

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C23C 16/04 (2006.01)

C23C 16/455 (2006.01)

C04B 41/45 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 03800297.3

[45] 授权公告日 2006 年 3 月 8 日

[11] 授权公告号 CN 1244714C

[22] 申请日 2003.1.14 [21] 申请号 03800297.3

[30] 优先权

[32] 2002.1.15 [33] FR [31] 02/00412

[86] 国际申请 PCT/FR2003/000097 2003.1.14

[87] 国际公布 WO2003/060183 法 2003.7.24

[85] 进入国家阶段日期 2003.11.21

[71] 专利权人 SNECMA 固体燃料推进器公司

地址 法国勒海利安塞得克斯

[72] 发明人 布鲁诺·贝尔纳 斯特凡娜·古雅尔

塞巴斯蒂安·贝特朗

审查员 田丽丽

[74] 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

代理人 王永建

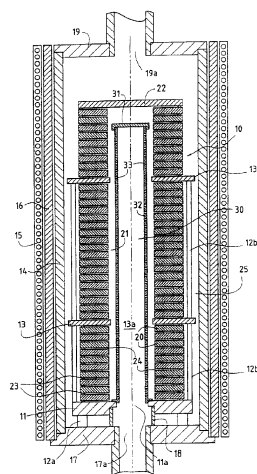
权利要求书 2 页 说明书 10 页 附图 7 页

[54] 发明名称

用于通过化学气相渗透使基底致密化的方法和装置

[57] 摘要

本发明涉及一种用于通过化学气相渗透对多孔基底进行致密化的方法。本发明的方法包括：将需致密化的多孔基底装载到一个围罩(10)的装载区中；对前述围罩的内部空间加热；以及经过一个位于其一端的入口将反应气体引入所述围罩中。在与位于装载区中的基底(20)接触之前，至少部分地通过使进入到围罩中的反应气体穿过一个与气体入口相连的导管(30)的方式对该反应气体预热。所述导管延伸穿过装载区，并且被加热至所述围罩的内部温度。预热的反应气体由一个或多个沿着导管侧壁(32)的长度设置的开口(33)输送到装载区中。



- 1、一种通过化学气相渗透使多孔基底致密化的方法，该方法包括：
将待致密化的多孔基底装入一个围罩的装载区中；对围罩的内部加热；
5 通过一个位于其一端的入口将一反应气体引入到该围罩中；在反应气体已经进入到围罩中之后且与位于装载区中的部件接触之前对反应气体进行预热，

其特征在于，至少部分地通过使反应气体经过一个与该气体入口相连且伸过加载区的导管的方式对允许进入围罩的反应气体进行预热，所述导管被加热至围罩内部的温度，并且被预热的反应气体通过沿其长度
10 形成于导管侧壁上的一个或多个开口分配到装载区中。

2、如权利要求1所述的方法，其特征在于，该反应气体经由一个或多个沿纵向延伸穿过导管侧壁的缝隙进行分配。

3、如权利要求1所述的方法，其特征在于，该反应气体经由多个贯穿导管侧壁而形成的穿孔进行分配。
15

4、如权利要求1至3中任何一项所述的方法，其特征在于，该反应气体沿着所述导管流动，且与形成热交换表面并在导管内延伸的壁部接触。

5、根据权利要求1至3中任何一项所述的方法，用于对作为至少一个垂直叠层置于装载区中的环形基底进行致密化，该方法的特征在于，允许进入围罩的反应气体通过一个在该叠层内垂直延伸的导管被预热并分配
20 到围罩中。

6、如权利要求5所述的方法，其特征在于，该反应气体经由形成于导管侧壁中的开口单独地进行分配。

7、一种用于通过化学气相渗透使多孔基底致密化的装置，该装置包括：一个围罩，在该围罩内具有一个用于装载待致密化的基底的区域；
25

一个确定出该围罩并与用于加热该围罩的机构相关联的接受器；一个位于围罩一端的反应气体入口；一个位于围罩内部以用于对反应气体进行预热的机构，

该装置的特征在于，一个导管与围罩内的反应气体入口相连，并且
5 延伸穿过装载区域，该导管沿其长度设有横向开口，该开口向着装载区敞开，以便将反应气体分配到其中。

8、如权利要求7所述的装置，其特征在于，所述开口呈至少一个纵向缝隙的形式。

9、如权利要求8所述的装置，其特征在于，所述导管的壁部由多个
10 相互之间留有纵向缝隙的面板构成。

10、如权利要求7所述的装置，其特征在于，所述开口呈沿导管分布的穿孔的形式。

11、如权利要求8至10中任何一项所述的装置，其特征在于，所述壁部设置在导管的内侧。

12、如权利要求11所述的装置，其特征在于，所述内侧壁部呈相互
15 之间留有间隙的纵向面板的形式。

用于通过化学气相渗透使基底致密化的方法和装置

5 技术领域

本发明涉及一种化学气相渗透技术。本发明的应用领域是使多孔基底致密化，特别是通过利用一基体使纤维基底致密化的方式制成复合材料部件。

10 背景技术

在传统方式中，通过化学气相渗透对基底致密化的方法包括以下步骤：将待致密化的多孔基底装入一个围罩的装载区中；对围罩的内部加热；通过一个位于其一端的入口将一反应气体或试剂气体（reagent gas）引入到该围罩中；在反应气体已经进入围罩中之后且与位于装载区中的
15 部件接触之前，对反应气体进行预热。

