



PATENTDIREKTORATET
TAASTRUP

- (21) Patentansøgning nr.: 0454/85
- (22) Indleveringsdag: 01 feb 1985
- (41) Alm. tilgængelig: 05 aug 1985
- (44) Fremlagt: 14 okt 1991
- (86) International ansøgning nr.: -
- (30) Prioritet: 04 feb 1984 DE 3403917

(51) Int.Cl.⁵ C 04 B 35/64
 C 04 B 35/56
 C 04 B 35/58

- (71) Ansøger: *Deutsche Forschungsanstalt fuer Luft- und Raumfahrt e.V.; Linder Hoehe; D-W-5000 Koeln 90, DE
- (72) Opfinder: Juergen *Heinrich; DE, Manfred *Boehmer; DE

(74) Fuldmægtig: Hofman-Bang & Boutard A/S

(54) Fremgangsmåde til formindskelse af porøsiteten af porøse keramiske formgenstande

(56) Fremdragne publikationer

derpå fordamper opløsningsmidlet,

dernæst sintres de herved fremkomne formgenstande i tilstrækkelig tid ved forhøjet temperatur i en atmosfære af beskyttende gas,

(57) Sammendrag:

derefter på i sig selv kendt måde underkaster de med en tætsintret overflade forsynede formgenstande for varm-isostatisk komprimering og til slut

fjerner de to kapsellag ad mekanisk vej.

454-85

Porøsiteten af porøse keramiske formgenstande med kompliceret form og vilkårlig størrelse formindskes ved en fremgangsmåde omfattende indkapsling med artsegne sintringsdygtige lag og påfølgende varmisostatisk presning, ved hvilken man danner et første kapsellag ved neddykning af de porøse keramiske formgenstande i en første suspension af et artsegent materiale, der ikke indeholder noget sintringshjælpemiddel, i et, fortrinsvis letflygtigt organisk opløsningsmiddel,

derpå fordamper opløsningsmidlet,

derefter danner et andet kapsellag ved neddykning af de herved fremkomne formgenstande i en anden suspension af et artsegent sintringsdygtigt materiale, der indeholder et eller flere sintringshjælpemidler, i et, fortrinsvis letflygtigt organisk, opløsningsmiddel,

DIN ILLUSTRATION

Den foreliggende opfindelse angår en fremgangsmåde til formindskelse af porøsiteten af porøse keramiske formgenstande med kompliceret form og vilkårlig størrelse ved indkapsling med beslægtede sintringsdygtige lag og påfølgende varmisostatisk presning.

Formlegemer af keramiske, ikke-oxidiske materialer, f.eks. siliciumnitrid, siliciumcarbid, bornitrid eller borcarbid, finder stadig større anvendelse. Sådanne formlegemer eller byggedele af keramiske materialer er som oftest porøse og kræver derfor en behandling til nedbringelse af porøsiteten.

En sådan nedbringelse af porøsiteten kan f.eks. tilvejebringes ved anvendelse af varmisostatisk presning. Da der ved varmisostatisk presning anvendes gas som trykoverføringsmiddel, skal de porøse keramiske legemer omgives med en gastæt kapsel før komprimeringen ved den varmisostatiske presning.

Da der kræves høje arbejdstemperaturer ved varmisostatisk presning af siliciumnitrid, siliciumcarbid, bornitrid og borcarbid, anvendes nu praktisk taget udelukkende glasarter med høj blødgøringsstemperatur, f.eks. rent kvartsglas, Vycor®- eller Duran®-glas som kapselmateriale.

Anvendelsen af glas som kapselmateriale er imidlertid behæftet med visse alvorlige ulemper. Ved de høje arbejdstemperaturer på over 1600 °C vil der foregå reaktioner mellem de keramiske formlegemer og den omgivende glas. Desuden har de nævnte glastyper alle betydeligt mindre udvidelseskoefficienter end de keramiske formlegemer. Dette medfører, at der optræder særdeles høje spændinger ved afkøling, der kan føre til fuldstændig ødelæggelse af formgenstandene. Endelig er det forbundet med store vanskeligheder at fjerne glaskapslen fra formgenstandene efter den varmisostatiske presning.

