

(19) BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Offengelegt nach
§ 10 Abs. 3 ErstrG

(12) OFFENLEGUNGSSCHRIFT

(11) DD 301 878

A9

(51) Int. Cl.⁶: C 04 B 35/60
B 32 B 15/04

DEUTSCHES PATENTAMT

(21) Aktenzeichen:	(22) Anmeldetag:	(41) Aufgebot zur Akteneinsicht:	(43) Veröff.-tag der Offenlegungsschrift:
DD C 04 B / 334 421 6	09. 11. 89	07. 05. 92	09. 06. 94

(30) Unionspriorität:	(32) 10. 11. 88	(33) US
(31) USSN269,311	09. 05. 89	US
USSN349,590	06. 10. 89	US
USSN416,327		

(71) Anmelder bzw. Rechtsnachfolger:

Lanxide Technology Company LP, Newark, US

(72) Erfinder: Aghajanian, Michael K., 21014 Maryland, US; Hannon, Gregory E., 19720 New Castle, Delaware, US; Smith, Russell G., 19808 Wilmington, Delaware, US; Biel jr., John, P., 19711 Newark, Delaware, US; Burke, John Th., 19707 Hockessin, Delaware, US; Kennedy, Christopher, R., 19711 Newark, Delaware, US

(74) Vertreter: Andrao, Flach, Haug und Kneissl, Pat.-Anwälte, Steinstr. 44, 81667 München

(54) Verfahren zur Formung von Metallmatrixverbundkörpern durch ein spontanes Infiltrationsverfahren und dadurch hergestellte Produkte

(57) Die vorliegende Erfindung ist ein neues Verfahren zur Herstellung von Metalleinlagerungsverbundstoffen. Ein Infiltrationsverstärker und/oder eine Infiltrationsverstärkervorstufe und/oder eine infiltrierende Atmosphäre stehen, mindestens an einem bestimmten Punkt während des Verfahrens, mit einem Füllstoff oder einer Vorform in Verbindung, so daß ein spontanes Durchdringen des Füllstoffes oder der Vorform mit geschmolzenem Matrixmetall möglich wird. Diese Spontaninfiltration findet statt, ohne daß das Anlegen von Druck oder Vakuum erforderlich ist.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes, das einen weitgehend nichtreaktionsfähigen Füllstoff und das spontane Durchdringen von mindestens einem Teil des Füllstoffes mit geschmolzenem Matrixmetall einschließt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine infiltrierende Atmosphäre mindestens während eines Teils der Infiltrationsperiode mit mindestens dem Füllstoff oder dem Matrixmetall in Verbindung steht.
3. Verfahren nach Anspruch 1, weiter **dadurch gekennzeichnet**, daß mindestens dem Matrixmetall, dem Füllstoff oder der infiltrierenden Atmosphäre mindestens eine Infiltrationsverstärkervorstufe oder ein Infiltrationsverstärker zugeführt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, weiter **dadurch gekennzeichnet**, daß mindestens dem Matrixmetall oder dem Füllstoff mindestens eine Infiltrationsverstärkervorstufe oder ein Infiltrationsverstärker zugeführt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß mindestens die Infiltrationsverstärkervorstufe oder ein Infiltrationsverstärker aus einer äußeren Quelle zugeführt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß mindestens eine Infiltrationsverstärkervorstufe oder ein Infiltrationsverstärker mit mindestens einem Teil des Füllstoffes während eines Teils der Infiltrationsperiode in Kontakt ist.
7. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Infiltrationsverstärker durch Reaktion einer Infiltrationsverstärkervorstufe mit mindestens einer Art gebildet wird, die aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus der infiltrierenden Atmosphäre, dem Füllstoff und dem Matrixmetall besteht.
8. Verfahren nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß sich die Infiltrationsverstärkervorstufe während der Infiltration verflüchtigt.
9. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß die verflüchtigte Infiltrationsverstärkervorstufe eine Reaktion eingeht, um in mindestens einem Teil des Füllstoffes ein Reaktionsprodukt zu bilden.
10. Verfahren nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Reaktionsprodukt durch das geschmolzene Matrixmetall mindestens teilweise reduzierbar ist.
11. Verfahren nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Reaktionsprodukt als Überzug auf mindestens einem Teil des Füllstoffes gebildet wird.
12. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Füllstoff eine Vorform umfaßt.
13. Verfahren nach Anspruch 1, weiter **dadurch gekennzeichnet**, daß mit einer Sperre eine Oberflächengrenze des Füllstoffes gebildet wird und das Matrixmetall spontan bis zu der Sperre infiltriert.
14. Verfahren nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Sperre mindestens einen Stoff einschließt, der aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus Kohlenstoff, Graphit und Titaniumdiborid besteht.
15. Verfahren nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Sperrmittel durch das Matrixmetall weitgehend nicht benetzbar ist.
16. Verfahren nach Anspruch 13, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Sperrmittel mindestens einen Stoff einschließt, der die Verbindung zwischen einer infiltrierenden Atmosphäre und mindestens dem Matrixmetall, dem Füllstoff, einem Infiltrationsverstärker oder einer Infiltrationsverstärkervorstufe ermöglicht.
17. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Füllstoff mindestens einen Stoff einschließt, der aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus Pulvern, Flocken, Plättchen, Mikrokugeln, Whiskern, Perlen (Blasen), Fasern, Teilchen, Faservliesen, Faserschnitzeln, Kugeln, Pellets, Röhrchen und feuerfesten Geweben besteht.
18. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Füllstoff in dem geschmolzenen Matrixmetall begrenzt löslich ist.
19. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Füllstoff mindestens ein keramisches Material einschließt.
20. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Matrixmetall Aluminium einschließt, die Infiltrationsverstärkervorstufe mindestens einen Stoff einschließt, der aus der

- Gruppe, bestehend aus Magnesium, Strontium und Calcium, ausgewählt wird, und die infiltrierende Atmosphäre Stickstoff einschließt.
21. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Matrixmetall Aluminium, die Infiltrationsverstärkervorstufe Zink und die infiltrierende Atmosphäre Sauerstoff einschließt.
 22. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß mindestens der Infiltrationsverstärker oder die Infiltrationsverstärkervorstufe an einer Grenze zwischen dem Füllstoff und dem Matrixmetall vorgesehen ist.
 23. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine Infiltrationsverstärkervorstufe in dem Matrixmetall legiert ist.
 24. Verfahren nach Anspruch 23, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Matrixmetall Aluminium, die Infiltrationsverstärkervorstufe mindestens Strontium oder Magnesium einschließt und eine Stickstoffatmosphäre mindestens während eines Teils der Infiltrationsperiode mit mindestens dem Füllstoff oder dem Matrixmetall in Verbindung steht.
 25. Verfahren nach Anspruch 24, **dadurch gekennzeichnet**, daß das geschmolzene Matrixmetall eine Temperatur von mindestens etwa 1100°C hat.
 26. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Matrixmetall Aluminium einschließt und mindestens ein Legierungselement enthält, das aus der Gruppe, bestehend aus Silicium, Eisen, Kupfer, Mangan, Chromium, Zink, Calcium, Magnesium und Strontium, ausgewählt wird.
 27. Verfahren nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß mindestens die Infiltrationsverstärkervorstufe oder der Infiltrationsverstärker in dem Matrixmetall und dem Füllstoff vorgesehen ist.
 28. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß mindestens die Infiltrationsverstärkervorstufe oder der Infiltrationsverstärker in mehr als dem Matrixmetall, dem Füllstoff und der infiltrierenden Atmosphäre vorgesehen ist.
 29. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Temperatur während der Spontaninfiltration über dem Schmelzpunkt des Matrixmetalls, aber unter der Verflüchtigungstemperatur des Matrixmetalls und dem Schmelzpunkt des Füllstoffes liegt.
 30. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die infiltrierende Atmosphäre eine Atmosphäre einschließt, die aus der Gruppe, bestehend aus Sauerstoff und Stickstoff, ausgewählt wird.
 31. Verfahren nach Anspruch 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Infiltrationsverstärkervorstufe einen Stoff einschließt, der aus der Gruppe, bestehend aus Magnesium, Strontium und Calcium, ausgewählt wird.
 32. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Matrixmetall Aluminium und der Füllstoff einen Stoff einschließt, der aus der Gruppe, bestehend aus Oxiden, Karbiden, Boriden und Nitriden, ausgewählt wird.
 33. Verfahren nach Anspruch 20, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Spontaninfiltration bei einer Temperatur von etwa 675°C–1000°C stattfindet.
 34. Verfahren nach Anspruch 33, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Temperatur etwa 750°C–800°C beträgt.
 35. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Füllstoff mindestens einen Stoff einschließt, der aus der Gruppe, bestehend aus Aluminiumoxid, Magnesiumoxid, Zirkondioxid, Siliciumkarbid, Titanumdiborid, Aluminiumnitrid und ihren Mischungen, ausgewählt wird.
 36. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Füllstoff mindestens einen Stoff einschließt, der aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus geschmolzenen Aluminiumoxidteilchen, kalzierten Aluminiumoxidteilchen, Aluminiumoxid-(Tonerde-)faserschnitzeln, Aluminiumoxidendlosfasern, Siliciumkarbidteilchen, Siliciumkarbidwhiskern, Kohlefasern mit Siliciumkarbidbeschichtung, Zirkondioxidteilchen, Titanumdiboridplättchen, Aluminiumnitridteilchen und ihren Mischungen besteht.
 37. Verfahren nach Anspruch 36, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Matrixmetall Aluminium einschließt.
 38. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der spontan durchdrungene Füllstoff wärmebehandelt wird.

39. Verfahren nach Anspruch 37, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine infiltrierende Atmosphäre während mindestens eines Teils des Prozesses mit mindestens dem Matrixmetall oder dem Füllstoff in Verbindung steht.
40. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Füllstoff mindestens einen Stoff einschließt, der einen Korngrößenbereich aufweist, um einen hohen Füllstoffvolumenanteil zu erzielen.
41. Verfahren nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Vorform durch mindestens ein Verfahren hergestellt wird, das aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus Schlickergießen, Trockenpressen, Sedimentationsgießen, Bandgießen (tape casting), Bandformen (tape forming), isostatischem Pressen, Fließpressen, Spritzgießen und dem Verdichten von Pulverteilchenschüttungen besteht.
42. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Matrixmetall für einen Zeitraum von etwa 1 Stunde bis etwa 30 Stunden geschmolzen wird.
43. Verfahren nach Anspruch 27, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Matrixmetall Aluminium und die Infiltrationsverstärkervorstufe Magnesium einschließt.
44. Verfahren nach Anspruch 17, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Füllstoff einen Stoff mit einer Dicke von etwa 1 Mikron bis etwa 1000 Mikrons einschließt.
45. Ein Metalleinlagerungsverbundstoff, der einen weitgehend nichtreaktionsfähigen, in ein Matrixmetall eingelagerten Füllstoff einschließt, wobei die Einlagerung spontan erfolgt.
46. Metalleinlagerungsverbundstoff nach Anspruch 45, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Füllstoff mindestens einen Stoff einschließt, der aus der Gruppe, bestehend aus Oxiden, Karbiden, Boriden und Nitriden, ausgewählt wird.
47. Metalleinlagerungsverbundstoff nach Anspruch 45, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Füllstoff mindestens einen Stoff einschließt, der aus der Gruppe ausgewählt wird, die aus Pulvern, Flocken, Plättchen, Mikrokugeln, Whiskern, Perlen, Fasern, Teilchen, Faservliesen, Faserschnitzeln, Kugeln, Pellets, Röhrchen und feuerfesten Geweben besteht.
48. Metalleinlagerungsverbundstoff nach Anspruch 45, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Matrixmetall Aluminium einschließt.
49. Metalleinlagerungsverbundstoff nach Anspruch 48, der außerdem mindestens etwas Aluminiumnitrid einschließt.

Hierzu 31 Seiten Zeichnungen

Querverweis auf verwandte Anmeldungen

Die vorliegende Anmeldung ist ein Teilweiterbehandlungsantrag der gemeinschaftlichen und gleichzeitig schwebenden U.S.-Patentanmeldung, lfd. Nummer 349590, die am 9. Mai 1989 eingereicht wurde und ein Teilweiterbehandlungsantrag der U.S.-Patentanmeldung, lfd. Nr. 269311, vom 10. November 1988 im Namen von Michael K. Aghajanian u. a. ist, die beide die Überschrift „Ein Verfahren zur Herstellung von Metalleinlagerungsverbundstoffen durch einen Spontaninfiltrationsprozeß und daraus hergestellte Erzeugnisse“ tragen und auf deren Inhalt hier ausdrücklich Bezug genommen wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die vorliegende Erfindung ist ein neues Verfahren zur Herstellung von Metalleinlagerungsverbundstoffen. Ein Infiltrationsverstärker und/oder eine Infiltrationsverstärkervorstufe und/oder eine infiltrierende Atmosphäre sind speziell vorgesehen, die, mindestens an einem bestimmten Punkt während des Verfahrens, mit einem Füllstoff oder einer Vorform in Verbindung stehen, so daß ein spontanes Durchdringen des Füllstoffes oder der Vorform mit geschmolzenem Matrixmetall möglich ist. Diese Spontaninfiltration findet statt, ohne daß das Anlegen von Druck oder Vakuum erforderlich ist.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Verbundstoffherzeugnisse, die eine Metallmatrix und eine festigkeitssteigernde oder Verstärkungsphase einschließen, wie z. B. Keramikteilchen, Whisker, Fasern oder dgl., haben große Aussichten für eine Vielzahl von Anwendungen, da sie einen Teil der Steifheit und Verschleißfestigkeit der Verstärkungsphase mit der Duktilität und Zähigkeit der Metallmatrix verbinden. Im allgemeinen wird ein Metalleinlagerungsverbundstoff im Verhältnis zum Matrixmetall in monolithischer Form eine Verbesserung bei solchen Eigenschaften, wie z. B. Festigkeit, Steifigkeit, Kontaktverschleißfestigkeit, Wärmeausdehnungskoeffizient (C. T. E.), Dichte, Wärmeleitfähigkeit und Warmfestigkeitsretention, zeigen; der Grad der Verbesserung einer gegebenen Eigenschaft ist jedoch weitgehend von den spezifischen Bestandteilen, ihrem Volumen- oder

Masseanteil und der Art und Weise ihrer Verarbeitung bei der Herstellung des Verbundstoffes abhängig. In einigen Fällen kann der Verbundstoff auch leichter sein als das Matrixmetall an sich. Aluminiumeinlagerungsverbundstoffe, die mit Keramik, z. B. Siliciumkarbid in Teilchen-, Plättchen- oder Whiskerform, verstärkt sind, sind z. B. wegen ihrer höheren spezifischen Steifigkeit (z. B. E-Modul über Dichte), Verschleißfestigkeit, Wärmeleitfähigkeit, ihres niedrigen Wärmeausdehnungskoeffizienten (C. T. E.) sowie ihrer Warmfestigkeit und/oder spezifischen Festigkeit (z. B. Festigkeit über Dichte) im Verhältnis zu Aluminium interessant. Verschiedene metallurgische Verfahren werden für die Herstellung von Aluminiumeinlagerungsverbundstoffen beschrieben; dazu gehören Methoden auf der Basis pulvermetallurgischer Techniken und Techniken der Flüssigmetallinfiltration, die mit Druckgießen, Vakuumgießen, Durchwirbelung und Benetzungsmitteln arbeiten. Mit pulvermetallurgischen Techniken wird das Metall in Form eines Pulvers mit dem Verstärkungsmaterial in Form eines Pulvers, in Form von Whiskern, Faserschnitzeln, etc. gemischt und anschließend kaltgepreßt und gesintert oder warmgepreßt. Der maximale Keramikvolumenanteil in Aluminiumeinlagerungsverbundstoffen mit Siliciumkarbidverstärkung, die mit diesem Verfahren hergestellt werden, wird mit etwa 25 Vol.-% bei Whiskern und etwa 40 Vol.-% bei Teilchenstoffen angegeben.

Die Produktion von Metalleinlagerungsverbundstoffen durch pulvermetallurgische Techniken unter Anwendung konventioneller Verfahren setzt hinsichtlich der Eigenschaften der erreichbaren Produkte bestimmte Grenzen. Der Volumenanteil der Keramikphase in dem Verbundstoff ist bei Teilchen normalerweise auf etwa 40 begrenzt. Der erreichbaren praktischen Größe wird auch durch den Preßvorgang eine Grenze gesetzt. Nur relativ einfache Produktformen sind ohne Nachbearbeitung (z. B. Formung oder spanende Bearbeitung) oder ohne Rückgriff auf komplizierte Pressen möglich. Ungleichmäßige Schrumpfung während des Sinterns sowie uneinheitliche Mikrostruktur infolge von Segregation in den Preßlingen und Kornwachstum können ebenfalls auftreten.

Im U. S.-Patent Nr. 3970 136, das am 20. Juli 1976 für J. C. Cannell u. a. erteilt wurde, wird ein Verfahren für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes mit einer Faserverstärkung, z. B. Siliciumkarbid oder Aluminiumoxidwhiskern, mit einem vorbestimmten Faserorientierungsmuster beschrieben. Der Verbundstoff wird hergestellt, indem parallele Faservliese oder -filze aus koplanaren Fasern mit einem Reservoir geschmolzenen Matrixmetalls, z. B. Aluminium, zwischen mindestens einigen der Vliese in einer Form angeordnet werden und Druck angelegt wird, um die Metallschmelze in die Vliese zu pressen, so daß das geschmolzene Metall die Vliese durchdringen und die orientierten Fasern umgeben kann. Geschmolzenes Metall kann auf den Stapel von Vliesen gegossen werden, während es unter Druck zwischen die Vliese gepreßt wird. Die Volumenanteile der Verstärkungsfasern in dem Verbundstoff werden mit bis etwa 50 Vol.-% angegeben.

Durch seine Abhängigkeit von Außendruck, um das geschmolzene Matrixmetall durch den Faservliesstapel zu pressen, unterliegt das oben beschriebene Infiltrations- oder Durchdringungsverfahren den Unberechenbarkeiten druckinduzierter Fließprozesse, d. h., möglicher ungleichmäßiger Matrixbildung, Porosität, etc. Uneinheitliche Eigenschaften sind möglich, obwohl geschmolzenes Metall an vielen Stellen innerhalb der Faseranordnung eingeführt werden kann. Folglich müssen komplizierte Vlies/Reservoir-Anordnungen und Fließbahnen vorgesehen werden, um ein adäquates und gleichmäßiges Durchdringen des Faservliesstapels zu erreichen. Das vorgenannte Druckinfiltrationsverfahren ermöglicht auch nur eine relativ geringe Verstärkung des Matrixvolumenanteils, was auf die Schwierigkeit zurückzuführen ist, die dem Durchdringen eines großen Vliesvolumens innewohnt. Außerdem sind Formen für die Aufnahme des unter Druck stehenden geschmolzenen Metalls erforderlich, was die Kosten des Verfahrens erhöht. Schließlich ist das oben beschriebene Verfahren, das sich auf die Durchdringung ausgerichteter Teilchen oder Fasern beschränkt, nicht auf die Bildung von Aluminiummetalleinlagerungsverbundstoffen gerichtet, die mit Stoffen in Form zufallsorientierter Teilchen, Whisker oder Fasern verstärkt sind.

In der Herstellung von Aluminiumeinlagerungsverbundstoffen mit Aluminiumoxidfüllstoff, wird das Aluminiumoxid nur schwer durch Aluminium benetzt, so daß die Herstellung eines kohärenten Produktes schwierig ist. Verschiedene Lösungen dieses Problems werden vorgeschlagen. Eine solche Lösung besteht darin, das Aluminiumoxid mit einem Metall (z. B. Nickel oder Wolfram) zu beschichten, das dann zusammen mit dem Aluminium warmgepreßt wird. Nach einer anderen Technik wird das Aluminium mit Lithium legiert, und das Aluminiumoxid kann mit Siliciumdioxid beschichtet werden. Diese Verbundstoffe weisen jedoch Schwankungen in den Eigenschaften auf, oder die Überzüge können den Füllstoff abbauen, oder die Matrix enthält Lithium, das die Matriceigenschaften beeinflussen kann.

Im U. S.-Patent Nr. 4 232 091 für R. W. Grimshaw u. a. werden bestimmte Schwierigkeiten in der Technik beseitigt, die in der Herstellung von Aluminiumeinlagerungsverbundstoffen mit Aluminiumoxidfüllstoff angetroffen werden. Dieses Patent beschreibt das Anlegen von Drücken von 75–375 kg/cm², um Aluminiumschmelze (oder geschmolzene Aluminiumlegierung) in ein Aluminiumoxidfaser- oder -whiskervlies zu pressen, das auf 700 bis 1050°C vorgewärmt wurde. Das maximale Aluminiumoxid-zu-Metall-Volumenverhältnis im entstehenden massiven Gußstück betrug 0,25/l. Wegen seiner Abhängigkeit von äußerer Kraft zur Herbeiführung der Infiltration, weist dieses Verfahren viele der Mängel des Verfahrens von Cannell u. a. auf. Die Europa-Patentanmeldung Nr. 115 742 beschreibt die Herstellung von Aluminium-Aluminiumoxid-Verbundstoffen, die speziell als Bestandteile einer elektrolytischen Zelle geeignet sind, durch Füllen der Hohlräume (Poren) einer vorgeformten Aluminiumoxidmatrix mit Aluminiumschmelze. Die Anmeldung unterstreicht die Nichtbenetzbarkeit von Aluminiumoxid durch Aluminium, weshalb verschiedene Techniken für die durchgehende Benetzung des vorgeformten Aluminiumoxids angewendet werden. Das Aluminiumoxid wird z. B. mit einem Benetzungsmittel aus einem Titanium-, Zirkonium-, Hafnium- oder Niobiumdiborid oder mit einem Metall, d. h. Lithium, Magnesium, Calcium, Titanium, Chromium, Eisen, Cobalt, Nickel, Zirkonium oder Hafnium, beschichtet. Inerte Atmosphären, wie z. B. Argon, werden zur Vereinfachung des Benetzens verwendet. Dieses Bezugspatent beschreibt auch das Anlegen von Druck, um das Durchdringen einer unbeschichteten Matrix mit geschmolzenem Aluminium zu veranlassen. In diesem Zusammenhang wird Infiltration durch Evakuieren der Poren und anschließendes Anlegen von Druck an die Aluminiumschmelze in einer inerten Atmosphäre, z. B. Argon, bewirkt. Alternativ, kann die Vorform durch Aluminiumabscheidung aus der Dampfphase infiltriert werden, um die Oberfläche vor dem Füllen der Poren durch Infiltration mit Aluminiumschmelze zu benetzen. Zur Sicherung der Retention des Aluminiums in den Poren der Vorform, ist eine Wärmebehandlung, z. B. bei 1400 bis 1800°C, in Vakuum oder Argon erforderlich. Anderenfalls wird die Einwirkung von Gas auf das druckinfiltrierte Material oder die Beseitigung des Infiltrationsdrucks einen Verlust von Aluminium aus dem Körper zur Folge haben.

Die Verwendung von Benetzungsmitteln, um Durchdringung eines Aluminiumoxidbestandteils in einer elektrolytischen Zelle mit Metallschmelze zu bewirken, wird auch in der Europa-Patentanmeldung Nr. 94353 beschrieben. Diese Anmeldung beschreibt die Produktion von Aluminium durch elektrolytische Gewinnung mit einer Zelle mit einer Katodenstromspeisung als Zellenauskleidung oder Substrat. Um dieses Substrat vor Kryolithschmelze zu schützen, wird eine dünne Schicht aus einer Mischung aus einem Benetzungsmittel und Löslichkeitsunterdrücker vor Inbetriebnahme der Zelle oder während des Eintauchens in die, durch das elektrolytische Verfahren produzierte Aluminiumschmelze auf das Aluminiumoxidsubstrat aufgebracht. Als Benetzungsmittel werden Titanium, Zirkonium, Hafnium, Silicium, Magnesium, Vanadium, Chromium, Niobium oder Calcium angeführt, wobei Titanium als bevorzugtes Mittel genannt wird.

Bor-, Kohlenstoff- und Stickstoffverbindungen werden als geeignet für das Unterdrücken der Löslichkeit der Benetzungsmittel in Aluminiumschmelze beschrieben. In dem Bezugspatent wird jedoch weder die Produktion von Metalleinlagerungsverbindungen noch die Bildung eines solchen Verbundstoffes z. B. in einer Stickstoffatmosphäre vorgeschlagen.

Neben der Anwendung von Druck und Benetzungsmitteln wird dargelegt, daß ein angelegtes Vakuum das Durchdringen eines porösen Keramikpreßlings mit Aluminiumschmelze fördert. Im U.S.-Patent Nr. 3718441, das am 27. Februar 1973 für R. L. Lindingham erteilt wurde, wird z. B. über das Durchdringen eines Keramikpreßlings (z. B. Borkarbid, Aluminiumoxid und Berylliumoxid) mit geschmolzenem Aluminium, Beryllium, Magnesium, Titanium, Vanadium, Nickel oder Chromium unter einem Vakuum von weniger als 10^{-6} Torr berichtet. Ein Vakuum von 10^{-2} bis 10^{-6} Torr hatte eine so schlechte Benetzung der Keramik durch das geschmolzene Metall zur Folge, daß das Metall nicht frei in die Keramikhohlräume floß. Die Benetzung soll jedoch verbessert worden sein, wenn das Vakuum auf unter 10^{-6} Torr reduziert wurde.

Das U.S.-Patent Nr. 3864154, das G. E. Gazza u. a. am 4. Februar 1975 erteilt wurde, beschreibt ebenfalls die Anwendung eines Vakuums, um ein Durchdringen zu erreichen. Dieses Patent beschreibt die Auflage eines kaltgepreßten AlB_{12} -Pulverpreßlings auf eine Schicht oder ein Bett aus kaltgepreßtem Aluminiumpulver. Anschließend wurde zusätzliches Aluminium auf dem AlB_{12} -Pulverpreßling angeordnet. Der Tiegel, der mit dem, zwischen die Aluminiumpulverschichten „geschichteten“ AlB_{12} -Preßling gefüllt war, wurde in einen Vakuumofen eingebracht. Der Ofen wurde auf etwa 10^{-6} Torr evakuiert, um Entgasung zu ermöglichen. Anschließend wurde die Temperatur auf $1100^{\circ}C$ erhöht und 3 Stunden gehalten. Unter diesen Bedingungen drang die Aluminiumschmelze in den porösen AlB_{12} -Preßling ein.

Das U.S.-Patent Nr. 3364976, das John N. Reding u. a. am 23. Januar 1968 erteilt wurde, beschreibt das Konzept der Schaffung eines selbsterzeugten Vakuums in einem Körper, um das Eindringen einer Metallschmelze in den Körper zu verstärken. Speziell wird das vollständige Eintauchen eines Körpers, z. B. einer Graphitform, einer Stahlform oder eines porösen feuerfesten Stoffes, in eine Metallschmelze beschrieben. Bei einer Form steht der Formhohlraum, der mit einem Gas gefüllt ist, das mit dem Metall reagieren kann, mit der außerhalb befindlichen Metallschmelze über mindestens eine Öffnung in der Form in Verbindung. Wenn die Form in die Schmelze getaucht wird, füllt sich der Formhohlraum, wenn das selbsterzeugte Vakuum aus der Reaktion zwischen dem Gas in dem Hohlraum und der Metallschmelze entsteht. Das Vakuum ist speziell ein Ergebnis der Bildung einer festen oxidierten Form des Metalls. So beschreiben Reding u. a., daß das Auslösen einer Reaktion zwischen dem Gas in dem Formhohlraum und der Metallschmelze ausschlaggebend ist. Die Benetzung einer Form zur Erzeugung eines Vakuums kann jedoch wegen der Beschränkungen, die mit der Verwendung einer Form verbunden sind, unerwünscht sein. Die Formen müssen zunächst auf ein spezielles Profil bearbeitet und dann feinbearbeitet werden, um eine akzeptable Oberflächengüte der Form zu produzieren; dann müssen sie vor dem Gebrauch zusammengebaut und nach ihrem Gebrauch auseinandergebaut werden, um das Gußstück herauszunehmen. Anschließend muß die Form wieder brauchbar gemacht werden, was sehr wahrscheinlich eine Nachbearbeitung der Formoberflächen einschließen würde, oder die Form muß vernichtet werden, wenn sie nicht mehr zu gebrauchen ist. Die Bearbeitung einer Form, um sie in ein komplexes Profil zu bringen, kann sehr kostspielig und zeitaufwendig sein. Auch kann die Herausnahme eines Formteils aus einer kompliziert gestalteten Form schwierig sein (d. h., Gußstücke mit kompliziertem Profil könnten bei dem Herauslösen aus der Form zerbrechen). Obwohl darauf hingewiesen wird, daß ein poröser feuerfester Stoff direkt in eine Metallschmelze eingetaucht werden kann, ohne daß eine Form benötigt wird, müßte der feuerfeste Stoff aus einem Stück bestehen, da es keine Möglichkeit gibt, ein loses oder aus Einzelteilen bestehendes, poröses Material ohne Einsatz einer Aufnahmeform zu durchdringen (d. h., man ist allgemein der Ansicht, daß die Stoffteilchen zerfallen oder auseinanderfließen würden, wenn sie in eine Metallschmelze eingebracht würden). Wenn das Durchdringen eines aus Teilchen bestehenden Stoffes oder einer lose geformten Vorform gewünscht wird, sollten außerdem Vorkehrungen getroffen werden, um zu verhindern, daß das infiltrierende Metall nicht mindestens Abschnitte der Stoffteilchen oder Vorform verdrängt, was eine nichthomogene Mikrostruktur zur Folge haben würde.