围罩内部的温度和压力被选择，以便使反应气体扩散进入到基底的孔中，并通过反应气体的一种或多种成分的分解或者通过多种成分的反应沉积到构成基体的材料中。

通常，反应气体以从一个位于围罩内部且与反应气体入口相通的预
20 热区通过的方式预热。传统的预热区包括多个相互叠置且被加热到围罩内部温度的穿孔板。

对反应气体预热的目的是，当其进入到装载区时，确保其温度尽可能地接近形成所需基体所需要的温度。当反应温度通常在1000℃、以便形成热解碳或陶瓷基体时，使反应气体仅比所需温度低几十摄氏度对于
25 致密化率和沉积基体材料的微观结构具有显著的效果。

这一点已经在对堆叠放置的基底进行致密化的情况下被发现，特别是对于用于制造由复合材料制成的刹车盘的环形基底而言更是如此。在US 5 904 957和EP 0 792 385中描述了对叠置的环形基底进行致密化的方法和装置。借助位于围罩底部的反应气体入口，允许从预热区而来的反应气体进入到由叠置的环形基底构成且在预热区上方的加载区中垂直延伸的叠层的内部空间。在位于叠层底部的基底和其它基底之间可观察到致密化的梯度，反应气体的预热越不充分，则该梯度越大。

通过增加预热区的容积可以解决这一问题。然而，对于给定的总围罩容积，这将会减少可用于装载基底的空间。不幸的是，利用化学气相渗透进行致密化的工艺实施起来时间长且非常昂贵，因此这种装置需要充分利用其装载能力。

另外，到达叠层顶部的反应气体已经经过了整个高度并已经陈化，从而位于叠层顶部的基底将接受到成分可能与正进入装载区的反应气体不同的反应气体。这也会带来致密化特性的不同。

发明内容

本发明的目的是提供一种方法，该方法能够改善反应气体的分配和预热，更一般地说能够减小位于装载区中不同位置上的基底之间的致密化梯度，并可以在不减小装载能力而且甚至可以增加装载能力的情况下加以实现。

这一目的是通过由说明书的引言部分所限定的方法来实现的，其中至少部分地通过使反应气体经过一个与气体入口相连且伸过加载区的导管的方式对允许进入围罩的反应气体进行预热，所述导管被加热至围罩内部的温度，并且被预热的反应气体通过沿其长度形成于导管侧壁上的一个或多个开口分配到装载区中。

因此,所述导管同时用于对反应气体进行预热和将其分配到装载区中。

反应气体可以经由一个或多个沿纵向延伸穿过导管侧壁的缝隙进行分配。

5 在一个变型例中,可以经由多个贯穿导管侧壁而形成的穿孔将反应气体分配到围罩中。

为了增强预热效果,有利的是,反应气体在导管内流动,同时与形成延伸到导管内部中的热交换器表面的壁部接触。

10 当对置于装载区中的至少一个垂直叠层中的环形基底进行致密化时,进入围罩中的反应气体以沿着在叠层内垂直延伸的导管通过的方式有利地被预热和分配。

然后,优选经由形成于导管侧壁中的开口单独地对反应气体进行分配。

本发明的另一个目的是提供一种能够实现上述方法的装置。

15 这一目的是由下述装置实现的,该装置包括:一个围罩,在该围罩内具有一个用于装载将被致密化的基底的区域;一个确定出该围罩并且与用于加热该围罩的机构相关联的接受器(基座);一个位于围罩一端的反应气体入口;以及位于围罩内部、用于对反应气体进行预热的机构,其中,一个导管与围罩内的反应气体入口相连并且延伸穿过装载区域,
20 该导管沿其长度设有多个横向开口,该横向开口向着装载区敞开,以便将反应气体分配到其中。

在一个实施例中,所述开口采取至少一个纵向缝隙的形式。于是,导管的壁部可以由多个相互之间留有纵向间隙的面板构成。

在另一个实施例中,所述开口采用沿导管分布的穿孔的形式。

优选地，在导管内设置有壁部。于是，这些内侧壁部可以采取相互之间留有一定间隙的纵向面板的形式。

附图说明

5 通过阅读以非限定性指导的方式给出的下述说明和参照附图，将会更好地理解本发明，其中：

图1是表示在本发明的一个实施例中通过化学气相渗透进行致密化的装置的示意性正面剖视图。

10 图2是特别地以放大比例示出了在图1的装置中用于对反应气体进行预热和分配的导管的部分剖视图；

图3是用于对反应气体进行预热和分配的导管的一个变型实施例的剖视图；

图4是通过化学气相渗透进行致密化的现有技术的装置的一个实施例的正面剖视图；

15 图5是表示用于预热和分配反应气体的导管的另一个实施例的正视图；

图6是图5的导管的剖视图；

图7是表示构成本发明另一个实施例的通过化学气相渗透进行致密化的装置的示意性正面剖视图。

20 图8和图9是表示本发明的装置的另一种应用的示意性正视图。

具体实施方式

图1是包含有多孔基底20的装料的围罩10的示意图。举例而言，基底20为由预先致密化的预成型坯构成的碳纤维预成型坯或坯料，该成型坯

或坯料用于通过利用热解碳基体进行致密化来制造碳/碳（C/C）复合材料的刹车盘。

所述装料以基底叠层的形式布置，从而确定出一个由垂直对齐的基底中的中心通道形成的内部空间21。所述叠层由支撑在腿部12a上的一底部支撑板11承载。它可以由被一个或多个中间支撑板13相互分开的多个叠置部分制成。板11设有一个开口11a，该开口11a与穿过基底20的中心通道和中间板13中的开口13a轴向对齐。在其顶部，基底叠层设有一个封闭内部空间21的盖22。支撑板11经由立柱或支柱12b支撑板13。