I DE-OS 30 47 237 beskrives en fremgangsmåde, ved hvilken disse ulemper elimineres, idet porøse legemer med kompliceret form af keramisk materiale, f.eks. turbineskovle, omhylles med et inert pressepulver, f.eks. bornitrid-pulver, hvorefter de indsmeltes i kvarts-kapsler til varmisostatisk presning. Bornitrid-pulveret hindrer reaktioner mellem kapselmaterialet og formgenstanden, således at der ikke optræder spændinger ved afkøling. Desuden kan kapslerne let fjernes efter den varmisostatiske presning. Denne fremgangsmåde er særdeles velegnet til fremstilling af turbineskovle.

Ønsker man imidlertid at formindske porøsiteten af større formgenstande, f.eks. turbolader-rotorer eller monolitiske turbinehjul, må man arbejde med særdeles store glasskapsler, der derfor bliver så kostbare, at fremgangsmåden ikke kan gennemføres på en økonomisk måde.

I DE-OS 28 11 986 beskrives en fremgangsmåde, ved hvilken der som udgangsmateriale anvendes en formgenstand af siliciumnitrid indeholdende et fortætningshjælpemiddel. I stedet for udtrykket fortætningshjælpemiddel anvendes inden for fagområdet ofte udtrykket sintringshjælpemiddel. Denne porøse genstand overtrækkes med en 25-250 μm tyk siliciumnitrid-hud. Ved en påfølgende opvarmning angives en del af fortætningshjælpemidlet at diffundere fra formlegemet ind i siliciumnitrid-huden. Derved skulle det blive muligt at tilvejebringe et tæt siliciumnitridlag ved yderligere temperaturbehandling, som kan udsættes for en højtryksatmosfære uden revnedannelse.

Denne fremgangsmåde udviser en række betydelige ulemper. Fra litteraturen, jfr. f.eks. G. Wötting, Dissertation, TU Berling 1983, side 9, Sallmang, Scholze, Die physikalischen und chemischen Grundlagen der Keramik, Springer-Verlag, Berlin, 1968, er det kendt, at diffusionshastighederne i såvel siliciumnitrid som siliciumcarbid, borni-

trid og borcarbid er ekstremt lave på grund af den høje andel af kovalente bindinger. Dette medfører, at der til diffusion af en til gennemsintring af overhuden nødvendig mængde sintrings- eller fortætningshjælpemiddel fra form-
5 delens indre til yderlaget kræves en diffusionstid på flere hundrede timer. En anden ulempe består i, at den formgenstand, hvis porøsitet skal formindskes, selv skal indeholde en stor mængde sintrings- eller fortætningshjælpemiddel, som imidlertid udøver en negativ indflydelse på materialets højtemperaturogenskaber.
10

Dette er uheldigt, da det netop er højtemperaturogenskaberne af siliciumnitrid, siliciumcarbid, bornitrid og borcarbid, der ikke indeholder sintrings- eller fortætningshjælpemiddel, der gør disse materialer så interessante til fremstilling af præcisionsformgenstande. I tilfælde, hvor højtemperaturogenskaberne ikke er de mest krævende, kan man dog anvende op til 4 vægt-% sintrings- eller fortætningshjælpemiddel.
15

Det er endvidere en ulempe, at den påførte siliciumnitrid-hud bliver en integral bestanddel af den færdige formgenstand. Ved fremstilling af præcisionsprodukter kan omtalte fremgangsmåde imidlertid kun vanskeligt opfylde de nødvendige krav til siliciummetalslikkerens homogenitet og udhælningsprocessens nøjagtighed samt til oprettholdelse af nitrideringstrinnet driftsbetingelser og diffusion af sintrings- eller fortætningshjælpemidlet. Der vil derfor blive fremstillet produkter med varierende mål.
20
25
30

