

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 913756 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC**

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **913756**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
**C04B 35/56
C04B 35/64
C04B 41/85**

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **07.08.1991**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **07.08.1991**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **10.02.1992**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

09.08.1990 DE 4025239

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 • Hoechst CeramTec Aktiengesellschaft, 8672 Selb, BRD, SAKSA, (DE)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 • Benker, Werner, BRD, SAKSA, (DE)

2 • Schmidt, Jürgen, BRD, SAKSA, (DE)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Menetelmä imeytettyä piitä sisältävästä piikarbidista koostuvien muotokappaleiden valmistamiseksi

Förfarande för framställning av formkroppar ur kiselkarbid som innehåller infiltrerat kisel

Menetelmä imeytettyä piitä sisältävästä piikarbidista koostuvien muotokappaleiden valmistamiseksi

5 Keksintö koskee menetelmää sellaisten huokoisten muotokappaleiden silisoimiseksi, jotka koostuvat piikarbidista ja mahdollisesti hiilestä ja joilla on yksi tasainen ulkopinta, käyttämällä huokoista tasaista alustaa, joka koostuu piikarbidista, johon on imeytetty piitä, ja jossa on syvennyksiä.

10 Imeytettäessä piikarbidimuotokappaleisiin piitä muodostuu usein vyöhykkeitä, joissa piipitoisuus on erityisen korkea, ns. silisoituja ratoja, sekä niiden ohella alisilisoituneita rakenneosia. Molemmat johtavat hylkäämiseen.

15 EP-julkaisun 0 134 254 mukaisen menetelmän mukaan imeytys piikarbidhiilimuotokappaleisiin tapahtuu huokoisen piikarbidilevyn kautta, joka on varustettu booritritritridistä, piikarbidista ja hiilestä koostuvalla päällysteellä. Piikarbidilevyn alapuolella ja mahdollisesti sivuilla on (ennen uunin kuumennusta) kappalemaista alkuainepiitä. On kuitenkin osoittautunut, että levymäisten SiSiC-imeytysapuvälineiden käytöllä on puutteita. Kun polttolevyjen ja imeytymistä edistävinä välineinä käytettävien piikarbidilevyjen välissä oleva pii sulaa, levyt vajoavat painovoiman johdosta (ominaispainoltaan kevyemmän) piin läpi ja työntävät sen pois. Pintajännityksen johdosta voi polttolevylle muodostua jopa 5 mm:n korkeudella oleva piipinta. Jos imeytymistä edistävinä välineinä käytettävien piikarbidilevyjen vajoamisen jälkeen muodostuisi korkeammalla oleva pinta, se johtaisi piin valumiseen pois levyltä (kuviot 1a ja 1b). Koska piin määrä polttolevyllä mitoitetaan siten, että se on juuri ja juuri riittävä sen päällä olevien rakenneosien imeyttämiseen täydellisesti sekä myös haihtumishäviöiden kompensoimiseksi, piin pois valuminen johtaa siihen, että imeytyminen

20

25

30

35

ainakin joihinkin rakenneosiin tapahtuu epätäydellisesti. Piin tarkoituksellinen ylitarjonta polttolevyllä saa aikaan sen, että irrotus ilman vaurioita ei ole mahdollista, koska rakenneosat ovat jäähtymisen jälkeen niin lujasti imeytysapuvälineeseen kiinnittyneinä. Jos pii valuu polttolevyltä toiselle, sen alla olevalle levyille, tulee liimautumisilmiö esiin siellä.

Kuten edellä mainittiin, SiSiC-levyjen vajoaminen sulaan piihin nostaa piin korkeustasoa. Se voi johtaa siihen, että liian matalia levyjä käytettäessä rakenneosat pääsevät suoraan kosketuksiin sulan piin kanssa. Tämä johtaa epätasaiseen imeytymiseen ja jännitysten syntymiseen rakenneosassa, mikä ilmenee usein säröjen muodostumisena. Syntyvät säröt täyttyvät piillä ja ovat rakenneosassa havaittavissa silisoituneina ratoina. Tämä ilmiö voitaisiin estää toisaalta pienentämällä piin määrää polttolevyä kohden tai kasvattamalla piikarbilevyjen paksuutta. Molemmat mahdollisuudet heikentävät kuitenkin prosessin taloudellisuutta.

Kuvattua menetelmää, jossa käytetään SiSiC-levyjä, käytetään myös sellaisten aihoiden silisointiin, joissa on ainakin tasainen tukipinta.

Käytettävän huokoisen aluslevyn paksuuden ollessa pieni, ts. etäisyyden nestemäiseen piihin ollessa pieni, on ollut kuitenkin vaikeata saavuttaa tasainen silisoituminen.

DE-hakemusjulkaisussa 3 719 606 esitetyllä menetelmällä, jossa huokoinen SiC-levy sijoitetaan nestemäiselle piille tarkoitetun säiliön päälle, jotkut kuvatuista puutteista voidaan poistaa. Jäljelle jää kuitenkin se puute, että aihiot, joissa on tasainen tukipinta, ovat monissa tapauksissa silisoinnin päätyttyä vaikeasti poistettavissa tasaiselta huokoiselta SiC-levyltä.