每个基底20与相邻的基底分离开，并且借助一个或多个分隔件23与相邻的板11或13或者盖22分离开预定的间隙24（参见图1和2）。径向设置的分隔件23例如被布置成形成通道，该通道将内部空间21与位于围罩内及叠层外的外部空间25连通起来。

如在US 5 904 957中所公开的那样，以使空间21和25之间的压力平衡的方式设定留在间隔件23之间的通道的尺寸。在一个变型例中，如法国专利申请No. 01/03004中所述，它们可以构成设有一个较小的流动截面的泄漏通道，以便允许在空间21和25之间存在压力梯度。

利用一个接受器14对围罩加热，该接受器确定出所述围罩的侧面。举例而言，加热板由一个与感应线圈15感应耦合的电感器构成。该线圈15围绕着所述围罩，并且由一个热绝缘壁16与接受器14分隔开。在一个变型例中，可以利用热耦合在其中的电阻对接受器加热。

包含一种或多种作为碳前体的成分的反应气体通过一个形成于围罩底部17中的开口17a被引入到围罩中。该前体为气态碳氢化合物，典型地为甲烷、丙烷或其混合物。在底部17和板12之间的间隙中，由一个将开口17a和11a相互连接起来的圆柱形壁18引导反应气体。

一个垂直管状导管30具有与开口11a相连的底端，并且在空间21内垂直延伸至基底叠层的顶部附近。在其顶端，用一个盖子31封闭导管30。该导管30可以由端部相互连接起来的多个部分制成，以便使其以模块化的方式建立起来。

5 在图1和2所示的例子中，导管30的侧壁32设有多个呈穿孔形式的开口33，所述开口33沿着导管30的长度并绕其轴线分布。

因此，进入到围罩中的反应气体通过从导管30中的开口33穿过而分配到内部空间21中，并且通过扩散穿过基底20并穿过间隔件23之间留下的通道从空间21进入到空间25。经由贯穿围罩的盖19而形成且与抽吸机
10 构（未示出）相连的开口19a将剩余气体抽出围罩10。

导管30不仅用于在叠层的整个高度上分配反应气体，而且对该气体进行预热，该导管30被升高至围罩内部所具有的温度。

为了提高预热效果，可以在导管30内设置内部热交换器壁。在图3
15 的实施例中，这些内壁采用绕导管的轴线分布且相互之间留有间隙36的多个纵向面板35的形式。

导管30、盖31和任何内壁35均例如由石墨制成。也可以采用其它材料，例如C/C复合材料。围罩10的壁14、17、19优选由石墨制成。板11、13、罩22、分隔件23和壁18例如由石墨或C/C复合材料制成。

与在反应气体入口和支撑叠层的板11之间具有预热区1的现有技术
20 的装置（参见图4）相比，图1和图2的装置不具有预热区，从而提供了显著增强的装载能力。与图4所示的带有预热区和相互叠置且占据装置内部相当大空间的穿孔板2的装置相比，在板11上方延伸的围罩10的装载区更大。

然而，从本发明的上下文中可以看出，也可以存在一个预热区，该
25 预热区可以比现有技术装置的预热区小。

导管30的直径可以足够大，以便能够提供用于热交换的很大区域，同时与基底20的叠层间隔开。

图5和图6表示一变型例的用于对反应气体进行预热和分配的导管40，其可以替代图1和2的装置中的导管30。

5 导管40的侧壁42具有延伸于整个导管长度上的纵向缝隙式的开口43，该导管在其顶端由一个盖41盖住。在该例子中，缝隙43被表示为呈直线式，并且绕着导管40的轴线规则地分布。

10 缝隙43由构成导管40的侧壁42的纵向面板44之间的间隙形成。用于热交换目的的附加内壁被置于导管40内部。如图3的实施例所示，这些内壁呈绕着导管轴线分布且相互之间留有间隙46的纵向面板45的形式。面板44和45以交错结构绕导管40的轴线设置，以便每个间隙46在两个缝隙43之间朝着一个面板44敞开。

自然地，缝隙可以遵循除直线路径之外的路径，例如可以遵循从导管底部至顶部的螺旋状。

15 通常，形成于导管侧壁上的开口可以具有任意形状，例如长方形或沿轴向、圆周或倾斜伸长的开口。

在图1和2的实施例中，示出了基底20的一个单一叠层。在一个变型例中，可以将多个基底叠层并排地放置在围罩内。在这种情况下，用于对反应气体进行预热和分配的相应导管被置于各叠层内部，并且连接到一个反应气体的公共入口上，或者优选连接到一个与导管对齐的特定入口上。

