

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 814 948**

51 Int. Cl.:

**C04B 37/00** (2006.01)

**F16L 13/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.03.2013 PCT/US2013/033574**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.09.2013 WO13142828**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.03.2013 E 13763988 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.06.2020 EP 2828221**

54 Título: **Artículos de cerámica aglutinados por sinterización**

30 Prioridad:

**22.03.2012 US 201261614497 P**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**29.03.2021**

73 Titular/es:

**SAINT-GOBAIN CERAMICS & PLASTICS INC.  
(100.0%)  
One New Bond Street  
Worcester, Massachusetts 01615-0138, US**

72 Inventor/es:

**BANACH, LAWRENCE M.;  
BEVILACQUA, JOHN M. y  
LANZONE, STEVEN W.**

74 Agente/Representante:

**MORENO NOGALES, Ángeles**

ES 2 814 948 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Artículos de cerámica aglutinados por sinterización

5 **CAMPO DE LA DIVULGACIÓN**

Lo siguiente se refiere a cuerpos cerámicos aglutinados por sinterización, en particular cuerpos o conjuntos cerámicos para uso en intercambiadores de calor, intercambiadores de calor y procedimientos para formar los mismos. Los documentos US5.941.302 A, US5.611.877 A, EP0 479 657 A1, DE44 10 767 A1, US4.925.608 A y EP0 357 491 A2 describen la formación de una unión sinterizada entre componentes que pueden incluir carburo de silicio.

**BREVE DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN**

15 Un artículo de cerámica sinterizado incluye un primer componente y un segundo componente que circunscribe al menos una parte del primer componente y unido por sinterización al primer componente. El primer componente incluye un tubo. El segundo componente incluye una brida o una tapa. El primer y segundo componentes incluyen carburo de silicio. El artículo de cerámica sinterizado incluye una interfase entre el primer componente y el segundo componente, siendo la interfase una unión sinterizada que tiene una resistencia al cizallamiento no menor de 25 MPa y al menos una de las siguientes características de rendimiento: un rendimiento de cierre al nitrógeno no mayor de un 10 %, un rendimiento del cierre al helio no mayor de un 10 % y/o un rendimiento del cierre al vacío no mayor de un 10 %. El primer componente y el segundo componente incluyen carburo de silicio en una cantidad de al menos un 91 % en peso a no mayor que un 99,85 % en peso, en el que al menos un 95 % en peso del carburo de silicio es fase alfa.

25 Un procedimiento de fabricación de un artículo de cerámica sinterizado incluye formar un primer componente verde que incluye carburo de silicio, presinterizar el primer componente verde para formar un primer componente sinterizado, limpiar la superficie de al menos una parte de una superficie exterior del primer componente sinterizado para retirar los contaminantes de la superficie depositados durante la presinterización de los mismos, y disponer un segundo componente que incluye carburo de silicio para circunscribir el primer componente sinterizado a lo largo de la parte sometida a limpieza de la superficie, estando el segundo componente en un estado no sinterizado o en un estado parcialmente sinterizado. A continuación, el primer y segundo componentes se cosinterizan para formar una unión sinterizada entre el primer componente y el segundo componente. El primer componente incluye un tubo. El segundo componente incluye una brida o una tapa. El primer componente y el segundo componente incluyen carburo de silicio en una cantidad de al menos un 91 % en peso a no mayor que un 99,85 % en peso, en el que al menos un 95 % en peso del carburo de silicio es fase alfa. El material verde se puede contraer hasta cierto punto tras la sinterización, y la calidad de la unión sinterizada se puede deber al menos en parte a la selección de un tamaño del segundo componente no sinterizado verde. La calidad de la unión sinterizada también se puede atribuir a la preparación de la superficie del primer componente presinterizado para retirar los contaminantes de su superficie.

**BREVE DESCRIPCIÓN DE LOS DIBUJOS**

40 La presente divulgación se puede entender mejor, y sus numerosas características y ventajas pueden resultar evidentes para los expertos en la técnica, haciendo referencia a los dibujos adjuntos.

45 La FIG. 1 representa un modo de realización de un artículo de cerámica que incluye un tubo unido por sinterización a una brida.

La FIG. 2 representa un modo de realización de un artículo de cerámica que incluye un tubo con bridas unidas por sinterización que está sujeto en un intercambiador de calor.

50 La FIG. 3 muestra artículos de cerámica de acuerdo con un modo de realización de la presente, que pueden formar los bloques de construcción de un intercambiador de calor, y que incluye una lámina de tubos, una pluralidad de tubos y una tapa de extremo.

55 La FIG. 4 muestra un conjunto de intercambiador de calor de acuerdo con un modo de realización en el presente documento, que incluye los bloques de construcción de cerámica mostrados en la FIG. 3.

La FIG. 5 muestra otro modo de realización de un intercambiador de calor que tiene artículos de cerámica que incluyen tubos unidos por sinterización a láminas de tubos en los extremos distales de los tubos, en el que los artículos de cerámica están alojados dentro de una carcasa.

60 La FIG. 6 muestra un modo de realización de un artículo de cerámica que incluye un tubo, una brida y una tapa, en el que al menos una de la brida o la tapa está unida por sinterización al tubo.

65 La FIG. 7 muestra un modo de realización de otro artículo de cerámica que incluye un tubo y dos bridas, en el que una brida está dispuesta en un extremo del tubo y la otra brida está dispuesta a lo largo de una longitud del tubo.

La FIG. 8 muestra la interfase de unión por sinterización entre un componente presinterizado y un componente unido por sinterización, cada uno formado por carburo de silicio.

5 La FIG. 9 muestra un gráfico de una prueba de presión de un modo de realización de un artículo de cerámica a 1,38 MPa (200 psi).

La FIG. 10 muestra un gráfico de una prueba de presión a 20 °C de tres modos de realización de un artículo de cerámica.

10 La FIG. 11 muestra un gráfico de una prueba de presión a 1000 °C de los tres modos de realización de la FIG. 10.

La FIG. 12 muestra un gráfico de presión frente a temperatura de una prueba de presión de un modo de realización de un artículo de cerámica a través de cinco (5) ciclos térmicos.

15 La FIG. 13 muestra un gráfico de una prueba de presión a 20 °C de tres modos de realización de un artículo cerámico.

La FIG. 14 muestra un gráfico de una prueba de presión a 1000 °C de los tres modos de realización de la FIG. 13.

20 La FIG. 15 muestra un gráfico de presión frente a temperatura de una prueba de larga duración de tres modos de realización de un artículo de cerámica.

La FIG. 16 muestra una vista superior en perspectiva de un crisol de acuerdo con un modo de realización.

25 La FIG. 17 muestra una vista en perspectiva desde abajo del crisol de la FIG. 16.

El uso de los mismos símbolos de referencia en distintos dibujos quiere decir que los elementos son similares o idénticos.

#### DESCRIPCIÓN DETALLADA

30 Los modos de realización de la presente invención se refieren en general a artículos de cerámica y procedimientos para formar artículos de cerámica. Un artículo de cerámica sinterizado incluye un primer componente y un segundo componente que circunscribe al menos una parte del primer componente. El primer y segundo componentes comprenden carburo de silicio, en una cantidad mayor que al menos un 91 % en peso, hasta no mayor que un 99,85 % en peso.

35 Un componente de base o un segundo componente ("componente de base" y "segundo componente" se usan de manera intercambiable en el presente documento) circunscribe al menos una parte del primer componente y está unido por sinterización al primer componente. En un modo de realización, el primer componente puede circunscribir al menos una parte del segundo componente y, en general, está unido por sinterización al segundo componente. La interfase entre el primer y el segundo componente presenta una resistencia al cizallamiento no menor que 25 MPa, no menor que 40 MPa, no menor que 50 MPa, no menor que 75 MPa, no menor que aproximadamente 100 MPa, no menor que aproximadamente 120 MPa, no menor que aproximadamente 140 MPa, no menor que aproximadamente 170 MPa, o no menor que aproximadamente 200 MPa. En un modo de realización, la interfase entre el primer y el segundo componente presenta una resistencia al cizallamiento no mayor que aproximadamente 1000 MPa, tal como no mayor que aproximadamente 700 MPa, no mayor que aproximadamente 500 MPa, o no mayor que aproximadamente 300 MPa.

40 Como se usa en el presente documento, la referencia a la resistencia al cizallamiento como un valor de resistencia al cizallamiento particular se mide sometiendo a prueba una muestra que tiene dimensiones estandarizadas bajo carga. En particular, la resistencia al cizallamiento se mide preparando y sometiendo a prueba una muestra estandarizada como sigue. La muestra se prepara a partir de un tubo de cerámica y un anillo de cerámica, que tienen cada uno una longitud de 76,2 mm. El tubo de cerámica tiene un diámetro exterior (OD<sub>t</sub>) de 14 mm y un diámetro interior (ID<sub>t</sub>) de 11 mm. El anillo de cerámica tiene un diámetro exterior (OD<sub>r</sub>) de 20 mm y un diámetro interior (ID<sub>r</sub>) de 14 mm. El anillo de cerámica se coloca alrededor del tubo de cerámica de modo que los extremos de cada uno queden al ras, y a continuación se cosinteriza el conjunto tubo-anillo. Después de enfriar, se corta un segmento central de sección transversal del conjunto sinterizado y se rectifica el espesor hasta un espesor final (t) de 3 mm. El segmento central comprende un anillo interior cortado del tubo de cerámica y un anillo exterior cortado del anillo de cerámica. El área de contacto entre los anillos interior y exterior representa el área de unión total (A<sub>b</sub>) y se calcula de acuerdo con la siguiente fórmula:

60

$$A_b = \pi \cdot OD_t \cdot t \quad (\text{Fórmula I})$$

La resistencia al cizallamiento de la muestra del segmento central se somete a prueba a temperatura ambiente usando un Instron 8562 que usa una celda de carga de 100 kN a una velocidad de 0,05 mm/min, que aplica una fuerza igual pero opuesta a los anillos interior y exterior, respectivamente. La magnitud de la fuerza aplicada se incrementa

gradualmente hasta que los anillos se rompen. La fuerza (F) requerida para romper los anillos se mide en Newtons. El valor de la resistencia al cizallamiento ( $\tau$ ) se obtiene de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\tau = F \cdot A_B \cdot 10^6 \quad (\text{Fórmula II})$$

5

Se debe entender que los artículos de cerámica como se describen en el presente documento pueden tener una amplia variedad de dimensiones y tamaños generales, pero los valores de resistencia al cizallamiento se basan en una geometría estandarizada y un enfoque de sometimiento a pruebas como se describe anteriormente. En consecuencia, validar la resistencia al cizallamiento de una muestra que tiene diferentes dimensiones más grandes o más pequeñas que la muestra estandarizada descrita anteriormente requiere la fabricación de una muestra estandarizada en condiciones de composición y procesamiento idénticas a las de la muestra que tiene diferentes dimensiones.