Dementsprechend besteht seit langem Bedarf an einem einfachen und zuverlässigen Verfahren für die Herstellung geformter Metalleinlagerungsverbindungen, das sich nicht auf die Anwendung von Druck oder Vakuum (unabhängig davon, ob extern angelegt oder intern erzeugt) oder schädigender Benetzungsmittel zur Schaffung einer Metallmatrix stützt, in die ein anderer Stoff, z. B. ein keramisches Material, eingebettet ist. Außerdem besteht seit langem die Notwendigkeit, den Umfang von Fertigbearbeitungsvorgängen zu minimieren, die für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbindstoffes notwendig sind. Die vorliegende Erfindung erfüllt diese Forderungen, indem sie einen Spontaninfiltrationsvorgang für das Durchdringen eines Stoffes (z. B. eines keramischen Materials), der in eine Vorform gebracht werden kann, mit geschmolzenem Matrixmetall (z. B. Aluminium) in Gegenwart einer infiltrierenden Atmosphäre (z. B. Stickstoff) unter normalen atmosphärischen Drücken vorsieht, solange eine Infiltrationsverstärkervorstufe und/oder ein Infiltrationsverstärker mindestens an einem bestimmten Punkt während des Verfahrens vorhanden ist.

Beschreibung gemeinschaftlicher U.S.-Patentanmeldungen

Der Gegenstand der vorliegenden Anmeldung steht in Beziehung zum Inhalt mehrerer anderer schwebender Gemeinschaftspatentanmeldungen. Diese anderen gleichzeitig schwebenden Patentanmeldungen beschreiben speziell neue Verfahren für die Herstellung von Metalleinlagerungsverbindungen (im nachfolgenden Text manchmal als „Gemeinschaftliche Metallmatrix-Patentanmeldungen“ bezeichnet).

Ein neues Verfahren für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes wird in der U.S.-Gemeinschaftspatentanmeldung, lfd. Nr. 049 171, beschrieben, die am 13. Mai 1987 im Namen von White u. a. mit dem Titel „Metalleinlagerungsverbundstoffe“ eingereicht und am 9. Mai 1989 als USA-Patent Nr. 4828008 veröffentlicht wurde. Nach der von White u. a. erfundenen Methode wird ein Metalleinlagerungsverbundstoff durch Durchdringen einer durchlässigen Füllstoffmasse (z. B. eines keramischen oder keramikbeschichteten Stoffes) mit Aluminiumschmelze produziert, die mindestens etwa 1 Ma.-% Magnesium und vorzugsweise mindestens etwa 3 Ma.-% Magnesium enthält. Die Infiltration (Durchdringung) erfolgt spontan ohne Anwendung von Außendruck oder Vakuum. Eine Zufuhr der geschmolzenen Metalllegierung wird mit der Füllstoffmasse bei einer Temperatur von mindestens etwa 675°C in Gegenwart eines Gases in Kontakt gebracht, das zu etwa 10 bis 100 Vol.-%, und vorzugsweise mindestens 50 Vol.-%, aus Stickstoff besteht, wobei der Rest des Gases, falls vorgesehen, ein nichtoxidierendes Gas, z. B. Argon, ist. Unter diesen Bedingungen durchdringt die geschmolzene Aluminiumlegierung die Keramikmasse unter normalen atmosphärischen Drücken, um einen Aluminium-(oder Aluminiumlegierungs-) einlagerungsverbundstoff herzustellen. Wenn die geschmolzene Aluminiumlegierung die gewünschte Füllstoffmenge durchdrungen hat, wird die Temperatur gesenkt, um die Legierung zu verfestigen, so daß eine feste Metallmatrixstruktur entsteht, in die der verstärkende Füllstoff eingebettet ist. Im allgemeinen und vorzugsweise wird ausreichend geschmolzene Legierung zugeführt, so daß die Infiltration im wesentlichen zu den Grenzen der Füllstoffmasse verlaufen kann. Die Füllstoffmenge in den Aluminiumeinlagerungsverbundstoffen, die nach der Erfindung von White u. a. hergestellt werden, kann übermäßig hoch sein. In dieser Hinsicht können Volumenverhältnisse von Füllstoff-zu-Legierung von über 1:1 erreicht werden. Unter den Prozeßbedingungen in der oben angeführten Erfindung von White u. a. kann sich Aluminiumnitrid als disperse Phase bilden, die durch die gesamte Aluminiummatrix dispergiert ist. Der Nitridanteil in der Aluminiummatrix kann in Abhängigkeit von solchen Faktoren, wie z. B. Temperatur, Legierungszusammensetzung, Gaszusammensetzung und Füllstoff, variieren. Durch Regulieren eines oder mehrerer solcher Faktoren in dem System, ist es daher möglich, bestimmte Eigenschaften des Verbundstoffes gezielt aufzubauen. Für einige Endanwendungen kann es jedoch erwünscht sein, daß der Verbundstoff wenig oder praktisch kein Aluminiumnitrid enthält.

Es wird beobachtet, daß höhere Temperaturen die Infiltration begünstigen, jedoch das Verfahren für Nitridbildung anfälliger machen. Die Erfindung von White u. a. ermöglicht die Wahl eines Gleichgewichts zwischen Infiltrationskinetik und Nitridbildung. Ein Beispiel eines geeigneten Sperrmittels zur Verwendung in der Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes wird in der gemeinschaftlichen U.S.-Patentanmeldung, lfd. Nr. 141 642, beschrieben, die am 7. Januar 1988 im Namen von Michael K. Aghajanian u. a. eingereicht wurde und den Titel „Verfahren zur Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes unter Verwendung eines Sperrmittels“ trägt. Nach der Methode dieser Erfindung von Aghajanian u. a. wird ein Sperrmittel (z. B. aus Teilchen bestehendes Titandiborid oder ein Graphitmaterial, wie z. B. ein elastisches Graphitfolienprodukt, das von Union Carbide mit der Handelsbezeichnung Grafoil® verkauft wird) an einer genau festgelegten Oberflächengrenze eines Füllstoffes angeordnet, und Matrixlegierung infiltriert bis zu der Grenze, die durch das Sperrmittel festgelegt wird. Das Sperrmittel wird verwendet, um die Infiltration der geschmolzenen Legierung zu hemmen, zu verhindern oder zu beenden und dadurch Fertig- oder Fastfertigformen im entstehenden Metalleinlagerungsverbundstoff zu liefern. Folglich haben die geformten Metalleinlagerungsverbundstoffkörper eine Außenform, die im wesentlichen der Innenform des Sperrmittels entspricht. Das Verfahren der U.S.-Patentanmeldung, lfd. Nr. 049 171, wurde durch die gemeinschaftliche und gleichzeitig schwebende U.S.-Patentanmeldung, lfd. Nr. 158 284, verbessert, die am 15. März 1988 im Namen von Michael K. Aghajanian und Marc S. Newkirk eingereicht wurde und den Titel „Metalleinlagerungsverbundstoffe und Techniken zu ihrer Herstellung“ trägt. In Übereinstimmung mit den Verfahren, die in dieser U.S.-Patentanmeldung beschrieben werden, ist eine Matrixmetalllegierung als eine erste Metallquelle und ein Reservoir von Matrixmetalllegierung vorgesehen, das z. B. durch Schwerkraftfluß mit der ersten Quelle geschmolzenen Metalls in Verbindung steht. Speziell unter den, in dieser Patentanmeldung beschriebenen Bedingungen, beginnt die erste Quelle geschmolzener Matrixlegierung unter normalen atmosphärischen Drücken in die Füllstoffmasse zu infiltrieren und auf diese Weise mit der Bildung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes zu beginnen. Die erste Quelle geschmolzener Matrixmetalllegierung wird während ihrer Infiltration in die Füllstoffmasse verbraucht und kann nach Wunsch, vorzugsweise durch ein kontinuierlich arbeitendes Mittel, aus dem Reservoir geschmolzenen Matrixmetalls ergänzt werden, wenn die Spontaninfiltration andauert. Nachdem eine gewünschte Menge des durchlässigen Füllstoffes durch die geschmolzene Matrixlegierung spontan durchdrungen wurde, wird die Temperatur gesenkt, um die Legierung zu verfestigen, so daß eine feste Metallmatrixstruktur gebildet wird, in die der verstärkende Füllstoff eingebettet bzw. eingelagert ist. Es sollte Einverständnis darüber bestehen, daß die Verwendung eines Metallreservoirs lediglich ein Ausführungsbeispiel der Erfindung ist, die in dieser Patentanmeldung beschrieben wird, und es nicht notwendig ist, die Reservoirausführungsart mit jeder der Alternativausführungsarten zu kombinieren, die in der darin beschriebenen Erfindung vorgesehen sind, von denen einige auch vorteilhaft in Verbindung mit der vorliegenden Erfindung verwendet werden könnten.

Das Metallreservoir kann in einer solchen Menge vorliegen, daß eine ausreichende Metallmenge bereitgestellt wird, um die durchlässige Füllstoffmasse in einem vorbestimmten Umfang zu durchdringen. Als Alternative kann ein wahlweises Sperrmittel mit der durchlässigen Füllstoffmasse an mindestens einer Seite in Kontakt kommen, um eine Oberflächengrenze zu definieren. Während die Zufuhr geschmolzener Matrixlegierung mindestens ausreichen sollte, um den Verlauf der Spontaninfiltration im wesentlichen zu den Grenzen (z. B. Sperren) der durchlässigen Füllstoffmasse zu ermöglichen, könnte die Legierungsmenge in dem Reservoir diese ausreichende Menge auch überschreiten, so daß nicht nur eine ausreichende Legierungsmenge für vollständige Durchdringung vorhanden ist, sondern auch ein Überschuß geschmolzener Metalllegierung zurückbleiben und mit dem Metalleinlagerungsverbundstoffkörper verbunden werden könnte. Wenn überschüssige geschmolzene Legierung vorhanden ist, wird der entstehende Körper somit ein komplexer Verbundstoffkörper (z. B. ein Makroverbundstoff) sein, in dem ein, mit einer Metallmatrix durchdrungener Keramikstoff direkt an überschüssiges Metall gebunden ist, das im Reservoir zurückbleibt.

Jede der oben diskutierten gemeinschaftlichen Metallmatrix-Patentanmeldungen beschreibt Verfahren für die Produktion von Metalleinlagerungsverbundstoffen und neue Metalleinlagerungsverbundstoffkörper, die daraus hergestellt werden. Auf die vollständigen Beschreibungen aller vorangehenden gemeinschaftlichen Metallmatrix-Patentanmeldungen wird hier ausdrücklich Bezug genommen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Ein Metalleinlagerungsverbundstoff wird durch spontanes Durchdringen einer durchlässigen Füllstoffmasse oder einer Vorform mit einem geschmolzenen Matrixmetall produziert. Spezifisch stehen ein Infiltrationsverstärker und/oder eine Infiltrationsverstärkervorstufe und/oder eine infiltrierende Atmosphäre an mindestens einem bestimmten Punkt während des Verfahrens mit dem Füllstoff oder der Vorform in Verbindung, so daß ein spontanes Durchdringen des Füllstoffes oder der Vorform mit geschmolzenem Matrixmetall möglich ist.

In einer ersten bevorzugten Ausführungsart, kann eine Vorstufe eines Infiltrationsverstärkers mindestens einem Füllstoff oder einer Vorform und/oder einem Matrixmetall und/oder einer infiltrierenden Atmosphäre zugeführt werden. Die zugeführte Infiltrationsverstärkervorstufe kann anschließend mit mindestens dem Füllstoff oder der Vorform und/oder dem Matrixmetall und/oder der infiltrierenden Atmosphäre reagieren, um einen Infiltrationsverstärker in mindestens einem Teil des Füllstoffes oder der Vorform zu produzieren. Mindestens während der Spontaninfiltration sollte der Infiltrationsverstärker schließlich mit mindestens einem Teil des Füllstoffes oder der Vorform in Kontakt sein.

In einer anderen bevorzugten Ausführungsart der Erfindung kann anstelle der Zuführung einer Infiltrationsverstärkervorstufe ein Infiltrationsverstärker mindestens der Vorform und/oder der Matrixmetall und/oder der infiltrierenden Atmosphäre direkt zugeführt werden. Mindestens während der Spontaninfiltration sollte der Infiltrationsverstärker schließlich mit mindestens einem Teil des Füllstoffes oder der Vorform in Kontakt sein.

In dieser Anmeldung werden verschiedene Beispiele von Matrixmetallen diskutiert, die an einem bestimmten Punkt während der Bildung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes mit einer Infiltrationsverstärkervorstufe in Gegenwart einer infiltrierenden Atmosphäre in Kontakt kommen. So wird verschiedentlich auf spezielle Systeme aus Matrixmetall/Infiltrationsverstärkervorstufe/infiltrierender Atmosphäre Bezug genommen, die Spontaninfiltration aufweisen. Es ist jedoch denkbar, daß neben den Systemen, die in dieser Anmeldung diskutiert werden, viele andere Systeme aus Matrixmetall/Infiltrationsverstärkervorstufe/infiltrierender Atmosphäre ein ähnliches Verhalten zeigen werden. Spontanes Infiltrationsverhalten wird vor allem im Aluminium-Magnesium-Stickstoff-System, Aluminium-Strontium-Stickstoff-System, Aluminium-Zink-Sauerstoff-System und Aluminium-Calcium-Stickstoff-System beobachtet. Obwohl in der vorliegenden Anmeldung nur die vorgenannten Systeme diskutiert werden, sollte folglich Einverständnis darüber bestehen, daß andere Systeme aus Matrixmetall/Infiltrationsverstärkervorstufe/infiltrierender Atmosphäre ein ähnliches Verhalten zeigen können. In einer bevorzugten Ausführungsart für das Erzielen von Spontaninfiltration in eine durchlässige Füllstoffmasse oder eine Vorform, wird geschmolzenes Matrixmetall mit der Vorform oder dem Füllstoff in Kontakt gebracht. Die Vorform oder der Füllstoff können mit einer Infiltrationsverstärkervorstufe gemischt werden, und/oder sie können an einem bestimmten Punkt während des Verfahrens der Einwirkung einer Infiltrationsverstärkervorstufe ausgesetzt werden. In einer bevorzugten Ausführungsart, stehen das geschmolzene Matrixmetall und/oder die Vorform oder der Füllstoff außerhalb mindestens in einem Teil des Verfahrens mit einer infiltrierenden Atmosphäre in Verbindung. In einer anderen bevorzugten Ausführungsart, stehen das Matrixmetall und/oder die Vorform oder der Füllstoff im wesentlichen während des ganzen Verfahrens mit einer infiltrierenden Atmosphäre in Verbindung. Die Vorform oder der Füllstoff werden spontan mit geschmolzenem Matrixmetall durchdrungen, wobei der Grad oder die Geschwindigkeit der spontanen Durchdringung und Bildung des Metalleinlagerungsverbundstoffes mit einem vorgegebenen Satz von Verarbeitungsbedingungen variieren werden, die z. B. die Konzentration der Infiltrationsverstärkervorstufe, die in dem System vorgesehen ist (z. B. in der geschmolzenen Matrixlegierung und/oder im Füllstoff oder der Vorform und/oder in der infiltrierenden Atmosphäre), die Korngröße und/oder Zusammensetzung des Füllstoffes, die Größe und/oder Zusammensetzung der Teilchen in der Vorform, die verfügbare Porosität für Infiltration in die Vorform oder den Füllstoff, die Zeit für die Infiltration und/oder die Temperatur, bei der die Infiltration erfolgt, einschließen. Spontaninfiltration findet normalerweise in einem Umfang statt, der ausreicht, um die Vorform oder den Füllstoff im wesentlichen vollständig einzubetten.

Durch verändern der Zusammensetzung des Matrixmetalls und/oder der Verarbeitungsbedingungen, können die physikalischen und mechanischen Eigenschaften der geformten Metalleinlagerungsverbundstoffe außerdem auf besondere Anwendungen oder Erfordernisse zugeschnitten werden. Indem ein Formling aus dem Metalleinlagerungsverbundstoff einem Nachbehandlungsprozeß (z. B. gerichteter Verfestigung, Wärmebehandlung, etc.) unterzogen wird, können die mechanischen und/oder physikalischen Eigenschaften außerdem weiter gezielt für besondere Anwendungen oder Erfordernisse aufgebaut werden. Außerdem kann der Stickstoffgehalt des geformten Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Steuerung der Verarbeitungsbedingungen auf einen breiten Bereich technischer Anwendungen zugeschnitten werden.

Darüber hinaus, können die physikalischen und/oder mechanischen Eigenschaften des geformten Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Regulieren der Zusammensetzung und/oder Korngröße (z. B. Teilchendurchmesser) und/oder Geometrie des Füllstoffes oder des Vorformmaterials für eine beliebige Zahl technischer Bedingungen kontrolliert oder „maßgeschneidert“ werden. Beispielsweise wurde festgestellt, daß die Verschleißfestigkeit des Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Erhöhen der Korngröße des Füllstoffes (z. B. durch Erhöhen des mittleren Durchmessers der Füllstoffteilchen) erhöht werden kann, vorausgesetzt, daß die Verschleißfestigkeit des Füllstoffes höher ist als die des Matrixmetalls. Jedoch können Festigkeit und/oder Zähigkeit zu einer Erhöhung mit abnehmender Füllstoffkorngröße tendieren. Der Wärmeausdehnungskoeffizient des Metalleinlagerungsverbundstoffes kann außerdem mit steigendem Füllstoffanteil sinken, sofern der Wärmeausdehnungskoeffizient des Füllstoffes unter dem Wärmeausdehnungskoeffizienten des Matrixmetalls liegt. Außerdem können die mechanischen und/oder physikalischen Eigenschaften (z. B. Dichte, E-Modul und/oder spezifischer Modul, Festigkeit und/oder spezifische Festigkeit, etc.) eines Formlings aus Metalleinlagerungsverbundstoff entsprechend dem Anteil des Füllstoffes in der losen Masse oder in der Vorform gezielt aufgebaut werden. Zum Beispiel kann mit einer losen Masse oder Vorform, die eine Mischung aus Füllstoffteilchen unterschiedlicher Größen und/oder Formen einschließt, worin die Dichte des Füllstoffes über der Dichte des Matrixmetalls liegt, infolge der verstärkten Packung des Füllstoffes eine höhere Füllung erzielt werden, so daß ein Metalleinlagerungsverbundstoff mit erhöhter Dichte entsteht. Durch Nutzung der Inhalte der vorliegenden Erfindung, kann der Volumenprozentanteil des

Füllstoffes oder der Vorform, der durchdrungen werden kann, über einen breiten Bereich variieren. Der Volumenprozentanteil des Füllstoffes, der durchdrungen werden kann, wird nach unten vorwiegend durch die Fähigkeit zur Herstellung eines porösen Füllstoffes oder einer porösen Vorform (z.B. etwa 10Vol.-%) begrenzt, während er nach oben vorwiegend durch die Fähigkeit zur Herstellung eines dichten Füllstoffes oder einer dichten Vorform mit wenigstens etwas zusammenhängender Porosität (z.B. etwa 95Vol.-%) begrenzt wird. Demgemäß, kann ein Metalleinlagerungsverbundstoff durch praktische Anwendung der oben angeführten Inhalte, allein oder in Kombination, so gezielt aufgebaut werden, daß er eine gewünschte Kombination von Eigenschaften enthält.

Definitionen

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „**Aluminium**“ bedeutet und umfaßt im wesentlichen reines Metall (z. B. relativ reines, handelsübliches unlegiertes Aluminium) oder andere Metallsorten und Metallegierungen, z. B. die handelsüblichen Metalle mit Fremdbestandteilen und/oder Legierungsbestandteilen, wie z. B. Eisen, Silicium, Kupfer, Magnesium, Mangan, Chromium, Zink, etc. Für die Zwecke dieser Definition ist eine Aluminiumlegierung eine Legierung oder intermetallische Verbindung mit Aluminium als Hauptbestandteil.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „**Nichtoxidierendes Restgas**“ bedeutet, daß jedes Gas, das neben dem Primärgas, welches die infiltrierende Atmosphäre bildet, vorhanden ist, ein Inertgas oder Reduktionsgas ist, das unter den Prozeßbedingungen mit dem Matrixmetall im wesentlichen nicht reaktionsfähig ist. Oxidierendes Gas, das als Verunreinigung in dem (den) verwendeten Gas(en) enthalten sein kann, sollte nicht ausreichen, um das Matrixmetall unter den Prozeßbedingungen wesentlich zu oxidieren.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „**Sperrre**“ oder „**Sperrmittel**“ bedeutet jedes geeignete Mittel, das die Wanderung, Bewegung oder dgl. von geschmolzenem Matrixmetall über eine Oberflächengrenze einer durchlässigen Füllstoffmasse oder Vorform hinaus stört, hemmt, verhindert oder beendet, wobei eine solche Oberflächengrenze durch das genannte Sperrmittel gebildet (definiert) wird. Geeignete Sperrmittel können alle Stoffe, Verbindungen, Elemente, Zusammensetzungen oder dgl. sein, die unter den Prozeßbedingungen weitgehend stabil (unversehrt) bleiben und nicht leicht flüchtig sind (d. h., das Sperrmaterial verflüchtigt sich nicht in einem solchen Umfang, daß es als Sperre nicht mehr funktionieren kann). Geeignete „Sperrmittel“ schließen weiterhin Stoffe ein, die durch das wandernde geschmolzene Matrixmetall unter den verwendeten Prozeßbedingungen im wesentlichen nicht benetzbar sind. Eine Sperre dieses Typs scheint wenig oder keine Affinität zu dem geschmolzenen Matrixmetall aufzuweisen, und die Bewegung über die definierte Oberflächengrenze der Füllstoffmasse oder Vorform hinaus wird durch das Sperrmittel verhindert oder gehemmt. Die Sperre reduziert eventuell erforderliches spanendes Nachbearbeiten oder Schleifen und bestimmt mindestens einen Teil der Oberfläche des entstehenden Metalleinlagerungsverbundstoffproduktes. Die Sperre kann in bestimmten Fällen durchlässig oder porös sein oder, z. B. durch Ausführen von Bohrungen oder Durchbohren der Sperre, durchlässig gemacht werden, so daß Gas mit dem geschmolzenen Matrixmetall, etc. in Kontakt kommen kann.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „**Karkasse**“ oder „**Matrixmetallkarkasse**“ bezieht sich auf den Rest des ursprünglichen Matrixmetallstoffes, der während der Bildung des Metalleinlagerungsverbundstoffes nicht verbraucht wurde und bei Abkühlung normalerweise mindestens teilweise mit dem gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoff in Kontakt bleibt. Es sollte Einverständnis darüber bestehen, daß die Karkasse auch ein zweites oder Fremdmetall einschließen kann.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „**Füllstoff**“ schließt Einzelbestandteile oder Bestandteilmischungen ein, die im wesentlichen nichtreaktionsfähig mit und/oder begrenzt löslich in dem Matrixmetall sind und ein- oder mehrphasig sein können. Füllstoffe können in einer breiten Vielfalt von Formen und Größen vorliegen, z. B. als Pulver, Flocken, Plättchen, Mikrokugeln, Whisker, Blasen, etc., und können dicht oder porös sein. Der Begriff „Füllstoff“ kann auch Keramikfüllstoffe, wie z. B. Aluminiumoxid oder Siliciumkarbid als Fasern, Faserschnitzel, Teilchen, Whisker, Blasen, Kugeln, Faservliese oder dgl., und keramikbeschichtete Füllstoffe, wie z. B. Graphitfasern, einschließen, die mit Aluminiumoxid oder Siliciumkarbid beschichtet sind, um den Kohlenstoff vor Angriffen durch, z. B., ein geschmolzenes Aluminiumgrundmetall zu schützen. Füllstoffe können auch Metalle einschließen.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „**Warmtoppen**“ bezieht sich auf das Plazieren oder Anordnen einer Substanz an einem Ende (dem „Toppende“) eines mindestens teilweise geformten Metalleinlagerungsverbundstoffes, die mit mindestens dem Matrixmetall und/oder Füllstoff und/oder einem anderen Stoff, der dem Topp- oder Auftoppende zugeführt wird, exotherm reagiert. Diese exotherme Reaktion sollte genug Wärme liefern, um das Matrixmetall am Toppende im Zustand einer Schmelze zu halten, während der Rest des Matrixmetalls im Verbundstoff auf Erstarrungstemperatur abkühlt.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „**infiltrierende Atmosphäre**“ bedeutet die Atmosphäre, die vorhanden ist und mit dem Matrixmetall und/oder der Vorform (oder dem Füllstoff) und/oder der Infiltrationsverstärkervorstufe und/oder dem Infiltrationsverstärker in Wechselwirkung steht und Spontaninfiltration des Matrixmetalls ermöglicht oder verstärkt.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „**Infiltrationsverstärker**“ bezieht sich auf einen Stoff, der die Spontaninfiltration eines Matrixmetalls in einen Füllstoff oder eine Vorform fördert oder unterstützt. Ein Infiltrationsverstärker kann z. B. aus einer Reaktion einer Infiltrationsverstärkervorstufe mit einer infiltrierenden Atmosphäre zur Bildung (1) einer gasförmigen Art und/oder (2) eines Reaktionsproduktes der Infiltrationsverstärkervorstufe und der infiltrierenden Atmosphäre und/oder (3) eines Reaktionsproduktes der Infiltrationsverstärkervorstufe und des Füllstoffes oder der Vorform gewonnen werden. Außerdem kann der Infiltrationsverstärker mindestens der Vorform und/oder dem Matrixmetall und/oder der infiltrierenden Atmosphäre direkt zugeführt werden und in weitgehend ähnlicher Weise wie ein Infiltrationsverstärker funktionieren, der aus einer Reaktion zwischen einer Infiltrationsverstärkervorstufe und einer anderen Art gewonnen wurde. Schließlich sollte der Infiltrationsverstärker, mindestens während der Spontaninfiltration, in mindestens einem Teil des Füllstoffes oder der Vorform enthalten sein, um Spontaninfiltration zu erreichen.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „**Infiltrationsverstärkervorstufe**“ oder „**Vorstufe zum Infiltrationsverstärker**“ bedeutet einen Stoff, der bei Verwendung in Verbindung mit dem Matrixmetall, der Vorform und/oder der infiltrierenden Atmosphäre einen Infiltrationsverstärker bildet, welcher die Spontaninfiltration des Matrixmetalls in den Füllstoff oder die Vorform auslöst oder unterstützt. Ohne sich an eine spezielle Theorie oder Erklärung binden zu wollen, hat es den Anschein, daß

es notwendig sein kann, die Vorstufe zum Infiltrationsverstärker an einer Stelle anzuordnen oder unterzubringen oder zu einer Stelle zu transportieren, die es der Infiltrationsverstärkervorstufe ermöglicht, mit der infiltrierenden Atmosphäre und/oder der Vorform oder dem Füllstoff und/oder dem Matrixmetall in Wechselwirkung zu treten. Zum Beispiel ist es in einigen Systemen aus Matrixmetall/Infiltrationsverstärkervorstufe/infiltrierender Atmosphäre erwünscht, daß sich die Infiltrationsverstärkervorstufe bei, in der Nähe oder, in einigen Fällen, sogar etwas über der Temperatur verflüchtigt, bei der das Matrixmetall geschmolzen wird. Diese Verflüchtigung kann zu folgendem führen: (1) zu einer Reaktion der Infiltrationsverstärkervorstufe mit der infiltrierenden Atmosphäre, um eine gasförmige Art zu bilden, die das Benetzen des Füllstoffes oder der Vorform durch das Matrixmetall verstärkt; und/oder (2) zu einer Reaktion der Infiltrationsverstärkervorstufe mit der infiltrierenden Atmosphäre, um einen festen, flüssigen oder gasförmigen Infiltrationsverstärker in mindestens einem Teil des Füllstoffes oder der Vorform zu bilden, der die Benetzung verstärkt; und/oder (3) zu einer Reaktion der Infiltrationsverstärkervorstufe innerhalb des Füllstoffes oder der Vorform, die einen festen, flüssigen oder gasförmigen Infiltrationsverstärker in mindestens einem Teil des Füllstoffes oder der Vorform bildet, der die Benetzung verstärkt.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „Matrixmetall“ oder „Matrixmetallegerung“ bedeutet das Metall, das zur Bildung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes (z. B. vor Infiltration) verwendet wird, und/oder das Metall, das mit einem Füllstoff vermischt wird, um einen Metalleinlagerungsverbundstoffkörper zu bilden (z. B. nach Infiltration). Wenn ein spezifiziertes Metall als Matrixmetall genannt wird, sollte Einverständnis darüber bestehen, daß dieses Matrixmetall das Metall als ein im wesentlichen reines Metall, als ein handelsübliches Metall mit Fremdbestandteilen und/oder Legierungsbestandteilen, eine intermetallische Verbindung oder eine Legierung einschließt, in der dieses Metall der überwiegende oder Hauptbestandteil ist. Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „System aus Matrixmetall/Infiltrationsverstärkervorstufe/infiltrierender Atmosphäre“ oder „Spontansystem“ bezieht sich auf die Kombination von Stoffen, die Spontaninfiltration in eine Vorform oder einen Füllstoff zeigt. Es sollte Einverständnis darüber bestehen, daß ein „/“, das zwischen einem als Beispiel angeführten Matrixmetall, einer Infiltrationsverstärkervorstufe und einer infiltrierenden Atmosphäre erscheint, zur Bezeichnung eines Systems oder einer Kombination von Stoffen verwendet wird, die in einer speziellen Verbindung Spontaninfiltration in eine Vorform oder einen Füllstoff zeigen.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „Metalleinlagerungsverbundstoff“ oder „MMC“ bedeutet einen Stoff, der eine zwei- oder dreidimensional verbundene Legierung oder ein entsprechendes Matrixmetall einschließt, in die bzw. das eine Vorform oder ein Füllstoff eingebettet ist. Das Matrixmetall kann verschiedene Legierungselemente einschließen, um spezifisch gewünschte mechanische und physikalische Eigenschaften in dem entstehenden Verbundstoff zu liefern.

Ein von dem Matrixmetall „abweichendes“ Metall bedeutet ein Metall, das als Hauptbestandteil nicht dasselbe Metall wie das Matrixmetall enthält (wenn z. B. Aluminium der Hauptbestandteil des Matrixmetalls ist, könnte das „abweichende“ Metall z. B. Nickel als Hauptbestandteil haben).

