

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

(A n'utiliser que pour les
commandes de reproduction).

2 462 404

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21) **N° 79 19321**

(54) Produits en carbure de silicium fritté et leur préparation.

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). C 04 B 35/56.

(22) Date de dépôt..... 26 juillet 1979.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 7 du 13-2-1981.

(71) Déposant : Société dite : NIPPON CRUCIBLE CO., LTD., résidant au Japon.

(72) Invention de : Isamu Komaru, Kenzo Takeda, Tadao Sasaki, Koji Kitadate et Takashi Natori.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Beau de Loménie,
55, rue d'Amsterdam, 75008 Paris.

La présente invention se rapporte à des produits en carbure de silicium fritté et à un procédé pour leur préparation.

Le carbure de silicium est utilisé dans des applications variées en raison de ses excellentes propriétés physiques et chimiques, par exemple sous forme de pièces de construction résistant à la chaleur et aux agents chimiques, pour des moteurs d'automobiles, pour la fabrication de creusets, de mortiers, de pilons, d'outils de types variés, et dans des applications analogues. Pour ces applications, il est indispensable de parvenir à des produits en carbure de silicium fritté à structure dense et uniforme par des techniques simples.

Le frittage du carbure de silicium seul, sous forme de particules ou de poudre est extrêmement difficile (cf., par exemple, J. Nadeau, Very High Pressure Hot Pressing of Silicon Carbide, Bull. Am. Ceram. Soc. 52 170-174 (1973). Par suite, lorsqu'on fait appel à une technique classique telle que le pressage à chaud, on mélange le carbure de silicium avec un accélérateur de frittage tel que Al, Fe, B ou B_4C et on soumet le mélange à pressage à chaud à une température d'environ 2000 à 2400°C et une pression d'environ 200 à 1000 kg/cm²; on obtient ainsi des produits frittés relativement denses (cf., par exemple, Alliegro et col., Pressure-Sintered Silicon Carbide, J. Am. Ceram. Soc., 39 (Nov. 1956), pages 386-389).

Ce procédé présente des inconvénients : on ne trouve pas dans le commerce les additifs nécessaires à la dimension de particule et à la pureté voulues ; les techniques de mélange et analogues sont compliquées. En outre, le carbure de silicium mis en oeuvre doit lui-même être de préférence à l'état de fines particules ; or, il est difficile d'obtenir de fines particules de carbure de silicium, et cette difficulté constitue un obstacle à la mise en pratique du procédé.

On a décrit récemment (cf., par exemple, brevet japonais n° 160 200/1975) un procédé pour préparer une poudre de carbure de silicium du type β à une dimension de particule inférieure au micron, procédé qui consiste à incorporer uniformément, quoique en petite proportion (environ 0,2 à 1,0 % en poids), un composant boré dans le carbure de silicium. Ce procédé a permis de remédier aux complications causées par l'addition d'accélérateurs de frittage et de friter le carbure de silicium à une température d'environ 1900 à 2100°C à pression atmosphérique.

Dans ce procédé, on utilise un mélange gazeux d'un halogénure de silicium, d'un halogénure de bore et d'un hydrocarbure en tant que mélange de départ et on provoque une réaction de décomposition thermique en phase gazeuse dans un jet de plasma. Par conséquent, ce 5 procédé implique des restrictions quant aux techniques de production, il exige une préparation compliquée de matières premières spécifiques et il nécessite également un appareil particulier de réaction en phase vapeur. D'autre part, ce procédé de préparation de produits frittés est 10 l'objet de restrictions dans la pratique industrielle en raison des difficultés qu'on rencontre lorsqu'on veut obtenir dans des conditions économiques les poudres utilisées comme produit de départ.