10

Aunque se pueden utilizar diversas técnicas de conformado para la fabricación de un tubo, o un primer o segundo componente, tales como moldeo por colada de barbotina, isoprensado, mecanización de materiales de gran tamaño y otras técnicas de conformado, se puede usar la extrusión de acuerdo con modos de realización particulares. La extrusión representa un enfoque de fabricación rentable y deseable para fabricar múltiples artículos que requieren tubos de diversas longitudes y diámetros. A este respecto, el diámetro de los tubos puede variar en un amplio intervalo, tal como 0,6 cm (1/4 de pulgada) de diámetro exterior a 30 cm (12 pulgadas) o incluso tamaños mayores. La longitud también puede variar con una longitud que varía de solo 0,3-0,6 m (1-2 pies) a 4,6 m (15 pies), 6,1 m (20 pies) e incluso longitudes que alcanzan los 9,1 m (30 pies) y más. Con respecto a la relación de la longitud (L) con respecto al diámetro exterior (OD), denominada en el presente documento proporción de aspecto, en general el tubo tendrá una proporción de aspecto de no menos de aproximadamente 10, tal como no menos de aproximadamente 20, tal como no menos de aproximadamente 30, o no menos de aproximadamente 40. Típicamente, la proporción de aspecto es limitada, ya que los tubos de longitud extendida son difíciles de manipular y sinterizar completamente. En consecuencia, las proporciones de aspecto no suelen ser mayores de 300.

15

20

25

Como se establece anteriormente, el primer y segundo componentes están formados por una cerámica, a saber, carburo de silicio. Se usa una forma particular de carburo de silicio de acuerdo con determinados modos de realización, conocida como carburo de silicio de la marca HEXOLOY® (fabricado por Saint-Gobain Advanced Ceramics Corporation de Worcester, Massachusetts, EE. UU.), descrito en la patente de EE. UU. n.º 4.179.299. Los carburos de silicio adecuados contienen carburo de silicio en una cantidad mayor que al menos un 91 % en peso, a no mayor que un 99,85 % en peso, hasta aproximadamente un 5,0 % en peso de material orgánico carbonizado, de al menos aproximadamente un 0,15 % en peso a no mayor que aproximadamente un 3,0 % en peso de boro y hasta aproximadamente un 1,0 % en peso de carbono adicional. El "material orgánico carbonizado" está libre de carbono o es carbono no combinado producido *in situ* por la carbonización del material orgánico usado como materia prima en el proceso de formación del tubo de cerámica. Los materiales orgánicos carbonizables que se pueden usar para formar el tubo de cerámica incluyen, pero no se limitan a, resina fenólica, brea de alquitrán de hulla, polifenileno o polimetilfenileno.

30

35

Los cuerpos cerámicos sinterizados de carburo de silicio de acuerdo con un modo de realización se pueden caracterizar por una microestructura predominantemente equiaxial, lo que significa la presencia de granos que tienen una proporción de aspecto de menos de 3:1 (es decir, la proporción de la dimensión máxima de los granos de la microestructura cristalina con respecto a la dimensión mínima de los granos de la microestructura cristalina es menor de 3:1). Además, el carburo de silicio comprende al menos un 95 % en peso, tal como al menos aproximadamente un 99 % en peso de carburo de silicio cristalino no cúbico de fase alfa.

40

45

La densidad del carburo de silicio de acuerdo con un modo de realización es al menos aproximadamente 2,40 g/cm<sup>3</sup>, tal como al menos aproximadamente 2,90 g/cm<sup>3</sup>, o al menos aproximadamente 3,05 g/cm<sup>3</sup>.

50

Los cuerpos cerámicos sinterizados de carburo de silicio de acuerdo con un modo de realización se pueden caracterizar por la cantidad de contracción de los cuerpos desde un estado verde a un estado completamente sinterizado. Por ejemplo, los cuerpos cerámicos verdes de carburo de silicio de acuerdo con un modo de realización se pueden contraer más de aproximadamente un 10 % respecto a su tamaño original, más de aproximadamente un 12 %, más de aproximadamente un 15 %, más de aproximadamente un 17 %, menos de aproximadamente un 25 %, menos de aproximadamente el 20 %, menos de aproximadamente un 17 %, menos de aproximadamente un 15 % después de haber sido completamente sinterizados. En un modo de realización particular, un cuerpo cerámico verde de carburo de silicio se puede contraer aproximadamente un 17 % respecto a su tamaño original después de haber sido completamente sinterizado. Cuando se combina un primer componente presinterizado, un tubo, con un segundo componente verde, tal como una brida, que rodea el primer componente presinterizado, la relación de contracción y la cantidad de unión de interferencia se pueden expresar como sigue.  $ID_{f,FS} = OD_t - \Delta$ , donde

55

60

$ID_{f,FS}$  es el diámetro interior (ID) de una brida totalmente sinterizada,  $OD_t$  es el diámetro exterior (OD) del tubo presinterizado y  $\Delta$  es la interferencia (infradimensionamiento de la brida). Por ejemplo, un tubo presinterizado tiene una superficie de unión o un diámetro exterior de 2,0" (es decir,  $OD_t = 2,0$ ). Una unión de interferencia de un 5 % de un

## ES 2 814 948 T3

segundo cuerpo (es decir,  $\Delta = 5\%$ ) requiere que una brida completamente sinterizada sea 0,10" menor que el  $OD_t$  (es decir,  $2,0 * 5\% = 0,10$ ), o 1,90" (es decir,  $ID_{f,FS} = OD_t - \Delta$ , o  $1,90" = 2,0" - 0,10"$ ). Por tanto, para alcanzar una interferencia de un 5 % de una brida completamente sinterizada en el tubo presinterizado, la brida verde se fabricará para que tenga teóricamente un diámetro interior completamente sinterizado (si estuviera sinterizado por sí mismo) de 1,90".

Además, el ID del segundo componente verde se puede expresar como sigue.  $ID_{f,FS} / (1 - R_s) = ID_f$ , donde  $ID_f$  es el diámetro interior del segundo componente verde, o brida, y  $R_s$  es la tasa de contracción del segundo componente (expresada como un decimal). Por tanto, de acuerdo con el ejemplo dado anteriormente, y suponiendo que la tasa de contracción del segundo componente es de un 17,0 %, el diámetro interior de la brida verde ( $ID_f$ ) se puede calcular como  $1,9 \div (1 - 0,17) = 2,289"$ .

Pasando al segundo componente, el segundo componente puede estar formado por una tapa (que puede cubrir un extremo del tubo, proporcionando deseablemente un cierre hermético completo), o una brida (típicamente que circunscribe completamente el tubo). En el caso de una brida, de acuerdo con un modo de realización, la brida circunscribe el tubo alrededor de un diámetro exterior del tubo, teniendo la brida una pared que se proyecta radialmente y termina en una posición que define una dimensión exterior de la brida. En el caso de que una brida sea coaxial con el tubo, la brida puede definir un diámetro exterior mayor que el diámetro exterior nominal del tubo. Por ejemplo, el diámetro exterior de la brida puede ser no menor que aproximadamente 1,2 x (diámetro exterior del tubo), no menor que 1,3 x (diámetro exterior del tubo) o no menor que 1,4 x (diámetro exterior del tubo). La orientación de la pared que sobresale radialmente de la brida puede estar esencialmente en cualquier ángulo de proyección con respecto al eje longitudinal del tubo. Sin embargo, típicamente, la pared se proyecta perpendicularmente con respecto al eje longitudinal del tubo. Adicionalmente, la pared que se proyecta radialmente puede tener una superficie plana. Se puede usar una superficie plana para potenciar el rendimiento de sinterización del artículo de cerámica cuando está integrado en una estructura más grande, proporcionando un área de superficie adicional contra la cual crear un cierre y establecer un ambiente fuera del tubo distinto del ambiente dentro del tubo. Dicho establecimiento de un cierre de buena calidad es importante en diversos usos, tal como en el contexto de los intercambiadores de calor.

En el caso de una tapa, de acuerdo con un modo de realización, la tapa puede tener una circunferencia exterior que no sea mayor que el diámetro interior del tubo, de modo que el tapón pueda estar dispuesto dentro del orificio del tubo. La tapa puede cerrar el orificio interior del tubo en cualquier posición a lo largo de la longitud axial del tubo.

El rendimiento del cierre al nitrógeno se determina de acuerdo con una prueba de rendimiento del cierre al nitrógeno, en la que se aplica nitrógeno en una interfase de un cierre a una presión positiva inicial dada, y la pérdida de presión se mide con un manómetro. El rendimiento del cierre al nitrógeno es el porcentaje de caída de presión que se produce en la interfase del cierre durante un periodo de 2 horas a una presión manométrica aplicada, tal como 1,38 MPa (200 psi). Los modos de realización en el presente documento logran un rendimiento de cierre al nitrógeno no mayor que un 10 %, no mayor que un 9 %, no mayor que un 8 %, no mayor que un 7 %, no mayor que un 6 %, no mayor que un 5 %, no mayor que un 4 %, no mayor que un 3 %, no mayor que un 2 %, no mayor que un 1,9 %, no mayor que un 1,8 %, no mayor que un 1,7 %, no mayor que un 1,6 %, no mayor que un 1,5 %, no mayor que un 1,4 %, no mayor que un 1,3 %, no mayor que un 1,2 %, no mayor que un 1,1 %, no mayor que un 1,0 %, no mayor que un 0,9 %, no mayor que un 0,8 %, no mayor que un 0,7 %, no mayor que un 0,6 %, no mayor que un 0,5 %, no mayor que un 0,4 %, no mayor que un 0,3 %, no mayor que un 0,2 % o no mayor que un 0,1 % de un diferencial de presión inicial de 1,38 MPa (200 psi) (presión manométrica).

El rendimiento del cierre al helio se determina de acuerdo con una prueba de rendimiento del cierre al helio, en la que se aplica helio en una interfase de un cierre a una presión positiva inicial dada, y la pérdida de presión se mide con un manómetro. El rendimiento del cierre al helio se logra si la caída de presión que se produce en la interfase del cierre durante un periodo de 2 horas es no mayor que un 10 %, no mayor que un 9 %, no mayor que un 8 %, no mayor que un 7 %, no mayor que un 6 %, no mayor que un 5 %, no mayor que un 4 %, no mayor que un 3 %, no mayor que un 2 %, no mayor que un 1,9 %, no mayor que un 1,8 %, no mayor que un 1,7 %, no mayor que un 1,6 %, no mayor que un 1,5 %, no mayor que un 1,4 %, no mayor que un 1,3 %, no mayor que un 1,2 %, no mayor que un 1,1 %, no mayor que un 1,0 %, no mayor que un 0,9 %, no mayor que un 0,8 %, no mayor que un 0,7 %, no mayor que un 0,6 %, no mayor que un 0,5 %, no mayor que un 0,4 %, no mayor que un 0,3 %, no mayor que un 0,2 % o no mayor que un 0,1 % de un diferencial de presión de 87 PSI (presión manométrica), un diferencial de presión inicial de aproximadamente 13,8 MPa (aproximadamente 200 psi), o un diferencial de presión inicial de aproximadamente 6 barg (presión manométrica).