„Nichtreaktionsfähiges Gefäß für die Aufnahme von Matrixmetall“ bedeutet jedes Gefäß, das einen Füllstoff (oder eine Vorform) und/oder geschmolzenes Matrixmetall unter den Prozeßbedingungen aufnehmen oder enthalten kann und nicht mit der Matrix und/oder der infiltrierenden Atmosphäre und/oder der Infiltrationsverstärkervorstufe und/oder einem Füllstoff oder einer Vorform in einer Weise reagiert, die für den Spontaninfiltrationsmechanismus äußerst schädlich wäre. Das nichtreaktionsfähige Gefäß kann nach Abschluß der Spontaninfiltration des geschmolzenen Matrixmetalls ausgesondert und beseitigt werden.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „Vorform“ oder „durchlässige Vorform“ bedeutet eine poröse Füllstoffmasse, die mit mindestens einer Oberflächengrenze hergestellt wird, welche im wesentlichen eine Grenze für das infiltrierende Matrixmetall bildet, wobei diese Masse ausreichende Formbeständigkeit und Grünfestigkeit beibehält, um Maßbeständigkeit vor dem Infiltrieren des Matrixmetalls zu gewährleisten. Die Masse sollte ausreichende Porosität besitzen, um spontan infiltrierendes Matrixmetall aufzunehmen. Eine Vorform umfaßt normalerweise eine gebundene Füllstoffanordnung, homogen oder heterogen, und kann aus jedem geeigneten Stoff (z. B. Keramik- und/oder Metallteilchen, Pulvern, Fasern, Whiskern, etc. und ihren Kombinationen) zusammengesetzt sein. Eine Vorform kann in singulärer oder zusammengesetzter Form vorliegen.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „Reservoir“ bedeutet einen separaten Matrixmetallkörper, der im Verhältnis zu einer Füllstoffmasse oder einer Vorform so angeordnet ist, daß das geschmolzene Metall fließen und den Teil, das Segment oder die Quelle des Matrixmetalls, die mit dem Füllstoff oder der Vorform in Kontakt sind, ergänzen oder, in einigen Fällen, zunächst liefern und dann ergänzen kann.

Der im vorliegenden Text verwendete Begriff „Spontaninfiltration“ bedeutet die Infiltration von Matrixmetall in die durchlässige Füllstoffmasse oder Vorform ohne die Notwendigkeit des Anlegens von Druck oder Vakuum (unabhängig davon, ob extern angelegt oder intern erzeugt).

Kurze Beschreibung der Zeichnungen

Die folgenden Zeichnungen (Figuren) sind zur Unterstützung des Verständnisses der Erfindung vorgesehen, sollen jedoch den Umfang der Erfindung nicht einschränken. Nach Möglichkeit, werden in jeder Zeichnung ähnliche Bezugszahlen zur Bezeichnung gleicher Bestandteile verwendet.

Figur 1 ist eine schematische Querschnittszeichnung einer Einrichtung für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration.

Figur 2 ist eine Mikroaufnahme des in Übereinstimmung mit Beispiel 1 hergestellten Metalleinlagerungsverbundstoffes.

Figur 3 ist eine schematische Querschnittszeichnung einer Einrichtung für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration.

Figur 4 ist eine Mikroaufnahme des in Übereinstimmung mit Beispiel 2 hergestellten Metalleinlagerungsverbundstoffes.

Figur 5 ist eine schematische Querschnittszeichnung einer Einrichtung für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration.

Figur 6 ist eine Mikroaufnahme des in Übereinstimmung mit Beispiel 3 hergestellten Metalleinlagerungsverbundstoffes.

Figur 7 ist eine schematische Querschnittszeichnung einer Einrichtung für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration.

Figur 8 ist eine Mikroaufnahme des in Übereinstimmung mit Beispiel 4 hergestellten Metalleinlagerungsverbundstoffes.

Figur 10 ist eine schematische Querschnittszeichnung einer Einrichtung für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration nach Beispiel 5.

Figur 12 ist eine schematische Querschnittszeichnung einer Einrichtung für die Herstellung eines Metall-einlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration nach Beispiel 5.

Figur 14 ist eine schematische Querschnittszeichnung einer Einrichtung für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration nach Beispiel 5.

Figur 15 ist eine schematische Querschnittszeichnung einer Einrichtung für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration nach Beispiel 5.

Es folgen die Figuren 17 a-i:
 Figur 17 a ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbindstoffes entsprechend Probe A

Figur 17 e ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe E

Figur 17h ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe F.

Figur 19 ist eine schematische Querschnittszeichnung einer Einrichtung für die Herstellung eines Metallinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration nach Beispiel 6.

Figur 20 ist eine schematische Querschnittszeichnung einer Einrichtung für die Herstellung einer Metalleinlagerungsverbindstoffes durch Spontaninfiltration nach Beispiel 6.

Figur 21a ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe
Figur 21b ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe
Figur 21c ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe

Figur 22a ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe

Figur 22f ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe

Figur 22h ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe
Figur 22i ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe
Figur 22j ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe

Figur 22m ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbindstoffes entsprechend Probe

Es folgen die Figuren 23 a-h:

Figur 23d ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe

Figur 23f ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbindstoffes entsprechend Probe

Figur 24a ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Probe

Figur 26a ist eine Mikraufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Beispiel 16.

Figur 26b ist eine Mikroaufnahme des Ätzmetails des Metalleinlagerungsverbundstoffes ents

Figur 26a ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Beispiel 1.
Figur 26b ist eine Mikroaufnahme des Ätzmetalls des Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend Beispiel 1.

Genauere Beschreibung der Erfindung und bevorzugten Ausführungsarten

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch spontanes Durchdringen eines Füllstoffes oder einer Vorform mit geschmolzenem Matrixmetall. Im Einzelnen stehen ein Infiltrationsverstärker und/oder eine Infiltrationsverstärkervorstufe und/oder eine infiltrierende Atmosphäre, mindestens an einem bestimmten Punkt während des Prozesses, mit dem Füllstoff oder der Vorform in Verbindung, so daß geschmolzenes Matrixmetall spontan in den Füllstoff oder die Vorform infiltrieren kann.

Figur 1 veranschaulicht eine einfache Einrichtung 10 für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration. Ein Füllstoff oder eine Vorform 1, die aus jedem geeigneten Material bestehen können, wie nachfolgend im Einzelnen erörtert wird, wird in ein nichtreaktionsfähiges Gefäß 2 für die Aufnahme des Matrixmetalls und/oder Füllstoffes eingebracht. Ein Matrixmetall 3 wird auf oder neben dem Füllstoff oder der Vorform 1 angeordnet. Die Einrichtung wird anschließend in einem Ofen platziert, um Spontaninfiltration auszulösen.

Ohne sich durch eine spezielle Theorie oder Erklärung binden zu wollen, kann eine Infiltrationsverstärkervorstufe, wenn sie in Verbindung mit mindestens dem Matrixmetall und/oder dem Füllstoff oder der Vorform und/oder der infiltrierenden Atmosphäre verwendet wird, eine Reaktion eingehen, um einen Infiltrationsverstärker zu bilden, der die Spontaninfiltration des geschmolzenen Matrixmetalls in einen Füllstoff oder eine Vorform auslöst oder unterstützt. Außerdem zeigt es sich, daß es notwendig sein kann, die Vorstufe zum Infiltrationsverstärker an einer Stelle anordnen, plazieren oder zu einer Stelle transportieren zu können, die es der Infiltrationsverstärkervorstufe ermöglicht, mit mindestens der infiltrierenden Atmosphäre und/oder der Vorform oder dem Füllstoff und/oder dem geschmolzenen Matrixmetall in Wechselwirkung zu treten. In einigen Systemen aus Matrixmetall/Infiltrationsverstärkervorstufe/infiltrierender Atmosphäre ist es z. B. erwünscht, daß sich die Infiltrationsverstärkervorstufe bei, in der Nähe oder, in einigen Fällen, sogar etwas über der Temperatur verflüchtigt, bei der das Matrixmetall schmilzt. Diese Verflüchtigung kann zu folgendem führen: (1) zu einer Reaktion der Infiltrationsverstärkervorstufe mit der infiltrierenden Atmosphäre, um eine gasförmige Art zu bilden, die das Benetzen des Füllstoffes oder der Vorform durch das Matrixmetall verstärkt; und/oder (2) zu einer Reaktion der Infiltrationsverstärkervorstufe mit der infiltrierenden Atmosphäre, um einen festen, flüssigen oder gasförmigen Infiltrationsverstärker in mindestens einem Teil des Füllstoffes oder der Vorform zu bilden, der die Benetzung verstärkt; und/oder (3) zu einer Reaktion der Infiltrationsverstärkervorstufe innerhalb des Füllstoffes oder der Vorform, die einen festen, flüssigen oder gasförmigen Infiltrationsverstärker in mindestens einem Teil des Füllstoffes oder der Vorform bildet, der die Benetzung verstärkt.

Wenn z. B. eine Infiltrationsverstärkervorstufe an mindestens einem bestimmten Punkt während des Prozesses in geschmolzenes Matrixmetall eingeschlossen oder mit ihm verbunden würde, könnte der Infiltrationsverstärker aus dem geschmolzenen Matrixmetall verflüchtigen und mit mindestens dem Füllstoff oder der Vorform und/oder der infiltrierenden Atmosphäre reagieren. Diese Reaktion könnte die Bildung eines Feststoffes zur Folge haben; wenn dieser Feststoff bei der Infiltrationstemperatur stabil ist, könnte er auf mindestens einen Teil des Füllstoffes oder der Vorform z. B. als Überzug aufgebracht werden. Es ist außerdem denkbar, daß ein solcher Feststoff mindestens in einem Teil der Vorform oder des Füllstoffes als ein erkennbarer Feststoff enthalten sein könnte. Wenn ein solcher Feststoff gebildet wird, kann das geschmolzene Matrixmetall zu einer solchen Reaktion tendieren (das geschmolzene Matrixmetall kann z. B. den gebildeten Feststoff reduzieren), daß die Infiltrationsverstärkervorstufe mit dem geschmolzenen Matrixmetall assoziiert wird (z. B. in ihm gelöst oder mit ihm legiert). Folglich kann dann zusätzliche Infiltrationsverstärkervorstufen für die Verflüchtigung und Reaktion mit einer anderen Art (z. B. dem Füllstoff oder der Vorform und/oder der infiltrierenden Atmosphäre) verfügbar sein und wieder eine ähnliche feste Art bilden. Es ist denkbar, daß ein kontinuierlicher Prozeß der Umwandlung der Infiltrationsverstärkervorstufe zum Infiltrationsverstärker stattfinden könnte, an den sich eine Reduktionsreaktion des Infiltrationsverstärkers mit geschmolzenem Matrixmetall anschließt, um wieder zusätzlichen Infiltrationsverstärker zu bilden, usw., bis das erzielte Ergebnis ein durch Spontaninfiltration hergestellter Metalleinlagerungsverbundstoff ist.

Um Spontaninfiltration des Matrixmetalls in den Füllstoff oder die Vorform herbeizuführen, sollte dem Spontansystem Infiltrationsverstärker zugeführt werden. Ein Infiltrationsverstärker könnte aus einer Infiltrationsverstärkervorstufe gebildet werden, die (1) in dem Matrixmetall und/oder (2) im Füllstoff oder der Vorform enthalten sein könnte und/oder (3) aus der infiltrierenden Atmosphäre und/oder einer äußeren Quelle (4) in das Spontansystem eingeführt werden könnte. Anstelle der Zuführung einer Infiltrationsverstärkervorstufe, kann ein Infiltrationsverstärker auch mindestens dem Füllstoff oder der Vorform und/oder dem Matrixmetall und/oder der infiltrierenden Atmosphäre direkt zugeführt werden. Schließlich sollte der Infiltrationsverstärker, mindestens während der Spontaninfiltration, in mindestens einem Teil des Füllstoffes oder der Vorform enthalten sein.

In einer bevorzugten Ausführungsart der Erfindung ist es möglich, daß die Infiltrationsverstärkervorstufe mindestens teilweise mit der infiltrierenden Atmosphäre zur Reaktion gebracht werden kann, so daß der Infiltrationsverstärker in mindestens einem Teil des Füllstoffes oder der Vorform gebildet werden kann, bevor der Füllstoff oder die Vorform mit dem Matrixmetall in Kontakt kommt oder weitgehend parallel dazu (wenn z. B. Magnesium die Infiltrationsverstärkervorstufe und Stickstoff die infiltrierende Atmosphäre wären, könnte der Infiltrationsverstärker aus Magnesiumnitrid bestehen, das in mindestens einem Teil der Vorform oder des Füllstoffes enthalten wäre).

Ein Beispiel für ein System aus Matrixmetall/Infiltrationsverstärkervorstufe/infiltrierender Atmosphäre ist das Aluminium/Magnesium/Stickstoff-System. Spezifisch, kann ein Aluminiummatrixmetall in einem geeigneten feuerfesten Gefäß enthalten sein, das unter den Prozeßbedingungen keine schädliche Reaktion mit dem Aluminiummatrixmetall und/oder dem Füllstoff eingeht, wenn das Aluminium geschmolzen wird. Ein Füllstoff oder eine Vorform kann anschließend mit geschmolzenem Aluminiummatrixmetall in Kontakt gebracht und spontan durchdrungen werden.

Anstelle der Zuführung einer Infiltrationsverstärkervorstufe, kann ein Infiltrationsverstärker mindestens der Vorform oder dem Füllstoff und/oder dem Matrixmetall und/oder der infiltrierenden Atmosphäre auch direkt zugeführt werden. Schließlich sollte der Infiltrationsverstärker, mindestens während der Spontaninfiltration, in mindestens einem Teil des Füllstoffes oder der Vorform enthalten sein. Unter den Bedingungen, die im Verfahren der vorliegenden Erfindung verwendet werden, sollte die Vorform oder der Füllstoff so durchlässig sein, daß das stickstoffhaltige Gas im Fall eines Aluminium/Magnesium/Stickstoff-Spontaninfiltrationssystems an einem bestimmten Punkt während des Verfahrens in den Füllstoff oder die Vorform eindringen

oder ihn bzw. sie durchdringen kann und/oder mit dem geschmolzenen Matrixmetall in Kontakt kommen kann. Außerdem kann sich der durchlässige Füllstoff oder die Vorform der Infiltration des geschmolzenen Matrixmetalls anpassen, um spontanes Infiltrieren des geschmolzenen Matrixmetalls in die stickstoffdurchdrungene Vorform zu bewirken und einen Metalleinlagerungsverbundstoff zu bilden und/oder den Stickstoff mit einer Infiltrationsverstärkervorstufe zur Reaktion zu bringen, um in dem Füllstoff oder der Vorform einen Infiltrationsverstärker zu bilden und dadurch Spontaninfiltration herbeizuführen. Der Spontaninfiltrationsgrad und Umfang der Bildung des Metalleinlagerungsverbundstoffes wird mit einem vorgegebenen Satz von Prozeßbedingungen variieren, die den Magnesiumgehalt der Aluminiumlegierung, den Magnesiumgehalt der Vorform oder des Füllstoffes, den Magnesiumnitridanteil in der Vorform oder dem Füllstoff, die Präsenz zusätzlicher Legierungselemente (z. B. Silicium, Eisen, Kupfer, Mangan, Chromium, Zink und dgl.), die mittlere Korngröße des Füllstoffes (z. B. den Teilchendurchmesser), der die Vorform oder den Füller umfaßt, den Oberflächenzustand oder Typ des Füllstoffes oder der Vorform, die Stickstoffkonzentration der infiltrierenden Atmosphäre, die zulässige Infiltrationszeit und die Infiltrationstemperatur einschließen. Für die Spontaninfiltration des geschmolzenen Aluminiummatrixmetalls kann das Aluminium z. B. mit mindestens etwa 1 Ma.-%, vorzugsweise mindestens etwa 3 Ma.-%, Magnesium (das als Infiltrationsverstärkervorstufe funktioniert), bezogen auf die Legierungsmaße, legiert werden. Wie oben diskutiert wurde, können zusätzliche Legierungselemente ebenfalls in das Matrixmetall eingeschlossen werden, um spezifische Eigenschaften aufzubauen. Außerdem können die zusätzlichen Legierungselemente den im Aluminiummatrixmetall erforderlichen Mindestmagnesiumanteil beeinflussen, um Spontaninfiltration in den Füllstoff oder die Vorform herbeizuführen. Magnesiumverlust aus dem Spontansystem, der z. B. auf Verflüchtigung zurückzuführen ist, darf nicht in einem solchen Umfang auftreten, daß kein Magnesium zur Bildung von Infiltrationsverstärker vorhanden ist. Daher ist die Verwendung einer ausreichenden Menge von Anfangslegierungselementen erwünscht, um zu gewährleisten, daß Spontaninfiltration durch Verflüchtigung nicht nachteilig beeinflusst wird. Die Präsenz von Magnesium sowohl in der Vorform (oder dem Füllstoff) als auch dem Matrixmetall oder in der Vorform (oder dem Füllstoff) allein kann außerdem eine Herabsetzung der erforderlichen Magnesiummenge zur Herbeiführung von Spontaninfiltration zur Folge haben (nachfolgend noch ausführlich diskutiert). Auch der Volumenprozentanteil Stickstoff in der infiltrierenden Atmosphäre beeinflusst die Bildungsgeschwindigkeit des Metalleinlagerungsverbundstoffes. Wenn weniger als etwa 10 Vol.-% Stickstoff in der Atmosphäre enthalten sind, wird die Spontaninfiltration sehr langsam oder geringfügig sein. Es stellte sich heraus, daß vorzugsweise mindestens etwa 50 Vol.-% Stickstoff in der Atmosphäre enthalten sein sollten, um z. B. kürzere Infiltrationszeiten infolge einer wesentlich höheren Infiltrationsgeschwindigkeit zu bewirken. Die infiltrierende Atmosphäre (z. B. ein stickstoffhaltiges Gas) kann dem Füllstoff oder der Vorform und/oder dem Matrixmetall direkt zugeführt oder aus dem Abbau eines Stoffes gewonnen werden. Der erforderliche Mindestmagnesiumgehalt für die Infiltration des geschmolzenen Matrixmetalls in einen Füllstoff oder eine Vorform richtet sich nach einer oder mehreren Veränderlichen, wie z. B. der Verarbeitungstemperatur, der Zeit, dem Vorhandensein zusätzlicher Legierungselemente, z. B. Silicium oder Zink, der Art des Füllstoffes, der Einbeziehung des Magnesiums in eine oder mehrere Komponenten des Spontansystems, dem Stickstoffgehalt der Atmosphäre und der Strömungsgeschwindigkeit der Stickstoffatmosphäre. Niedrigere Temperaturen oder kürzere Erwärmungszeiten können verwendet werden, um vollständige Infiltration zu erzielen, wenn der Magnesiumgehalt der Legierung und/oder der Vorform erhöht wird. Bei einem vorgegebenen Magnesiumgehalt, werden niedrigere Temperaturen auch durch den Zusatz bestimmter zusätzlicher Legierungselemente, wie z. B. Zink, möglich gemacht. Beispielsweise kann ein Magnesiumgehalt des Matrixmetalls am unteren Ende des Betriebsbereichs, z. B. von etwa 1 bis 3 Ma.-%, in Verbindung mit mindestens einer der folgenden Bedingungen verwendet werden: einer Verarbeitungstemperatur über dem Minimum, einer hohen Stickstoffkonzentration oder einem oder mehreren zusätzlichen Legierungselementen. Wenn der Vorform kein Magnesium zugesetzt wird, werden Legierungen mit etwa 3 bis 5 Ma.-% Magnesium auf der Basis ihrer allgemeinen Brauchbarkeit über einen breiten Bereich von Prozeßbedingungen bevorzugt, wobei mindestens etwa 5% bevorzugt werden, wenn niedrigere Temperaturen und kürzere Zeiten verwendet werden. Magnesiumgehalte von über etwa 10 Ma.-% der Aluminiumlegierung können verwendet werden, um die für die Infiltration erforderlichen Temperaturbedingungen zu mildern. Der Magnesiumgehalt kann in Verbindung mit einem zusätzlichen Legierungselement reduziert werden, diese Elemente dienen jedoch nur einer Hilfsfunktion und werden in Verbindung mit mindestens dem oben spezifizierten Mindestmagnesiumanteil verwendet. Zum Beispiel fand praktisch keine Infiltration von nominell reinem Aluminium, mit nur 10% Silicium legiert, bei 1000°C in eine Schichtung aus 39 Crystolon (99% reines Siliciumkarbid von Norton Co.) mit Korngröße 500 statt. Es wurde jedoch festgestellt, daß Silicium den Infiltrationsprozeß in Gegenwart von Magnesium fördert. In einem weiteren Beispiel variiert der Magnesiumanteil, wenn er ausschließlich der Vorform oder dem Füllstoff zugeführt wird. Es stellte sich heraus, daß Spontaninfiltration bei Zuführung eines kleineren Masseprozentanteils Magnesium zum Spontansystem stattfindet, wenn mindestens ein Teil der insgesamt zugeführten Magnesiummenge in die Vorform oder den Füllstoff eingeschlossen wird. Um die Bildung unerwünschter intermetallischer Verbindungen in dem Metalleinlagerungsverbundstoff zu verhindern, kann eine kleinere Magnesiummenge erwünscht sein. Bei einer Siliciumkarbidvorform wurde festgestellt, daß Matrixmetall spontan in die Vorform infiltriert, wenn die Vorform, die mindestens etwa 1 Ma.-% Magnesium enthält, in Gegenwart einer im wesentlichen reinen Stickstoffatmosphäre mit einem Aluminiummatrixmetall in Kontakt gebracht wird. Im Fall einer Aluminiumoxidvorform, ist eine etwas höhere Magnesiummenge erforderlich, um eine akzeptable Spontaninfiltration zu erreichen. Spezifisch wurde festgestellt, daß wenn eine Aluminiumoxidvorform mit einem ähnlichen Aluminiummatrixmetall bei etwa derselben Temperatur, bei der das Aluminium in die Siliciumkarbidvorform infiltrierte, und in Gegenwart derselben Stickstoffatmosphäre in Kontakt gebracht wird, mindestens etwa 3 Ma.-% Magnesium erforderlich sind, um eine ähnliche Spontaninfiltration wie in die Siliciumkarbidvorform, die oben diskutiert wurde, zu erzielen.

Es stellte sich auch heraus, daß die Infiltrationsverstärkervorstufe und/oder der Infiltrationsverstärker dem Spontansystem auf einer Oberfläche der Legierung und/oder einer Oberfläche der Vorform oder des Füllstoffes und/oder innerhalb der Vorform oder des Füllstoffes zugeführt werden kann, bevor das Matrixmetall in den Füllstoff oder die Vorform infiltriert (d. h., es ist unter Umständen nicht notwendig, den zugeführten Infiltrationsverstärker oder die Infiltrationsverstärkervorstufe mit dem Matrixmetall zu legieren, sondern eine einfache Zuführung zu dem Spontansystem ist möglich). Wenn z. B. das Magnesium im Aluminium/Magnesium/Stickstoff-System auf eine Oberfläche des Matrixmetalls aufgebracht wurde, sollte die Oberfläche die Fläche sein, die der durchlässigen Füllstoffmasse am nächsten liegt oder mit ihr in Kontakt ist oder umgekehrt; das Magnesium

könnte auch in mindestens einem Teil der Vorform oder des Füllstoffes gemischt werden. Auch könnte eine bestimmte Kombination von Oberflächenauftrag, Legieren und Einbringen von Magnesium in mindestens einen Teil der Vorform verwendet werden. Diese Kombination der Anwendung von Infiltrationsverstärker(n) und/oder Infiltrationsverstärkervorstufe(n) könnte einen Rückgang des notwendigen Gesamtmasseprozentanteils Magnesium zur Förderung von Infiltration des Aluminiummatrixmetalls in die Vorform zur Folge haben sowie niedrigere Infiltrationstemperaturen möglich machen. Außerdem könnte der Anteil unerwünschter intermetallischer Verbindungen, die infolge der Präsenz von Magnesium gebildet werden, minimiert werden.

Die Verwendung eines oder mehrerer zusätzlicher Legierungselemente und die Stickstoffkonzentration im umgebenden Gas haben ebenfalls einen Einfluß auf den Nitriergrad des Matrixmetalls bei einer gegebenen Temperatur. Zusätzliche Legierungselemente, wie z. B. Zink oder Eisen, die in die Legierung eingeschlossen oder auf eine Oberfläche der Legierung aufgebracht werden, können z. B. zur Herabsetzung der Infiltrationstemperatur und dadurch zur Senkung des Grades der Nitridbildung verwendet werden, während die Nitridbildung durch Erhöhen der Stickstoffkonzentration im Gas gefördert werden kann.

Die Konzentration von Magnesium in der Legierung und/oder auf einer Oberfläche der Legierung und/oder im Füllstoff oder der Vorform tendiert ebenfalls dazu, den Infiltrationsgrad bei einer gegebenen Temperatur zu beeinflussen. Folglich kann in einigen Fällen, in denen wenig oder kein Magnesium direkt mit der Vorform oder dem Füllstoff in Kontakt gebracht wird, der Einschluß von mindestens etwa drei Ma.-% Magnesium in die Legierung bevorzugt werden. Niedrigere Legierungsanteile, wie z. B. 1 Ma.-% Magnesium, können höhere Prozeßtemperaturen oder ein zusätzliches Legierungselement für die Infiltration erfordern. Die erforderliche Temperatur zur Herbeiführung des erfindungsgemäßen Spontaninfiltrationsprozesses kann unter folgenden Bedingungen niedriger sein: (1) wenn der Magnesiumgehalt der Legierung allein z. B. auf mindestens etwa 5 Ma.-% erhöht wird; und/oder (2) wenn Legierungsbestandteile mit der durchlässigen Füllstoffmasse oder Vorform gemischt werden; und/oder (3) wenn ein anderes Element, wie z. B. Zink oder Eisen, in der Aluminiumlegierung enthalten ist. Auch die Temperatur kann mit verschiedenen Füllstoffen variieren. Im allgemeinen wird spontane und fortschreitende Infiltration im Aluminium/Magnesium/Stickstoff-System bei einer Prozeßtemperatur von mindestens etwa 675°C und vorzugsweise bei einer Prozeßtemperatur von mindestens 750°C–800°C stattfinden. Temperaturen von über 1200°C scheinen den Prozeß im allgemeinen nicht zu begünstigen; ein Temperaturbereich von etwa 675°C bis etwa 1000°C wurde als besonders geeignet festgestellt. Als allgemeine Regel ist die Spontaninfiltrationstemperatur jedoch eine Temperatur, die über dem Schmelzpunkt des Matrixmetalls, jedoch unter der Verdampfungstemperatur des Matrixmetalls liegt. Außerdem sollte die Spontaninfiltrationstemperatur unter dem Schmelzpunkt des Füllstoffes liegen. Ferner nimmt die Tendenz zur Bildung eines Reaktionsproduktes zwischen dem Matrixmetall und der infiltrierenden Atmosphäre mit steigender Temperatur zu (im Fall von Aluminiummatrixmetall und einer infiltrierenden Stickstoffatmosphäre kann z. B. Aluminiumnitrid gebildet werden). Entsprechend der vorgesehenen Anwendung des Metalleinlagerungsverbundstoffes, kann ein solches Reaktionsprodukt erwünscht oder unerwünscht sein. Die Infiltrationstemperaturen werden normalerweise mit Widerstandsheizung erreicht. Jedoch ist jedes Heizmittel, das zum Schmelzen des Matrixmetalls führt und Spontaninfiltration nicht nachteilig beeinflußt, für die Verwendung im Zusammenhang mit der Erfindung akzeptabel.

Im vorliegenden Verfahren kommt z. B. ein durchlässiger Füllstoff oder eine Vorform in Gegenwart, mindestens zu bestimmten Zeiten während des Verfahrens, eines stickstoffhaltigen Gases mit Aluminiumschmelze in Kontakt. Das stickstoffhaltige Gas kann durch Aufrechterhaltung eines kontinuierlichen Gasstroms mit mindestens dem Füllstoff oder der Vorform und/oder geschmolzenem Aluminiummatrixmetall in Kontakt gebracht werden. Obwohl die Strömungsgeschwindigkeit des stickstoffhaltigen Gases nicht ausschlaggebend ist, wird eine Strömungsgeschwindigkeit bevorzugt, die ausreicht, um jeden Stickstoffverlust aus der Atmosphäre infolge von Nitridbildung auszugleichen sowie das Einströmen von Luft zu verhindern oder zu hemmen, die einen oxidierenden Einfluß auf das geschmolzene Metall haben kann.

Das Verfahren zur Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes ist auf eine Vielfalt von Füllstoffen anwendbar; die Wahl der Füllstoffe richtet sich nach solchen Faktoren, wie z. B. der Matrixlegierung, den Prozeßbedingungen, der Reaktionsfähigkeit der geschmolzenen Matrixlegierung mit dem Füllstoff und den gewünschten Eigenschaften des Endverbundstoffherzeugnisses. Wenn das Matrixmetall aus Aluminium besteht, schließen geeignete Füllstoffe z. B. ein: (a) Oxide, z. B. Aluminiumoxid, Magnesiumoxid, Zirkondioxid; (b) Karbide, z. B. Siliciumkarbid; (c) Boride, z. B. Aluminiumdodekaborid, Titanumdiborid; (d) Nitride, z. B. Aluminiumnitrid; und (e) ihre Mischungen. Wenn der Füllstoff zur Reaktion mit dem geschmolzenen Aluminiummatrixmetall tendiert, könnte das durch Minimieren der Infiltrationszeit und -temperatur oder durch Aufbringen eines nichtreaktionsfähigen Überzugs auf dem Füllstoff ausgeglichen werden. Der Füllstoff kann ein Substrat, wie z. B. Kohlenstoff oder anderes nichtkeramisches Material, umfassen, das einen Keramiküberzug trägt, um das Substrat vor Angriff oder Abbau zu schützen. Geeignete Keramiküberzüge schließen Oxide, Karbide, Boride und Nitride ein. Bevorzugte Keramiken für das vorliegende Verfahren schließen Aluminiumoxid und Siliciumkarbid in Form von Teilchen, Plättchen, Whiskern und Fasern ein. Die Fasern können unterbrochen (in Form von Faserschnitzeln) sein oder in Form von Endlosfasern, wie z. B. multifilen Elementarfadenkabeln, vorliegen. Ferner kann der Füllstoff oder die Vorform homogen oder heterogen sein.