Par ailleurs, le brevet japonais n° 28 317/1979 (correspondant à la demande de brevet français n° 78 23 167) décrit un procédé qui élimine plusieurs restrictions relativement aux techniques de production 15 et qui permet la production industrielle économique d'une poudre de carbure de silicium actif contenant un composé boré en quantité beaucoup plus forte (environ 0,2 à 10 % en poids, exprimés en carbure de bore) que les produits obtenus par le procédé dont il a été question ci-dessus. Le composant boré est contenu dans le carbure de silicium à l'état de carbure de bore ou à 20 l'état de solution solide de carbure de bore ou dans un état analogue, et en dispersion uniforme. Dans ce procédé pour préparer de la poudre de carbure de silicium, on utilise une poudre de carbone à une dimension de particule d'environ 20 microns ou moins, de la poudre de silicium métallique et une poudre d'un oxyde du bore tel que l'acide borique. Selon ce procédé, on 25 mélange ces matières premières dans des proportions relatives telles que les proportions molaires % de chacun des composants dans le système ternaire de carbone (C), silicium (Si) et oxyde de bore (B_2O_3) se situent à l'intérieur de l'aire qui, dans le graphique de la figure unique du dessin annexé, est définie par les quatre points k(C=62,4, Si=35,4, B_2O_3 =0,2), l(C=34,9, 30 Si=64,9, B_2O_3 =0,2), m(C=52, Si=39, B_2O_3 =9) et n(C=69, Si=22, B_2O_3 =9), on place le mélange obtenu dans un récipient en matière réfractaire et on chauffe en atmosphère oxydante contenant d'environ 0,3 à 35 % en volume d'oxygène, de manière à provoquer, à une température d'environ 800 à 1450°C, une réaction spontanée qui est pratiquement instantanée.

35 Dans la présente invention, on utilise comme produit de départ la poudre de carbure de silicium actif décrite dans la demande de brevet français n° 78 23 167. L'invention apporte des avantages en ce que, contrairement à ce qui était le cas dans le procédé antérieur, il n'est pas nécessaire d'utiliser un produit auxiliaire de frittage ou un

autre additif analogue. On supprime ainsi les problèmes posés par l'addition d'un tel produit auxiliaire et la formation d'un mélange homogène. L'utilisation de la poudre de carbure de silicium actif permet non seulement de travailler par pressage à chaud, mais également de fritter, d'une manière générale, à pression atmosphérique, ce qui, antérieurement, était considéré comme difficile. En outre, comme les poudres de départ sont extrêmement simples à préparer, leur utilisation dans la pratique est considérablement facilitée et, comparativement au procédé antérieur, on peut incorporer, à l'état de dispersion uniforme, une quantité beaucoup plus forte d'un composé boré, ce qui permet d'espérer des applications beaucoup plus étendues.

L'invention concerne donc en premier lieu un produit en carbure de silicium fritté à structure dense qu'on prépare à partir de la poudre de carbure de silicium, elle-même obtenue par le procédé décrit dans le brevet japonais n° 28 317/1979 (demande de brevet français n° 78/23 167).

15 L'invention comprend également un procédé pour préparer un produit en carbure de silicium fritté à structure dense, ce procédé se caractérisant en ce que l'on soumet à moulage par compression la poudre de carbure de silicium actif obtenue par le procédé décrit dans la demande de brevet français n° 78 23 167 et on chauffe le moulage en atmosphère pratiquement inerte ou sous vide à une température d'environ 1900 à 2250°C.

20 Un autre objet de l'invention réside dans un procédé pour préparer un produit en carbure de silicium fritté à structure dense, procédé qui se caractérise en ce que l'on moule par compression la poudre de départ à l'aide d'un dispositif de pressage à chaud en chauffant à une température d'environ 1900 à 2250°C en atmosphère pratiquement inerte ou sous vide.

25 D'autres caractéristiques et avantages de l'invention ressortiront plus clairement de la description détaillée donnée ci-après en référence au graphique du dessin annexé qui est un diagramme triangulaire mettant en évidence la composition préférée (en moles %) du mélange de départ, dans le système ternaire carbone (C), silicium (Si), et oxyde de bore (B_2O_3) pour parvenir à la poudre de carbure de silicium actif qui est elle-même la matière première utilisée pour la préparation de corps frittés conformément à l'invention.