Päämääränä olikin sen vuoksi saada aikaan menetelmä, jolla kyetään silisoimaan muotokappale, jolla on aina-

kin yksi tasainen ulkopinta, ja jossa silisoidut kappaleet voidaan irrottaa helposti alustasta vaurioittamatta niitä.

Nyt on keksitty menetelmä sellaisten huokoisten muotokappaleiden silisoimiseksi, jotka koostuvat piikarbidista ja mahdollisesti hiilestä ja joilla on ainakin yksi tasainen ulkopinta, jossa menetelmässä piikarbidijauheen, orgaanisen sideaineen ja mahdollisesti hiilen seoksesta muovataan raakakappale, josta poistetaan sideaine ei-hapettavassa atmosfäärissä noin 1 000 °C:n lämpötilassa polttamalla, ja saatava aihio silisoidaan nestemäisen piin avulla vähintään 1 400 °C:n lämpötilassa, jolloin saatu aihio, jolla on tasainen ulkopinta, on huokoisen SiSiC-alustan päällä, jonka alaosa on kosketuksissa nestemäisen piin kanssa, ja silisoinnin päätyttyä SiSiC-alustan ja saadun muotokappaleen yhdistelmä jäähdytetään ja jolle menetelmälle on tunnusomaista, että alustan tukipinta on tasainen ja siinä on useita syvennyksiä.

Keksinnön mukaisen menetelmän erään toteutusmuodon mukaan huokoinen SiSiC-alusta on ritilän muodossa, jossa ulkoseinien lisäksi on vielä ainakin yksi sisäseinä, jolloin sisä- ja ulkoseinät päättyvät ylhäällä samalle korkeudelle (ts. soveltuvat kannattamaan kappaletta, jolla on tasainen ulkopinta) ja ainakin ulkoseinät ovat kosketuksissa nestemäisen piin kanssa. Alusta voi olla myös säiliön muodossa, ts. olla alaosastaan sopiva nestemäisen piin vastaanottoon. On kuitenkin myös mahdollista asettaa ritilä jonkin sinänsä tunnetun levyn päälle, jolle sulatetaan myöhemmin myös kappalemaista piitä. Piin virtauksen lisäämiseksi voidaan sisäseinätkin ulottaa niin alas, että ne ovat (ulkoseinien tavoin) kosketuksissa nestemäisen piin kanssa.

Kannatuspinnan muodostavassa ritilässä on edullisesti useita samansuuntaisia sisäseiniä. On myös mahdollista, että läsnä on kaksi yhdensuuntaisten sisäseinien

järjestelmää, jotka leikkaavat toisiaan ja erityisesti on järjestetty kohtisuoraan toisiinsa nähden.

Siinä tapauksessa, että silisoitavan aihion ulkopinta on täysin tasainen, ts. ei sisällä kohoraitoja eikä syvennyksiä, yhteistä kosketuspintaa voidaan pienentää siten, että ritilämäisen alustan sisäseinien yläreunassa on lovia. Yläreunan lovet ovat edullisesti suorakulmaisia, niin että sisäseinien yläosa saa sakarareunaisen seinän muodon. On myös mahdollista muotoilla samalla ulkoseinät vastaavalla tavalla.

Alustan ja sen päälle sijoitetun silisoitavan aihion välistä kosketuspintaa (siten aihion poistossa silisoinnin jälkeen kohdattavia vaikeuksia) voidaan pienentää sillä, että ritilän seinät ovat yläreunoistaan pyöristettyjä.

Kuviot 2 - 5 kuvaavat ritilän (1) muodossa olevan SiSiC-alustaa 11, joka sisältää ulkoseinien 2 lisäksi vielä ainakin yhden sisäseinän 3. Kuvioissa 1 - 3 esiintyy useita yhdensuuntaisia sisäseiniä. Kuvion 2 sisäseinät esittävät kahta yhdensuuntaisten sisäseinien järjestelmää (3 ja 3'), jotka on järjestetty kohtisuoraan toisiinsa nähden. Kuviossa 3c esiintyy sisäseinien ja osittain ulkoseinien yläreunassa suorakulmaisia lovia (4).

Keksinnön mukaisen menetelmän toisen toteutusmuodon mukaan huokoinen SiSiC-alusta on tölkin muodossa, joka seisoo sivuseiniensä varassa, jolloin sivuseinät ovat alaosastaan kosketuksissa nestemäisen piin kanssa, ja tölkin ulkopohja osoittaa ylöspäin ja on varustettu ylöspäin ulkonevilla kohoraidoilla.

Tölkki on edullisesti pyöreä ja kohoraidat samankeskisiä. Mutta myös pohja voi olla renkaan muotoinen, ts. sisältää samankeskisen aukon. Tällöinkin tulee kohoraitojen olla samankeskisiä. Sellaista SiSiC-alustaa käyttäen voidaan edullisesti silisoida aihioita, joiden poikileikkaus on T:n muotoinen. Alustan keskusaukko ottaa

tällöin vastaan aihion keskiosan ja poikkileikkaukseltaan T:n muotoinen aihio lepää "palkkinsa" varassa.

Nopeus, jolla pii kulkee imeytymistä edistävän välineen läpi, on säädeltävissä apuvälineessä esiintyvien huokosten määrän ja läpimitan avulla. Tätä vaikutusta (raakakappaleen silisoinnin tapauksessa) on kuvattu jo lähteessä Special Ceramics 5, 1970, kuvion 6 yhteydessä.