Es wurde auch festgestellt, daß bestimmte Füllstoffe verstärkte Infiltration im Verhältnis zu Füllstoffen mit ähnlicher chemischer Zusammensetzung aufweisen. Zum Beispiel zeigen gebrochene oder grobzerkleinerte Aluminiumoxidstoffe, die mit dem Verfahren hergestellt wurden, das im U. S.-Patent Nr. 4713360 mit dem Titel „Neue keramische Werkstoffe und Verfahren zu ihrer Herstellung“ beschrieben wird, welches am 15. Dezember 1987 für Marc S. Newkirk u. a. erteilt wurde, erwünschte Infiltrationseigenschaften im Verhältnis zu handelsüblichen Aluminiumoxidprodukten. Gebrochene oder grobzerkleinerte Aluminiumoxidstoffe, die mit dem Verfahren hergestellt wurden, das in der gleichzeitig schwebenden Gemeinschaftsanmeldung, lfd. Nr. 819397, mit dem Titel „Verbundkeramikartikel und Verfahren zu ihrer Herstellung“ im Namen von Marc S. Newkirk u. a. beschrieben wird, zeigen ebenfalls erwünschte Infiltrationseigenschaften im Verhältnis zu handelsüblichen Aluminiumoxidprodukten. Der Gegenstand des erteilten Patents und der gleichzeitig schwebenden Patentanmeldung wird in dem vorliegenden Text ausdrücklich als Bezug einbezogen. So wurde festgestellt, daß vollständiges Durchdringen einer durchlässigen keramischen Masse bei niedrigeren Infiltrationstemperaturen und/oder niedrigeren Infiltrationszeiten stattfinden kann, wenn ein gebrochener oder grobzerkleinerter Stoff verwendet wird, der mit dem Verfahren des genannten U. S.-Patents und der genannten Patentanmeldung produziert wurde.

Der Füllstoff (oder die Vorform) kann jede Korngröße, Form, chemische Zusammensetzung und jeden Volumenprozentanteil aufweisen, die für das Erzielen der gewünschten Eigenschaften in dem Verbundstoff erforderlich sind. Der Füllstoff kann daher die Form von Teilchen, Whiskern, Plättchen oder Fasern haben, da Infiltration durch die Form des Füllstoffes nicht eingeschränkt wird. Auch andere Formen, wie z. B. Kugeln, Röhrchen, Pellets, feuerfestes Faservlies und dgl., können verwendet werden. Außerdem wird die Durchdringung nicht durch die Teilchengröße des Füllstoffes eingeschränkt, obwohl, entsprechend den besonderen Reaktionsbedingungen, eine höhere Temperatur oder längere Zeitdauer für das vollständige Durchdringen einer Masse kleinerer Teilchen als für das Durchdringen größerer Teilchen oder umgekehrt notwendig sein kann. In der vorliegenden Erfindung können mittlere Teilchendurchmesser von nur einem Mikron oder weniger bis etwa 1100 Mikrons oder mehr erfolgreich genutzt werden, wobei ein Bereich von etwa 2 Mikrons bis etwa 1000 Mikrons für eine Vielzahl technischer Anwendungen bevorzugt wird. Die zu durchdringende Füllstoffmasse (oder Vorform) sollte außerdem durchlässig sein (d. h. mindestens etwas zusammenhängende Porosität enthalten, um sie für geschmolzenes Matrixmetall und/oder die infiltrierende Atmosphäre durchlässig zu machen). Durch Kontrollieren der Teilchengröße (z. B. des Teilchendurchmessers) und/oder der Geometrie und/oder der Zusammensetzung des Füllstoffes oder des Stoffes, der die Vorform bildet, können außerdem die physikalischen und mechanischen Eigenschaften des gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffes kontrolliert oder auf eine beliebige Zahl technischer Erfordernisse zugeschnitten werden. Beispielsweise kann die Verschleißfestigkeit des Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Erhöhen der Teilchengröße des Füllstoffes (z. B. durch Erhöhen des mittleren Durchmessers der Füllstoffteilchen) erhöht werden, sofern der Füllstoff eine höhere Verschleißfestigkeit besitzt als das Matrixmetall. Jedoch können Festigkeit und/oder Zähigkeit die Tendenz zeigen, sich mit abnehmender Füllstoffteilchengröße zu erhöhen. Ferner kann der Wärmeausdehnungskoeffizient des Metalleinlagerungsverbundstoffes mit steigender Füllung abnehmen, sofern der Wärmeausdehnungskoeffizient des Füllstoffes unter dem Wärmeausdehnungskoeffizienten des Matrixmetalls liegt. Überdies können die mechanischen und/oder physikalischen Eigenschaften (z. B. Dichte, Wärmeausdehnungskoeffizient, E-Modul und/oder spezifischer Modul, Festigkeit und/oder spezifische Festigkeit, etc.) eines geformten Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend dem Füllstoffanteil in der losen Masse oder der Vorform gezielt aufgebaut werden. Mit einer losen Masse oder Vorform, die eine Mischung aus Füllstoffteilchen unterschiedlicher Größen aufgebaut werden. Mit einer losen Masse oder Vorform, die eine Mischung aus Füllstoffteilchen unterschiedlicher Größen und/oder Formen einschließt, worin die Dichte des Füllstoffes höher ist als die Dichte des Matrixmetalls, kann z. B. eine höhere Füllung infolge verstärkter Packung der Füllstoffe erzielt werden, so daß ein Metalleinlagerungsverbundstoff mit erhöhter Dichte entsteht. Durch Nutzung der vorliegenden Patentbeschreibung, kann der Volumenprozentanteil des Füllstoffes oder der Vorform, der durchdrungen werden kann, über einen breiten Bereich variieren. Der Volumenprozentanteil des Füllstoffes, der durchdrungen werden kann, wird nach unten vorwiegend durch die Fähigkeit zur Bildung eines porösen Füllstoffes oder einer porösen Vorform begrenzt (z. B. etwa 10 Vol.-%), während er nach oben vorwiegend durch die Fähigkeit zur Bildung eines dichten Füllstoffes oder einer dichten Vorform mit mindestens etwas zusammenhängender Porosität begrenzt wird (z. B. etwa 95 Vol.-%). Durch die praktische Anwendung aller oben angeführten Inhalte, allein oder in Kombination, kann ein Metalleinlagerungsverbundstoff mit einer gewünschten Kombination von Eigenschaften hergestellt werden.

Das Verfahren zur Herstellung von Metalleinlagerungsverbundstoffen gemäß der vorliegenden Erfindung, das nicht von der Anwendung von Druck abhängig ist, um geschmolzenes Matrixmetall in eine Vorform oder Füllstoffmasse zu pressen oder zu drücken, ermöglicht die Produktion weitgehend gleichmäßiger Metalleinlagerungsverbundstoffe mit einem hohen Füllstoffvolumenanteil und geringer Porosität. Höhere Füllstoffvolumenanteile können erzielt werden, wenn eine Anfangsfüllstoffmasse mit geringerer Porosität verwendet wird. Höhere Volumenanteile können auch erreicht werden, wenn die Füllstoffmasse gepreßt oder auf andere Weise verdichtet wird, vorausgesetzt, daß die Masse nicht in einen Preßling mit geschlossenzelliger Porosität oder eine völlig verdichtete Struktur umgewandelt wird, die ein Durchdringen mit der geschmolzenen Legierung verhindern würden. Volumenanteile von einer Größenordnung von etwa 60 bis 80 Vol.-% können mit solchen Methoden, wie z. B. Vibrationspackung, Regulieren der Teilchengrößenverteilung, etc., erreicht werden. Jedoch können alternative Techniken angewendet werden, um noch höhere Füllstoffvolumenanteile zu erzielen. Füllstoffvolumenanteile in einer Größenordnung von 40 bis 50% werden für Thermoformung in Übereinstimmung mit der vorliegenden Erfindung bevorzugt. Bei solchen Volumenanteilen bleibt die Form des Einlagerungsverbundstoffes erhalten oder weitgehend erhalten, wodurch Nachbearbeitung vereinfacht wird. Entsprechend der gewünschten Endverbundstofffüllung nach Thermoformung, könnten jedoch höhere oder niedrigere Teilchenfüllungen oder Volumenanteile verwendet werden. Außerdem können Methoden zur Herabsetzung der Teilchenfüllungen in Verbindung mit den erfindungsgemäßen Thermo- oder Warmformverfahren angewendet werden, um niedrigere Teilchenfüllungen zu erreichen.

Es wird beobachtet, daß die Benetzung des Keramikfüllstoffes durch das Aluminiummatrixmetall für Aluminiuminfiltration und Matrixbildung um einen Keramikfüllstoff einen wichtigen Teil des Infiltrationsmechanismus darstellt. Ferner kann die Benetzung des Füllstoffes durch geschmolzenes Matrixmetall eine gleichmäßige Dispersion des Füllstoffes durch den gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoff ermöglichen und die Bindung des Füllstoffes an das Matrixmetall verbessern. Bei niedrigen Prozeßtemperaturen findet außerdem Metallnitrieren in einem unbedeutenden oder minimalen Umfang statt und hat eine minimale disperse Aluminiumnitridphase zur Folge, die in der Metallmatrix dispergiert ist. Mit der Annäherung an das obere Ende des Temperaturbereichs, erhöht sich jedoch die Wahrscheinlichkeit des Metallnitrierens. Auf diese Weise kann der Umfang der Nitridphase in der Metallmatrix durch Veränderung der Prozeßtemperatur, bei der Infiltration stattfindet, kontrolliert werden. Die spezifische Prozeßtemperatur, bei der Nitridbildung stärker ausgeprägt wird, variiert ebenfalls mit solchen Faktoren, wie z. B. der verwendeten Aluminiummatrixlegierung und ihrer Menge im Verhältnis zum Volumen des Füllstoffes oder der Vorform, dem zu durchdringenden Füllstoff und der Stickstoffkonzentration der infiltrierenden Atmosphäre. Man ist z. B. der Ansicht, daß der Grad der Aluminiumnitridbildung bei einer gegebenen Prozeßtemperatur steigt, wenn die Fähigkeit der Legierung zur Benetzung des Füllstoffes abnimmt und die Stickstoffkonzentration der Atmosphäre zunimmt.

Es besteht daher die Möglichkeit, die Beschaffenheit der Metallmatrix während der Bildung des Verbundstoffes spezifisch aufzubauen, um dem entstehenden Produkt bestimmte Eigenschaften zu verleihen. Die Prozeßbedingungen können für ein gegebenes System im Hinblick auf die Kontrolle der Nitridbildung ausgewählt werden. Ein Verbundstoffprodukt, das eine Aluminiumnitridphase enthält, wird bestimmte Eigenschaften aufweisen, die die Gebrauchsleistung des Produktes verbessern oder für sie günstig sein können. Außerdem kann der Temperaturbereich für Spontaninfiltration einer Aluminiumlegierung mit dem verwendeten keramischen Material variieren. Bei Aluminiumoxid als Füllstoff, sollte die Infiltrationstemperatur

vorzugsweise nicht über 1000°C hinausgehen, wenn gewünscht wird, daß die Duktilität der Matrix durch die bedeutsame Nitridbildung nicht herabgesetzt wird. Temperaturen von über 1000°C können jedoch verwendet werden, wenn ein Verbundstoff mit einer weniger duktilen und steiferen Matrix produziert werden soll. Für das Durchdringen von Siliciumkarbid können höhere Temperaturen von etwa 1200°C verwendet werden, da die Aluminiumlegierung im Vergleich zur Verwendung von Aluminiumoxid als Füllstoff in geringerem Umfang nitriert, wenn Siliciumkarbid als Füllstoff verwendet wird. Die Beschaffenheit des Matrixmetalls innerhalb des Metalleinlagerungsverbundstoffes und Fehler, z. B. Porosität, können ferner durch Regulieren der Abkühlgeschwindigkeit des Metalleinlagerungsverbundstoffes modifiziert werden. Der Metalleinlagerungsverbundstoff kann z. B. durch eine Reihe von Techniken gerichtet verfestigt werden, die folgendes einschließen: Plazieren des Behälters mit dem Metalleinlagerungsverbundstoff auf einer Kühlplatte; und/oder selektives Anordnen von Isolierstoffen über dem Behälter. Außerdem kann die Beschaffenheit der Metallmatrix nach Bildung des Metalleinlagerungsverbundstoffes modifiziert werden. Zum Beispiel kann eine Wärmebehandlung die Zugfestigkeit des gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffes verbessern. (ASTM-D3552-77 [neubestätigt 1982] ist die Standardprüfung für Zugfestigkeit.)

Eine gewünschte Wärmebehandlung für einen Metalleinlagerungsverbundstoff, der eine Aluminiumlegierung 520.0 als Matrixmetall enthält, kann das Erwärmen des Metalleinlagerungsverbundstoffes auf eine hohe Temperatur, z. B. auf etwa 430°C, einschließen, die längere Zeit (z. B. 18–20 Stunden) gehalten wird. Die Metallmatrix kann dann etwa 20 Sekunden in siedendem Wasser bei etwa 100°C abgeschreckt werden (d. h., eine Wärmebehandlung T-4), was den Verbundstoff vergüten oder seine Fähigkeit, Zugspannungen standzuhalten, verbessern kann.

Außerdem ist es möglich, ein Matrixmetallreservoir zu verwenden, um vollständige Durchdringung des Füllstoffes zu sichern und/oder ein zweites Metall mit einer anderen Zusammensetzung als die erste Matrixmetallquelle zuzuführen. Speziell kann es in einigen Fällen erwünscht sein, ein Matrixmetall in dem Reservoir zu verwenden, das in der Zusammensetzung von der ersten Matrixmetallquelle abweicht. Wenn z. B. eine Aluminiumlegierung als erste Matrixmetallquelle verwendet wird, könnte praktisch jedes andere Metall oder jede andere Metallegierung, die bei der Prozeßtemperatur geschmolzen wurden, als Reservoirmetall verwendet werden. Metallschmelzen sind häufig miteinander sehr mischbar, was zur Folge hat, daß sich das Reservoirmetall mit der ersten Matrixmetallquelle mischt, solange eine adäquate Zeit für das Mischen zur Verfügung steht. Die Verwendung eines Reservoirmetalls, das sich in der Zusammensetzung von der ersten Matrixmetallquelle unterscheidet, ermöglicht somit den spezifischen Aufbau der Eigenschaften der Metallmatrix entsprechend verschiedenen Betriebsbedingungen und daher spezifischen Aufbau der Eigenschaften des Metalleinlagerungsverbundstoffes.

In Verbindung mit der vorliegenden Erfindung kann auch ein Sperrmittel verwendet werden. Das Sperrmittel für die Verwendung in Verbindung mit dieser Erfindung kann speziell jedes geeignete Mittel sein, das die Wanderung, Bewegung oder dgl. der geschmolzenen Matrixlegierung (z. B. einer Aluminiumlegierung) über die festgelegte Oberflächengrenze des Füllstoffes hinaus stört, hemmt, verhindert oder beendet. Als Sperrmittel eignet sich jeder Stoff, jede Verbindung, jedes Element, jede Zusammensetzung oder dgl., die unter den Prozeßbedingungen dieser Erfindung beständig, nicht flüchtig und vorzugsweise für das mit dem Prozeß verwendete Gas durchlässig sowie in der Lage sind, anhaltende Infiltration oder jede andere Art von Bewegung über die festgelegte Oberflächengrenze des Keramikfüllstoffes hinaus lokal zu hemmen, zu stoppen, zu stören, zu verhindern oder dgl. Wie nachfolgend im Einzelnen erörtert wird, können Sperrmittel während Spontaninfiltration oder in Formen oder anderen Vorrichtungen verwendet werden, die im Zusammenhang mit Thermoformung des durch Spontaninfiltration hergestellten Metalleinlagerungsverbundstoffes eingesetzt werden.

Geeignete Sperrmittel schließen Stoffe ein, die unter den verwendeten Prozeßbedingungen im wesentlichen durch die wandernde geschmolzene Matrixlegierung nicht benetzbar sind. Eine Sperre dieses Typs weist wenig oder keine Affinität zur geschmolzenen Matrixlegierung auf, und Bewegung über die festgelegte Oberflächengrenze des Füllstoffes oder der Vorform hinaus wird durch das Sperrmittel verhindert oder gehemmt. Die Sperre reduziert eine eventuell erforderliche spanende oder schleifende Endbearbeitung des produzierten Metalleinlagerungsverbundstoffes. Wie bereits festgestellt wurde, sollte die Sperre vorzugsweise durchlässig oder porös sein oder durch Durchbohren durchlässig gemacht werden, so daß das Gas mit der geschmolzenen Matrixlegierung in Kontakt kommen kann. Sperrmittel, die besonders für Aluminiummatrixlegierungen geeignet sind, enthalten Kohlenstoff, speziell die als Graphit bekannte kristalline allotrope Form von Kohlenstoff. Graphit ist unter den beschriebenen Prozeßbedingungen durch die geschmolzene Aluminiumlegierung im wesentlichen nicht benetzbar. Ein besonders bevorzugter Graphit ist ein Graphitfolienprodukt, das von Union Carbide unter dem eingetragenen Warenzeichen Grafoil® verkauft wird. Diese Graphitfolie besitzt abdichtende Eigenschaften, die die Wanderung der geschmolzenen Aluminiumlegierung über die festgelegte Oberflächengrenze des Füllstoffes hinaus verhindern. Diese Graphitfolie ist auch wärmebeständig und chemisch inert. Graphitfolie Grafoil® ist flexibel, kompatibel, anpassungsfähig und elastisch. Sie kann in einer Vielzahl von Formen ausgeführt werden, um sich jeder Sperranwendung anzupassen. Ein Graphitsperrmittel kann jedoch als Aufschlämmung oder Paste oder sogar als Anstrichfilm rund um die und auf der Grenze des Füllstoffes oder der Vorform verwendet werden. Grafoil® wird wegen der Form einer flexiblen Graphitfolie besonders bevorzugt. Im Gebrauch wird der papierartige Graphit einfach um den Füllstoff oder die Vorform herum geformt.

Andere bevorzugte Sperrmittel für Aluminiummatrixlegierungen in Stickstoff sind die Übergangsmetallboride (z. B. Titaniumdiborid (TiB₂)), die im allgemeinen durch die geschmolzene Aluminiumlegierung unter bestimmten Prozeßbedingungen, die mit diesem Stoff verwendet werden, nicht benetzbar sind. Bei einer Sperre dieses Typs sollte die Prozeßtemperatur nicht über etwa 875°C hinausgehen, da das Sperrmaterial anderenfalls an Wirksamkeit verliert und bei erhöhter Temperatur tatsächlich eine Infiltration in die Sperrzone stattfinden wird. Außerdem kann die Teilchengröße des Sperrmaterials seine Fähigkeit, Spontaninfiltration zu hemmen, beeinflussen. Die Übergangsmetallboride liegen normalerweise in Teilchenform (1–30 Mikrons) vor. Die Sperrstoffe können als Aufschlämmung oder Paste auf die Grenzen der durchlässigen Keramikfüllstoffmasse aufgebracht werden, die vorzugsweise als Vorform vorgestaltet wird.

Weitere brauchbare Sperrmittel für Aluminiummatrixlegierungen in Stickstoff sind schwach flüchtige Verbindungen, die als Film oder Schicht auf die Außenfläche des Füllstoffes oder der Vorform aufgebracht werden. Bei Brennen in Stickstoff baut sich die organische Verbindung, speziell bei den Prozeßbedingungen dieser Erfindung, ab und läßt einen Rußfilm zurück. Die organische Verbindung kann mit konventionellen Mitteln, wie z. B. durch Anstreichen, Sprühen, Tauchen, etc., aufgebracht werden.

Fein gemahlene Teilchenstoffe können außerdem wie eine Sperre funktionieren, solange die Infiltration des Teilchenstoffes mit einer Geschwindigkeit stattfindet, die unter der Durchdringungsgeschwindigkeit des Füllstoffes liegt. Das Sperrmittel kann somit auf jede geeignete Weise aufgebracht werden, z. B. durch Überziehen der festgelegten Oberflächengrenze mit einer Schicht des Sperrmittels. Eine solche Sperrmittelschicht kann durch Anstreichen, Tauchen, Siebdruck, Aufdampfen oder Auftragen des Sperrmittels in flüssiger, aufgeschlammter oder Pastenform oder durch Sputtern (Aufstäuben im Vakuum) eines verdampfenden Sperrmittels oder einfach durch Niederschlagen einer Schicht aus festen Sperrmittelteilchen oder durch Auftragen einer festen Sperrmitteldünnschicht auf die festgelegte Oberflächengrenze aufgebracht werden. Wenn das Sperrmittel aufgebracht ist, wird Spontaninfiltration im wesentlichen beendet, wenn das infiltrierende Matrixmetall die festgelegte Oberflächengrenze erreicht und das Sperrmittel berührt. Verschiedene Demonstrationen der vorliegenden Erfindung wurden in die unmittelbar anschließenden Beispiele einbezogen. Diese Beispiele sind jedoch als Veranschaulichung und nicht als Einschränkung des Rahmens der Erfindung gemäß Festlegung in den beigefügten Ansprüchen anzusehen.

Beispiel 1

Figur 1 ist eine Querschnittszeichnung eines Aufbaus bzw. einer Einrichtung für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration in Übereinstimmung mit der vorliegenden Erfindung. Eine Styrofoam-Schale mit annähernden Abmessungen von $3\frac{1}{4}$ Zoll (83 mm) Höhe und einem Innendurchmesser am breiten Ende von etwa $2\frac{3}{4}$ Zoll (70 mm) sowie einem Innendurchmesser am schmalen Ende von etwa $1\frac{1}{8}$ Zoll (40 mm) wurde in einen Schlicker oder Brei aus 20% Kolloidaluminiumoxid, geliefert von Remet Co., und Siliciumkarbidpulver mit Korngröße (Körnungsnummer) 1000, das von Norton Co. geliefert und unter dem Warenzeichen 37 Crystolon verkauft wird, in etwa gleichen Masseanteilen getaucht. Der mit Schlicker überzogene herausnehmbare Dorn wurde anschließend mit trockenem Siliciumkarbidpulver mit Korngröße (Körnungsnummer) 90 (37 Crystolon), das an dem Schlickerüberzug haftete, bestäubt. Die aufeinanderfolgenden Schritte des Tauchens und Bestäubens wurden dreimal wiederholt, wonach das Bestäubungspulver gegen Siliciumkarbidpulver (37 Crystolon) mit Korngröße 24 ausgetauscht wurde. Die aufeinanderfolgenden Schritte des Tauchens und Bestäubens wurden dann dreimal wiederholt. Die entstehende Ausschmelzmaske (Ausschmelzmodell) wurde nach jeder Tauch- und Bestäubungsschrittfolge etwa $\frac{1}{2}$ Stunde bei etwa 65°C getrocknet. Nach der letzten Tauch- und Bestäubungsschrittfolge wurde das Ausschmelzmodell in einem Flammofen bei einer Temperatur von etwa 850°C etwa 1 Stunde gebrannt, um die Styrofoam-Schale durch Verdampfung zu beseitigen. Die entstandene Schale 4 mit einer Dicke von etwa $\frac{3}{16}$ Zoll wurde anschließend etwa bis zur Hälfte mit einer Füllstoffschicht 2 gefüllt, die aus einer Mischung aus grünem Siliciumkarbid mit Korngröße 1000, das unter dem Warenzeichen 39 Crystolon verkauft und von Norton Co. produziert wird, und etwa 2 Ma.-% Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -350 mesh bestand, das von Aesar, einer Abteilung von Johnson Matthey Co., geliefert wird. Diese Mischung war zuvor etwa 24 Stunden in einer Kugelmühle gründlich vermahlen worden. Die Füllstoffschicht 2 wurde anschließend (durch Handdruck) leicht zusammengedrückt, um innerhalb der Schale 4 einen dichteren Füllstoffkörper zu schaffen. Nach diesem Preßvorgang wurde ein Block aus einem Matrixmetall 3, das aus etwa 15 Ma.-% Silicium, 5 Ma.-% Magnesium und dem Rest Aluminium bestand, mit Abmessungen von etwa $1\frac{1}{2}$ Zoll (38 mm) mal $1\frac{1}{2}$ Zoll (38 mm) mal 1 Zoll (25 mm) auf der Füllstoffschicht 2 angeordnet. Bevor der Matrixlegierungsblock 3 auf der Oberfläche der Füllstoffschicht angeordnet wurde, wurde der Block leicht sandgestrahlt und dann in Ethanol gewaschen, um etwa vorhandene Oberflächenverunreinigungen, wie z. B. Schneidöle, zu beseitigen. Die Schale 4 mit dem Matrixlegierungsblock 3 und dem Füllstoff 2 wurde in eine Schicht aus feuerfesten Teilchen 5 eingesetzt, so daß die Oberfläche der Schicht oder des Bettes aus feuerfesten Teilchen etwa auf halber Höhe der Seite der Schale 4 lag. Die feuerfesten Teilchen, die in einem Graphitschiffchen 1 enthalten waren, bestanden aus Aluminiumoxidmaterial mit Korngröße 24, das unter dem Warenzeichen 38 Alundum bekannt ist und von Norton Co. produziert wird. Der Aufbau, bestehend aus dem feuerfesten Graphitschiffchen und seinem Inhalt, wurde dann in einen widerstandsbeheizten Vakuumofen mit kontrollierter Atmosphäre bei Raumtemperatur eingesetzt, und innerhalb des Vakuumofens wurde ein Hochvakuum (etwa 1×10^{-4} Torr) erzeugt. In den Ofen wurde Stickstoff bis etwa 1 atu geleitet und eine Durchflußgeschwindigkeit des Stickstoffgases von etwa 1,5 Liter/Minute innerhalb des Ofens hergestellt. Dann wurde die Ofentemperatur in etwa 3 Stunden auf etwa 750°C erhöht und etwa 20 Stunden auf etwa 750°C gehalten. Nach der Erwärmungszeit von 20 Stunden wurde der Strom abgeschaltet, und der Aufbau konnte sich in etwa 12 Stunden auf natürliche Weise im Ofen abkühlen. Nachdem 40°C erreicht waren, wurde der Aufbau aus dem Ofen genommen und zerlegt. Aus der Einrichtung wurde ein Metalleinlagerungsverbundstoff gewonnen, der aus Matrixmetall mit eingebettetem Füllstoff bestand. Figur 2 ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes, der nach Beispiel 1 produziert wurde. Dieses Beispiel demonstriert somit, daß es möglich ist, einen Füllstoff in einem Aluminiumlegierung/Magnesium/Stickstoff-System spontan zu durchdringen, um einen Metalleinlagerungsverbundstoff zu bilden.

Beispiel 2

Figur 3 zeigt eine Baugruppe im Querschnitt, die zur Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration in Übereinstimmung mit der vorliegenden Erfindung verwendet wurde. Spezifisch wurde ein Kasten 2 mit annähernden Abmessungen von 2 Zoll (51 mm) mal 1 Zoll (25 mm) mal 2 Zoll (51 mm) aus einem $\frac{16}{1000}$ Zoll (0,38 mm) dicken Graphitfolienprodukt der Sorte GTB hergestellt, das von Union Carbide hergestellt und unter dem Warenzeichen Grafoil® verkauft wird. Der Kasten wurde durch Verbinden (Zusammenheften) entsprechend großer Grafoil®-Segmente und Abdichten der Verbindungsstellen des Grafoil®-Kastens mit einer Aufschlämmung hergestellt, die durch Mischen von Graphitpulver (Sorte KS-44 von Lonza, Inc.) und kolloidalem Siliciumdioxid (Ludox HS von DuPont) gewonnen wurde. Das Masseverhältnis von Graphit zu kolloidalem Siliciumdioxid betrug etwa 1:3. Der Grafoil®-Kasten wurde auf einer etwa $\frac{1}{2}$ Zoll (13 mm) dicken Schicht aus Borkarbidteilchen 3 (Atlantic Equipment Engineers) angeordnet, die in einem feuerfesten Tonerdeschiffchen 1 enthalten war. Ein Matrixmetallblock 4 mit annähernden Abmessungen von 2 Zoll (51 mm) mal 1 Zoll (25 mm) mal $\frac{1}{2}$ Zoll (13 mm), der aus Aluminium und etwa 3 Ma.-% Calcium bestand, wurde auf dem Boden des Grafoil®-Kastens angeordnet. Ein Aluminiumoxidmaterial 5 mit Korngröße (Körnungsnummer) 220, das unter dem Warenzeichen 38 Alundum bekannt ist und von Norton Co. produziert wird, wurde auf den Matrixmetallblock 4 in dem Grafoil®-Kasten 2 gegossen, bis der Block mit einer etwa

1 Zoll dicken Schicht des Füllstoffes 38 Alundum 5 bedeckt war. Anschließend wurde zusätzliches Borkarbid 3 in das feuerfeste Tonerdeschiffchen, außerhalb des Grafoil®-Kastens 2, gefüllt, bis die Oberfläche der Borkarbidsschicht etwas unter der Oberfläche des Grafoil®-Kastens 2 lag.

Der Aufbau, bestehend aus dem feuerfesten Tonerdeschiffchen 1 und seinem Inhalt, wurde in einen widerstandsbeheizten Röhrenofen bei Raumtemperatur eingesetzt. Der Ofen wurde auf etwa 1×10^{-1} Torr evakuiert und dann bei Raumtemperatur mit Stickstoffgas auf etwa 1 atu gefüllt. Dann wurde innerhalb des Ofens eine Strömungsgeschwindigkeit des Stickstoffgases von $800 \text{ cm}^3/\text{Minute}$ hergestellt. Anschließend wurde die Ofentemperatur mit einer Geschwindigkeit von etwa $250^\circ\text{C}/\text{Stunde}$ auf etwa 900°C erhöht und etwa 5 Stunden auf etwa 900°C gehalten. Dann wurde die Ofentemperatur mit einer Geschwindigkeit von etwa $250^\circ\text{C}/\text{Stunde}$ auf Raumtemperatur gesenkt. Nachdem Raumtemperatur erreicht war, wurde der Aufbau aus dem Ofen herausgenommen und zerlegt. Ein Metalleinlagerungsverbundstoff mit dem Füllstoff 38 Alundum, der in das Matrixmetall eingebettet war, wurde gewonnen.