30 Pour ce qui concerne la préparation de la matière première, on pourra se reporter à la demande de brevet français n° 78 23 167 dont les enseignements sont considérés comme intégrés à la présente demande. Cependant, en résumé, la poudre de carbure de silicium utilisée comme matière première

dans la présente invention est elle-même préparée à partir d'une poudre de carbone à une dimension de particule d'environ 20 microns ou moins, d'une poudre de silicium métallique et d'une poudre d'un oxyde de bore tel que l'acide borique. Ces poudres sont mélangées dans des proportions relatives 5 telles que les proportions molaires % pour chacun des composants dans le système ternaire carbone (C), silicium (Si et oxyde de bore (B_2O_3) se situent dans l'aire du graphique annexé délimitée par les points k(C=62,4, Si=37,4, $B_2O_3=0,2$), l(C=34,9, Si=64,9, $B_2O_3=0,2$), m(C=52, Si=39, $B_2O_3=9$) et n(C=69, Si=22, $B_2O_3=9$), on place le mélange dans un récipient en matière réfractaire 10 et on chauffe en atmosphère oxydante contenant d'environ 0,3 à 35 % en volume d'oxygène, provoquant une réaction spontanée à une température d'environ 800 à 1450°C, réaction qui est instantanée.

Dans le procédé selon l'invention, la dimension de particule de la poudre de carbone doit être d'environ 20 microns ou moins. Si 15 la dimension de particule est supérieure à 20 microns environ, on ne provoque pas la réaction spontanée et la plus grande partie des matières premières ou une partie de la poudre de carbone reste non convertie. Dans la pratique, on peut déterminer la dimension de particule de la poudre de carbone, en respectant les conditions spécifiées, selon l'application finale du produit. 20 Si l'on veut obtenir par exemple une matière première fine à haute activité, il faut choisir un carbone à dimension de particule aussi fine que possible.

Lorsque la réaction spontanée se déclenche, il y a un dégagement de chaleur et la température du mélange augmente rapidement ; une partie du silicium, et la plus grande partie de l'oxyde de bore, dont le 25 point de fusion est inférieur à celui des autres matières premières, telles que le silicium ou le carbone, fondent ou vaporisent et participent à la réaction avec le carbone. Ainsi, donc, la dimension de particule du silicium et la dimension de particule de l'oxyde de bore peuvent être plus grossières que celles du carbone. On peut travailler avec des particules de silicium 30 à une dimension maximale de 200 microns et avec des particules d'oxyde de bore à une dimension maximale d'environ 500 microns.

Le carbone qu'on utilise dans l'invention doit donc être à l'état de poudre satisfaisant aux exigences de dimensions indiquées ci-dessus. On utilise en général des carbones d'approvisionnement facile, tels que le 35 graphite naturel, le graphite artificiel, le coke, le coke brut, le noir de carbone, le briquet de charbon ou de pétrole, etc. On peut également utiliser des qualités de silicium très variées depuis les siliciums convenant pour

les semi-conducteurs jusqu'aux siliciums pour applications industrielles générales, à une pureté de, par exemple, 90 % en poids ou plus. Parmi les oxydes du bore qu'on peut utiliser, on citera l'acide borique pour laboratoire ou pour application industrielle générale. L'oxyde de bore (B_2O_3) convient également. La pureté de chacune des poudres utilisées dans l'invention n'a pas une grande influence sur la réaction conduisant à la formation de la matière première, mais, par contre, la pureté des poudres a une influence dans une certaine mesure sur la pureté et la dimension de particule de la matière première obtenue. Par conséquent, on choisira correctement la pureté des poudres en fonction de l'application finale prévue pour le produit fritté.

Les proportions molaires des différentes poudres dépendent de facteurs variés tels que la dimension de particule des produits de départ, le degré de mélange, le poids du mélange, la vitesse et la température de chauffage, la concentration en oxygène dans l'atmosphère. Il est difficile de calculer par stoechiométrie les proportions molaires des poudres à utiliser. et, par conséquent, ces proportions molaires seront déterminées par l'expérience. Les poudres sont de préférence mélangées dans des proportions telles que les proportions molaires des divers constituants se situent dans l'aire délimitée par les points k, l, m et n du graphique annexé. On peut ainsi utiliser dans l'invention des mélanges dont les compositions se situent dans cette aire, mais non en les quatre points limites ni sur les lignes reliant ces points. Les poudres sont mélangées correctement par des techniques classiques et introduites dans un récipient approprié en matière réfractaire. On chauffe ensuite en atmosphère oxydante. On provoque ainsi une réaction spontanée quelle que soit la densité apparente du mélange. On poursuit le chauffage jusqu'à ce que la poudre atteigne une température suffisante pour que la réaction spontanée se déclenche. Cette température varie selon la dimension de particule, la nature des poudres de départ et d'autres facteurs, mais en général on obtient de bons résultats entre 800 et 1450°C environ.