Huokosten läpimitan pienentäminen hidastaa piin virtausta ja suurentaminen nopeuttaa sitä. Huokosten säteen suuruus riippuu polttoapuvälineiden valmistuksessa käytettävän piikarbidin raakoosta. Karkearakeisuus (esim. F 230) tuottaa tulokseksi suuria huokosia ja hienorakeisuus (esim. F 1200) pieniä huokosia. Piikarbidin raakoon sopivalla valinnalla voidaan siis tarvittaessa säädellä huokossädejakautumaa laajoissa rajoissa.

Kuviossa 6 on esitetty SiSiC-alusta 12, joka on pyöreän tölkin muodossa ja seisoo pyören sivuseinänsä 2 varassa, jolloin tölkin pohja 5 on rengasmaisen ja siinä on samankeskinen aukko 6. Tölkin ylöspäin osoittavassa ulkopohjassa on useita kohoraitoja 7, jotka myös ovat samankeskisiä. Tölkin sivuseinä on alhaalla kosketuksissa nestemäisen piin kanssa (ei ilmene kuvioista). Kuviossa alustalle on asettu aihio 8, jonka poikkileikkaus on suunnilleen T:n muotoinen. Alustan keskusaukko 6 ottaa vastaan aihion keskiosan 10. Poikkileikkaukseltaan T:n muotoisen aihion 8 "palkki" lepää kohoraitojen 9 päällä.

Patenttivaatimukset:

1. Menetelmä sellaisten huokoisten muotokappaleiden silisoimiseksi, jotka koostuvat piikarbidista tai piikar-
5 bidi-hiilliseoksesta ja joilla on ainakin yksi tasainen ul-
kopinta, jossa menetelmässä piikarbidijauheen, orgaanisen
sideaineen ja mahdollisesti hiilen seoksesta muovataan
raakakappale, josta poistetaan sideaine ei-hapettavassa
10 atmosfäärissä noin 1 000 °C:n lämpötilassa polttamalla, ja
saatava aihio silisoidaan nestemäisen piin avulla vähin-
tään 1 400 °C:n lämpötilassa, jolloin saatu aihio, jolla
on tasainen ulkopinta, on huokoisen SiSiC-alustan päällä,
jonka alaosa on kosketuksissa nestemäisen piin kanssa,
t u n n e t t u siitä, että alustan tukipinta on tasainen
15 ja siinä on useita syvennyksiä.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä,
t u n n e t t u siitä, että alustapinta on ritilän muo-
dossa, jossa ulkoseinien lisäksi on vielä ainakin yksi
sisäseinä, sisä- ja ulkoseinät päättyvät ylhäällä samalle
20 korkeudelle ja ainakin ulkoseinät ovat kosketuksissa nes-
temäisen piin kanssa.

3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä,
t u n n e t t u siitä, että ritilässä on useita yhden-
suuntaisia väliseiniä.

25 4. Patenttivaatimuksen 3 mukainen menetelmä,
t u n n e t t u siitä, että ritilä koostuu kahdesta yh-
densuuntaisten sisäseinien järjestelmästä, jotka on jär-
jestetty kohtisuoraan toisiinsa nähden.

5. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä,
30 t u n n e t t u siitä, että sisäseinien yläreunoissa on
lovia.

6. Patenttivaatimuksen 5 mukainen menetelmä,
t u n n e t t u siitä, että yläreunan lovet ovat suora-
kulmaisia, niin että sisäseinien yläosa saa sakarareunai-
35 sen seinän muodon.

7. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että seinät ovat yläreunoistaan pyöristettyjä.

5 8. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että SiSiC-alusta on tölkin muodossa, joka seisoo sivuseiniensä varassa, ja tölkin sivuseinät ovat alaosastaan kosketuksissa nestemäisen piin kanssa, ja tölkin ulkopohja osoittaa ylöspäin ja on varustettu kohoraidoilla.

10 9. Patenttivaatimuksen 8 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että tölkki on pyöreä ja kohoraidat ovat samankeskisiä.