Figur 4 ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes nach Beispiel 2.

Somit demonstriert dieses Beispiel, daß es möglich ist, eine Füllstoffmasse in einem Aluminiumlegierung/Calcium/Stickstoff-System spontan zu durchdringen.

Beispiel 3

Figur 5 ist eine Querschnittszeichnung eines Aufbaus für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration in Übereinstimmung mit der vorliegenden Erfindung. Für die Schaffung einer Vorform wurden etwa 94 Ma.-% Aluminiumnitridpulver (Pulver „A“ von Herman Starck), 5 Ma.-% Siliciumnitridpulver (Atlantic Equipment Engineers) und etwa 1 Ma.-% PVPK 30 (Polyvinylpyrrolon, relative Molekülmasse 30, GAF Corp.) mit 100%igem Ethanol gemischt, um eine Aufschlammung aus etwa 50 Vol.-% Feststoffen und 50 Vol.-% Ethanol herzustellen. Die Aufschlammung wurde anschließend in eine Form mit annähernden Abmessungen von 3 Zoll (76 mm) mal 3 Zoll (76 mm) mal 1 Zoll (25 mm) gegossen, die durch einen vierseitigen Vierkantstahlrahmen mit einer Gipsplatte als Boden gebildet wurde. Der vierseitige Stahlrahmen war nicht mit der Gipsplatte verbunden und konnte leicht abgehoben werden. Die Gipsplatte wurde benutzt, um der Aufschlammung Feuchte zu entziehen. Nach dem Trocknen bildete die Aufschlammung eine Vorform mit annähernden Abmessungen von 3 Zoll (76 mm) mal 3 Zoll (76 mm) mal 1 Zoll (25 mm). Von der größeren Vorform wurde eine Vorform 5 von etwa $1\frac{1}{2}$ Zoll (38 mm) mal $\frac{3}{4}$ Zoll (19 mm) mal $\frac{1}{2}$ Zoll (38 mm) abgeschnitten. Ein etwa 1 Zoll (39 mm) mal 2 Zoll (51 mm) mal $\frac{1}{2}$ Zoll (25 mm) großer Matrixmetallblock 3 aus etwa 3 Ma.-% Strontium, 8 Ma.-% Silicium, 8 Ma.-% Nickel und dem Rest Aluminium wurde an einer Fläche mit einer etwa 0,25 mm dicken Schicht 4 aus einer Mischung aus 50 Ma.-% Eisenpulver (von Serac, Inc., Milwaukee, Wisconsin) und 50 Ma.-% Aluminiumnitridpulver (Exolon-ESK Company, Tonawanda, New York) beschichtet. Anschließend wurde die Vorform 5 auf diese Aluminiumnitrid/Eisenpulver-Schicht 4 aufgesetzt, und der Aufbau aus Matrixmetall/Vorform wurde auf einer etwa 1 Zoll (25 mm) dicken Schicht aus Borkarbidteilchen 6 (Atlantic Equipment Engineers) in einem Kasten 2 angeordnet, der aus einem $\frac{15}{1000}$ Zoll (0,38 mm) dicken Graphitfolienprodukt der Sorte GTB hergestellt wurde, das von Union Carbide produziert und unter dem Warenzeichen Grafoil® verkauft wird. Der Kasten wurde durch Zusammenfügen entsprechender Grafoil®-Segmente und Abdichten der Verbindungsstellen des Grafoil®-Kastens mit einer Aufschlammung hergestellt, die durch Mischen von Graphitpulver (Sorte KS-44 von Lonza, Inc.) und kolloidalem Siliciumdioxid (Ludox HS von DuPont) gewonnen wurde. Das Masseverhältnis von Graphit zu kolloidalem Siliciumdioxid war etwa 1:3. Der Kasten 2 war groß genug, um den Aufbau aus Matrixmetall und Vorform aufzunehmen, ohne ihn zu berühren. Der Grafoil®-Kasten 2 lag am Boden eines feuerfesten Tonerdeschiffchens 1 auf. Zusätzliches Borkarbid 6 wurde in den Grafoil-Kasten 2 eingefüllt, bis der Aufbau aus Matrixmetall und Vorform vollständig von dem Borkarbid 6 umschlossen und in das Borkarbid 6 eingebettet war. Eine etwa $\frac{1}{2}$ Zoll (13 mm) dicke Schicht des Borkarbids bedeckte die Oberfläche der Vorform.

Der Aufbau, bestehend aus dem feuerfesten Tonerdeschiffchen 1 und seinem Inhalt, wurde bei Raumtemperatur in einen widerstandsbeheizten Röhrenofen eingesetzt. Anschließend wurde der Ofen auf etwa 1×10^{-1} Torr evakuiert und bei Raumtemperatur mit Stickstoff auf etwa 1 atu gefüllt. Danach wurde innerhalb des Ofens eine Durchflußgeschwindigkeit des Stickstoffgases von etwa $600 \text{ cm}^3/\text{Minute}$ hergestellt. Die Ofentemperatur wurde dann mit einer Geschwindigkeit von etwa $200^\circ\text{C}/\text{Stunde}$ auf etwa 1200°C erhöht. Die Ofentemperatur wurde etwa 10 Stunden auf etwa 1200°C gehalten und dann mit etwa $250^\circ\text{C}/\text{Stunde}$ auf Raumtemperatur gesenkt. Nachdem Raumtemperatur erreicht war, wurde der Aufbau aus dem Ofen herausgenommen und zerlegt. Ein Metalleinlagerungsverbundstoff aus Matrixmetall, in das die Vorform eingebettet war, wurde gewonnen.

Figur 6 ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes nach Beispiel 3.

Somit demonstriert dieses Beispiel, daß es möglich ist, ein Matrixmetall spontan in eine Vorform oder einen Füllstoff in einem Aluminiumlegierung/Strontium/Stickstoff-System zu infiltrieren.

Beispiel 4

Figur 7 ist eine Querschnittszeichnung eines Aufbaus für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes durch Spontaninfiltration in Übereinstimmung mit der vorliegenden Erfindung. Um eine Vorform zu produzieren, wurden etwa 85 Ma.-% kalzinierten Aluminiumoxids A-17 von Alcoa mit etwa 15 Ma.-% Wasser, das eine geringe Menge Darwin-821 A (geliefert von R. T. Vanderbilt and Co., Norwalk, Connecticut) als Dispersionsmittel enthielt, gemischt, um eine Aufschlammung herzustellen. Die Aufschlammung wurde in eine rechteckige Gips- oder Vorform mit Abmessungen von etwa 3 Zoll (76 mm) mal 2 Zoll (51 mm) mal $\frac{1}{2}$ Zoll (13 mm) gegossen. Die Aufschlammung wurde 8 Stunden in der Form getrocknet, bevor sie als Vorform 3 herausgenommen wurde. Die Vorform 3 wurde anschließend weitere 24 Stunden luftgetrocknet, bevor sie in der vorliegenden Erfindung verwendet wurde.

Ein Stapel von 3 Matrixmetallblöcken 2 mit Abmessungen von jeweils etwa 3 Zoll (76 mm) mal 2 Zoll (51 mm) mal $\frac{1}{2}$ Zoll (13 mm) aus handelsüblicher Aluminiumlegierung 170.1, die neben dem in der ursprünglichen Legierung enthaltenen Zink etwa 3 Ma.-% Zink enthielt, wurde an der Oberfläche des obersten Blocks mit einer etwa 0,05 Zoll (0,013 mm) dicken Schicht 5 aus einem feuerfesten Stoff, der als Leecote® LX-60WPS (Acme Resin Corporation, Madison, Ohio) bekannt ist, beschichtet. Anschließend wurde die Vorform 3 auf diese Leecote-Schicht 5 aufgesetzt und der Aufbau aus Matrixlegierungsblöcken und Vorform auf einer etwa $\frac{1}{2}$ Zoll (13 mm) dicken Schicht aus grobkörnigen Wollastonitteilchen 4 der Sorte Nyad SP von NYCO, Inc., in einem

feuerfesten Tonerdeschiffchen 1 angeordnet. Der Aufbau aus Matrixlegierungsblöcken und Vorform wurde im Verhältnis zur Wollastonitschicht so angeordnet, daß der unterste Matrixlegierungsblock mit der Schicht in Kontakt war. Dann wurde weiterer Wollastonit 4 in das feuerfeste Tonerdeschiffchen 1 gefüllt, bis die Oberfläche des Wollastonit auf etwa gleicher Ebene mit der Oberfläche der Vorform 3 lag.

Der Aufbau, bestehend aus dem feuerfesten Tonerdeschiffchen und seinem Inhalt, wurde in einen widerstandsbeheizten Ofen mit einer Luftatmosphäre bei atmosphärischem Druck eingesetzt. Die Ofentemperatur wurde in etwa 10 Stunden auf etwa 1050°C erhöht, etwa 60 Stunden auf etwa 1050°C gehalten und dann in etwa 10 Stunden auf etwa 40°C gesenkt. Nachdem etwa 40°C erreicht waren, wurde der Aufbau aus dem Ofen herausgenommen und zerlegt. Ein Metalleinlagerungsverbundstoff aus Matrixlegierung mit eingebetteter Vorform wurde gewonnen.

Figur 8 ist eine Mikroaufnahme des Metalleinlagerungsverbundstoffes, der nach Beispiel 4 hergestellt wurde.

Das vorliegende Beispiel demonstriert somit, daß es möglich ist, eine Vorform aus Füllstoff in einem Aluminiumlegierung/Zink/Sauerstoff-System spontan zu durchdringen.

Beispiel 5

Dieses Beispiel demonstriert, daß eine Vielzahl von Füllstoffgeometrien erfolgreich für die Herstellung von Metalleinlagerungsverbundstoffen durch die Spontaninfiltrationstechnik genutzt werden kann. Tabelle I enthält Zusammenfassungen der Versuchsbedingungen, die zur Herstellung einer Vielzahl von Metalleinlagerungsverbundstoffen verwendet werden und verschiedene Matrixmetalle, Füllstoffgeometrien, Prozeßtemperaturen und -zeiten einschließen.

Probe A

Figur 9 zeigt eine Querschnittszeichnung des Aufbaus für die Herstellung einer Metalleinlagerungsverbundstoffprobe gemäß der nachfolgenden Beschreibung. Eine Silikaform 10 mit einem Innenhohlraum von etwa 5 Zoll (127 mm) Länge mal etwa 5 Zoll (127 mm) Breite mal etwa 3,25 Zoll (83 mm) Tiefe und fünf Bohrungen 11 mit einem Durchmesser von etwa 0,75 Zoll (19 mm) und einer Tiefe von etwa 0,75 Zoll (19 mm) im Boden der Silikaform wurde hergestellt. Für die Herstellung der Form wurde zunächst ein Schlicker aus etwa 2,5 bis 3 Masseteilen Silikapulver (RANCO-SILTM4 von Ransom & Randolph, Maunee, OH), etwa 1 Teil Kolloidsilika (Nyacol®830 von Nyacol Products, Inc., Ashland, MA) und etwa 1 bis 1,5 Masseteilen Quarzsand (RANCO-SILTMA, verkauft von Ransom & Randolph, Maunee, OH) gemischt. Die Schlickermischung wurde in eine Gummiform gegossen, die ein Negativprofil des gewünschten Innenhohlraums der Silikaform hatte, und über Nacht (etwa 14 Stunden) in einen Gefrierapparat gestellt. Anschließend wurde die Silikaform 10 aus der Gummiform gelöst, etwa 1 Stunde in einem Flammofen bei etwa 800°C gebrannt und auf Raumtemperatur abgekühlt.

Die Bodenfläche der gebildeten Silikaform 10 wurde mit Graphitfolie 12 (Perma-Foil von TT America, Portland, OR) mit Abmessungen von etwa 5 Zoll (127 mm) Länge mal etwa 5 Zoll (127 mm) Breite mal etwa 0,010 Zoll (0,25 mm) Dicke abgedeckt. In die Graphitfolie wurden Löcher 13 mit etwa 0,75 Zoll (19 mm) Durchmesser entsprechend der Lage der Bohrungen 11 im Boden der Silikaform 10 geschnitten. Die Bohrungen 11 im Boden der Silikaform 10 wurden mit Matrixmetallzylindern 14 mit Abmessungen von etwa 0,75 Zoll (19 mm) Durchmesser mal etwa 0,75 Zoll (19 mm) Dicke gefüllt, die in der Zusammensetzung mit dem Matrixmetall identisch waren, wie nachfolgend beschrieben wird. Etwa 826 Gramm einer Füllstoffmischung 15 aus etwa 95 Ma.-% Aluminiumoxid mit 220 Körnung (38 Alundum von Norton Co., Worcester, MA) und etwa 5 Ma.-% Magnesiumpulver -325 (verkauft als Aesar® von Johnson Matthey, Seabrook, NH) wurde in einem etwa 4 Liter fassenden Plastikgefäß hergestellt und etwa 15 Minuten von Hand geschüttelt. Anschließend wurde die Füllstoffmischung 15 auf den Boden der Silikaform 10 bis zu einer Höhe von etwa 0,75 Zoll (19 mm) gegossen und an der Oberfläche leicht glattgestrichen oder -geklopft. Etwa 1220 Gramm eines Matrixmetalls 16 aus etwa ≤0,25 Ma.-% Si, ≤0,30 Ma.-% Fe, ≤0,25 Ma.-% Cu, ≤0,15 Ma.-% Mn, 9,5–10,6 Ma.-% Mg, ≤0,15 Ma.-% Zn, ≤0,25 Ma.-% Ti und dem Rest Aluminium wurden auf der Füllstoffmischung 15 innerhalb der Silikaform 10 angeordnet. Die Silikaform 10 und ihr Inhalt wurden dann in einen rostfreien Stahlbehälter 17 mit Abmessungen von etwa 10 Zoll (254 mm) Länge mal etwa 10 Zoll (254 mm) Breite mal etwa 8 Zoll (203 mm) Höhe eingesetzt. Ein Titanschwammmaterial 18 mit einer Masse von etwa 15 Gramm (von Chemalloy Inc., Bryn Mawr, PA) wurde um die Silikaform 10 in dem rostfreien Stahlbehälter 17 gespritzt. Über die Öffnung des rostfreien Stahlbehälters 17 wurde ein Stück Kupferfolie 19 gelegt, um eine abgeschlossene Kammer zu bilden. Durch die Kupferfolie 19 wurde ein Stickstoffsprührohr 20 geführt, und der rostfreie Stahlbehälter 17 mit seinem Inhalt wurden in einen widerstandsbeheizten Kammerflammofen eingesetzt.

Der Ofen wurde mit einer Geschwindigkeit von etwa 400°C/Stunde bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 10 Litern/Minute von Raumtemperatur auf etwa 600°C gebracht (man beachte, daß die isolierte Kammer nicht gasdicht ist und zuläßt, daß etwas Stickstoff ausströmt) und dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 400°C/Stunde bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2 Litern/Minute von etwa 600°C auf etwa 750°C erwärmt. Nachdem das System bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2 Litern/Minute etwa 1,5 Stunden auf etwa 775°C gehalten worden war, wurden der rostfreie Stahlbehälter 17 und sein Inhalt aus dem Ofen herausgenommen. Die Silikaform 10 wurde aus dem rostfreien Stahlbehälter 17 herausgenommen und ein Teil des restlichen Matrixmetalls vorsichtig aus der Silikaform 10 abgegossen. Eine Kupferkühlplatte mit Raumtemperatur von etwa 5 Zoll (127 mm) Länge mal etwa 5 Zoll (127 mm) Breite mal etwa 1 Zoll (25 mm) Dicke wurde so in die Silikaform 10 eingesetzt, daß sie den oberen Teil des restlichen Matrixmetalls berührte, um den gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoff gerichtet zu verfestigen.

Probe B

Figur 10 zeigt eine Querschnittszeichnung des Aufbaus für die Herstellung einer Metalleinlagerungsverbundstoffprobe gemäß nachfolgender Beschreibung.

Ein Stahlkasten 32 wurde hergestellt, indem ein Stahlrahmen 30 mit Innenhohlraumabmessungen von etwa 5 Zoll (127 mm) Länge mal etwa 5 Zoll (127 mm) Breite mal etwa 2,75 Zoll (70 mm) Tiefe und einer Wanddicke von etwa 0,3 Zoll (7,9 mm) auf eine Stahlplatte 31 mit Abmessungen von etwa 7 Zoll (178 mm) Länge mal etwa 7 Zoll (178 mm) Breite mal etwa 0,25 Zoll (6,4 mm) Dicke gesetzt wurde. Der Stahlkasten 32 wurde mit einem Graphitfolienkasten 33 ausgekleidet, der etwa 5 Zoll (127 mm) lang mal etwa 5 Zoll (127 mm) breit mal etwa 3 Zoll (76 mm) hoch war. Der Graphitfolienkasten 33 wurde aus einem Stück Graphitfolie (Perma-Foil von TT America, Portland, OR) mit etwa 11 Zoll (279 mm) Länge mal etwa 11 Zoll (279 mm) Breite mal etwa

0,010 Zoll (0,25 mm) Dicke gefertigt. In die Graphitfolie wurden vier Parallelschnitte mit einem Seitenabstand von etwa 3 Zoll (76 mm) und einer Länge von 3 Zoll (76 mm) ausgeführt. Die eingeschnittene Graphitfolie wurde anschließend gefaltet und zusammengesetzt, um den Graphitfolienkasten 33 zu bilden.

Etwa 782 Gramm einer Füllstoffmischung 34 aus etwa 95 Ma.-% Aluminiumoxid (C-75 RG von Alcan Chemicals, Montreal, Kanada) und etwa 5 Ma.-% Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -325 (verkauft von Johnson Matthey, Seabrook, NH, als AESAR®) wurden hergestellt, indem die Stoffe in einem Plastikbehälter gemischt und etwa 15 Minuten von Hand geschüttelt wurden. Dann wurde die Füllstoffmischung 34 bis zu einer Höhe von etwa 0,75 Zoll (19 mm) in den Graphitfolienkasten 33 gegossen und an der Oberfläche leicht glattgestrichen oder -geklopft. Die Oberfläche der Füllstoffmischung 34 wurde mit etwa 4 Gramm Magnesiumpulver 35 mit -50 Korngröße (verkauft von Alpha Products, Morton Thiokol, Danvers, MA) bedeckt. Etwa 1 268 Gramm eines Matrixmetalls 36 aus etwa $\leq 0,25$ Ma.-% Si, $\leq 0,30$ Ma.-% Fe, $\leq 0,25$ Ma.-% Cu, $\leq 0,15$ Ma.-% Mn, $\leq 0,15$ Ma.-% Zn, $\leq 0,25$ Ma.-% Ti und dem Rest Aluminium wurden auf der mit dem Magnesiumpulver 35 bedeckten Füllstoffmischung 34 angeordnet.

Der Stahlkasten 32 und sein Inhalt wurden in einen rostfreien Stahlbehälter 37 mit etwa 10 Zoll (254 mm) Länge mal etwa 10 Zoll (254 mm) Breite mal etwa 8 Zoll (203 mm) Höhe eingesetzt. Der Boden des rostfreien Stahlbehälters 37 war mit einem Stück Graphitfolie 38 mit Abmessungen von etwa 10 Zoll (254 mm) Länge mal etwa 10 Zoll (254 mm) Breite mal etwa 0,010 Zoll (0,25 mm) Dicke abgedeckt und ein Schamottestein 39 auf die Graphitfolie 38 gesetzt worden, um den Stahlkasten 32 innerhalb des rostfreien Stahlbehälters 37 zu tragen. Etwa 20 Gramm eines Titanschwammmaterials 40 (von Chemalloy Company, Inc., Bryn Mawr, PA) wurden auf die Graphitfolie 38 am Boden des rostfreien Stahlbehälters 37 um den Schamottestein 39, der den Stahlkasten 32 trägt, gespritzt. Über die Öffnung des rostfreien Stahlbehälters 37 wurde eine Kupferfolie 41 gelegt, um eine geschlossene Kammer zu bilden. Durch die Kupferfolie 41 wurde ein Stickstoffspülrohr 42 geführt. Der rostfreie Stahlbehälter 37 und sein Inhalt wurden in einen widerstandsbeheizten Kammerflamofen eingesetzt.

Der Ofen wurde mit einer Geschwindigkeit von etwa 400°C/Stunde und bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit durch das Rohr 42 von etwa 10 Litern/Minute von Raumtemperatur auf etwa 600°C aufgeheizt und dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 400°C/Stunde bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2 Litern/Minute von etwa 600°C auf etwa 800°C aufgeheizt. Das System wurde etwa 2 Stunden bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2 Litern/Minute auf etwa 800°C gehalten. Anschließend wurden der rostfreie Stahlbehälter und sein Inhalt aus dem Ofen herausgenommen; dann wurde der Stahlkasten 32 aus dem rostfreien Stahlbehälter 37 herausgenommen und auf eine wassergekühlte Kupferkühlplatte mit Raumtemperatur und Abmessungen von etwa 8 Zoll (203 mm) Länge mal etwa 8 Zoll (203 mm) Breite mal etwa 0,5 Zoll (13 mm) Dicke gestellt, um den Metalleinlagerungsverbundstoff gerichtet zu verfestigen.

Probe C

Figur 11 ist eine Querschnittszeichnung des Aufbaus für die Herstellung einer Metalleinlagerungsverbundstoffprobe gemäß nachfolgender Beschreibung.

Spezifisch war ein Graphitschiffchen 50 mit einem Innenhohlraum von etwa 12 Zoll (305 mm) Länge mal etwa 8 Zoll (203 mm) Breite mal etwa 5,25 Zoll (13,3 mm) Höhe aus ATJ-Graphit vorgesehen, der von Union Carbide hergestellt wird. Drei Graphitfolienkästen 52 mit Abmessungen von etwa 8 Zoll (203 mm) Länge mal etwa 4 Zoll (102 mm) Breite mal etwa 5 Zoll (127 mm) Höhe wurden auf dem Boden des Graphitschiffchens 50 angeordnet. Der Graphitfolienkasten 52 wurde aus einem Stück Graphitfolie (Grafoil® von Union Carbide) mit Abmessungen von etwa 14 Zoll (356 mm) Länge mal etwa 12,5 Zoll (318 mm) Breite mal 0,015 Zoll (0,38 mm) Dicke hergestellt. In die Graphitfolie wurden vier Parallelschnitte mit einem Seitenabstand von etwa 5 Zoll (127 mm) und etwa 5 Zoll (127 mm) Länge ausgeführt. Die eingeschnittene Graphitfolie wurde dann zu einem Graphitfolienkasten 52 gefaltet, mit einer Mischung aus etwa 1 Masseteil Graphitpulver (KS-44 von Lonza, Inc., Fair Lawn, NJ) und etwa 3 Masseteilen kolloidalem Siliciumdioxid (LUDOX®SM von E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, DE) geklebt und zusammengeheftet. Der Boden des Graphitfolienkastens 52 wurde gleichmäßig mit einer Schicht Magnesiumpulver 53 mit einer Korngröße von -50 mesh (Korngröße, ausgedrückt durch die Siebmaschenzahl. D.Ü.) (verkauft von Alpha Products, Morton Thiokol, Danvers, MA) bedeckt. Das Magnesiumpulver 53 wurde mit einer Mischung aus etwa 25 bis 50 Vol.-% Graphitbindemittel (RIGIDLOCK™ von Polycarbon, Valencia, CA) und dem Rest Ethylalkohol an den Boden des Graphitfolienkastens 52 gebunden.

Etwa 1 000 Gramm einer Füllstoffmischung 54 aus etwa 98 % tafelförmigem Aluminiumoxid mit -60 Korngröße (T-64 von Alcoa Industrial Chemicals Division, Bauxite, AR) und etwa 2 % Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -325 mesh (verkauft von AESAR®, Johnson Matthey, Seabrook, NH) wurden in ein Plastikgefäß gefüllt und mindestens 2 Stunden mit einer Kugelmühle vermahlen. Anschließend wurde die Füllstoffmischung 54 in den Graphitfolienkasten 52, der das Graphitschiffchen 50 auskleidet, gegossen, von Hand zusammengedrückt und mit einer Schicht aus 6 Gramm Magnesiumpulver 56 mit einer Korngröße von -50 mesh (Alpha Products, Inc., Morton Thiokol, Danvers, MA) abgedeckt. Etwa 1 239 Gramm eines Matrixmetalls 55 aus etwa $\leq 0,35$ Ma.-% Si, $\leq 0,40$ Ma.-% Fe, 1,6-2,6 Ma.-% Cu, $\leq 0,20$ Ma.-% Mn, 2,6-3,5 Ma.-% Mg, 0,18-0,35 Ma.-% Cr, 6,8-8,0 Ma.-% Zn, $\leq 0,20$ Ma.-% Ti und dem Rest Aluminium wurden auf der Füllstoffmischung 54 in dem Graphitfolienkasten 52 angeordnet. Das Graphitschiffchen 50 und sein Inhalt wurden in einen widerstandsbeheizten Retortenofen bei Raumtemperatur eingesetzt. Die Retortentür wurde geschlossen und die Retorte auf mindestens 30 Zoll (762 mm) Hg evakuiert. Nachdem das Vakuum erreicht war, wurde Stickstoff mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 2,5 Litern/Minute in die Retortenkammer eingeführt. Anschließend wurde der Retortenofen mit einer Geschwindigkeit von etwa 120°C auf etwa 700°C aufgeheizt und bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2,5 Litern/Minute etwa 10 Stunden auf etwa 700°C gehalten. Dann wurde die Temperatur des Retortenofens mit einer Geschwindigkeit von etwa 150°C/Stunde von etwa 700°C auf etwa 675°C gesenkt. Bei etwa 675°C wurden das Graphitschiffchen 50 und sein Inhalt aus dem Retortenofen herausgenommen, und es erfolgte eine gerichtete Erstarrung oder Verfestigung. Spezifisch wurde das Graphitschiffchen 50 auf eine Graphitplatte mit Raumtemperatur gestellt, etwa 500 ml eines äußeren Warmtoppmaterials (Feedco®-9, verkauft von Foseco Inc., Brook Park, OH) wurden auf das geschmolzene Matrixmetall in dem Graphitfolienkasten 52 gegossen, und eine etwa 2 Zoll (51 mm) dicke Keramikfasermatte (CERABLANKET™, Marville Refractory Products) wurde um das Graphitschiffchen 50 gewickelt. Bei Raumtemperatur wurde der Graphitfolienkasten 52 zerlegt, um festzustellen, daß sich ein Metalleinlagerungsverbundstoff gebildet hatte.