Den til grund for opfindelsen liggende opgave går således ud på at tilvejebringe en fremgangsmåde til formindskelse af porøsiteten af porøse keramiske formgenstande med kompliceret form, ved hvilken formlegemerne ikke indeholder noget sintrings- eller fortætningshjælpemiddel, eller i påkommende tilfælde højst 4 vægt-% sådant, ved hvilken
35

udvidelseskoefficienterne for formgenstanden og kapslen er indbyrdes afstemt, og ved hvilken der ikke kan optræde nogen reaktion mellem materialet i kapslen og materialet i formgenstanden. Denne opgave løses ifølge opfindelsen ved en fremgangsmåde, ved hvilken de porøse keramiske formgenstande indkapsles med beslægtede sintringsdygtige lag og derpå underkastes varmisostatisk presning, hvilken fremgangsmåde er ejendommelig ved, at man danner et første kapsellag ved neddykning af de porøse keramiske formgenstande i en første suspension af et beslægtet materiale, der ikke indeholder noget sintringshjælpemiddel, i et, fortrinsvis letflygtigt organisk, opløsningsmiddel, derpå fordamper opløsningsmidlet, derefter danner et andet kapsellag ved neddykning af de herved fremkomne formgenstande i en anden suspension af et beslægtet sintringsdygtigt materiale, der indeholder et eller flere sintringshjælpemidler, i et, fortrinsvis letflygtigt organisk, opløsningsmiddel, derpå fordamper opløsningsmidlet, dernæst sintrer de herved fremkomne formgenstande i tilstrækkelig tid ved forhøjet temperatur i en atmosfære af beskyttende gas, derefter på i sig selv kendt måde underkaster de med en tætsintret overflade forsynede formgenstande en varmisostatisk komprimering og til slut fjerner de to kapsellag ad mekanisk vej.

De ved den her omhandlede fremgangsmåde indkapslede og derpå varmisostatisk pressede, oprindeligt porøse formgenstande består i første række af ikke-oxidiske keramiske materialer, f.eks. af siliciumnitrid, siliciumcarbid,

bornitrid eller borcarbid. Et særligt foretrukket materiale for formgenstandene er siliciumnitrid Si_3N_4 .

I forbindelse med den her omhandlede fremgangsmåde, er 5 fremstillingsmåden ved hvilken de porøse formgenstande fremstilles, helt vilkårlig. Ved den her omhandlede fremgangsmåde kan man f.eks. anvende formgenstande af ovennævnte materialer fremstillet ved sprøjtestøbning, slikkerstøbning eller under anvendelse af andre metoder samt 10 reaktionssintrede formgenstande. Grundmaterialerne indeholder fortrinsvis intet eller højst op til 4 vægt-% fortætningshjælpemiddel.

Til dannelse af det første kapsellag neddyppes de porøse 15 formgenstande i suspensioner af et beslægtet materiale, der ikke indeholder noget sintringshjælpemiddel, i et opløsningsmiddel. Ved beslægtede materialer forstås materialer, der ikke indgår i kemisk reaktion med materialet i formgenstanden, ikke giver anledning til mekanisk indgreb mellem formgenstanden og det første kapsellag, og 20 udviser stort set samme udvidelseskoefficient som materialet i formgenstanden.

Til dannelse af det første kapsellag anvendes fortrinsvis 25 det samme materiale, som det hvorefter den porøse keramiske formgenstand består. Således forsynes f.eks. siliciumnitrid-formgenstande fortrinsvis med et første kapsellag af siliciumnitrid, siliciumcarbid-formgenstande med et første kapsellag af siliciumcarbid osv.