El rendimiento del cierre al vacío se determina de acuerdo con una prueba de rendimiento del cierre al vacío. En la prueba de rendimiento del cierre al vacío, se aplica vacío al sello. La atmósfera de gas nitrógeno dentro del tubo se reduce a continuación de 101,3 kPa (1 atmósfera o 760 torr) a una presión de 1,3 kPa (10 torr), de este modo se obtiene una presión diferencial de 100 kPa (750 torr). El rendimiento del cierre al vacío se logra si la ganancia dentro del tubo que se produce en la interfase del cierre durante un periodo de 2 horas es no mayor que un 10 %, no mayor que un 9 %, no mayor que un 8 %, no mayor que un 7 %, no mayor que un 6 %, no mayor que un 5 %, no mayor que un 4 %, no mayor que un 3 %, no mayor que un 2 %, no mayor que un 1,9 %, no mayor que un 1,8 %, no mayor que un 1,7 %, no mayor que un 1,6 %, no mayor que un 1,5 %, no mayor que un 1,4 %, no mayor que un 1,3 %, no mayor que un 1,2 %, no mayor que un 1,1 %, no mayor que un 1,0 %, no mayor que un 0,9 %, no mayor que un 0,8 %, no mayor que un

0,7 %, no mayor que un 0,6 %, no mayor que un 0,5 %, no mayor que un 0,4 %, no mayor que un 0,3 %, no mayor que un 0,2 % o no mayor que un 0,1 % del diferencial de presión (100 kPa o 750 torr).

5 En cada una de las pruebas de rendimiento del cierre, la unión o interfase se somete al diferencial de presión descrito anteriormente. Dependiendo de la geometría de la pieza, se presuriza o se evacua un volumen interior y se tapan los agujeros. En el caso de un sello exterior, tal como en el caso de una brida en un tubo, se sitúa una tapa de extremo para cubrir la brida y el orificio expuesto del tubo, estando la tapa desplazada del orificio para permitir una comunicación fluida (y por tanto, presión/vacío) que se extiende radialmente hasta la región de unión. Las tapas/tapones pueden tener diferentes geometrías para encajar en la pieza que se somete a prueba y se pueden cerrar con una grasa al vacío para garantizar un cierre hermético a presión. Una geometría de este tipo de una tapa/tapón se muestra en las FIGS. 16 y 17 donde la tapa/tapón encaja dentro del tubo o cilindro para cerrar un extremo del tubo o cilindro. El artículo de las FIGS. 16 y 17 se pueden denominar crisol. En un modo de realización tal como el ilustrado en las FIGS. 16 y 17, se debe entender que la tapa/tapón es el primer componente y el tubo o cilindro es el segundo componente. Por tanto, se debe entender que, de acuerdo con los procedimientos analizados anteriormente, el cilindro del crisol se sinteriza para que se contraiga alrededor de la tapa/tapón presinterizada para proporcionar una unión de interferencia al mismo.

20 Si bien se ha descrito anteriormente una referencia a un segundo componente, se debe reconocer que se pueden integrar un tercero o varios componentes de base a lo largo de la longitud del tubo. Por ejemplo, los componentes de base, tales como un segundo componente y un tercer componente, pueden tener la forma de bridas situadas en extremos axiales opuestos de un primer componente, tal como un tubo, circunscribiendo cada brida el tubo alrededor de un diámetro exterior del tubo, y teniendo cada brida una pared respectiva que se proyecta radialmente que termina en una posición que define una dimensión exterior de la brida que se puede utilizar de forma ventajosa para permitir un cierre hermético o estanco a los fluidos con un ambiente exterior.

25 Los artículos de cerámica sinterizados como se describen en el presente documento se pueden formar a través de un enfoque de sinterización de múltiples etapas. Por ejemplo, un tubo de cerámica verde se forma a través de cualquiera de las tecnologías de conformación adecuadas, tales como moldeo, moldeo por colada de barbotina, isoprensado, mecanizado y en particular extrusión. Como se entiende en general en la técnica, el tubo de cerámica verde en general contiene agua o una fase líquida orgánica combinada con diversos coadyuvantes tecnológicos y aglutinantes. Para obtener información adicional sobre los detalles de la composición, se puede hacer referencia a la patente de EE. UU. n.º 4.179.299.

35 Una vez completada la formación de un primer componente de cerámica verde, el primer componente pasa a una etapa de presinterización para formar un primer componente sinterizado. La presinterización se puede llevar a cabo en cualquiera de los hornos conocidos, incluyendo hornos continuos que trasladan la pieza de trabajo (en este caso, el tubo) a través del horno a una velocidad constante o variable. La presinterización se lleva a cabo generalmente a una temperatura superior a 2000 °C, tal como superior a 2050 °C, pero generalmente inferior a 2400 °C, tal como inferior a 2300 °C, tal como inferior a 2250 °C. Un intervalo objetivo adecuado para sinterizar el primer componente cerámico verde en el caso del carburo de silicio puede estar dentro de un intervalo de 2100-2200 °C. Los tiempos de sinterización pueden variar y dependen en gran medida de la masa térmica del primer componente. Sin embargo, los tiempos de sinterización típicamente varían de 15 minutos a 10 horas, tal como no menos de aproximadamente 30 minutos, tal como no menos de aproximadamente 1 hora, tal como no menos de aproximadamente 1,5 horas. Si bien los componentes de base o los tubos grandes de alta masa pueden requerir tiempos de sinterización prolongados, típicamente los tiempos de sinterización no superan las 30 horas, tal como no más de 20 horas, tal como no mayor de 10 horas. Una vez completada la etapa de sinterización, al menos una parte de una superficie exterior o interior del primer componente sinterizado se somete a limpieza de la superficie. En un modo de realización, al menos la parte del primer componente presinterizado que se pondrá en contacto con el segundo componente al que se sinterizará el primer componente se someterá a limpieza de la superficie. A este respecto, se ha descubierto que la superficie exterior del primer componente presinterizado puede llevar contaminantes, tales como contaminantes que se depositan durante el proceso de sinterización, o que se forman como consecuencia del proceso de sinterización y cambios en la estructura cristalográfica y de la composición del primer componente. Por ejemplo, los aglutinantes dentro de la composición se pueden quemar, dejando un residuo carbonoso en la superficie exterior del primer componente. Ese residuo carbonoso, en general en forma de carbono libre, puede afectar negativamente a la calidad de la unión entre el primer y el segundo componente, inhibiendo un cierre hermético.

55 Posteriormente a la limpieza de la superficie, en un modo de realización, se sitúa un segundo componente, o de base, para circunscribir un primero parcial o totalmente sinterizado a lo largo de la parte sometida a limpieza de la superficie. Aquí, el segundo componente se encuentra en un estado no sinterizado o parcialmente sinterizado. En el caso de un estado parcialmente sinterizado, típicamente el segundo componente no se ha sinterizado para que se contrajera a sus dimensiones finales. Después de la colocación del segundo componente, el primer componente se sinteriza nuevamente, pero con el segundo componente situado en contacto con el tubo de cerámica. Esto se puede denominar cosinterización. Durante el proceso de cosinterización, el segundo componente se contrae a sus dimensiones finales y puede ejercer una carga de compresión sobre el primer componente y estar en contacto con la superficie exterior del primer componente. Sin embargo, la carga de compresión no solo provoca un encaje por interferencia mecánico, sino también una unión cristalográfica o química. Aquí, la superficie interior del segundo componente y la superficie exterior del primer componente en contacto con el mismo a temperatura de sinterización elevada provoca la creación de una

unión sinterizada, a lo largo de la cual los materiales de cada uno de los componentes forman fuertes uniones cristalográficas o químicas entre los mismos. La limpieza de la superficie como se describe anteriormente ayuda a promover la formación de una fuerte unión sinterizada, formando de este modo un cierre hermético que tiene un alto nivel de robustez mecánica.

5

El flujo del proceso para formar artículos de cerámica de acuerdo con modos de realización de la presente también puede incluir una operación de mecanización, durante la cual la superficie exterior de un primer componente (un tubo) o un segundo componente (una tapa o brida) se mecaniza antes de la presinterización. En un modo de realización, la operación de mecanización puede incluir mecanizar circunferencialmente o mecanizar longitudinalmente una superficie exterior del componente antes de la presinterización. Dicho de forma alternativa, esta etapa de mecanización se puede llevar a cabo en estado verde, donde el primer o segundo componente está en un estado que permite una retirada más fácil de material que en el estado sinterizado. Además, la mecanización puede ser eficaz para reducir o incluso retirar completamente las irregularidades en las dimensiones (ovalización) o la superficie del primer o segundo componente verde. Por ejemplo, en el caso de la extrusión, el primer o segundo componente verde puede tener líneas ranuradas características que se extienden parcial o totalmente a lo largo de toda la longitud del primer o segundo componente. Esas líneas ranuradas pueden inhibir la formación de una unión sinterizada fuerte de la interfase, así como un cierre hermético. En el caso de otras tecnologías de formación, la mecanización todavía puede ser deseable. Por ejemplo, en el caso de isoprensado o moldeo, pueden quedar imperfecciones características en el primer o segundo componente verde, tal como un tapajuntas.

10

15

20

Tanto la limpieza de la superficie como las etapas de mecanización se pueden llevar a cabo a través de procesos de abrasión mecánica. La abrasión mecánica puede incluir mecanización usando un abrasivo libre (por ejemplo, una suspensión abrasiva), un abrasivo revestido o un abrasivo fijo. La especie de producto abrasivo se elige para evitar una interacción química no deseada con el tubo o el componente de base o los depósitos extraños en los mismos, proporcionando también al mismo tiempo tasas adecuadas de retirada de material. En términos generales, en el caso del carburo de silicio, se evitan materiales abrasivos tales como alúmina y se utilizan materiales tales como carburo de silicio y superabrasivos, incluyendo especialmente nitruro de boro cúbico (CBN) y diamante. En el estado verde, la mecanización se puede llevar a cabo con carburo de silicio y en el estado sinterizado, la limpieza de la superficie se puede hacer con carburo de silicio o una especie superabrasiva. En la práctica, los modos de realización han hecho uso de abrasivos revestidos, tales como un carburo de silicio, CBN o abrasivo de diamante revestido en una cinta de bucle cerrado, montados en una lijadora de cinta.

25

30

Si bien las etapas de limpieza anteriores se establecen en relación con un componente, en particular la superficie exterior de un primer o segundo componente, las operaciones de limpieza anteriores se pueden llevar a cabo con respecto a una superficie interior de un componente, en particular la superficie interior del primer componente en una parte que se pondrá en contacto con el segundo componente que se unirá por sinterización al mismo, o la superficie interior del segundo componente en una parte que se pondrá en contacto con el primer componente que se unirá por sinterización al mismo.

35

40

Se describen modos de realización particulares en relación con los dibujos.

Pasando a la FIG. 1, se muestra un artículo de cerámica 100 que incluye un tubo 110 y un componente de base en forma de brida 120. Como se muestra, la brida 120 tiene una pared que se proyecta radialmente 130, que presenta una superficie plana 140. Como se describe en el presente documento, el tubo está presinterizado y la brida 120 está unida por sinterización al tubo.

