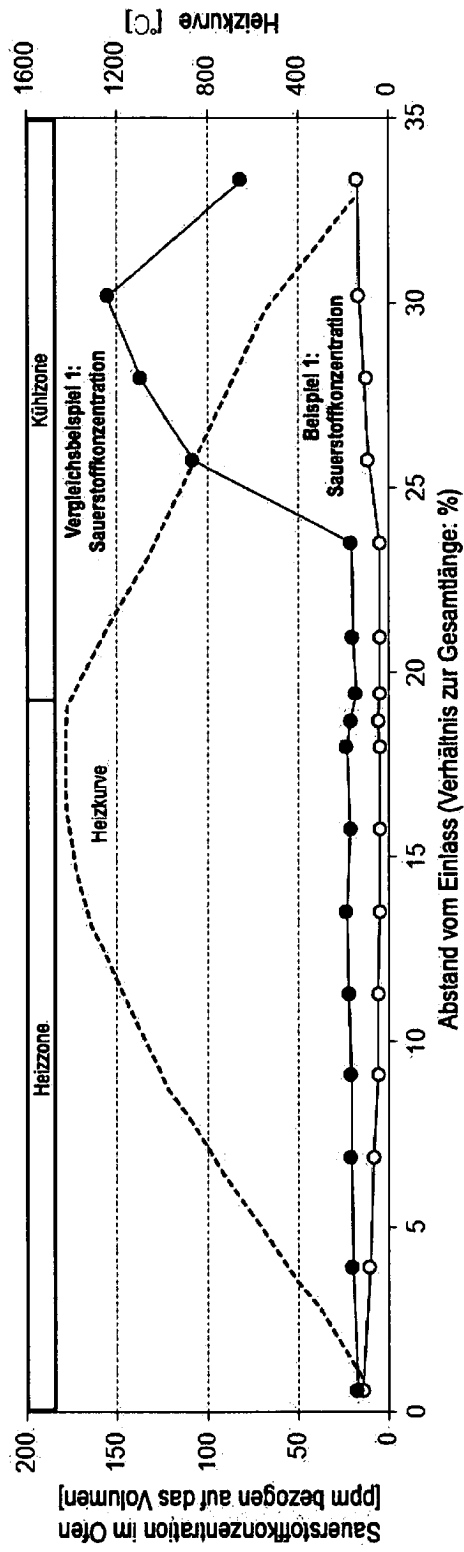


FIG. 2

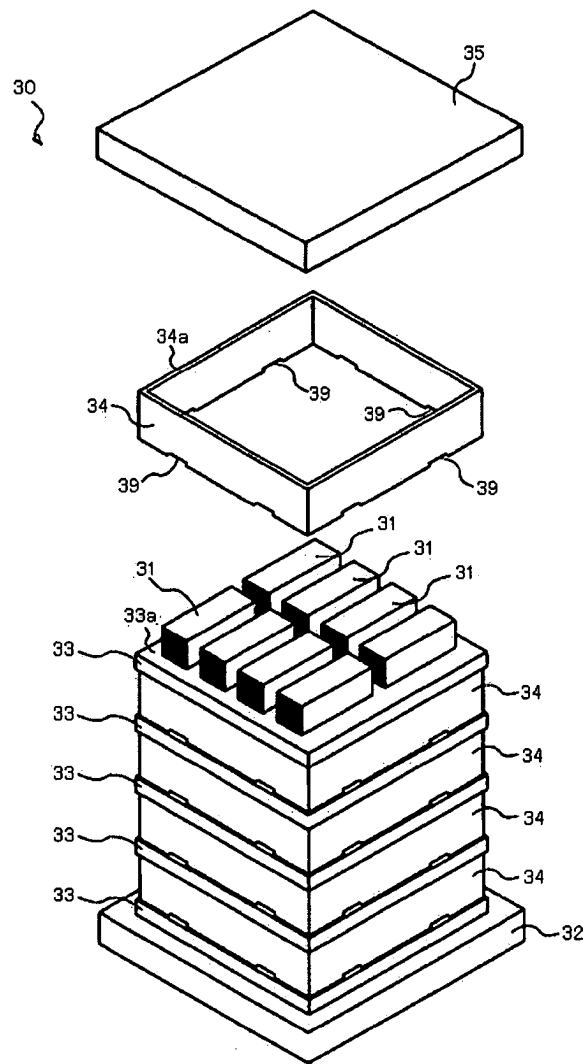


FIG. 3