30 De suspensioner, hvori de porøse keramiske formdele neddyppes, fremstilles ved suspension af det til fremstilling af det første kapsellag anvendte materiale i pulverform i et egnet opløsningsmiddel. Disse suspensioner indeholder 35 pulver og opløsningsmiddel i en sammensætning fra 30:70 og 70:30, angivet som vægt-%, fortrinsvis med en sammensætning af 50:50 vægt-%.

Alle opløsningsmidler, der let kan fjernes ved tørring på grund af et relativt højt damptryk, er i princippet egnede som opløsningsmiddel. Foretrukne opløsningsmidler til dette formål er organiske opløsningsmidler, f.eks. isopropanol.

Efter neddybningen af det porøse formlegeme i pulversuspensionen dannes der på grund af den porøse formgenstands sugenvirkning et pulverlag af det beslægtede materiale med en tykkelse på ca. 1 mm. Derpå fjernes opløsningsmidlet ved tørring. Dette kan foregå ved tørring i et tørreskab, f.eks. ved 110 °C, men man kan også anvende andre tørringsmetoder, f.eks. tørring i en varmluftstrøm eller ved tilstrækkelig lang henstand af den med et første kapsellag overtrukne formgenstand i luften ved stuetemperatur.

Ved en foretrukken udførelsesform for den her omhandlede fremgangsmåde påstøves desuden pulver af et beslægtet materiale på det første kapsellag, medens dette endnu indeholder opløsningsmiddel. Det beslægtede materiale indeholder heller intet sintringshjælpemiddel, og det adskiller sig kun fra det pulver, som er suspenderet i det anvendte opløsningsmiddel, i henseende til kornstørrelse. De påstøvede pulverbestanddele hæfter til det endnu fugtige første kapsellag, absorberer opløsningsmiddel og bidrager ved en forøgelse af overfladen til en hurtigere afdampning af opløsningsmidlet allerede ved lave temperaturer.

I næste procestrin fremstilles et andet kapsellag ved neddybning af de med et første kapsellag overtrukne formgenstande i en anden suspension af et beslægtet sintringsdygtigt materiale, der indeholder et eller flere sintringshjælpemidler i et opløsningsmiddel. Ved beslægtede materialer forstås i denne sammenhæng - som ovenfor - keramiske ikke-oxidiske materialer, der ikke indgår i kemiske reaktioner med materialet i formgenstanden, ikke

går i mekanisk indgreb med de forskellige lag og ikke udviser udvidelseskoefficienter forskellige fra materialet i formgenstanden. Eksempler på sådanne materialer er siliciumnitrid, siliciumcarbid, bornitrid og borcarbid.

5

Som materiale til det andet kapsellag anvendes fortrinsvis det samme materiale, som er anvendt ved fremstilling af formgenstanden og det første kapsellag. Et særligt foretrukket materiale til det andet kapsellag er siliciumnitrid.

10

De til påføring af det andet kapsellag anvendte suspensioner udviser et faststofindhold på fra 30 til 70 vægt-%, fortrinsvis på 50 vægt-%, idet resten af suspensionen består af opløsningsmiddel. På tale som opløsningsmiddel kommer igen alle de opløsningsmidler, der er let flygtige på grund af et højt damptryk. Foretrukne opløsningsmidler er også i dette tilfælde organiske opløsningsmidler, f.eks. isopropanol.

20

Faststofandelen i de til påføring af det andet kapsellag anvendte suspensioner udviser en andel af det beslægtede sintringsdygtige materiale på 50-99 vægt-% samt en andel af sintringsadditiver på 1-50 vægt-%.