应当看出，利用一个贯穿围罩的盖而形成的气体入口和一个形成于与支撑叠层的板分隔开的底部中的出口以及在底端封闭叠层的中心通道，可以将反应气体的流向反转。

如以与图1相同的方式表示的图7所示, 环形基底120的叠层被接收到一个围罩110中, 该围罩110由一个与感应线圈115电感耦合的接受器114横向地限定, 并在接受器114和感应线圈115之间设有绝缘件116。基底120的叠层由多个部分构成, 所述部分被叠置, 并被一个或多个中间板113相互分开并且支撑在底板111上, 所述底板111不具有中心开口, 以便将叠层封闭。

在其顶端, 所述叠层在顶上盖有一个设有与叠层的内部空间121对齐的中心开口122a的盖122。

在通过盖119进入到围罩110中的入口和中心开口122a之间, 由一个圆形壁118对进入的反应气体进行引导, 该圆形壁118可选择地围绕一个小的气体预热区。

一个垂直管状导管130的顶端与开口122a相连, 并且向下延伸至封闭导管底端的板111。导管130可以与上述导管30或导管40类似。在所示出的例子中, 导管130具有设有多个开口133的壁132, 所述开口133沿着导管的长度并绕其轴线分布。

进入围罩的反应气体穿过开口133而分配到基底叠层的内部空间121中。气体通过基底120进行扩散并且通过留在插入于基底之间的间隔件之间的通道, 从而从空间121到达基底叠层外侧的空间125。剩余的气体穿过围罩底部117中的中心开口117a从围罩中抽走。

在其它方面, 该装置与图1所示类似。

除了刹车盘预成型件之外, 本发明的方法和装置还可以用于对其它多孔基底进行致密化, 例如用作构成用于火箭引擎的分岔部分的预成型件220的基底。

多个基底220被置于围罩210的同一装载区中，并使它们的轴向通道垂直对齐。由一个支撑在腿部212a上的板211承载底部基底，其它基底则支撑在环形中间板213上。板213由支撑板211经由立柱或支柱212b支撑。

通过板213中的中心开口213a，基底220的内部空间形成基底叠层的内部空间221。该空间221在其顶端被一个盖222封闭。间隔件223被插入到基底220的轴向端部和板211、213之间，从而使空间211与基底外部和围罩内部的空间225连通。

用于对反应气体进行预热和分配的导管230在底端连接与板211的一个中央开口211a相连。导管230在空间221内垂直延伸至基底叠层顶部的附近，并在该处用一个盖231将导管230封闭。

导管230的侧壁232具有例如呈穿孔形式的开口233，该导管230与图1和图2的实施例中的导管30的类型相同。

在其它方面，该装置与图1和图2的实施例相同。

本发明的应用领域不限于对环形或中空轴向对称形状的基底进行致密化。

因此，图9示出一个围罩310，在该围罩310的装载区中具有底部支撑板311和多个中间支撑板313。板311和313设有各自的中心孔311a和313a，所述中心孔311a和313a与一用以允许反应气体进入到围罩中的入口对齐。

用于预热和分配反应气体的垂直导管330的底端与开口311a相连，并且垂直延伸穿过围罩310的装载区并穿过开口313a。在位于装载区顶部附近的顶端，用一个盖331盖住导管330。

板311和313由腿部312a和立柱312b支撑。

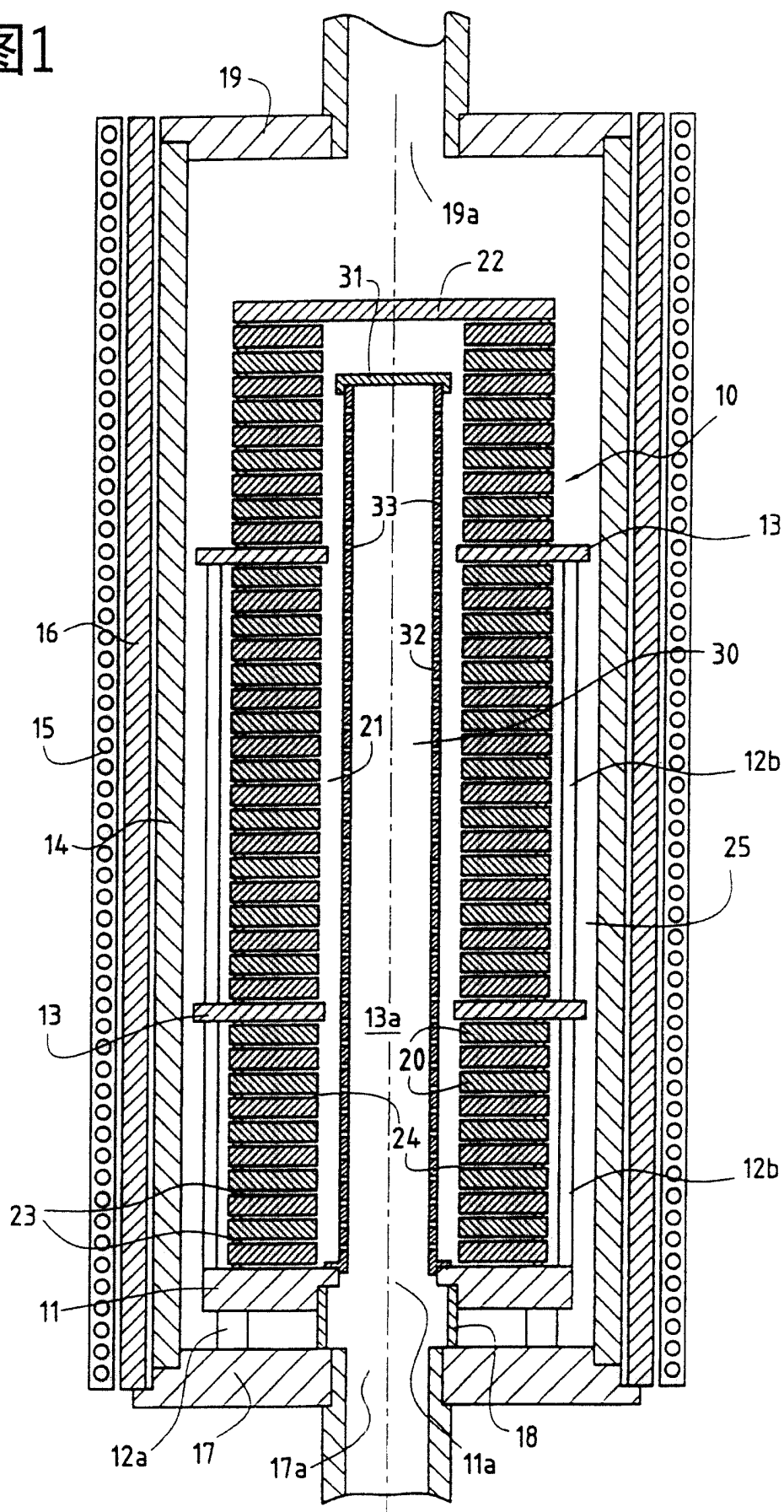
板311、313支撑用以进行致密化的基底320（没有将它们全部示出），这些基底可以具有各种形状和尺寸。