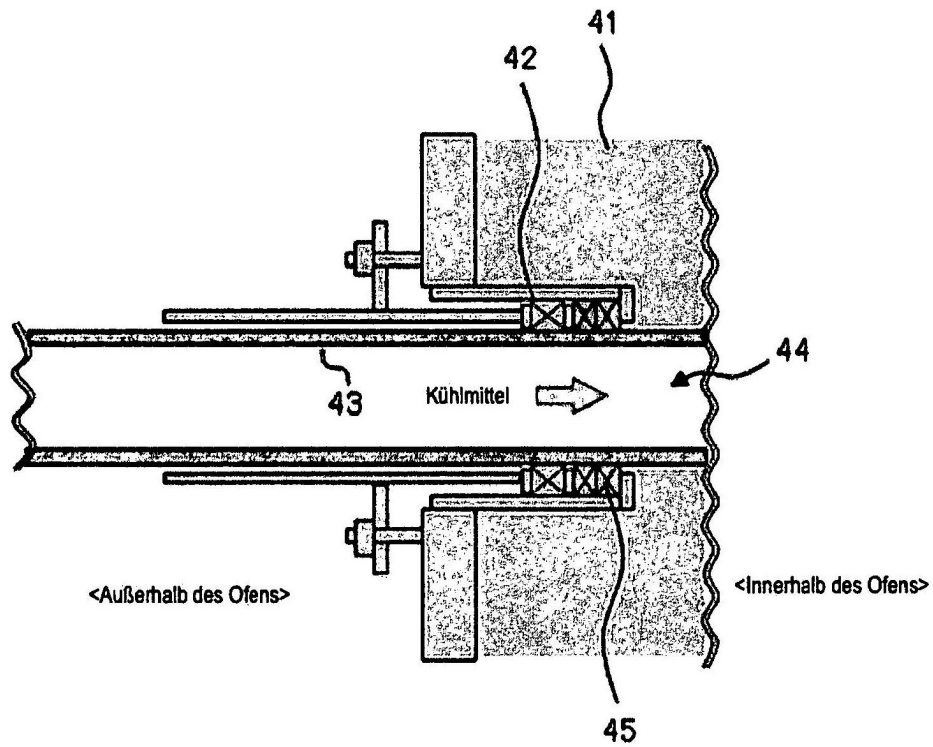


FIG. 4

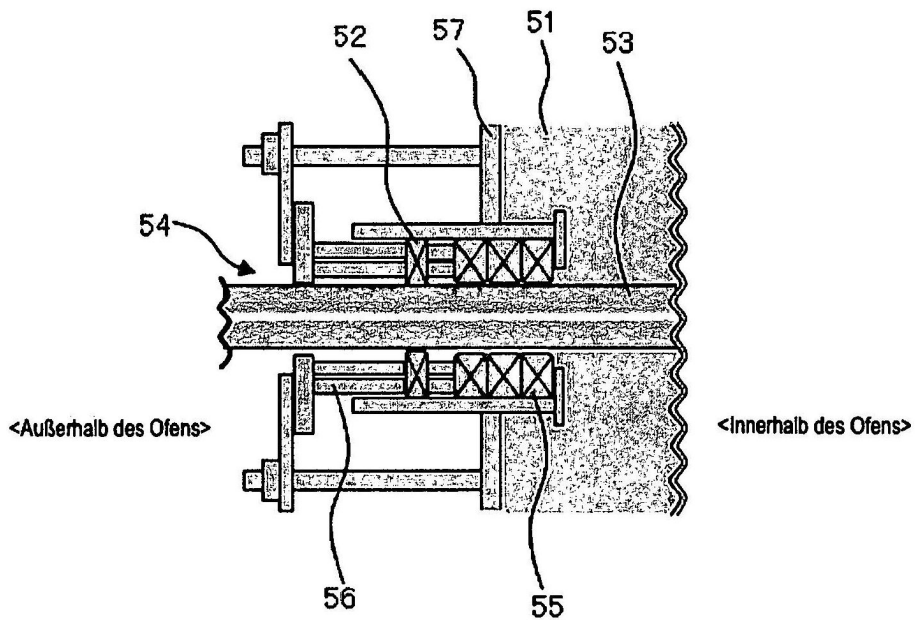


FIG. 5