25

Arten og andelen af sintringsadditivet i det faste materiale i pulversuspensionen afhænger af arten af det til det andet kapsellag anvendte materiale. Ved anvendelse af siliciumnitrid tilsættes f.eks. 5-15 vægt-% MgO og 2-10 vægt-% Al_2O_3 eller 5-15 vægt-% Y_2O_3 og 2-10 vægt-% Al_2O_3 eller 5-15 vægt-% Ce_2O_3 og 2-10 vægt-% Al_2O_3 , idet procentangivelserne refererer til mængden af den pågældende forbindelse i suspensionens faststofandel. Faststofandelen af siliciumcarbid-suspensioner indeholder 1-5 vægt-% C og 1-5 vægt-% B eller aluminium eller beryllium eller forbindelser af disse. Faststofandelen af bornitrid-suspensioner indeholder 10-20 vægt-% B_2O_3 med 2-7 vægt-% Al

35

eller 2-7 vægt-% AlN eller 1-3 vægt-% Ca, og faststofandelen i borcarbid-suspensioner indeholder 10-50 vægt-% Al eller Ti eller Si.

- 5 Suspensionerne til det andet kapsellag påføres helt analogt med suspensionerne til det første kapsellag, og derpå tørres det andet lag på tilsvarende måde.

10 Afhængigt af den samlede porøsitet af den behandlede formgenstand af porestørrelsen af det deri indgående materiale kan man om ønsket gentage arbejdsgangen med neddykning i den anden suspension med påfølgende fordampning af opløsningsmidlet en eller flere gange. Hvis formgenstanden udviser en ringe porestørrelse kan gentagelse
15 undgås, således at det andet kapsellag kun påføres en gang, men med stigende porestørrelse påføres flere lag af det sintringshjælpemiddelholdige materiale. På grund af materialeforbruget og de hver gang nødvendige tørringsoperationer påføres imidlertid kun så få sintringsmiddelholdige lag som muligt, fortrinsvis kun et. Ved en anden foretrukken udførelsesform for den her omhandlede fremgangsmåde gennemføres tørringen af det andet kapsellag
20 umiddelbart i trykovnen, hvori den påfølgende sintring og den varmisostatisk presning gennemføres. I dette tilfælde kan der arbejdes med et mindre vakuum ved tørringen
25 (1,33 Pa).

De således fremstillede formgenstande sintres i næste procestrin ved forhøjet temperatur i en atmosfære af beskyttende gas. På tale som beskyttende gas kommer næsten
30 udelukkende nitrogen eller argon.

Sintringstemperaturen afhænger af materialet i det andet kapsellag. Når der arbejdes med siliciumnitrid udgør den
35 1700-2000 °C, når der arbejdes med siliciumcarbid 1900-2200 °C, når der arbejdes med bornitrid 1750-2100 °C, og når der arbejdes med borcarbid 2000-2300 °C.

Den tid, ved hvilken de med kapsellag overtrukne formgenstande holdes ved den angivne temperatur, er sædvanligvis relativt kort, den udgør ca. 10 minutter. Ved de angivne procesbetingelser sintres det yderste kapsellag, som indeholder et eller flere sintringshjælpemidler, til et tæt materiale. Det første kapsellag, der ikke indeholder noget sintringshjælpemiddel, forhindrer herunder reaktioner mellem formgenstanden og det gastætte i næste processtrin trykoverførende andet kapsellag. For at spare tid og energi til opvarmning af ovnen gennemføres tryksintringen af det andet kapsellag fortrinsvis i den trykovn, hvori den med to kapsellag overtrukne formgenstand derpå underkastes varmisostatisk presning. Ved begyndelsen af den varmisostatiske presning forøger man i dette tilfælde blot gastrykket, idet temperaturen indstilles på den værdi, der skal anvendes ved den varmisostatiske presning.

Temperatur og tryk ved den varmisostatiske presning afhænger ligeledes af materialet i formgenstanden og i kapsellagene. Den varmisostatiske presning foregår ved anvendelse af siliciumnitrid ved et tryk på 30-300 MPa og en temperatur på 1600-2000 °C, ved anvendelse af siliciumcarbid ved 30-300 MPa og en temperatur på 1800-2200 °C, ved anvendelse af bornitrid ved 10-300 MPa og en temperatur på 1700-2100 °C og ved anvendelse af borcarbid ved 10-300 MPa og 1900-2300 °C.