Le produit en carbure de silicium résultant de cette réaction est réduit facilement en poudre sans qu'il soit nécessaire de faire appel à une technique quelconque particulière de broyage mécanique et on obtient une poudre dans laquelle la plupart des particules ont des dimensions d'environ 500 microns ou moins. On peut parvenir extrêmement facilement à une poudre dont la dimension de particule maximale est d'environ 60 microns

et avec une dimension de particule moyenne inférieure au micron. Des analyses de rayons X et chimiques ont montré que la quantité de composant boré contenu dans ces poudres, exprimée en carbure de bore, se situait dans l'intervalle d'environ 0,2 à 10 % en poids, et que la pureté de la somme du composant carbure de silicium dans le composant boré pouvait atteindre 95 % en poids ou plus. Aux analyses de rayons X et chimiques, le composant boré apparaît réparti uniformément dans tout le produit en carbure de silicium, à l'état de carbure de bore ou à l'état de solution solide avec le carbure de silicium. On observe également certains composants dont la nature n'a pas encore été éclaircie avec précision.

Conformément à l'invention, on prépare un produit fritté à haute densité en frottant le carbure de silicium ci-dessus.

Lorsque la teneur en composant boré est inférieure à environ 0,2 % en poids, exprimée en carbure de bore, le frittage est incomplet et l'activité est insuffisante pour conférer au produit une structure dense. Par suite, le mélange de départ doit contenir au moins 0,2 % en poids environ du composant boré, mais la teneur maximale en ce composant est d'environ 10 % en poids.

Pour ce qui concerne la dimension de particule de la poudre qu'on soumet à frittage conformément à l'invention, on peut agir facilement sur la dimension de particule de la poudre obtenue par le procédé décrit dans la demande de brevet français n° 78 23 167 dans un intervalle d'environ 500 microns ou moins, s'agissant de la dimension de particule d'agrégat, selon le degré de réduction en poudre. Ces particules sont pratiquement constituées d'agrégats de particules primaires très fines et actives présentant une surface spécifique d'environ 3 à 20 m^2/g (ce qui correspond à une dimension de particule d'environ 0,1 à 0,6 micron). Pour cette raison, la poudre obtenue par le procédé décrit dans la demande de brevet français n° 78 23 167 précitée est active quelle que soit la dimension de particule d'agrégat et peut être réduite facilement en poudre à une dimension de particule inférieure au micron.

Toutefois, les particules grossières à l'état d'agrégat sont gênantes car elles forment une structure réticulée au cours du frittage, en particulier lors du frittage sans pression (c'est-à-dire à pression atmosphérique), empêchant la formation d'une structure dense. Si l'on fritte par pressage à chaud, le frittage est possible même avec des agrégats à une dimension de particule de 500 microns ou moins, mais il est préférable de

réduire suffisamment en poudre. Lorsqu'on fritte à pression ordinaire, il est recommandé de réduire la matière en poudre à une dimension de particule d'environ 1 micron ou moins. Dans la pratique, on peut choisir à volonté la dimension de particule selon la technique de frittage, l'application prévue pour le produit fritté et d'autres facteurs analogues.

La poudre qui sert de matière première est soumise au traitement de frittage selon des techniques classiques. Ainsi, par exemple, lorsqu'on travaille par pressage à chaud, on introduit la poudre dans un moule en graphite et on comprime à la chaleur en atmosphère inerte ou sous vide. Si la pression appliquée est inférieure à environ 100 kg/cm^2 , il est difficile de parvenir à un produit fritté présentant la densité voulue ; si, par contre, la pression appliquée est supérieure à environ 700 kg/cm^2 , la densité du produit fritté atteint pratiquement la valeur de saturation et l'augmentation de pression n'a plus d'effet pratique. Par suite, l'intervalle des pressions applicable se situe entre 100 et 700 kg/cm^2 et, de préférence, entre 100 et 300 kg/cm^2 . Par contre, lorsqu'on fritte à pression ordinaire, on soumet d'abord la poudre de départ à un moulage par compression selon la technique classique, puis on traite le produit moulé à la chaleur en atmosphère inerte ou sous vide.