Probe D

Figur 12 ist eine Querschnittszeichnung des Aufbaus für die Herstellung einer Metalleinlagerungsverbundstoffprobe gemäß nachfolgender Beschreibung. Ein Graphitschiffchen 70 mit einem Innenhohlraum von etwa 8 Zoll (203 mm) Länge mal etwa 4 Zoll (102 mm) Breite mal etwa 2,5 Zoll (63 mm) Tiefe aus ATJ-Graphit, der von Union Carbide hergestellt wird, wurde vorgesehen. Ein Graphitfolienkasten 71 mit Abmessungen von etwa 8 Zoll (203 mm) Länge mal etwa 1,5 Zoll (38 mm) Breite mal etwa 3 Zoll (76 mm) Höhe wurde in das Graphitschiffchen 70 eingesetzt. Der Graphitfolienkasten 71 wurde aus einem Stück Graphitfolie (Grafoil® von Union Carbide) mit Abmessungen von etwa 14 Zoll (356 mm) Länge mal etwa 7,5 Zoll (191 mm) Breite mal etwa 0,015 Zoll (0,38 mm) Dicke hergestellt. In die Graphitfolie wurden vier Parallelschnitte von etwa 3 Zoll (76 mm) Länge und mit einem Seitenabstand von etwa 3 Zoll (76 mm) ausgeführt. Anschließend wurde die Graphitfolie zu einem Graphitfolienkasten 71 gefaltet, mit einem Graphitbindemittel (RIGIDLOCK™ von Polycarbon, Valencia, CA) geklebt und zusammengeheftet. Nach gründlichem Trocknen wurde der Graphitfolienkasten 71 in das Graphitschiffchen 70 eingesetzt. Etwa 1000 Gramm einer Füllstoffmischung 73 aus etwa 96 Ma.-% Aluminiumoxidplättchen mit einem Durchmesser von etwa 10 Mikrons und einer Dicke von etwa 2 Mikrons ($\alpha\text{Al}_2\text{O}_3$ -Plättchen der Sorte Developmental Grade F, geliefert von E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, DE) und etwa 4 Ma.-% Magnesiumpulver mit -325 mesh Korngröße (von AESAR®, Johnson Matthey, Seabrook, NH) wurden in ein etwa 4 Liter fassendes Plastikgefäß gefüllt, das mit Ethylalkohol aufgefüllt wurde, um eine Breimischung herzustellen. Das Plastikgefäß und sein Inhalt wurden anschließend mindestens 3 Stunden auf eine Kugelmühle gestellt. Die Breimischung wurde Vakuumfiltration unterzogen, um den Ethylalkohol von der Füllstoffmischung 73 zu trennen. Nachdem der Ethylalkohol weitgehend entzogen war, wurde die Füllstoffmischung in einen Flammofen, der auf etwa 110°C eingestellt war, eingesetzt und über Nacht getrocknet. Anschließend wurde die Füllstoffmischung 73 durch ein Sieb Nr. 40 gedrückt, um ihre Herstellung abzuschließen. Diese Flüssigdispersionstechnik wird nachfolgend als „LD-Technik“ bezeichnet. Der Boden des Graphitfolienkastens 71 wurde mit einer Schicht aus etwa 1,5 Gramm Magnesiumpulver 74 mit einer Korngröße von -50 mesh (Alpha Products, Inc., Morton Thiokol, Danvers, MA) bedeckt, die mit einem Graphitbindemittel (RIGIDLOCK™, verkauft von Polycarbon, Valencia, CA) an den Boden des Graphitfolienkastens 71 gebunden wurde. Dann wurde die Füllstoffmischung 73 auf den Boden des Graphitfolienkastens 71 gegossen, von Hand zusammengedrückt und mit einer Schicht aus 1,5 Gramm Magnesiumpulver 75 mit einer Korngröße von -50 mesh (Alpha Products, Inc., Morton Thiokol, Danvers, MA) überzogen. Etwa 644 Gramm eines Matrixmetalls 72 aus etwa 0,25 Ma.-% Si, $\leq 0,30$ Ma.-% Fe, $\leq 0,25$ Ma.-% Cu, $\leq 0,15$ Ma.-% Mn, 9,5-10,6 Ma.-% Mg, $\leq 0,15$ Ma.-% Zn, $\leq 0,25$ Ma.-% Ti und dem Rest Aluminium wurden auf der Füllstoffmischung 73 in dem Graphitfolienkasten 71 angeordnet. Wie in Figur 12 gezeigt wird, wurden zwei Graphitträger- oder -stützplatten 76 von etwa 8 Zoll (203 mm) Länge mal etwa 3 Zoll (76 mm) Breite mal etwa 0,5 Zoll (13 mm) Dicke an den Außenseiten des Graphitfolienkastens 71 angeordnet. Ein Aluminiumoxid-(Tonerde-)material 77 mit 220 Korngröße (38 Alundum von Norton Co., Worcester, MA) wurde in das Graphitschiffchen rund um die Graphitplatten 76 eingebracht. Das aus dem Graphitschiffchen 70 und seinem Inhalt bestehende System wurde in einen widerstandsbeheizten Retortenofen bei Raumtemperatur eingesetzt. Die Retortentür wurde geschlossen und die Retorte auf mindestens 20 Zoll (508 mm) Hg evakuiert. Anschließend wurde der Retortenofen mit einer Geschwindigkeit von etwa 100°C/Stunde und bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 4 Litern/Minute auf etwa 775°C aufgeheizt. Nach etwa 10 Stunden bei etwa 775°C und einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 4 Litern/Minute wurden das Graphitschiffchen 70 und sein Inhalt aus dem Retortenofen herausgenommen, und es erfolgte eine gerichtete Erstarrung. Das Graphitschiffchen 70 wurde auf eine wassergekühlte Tonerdekühlplatte mit Raumtemperatur gestellt, etwa 500 ml eines äußeren Warmtoppmaterials (Feedol®-9, verkauft von Fosco Inc., Brook Park OH) wurden auf das geschmolzene Matrixmetall innerhalb des Graphitfolienkastens 71 gegossen, und eine etwa 2 Zoll (51 mm) dicke Keramikfasermatte (CERABLANKET™, Manville Refractory Products) wurde um das Graphitschiffchen 70 gewickelt. Der Graphitfolienkasten 71 wurde bei Raumtemperatur zerlegt, um festzustellen, daß sich ein Metalleinlagerungsverbundstoff gebildet hatte. Der gebildete Metalleinlagerungsverbundstoff wurde anschließend wärmebehandelt. Der Verbundstoff wurde in einen rostfreien Stahlrahtkorb eingesetzt, der dann in einen widerstandsbeheizten Flammofen gestellt wurde. Der Ofen wurde in etwa 40 Minuten auf etwa 435°C gebracht, etwa 18 Stunden gehalten, dann wurde der Verbundstoff aus dem Ofen herausgenommen und in einem Wasserbad mit Raumtemperatur abgeschreckt.

Beispiel E

Figur 13 ist eine Querschnittszeichnung des Aufbaus für die Herstellung einer Metalleinlagerungsverbundstoffprobe gemäß nachfolgender Beschreibung. Ein rostfreier Stahlkasten 90 mit Abmessungen von etwa 6 Zoll (152 mm) Länge mal etwa 3 Zoll (76 mm) Breite mal etwa 5 Zoll (127 mm) Höhe wurde durch Zusammenschweißen von Blechen aus rostfreiem Stahl der Serie 300 gefertigt. Der rostfreie Stahlkasten 90 wurde mit einem Graphitfolienkasten 91 von etwa 6 Zoll (152 mm) Länge mal etwa 3 Zoll (76 mm) Breite mal etwa 5 Zoll (127 mm) Höhe ausgekleidet. Der Graphitfolienkasten 91 wurde aus einem Stück Graphitfolie (Grafoil® von Union Carbide) mit Abmessungen von etwa 16 Zoll Länge (406 mm) mal etwa 13 Zoll (330 mm) Breite mal etwa 0,015 Zoll (38 mm) Dicke hergestellt. In die Graphitfolie wurden vier Parallelschnitte mit einem Seitenabstand von 5 Zoll (127 mm) und 5 Zoll (127 mm) Länge ausgeführt. Die Graphitfolie wurde gefaltet und zu dem Graphitfolienkasten 91 zusammengeheftet und dann in den rostfreien Stahlkasten 90 eingesetzt. Eine Füllstoffmischung 92 wurde hergestellt, indem etwa 73 Ma.-% Siliciumkarbid mit 1000 Korngröße (39 Crystolon von Norton Co., Worcester, MA), etwa 24 Ma.-% Siliciumkarbidwhisker (von NIKKEI TECHNO-RESEARCH Co., Ltd., Japan) und etwa 3 Ma.-% Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -325 mesh (von AESAR®, Johnson Matthey, Seabrook, NH) in einem 4 Liter fassenden Plastikgefäß gemischt wurden und das Gefäß etwa eine Stunde auf eine Kugelmühle gestellt wurde. Eine etwa 0,75 Zoll (19 mm) dicke Schicht aus Füllstoffmischung 92 wurde auf den Boden des Graphitfolienkastens 91 in dem rostfreien Stahlkasten 90 gegossen. Matrixmetallblöcke 93 aus etwa 10 Ma.-% Silicium, 5 Ma.-% Kupfer und dem Rest Aluminium und mit einer Gesamtmasse von etwa 1216 Gramm wurden auf der Füllstoffmischung 92 in dem Graphitfolienkasten 91 angeordnet. Der rostfreie Stahlkasten 90 und sein Inhalt wurden dann in einen äußeren rostfreien Stahlbehälter 94 mit Abmessungen von etwa 8 Zoll (203 mm) Tiefe mal etwa 10 Zoll (254 mm) Länge mal etwa 8 Zoll (203 mm) Breite eingesetzt. Etwa 15 Gramm eines Titanschwammmaterials 95 (von Chemalloy Company, Inc., Bryn Mawr, PA) und etwa 15 Gramm eines

Magnesiumpulver 96 mit einer Korngröße von -50 mesh (von Alpha Products, Morton Thiolok, Danvers, MA) wurden in den äußeren rostfreien Stahlbehälter 94 um den rostfreien Stahlkasten 90 gespritzt. Über die Öffnung des äußeren rostfreien Stahlbehälters 94 wurde Kupferfolie 97 gelegt. Ein Stickstoffspülrohr 98 wurde durch die Kupferfolie 97 geführt. Das aus dem rostfreien Stahlbehälter 94 und seinem Inhalt bestehende System wurde in einen widerstandsbeheizten Flammofen eingesetzt. Der Ofen wurde mit einer Geschwindigkeit von etwa 550°C/Stunde bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit in den rostfreien Stahlbehälter 94 von etwa 2,5 Litern/Minute von Raumtemperatur auf etwa 800°C aufgeheizt. Nach etwa 2,5 Stunden bei etwa 800°C und einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2,5 Litern/Minute wurden der äußere rostfreie Stahlbehälter 94 und sein Inhalt aus dem Ofen herausgenommen. Der mit Graphitfolie ausgekleidete rostfreie Stahlkasten 90 wurde aus dem äußeren rostfreien Stahlbehälter 94 herausgenommen und sein Inhalt auf einer Kupferkühlplatte mit Raumtemperatur und Abmessungen von etwa 8 Zoll (203 mm) Länge mal etwa 8 Zoll (203 mm) Breite mal etwa 0,5 Zoll (13 mm) Höhe angeordnet, um den Metalleinlagerungsverbundstoff gerichtet zu verfestigen. Der Graphitfolienkasten 91 wurde bei Raumtemperatur zerlegt, um festzustellen, daß sich ein Metalleinlagerungsverbundstoff gebildet hatte.

Probe F

Figur 14 ist eine Querschnittszeichnung des Aufbaus für die Herstellung der Metalleinlagerungsverbundstoffprobe gemäß nachfolgender Beschreibung. Ein Tonerdeschiffchen mit Innenhohlraumabmessungen von etwa 3,75 Zoll (95 mm) Länge mal etwa 1,8 Zoll (45 mm) Breite mal etwa 0,79 Zoll (20 mm) Tiefe wurde eingesetzt. Auf den Boden des Tonerdeschiffchens 110 wurde eine etwa 1/8 Zoll dicke Füllstoffschicht 111 aus Tonerdehohlkugeln (Aerospheres, verkauft von Ceramic Fillers Inc., Atlanta, GA) aufgebracht. Matrixmetallblöcke 112 aus etwa $\leq 0,25$ Ma.-% Si, $\leq 0,30$ Ma.-% Fe, $\leq 0,25$ Ma.-% Cu, $\leq 0,15$ Ma.-% Mn, 9,5-10,6 Ma.-% Mg, $\leq 0,15$ Ma.-% Zn, $\leq 0,25$ Ma.-% Ti und dem Rest Aluminium wurden auf der Füllstoffschicht 111 in dem Tonerdeschiffchen 110 angeordnet.

Das Tonerdeschiffchen 110 und sein Inhalt wurden in einen widerstandsbeheizten Röhrenofen bei Raumtemperatur eingesetzt. Der Röhrenofen wurde weitgehend hermetisch abgeschlossen und die Röhre auf mindestens 30 Zoll (762 mm) Hg evakuiert. Anschließend wurde Stickstoff mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 0,5 Litern/Minute in die Röhre eingeführt und der Röhrenofen mit einer Geschwindigkeit von etwa 330°C/Stunde auf etwa 800°C aufgeheizt. Das System wurde etwa 0,5 Stunden bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 0,5 Litern/Minute auf etwa 800°C gehalten. Dann wurde der Röhrenofen bei einer Geschwindigkeit von etwa 300°C/Minute auf Raumtemperatur abgekühlt. Das Tonerdeschiffchen 110 wurde bei Raumtemperatur aus dem Röhrenofen herausgenommen, um festzustellen, daß sich ein Metalleinlagerungsverbundstoff gebildet hatte.

Probe G

Figur 15 ist eine Querschnittszeichnung des Aufbaus für die Herstellung einer Metalleinlagerungsverbundstoffprobe gemäß nachfolgender Beschreibung. Speziell wurde ein Graphitschiffchen 130 mit Abmessungen von etwa 4 Zoll (102 mm) Länge mal etwa 4 Zoll (102 mm) Breite mal etwa 3 Zoll (76 mm) Höhe aus ATJ-Graphit von Union Carbide vorgesehen. Auf den Boden des Graphitschiffchens 130 wurde ein Tonerdematerial 131 mit 24 Korngröße (38 Alundum von Norton Co., Worcester, MA) aufgebracht. Ein Graphitfolienkasten 132 mit Abmessungen von etwa 2 Zoll (51 mm) Länge mal etwa 2 Zoll (51 mm) Breite mal etwa 3 Zoll (76 mm) Höhe wurde auf die Schicht aus Tonerde 131 mit 24 Korngröße auf dem Boden des Graphitschiffchens 130 aufgesetzt und mit zusätzlicher Tonerde 131 mit 24 Korngröße umschlossen. Der Graphitfolienkasten 132 wurde aus einem Stück Graphitfolie (Grafoil® von Union Carbide) mit Abmessungen von etwa 8 Zoll (203 mm) Länge mal etwa 8 Zoll (203 mm) Breite mal etwa 0,015 Zoll (0,38 mm) Dicke hergestellt. In die Graphitfolie wurden vier Parallelschnitte mit etwa 2 Zoll (51 mm) Seitenabstand und etwa 3 Zoll (76 mm) Länge ausgeführt. Die eingeschnittene Graphitfolie wurde dann gefaltet, mit einer Mischung aus etwa 1 Masseteil Graphitpulver (KS-44 von Lonza, Inc., Fair Lawn, NJ) und etwa 3 Masseteilen kolloidalem Siliciumdioxid (LUDOX®SM von E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, DE) geklebt und zu dem Graphitfolienkasten 132 zusammengeheftet. Eine Vorform 133 aus Aluminiumoxidfaserstoff mit Abmessungen von etwa 2 Zoll (51 mm) Länge mal etwa 2 Zoll (51 mm) Breite mal etwa 0,8 Zoll (20 mm) Dicke wurde aus einer Mischung aus etwa 90 Ma.-% Aluminiumoxidfaserschnitzeln mit einem Durchmesser von etwa 20 µm (Fiber FP® von E. I. du Pont de Nemours & Company, Inc., Wilmington, DE) und etwa 10 Ma.-% Aluminiumoxidfasern mit einem Durchmesser von etwa 3 µm (mit der Bezeichnung Saffil® von ICI Americas, Wilmington, DE) hergestellt und mit einem kolloiden Aluminiumoxid gebunden. Die Vorform 133 aus Aluminiumoxidfaserstoff, die etwa 12 Vol.-% Keramikfasern einschloß, wurde auf dem Boden des Graphitfolienkastens 132 im Graphitschiffchen 130 angeordnet. Zwei Matrixmetallblöcke 134 mit Abmessungen von etwa 2 Zoll (51 mm) Länge mal etwa 2 Zoll (51 mm) Breite mal etwa 1 Zoll (25 mm) Höhe aus etwa 10,5 Ma.-% Mg, 4 Ma.-% Zn, 0,5 Ma.-% Si, 0,5 Ma.-% Cu und dem Rest Aluminium wurden auf die Vorform 133 aus Aluminiumoxidfaserstoff im Graphitfolienkasten 132 aufgesetzt. Der Zwischenraum zwischen dem Umfang der Matrixmetallblöcke 134 und der Seitenwand des Graphitfolienkastens 132 wurde mit einer pastenartigen Graphitmischung 135 aus etwa 1 Masseteil Graphitpulver (KS-44, verkauft von Lonza, Inc., Fair Lawn, NJ) und etwa 3 Masseteilen kolloidalem Siliciumdioxid (LUDOX®SM, verkauft von E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, DE) ausgefüllt. Das Graphitschiffchen 130 und sein Inhalt wurden in einen Ofen mit kontrollierter oder Schutzgasatmosphäre bei Raumtemperatur eingesetzt. Die Ofentür wurde geschlossen und der Ofen auf mindestens 30 Zoll (762 mm) Hg evakuiert. Anschließend wurde der Ofen in etwa 0,75 Stunden auf etwa 200°C aufgeheizt. Nach mindestens 2 Stunden bei etwa 200°C und einem Vakuum von mindestens 30 Zoll (762 mm) Hg wurde Stickstoff mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 2 Litern/Minute in den Ofen eingeführt und der Ofen in etwa 5 Stunden auf etwa 675°C aufgeheizt. Nach etwa 20 Stunden bei etwa 675°C und einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2 Litern/Minute wurde der Ofen abgeschaltet und auf Raumtemperatur abgekühlt. Der Graphitfolienkasten 132 wurde bei Raumtemperatur zerlegt, um festzustellen, daß sich ein Metalleinlagerungsverbundstoff gebildet hatte.

Probe H

Figur 16 ist eine Querschnittszeichnung des Aufbaus für die Herstellung einer faserverstärkten Metalleinlagerungsverbundstoffprobe gemäß nachfolgender Beschreibung. Ein rostfreier Stahlbehälter 150 von etwa 6,5 Zoll (165 mm) Länge mal etwa 6,5 Zoll (165 mm) Breite mal etwa 3 Zoll (76 mm) Höhe wurde durch Zusammenschweißen von Blechen

aus rostfreiem Stahl der Serie 300 hergestellt. Der rostfreie Stahlbehälter 150 wurde mit einem Graphitfolienkasten 151 von etwa 6 Zoll (152 mm) Länge mal etwa 6 Zoll (152 mm) Breite mal etwa 3 Zoll (76 mm) Höhe ausgekleidet. Der Graphitfolienkasten 151 wurde aus einem Stück Graphitfolie (Grafoil® von Union Carbide) von etwa 9 Zoll (229 mm) Länge mal etwa 9 Zoll (229 mm) Breite mal etwa 0,015 Zoll (0,38 mm) Dicke hergestellt. In die Graphitfolie wurden vier Parallelschnitte mit 3 Zoll (76 mm) Seitenabstand und 3 Zoll (76 mm) Länge ausgeführt. Die eingeschnittene Graphitfolie wurde dann gefaltet, mit einer Mischung aus etwa 1 Masseteil Graphitpulver (KS-44, verkauft von Lonza, Inc., Fair Lawn, NJ) und etwa 3 Masseteilen kolloidem Siliciumdioxid (LUDOX®SM, verkauft von E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, DE) geklebt und zu dem Graphitfolienkasten 151 zusammengeheftet. Nachdem der Leim weitgehend getrocknet war, wurde der Graphitfolienkasten 151 auf den Boden des rostfreien Stahlbehälters 150 gesetzt. Eine etwa 0,25 Zoll (6,4 mm) dicke Schicht SiC 152 mit Korngröße 90 (39 Crystolon von Norton Co., Worcester, MA) wurde auf den Boden des Graphitfolienkastens 151 gegossen. Eine Endlosfaservorform 153 mit Abmessungen von etwa 6 Zoll (152 mm) Länge mal etwa 6 Zoll (152 mm) Breite mal etwa 0,5 Zoll (13 mm) Dicke, hergestellt aus Aluminiumoxidfaserstoff mit einem Durchmesser von etwa 20 µm (Fiber FP®, verkauft von E. I. du Pont de Nemours & Company, Inc. aus Wilmington, DE), wurde auf der Schicht SiC 152 mit Korngröße 90 in dem Graphitfolienkasten 151, mit dem der rostfreie Stahlbehälter 150 ausgekleidet war, angeordnet. Auf die Vorform 153 aus Endlosfaserstoff wurde eine Graphitfolie 155 (Grafoil® von Union Carbide) mit Abmessungen von etwa 6 Zoll (152 mm) mal 6 Zoll (152 mm) mal 0,015 Zoll (0,38 mm) und einer Bohrung 156 mit etwa 2 Zoll (51 mm) Durchmesser in der Mitte der Graphitfolie gelegt. Matrixmetallblöcke 154 mit Abmessungen von jeweils etwa 3,5 Zoll (89 mm) Länge mal etwa 3,5 Zoll (89 mm) Breite mal etwa 0,5 Zoll (13 mm) Dicke, bestehend aus etwa $\leq 0,25$ Ma.-% Si, $\leq 0,30$ Ma.-% Fe, $\leq 0,25$ Ma.-% Cu, $\leq 0,15$ Ma.-% Mn, 9,5–10,6 Ma.-% Mg, $\leq 0,15$ Ma.-% Zn, $\leq 0,25$ Ma.-% Ti und dem Rest Aluminium, wurden auf die Graphitfolie 155 aufgesetzt. Der rostfreie Stahlbehälter 150 und sein Inhalt wurden in einen widerstandsbeheizten Retortenofen bei Raumtemperatur eingesetzt. Die Retortentür wurde geschlossen und die Retorte auf mindestens 30 Zoll (762 mm) Hg evakuiert. Anschließend wurde der Retortenofen in etwa 0,75 Stunden auf etwa 200°C aufgeheizt. Nach etwa 2 Stunden bei etwa 200°C und einem Vakuum von etwa 30 Zoll (762 mm) Hg wurde Stickstoff mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 2,5 Liter/Minute in die evakuierte Retorte eingeführt. Dann wurde der Retortenofen mit einer Geschwindigkeit von etwa 150°C/Stunde und bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2,5 Liter/Minute auf etwa 725°C aufgeheizt. Das System wurde etwa 25 Stunden bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2,5 Liter/Minute auf etwa 725°C gehalten. Dann wurden der rostfreie Stahlbehälter 150 und sein Inhalt aus der Retorte herausgenommen. Gerichtete Erstarrung oder Verfestigung wurde dann dadurch bewirkt, daß der rostfreie Stahlbehälter 150 auf Graphitplatten gestellt und Aluminiumoxid mit Korngröße 90 (38 Alundum, verkauft von Norton Co., Worcester, MA), das auf mindestens 700°C vorgewärmt worden war, auf restliches geschmolzenes Matrixmetall gegossen wurde; der rostfreie Stahlbehälter und sein Inhalt wurden mit einer Keramikfasermatte (CERABLANKET™, Manville Refractory Products) abgedeckt. Der Aufbau wurde bei Raumtemperatur zerlegt, um festzustellen, daß sich ein endlosfaserverstärkter Metalleinlagerungsverbundstoff gebildet hatte.

Probe I

Ein ähnlicher Aufbau wie für Probe G und in Figur 15 wurde für die Herstellung einer Metalleinlagerungsverbundstoffprobe gemäß nachfolgender Beschreibung eingesetzt. Ein Graphitschiffchen von etwa 22,75 Zoll (578 mm) Länge mal etwa 9,75 Zoll (248 mm) Breite mal etwa 6 Zoll (152 mm) Höhe aus ATJ-Graphit, der von Union Carbide verkauft wird, wurde verwendet. Aus einem Stück Graphitfolie (Grafoil® von Union Carbide) wurde ein Graphitfolienkasten mit Abmessungen von etwa 17 Zoll (432 mm) Länge mal etwa 1 Zoll (25 mm) Breite mal etwa 1 Zoll (25 mm) Höhe gemäß Beschreibung in Probe G hergestellt. Der Graphitfolienkasten wurde in das Graphitschiffchen eingesetzt und mit Aluminiumoxid (Tonerde) mit Korngröße 24 (38 Alundum, verkauft von Norton Co., Worcester, MA) umschlossen. Eine Schicht aus losen Graphitfasern mit CVD-Siliciumkarbidbeschichtung (Carbon Pitch Fibers Thorne T 300, Sorte 309 ST, Amoco Performance Products, Inc.) wurde auf den Boden des Graphitfolienkastens aufgebracht. Für die Beschichtung der Enden der Graphitfasern mit CVD-Siliciumkarbidbeschichtung wurde dieselbe Mischung aus Graphitpulver und kolloidem Siliciumdioxid verwendet, die für das Zusammenkleben des Graphitfolienkastens verwendet wurde. Ein Matrixmetallblock mit Abmessungen von etwa 12 Zoll (305 mm) Länge mal etwa 0,75 Zoll (19 mm) Breite mal etwa 1 Zoll (25 mm) Dicke, bestehend aus etwa 6 Ma.-% Mg, 5 Ma.-% Zn, 12 Ma.-% Si und dem Rest Aluminium, wurde auf den losen Graphitfasern mit Siliciumkarbidbeschichtung in dem Graphitfolienkasten angeordnet. Das Graphitschiffchen und sein Inhalt wurden in einen Ofen mit kontrollierter Atmosphäre bei Raumtemperatur eingesetzt. Die Ofentür wurde geschlossen und die Kammer bei Raumtemperatur auf mindestens 30 Zoll (762 mm) Hg evakuiert. Anschließend wurde der Ofen in etwa 0,75 Stunden auf etwa 200°C aufgeheizt. Nach etwa 2 Stunden bei etwa 200°C und einem Vakuum von mindestens 30 Zoll (762 mm) Hg wurde Stickstoff mit einer Geschwindigkeit von etwa 1,5 Liter/Minute in den Ofen eingeführt. Dann wurde der Ofen in etwa 5 Stunden auf etwa 850°C aufgeheizt. Nach etwa 10 Stunden bei etwa 850°C und einer Strömungsgeschwindigkeit der Stickstoffatmosphäre von etwa 1,5 Liter/Minute wurde der Ofen in etwa 3 Stunden auf Raumtemperatur abgekühlt. Der Graphitfolienkasten wurde bei Raumtemperatur zerlegt, um den gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoff freizulegen. Nachdem sich alle oben diskutierten Proben A–I auf Raumtemperatur abgekühlt hatten, wurde von jeder Probe ein Querschnitt hergestellt, um festzustellen, ob sich ein Metalleinlagerungsverbundstoff gebildet hatte. Bei allen Proben A–I dieses Beispiels wurde die Bildung von Aluminiummetalleinlagerungsverbundstoffen beobachtet. Figur 17 a ist eine Mikroaufnahme in 50facher Vergrößerung, die Probe A entspricht; Figur 17 b ist eine Mikroaufnahme in 1000facher Vergrößerung, die Probe B entspricht; Figur 17 c ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe C entspricht; Figur 17 d ist eine Mikroaufnahme in 1000facher Vergrößerung, die Probe D entspricht; Figur 17 e ist eine Mikroaufnahme des whiskerverstärkten Bereichs des Verbundstoffes in 400facher Vergrößerung, die Probe E entspricht; Figur 17 f ist eine Mikroaufnahme in etwa 15facher Vergrößerung, die Probe F entspricht; Figur 17 g ist eine Mikroaufnahme in etwa 50facher Vergrößerung, die Probe G entspricht; Figur 17 h ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe H entspricht; und Figur 17 i ist eine Mikroaufnahme in etwa 1000facher Vergrößerung, die Probe I entspricht. In allen oben beschriebenen Figuren wird das Matrixmetall durch die Zahl 170 und der Füllstoff durch die Zahl 171 gekennzeichnet.

Beispiel 6

In diesem Beispiel wird demonstriert, daß eine Vielfalt von Füllstoffzusammensetzungen erfolgreich für die Herstellung von Metalleinlagerungsverbundstoffen durch die Spontaninfiltrationstechnik verwendet werden kann. Tabelle II enthält eine Zusammenfassung der Versuchsbedingungen, die zur Herstellung von Metalleinlagerungsverbundstoffen mit verschiedenen Matrixmetallen, Füllstoffen, Prozeßtemperaturen und -zeiten verwendet wurden.

Proben A-D

Entsprechend der Diskussion im Beispiel 5, wurden die Proben A-D unter Verwendung eines geschmolzenen Aluminiumoxidfüllstoffes, eines kalzinierten Aluminiumoxidfüllstoffes, eines tafelförmigen Aluminiumoxidfüllstoffes bzw. eines plättchenförmigen Aluminiumoxidfüllstoffes hergestellt. Jede der Proben A-D ist in Tabelle II enthalten.

Tabelle I

Probe	Matrixmetall	Füllstoff	Verarbeitung		Figur Nr.
			Zeit (h)	Temperatur (°C)	
A	520*	Al ₂ O ₃ -Schmelze ¹ 220*	1,5	775	17a
B	520,0*	kalziniertes Al ₂ O ₃ ²	2,0	800	17b
C	7001*	tafelförmiges Al ₂ O ₃ ³	10	700	17c
D	520,0*	Al ₂ O ₃ -Plättchen ⁴	10	775	17d
E	Al-10Si- 5C ⁵	SiC-Whisker & 100* SiC-Teilchen	2,5	775	17e
F	520,0*	Al ₂ O ₃ -Mikrokugeln ⁷	0,5	800	17f
G	Al-10,5Mg -4Zn-, 5Si -, 5Cu	Al ₂ O ₃ -Faserschnitzel 8 & 9	20	675	17g
H	520,0*	Al ₂ O ₃ -Endlosfasern ⁸	25	725	17h
I	Al-12Si- 6Mg-5Zn	SiC-beschichteter Kohlenstoff ¹⁰	10	850	17i

1 38 Alundum, Norton Co., Worcester, MA.

2 C-75 RG, Alcan Chemicals, Montreal, Kanada.

3 Tafelförmiges Aluminiumoxid T-64, Alcoa, Pittsburgh, PA.

4 α-Al₂O₃-Plättchen, Entwicklungsorte F, E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, DE.

5 NIKKEI TECHNO-RESEARCH Co., Ltd., Japan.

6 39 Crystolon, Norton Co., Worcester, MA.

7 Aerospheres, Ceramic Fillers Inc., Atlanta, GA.

8 Aluminiumoxidfasern Fil-FP*, E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, DE.

9 Aluminiumoxidfasern Saffil*, ICI Americas, Wilmington, DE.

10 Carbon Pitch Fibers Thornel* T300, Sorte 309 ST, Amoco Performance Products, Inc., Greenville, SC.

* ≤ 0,25% Si, ≤ 0,30% Fe, ≤ 0,25% Cu, ≤ 0,15% Mn, 9,5-10,6% Mg, ≤ 0,15% Zn, ≤ 0,25% Ti und der Rest Aluminium.

• ≤ 0,35% Si, ≤ 0,40% Fe, 1,6-2,6% Cu, ≤ 0,20% Mn, 2,6-3,4% Mg, 0,18-0,35% Cr, 6,8-8,0% Zn, ≤ 0,20% Ti und der Rest Aluminium.

Probe J

Für die Herstellung dieser Probe wurde ein Aufbau verwendet, der dem in Figur 11 gezeigten Aufbau für Probe C weitgehend ähnlich war. Ein Graphitfolienkasten von etwa 4 Zoll (102 mm) Länge mal etwa 4 Zoll (102 mm) Breite und etwa 3 Zoll (76 mm) Höhe (hergestellt aus Grafoil®, einem Produkt der Union Carbide Corporation) wurde in ein Graphitschiffchen eingesetzt. Etwa 300 Gramm Magnesiumoxidpulver (TECO MgO, Sorte 120 S, C-E Minerals, Greenville, SC) wurde auf den Boden des Graphitfolienkastens aufgebracht, mit dem das Graphitschiffchen ausgekleidet war. Die Oberfläche des Magnesiumoxidpulvers wurde weitgehend mit Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -50 mesh (von Alpha Products, Inc., Morton Thiokol, Danvers, MA) bedeckt. Ein Matrixmetallblock aus ≤ 0,25% Ma.-% Si, ≤ 0,30 Ma.-% Fe, ≤ 0,25 Ma.-% Cu, ≤ 0,15 Ma.-% Mn, 9,5-10,6 Ma.-% Mg, ≤ 0,15 Ma.-% Zn, ≤ 0,25 Ma.-% Ti und dem Rest Aluminium und mit Abmessungen von etwa 4,5 Zoll (114 mm) Länge mal etwa 1,5 Zoll (38 mm) Breite mal etwa 1,5 Zoll (38 mm) Höhe wurde in das Magnesiumoxidpulver und das Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -50 mesh in dem Graphitfolienkasten eingesetzt.