在其它方面，该装置与图1和图2所示的装置相同。

可以看出，本发明的方法和装置还可以通过用除热解碳之外的基体（例如陶瓷基体的）对多孔基底进行致密化的方式加以实施。用于例如由碳化硅（SiC）制成的陶瓷基体的化学气相渗透工艺是已知的。反应气体
5 的成分是作为用于待沉积的基体的特性的函数来进行选择的。

还应当看出，穿过用于对气体进行预热和分配的导管的侧壁的开口所提供的流动截面可以均匀地或沿着导管的高度分布。当在管子的某一特定高度处比其它高度处需要更多的反应气体时，尤其可以采用非均匀的分布。这可以是当基底的装载结构和 / 或基底尺寸沿着装载区的高度
10 变化时的情况。

图1



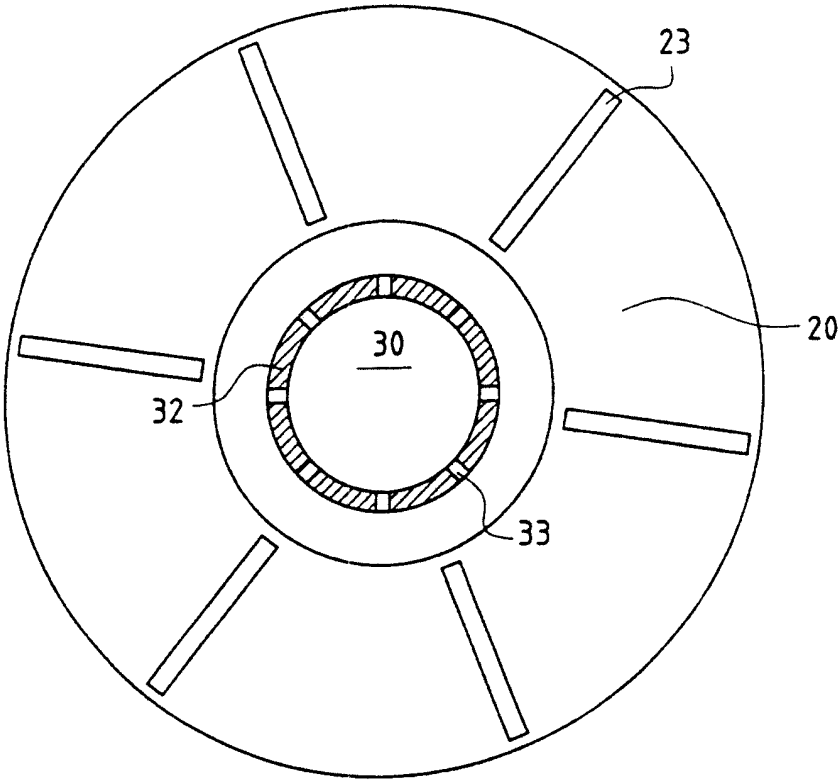


图2

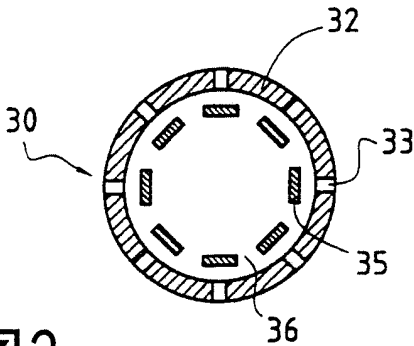
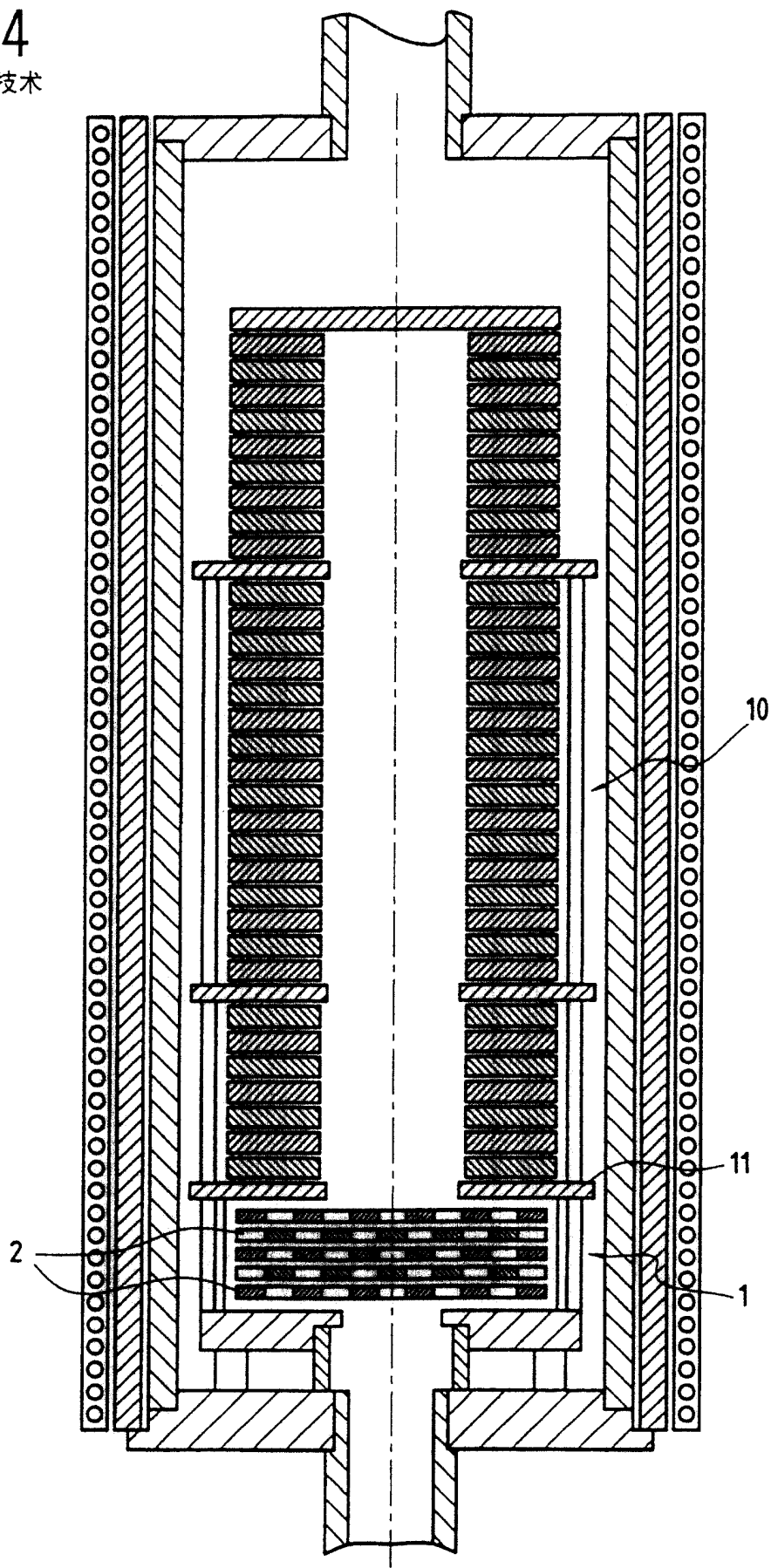
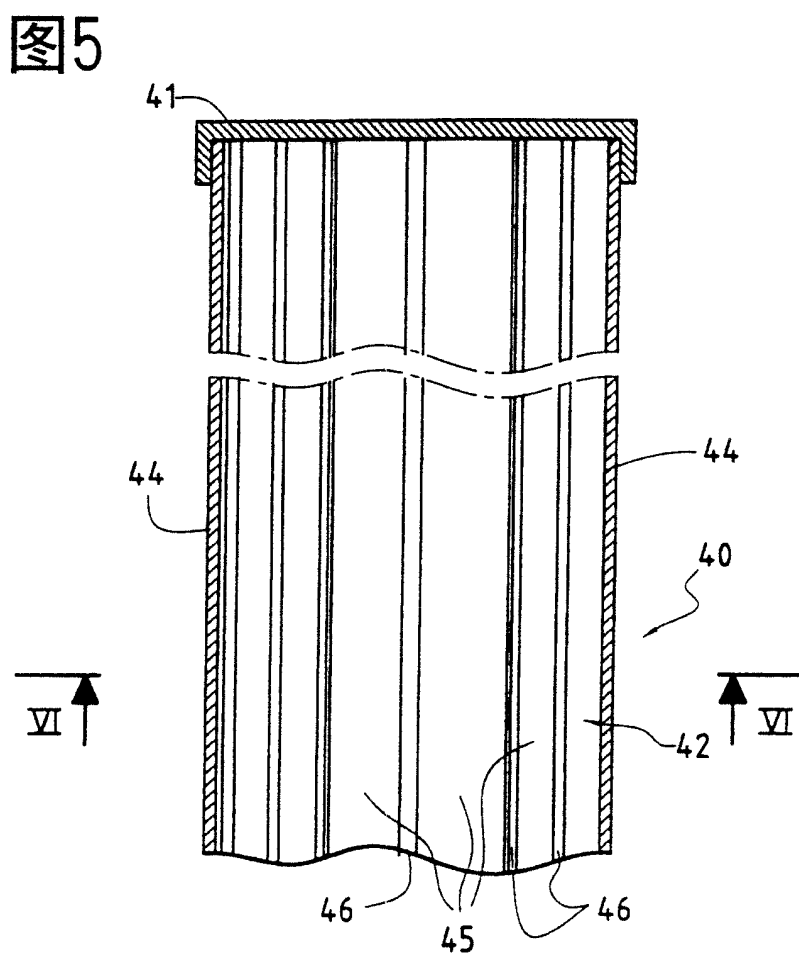
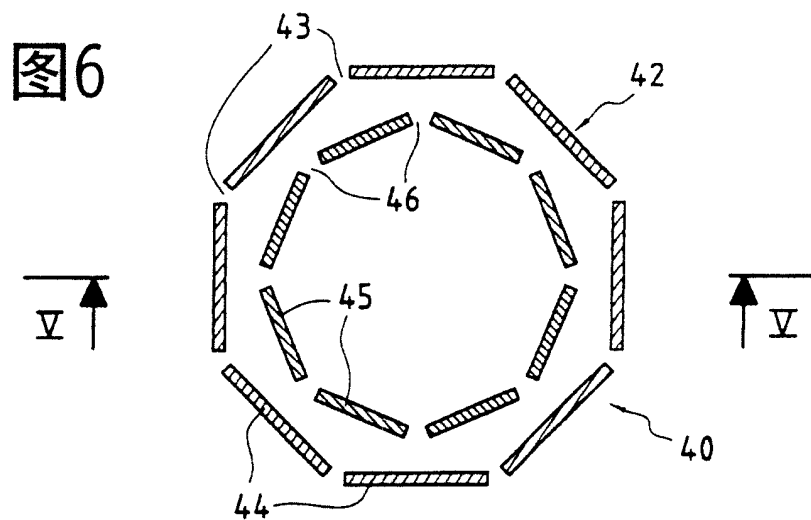