Pour ce qui concerne la température du traitement thermique, et qu'on opère par pressage à chaud ou par frittage à la pression ordinaire, si la température est inférieure à 1900°C environ, le frittage n'est pas complet on ne peut pas parvenir à un produit fritté à la densité voulue ; si, par contre, la température est supérieure à environ 1250°C , on peut parvenir à la densité voulue, mais on ne peut pas empêcher une croissance anormale des particules de SiC, conduisant à une dégradation de certaines caractéristiques du produit fritté, telles que sa résistance mécanique. Par suite, la température préférée pour le traitement à la chaleur est d'environ 1900 à 2250°C .

Le produit en carbure de silicium fritté obtenu par le procédé selon l'invention a une densité apparente d'environ $2,5 \text{ g/cm}^3$ ou plus, ce qui correspond à environ 80 % ou plus de la densité théorique ($3,21 \text{ g/cm}^3$) du carbure de silicium.

Les exemples suivants illustrent l'invention sans toutefois en limiter la portée ; dans ces exemples, les indications de parties et de pourcentages s'entendent en poids sauf mention contraire.

EXEMPLE 1

On mélange 2,92 kg de noir de carbone du commerce (à 98,4 % de pureté), dimension de particule moyenne 0,05 micron, 5,36 kg de poudre de silicium métallique du commerce (pureté 94,6 %), dimension de particule moyenne 77 microns, et 2,06 kg d'acide borique en poudre du commerce (à 99,8 % de pureté), dimension de particule moyenne 200 microns. La proportion molaire des composants du mélange correspond au point 1 du graphique annexé, c'est-à-dire, en moles %, à C=55, Si=41 et $B_2O_3=4$.

On ajoute au mélange de l'eau en quantité de 35 parties pour 100 parties du mélange et on malaxe. On introduit le mélange malaxé dans un récipient cylindrique en matière réfractaire d'un diamètre intérieur de 260 mm, hauteur 300 mm et, en posant simplement un couvercle, on chauffe le récipient dans un four électrique du type à chambre de siliconite, à l'air ($O_2=20\%$ en volume, $N_2=80\%$ en volume) à une vitesse de réchauffement d'environ 300°C/h. Lorsque la température atteint 1080°C environ, on observe un net dégagement de fumée qui indique le début d'une réaction spontanée. Le phénomène se poursuit pendant environ 1 à 2 min. On poursuit le chauffage et, lorsque la température atteint 1120°C, on coupe la fourniture de courant et on laisse refroidir. Au bout de 20 h, on retire le produit. Celui-ci a un aspect blanchâtre, mais porte en surface une couche d'oxydation d'environ 5 à 10 mm d'épaisseur, alors que l'intérieur du produit est gris jaunâtre, ce qui indique clairement la formation d'un produit de réaction uniforme. L'analyse chimique par voie humide, à l'exclusion de la couche de surface, indique que la teneur en composant boré, exprimée en carbure de bore, est de 6,1 %.

On broie le produit de réaction en le faisant passer une fois entre deux cylindres. Le produit obtenu possède la répartition de dimensions de particules apparente indiquée dans le tableau I ci-dessous.

TABLEAU I

Dimension de particule (microns)

	> 500	500-250	250-125	125-74	74-44	moins de 44
Pourcentage	15	21,9	19,1	28,2	8,9	6,9

On introduit 20 g de cette poudre dans un moule carré de 30 mm de côté en graphite artificiel et on porte la température de la température ambiante jusqu'à 2100°C en 30 min environ en appliquant une pression d'environ 500 kg/cm² à l'aide d'une presse chauffée par induction

à haute fréquence en atmosphère réductrice. On maintient ce niveau de température pendant 30 min, on détend la pression, on coupe le courant et on laisse refroidir dans l'appareil. On obtient un produit en carbure de silicium fritté, dense (densité apparente $2,95 \text{ g/cm}^3$, soit 92 % de la densité théorique du carbure de silicium).

EXEMPLE 2

Le produit de départ est le même que dans l'exemple 1, mais soumis à un nouveau broyage à sec. Sa répartition de dimensions de particules est alors celle indiquée dans le tableau II ci-dessous.