Das Graphitschiffchen und sein Inhalt wurden in einen widerstandsbeheizten Retortenofen eingesetzt. Die Retortentür wurde geschlossen und die Retorte bei Raumtemperatur auf mindestens 30 Zoll (762 mm) Hg evakuiert. Nachdem das Vakuum erreicht war, wurde Stickstoff mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 4 Litern/Minute in den Ofen eingeführt. Dann wurde der Retortenofen mit einer Geschwindigkeit von etwa 200°C/ Stunde bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 4 Litern/Minute auf etwa 750°C aufgeheizt. Nach etwa 19 Stunden bei etwa 750°C und einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 4 Litern/Minute wurde der Retortenofen mit einer Geschwindigkeit von etwa 200°C/Stunde auf etwa 650°C abgekühlt. Bei etwa 650°C wurde die Retortentür geöffnet, das Graphitschiffchen und sein Inhalt wurden herausgenommen und mit einer Graphitplatte in Kontakt gebracht, um den Metalleinlagerungsverbundstoff und das restliche Matrixmetall gerichtet zu verfestigen. Der Graphitfolienkasten wurde bei Raumtemperatur zerlegt, um festzustellen, daß ein Metalleinlagerungsverbundstoff, der einen Magnesiumoxidfüllstoff enthielt, gebildet worden war.

Probe K

Figur 18 ist eine Querschnittszeichnung des Aufbaus für die Herstellung einer Metalleinlagerungsverbundstoffprobe gemäß nachfolgender Beschreibung.

Aus Kohlenstoffstahl mit einer Dicke von 14 Gauge (1,9 mm) wurde eine Stahlform 190 mit einem Trapezquerschnitt mit Abmessungen von etwa 3 Zoll (76 mm) Länge und 3 Zoll (76 mm) Breite am geschlossenen Ende und Abmessungen von etwa 3,75 Zoll (95 mm) mal 3,75 Zoll (95 mm) Breite am offenen Ende sowie einer Höhe von etwa 2,5 Zoll (64 mm) hergestellt. Die Innenfläche der Stahlform wurde mit einer Graphitmischung 191 aus etwa 1,5 Volumenteile Ethanol (von Pharmco Products, Inc., aus Byon, NJ) und etwa 1 Volumenteil Kolloidgraphit JAG-154 (von Acheson Colloid, Port Huron, MI) beschichtet. Mit einer Luftbürste wurden mindestens drei Schichten der Graphitmischung auf die Innenfläche des Behälters aufgebracht. Es wurde gewährleistet, daß jede Schicht der Graphitmischung trocknen konnte, bevor eine anschließende Schicht aufgebracht wurde. Die Stahlform wurde etwa 2 Stunden in einen widerstandsbeheizten Flammofen eingesetzt, der auf etwa 330°C eingestellt war, um die Kolloidgraphitschicht 191 zu trocknen und an die Stahlform 190 zu binden.

Etwa 2,2 lbs (1 kg) eines teilweise stabilisierten Zirkoniums (HSY-3SD, Zirconia Sales, Inc., Atlanta, GA) wurden in einem Tonerdetiegel mit etwa 7 Zoll (177,8 mm) Höhe, einem oberen Durchmesser von etwa 6,25 Zoll (159 mm) und einem Bodendurchmesser von etwa 3,75 Zoll (95 mm) etwa 1 Stunde bei etwa 1350°C vorgebrannt. Eine Füllstoffmischung 192 wurde durch Mischen von etwa 600 Gramm einer Mischung aus etwa 95 Ma.-% vorgebranntem ZrO_2 und etwa 5 Ma.-% Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -325 mesh (von Reede Manufacturing Company, Lake Hurst, NJ) in einem 4 Liter fassenden Plastikgefäß hergestellt. Die Mischung wurde etwa 1 Stunde in der Kugelmühle gemahlen und dann weitere 10 Minuten von Hand geschüttelt.

Auf den Boden der mit Kolloidgraphit beschichteten Form 190 wurde eine etwa 0,75 Zoll (19 mm) hohe Schicht Füllstoffmischung 192 gegossen. Der Füllstoff wurde weitgehend mit einer Schicht Mg-Pulver 193 mit einer Korngröße von -50 mesh (von Alpha Products, Morton Thiokol, Danvers, MA) bedeckt. Matrixmetallblöcke aus etwa 99,7 Ma.-% Aluminium und dem Rest Spurenelemente mit einer Gesamtmasse von etwa 537 Gramm wurden auf die Füllstoffmischung 192 und die Magnesiumpulverschicht 193 innerhalb der mit Kolloidgraphit beschichteten Form 190 aufgesetzt. Weitere 16,9 Gramm eines zweiten Matrixmetalls 195 aus etwa 15 Ma.-% Silicium und dem Rest Aluminium wurden auf dem ursprünglichen Matrixmetall 194 angeordnet. Die Form 190 und ihr Inhalt wurden dann in einen Außenbehälter 196 aus Kohlenstoffstahl von etwa 12 Zoll (305 mm) Länge mal etwa 10 Zoll (254 mm) Breite mal etwa 10 Zoll (254 mm) Höhe eingesetzt. Der Boden des Innenhohlraums des Außenbehälters 196 aus Kohlenstoffstahl war mit einem Stück Graphitfolie 197 (als PF-25-H bezeichnet und von TT America, Portland, OR, unter der Handelsbezeichnung Perma-Foil verkauft) von etwa 12 Zoll (305 mm) Länge mal etwa 10 Zoll (254 mm) Breite und mit einer Dicke von etwa 0,01 Zoll (0,25 mm) bedeckt. Ein Titanschwammmaterial 198 mit einer Masse von etwa 20 Gramm (von Chemalloy Company, Inc., Bryn Mawr, PA) und Magnesiumpulver 193 mit einer Korngröße von -50 mesh (Alpha Products, Inc., Morton Thiokol, Danvers, MA) und einer Masse von etwa 0,8 Gramm wurden in den Außenbehälter 196 aus Kohlenstoffstahl um die mit Kolloidgraphit beschichtete Stahlform 190 und auf die Graphitfolie 197 gespritzt. Über die Öffnung des Außenbehälters 196 wurde Kupferfolie 200 gelegt. Ein Stickstoffspülrohr 201 wurde durch die Seitenwand des Außenbehälters 196 aus Kohlenstoffstahl geführt. Der Außenbehälter 196 und sein Inhalt wurden in einen widerstandsbeheizten Mehrzweckofen eingesetzt. Der Ofen wurde mit einer Geschwindigkeit von etwa 400°C/Stunde bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 10 Litern/Minute von Raumtemperatur auf etwa 600°C aufgeheizt und dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 400°C/Stunde bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2 Litern/Minute von etwa 600°C auf etwa 800°C aufgeheizt. Der Ofen wurde etwa 1 Stunde bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2 Litern/Minute auf etwa 800°C gehalten. Der Außenbehälter 196 aus Kohlenstoffstahl und sein Inhalt wurden aus dem Ofen herausgenommen, die mit Kolloidgraphit beschichtete Stahlform 190 wurde aus dem Außenbehälter herausgenommen und mit einer Kupferkühlplatte mit Raumtemperatur und Abmessungen von etwa 8 Zoll (203 mm) Länge mal 8 Zoll (203 mm) Breite und 0,5 Zoll (13 mm) Höhe in Kontakt gebracht, um den gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoff gerichtet zu verfestigen.

Probe L

Probe L wurde unter Einsatz eines ähnlichen Aufbaus wie in Figur 18 für Probe K hergestellt. Eine Form mit einem trapezförmigen Querschnitt wurde in derselben Weise wie für Probe K hergestellt, außer daß die Form 2 Stunden gebrannt wurde, um die Kolloidgraphitschicht auszuhärten.

Etwa 2,2 lbs (1 kg) eines mit ZrO_2 zäh gemachten Al_2O_3 (ZTA-85, Zirconia Sales, Inc., Atlanta, GA) wurden in derselben Weise wie der Füllstoff in Probe K hergestellt. Eine etwa 0,75 Zoll (19 mm) hohe Schicht Füllstoffmischung wurde auf den Boden der mit Kolloidgraphit beschichteten Stahlform gegossen. Der Füllstoff wurde weitgehend mit einer Schicht Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -50 mesh (von Alpha Products, Morton Thiokol, Danvers, MA) bedeckt. Matrixmetallblöcke aus etwa 99,7 Ma.-% Aluminium und dem Rest Spurenelemente und mit einer Masse von etwa 368 Gramm wurden auf die Füllstoffmischung aufgesetzt, die mit dem Magnesiumpulver bedeckt war. Ein zweites Matrixmetall aus etwa 15 Ma.-% Silicium und dem Rest Aluminium und mit einer Masse von etwa 17,11 Gramm wurde auf dem ersten Matrixmetall angeordnet. Die mit Kolloidgraphit beschichtete Stahlform und ihr Inhalt wurden in einen Außenbehälter aus Kohlenstoffstahl von etwa 12 Zoll (305 mm) Länge mal etwa 10 Zoll (254 mm) Breite mal etwa 10 Zoll (254 mm) Höhe eingesetzt. Der Boden des Innenhohlraums des Außenbehälters aus Kohlenstoffstahl war mit Graphitfolie (als PF-25-H bezeichnet und von TT America, Portland, OR, unter der Handelsbezeichnung Perma-Foil verkauft) von etwa 12 Zoll (305 mm) Länge mal etwa 10 Zoll (254 mm) Breite und mit einer Dicke von etwa 0,01 Zoll (0,25 mm) bedeckt. Ein Titanschwammmaterial mit einer Masse von etwa 20 Gramm (von Chemalloy Company, Inc., Bryn Mawr, Pa) und ein Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -50 mesh und einer Masse von etwa 2 Gramm wurden um die mit Kolloidgraphit beschichtete Form und auf die Graphitfolie in dem Außenbehälter aus Kohlenstoffstahl gespritzt. Über die Öffnung des Außenbehälters aus Kohlenstoffstahl wurde Kupferfolie gelegt. Ein Stickstoffspülrohr wurde durch die Seitenwand des Außenbehälters aus Kohlenstoffstahl geführt.

Der abgedeckte Stahlbehälter und sein Inhalt wurden in einen widerstandsbeheizten Mehrzweckofen eingesetzt. Der Ofen wurde mit einer Geschwindigkeit von etwa 400°C/Stunde bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 10 Litern/Minute von Raumtemperatur auf etwa 600°C und dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 400°C/Stunde bei einer

Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2 Litern/Minute von etwa 600°C auf etwa 800°C aufgeheizt. Der Ofen wurde etwa 1 Stunde bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 2 Litern/Minute auf etwa 800°C gehalten und dann auf etwa 580°C abgekühlt. Der Außenbehälter aus Kohlenstoffstahl und sein Inhalt wurden dann aus dem Ofen herausgenommen, die mit Kolloidgraphit beschichtete Stahlform wurde aus dem Außenstahlbehälter herausgenommen und zu einer Kupferkühlplatte mit Raumtemperatur und Abmessungen von etwa 8 Zoll (203 mm) Länge mal etwa 8 Zoll (203 mm) Breite mal etwa 0,5 Zoll (13 mm) Höhe übertragen, um den gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoff gerichtet zu verfestigen.

Probe M

Figur 19 ist eine Querschnittszeichnung des Aufbaus für die Herstellung einer Metalleinlagerungsverbundstoffprobe gemäß nachfolgender Beschreibung. Ein Graphitschiffchen 210 mit Innenhohlraumabmessungen von etwa 12 Zoll mal etwa 9 Zoll mal etwa 5,5 Zoll Höhe (Sorte ATJ von Union Carbide, hergestellt von MGP, Inc., Womelsdorf, PA) wurde bereitgestellt. Ein etwa 8 Zoll (203 mm) mal 4 Zoll (102 mm) breiter mal 3 Zoll (76 mm) tiefer Graphitfolienkasten 217 (Grafoil® von Union Carbide) wurde gemäß Beschreibung in Probe C angefertigt. Etwa 1 Gramm Magnesiumpulver 211 mit einer Korngröße von -50 mesh (von Alpha Products, Inc., Morton Thiokol, Danvers, MA) wurde auf den Boden des Kastens 217 aufgebracht. Am Boden des Graphitfolienkastens 217 war eine leichte Spritzschicht (in Figur 19 nicht dargestellt) aus Graphitklebezement (RIGIDLOCK® von Polycarbon, Valencia, CA) vorgesehen, um das Magnesiumpulver an den Boden des Kastens 217 zu binden. Durch Mischen von etwa 763 Gramm einer Mischung aus etwa 98 Ma.-% Siliciumkarbid mit einer Korngröße von 1000 mesh (38 Crystolon von Norton Co., Worcester, MA) und etwa 2 Ma.-% Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -325 mesh (Aesar®, Johnson Matthey, Seabrook, NH) in einer Ethanolauflösung (nach der in Probe D von Beispiel 5 diskutierten LD-Technik) wurde eine Füllstoffmischung 212 hergestellt. Diese Füllstoffmischung 212 wurde auf das Magnesiumpulver 211 im Graphitkasten 217 aufgebracht.

Eine Lage Graphitfolie 213 (Grafoil® von Union Carbide) mit Abmessungen von etwa 8 Zoll (203 mm) mal 4 Zoll (102 mm) Breite mal 0,015 Zoll (0,38 mm) Dicke und einer Öffnung 214 mit etwa 1,25 Zoll (32 mm) Durchmesser in der Mitte der Graphitfolie wurde auf der Oberfläche des Siliciumkarbidfüllstoffes 212 in dem Graphitschiffchen 210 angeordnet. Etwa 1 Gramm Magnesiumpulver 215 mit einer Korngröße von -50 mesh (von Alpha Products, Inc., Morton Thiokol, Danvers, MA) wurde über die Öffnung 214 in der Graphitfolie 213 auf die freiliegende Oberfläche des Füllstoffes 212 aufgebracht.

Ein Matrixmetallblock 216 mit einer Masse von etwa 1237 Gramm, der aus einer Legierung 413.0 (mit einer Nennzusammensetzung von etwa 11,0-13,0% Si, $\leq 2,0\%$ Fe, $\leq 1,0\%$ Cu, $\leq 0,35\%$ Mn, $\leq 1,0\%$ Mg, $\leq 0,50\%$ Ni, $\leq 0,50\%$ Zn, $\leq 0,15\%$ Sn und dem Rest Aluminium) bestand, wurde auf die Oberfläche der Graphitfolie 213 aufgesetzt, so daß die Legierung 216 die Bohrung 214 in der Graphitfolie 213 abdeckte.

Das Reaktionssystem aus dem Schiffchen 210 und seinem Inhalt wurde in einen widerstandsbeheizten Retortenofen eingesetzt. Der Ofen wurde auf mindestens 20 Zoll (508 mm) Hg evakuiert und dann mit Stickstoffgas mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 4,5 Litern/Minute gefüllt. Die Ofentemperatur wurde mit einer Geschwindigkeit von etwa 200°C/Stunde von Raumtemperatur auf etwa 775°C erhöht. Das System wurde etwa 20 Stunden auf etwa 775°C gehalten, dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 150°C/Stunde auf etwa 760°C herabgesetzt. Bei einer Temperatur von etwa 760°C wurde das System aus dem Ofen herausgenommen und auf eine wassergekühlte Aluminiumkühlplatte gestellt. Etwa 500 ml eines exothermen Warmpopmaterials (Feedal®-9, Fosco, Inc., aus Brook Park, OH) wurden auf den Aufbau gespritzt, und eine Keramikfasermatte (CERABLANKET, Manville Refractory Products) wurde um das Graphitschiffchen gewickelt. Feedal®-9 wurde benutzt, um an der Oberfläche des Aufbaus eine exotherme Reaktion auszulösen und eine gerichtete Erstarrung oder Verfestigung des Metalleinlagerungsverbundstoffes bei seiner Abkühlung zu erzwingen, so daß die Bildung von Schrumpfporen innerhalb des Metalleinlagerungsverbundstoffes behindert wurde.

Probe N

Die Herstellung dieser Probe erfolgte mit einem Aufbau, der dem in Probe D von Beispiel 5 beschriebenen und in Figur 12 dargestellten weitgehend ähnlich war. Zwei Graphitplatten der Sorte ATJ mit Abmessungen von etwa 8 Zoll (203 mm) Länge mal 3 Zoll (76 mm) Breite mal 0,5 Zoll (0,3 mm) Dicke wurden in ein Graphitschiffchen von etwa 8 Zoll (203 mm) mal 4 Zoll (102 mm) mal 3 Zoll (76 mm) Höhe eingesetzt, um innerhalb des Graphitschiffchens einen Hohlraum mit Abmessungen von etwa 8 Zoll (203 mm) mal 2 Zoll (50,8 mm) mal 3 Zoll (76 mm) Höhe zu bilden. Der außerhalb der Graphitplatten liegende Teil des Graphitschiffchens wurde mit Aluminiumoxid (Tonerde) mit 220 Korngröße (38 Alundum von Norton Company) gefüllt. In den Hohlraum zwischen den Graphitplatten wurde ein Graphitfolienkasten (Grafoil® von Union Carbide) von etwa 8 Zoll (203 mm) mal 2 Zoll (50,8 mm) mal 3 Zoll (76 mm) eingesetzt, der gemäß Beschreibung in Probe C hergestellt wurde. Etwa 1,5 Gramm Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -50 mesh (Alpha Products, Inc., Morton Thiokol, Danvers, MA) wurden in den Graphitfolienkasten eingebracht und mit einem Graphitklebezement (RIGIDLOCK™ von Polycarbon, Ltd, Valencia, CA) an den Boden des Graphitfolienkastens gebunden.

Eine Füllstoffmischung aus Siliciumkarbidplättchen wurde mit der in Probe D von Beispiel 5 beschriebenen LD-Technik hergestellt, wonach etwa 303 Gramm einer Mischung aus etwa 96 Ma.-% Siliciumkarbidplättchen mit einem Durchmesser von etwa 50 Mikrons und einer Dicke von etwa 10 Mikrons (C-Axis Technology, Ltd., Jonquiere, Quebec, Kanada) und etwa 4 Ma.-% Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -325 mesh (Aesar®, Johnson Matthey, Seabrook, NH) hergestellt wurden. Diese Füllstoffmischung wurde auf die Magnesiumschicht in dem Graphitschiffchen aufgebracht. Eine zweite Schicht aus etwa 1,5 Gramm Magnesiumpulver mit einer Korngröße von -50 mesh (Alpha Products, Morton Thiokol, Danvers, MA) wurde auf die Siliciumkarbidfüllstoffmischung aufgebracht. Ein Block aus einer Legierung 413.0 mit einer Masse von etwa 644 Gramm und einer Zusammensetzung gemäß Angabe im unteren Teil von Tabelle II wurde auf der Magnesiumschicht in dem System angeordnet.

Das System aus Graphitschiffchen und seinem Inhalt wurde in einen widerstandsbeheizten Retortenröhrenofen eingesetzt. Der Ofen wurde auf mindestens -20 Zoll (508 mm) Hg evakuiert und dann mit Stickstoffgas mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 4,0 Litern/Minute gefüllt. Die Temperatur in dem Ofen wurde mit einer Geschwindigkeit von etwa 100°C/Stunde von Raumtemperatur auf etwa 775°C erhöht. Das System wurde etwa 10 Stunden auf etwa 775°C gehalten und dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 200°C/Stunde auf etwa 760°C herabgesetzt. Das System wurde aus dem Ofen bei etwa 760°C

herausgenommen und auf eine wassergekühlte Aluminiumkühlplatte gestellt. Etwa 500 ml eines exothermen Warmtoppmaterials (Feedal®-9 von Foseco, Inc., aus Brook Park, OH) wurden auf den Aufbau gespritzt, und eine Keramikfasermatte wurde um die Oberfläche des Graphitschiffchens gewickelt. Feedal®-9 wurde benutzt, um eine exotherme Reaktion an der Oberfläche des Aufbaus auszulösen und die gerichtete Erstarrung oder Verfestigung des Metalleinlagerungsverbundstoffes bei seiner Abkühlung zu erzwingen, so daß die Bildung von Schrumpfporen innerhalb des Metalleinlagerungsverbundstoffes behindert wurde.

Probe O

Diese Probe wurde in Übereinstimmung mit dem in Figur 19 dargestellten Aufbau für Probe M hergestellt. Ein Graphitschiffchen mit Innenhohlraumabmessungen von etwa 12 Zoll mal etwa 9 Zoll mal etwa 5,5 Zoll Höhe (Sorte ATJ von Union Carbide, hergestellt von MGP, Inc., Womelsdorf, PA) wurde bereitgestellt. Ein etwa 8 Zoll (203 mm) mal 4 Zoll (102 mm) breiter mal 3 Zoll (76 mm) tiefer Graphitfolienkasten (Grafoil® von Union Carbide) wurde gemäß Beschreibung in Probe C hergestellt. Etwa 1 Gramm Magnesiumpulver mit einer Korngröße von –50 mesh (von Alpha Products, Inc., Morton Thiokol, Danvers, MA) wurde auf den Boden des Graphitfolienkastens aufgebracht. Am Boden des Graphitfolienkastens war eine leichte Spritzschicht aus Graphitklebezement (RIGIDLOCK® von Polycarbon, Valencia, CA) vorgesehen, um das Magnesiumpulver an den Boden des Kastens zu binden.

Durch Mischen von etwa 94 Ma.-% Titaniumdiboridplättchen mit einem Durchmesser von etwa 10 Mikrons und einer Dicke von etwa 2,5 Mikrons (HTC-30 von Union Carbide) und etwa 6 Ma.-% Magnesiumpulver mit einer Korngröße von –325 mesh (Aesar® von Johnson Matthey, Seabrook, NH) nach der in Probe D von Beispiel 5 beschriebenen LD-Technik wurde ein Füllstoff hergestellt. Diese Füllstoffmischung wurde dann auf das Magnesiumpulver in dem Graphitfolienkasten gegossen. Auf dem Füllstoff wurde eine Graphitfolie (Grafoil® von Union Carbide) von etwa 8 Zoll (203 mm) mal 4 Zoll (102 mm) mal 0,015 Zoll (0,38 mm) Dicke mit einer Bohrung von etwa 1,25 Zoll (32 mm) Durchmesser in der Mitte der Folie angeordnet. Etwa 1 Gramm Magnesiumpulver mit einer Korngröße von –50 mesh (Alpha Products, Morton Thiokol, Danvers, MA) wurde durch die Bohrung in der Graphitfolie auf die freiliegende Oberfläche des Füllstoffes aufgebracht. Ein Matrixmetallblock aus etwa 1498 Gramm Legierung 520 (mit einer Zusammensetzung von etwa $\leq 0,25$ Ma.-% Si, $\leq 0,35$ Ma.-% Fe, $\leq 0,25$ Ma.-% Cu, $\leq 0,15$ Ma.-% Mn, 9,5–10,6 Ma.-% Mg, $\leq 0,15$ Ma.-% Zn, $\leq 0,25$ Ma.-% Ti und dem Rest Aluminium) wurde auf die Graphitfolie aufgesetzt. Das Graphitschiffchen und sein Inhalt wurden in einen widerstandsbeheizten Retortenofen bei Raumtemperatur eingesetzt. Die Retortentür wurde geschlossen und die Retorte auf mindestens 20 Zoll (508 mm) Hg evakuiert. Dann wurde Stickstoff mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 4,5 Litern/Minute in die Retorte eingeführt. Der Retortenofen wurde dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 200°C/Stunde von Raumtemperatur auf etwa 775°C aufgeheizt. Nach etwa 20 Stunden bei etwa 775°C wurde der Retortenofen mit einer Geschwindigkeit von etwa 150°C/Stunde auf etwa 760°C abgekühlt. Bei etwa 760°C wurde die Retortentür geöffnet, und das Graphitschiffchen und sein Inhalt wurden aus der Retorte herausgenommen und auf eine wassergekühlte Aluminiumkühlplatte mit Raumtemperatur und Abmessungen von etwa 12 Zoll (305 mm) Länge mal etwa 9 Zoll (229 mm) Breite mal etwa 2 Zoll (51 mm) Dicke gestellt. Etwa 500 ml exothermes Warmtoppmaterial (Feedal®-9 von Foseco, Inc., aus Brook Park, OH) wurden auf den Aufbau gespritzt, und eine Keramikfasermatte (CERABLANKET, Manville Refractory Products) wurde um die Oberfläche des Graphitschiffchens gewickelt. Das Warmtoppmaterial wurde benutzt, um an der Oberfläche des restlichen Matrixmetalls eine exotherme Reaktion auszulösen und die gerichtete Erstarrung oder Verfestigung des Metalleinlagerungsverbundstoffes bei seiner Abkühlung zu erzwingen, so daß die Bildung von Schrumpfporen innerhalb des Metalleinlagerungsverbundstoffes behindert wird.

Probe P

Figur 20 ist eine Querschnittszeichnung des Aufbaus für die Herstellung eines Metalleinlagerungsverbundstoffes gemäß nachfolgender Beschreibung. Ein rostfreier Stahlbehälter 230 mit Abmessungen von etwa 6 Zoll (152 mm) Länge mal 6 Zoll (152 mm) Breite mal 7,5 Zoll (191 mm) Tiefe wurde mit einem Graphitfolienkasten 231 mit Abmessungen von etwa 6 Zoll (152 mm) mal 6 Zoll (152 mm) mal 7,5 Zoll (191 mm) ausgekleidet, der in Übereinstimmung mit den oben beschriebenen Beispielen hergestellt wurde. Etwa 2 Gramm Magnesiumpulver 232 mit einer Korngröße von –325 mesh (Aesar® von Johnson Matthey, Seabrook, NH) wurden mit Graphitklebezement (RIGIDLOCK™ von Polycarbon, Valencia, CA) an den Boden des Graphitkastens gebunden. Etwa 500 Gramm einer Mischung aus etwa 95 Ma.-% Aluminiumnitridpulver mit einem mittleren Teilchendurchmesser von etwa 3–6 Mikrons (A-200 AlN von Advanced Refractory Technology, Inc., Buffalo, NY) und etwa 5 Ma.-% Magnesiumpulver mit einer Korngröße von –325 mesh (Aesar® von Johnson Matthey, Seabrook, NH) wurden mindestens 2 Stunden mit mechanischen Mitteln in einem vier Liter fassenden Plastgefäß gemischt, um eine einheitliche Füllstoffmischung 233 zu erhalten. Diese Füllstoffmischung 233 wurde in den Graphitfolienkasten 231 eingebracht. Auf dem Füllstoff 233 wurde ein durch etwa 1 Zoll (25 mm) langes Graphitrohr gebildetes Tor 234 mit einem Innendurchmesser von etwa 2 Zoll (51 mm) angeordnet. Eine lockere Schicht aus Aluminiumoxid (Tonerde) 235 mit Korngröße 220 (E-38 Alundum von Norton Co.) wurde um den Außendurchmesser des Graphitrohrtores 234 gegossen, das auf dem Füllstoff 233 innerhalb des Graphitkastens 230 zentrisch eingestellt war. Ausreichend Aluminiumoxid (Tonerde) 235 mit Korngröße 220 wurde hinzugefügt, um das Graphitrohrtor 234 weitgehend zu umschließen. Etwa 5 Gramm Magnesiumpulver 236 mit einer Korngröße von –50 mesh (Alpha Products, Morton Thiokol, Danvers, MA) wurden in den Innenabschnitt des Graphitrohrtores gefüllt, um die Zwischenschicht des Füllstoffes 233 zu bedecken. Wie in Figur 20 dargestellt ist, wurden etwa 1210 Gramm einer Matrixmetalllegierung 237 aus Legierung 413.0 mit einer Nennzusammensetzung von etwa 11,0–13,0 Ma.-% Si, $\leq 2,0$ Ma.-% Fe, $\leq 1,0$ Ma.-% Cu, $\leq 0,35$ Ma.-% Mn, $\leq 0,10$ Ma.-% Mg, $\leq 0,50$ Ma.-% Ni, $\leq 0,50$ Ma.-% Zn, $\leq 0,15$ Ma.-% Sn und dem Rest Aluminium auf die Reaktionsbestandteile aufgebracht.

Das aus dem Stahlbehälter 230 und seinem Inhalt bestehende System wurde in einen widerstandsbeheizten Retortenofen eingesetzt, der Ofen wurde auf mindestens –20 Zoll (508 mm) Hg evakuiert und mit Stickstoffgas mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 4,0 Litern/Minute gefüllt. Der Ofen wurde mit einer Geschwindigkeit von etwa 200°C/Stunde von Raumtemperatur auf etwa 200°C aufgeheizt, etwa 49 Stunden auf etwa 200°C gehalten, dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 200°C/Stunde auf etwa 550°C herabgesetzt, etwa 1 Stunde auf etwa 550°C gehalten und dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 150°C auf etwa 775°C gebracht. Das System wurde etwa 10 Stunden auf etwa 775°C gehalten

und dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 150°C/Stunde auf etwa 760°C herabgesetzt. Das System wurde bei etwa 760°C aus dem Ofen herausgenommen und durch Warmtoppen gerichtet abgekühlt. Das System wurde auf eine wassergekühlte Aluminiumkühlplatte mit Abmessungen von etwa 12 Zoll (305 mm) Länge mal etwa 9 Zoll (229 mm) Breite mal etwa 2 Zoll (51 mm) Dicke gestellt. Etwa 500 ml eines exothermen Warmtoppmaterials (Feedal®-9 von Foseco, Inc., aus Brook Park, OH) wurden auf den Aufbau gespritzt. Eine Keramikfasermatte (CERABLANKET, Manville Refractory Products) wurde um den rostfreien Stahlbehälter gewickelt, um das System zu isolieren. Das Warmtoppmaterial wurde benutzt, um eine exotherme Reaktion an der Oberseite des restlichen Matrixmetalls auszulösen und die gerichtete Erstarrung oder Verfestigung des Metalleinlagerungsverbundstoffes bei seiner Abkühlung zu unterstützen, um die Bildung von Schrumpfporen innerhalb des Metalleinlagerungsverbundstoffes auf diese Weise zu behindern. Mechanische Eigenschaften einiger der Metalleinlagerungsverbundstoffe, die in Übereinstimmung mit diesem Beispiel hergestellt wurden, werden in Tabelle II gezeigt. Es folgt eine Beschreibung der Methode zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften.