45

La FIG. 2 muestra otro modo de realización de un artículo de cerámica 200, integrado en un tipo de intercambiador de calor. Como se muestra, el artículo de cerámica 200 incluye un tubo 210 y componentes de base en forma de una primera brida 220 y una segunda brida 230. Aunque no se muestran en sección transversal, las bridas 220 y 230 en general circunscriben, típicamente circunscriben completamente, el tubo alrededor del diámetro exterior del tubo. La altura de cada brida define el espesor de la pared proyectada radialmente que se extiende radialmente hacia afuera desde el tubo. Cada primera brida 220 incluye una superficie plana 240 y la segunda brida 230 incluye una superficie plana 260. Un primer extremo alrededor del cual está dispuesta la primera brida 220 está conectado a una estructura de conducto corriente arriba 270. Esa estructura de conducto corriente arriba 270 se mantiene en acoplamiento hermético a los fluidos con el artículo de cerámica 200 por medio de un medio de derivación, mostrado aquí como una pinza 280. Interpuesta entre la estructura de conducto 270 y la primera brida 220 hay una junta 290. Como se muestra mediante la flecha 235 en el dibujo, se alimenta fluido al tubo 210 del artículo de cerámica 200 a través del primer extremo del artículo de cerámica 200. De forma similar, se proporciona una estructura de conducto corriente abajo 205, con una pinza 215 para mantener la estructura del conducto y el artículo de cerámica en comunicación estanca a los fluidos, así como una segunda junta 225. En uso, la distancia entre las bridas 220 y 230 representa típicamente un área de reacción caliente, y la corriente de fluido corriente arriba del área de reacción caliente representa una zona de alimentación, y la corriente de fluido corriente abajo del área de reacción caliente representa una zona de enfriamiento.

50

55

60

Pasando a las FIGS. 3 y 4, se muestra un subconjunto de otro tipo de intercambiador de calor. La FIG. 3 ilustra un primer y segundo tubos 310 interconectados por una tapa 320, que mantiene la comunicación fluida entre el primer y el segundo tubos 310. Como se describe anteriormente, la tapa está unida por sinterización a los tubos. Adicionalmente,

65

se muestra una lámina de tubos 330, en forma de un disco que tiene múltiples agujeros 340, que recibe múltiples pares de tubos y que funciona para mantener la relación espacial entre los tubos y proporcionar un cierre hermético en el extremo de los tubos opuesto a las tapas. De forma similar, la lámina de tubos 330 es un tipo de componente de base y puede estar unida por sinterización a los tubos.

5

La FIG. 4 muestra un subconjunto de intercambiador de calor completado 400. Múltiples pares, en este caso seis pares de tubos 410 que tienen tapas 420, están integrados con la lámina de tubos 430. El subconjunto del intercambiador de calor se puede acondicionar además en una carcasa (no mostrada) para uso industrial.

10

La FIG. 5 ilustra aún otra disposición del intercambiador de calor. Aquí, los artículos de cerámica 510 compuestos por tubos 520 y láminas de tubos 530, 540 se acondicionan dentro de una carcasa 550. Como se muestra mediante las flechas que entran en las entradas de los tubos 560, se puede alimentar un fluido, tal como gases o líquidos corrosivos, al interior de los tubos 520 y puede salir a través de las salidas de los tubos 570. El intercambiador de calor también incluye su propia entrada de la carcasa 580 y salida de la carcasa 590, que está aislada del flujo de gases corrosivos de los tubos. De esta manera, el calor se puede intercambiar entre el ambiente dentro del cuerpo del intercambiador de calor y el ambiente de los gases o líquidos que fluyen a través de los tubos 520. En este modo de realización particular mostrado en la FIG. 5, los tubos no utilizan bridas, sino láminas de tubos opuestas 530 y 540. Sin embargo, modos de realización alternativos pueden hacer uso de tapas, como las que se muestran en las FIGS. 3 y 4 en lugar de la lámina de tubos 540 para un flujo tortuoso de gases o fluidos, en lugar del flujo lineal mostrado en la FIG. 5.

15

20

La FIG. 6 muestra un artículo de cerámica 600 que incluye un tubo 610 que tiene un segundo componente (brida 620) y un tercer componente (tapa 630). Como se describe anteriormente, cada una de la brida 620 y la tapa 630 están unidas por sinterización al tubo 610. El tubo 610 se presinteriza antes de la unión por sinterización de la tapa y la brida al tubo (por ejemplo, cosinterización del tubo, la brida y la tapa).

25

La FIG. 7 muestra aún otro modo de realización de un artículo de cerámica que incluye un tubo 700, que incluye bridas opuestas 702 y 704. Cada una de las bridas en este modo de realización particular se unió por sinterización al tubo 700, que se presinterizó.

30

La FIG. 8 es una sección transversal de SEM que muestra la unión de la interfase entre un tubo de carburo de silicio presinterizado 800 y un componente de base 802. Entre los componentes 800 y 802 se ha proporcionado la interfase 804, que proporciona un cierre hermético entre los componentes 800 y 802. Si bien la interfase se puede ver fácilmente en la figura, cabe destacar que partes de la interfase están oscurecidas por una representación en blanco o sin color. Estas áreas indican áreas donde se produjo crecimiento de grano por la interfase, que funciona para fortalecer y potenciar el cierre hermético por la interfase. Dicho de forma alternativa, los granos formados por cristales (por ejemplo, granos cristalográficos) de cada uno de los dos componentes se unieron y crecieron conjuntamente para extenderse por la interfase y puentearla creando una fuerte unión química o cristalográfica en la interfase. En consecuencia, la unión es más compleja que una estructura de unión directa de encaje por fricción típica e incluye componentes tanto mecánicos como cristalográficos para mejorar la robustez de la interfase.

35

40

#### Ejemplo 1

Se formaron varios artículos de cerámica para incluir una unión de interferencia entre un tubo de cerámica y una brida de cerámica como sigue. Se preparó un tubo de cerámica de 14 mm de diámetro exterior de acuerdo con los procedimientos analizados anteriormente. Se tapó un extremo del tubo, y el tubo y la tapa se presinterizaron de acuerdo con los procedimientos analizados anteriormente para proporcionar un tubo presinterizado con un extremo cerrado y un extremo abierto. Se prepararon varias bridas de cerámica verde de acuerdo con los procedimientos anteriores para encajarlas sobre el extremo abierto del tubo presinterizado. Las bridas de cerámica verde se diseñaron para proporcionar un ID completamente sinterizado que fuera menor que el OD del tubo de 14 mm (por ejemplo, interferencia) en aproximadamente un 0 % a aproximadamente un 15 %. Las bridas de cerámica verde se proporcionaron en el extremo abierto del tubo presinterizado y se cosinterizaron con el tubo presinterizado para proporcionar una unión de interferencia de acuerdo con los procedimientos analizados anteriormente.

45

50

Después de que se formaron los artículos de cerámica, se sometieron a pruebas de presión proporcionando 1,38 MPa (200 psi) (aproximadamente 13,8 bar) de helio (He) en un lado de la unión de interferencia para determinar la integridad de la unión de interferencia de cada artículo de cerámica. La FIG. 9 muestra que la mayoría de las muestras de artículos de cerámica que tienen una brida diseñada para tener de aproximadamente un 0 % a aproximadamente un 5 % de ID completamente sinterizado no consiguieron mantener la presión. La FIG. 9 también muestra que una mayoría de las muestras de artículos de cerámica que tienen una brida diseñada para tener de aproximadamente un 5 % a aproximadamente un 15 % de ID completamente sinterizado consiguieron mantener la presión. En particular, la FIG. 9 tiende a mostrar que un valor umbral de aproximadamente un 5 % tiene éxito en mantener la presión.

55

60

#### Ejemplo 2

Se preparó y presinterizó un artículo de cerámica que tenía un tubo de 100 mm de OD de acuerdo con los procedimientos analizados anteriormente, y se equipó con una brida verde diseñada para tener un ID completamente

65

sinterizado de un 3 % menos que el tubo presinterizado. El tubo y la brida se cosinterizaron para formar un artículo de cerámica que tenía una unión de interferencia de acuerdo con los procedimientos analizados anteriormente, y se sometieron a pruebas de presión a 20 °C con 6 barg (presión manométrica) de helio en un lado de la unión de interferencia para determinar la integridad de la unión de interferencia del artículo de cerámica. El artículo de cerámica perdió aproximadamente 0,2 bar durante un periodo de 12 horas.

### Ejemplo 3

Se prepararon y presinterizaron tres artículos de cerámica que tenían un tubo de 35 mm de OD de acuerdo con los procedimientos analizados anteriormente, y cada uno se equipó con una pestaña verde y posteriormente se cosinterizó para formar un artículo de cerámica que tenía una unión de interferencia de acuerdo con los procedimientos analizados anteriormente. Un primer artículo de cerámica incluyó una brida diseñada para tener un ID completamente sinterizado de un 3 % menor que el tubo presinterizado, un segundo artículo de cerámica incluyó una brida diseñada para tener un ID completamente sinterizado de un 5 % menor que el tubo presinterizado, y un tercer artículo de cerámica incluyó una brida diseñada para tener un ID completamente sinterizado de un 11 % menor que el tubo presinterizado. Los tres artículos de cerámica se sometieron a cinco (5) ciclos térmicos de 20 °C a 1000 °C y se presurizaron con 6 barg de helio en un lado de la unión de interferencia para determinar la integridad de la unión de interferencia de cada artículo de cerámica. Se tomaron lecturas de presión a 20 °C y 1000 °C para cada artículo de cerámica en cada iteración del ciclo térmico. Los resultados de las lecturas a 20 °C se muestran en la FIG. 10, y los resultados para 1000 °C se muestran en la FIG. 11, donde la muestra "A" es la muestra de un 3 % y se representa como un triángulo, la muestra "B" es la muestra de un 5 % y se representa como un rombo, y la muestra "C" es la muestra de un 11 % y se representa como un cuadrado.

Como se muestra en la FIG. 10, las muestras A y B perdieron menos de 0,1 (-0,1) bar/H a 20 °C. La pérdida promedio de presión de la muestra A a 20 °C es menor que aproximadamente 0,03 bar/H, y la pérdida promedio de presión de la muestra B a 20 °C es menor que aproximadamente 0,01 bar/H. La FIG. 10 también muestra que la muestra C perdió cada vez más presión en cada lectura del ciclo térmico realizada a 20 °C. No está claro por qué las lecturas de la muestra C muestran una pérdida continua de presión, ya que esto es contrario a las expectativas de esa muestra.