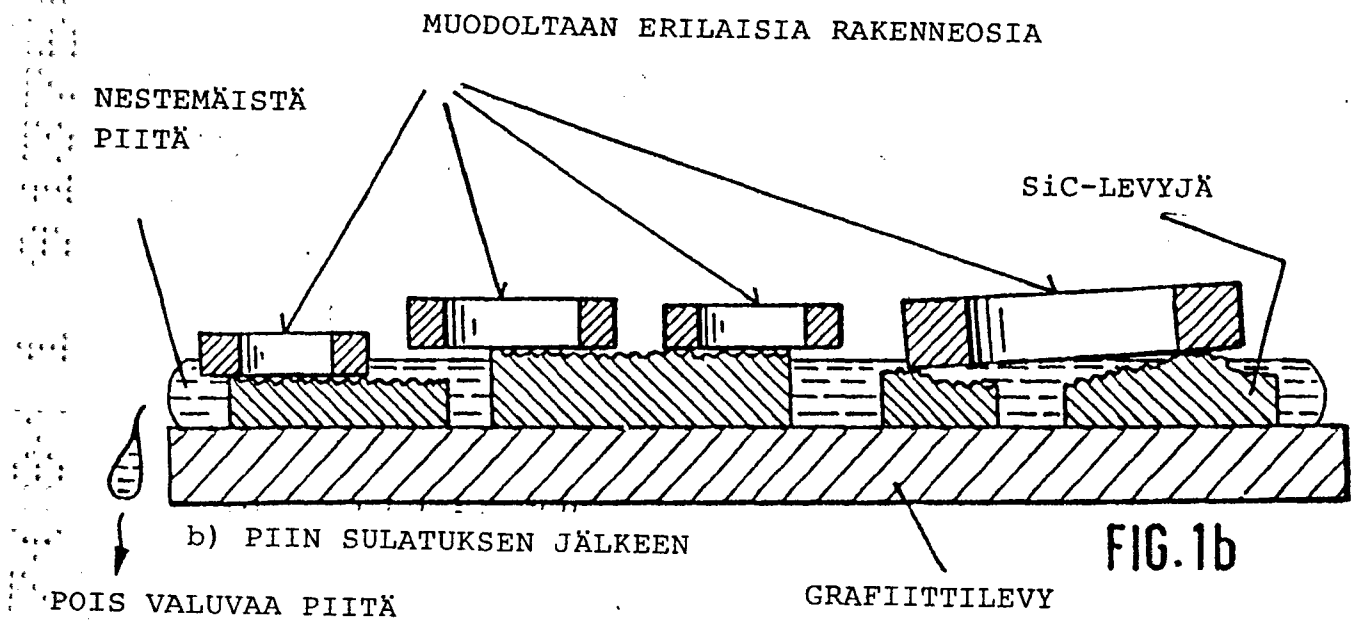
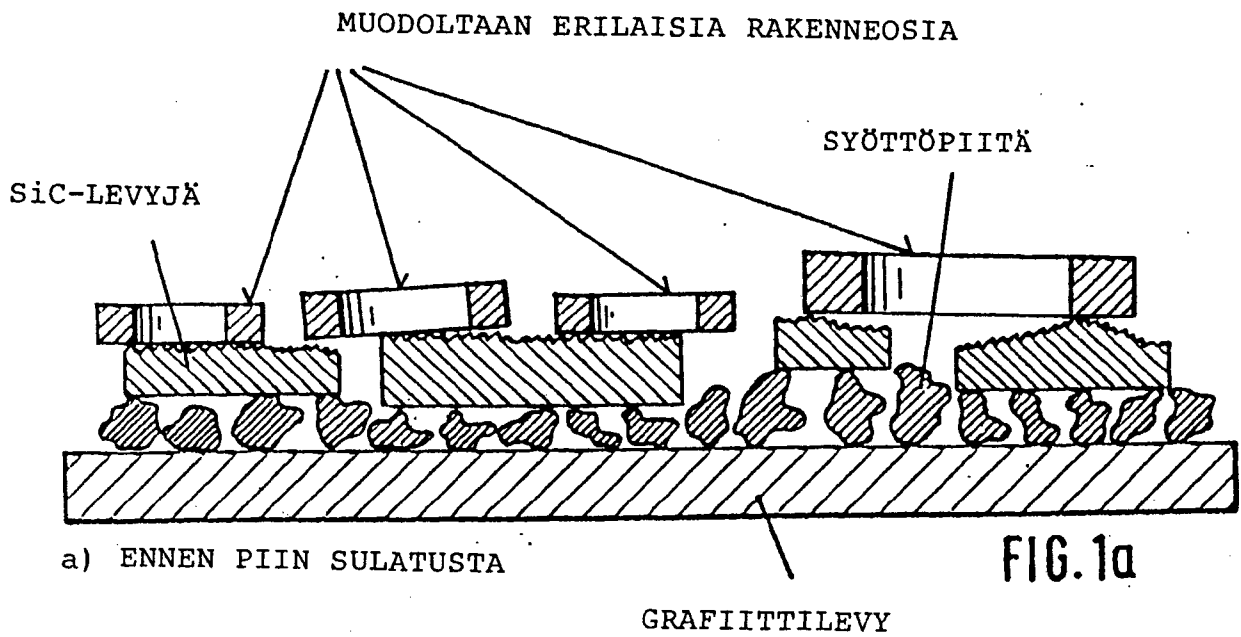
15 10. Patenttivaatimuksen 8 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että tölkin pohja on renkaan muotoinen ja sisältää samankeskisen aukon ja kohoraidat ovat samankeskisiä.

20 11. Patenttivaatimuksen 10 mukainen menetelmä, tunnettu siitä, että silioidaan aihio, jonka poikkileikkaus on T:n muotoinen ja jonka keskiosa on sijoitettu alustan keskusaukkoon.