图3

图4

现有技术





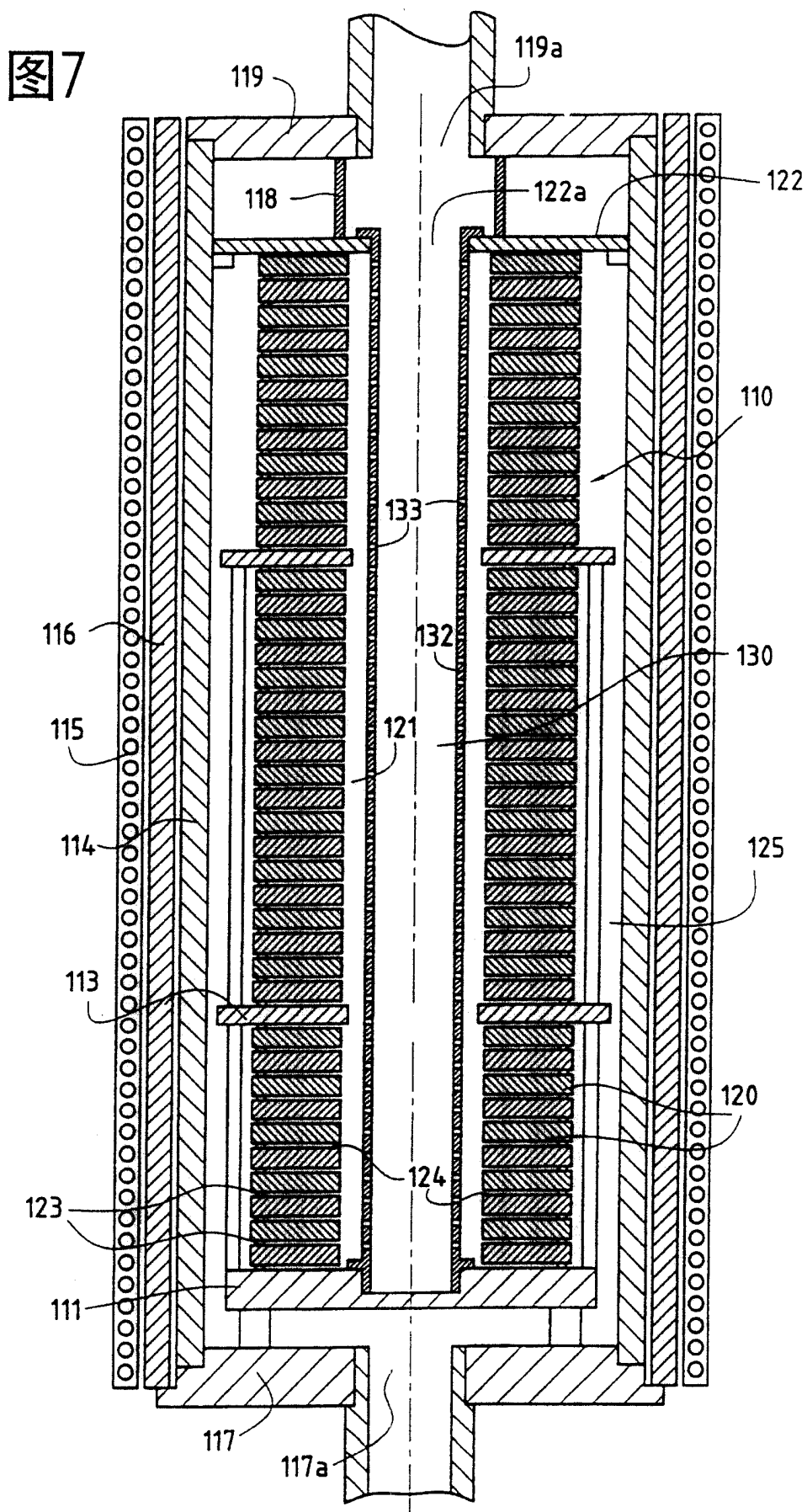