10

TABLEAU II

	Dimension de particule (microns)		
	74	74-44	moins de 45
Pourcentage	3	4	93

Par ailleurs, la dimension de particule moyenne de ce produit, déterminée à l'aide d'un dispositif du type à transmission de lumière, est de 1,5 micron.

On utilise ce produit de départ dans une opération identique pour le reste à celle de l'exemple 1.

On obtient un produit en carbure de silicium fritté qui présente une densité apparente de $3,04 \text{ g/cm}^3$ (95 % de la densité théorique du carbure de silicium).

EXEMPLE 3

Le produit de départ, ici encore, est le même que dans l'exemple 1, mais on le soumet en outre à un broyage au mouillé dans un broyeur-vibrer pendant 2 h. Sa dimension de particule moyenne, mesurée à l'aide d'un dispositif du type à transmission de lumière, est alors de 0,6 micron.

On obtient un produit en carbure de silicium fritté qui présente une densité apparente de $3,15 \text{ g/cm}^3$ (98 % de la densité théorique du carbure de silicium).

EXEMPLE 4

Le produit de départ est le même que dans l'exemple 3. On place 10 g de ce produit dans un moule métallique et on le soumet à une pression de 200 kg/cm^2 ; on obtient un moulage cylindrique d'un diamètre de 20 mm, hauteur environ 20 mm.

On place le moulage dans un four électrique Tammann et on porte la température de la température ambiante à 2000°C en 1 h environ

sous un vide d'environ 5 mmHg. On maintient cette température pendant 30 min puis on coupe le courant et on laisse refroidir le four.

On obtient un produit en carbure de silicium fritté présentant une densité apparente de $2,87 \text{ g/cm}^3$ (89 % de la densité théorique du carbure de silicium).

EXEMPLE 5

On opère comme dans l'exemple 4, mais à une température de chauffage qui est de 2100°C .

On obtient un produit en carbure de silicium fritté qui présente une densité apparente de $3,0 \text{ g/cm}^3$ (92 % de la densité théorique du carbure de silicium).

On a rapporté dans le tableau III ci-dessous la densité apparente, la porosité apparente et la résistance à la flexion des produits frittés des exemples 1 à 5.

TABLEAU III

Exemple n°	Densité apparente g/cm^3	Porosité apparente %	Résistance à la flexion kg/cm^2
1	2,95	0,1	2600
2	3,04	0,00	4000
20	3,15	0,01	6000
4	2,87	0,2	2500
5	3,02	0,06	3600

On a également soumis le produit fritté de l'exemple 2 à des essais de résistance à l'oxydation et de résistance au choc thermique.

Essai de résistance à l'oxydation

L'augmentation de poids dans un traitement de 20 h à 1200°C est de 0,05 % (dimension de l'éprouvette : $7 \times 7 \times 30 \text{ mm}$).

Essai de résistance au choc thermique

Chauffage à 1200°C et refroidissement à l'eau répétés ; à 3 répétitions, on observe des fendillements (dimension de l'éprouvette : $7 \times 7 \times 30 \text{ mm}$).

Les résultats rapportés dans les exemples qui précèdent montrent que le procédé selon l'invention permet de parvenir facilement à un carbure de silicium fritté à structure dense et hautes caractéristiques.

Il est clair que l'invention n'est nullement limitée aux modes de réalisation préférés décrits ci-dessus à titre d'exemples et que l'homme de l'art peut y apporter diverses modifications sans pour autant sortir de son cadre.