Som trykoverførende gas til den varmisostatiske presning foretrækkes argon.

Til sidst fjernes de to kapsellag ad mekanisk vej. Dette sker delvis allerede derved, at dele af kapslen springer af ved afkøling af den færdigbehandlede formgenstand. De resterende kapselfragmenter fjernes derpå ved sandblæsning.

Ved den her omhandlede fremgangsmåde fremstilles formgenstande med fremragende egenskaber og eksakt forbestemte mål. En særlig fordel ved den her omhandlede fremgangsmåde består i, at den lige godt lader sig anvende til behandling af enkelt opbyggede og komplicerede formgenstande med forskellige dimensioner. Ved anvendelse af den her omhandlede fremgangsmåde stilles der således ingen krav i henseende til formgenstandens dimensioner eller kompleksiteten af dennes form.

10

I det følgende illustreres opfindelsen nærmere ved en række eksempler.

EKSEMPEL 1

15

Som udgangsmateriale anvendtes turbineskovle af porøst reaktionssintret siliciumnitrid indeholdende 4 til 0 vægt-% fortætningshjælpemiddel (sintringshjælpemiddel: yttriumoxid), hvis totalporøsitet udgjorde ca. 20%. Til påføring af det første lag blev disse formgenstande neddyppet i en suspension bestående af 50 vægt-% siliciumnitridpulver og 50 vægt-% isopropylalkohol. Siliciumnitridpulveret i denne suspension indeholdt intet sintringshjælpemiddel. Ved sugevirkningen hos den porøse formgenstand dannedes et ca. 1 mm tykt siliciumnitridpulverlag på overfladen. Derpå blev alkoholen fjernet i et tørreskab ved 110 °C.

25

Den herved fremkomne, med et første lag overtrukne formgenstand blev derpå neddyppet i en anden suspension, hvis faststofandel bestod af 80 vægt-% siliciumnitrid, 15 vægt-% yttriumoxid og 5 vægt-% aluminiumoxid. Ved sugevirkningen hos den porøse formgenstand dannedes herved på det første lag, som bestod af rent siliciumnitridpulver, et andet lag, som indeholdt fortætningshjælpemiddel. Alkoholen blev påny fjernet ved tørring i et tørreskab ved 110 °C. Derpå blev der fremstillet et gasuigennemtrænge-

30

35

ligt yderlag, idet disse formgenstande blev sintret i 10 minutter ved 1820 °C i nitrogenatmosfære. Derpå blev disse formgenstande underkastet varmisostatisk presning ved 1750 °C ved et tryk på 200 MPa i argonatmosfære. Derpå fjernedes den gastætte indkapsling ved sandblæsning.

EKSEMPEL 2

Som udgangsmateriale anvendtes turbineskovle af porøst reaktionssintret siliciumnitrid indeholdende 4 til 0 vægt-% magnesiumoxid som fortætningshjælpemiddel. Totalporøsiteten udgjorde ca. 20%.

Det første lag bestående af siliciumnitridpulver uden fortætningshjælpemiddel blev påført som beskrevet i eksempel 1.

Denne formgenstand blev derpå neddyppet i en anden suspension, hvis faststofandel bestod af 85 vægt-% siliciumnitrid, 12 vægt-% magnesiumoxid og 3 vægt-% aluminiumoxid. Tørringen gennemførtes som beskrevet i eksempel 1.

Til fremstilling af et gasuigennemtrængeligt yderlag blev disse formgenstande derpå sintret i 20 minutter ved 1800 °C i nitrogenatmosfære. Den varmisostatisk presning samt fjernelsen af den gastætte indkapsling foregik som beskrevet i eksempel 1.

EKSEMPEL 3

Som udgangsmateriale anvendtes turbolader-rotorer fremstillet ved sprøjttestøbning af siliciumnitridpulver indeholdende 4 til 0 vægt-% yttriumoxid som fortætningshjælpemiddel. Totalporøsiteten var her ca. 40%. Det første lag blev påført som beskrevet i eksempel 1.