1
2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22
23
24
25
26
27
28
29
30
31
32
33
34
35
36
37
38
39
40
41
42
43
44
45
46
47
48
49
50
51
52
53
54
55
56
57
58
59
60
61
62
63
64
65
66
67
68
69
70
71
72
73
74
75
76
77
78
79
80
81
82
83
84
85
86
87
88
89
90
91
92
93
94
95
96
97
98
99
100

101
102
103
104
105
106
107
108
109
110
111
112
113
114
115
116
117
118
119
120
121
122
123
124
125
126
127
128
129
130
131
132
133
134
135
136
137
138
139
140
141
142
143
144
145
146
147
148
149
150

151
152
153
154
155
156
157
158
159
160
161
162
163
164
165
166
167
168
169
170
171
172
173
174
175
176
177
178
179
180
181
182
183
184
185
186
187
188
189
190
191
192
193
194
195
196
197
198
199
200



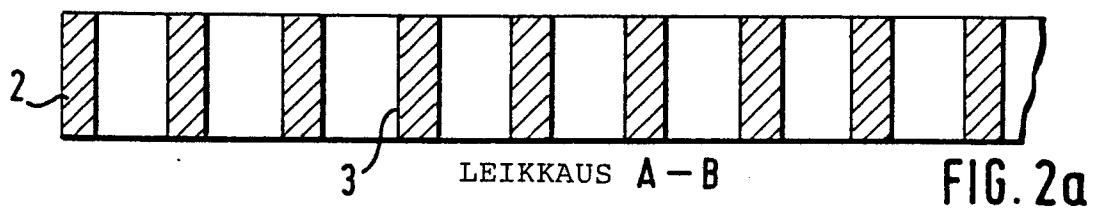
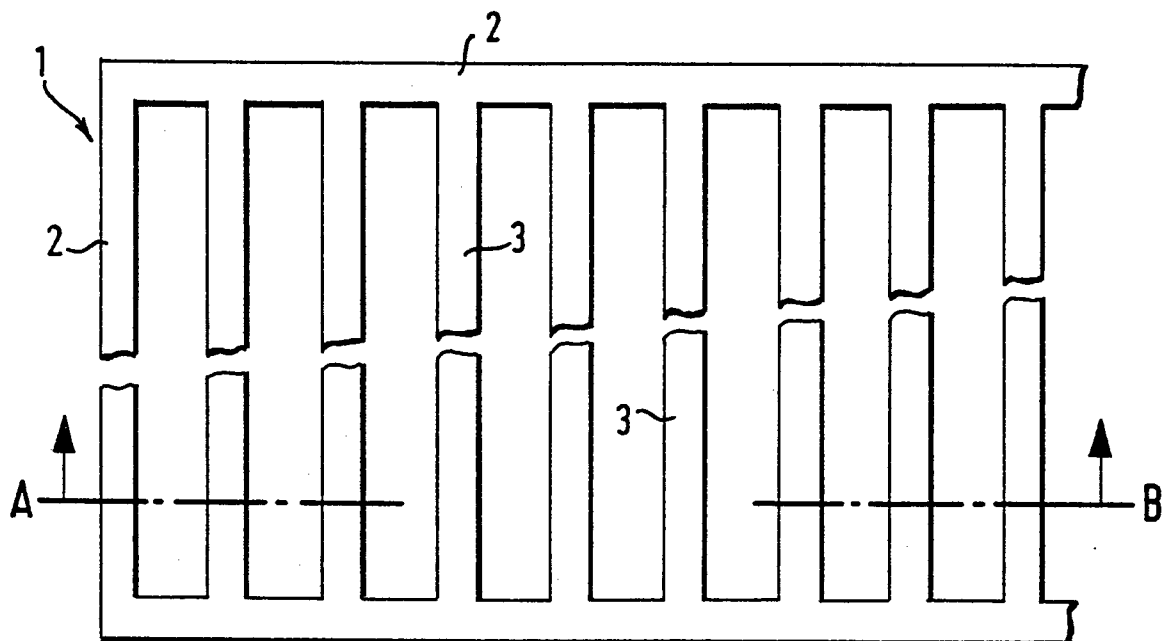