R E V E N D I C A T I O N S

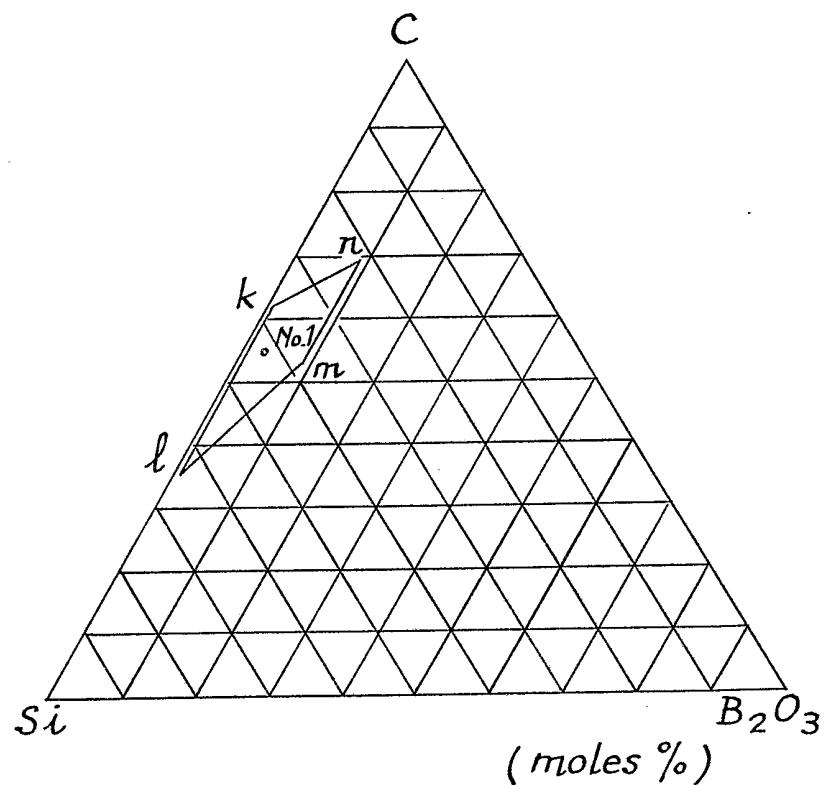
1. Produit en carbure de silicium fritté obtenu par frittage d'une poudre de carbure de silicium contenant, en dispersion uniforme, un composant boré à l'état de carbure de bore ou à l'état de solution solide de carbure de bore dans le carbure de silicium, en quantité d'environ 0,2 à 10 % en poids, exprimée en carbure de bore, ce produit en carbure de silicium fritté se caractérisant en ce que la poudre de carbure de silicium a été préparée par un procédé consistant à mélanger de la poudre de carbone à une dimension de particule d'environ 20 microns ou moins, de la poudre de silicium métallique et de la poudre d'un oxyde de bore, dans des proportions molaires relatives correspondant à un point situé à l'intérieur de l'aire délimitée dans le diagramme triangulaire carbone (C), silicium (Si) et oxyde de bore (B_2O_3) par les points k, l, m et n aux coordonnées respectives de k (C=62,4, Si=37,4, B_2O_3 =0,2), l (C=34,9, Si=64,9, B_2O_3 =0,2), m (C=52, Si=39, B_2O_3 =9) et n (C=69, Si=22, B_2O_3 =9), on chauffe le mélange obtenu en atmosphère oxydante contenant d'environ 0,3 à 35 % en volume d'oxygène en déclenchant à une température d'environ 800 à 1450°C une réaction spontanée et pratiquement instantanée.
2. Procédé de préparation d'un produit en carbure de silicium fritté, le procédé se caractérisant en ce que l'on moule par compression une poudre de carbure de silicium contenant, en dispersion uniforme, un composant boré à l'état de carbure de bore ou de solution solide de carbure de bore dans le carbure de silicium, en quantité d'environ 0,2 à 10 % en poids, exprimée en carbure de bore, et on chauffe le moulage obtenu à une température d'environ 1900 à 2250°C en atmosphère pratiquement inerte ou sous vide, la poudre de carbure de silicium ayant été préparée par un procédé tel que défini dans la revendication 1.
3. Procédé pour préparer un produit en carbure de silicium fritté, ce procédé se caractérisant en ce que l'on moule par compression une poudre de carbure de silicium contenant, en dispersion uniforme, un composant boré à l'état de carbure de bore ou de solution solide de carbure de bore dans le carbure de silicium, en quantité d'environ 0,2 à 10 % en poids, exprimée en carbure de bore, en chauffant à une température d'environ 1900 à 2250°C en atmosphère pratiquement inerte ou sous vide, ledit carbure de silicium ayant été préparé par un procédé tel que défini dans la revendication 1.

4. Procédé selon la revendication 2 ou 3, caractérisé en ce que le moulage par compression est réalisé à une pression d'environ 100 à 700 kg/cm².

5. Procédé selon la revendication 2 ou 3, caractérisé en ce que le produit en carbure de silicium fritté a une densité apparente d'environ 2,5 g/cm³ ou plus.

2462404

PL. UNIQUE



(moles %)