De med det første lag forsynede formgenstande blev derpå neddyppet i en anden suspension, hvis faststofandel bestod af 80 vægt-% siliciumnitrid, 15 vægt-% yttriumoxid og 5 vægt-% aluminiumoxid. På grund af den større poreandel og den deraf betingede større porestørrelse af udgangsmaterialet var det nødvendigt at gentage nævnte neddyppningsoperation 3 gange. Mellem hver neddyppningsoperation blev der gennemført intensiv tørring, da de påførte lag ellers gik fra hinanden under tørringen.

10

Til fremstilling af et gasuigennemtrængeligt yderlag sintredes disse formgenstande nu som beskrevet i eksempel 1 i 10 minutter i nitrogenatmosfære ved 1820 °C. Den påfølgende varmisostatisk presning og sandblæsningen af indhylningen foregik som beskrevet i ovennævnte eksempler.

15

EKSEMPEL 4

Som udgangsmateriale anvendtes turbolader-rotorer fremstillet ved sprøjtstøbning af siliciumnitridpulver indeholdende 4 til 0 vægt-% magnesiumoxid som fortætningshjælpemiddel. Totalporøsiteten udgjorde ca. 40%.

20

Det første lag blev påført som beskrevet i eksempel 1.

25

Disse formlegemer blev derpå neddyppet i en anden suspension, hvis faststofandel som i eksempel 2 bestod af 85 vægt-% siliciumnitrid, 12 vægt-% magnesiumoxid og 3 vægt-% aluminiumoxid. Også denne neddyppningsoperation blev gentaget tre gange, hver gang efterfulgt af tørring.

30

Påsintringen af dette yderlag foregik som beskrevet i eksempel 2 ved 1800 °C, og den påfølgende varmisostatisk presning og sandblæsning af yderlaget foregik som beskrevet i de foregående eksempler.

35

EKSEMPEL 5

Som udgangsmateriale anvendtes turbineskovle af sprøjte-
støbt siliciumnitridpulver indeholdende 2 vægt-% carbon
5 og 2 vægt-% bor. Totalporøsiteten var ca. 40%. Til påfø-
ring af det første lag blev disse formgenstande neddyppet
i en suspension bestående af 50 vægt-% siliciumcarbidpul-
ver og 50 vægt-% isopropylalkohol. Siliciumcarbidpulveret
i denne første suspension indeholdt intet fortætnings-
10 hjælpemiddel. Ved sugevirkningen hos de porøse formgen-
stande dannedes et ca. 1 mm tykt siliciumcarbidpulverlag
på formgenstandenes overflade. Alkoholen blev fjernet ved
tørring i et tørreskab ved 110 °C.

Derpå blev de med et første lag overtrukne formgenstande
neddyppet i en anden suspension, hvis faststofandel be-
stod af 94 vægt-% siliciumcarbid og 3 vægt-% bor og 3
vægt-% carbon. Denne neddypningsoperation blev som i
eksempel 4 gentaget tre gange til tilvejebringelse af et
20 tilstrækkeligt tykt lag. Årsagen til denne tredobbelte
neddykning var den høje porøsitet hos udgangsmaterialet
og de deraf forårsagede store porer.

Til fremstilling af et gasuigennemtrængeligt yderlag blev
25 disse formgenstande sintret i 30 minutter ved 2100 °C.
Derpå underkastedes disse formgenstande varmisostatisk
presning ved 2050 °C og et tryk på 200 MPa i argonatmos-
fære.

30 Det gastætte overtræk blev derpå fjernet ved sandblæs-
ning.

De ved den her omhandlede fremgangsmåde fremstillede pro-
dukter er endvidere illustreret på tegningen, som skema-
35 tisk viser en porøs formgenstand forsynet med et første
og et andet kapsellag.