Pasando a la FIG. 11, la muestra A (la muestra de un 3 %) muestra en realidad un incremento en la presión en cada lectura del ciclo térmico realizada a 1000 °C. No está claro por qué la presión se incrementó en la muestra A a 1000 °C. La ganancia promedio de presión de la muestra A tomada a 1000 °C es de aproximadamente 0,06 bar/H. En la FIG. 11, la muestra B (la muestra de un 5 %) muestra una pérdida de presión menor que 0,2 (-0,2) bar/H. La pérdida promedio de presión de la muestra B tomada a 1000 °C es menor que aproximadamente 0,03 bar/H. La FIG. 11 también muestra que la muestra C (la muestra de un 11 %) tiene un incremento continuo en la pérdida de presión en cada ciclo térmico, lo cual es consecuente con los datos de la FIG. 10. Los resultados de las lecturas de presión del ciclo térmico de las FIGS. 10 y 11 tienden a mostrar que la muestra B (la muestra de un 5 %) proporciona una unión de interferencia más estanca que la muestra A o C.

### Ejemplo 4

Se preparó un artículo de cerámica de acuerdo con la muestra B (la muestra de un 5 %) en el ejemplo 3 anterior, y se sometió a prueba la pérdida de presión a temperaturas intermedias presurizando un lado de la unión de interferencia del artículo de cerámica con 2 barg de helio mientras se calentaba el artículo de cerámica hasta 1000 °C. Como muestra la FIG. 12, se tomaron mediciones frecuentes a varias temperaturas entre el ciclo térmico de aproximadamente 100 °C a aproximadamente 900 °C. Como también indica la FIG. 12, la presión en el tubo (medida en barg) se mantuvo entre aproximadamente 2 barg y 2,5 barg durante el ciclo térmico. Los resultados de este ejemplo indican poca o ninguna pérdida o degradación de la estanqueidad en la unión de interferencia a lo largo de un ciclo térmico, lo que también sugiere que el componente secundario (tapa, brida) se une bien al tubo porque ambos componentes tienen coeficientes de expansión térmica (CTE) idénticos o casi idénticos. También se observa que, aunque no se muestra en las FIGS., se ha sabido que varias muestras funcionan a más de aproximadamente 1000 °C, más de aproximadamente 1300 °C e incluso más de 2000 °C sin un incremento apreciable en la pérdida de presión. cuando se someten a prueba posteriormente a temperaturas iguales o inferiores a 1000 °C.

### Ejemplo 5

Se prepararon tres artículos de cerámica (muestras A, B y C) de acuerdo con el ejemplo 3 anterior, y se sometieron a cinco (5) iteraciones de prueba de ciclos térmicos entre 20 °C y 100 °C mientras se les proporcionaba 6 barg de helio en un lado de la unión de interferencia de cada muestra. Los resultados se muestran en las FIGS. 13 y 14. Como se muestra en la FIG. 13, la muestra A (muestra de un 3 %) tuvo una pérdida promedio de presión a 20 °C de aproximadamente 0,05 bar/H, la muestra B (muestra de un 5 %) tuvo una pérdida promedio de presión a 20 °C de aproximadamente 0,03 bar/h, y la muestra C (muestra de un 11 %) tuvo una pérdida promedio de presión de aproximadamente 0,13 bar/H. La FIG. 14 muestra que la muestra B tiende a proporcionar un incremento de presión a 1000 °C. No está claro por qué la muestra B incrementa la presión en el tubo a 1000 °C. Sin embargo, las FIGS. 13 y 14 parecen indicar que la muestra B proporciona la unión de interferencia más estanca y, por tanto, proporciona una mayor fidelidad en la retención de la presión en los ciclos térmicos que las otras muestras.

Ejemplo 6

5 Se prepararon tres artículos de cerámica (muestras A, B y C) de acuerdo con el ejemplo 3 anterior y se sometieron a una prueba de presión de larga duración (aproximadamente 72-80 horas) a 1000 °C con 6 barg de helio en un lado de la unión de interferencia de cada muestra. Los resultados de la prueba de presión de larga duración se muestran en la FIG. 15. Como se muestra en la FIG. 15, la muestra B (muestra de un 5 %) perdió toda la presión al final de la prueba de larga duración, aproximadamente a las 72 horas. Los resultados son anómalos y se cree que no se logró completamente un cierre hermético con la muestra B.

## REIVINDICACIONES

1. Un artículo de cerámica sinterizado, que comprende:

5 un primer componente que incluye carburo de silicio, en el que el primer componente comprende un tubo; un segundo componente que incluye carburo de silicio, circunscribiendo el segundo componente al menos una parte del primer componente, en el que el segundo componente comprende una brida o una tapa; y una interfase entre el primer componente y el segundo componente, siendo la interfase una unión sinterizada que tiene una resistencia al cizallamiento no menor de 25 MPa y al menos una característica de rendimiento seleccionada del grupo que consiste en:

- 10 i) un rendimiento del cierre al nitrógeno no mayor de un 10 %;
- 15 ii) un rendimiento del cierre al helio no mayor de un 10 %;
- iii) un rendimiento del cierre al vacío no mayor de un 10 %,

20 en el que la resistencia al cizallamiento, el rendimiento del cierre al nitrógeno, el rendimiento del cierre al helio y el rendimiento del cierre al vacío se determinan como se describe en la descripción; en el que el primer componente y el segundo componente comprenden carburo de silicio en una cantidad de al menos un 91 % en peso a no mayor que un 99,85 % en peso, en el que al menos un 95 % en peso del carburo de silicio es fase alfa.

25 2. El artículo de cerámica sinterizado de la reivindicación 1, en el que la interfase es una unión sinterizada formada mediante cosinterización del primer componente y el segundo componente, en el que, para la cosinterización, el primer componente se presinteriza y al menos la parte del primer componente circunscrita por el segundo componente se somete a limpieza de la superficie para retirar los contaminantes depositados durante la presinterización, y el segundo componente está en un estado no sinterizado o en un estado parcialmente sinterizado.

30 3. El artículo de cerámica sinterizado de la reivindicación 1 o 2, en el que la resistencia al cizallamiento no es menor de 40 MPa, tal como no menor que 50 MPa, no menor que 75 MPa.

4. El artículo de cerámica sinterizado de la reivindicación 1 o 2, en el que los granos cristalográficos del primer componente y el segundo componente se extienden por la interfase y la puentean.

35 5. El artículo de cerámica sinterizado de la reivindicación 1 o 2, en el que la interfase es un cierre hermético.

6. El artículo de cerámica sinterizado de la reivindicación 1 o 2, en el que la interfase tiene un rendimiento de cierre al nitrógeno, un rendimiento de cierre al helio o un rendimiento de cierre al vacío de no más de un 9 %, 8 %, 7 %, 6 %, 5 %, 4 %, 3 %, 2 %, 1,9 %, 1,8 %, 1,7 %, 1,6 %, 1,5 %, 1,4 %, 1,3 %, 1,2 %, 1,1 %, 1,0 %, 0,9 %, 0,8 %, 0,7 %, 0,6 %, 0,5 %, 0,4 %, 0,3 %, 0,2 % o 0,1 %.

7. El artículo de cerámica sinterizado de la reivindicación 1 o 2, en el que la interfase tiene un rendimiento de cerrado al helio no mayor de un 4 %.

45 8. El artículo de cerámica sinterizado de la reivindicación 1 o 2, que comprende además un tercer componente, en el que el primer componente comprende un tubo, estando el segundo componente y el tercer componente situados en extremos axiales opuestos del tubo, en el que el segundo y tercer componente son bridas que circunscriben el tubo alrededor de un diámetro exterior del tubo, teniendo cada brida una pared que se proyecta radialmente y que termina en una posición que define una dimensión exterior de la brida.

50 9. El artículo de cerámica sinterizado de la reivindicación 8, en el que cada brida está adaptada para recibir una fuerza de pinzamiento para empujar cada extremo del artículo de cerámica sinterizado a un acoplamiento estanco a los fluidos con una estructura de conducto.

55 10. El artículo de cerámica sinterizado de la reivindicación 1 o 2, en el que la interfase entre el primer componente y el segundo componente está libre de materiales de unión.

60 11. El artículo de cerámica sinterizado de la reivindicación 1 o 2, en el que el primer componente comprende un tubo extruido.

12. Un procedimiento de formación de un artículo de cerámica sinterizado, que comprende:

formar un primer componente verde que incluye carburo de silicio;

65 presinterizar el primer componente verde para formar un primer componente sinterizado; limpiar la superficie de al menos una parte de una superficie exterior del primer componente sinterizado para retirar los contaminantes de la

superficie depositados durante la presinterización del mismo;

5 disponer un segundo componente que incluye carburo de silicio para circunscribir el primer componente sinterizado a lo largo de la parte sometida a limpieza de la superficie, estando el segundo componente en un estado no sinterizado o en un estado parcialmente sinterizado; y sinterizar el primer componente conjuntamente con el segundo componente para formar una unión sinterizada entre el primer componente y el segundo componente,

10 en el que el primer componente comprende un tubo, y el segundo componente comprende una brida o una tapa, y en el que el primer componente y el segundo componente comprenden carburo de silicio en una cantidad de al menos un 91 % en peso a no mayor que un 99,85 % en peso, en el que al menos un 95 % en peso del carburo de silicio es fase alfa.

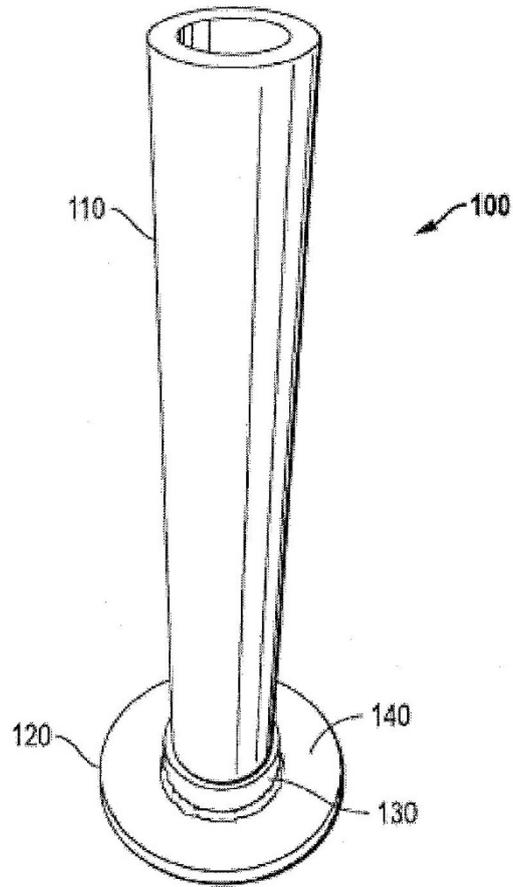
15 **13.** El procedimiento de la reivindicación 12, en el que la sinterización del primer componente conjuntamente con el segundo componente para formar una unión sinterizada provoca que se formen granos cristalográficos a partir de cada uno de los primero y segundo componentes, extendiéndose los granos cristalográficos por una interfase de unión sinterizada entre el primero y el segundo componente y puenteándola.