FIG. 2a



YLHÄÄLTÄ KATSOTTUNA

FIG. 2b

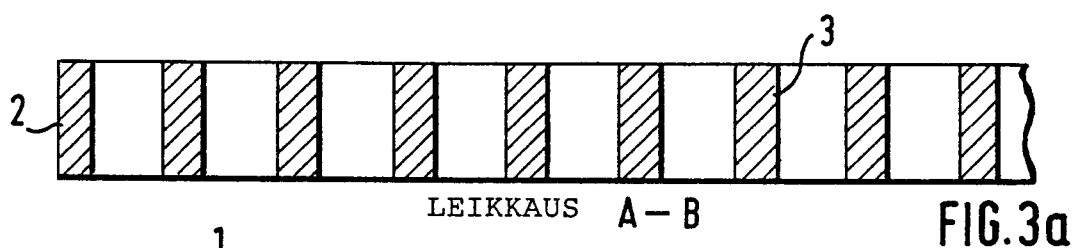
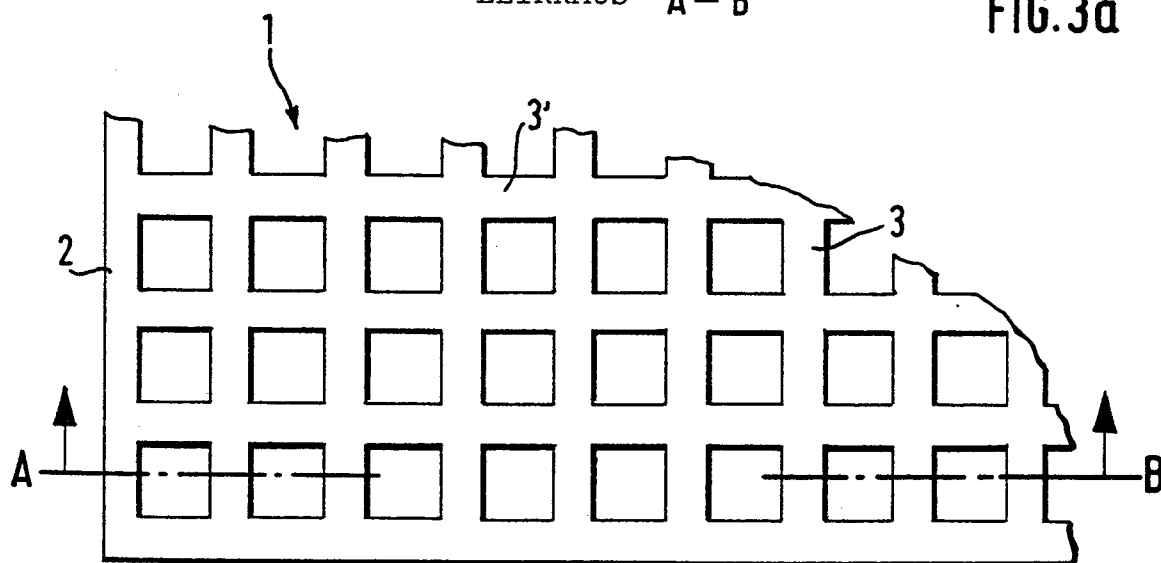
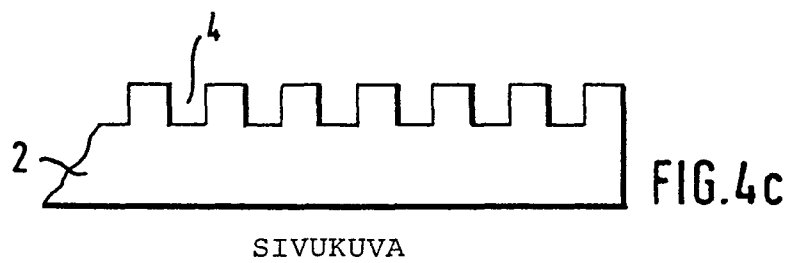
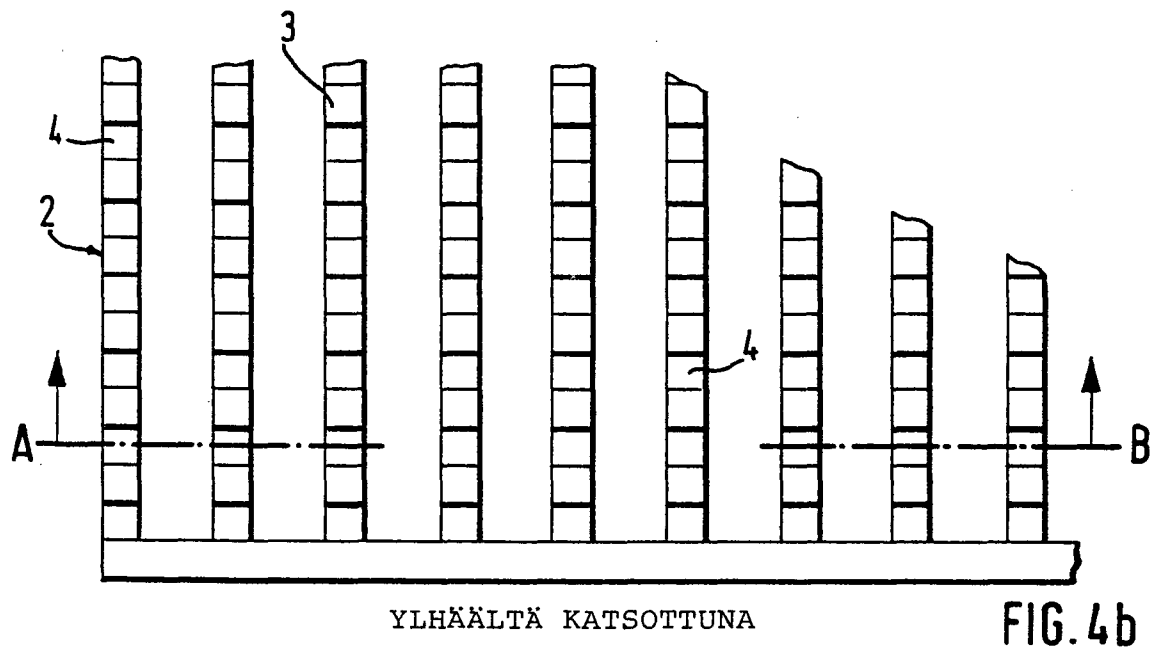
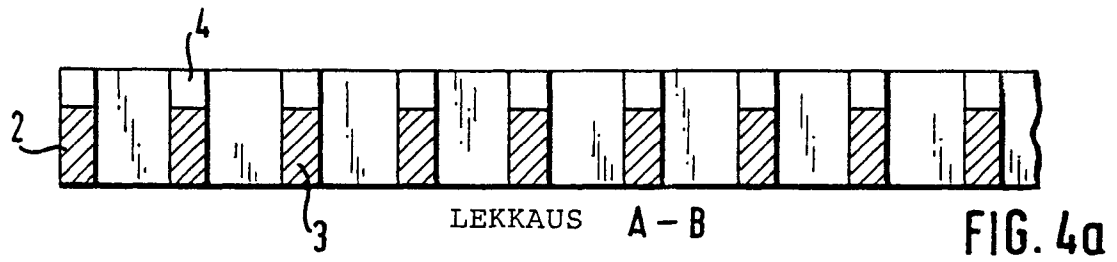