P a t e n t k r a v :

1. Fremgangsmåde til formindskelse af porøsiteten af porøse keramiske formgenstande med kompliceret form og vilkårlig størrelse ved indkapsling med beslægtede sintringsdygtige lag og påfølgende varmisostatisk presning, k e n d e t e g n e t ved, at man danner et første kapsellag ved neddykning af de porøse keramiske formgenstande i en første suspension af et beslægtet materiale, der ikke indeholder noget sintringshjælpemiddel, i et, fortrinsvis letflygtigt organisk opløsningsmiddel,

derpå fordamper opløsningsmidlet,

15

derefter danner et andet kapsellag ved neddykning af de herved fremkomne formgenstande i en anden suspension af et beslægtet sintringdygtigt materiale, der indeholder et eller flere sintringshjælpemidler, i et, fortrinsvis letflygtigt organisk opløsningsmiddel,

20

derpå fordamper opløsningsmidlet,

25

dernæst sintrer de herved fremkomne formgenstande i tilstrækkelig tid ved forhøjet temperatur i en atmosfære af beskyttende gas,

30

derefter på i sig selv kendt måde underkaster de med en tætsintret overflade forsynede formgenstande for varmisostatisk komprimering og til slut

fjerner de to kapsellag ad mekanisk vej.

35

2. Fremgangsmåde ifølge krav 1, k e n d e t e g n e t ved, at de porøse keramiske formgenstande består af ikke-oxidiske keramiske materialer, fortrinsvis siliciumnitrid, siliciumcarbid, bornitrid eller borcarbid.

3. Fremgangsmåde ifølge krav 1 og 2, k e n d e t e g -
n e t ved, at man ved fremstillingen af henholdsvis
første og andet kapsellag anvender suspensioner bestående
af 30-70 vægt-% fast materiale og 70-30 vægt-% opløs-
ningsmiddel, hvorhos vægtforholdet mellem fast stof og
5 opløsningsmiddel fortrinsvis er 1:1.

4. Fremgangsmåden ifølge krav 3, k e n d e t e g n e t
ved, at man som fast materiale til fremstilling af det
10 første kapsellag og/eller som sintringsdygtigt materiale
til fremstilling af det andet kapsellag anvender pulver-
formet materiale af samme art som det, hvoraf de porøse
keramiske formdele er fremstillet.

5. Fremgangsmåde ifølge krav 3 og 4, k e n d e t e g -
n e t ved, at man som fast materiale/sintringsdygtigt
materiale til opbygning af første/andet kapsellag anven-
der siliciumnitrid, siliciumcarbid, bornitrid eller bor-
carbid.

6. Fremgangsmåde ifølge ethvert af kravene 1-5, k e n -
d e t e g n e t ved, at man overtrækker det endnu fugti-
ge første kapsellag med et pulverformet sintringsdygtigt
materiale med en kornstørrelse, der overstiger kornstør-
25 relsen af materialet i første kapsellag, hvorhos man for-
trinsvis anvender samme materiale til første kapsellag og
det tørt påførte lag.

7. Fremgangsmåde ifølge ethvert af kravene 1-6, k e n -
d e t e g n e t ved, at det faste materiale i den anden
suspension består af 50-99 vægt-% af et sintringsdygtigt
pulverformet materiale og 1-50 vægt-% af et eller flere
30 sintringshjælpemidler.

8. Fremgangsmåde ifølge ethvert af kravene 1-7, k e n -
d e t e g n e t ved, at man, eventuelt flere gange, gen-
tager de procestrin, hvor man påfører det andet kapsellag

indeholdende et eller flere sintringshjælpemidler og tørrer.

5 9. Fremgangsmåde ifølge ethvert af kravene 1-8, k e n -
d e t e g n e t ved, at der anvendes nitrogen som beskyttende gas ved sintringen.

10 10. Fremgangsmåde ifølge ethvert af kravene 1-9, k e n -
d e t e g n e t ved, at der sintres i et tidsrum på fortrinsvis 10 minutter.

15

20

25

30

35