20 **14.** El procedimiento de la reivindicación 12 o 13, en el que la unión sinterizada tiene una resistencia al cizallamiento no menor de 25 MPa y al menos una característica de rendimiento seleccionada del grupo que consiste en:

- 25
- i) un rendimiento del cierre al nitrógeno no mayor de un 10 %;
  - ii) un rendimiento del cierre al helio no mayor de un 10 %; y
  - iii) un rendimiento del cierre al vacío no mayor de un 10 %,

en el que la resistencia al cizallamiento, el rendimiento del cierre al nitrógeno, el rendimiento del cierre al helio y el rendimiento del cierre al vacío se determinan como se describe en la descripción.

30



*FIG. 1*

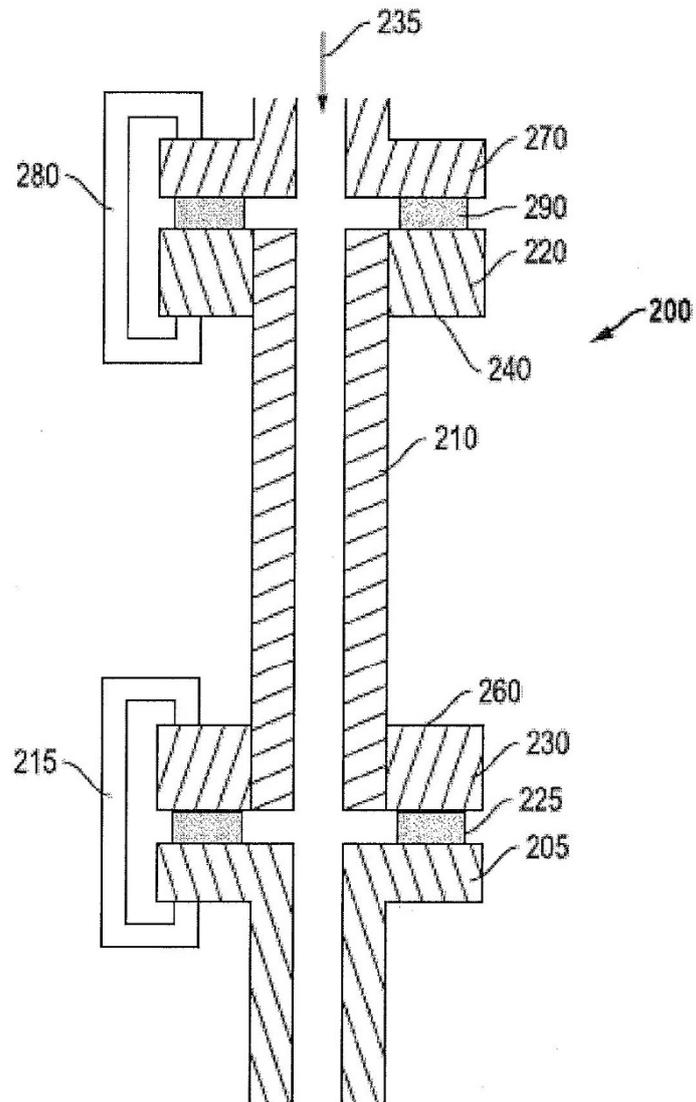


FIG. 2

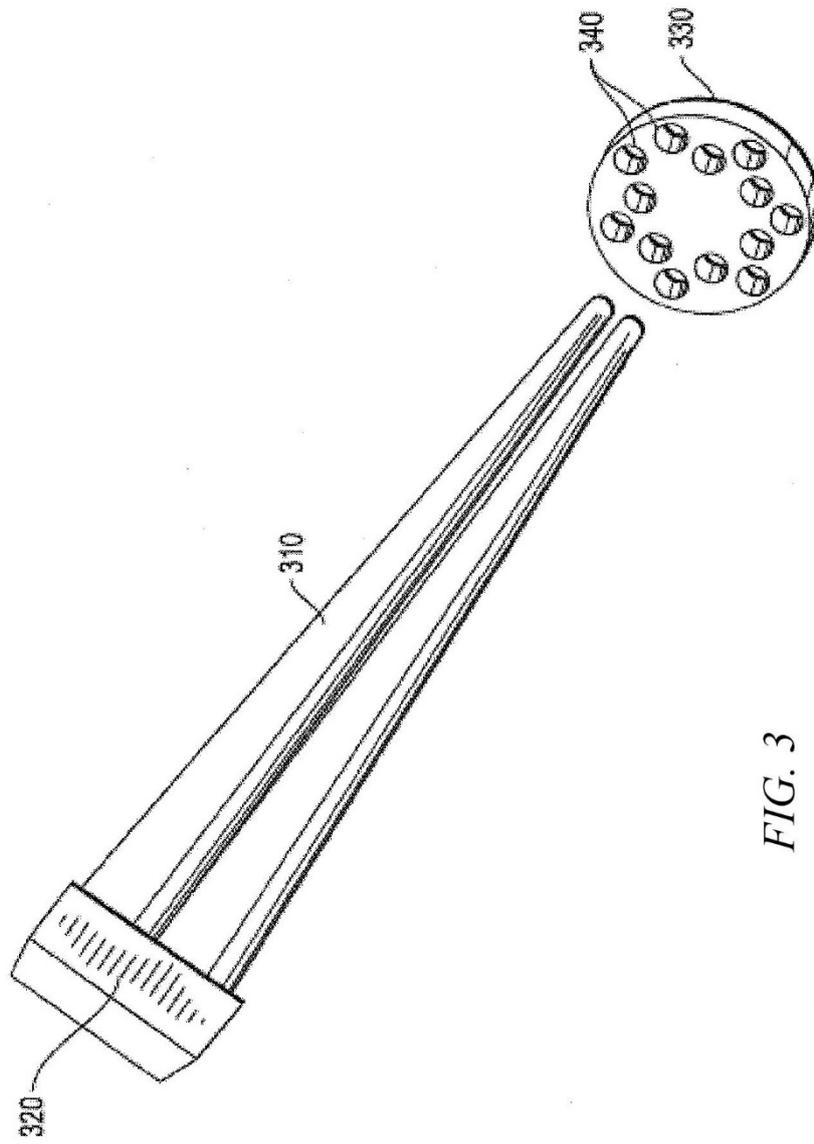


FIG. 3

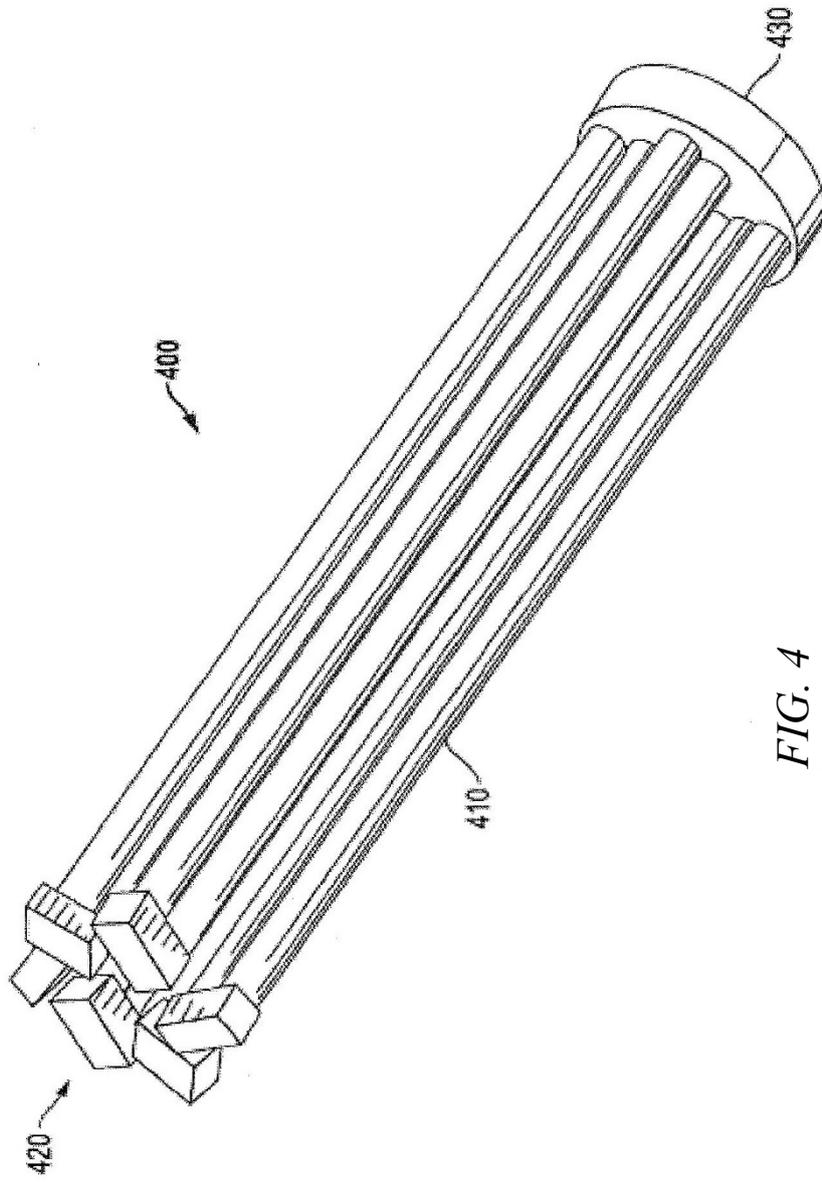


FIG. 4

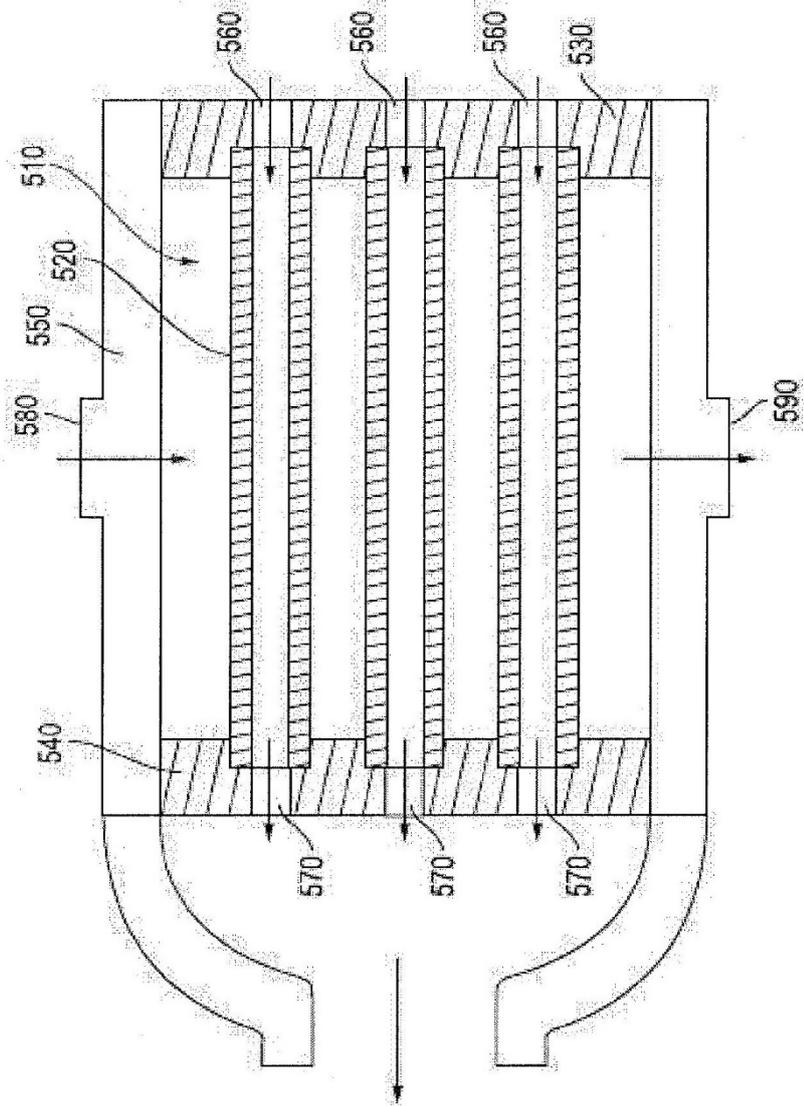


FIG. 5

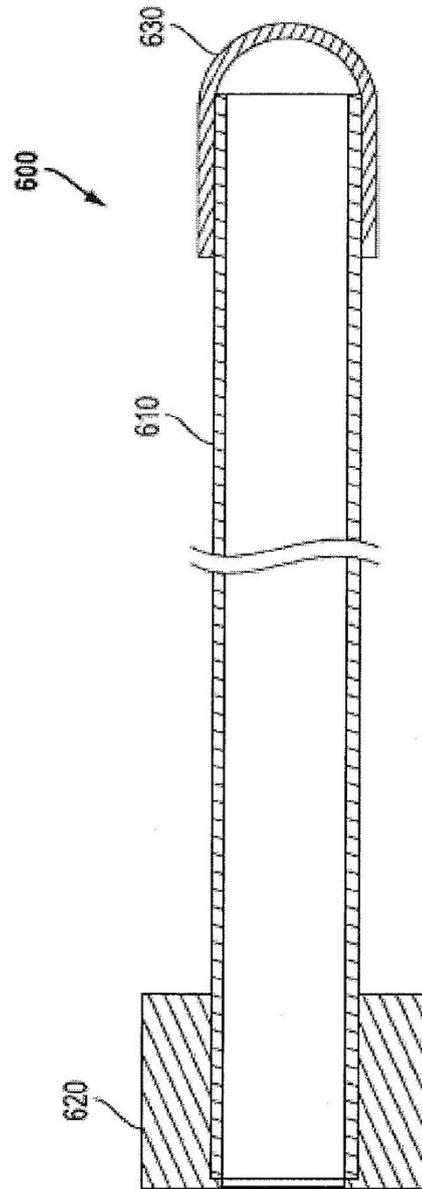
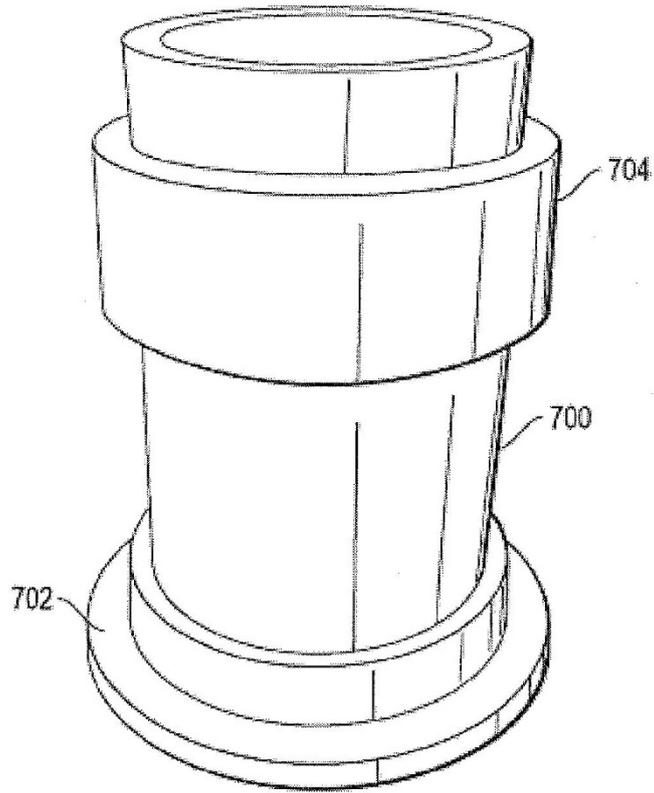


FIG. 6



*FIG. 7*

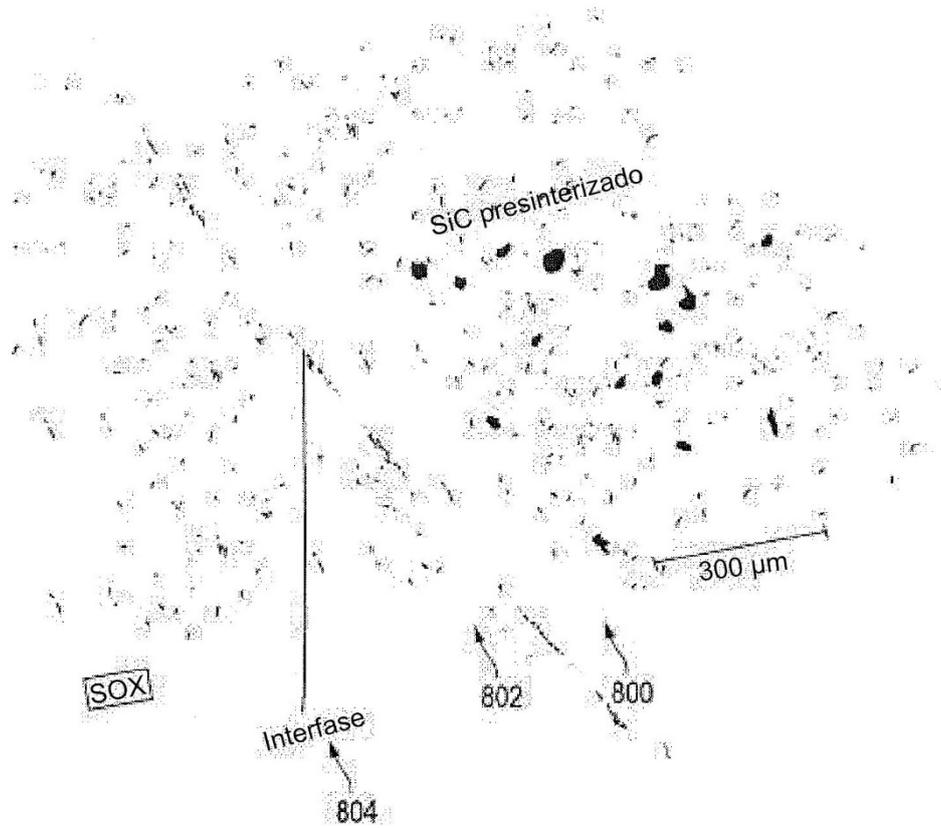


FIG. 8

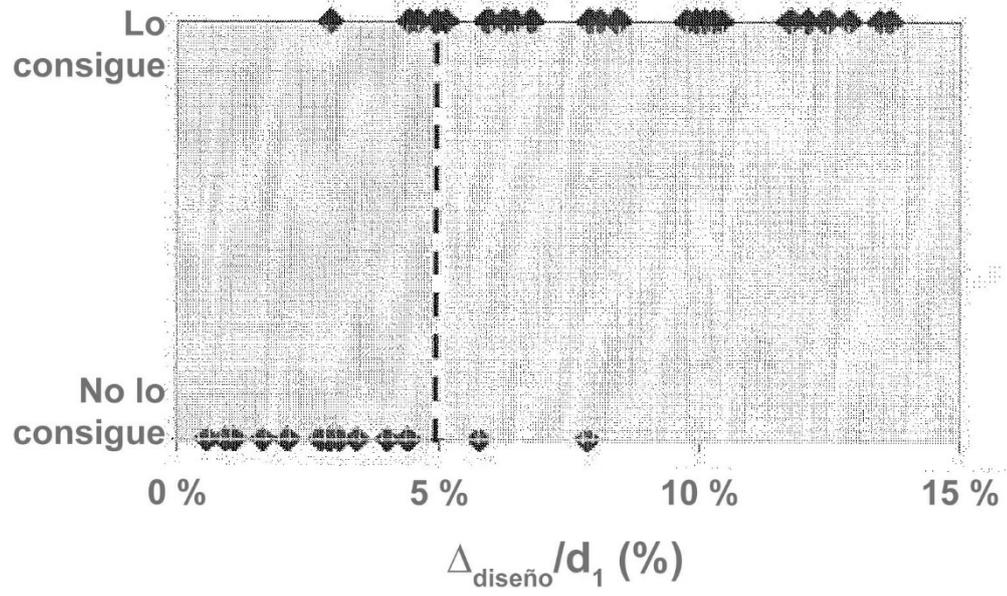
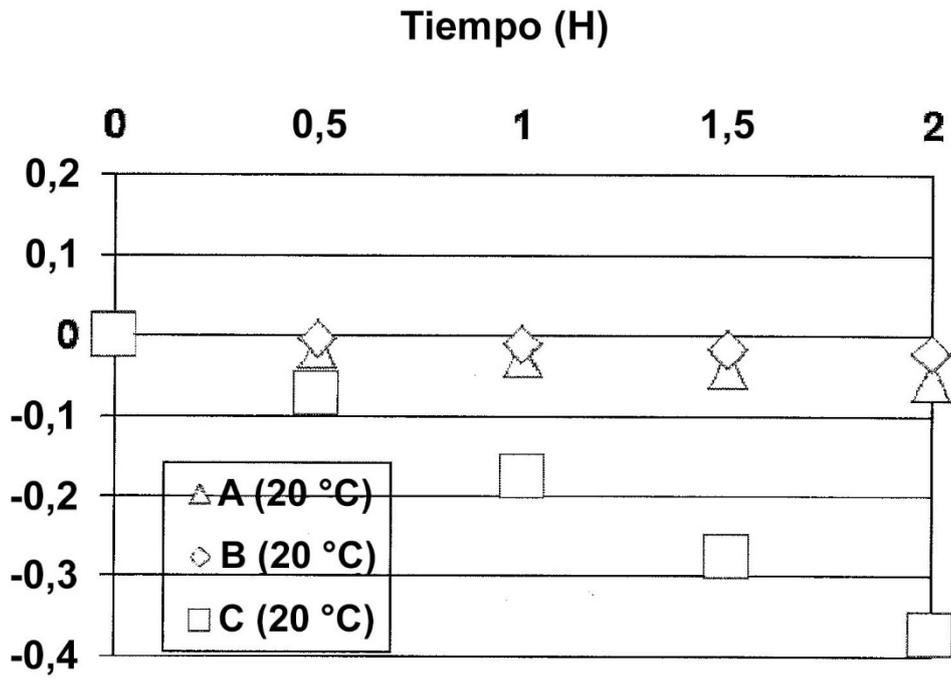
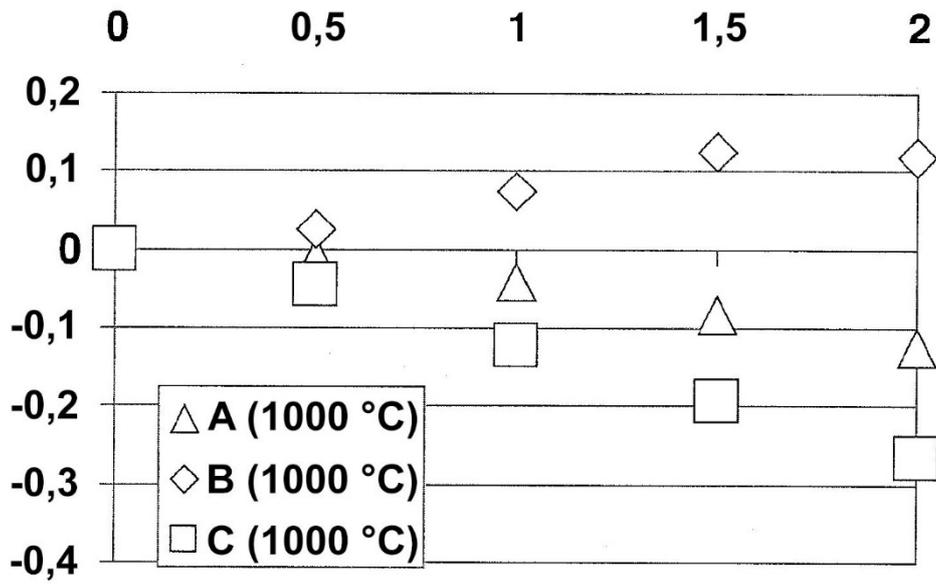