图8

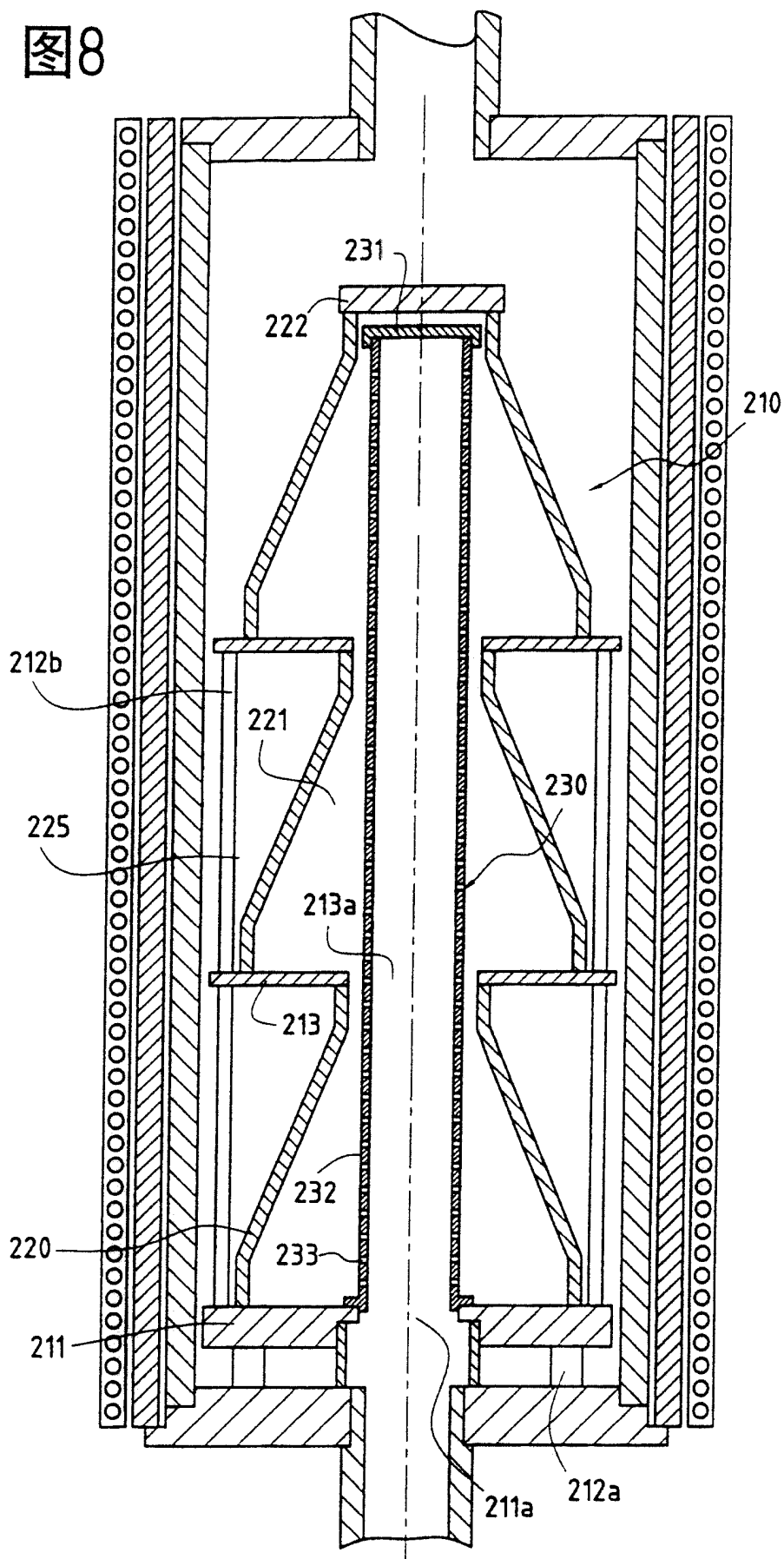


图9