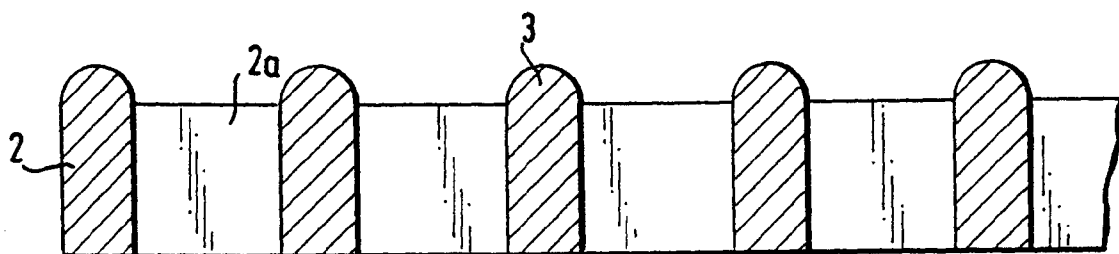
FIG. 3a



YLHÄÄLTÄ KATSOTTUNA

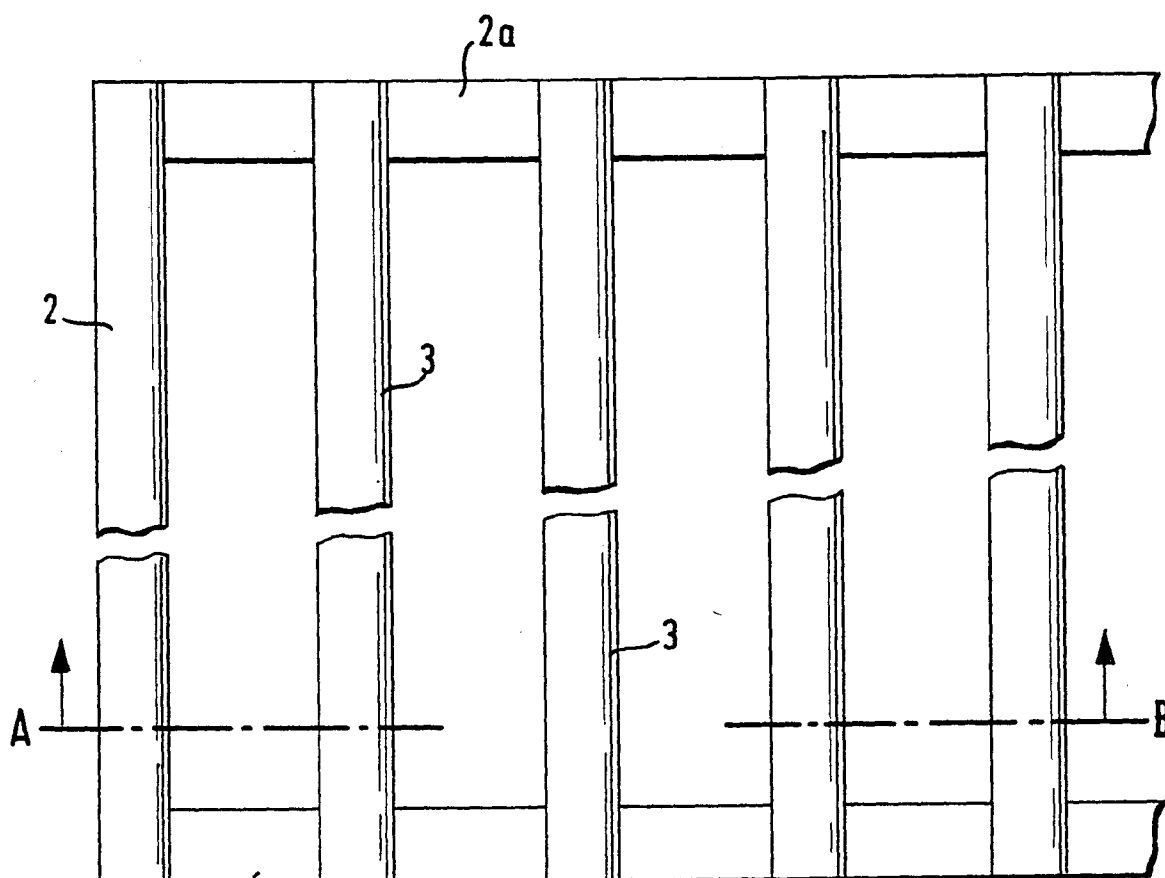
FIG. 3b





LEIKKAUS A-B

FIG. 5a