FIG. 9



*FIG. 10*



*FIG. 11*

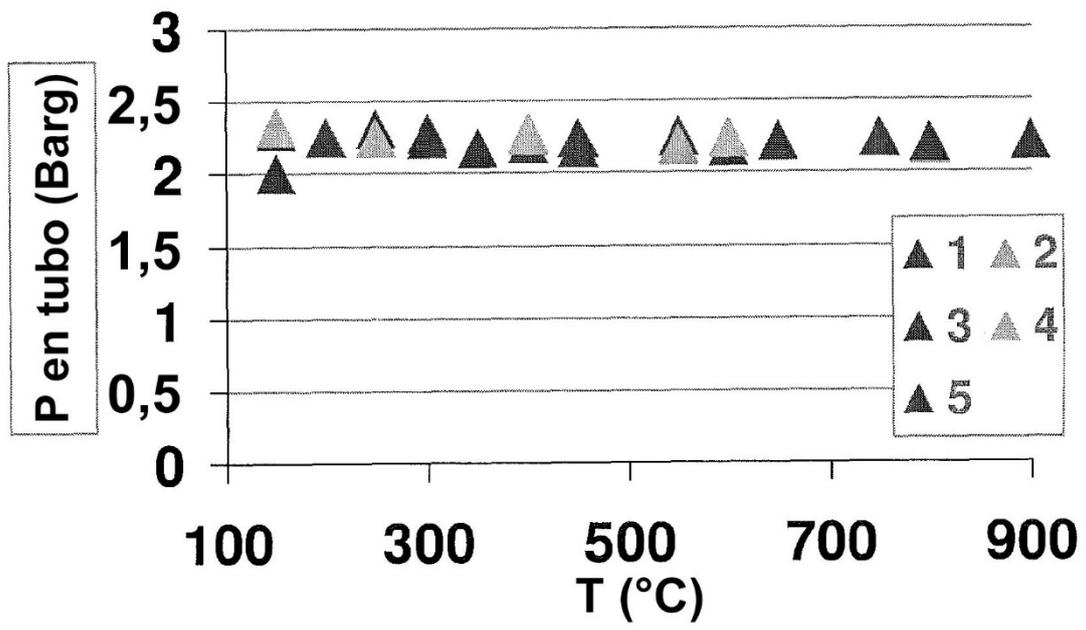


FIG. 12

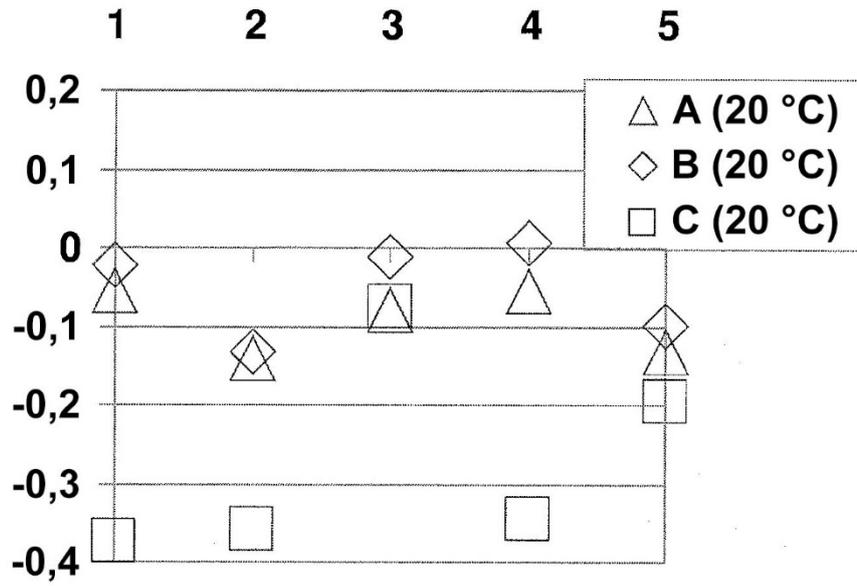


FIG. 13

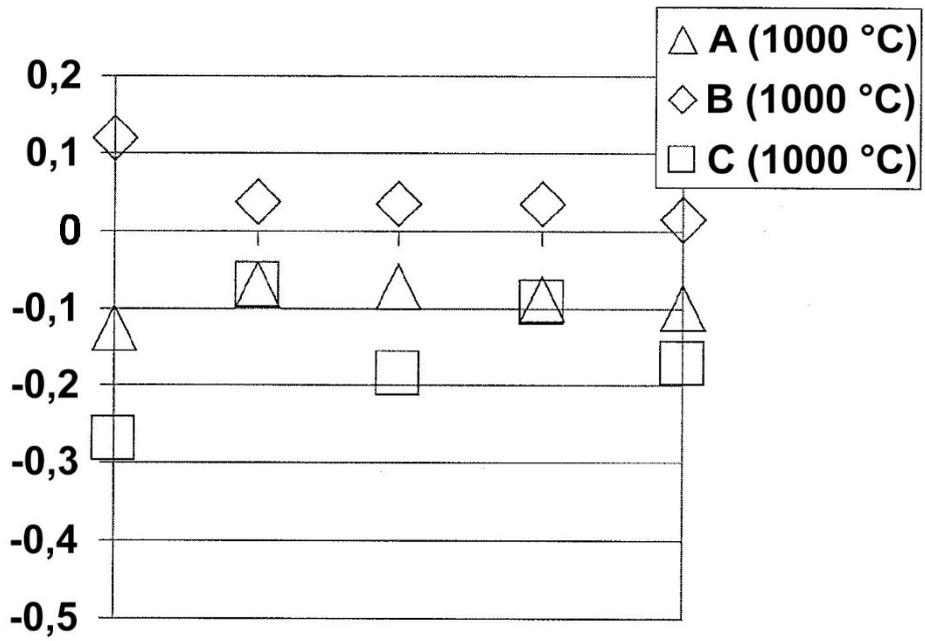


FIG. 14

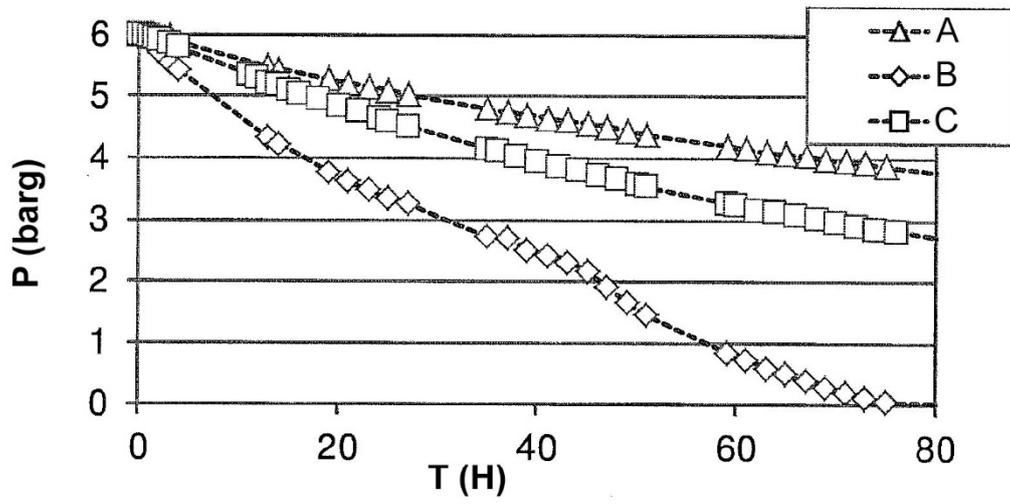
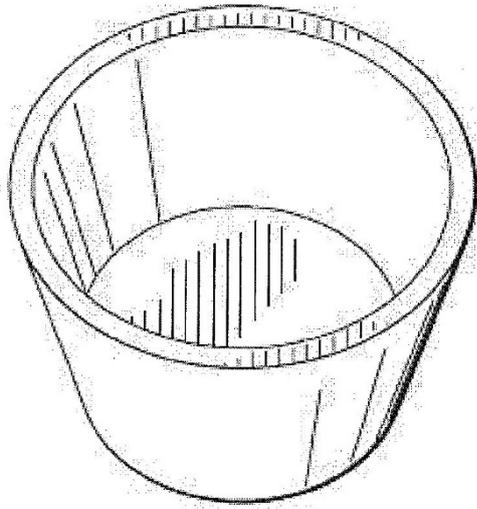
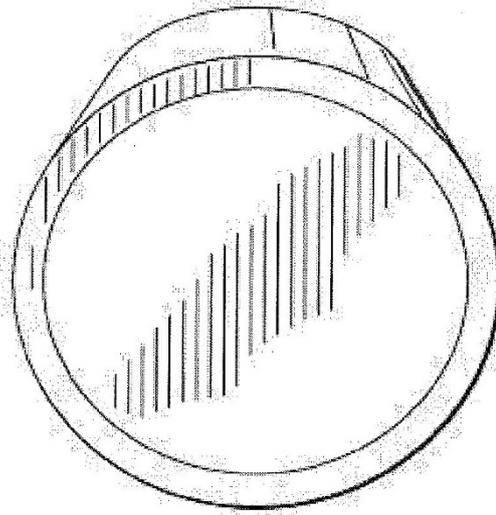


FIG. 15



*FIG. 16*



*FIG. 17*