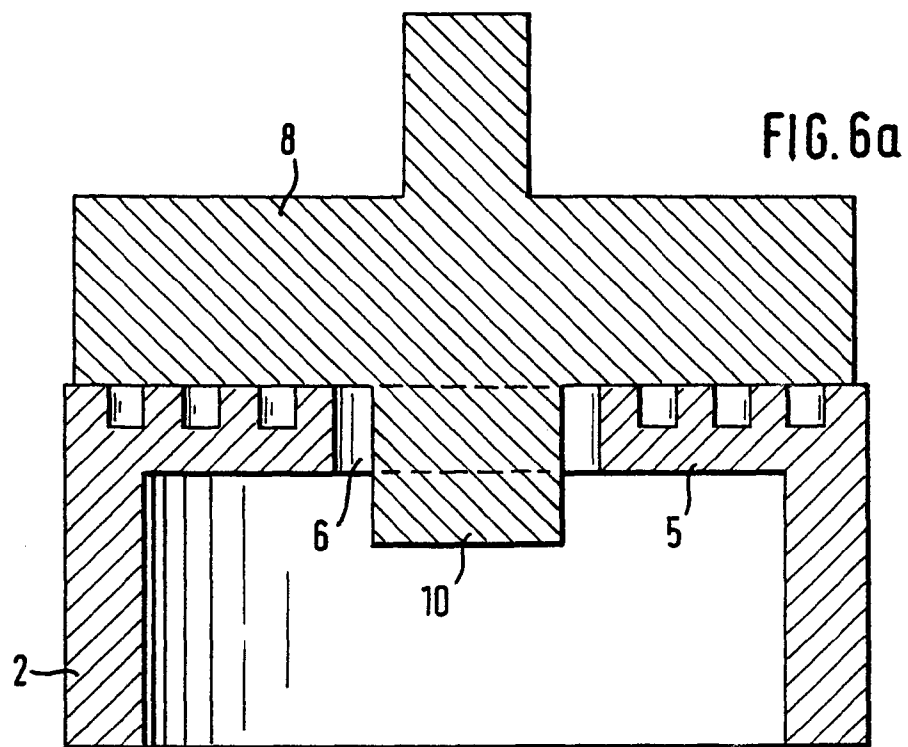


2a

YLHÄÄLTÄ KATSOTTUNA

FIG. 5b

5/5



LEIKKAUS A-B

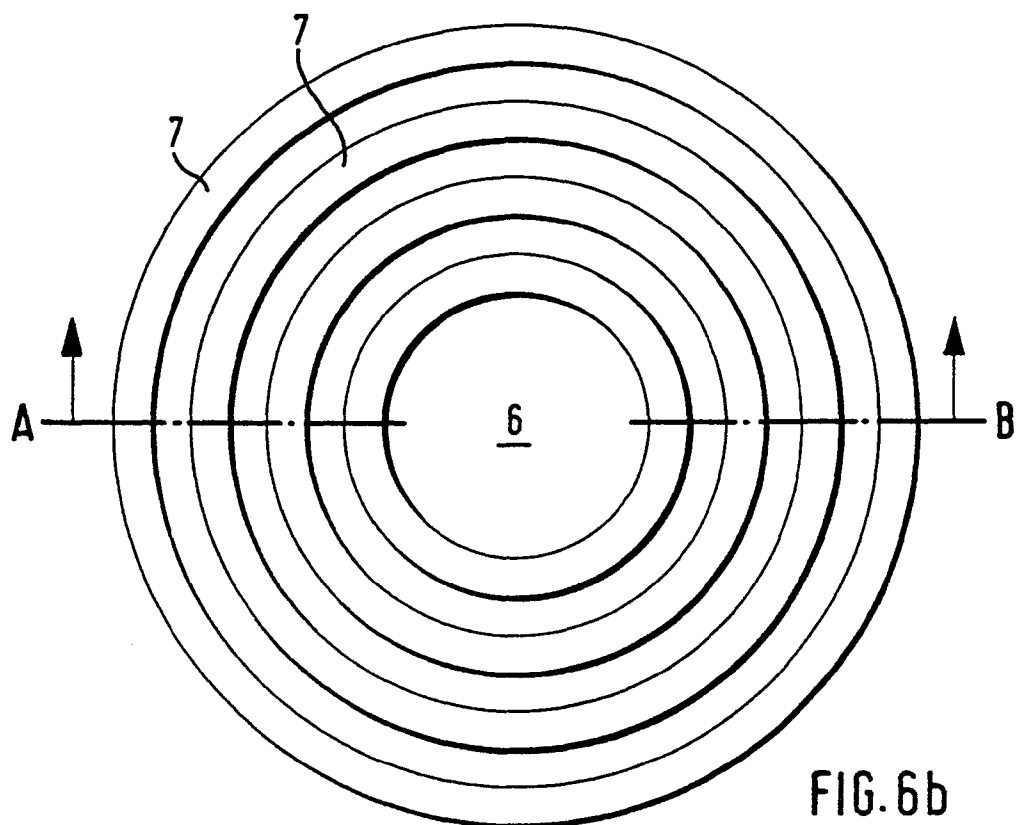


FIG. 6b

YLHÄÄLTÄ KATSOTTUNA