Messung der Zugfestigkeit (U. T. S.)

Die Zugfestigkeit einiger Metalleinlagerungsverbundstoffe wurde unter Anwendung von ASTM # B 557-84 „Standardmethoden der Zugspannungsprüfung von Knetaluminium und Aluminiumguß und Magnesiumprodukten“ bestimmt. Rechteckzugproben der Zugspannungsprüfung von Knetaluminium und Aluminiumguß und Magnesiumprodukten“ bestimmt. Rechteckzugproben mit Abmessungen von 6 Zoll (154 mm) Länge mal 0,5 Zoll (13 mm) Breite und 0,1 Zoll (2,5 mm) Dicke wurden verwendet. Der Meßabschnitt der Rechteckzugproben war etwa $\frac{3}{8}$ Zoll (10 mm) breit mal etwa 0,75 Zoll (19 mm) lang, und die Radien vom Endabschnitt zum Meßabschnitt betrugen etwa 3 Zoll (76 mm). An den Endabschnitten jeder Rechteckzugprobe wurden vier Aluminiumklemm- oder -spannlaschen von etwa 2 Zoll (51 mm) Länge mal etwa 0,5 Zoll (13 mm) Breite und etwa 0,3 Zoll (7,6 mm) Dicke mit einem Epoxidharz (mit der Bezeichnung Epoxy-patch™, Dexter Corporation of High Sol Aerospace and Industrial Products, Seabrook, NH) befestigt. Die Dehnung (Formänderung) der Rechteckzugproben wurde mit Dehnungsmeßstreifen (350-Ohm-Meßbrücken) mit der Bezeichnung CEA-06-375 UW-350 von Micromeritics of Raleigh, NC, gemessen. Die Rechteckzugproben mit den Aluminiumklemmlaschen und Dehnungsmeßstreifen wurden in Reißkeile an einer 5000-Pound-(2269 kg-) Meßdose Syntec (Universalprüfmaschine, Modell Nr. CITS 2000/6, gebaut von System Integration Technology Inc. aus Straton, MA) eingesetzt. Ein Computerdatenerfassungssystem wurde an die Meßeinrichtung angeschlossen, und die Dehnungsmeßstreifen zeichneten die Meßanzeigen auf. Die Rechteckzugproben wurden mit einer konstanten Geschwindigkeit von 0,039 Zoll/Minute (1 mm/Minute) bis zum Bruch verformt. Die maximale Spannung, maximale Dehnung und Bruchdehnung wurden aus der Probengeometrie und den aufgezeichneten Meßergebnissen mit Rechnerprogrammen berechnet.

Messung des Moduls mit der Resonanzmethode

Der E-Modul der Metalleinlagerungsverbundstoffe wurde mit einer Schallresonanztechnik bestimmt, die im wesentlichen der ASTM-Methode C 848-88 entspricht. Eine Verbundstoffprobe mit Abmessungen von etwa 1,8 bis 2,2 Zoll Länge, etwa 0,24 Zoll Breite und etwa 1,9 Zoll Dicke (etwa 45 mm bis etwa 55 mm Länge, etwa 6 mm Breite und etwa 4,8 mm Dicke) wurde zwischen zwei Meßwandler eingesetzt, die durch einen Lufttisch mit einem aufgelagerten Granitstein von Raumschwingungen isoliert waren. Ein Wandler wurde benutzt, um Frequenzen innerhalb der Verbundstoffprobe anzuregen, während der andere zur Überwachung des Frequenzverhaltens (Frequenzgang) des Metalleinlagerungsverbundstoffes eingesetzt wurde. Durch Abtastung über den Frequenzbereich, Überwachung und Aufzeichnung der Ansprechstärken für jede Frequenz und Aufzeichnung der Resonanzfrequenz wurde der E-Modul bestimmt.

Messung der Bruchzähigkeit für Metalleinlagerungsmaterial unter Verwendung einer Spitzkerbprobe

Für die Bestimmung der Bruchzähigkeit von Metalleinlagerungsmaterial wurde die Methode von Munz, Shannon und Bubsey angewendet. Die Bruchzähigkeit wurde aus der Maximallast der Spitzkerbprobe in Vierpunktbelastung berechnet. Die Spitzkerbprobe hatte geometrische Abmessungen von etwa 1,8 bis 2,2 Zoll (45 bis 55 mm) Länge, etwa 0,19 Zoll (4,8 mm) Breite und etwa 0,24 Zoll (6 mm) Höhe. Mit einer Diamantsäge wurde eine V-Kerbe eingeschnitten, um einen Riß durch die Probe auszubreiten. Die Spitzkerbproben wurden mit der Spitze der V-Kerbe nach unten in eine Spannvorrichtung innerhalb einer Universalprüfmaschine eingespannt. Die Kerbe der Spitzkerbprobe wurde zwischen zwei um 1,6 Zoll (40 mm) auseinanderliegende Stifte in einem Abstand von etwa 0,79 Zoll (20 mm) zu jedem Stift eingesetzt. Die Oberseite der Spitzkerbprobe wurde von zwei um 0,79 Zoll (20 mm) auseinanderliegenden Stiften in einem Abstand von etwa 0,39 Zoll (10 mm) zu der Kerbe berührt. Die Maximallastmessungen erfolgten mit einer Universalprüfmaschine Syntec, Modell CITS-2000/6, die von System Integration Technology Incorporated aus Straton, MA, gebaut wurde. Eine Querschnittsgeschwindigkeit von 0,02 Zoll/Minute (0,58 Millimeter/Minute) wurde verwendet. Die Meßdose der Universalprüfmaschine wurde an ein Computerdatenerfassungssystem angeschlossen. Zur Berechnung der Bruchzähigkeit des Stoffes wurden die Geometrie der Spitzkerbprobe und die Maximallast herangezogen. Für die Bestimmung einer mittleren Bruchzähigkeit wurden für einen gegebenen Stoff mehrere Proben verwendet.

Quantitative Bildanalyse (QIA)

Der Volumenanteil des Füllstoffes, des Matrixmetalls und der Porosität wurde durch quantitative Bildanalyse bestimmt. Eine repräsentative Probe eines Verbundstoffes wurde montiert und poliert. Eine Anschliffprobe (Anschliff) wurde auf dem Objektisch eines Lichtmikroskops Nikon Microphoto-FX angeordnet und eine Videokamera DAGE-MTI Series 68, die in Michigan City, IN, hergestellt wurde, an die obere Beobachtungsöffnung angeschlossen. Das Signal der Videokamera wurde zu einem Scientific Optical Analysis System (Wissenschaftliches Optisches Analysesystem) Modell DV-4400 von Lamont Scientific aus State College, PA, übertragen. Bei einer entsprechenden Vergrößerung wurden zehn Videobilder der Mikrostruktur durch das Lichtmikroskop erfaßt und im Lamont Scientific Optical Analysis System gespeichert. Videobilder, die mit 50- bis 100facher und in einigen Fällen 200facher Vergrößerung erfaßt wurden, wurden digital manipuliert, um die Lichtstärke (Helligkeit) auszugleichen. Mit 200- bis 1000facher Vergrößerung erfaßte Videobilder erforderten keine digitale Manipulation, um die Lichtstärke (Helligkeit) auszugleichen. Videobilder mit gleichmäßiger Helligkeit sowie spezifischen Farb- und Graustufenintensitätsbereichen wurden spezifischen Mikrostrukturmerkmalen, spezifischem Füllstoff, Matrixmetall oder spezifischer Porosität, etc. zugeordnet. Um die Genauigkeit der Farb- und Intensitätszuordnungen zu bestätigen, wurde ein

Vergleich zwischen einem Videobild mit Zuordnungen und dem ursprünglich erfaßten Videobild angestellt. Wenn Diskrepanzen festgestellt wurden, wurden an den Videobildzuordnungen mit einem Handdigitalisierstift und einer Digitalisierastatur Korrekturen vorgenommen. Repräsentative Videobilder mit Zuordnungen wurden automatisch durch die Rechnersoftware im Lamont Scientific Optical Analysis System analysiert, um die Flächenprozentanteile von Füllstoff, Matrixmetall und Porosität zu erhalten, die im wesentlichen den Volumenprozenten entsprechen.

Nachdem sich die oben diskutierten Proben auf Raumtemperatur abgekühlt hatten, wurde an einem Querschnitt jeder Probe bestimmt, ob sich ein Metalleinlagerungsverbundstoff gebildet hatte. Bei allen Proben A-C und J-P dieses Beispiels wurde die Bildung von Aluminiummetalleinlagerungsverbundstoffen beobachtet. Figur 17 a ist eine Mikroaufnahme in 50facher Vergrößerung, die Probe A entspricht; Figur 17 b ist eine Mikroaufnahme in 400facher Vergrößerung, die Probe B entspricht; Figur 17 c ist eine Mikroaufnahme in 400facher Vergrößerung, die Probe C entspricht; Figur 21 a ist eine Mikroaufnahme in 100facher Vergrößerung, die Probe J entspricht; Figur 21 b ist eine Mikroaufnahme in 400facher Vergrößerung, die Probe N entspricht; Figur 21 c ist eine Mikroaufnahme in 1000facher Vergrößerung, die Probe O entspricht. In jeder der oben beschriebenen Figuren wird das Matrixmetall durch die Zahl 170 und der Füllstoff durch die Zahl 171 gekennzeichnet. Mechanische Eigenschaften für die Proben werden in Tabelle II zusammengestellt.

Beispiel 7

Dieses Beispiel demonstriert, daß verschiedene Füllstoffmischungen aus Siliciumkarbid für die erfolgreiche Herstellung von Metalleinlagerungsverbundstoffen durch die Spontaninfiltrationstechnik verwendet werden können. Entsprechend der Korngröße des Füllstoffes und/oder der verwendeten Verarbeitungsbedingungen können ferner unterschiedliche Füllungen erzielt werden. Tabelle III enthält Zusammenfassungen der verwendeten Versuchsbedingungen für die Herstellung der Metalleinlagerungsverbundstoffe dieses Beispiels einschließlich verschiedener Matrixmetalle, Füllstoffe, Verarbeitungstemperaturen und -zeiten.

Proben Q-AH

Diese Proben wurden in einer weitgehend ähnlichen Weise wie Probe C im Beispiel 5 und gemäß Darstellung in der Querschnittszeichnung von Figur 11 hergestellt, außer daß vor dem Füllstoffzusatz kein Magnesiumpulver auf den Boden des Graphitfolienkastens aufgebracht wurde.

Proben AI-AJ

Diese Proben wurden in einer weitgehend ähnlichen Weise wie Probe K im Beispiel 5 und gemäß Darstellung in der Querschnittszeichnung von Figur 18 hergestellt.

Tabelle II

Probe	Matrix- metall	Füll- stoff	Mechanische Eigenschaften							
			Verarbeitung Zeit (h)	Temp. (°C)	U. T. S. (MPa)	Proportiona- litätsgrenze (MPa)	Bruch- dehnung (%)	E-Modul (GPa)	Bruch- zähig- keit (MPa · m ^{1/2})	Vol.-% Füll- stoff %
A	520.0*	500* ge- schmolzenes Al ₂ O ₃ ¹	1,5	775	—	—	—	—	—	41
B	520.0*	kalziniertes Al ₂ O ₃ ²	2,0	800	—	—	—	—	—	36
C	7001*	tafelförmiges Al ₂ O ₃ ³	10	700	256(5)	—	,164	176	13,04	57
D	520.0*	Al ₂ O ₃ - Plättchen ⁴	10	775	453 ± 28(6)	181 ± 12(6)	,641	128	20–30	47
J	520.0*	MgO ¹¹	19	750	—	—	—	—	—	—
K	170.1** & Al-15Si	ZrO ₂ ¹²	1	800	—	—	—	—	—	—
L	520.0* & Al- 15Si	Mit ZrO ₂ zäh gemach- tes Al ₂ O ₃ ¹³	1	800	—	—	—	—	—	—
M	Al-12Si	SiC-Teilchen ¹⁴	20	775	265 ± 40(6)	62 ± 9(6)	,392	136	12,7 ± ,5(7)	46
N	Al-12Si	SiC-Plättchen ¹⁵	10	775	156 ± 22(6)	82 ± 18(6)	,116	146	—	48
O	520.0*	TiB ₂ -Plättchen ¹⁶	20	775	461 ± 36(10)	143 ± 9(10)	,754	135	19,1 ± ,9(9)	48
P	413.0 ¹	AlN ¹⁷	10	775	—	—	—	—	—	—

¹ 38 Alundum, Norton Co., Worcester, MA.

² C-75 RG, Alcan, Montreal, Kanada.

³ T-64 tafelförmiges Aluminiumoxid, Alcoa, Pittsburgh, PA.

⁴ αAl₂O₃-Plättchen, Entwicklungssorte (Developmental), E. I. DuPont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, DE.

¹¹ TECO MgO, Sorte 120S, C-E Minerals, Greenville, TN.

¹² HSY-3SD, Zirconia Sales Inc., Atlanta, GA.

* ≤ 0,25% Si, ≤ 0,30% Fe, ≤ 0,25% Cu, ≤ 0,25% Mn, 9,5–10,6% Mg, ≤ 0,15% Zn, ≤ 0,25% Ti und der Rest Aluminium.

** ≤ 0,35% Si, ≤ 0,40% Fe, ≤ 0,20% Mn, 2,6–3,4% Mg, 0,18–0,35% Cr, 6,8–8,0% Zn, ≤ 0,20% Ti und der Rest Aluminium.

¹³ ZTA-85, Zirconia Sales Inc., Atlanta, GA.

- 14 -1000 # 39 Crystolon, Norton Co., Worcester, MA.
 15 C-Axis Technology Ltd., Jonquiere, Quebec, Kanada.
 16 HTC-30, Union Carbide.
 17 A-20J, Advanced Refractory Technologies, Inc., Buffalo, NY.
 § 11,0–13,0 % Si, ≤ 2,0 % Fe, ≤ 1,0 % Cu, ≤ 0,35 % Mn, ≤ 0,10 % Mg, ≤ 0,50 % Ni, ≤ 0,50 % Zn, ≤ 0,15 % Sn und der Rest Aluminium.
 ** 99,7 % Al und der Rest Spurenelemente.

Nachdem sich die oben diskutierten Proben auf Raumtemperatur abgekühlt hatten, wurde an einem Querschnitt jeder Probe bestimmt, ob sich ein Metalleinlagerungsverbundstoff gebildet hatte. Bei allen Proben Q–AJ dieses Beispiels wurde die Bildung von Aluminiummetalleinlagerungsverbundstoffen beobachtet. Figur 22a ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe Q entspricht; Figur 22b ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe R entspricht; Figur 22c ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe S entspricht; Figur 22d ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe T entspricht; Figur 22e ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe U entspricht; Figur 22f ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe V entspricht; Figur 22g ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe W entspricht; Figur 22h ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe X entspricht; Figur 22i ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe Y entspricht; Figur 22j ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AC entspricht; Figur 22k ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AD entspricht; Figur 22l ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AE entspricht; Figur 22m ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AF entspricht; Figur 22n ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AG entspricht; Figur 22o ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AH entspricht. In allen oben beschriebenen Figuren wird das Matrixmetall durch die Zahl 170 und der Füllstoff durch die Zahl 171 gekennzeichnet.

Mechanische Eigenschaften der Proben wurden, wie bereits diskutiert, mit Standardprüfverfahren gemessen, und die mechanischen Eigenschaften der Proben werden in Tabelle III zusammengestellt.

Tabelle III

Probe	Matrix- metall	Füll- stoff	Verarbeitung		U. T. S. (MPa)	Mechanische Eigenschaften				Dichte (g/cm ³)	Vol.-% Füll- stoff (%)
			Zeit (h)	Temp. (°C)		Bruch- dehnung (%)	E-Modul (GPa)	C.T.E. ^c pro °C (x10 ⁻⁶)	Bruchzähig- keit (MPa · m ^{1/2})		
Q	Al-12Si- 2Mg	220 # SiC ⁶	15	750	145(6) ^d	,133	164	12,2	10,37(5)	2,87	51
R	Al-12Si- 2Mg	(75% 220 #, 25% 800 #) SiC ⁶	15	750	182(6)	,161	165	11,4	9,26(5)	2,84	56
S	Al-12Si- 2Mg	(85% 220 #, 15% 800 #) SiC ⁶	15	750	160(5)	,133	183	11,4	11,03(6)	2,89	65
T	336,0*	220 # SiC ⁶	15	750	155(4)	,110	198	10,6	8,30(13)	2,91	55
U	336,0**	(75% 220 #, 25% 800 #) SiC ⁶	15	750	143(5)	,094	185	9,5	8,67(9)	2,92	64
V	336,0*	(85% 220 #, 15% 800 #) SiC ⁶	15	750	176(5)	,135	195	10,4	8,42(8)	2,91	59
W	390,2 ^f	220 # SiC ⁶	15	750	86(6)	,055	190	10,0	8,00(6)	2,95	52
X	390,2 ^f	(75% 220 #, 25% 800 #) SiC ⁶	15	750	138(6)	,078	219	9,7	9,23(6)	2,93	64
Y	390,2 ^f	(85% 220 #, 15% 800 #) SiC ⁶	15	750	169(5)	,98	197	9,8	8,62(6)	2,91	55
Z	413,0 ^h	220 # SiC ⁶	15	750	182(5)	,184	174	11,3	10,17(5)	2,89	—
AA	413,0 ^h	(85% 220 #, 15% 800 #) SiC ⁶	15	750	178(5)	,149	175	11,2	9,99(9)	2,90	—
AB	413,0 ^h	(75% 220 #, 25% 800 #) SiC ⁶	15	750	230(5)	,228	209	10,8	0,41(5)	2,89	—
AC	Al-12 Si-5Zn	220 # SiC ⁶	15	750	203(5)	,165	160	13,4	9,63(5)	2,96	54

Probe	Matrixmetall	Füllstoff	Verarbeitung Zeit (h)	Temp. (°C)	U. T. S. (MPa)	Mechanische Eigenschaften				Dichte (g/cm ³)	Vol.-% Füllstoff (%)
						Bruch- dehnung (%)	E-Modul (GPa)	C. T. E. ° pro °C (x10 ⁻⁶)	Bruchzähig- keit (MPa · m ^{1/2})		
AD	Al-12 Si-5Cu	(85% 220 #, 15% 800 #) SiC ^b	15	750	201(6)	,135	177	11,9	10,51(5)	2,95	57
AE	Al-12 Si-5Cu	(75% 220 #, 25% 800 #) SiC ^b	15	750	232(6)	,163	176	11,7	10,38(6)	3,02	57
AF	Al-12 Si-2Mg	SiC-Mischung ¹⁸	15	750	122(4)	,087	190	10,2	8,76(6)	3,06	67
AG	413.0 [†]	SiC-Mischung ¹⁸	15	750	148(5)	,096	210	10,2	10,18(6)	2,90	65
AH	336.2*	SiC-Mischung ¹⁸	15	750	123(5)	,079	188	8,7	7,52(6)	2,95	65
AI	Al-15Si	SiC-Mischung ¹⁸	1,5	800	—	—	—	—	—	—	72
AJ	Al-15Si	SiC-Mischung ¹⁸	1,5	800	—	—	—	—	—	—	71

^b 39 Crystolon, Norton Co., Worcester, MA.

^c Mittlerer C. T. E. von 20–500°C, gemessen mit Dilatometer, Modell DI-24, Adamel Lhomargy, Frankreich.

¹⁸ 55% 45 # SiC, 20% 90 # SiC, 15% 180 # SiC₂ und 10% 500 # SiC, 39 Crystolon, Norton Co., Worcester, MA.

^d Zahlen in Klammern () zeigen die Zahl geprüfter Proben an.

^{*} 11,0–13,0% Si, ≤ 1,2% Fe, 0,5–1,5% Cu, ≤ 0,35% Mn, 0,7–1,3% Mg, 2,0–3,0% Ni, ≤ 0,35% Zn, ≤ 0,25% Ti und der Rest Aluminium.

[†] 16,0–18,0% Si, 0,6–1,0% Fe, 4,0–5,0% Cu, ≤ 0,10% Mn, 0,5–0,65% Mg, ≤ 0,10% Zn, ≤ 0,20% Ti und der Rest Aluminium.

[‡] 11,0–13,0% Si, ≤ 2,0% Fe, ≤ 1,0% Cu, ≤ 0,35% Mn, ≤ 0,10% Mg, ≤ 0,50% Ni, ≤ 0,50% Zn, ≤ 0,15% Sn und der Rest Aluminium.

Beispiel 8

Dieses Beispiel demonstriert, daß Metalleinlagerungsverbundstoffe über einen Bereich von Verarbeitungszeiten gebildet werden können. Der Zeitraum für das Durchdringen eines Füllstoffes mit einem Matrixmetall in Gegenwart einer infiltrierenden Atmosphäre und eines Infiltrationsverstärkers oder einer Infiltrationsverstärkervorstufe kann entsprechend dem gewünschten Ergebnis verändert werden. Tabelle IV enthält eine Zusammenfassung der verwendeten Versuchsbedingungen für die Bildung von Metalleinlagerungsverbundstoffen über einen Bereich von Verarbeitungszeiten einschließlich Matrixmetall, Füllstoff und Verarbeitungsbedingungen.

Proben AL–AN

Diese Proben wurden in einer weitgehend ähnlichen Weise wie Probe C im Beispiel 5 und gemäß Darstellung in der Querschnittszeichnung von Figur 11 produziert, außer daß das Graphitschiffchen mit einem Kolloidgraphit (DAG-154 von Acheson Colloid, Port Huron, MI) beschichtet und nicht mit einem Graphitfolienkasten ausgekleidet wurde. Das System wurde mit einer Geschwindigkeit von etwa 200°C von Raumtemperatur auf etwa 350°C aufgeheizt, etwa 7 Stunden auf etwa 350°C gehalten, dann mit einer Geschwindigkeit von etwa 200°C auf etwa 550°C aufgeheizt, etwa 1 Stunde auf etwa 550°C gehalten und dann mit etwa 150°C/Stunde auf etwa 775°C aufgeheizt und für die in Tabelle IV gezeigten Zeiträume auf etwa 775°C gehalten. Nachdem das Reaktionssystem aus dem Ofen herausgenommen worden war, wurde der gebildete Verbundstoff außerdem auf eine wassergekühlte Aluminiumkühlplatte gestellt, um ihn gerichtet zu verfestigen.

Tabelle IV

Probe	Matrixmetall	Füllstoff	Verarbeitung	
			Zeit (h)	Temp. (°C)
AL	520.0*	–325 Al ₂ O ₃ ³	2	775
AM	520.0*	–325 Al ₂ O ₃ ³	4	775
AN	520.0*	–325 Al ₂ O ₃ ³	8	775

³ Tafelförmiges Aluminiumoxid T-64, Alcoa, Pittsburgh, PA.

* ≤ 0,25% Si, ≤ 0,30% Fe, ≤ 0,25% Cu, ≤ 0,15% Mn, 9,5–10,6% Mg, ≤ 0,15% Zn, ≤ 0,25% Ti und der Rest Aluminium.

Beispiel 9

Dieses Beispiel demonstriert, daß die mechanischen Eigenschaften von Metalleinlagerungsverbundstoffen durch gerichtete Erstarrung oder Verfestigung und/oder eine anschließende Wärmebehandlung verändert werden können. Tabelle V enthält Zusammenfassungen der verwendeten Versuchsbedingungen für die Herstellung der Metalleinlagerungsverbundstoffe und der mechanischen Eigenschaften, die für die gebildeten Verbundstoffe erzielt wurden.

Proben C, AQ–AS

Diese Proben wurden in einer Weise hergestellt, die mit der für Probe C von Beispiel 5 beschriebenen Herstellung gemäß Querschnittszeichnung in Figur 11 identisch ist. Die Proben AQ–AS wurden einem Wärmebehandlungsprogramm T-6 gemäß nachfolgender Diskussion unterzogen.

Wärmebehandlung T-6

Die Verbundstoffe wurden in einen rostfreien Stahldrahtkorb eingebracht, der dann in einen widerstandsbeheizten Flammofen eingesetzt wurde, der auf etwa 500°C eingestellt war. Die Verbundstoffe wurden etwa 1 Stunde bei etwa 500°C erwärmt, dann aus dem Ofen herausgenommen und in einem Wasserbad bei Raumtemperatur abgeschreckt. Um den Prozeß der Ausscheidungshärtung zu ermöglichen, wurden die Verbundstoffe entweder 10 Stunden bei 160°C künstlich gealtert oder etwa eine Woche bei Raumtemperatur natürlich gealtert.

Proben AT-AY

Diese Proben wurden in einer weitgehend ähnlichen Weise wie Probe C im Beispiel 5 hergestellt, außer daß (1) kein Magnesium auf den Boden des verwendeten Graphitfolienkastens aufgebracht wurde und (2) die Reaktionssysteme etwa 15 Stunden auf etwa 750°C gehalten wurden. Die Proben AW-AY wurden einer Wärmebehandlung T4 gemäß Diskussion in Probe E von Beispiel 5 unterzogen.

Nachdem sich die oben diskutierten Proben auf Raumtemperatur abgekühlt hatten, wurde an einem Querschnitt jeder Probe der Metalleinlagerungsverbundstoff, der sich gebildet hatte, bestimmt. Figur 17c ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AO entspricht; Figur 23a ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AP entspricht; Figur 23c ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AQ entspricht; Figur 23d ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AR entspricht; Figur 23e ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AS entspricht; Figur 23f ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AT entspricht; Figur 23g ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AU entspricht; Figur 23h ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe AV entspricht. In allen oben beschriebenen Figuren wird die Metallmatrix durch die Zahl 170 und der Füllstoff durch die Zahl 171 gekennzeichnet.

Beispiel 10

Dieses Beispiel demonstriert, daß der Stickstoffgehalt eines durch Spontaninfiltration gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffes verändert werden kann. Der Stickstoffgehalt eines gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffes kann entsprechend der Kombination von Matrixmetall, Füllstoff, infiltrierender Atmosphäre und Infiltrationsverstärker oder Infiltrationsverstärkervorstufe sowie den gegebenen Verarbeitungsbedingungen spezifisch aufgebaut werden. Tabelle VI enthält eine Zusammenfassung der verwendeten Versuchsbedingungen für die Herstellung von Metalleinlagerungsverbundstoffen dieses Beispiels einschließlich Matrixmetalle, Füllstoffe, Verarbeitungstemperaturen und -zeiten und Stickstoffgehalts jedes gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffes.

Tabelle V

Probe	Matrixmetall	Füllstoff	Wärmebehandlung	U. T. S. (MPa)	Mechanische Eigenschaften			Bruchzähigkeit (MPa · m ^{1/2})	Dichte (g/cm ³)	Vol.-% Füllstoff
					Bruchdehnung (%)	E-Modul (GPa)	C. T. E. ^c pro °C (× 10 ⁻⁶)			
C	7000*	-60* Al ₂ O ₃ ³	Keine	256(5) ^d	,164	176	-	13,0(4)	3,34	57
AO	7001*	-100* Al ₂ O ₃ ³	Keine	280(5)	,177	176	-	13,3(4)	3,37	59
AP	7001*	-325* Al ₂ O ₃ ³	Keine	300(5)	,263	149	-	17,5(7)	3,39	54
AQ	7001*	-60* Al ₂ O ₃ ³	T6	238(6)	,169	172	11,4	12,3(6)	3,37	60
AR	7001*	-100* Al ₂ O ₃ ³	T6	300(6)	,168	190	11,3	12,5(6)	3,45	59
AS	7001*	-325* Al ₂ O ₃ ³	T6	-	-	-	13,6	15,8(6)	3,36	59
AT	520.0*	-60* Al ₂ O ₃ ³	Keine	242(5)	,169	177	14,5	12,1(6)	3,11	58
AU	520.0*	-100* Al ₂ O ₃ ³	Keine	285(3)	,201	175	14,0	13,3(4)	3,03	56
AV	520.0*	-325* Al ₂ O ₃ ³	Keine	442(3)	,637	140	17,7	18,2(4)	3,12	57
AW	520.0*	-60* Al ₂ O ₃ ³	T4	286(2) ^d	,185	228	-	14,0(4)	3,24	-
AX	520.0*	-100* Al ₂ O ₃ ³	T4	318(3)	,236	179	-	13,9(4)	3,20	-
AY	520.0*	-325* Al ₂ O ₃ ³	T4	460(5)	,671	148	-	18,1(4)	3,14	-

^c Mittlerer C. T. E. (Wärmeausdehnungskoeffizient, D. Ü.) von 20-500°C, gemessen mit Dilatometer, Modell DI-24, Adamal Lhomargy, Frankreich.

³ Tafelförmiges Aluminiumoxid T-64, Alcoa, Pittsburgh, PA.

• ≤ 0,25 % Si, ≤ 0,30 % Fe, ≤ 0,25 % Cu, ≤ 0,15 % Mn, 9,5-10,6 % Mg, ≤ 0,15 % Zn, ≤ 0,25 % Ti und der Rest Aluminium.

• ≤ 0,35 % Si, ≤ 0,40 % Fe, 1,6-2,6 % Cu, ≤ 0,20 % Mn, 2,6-3,4 % Mg, 0,18-0,35 % Cr, 6,8-8,0 % Zn, ≤ 0,20 % Ti und der Rest Aluminium.

Proben AZ-BB

Diese Proben wurden auf eine Weise hergestellt, die der Methode für Probe F von Beispiel 5 gemäß Darstellung in der Querschnittszeichnung von Figur 14 weitgehend ähnlich ist.

Probe BC

Diese Probe wurde ähnlich wie Probe B im Beispiel 5 und gemäß Darstellung in der Querschnittszeichnung von Figur 10 hergestellt.

Probe BD

Diese Probe wurde ähnlich wie Probe K im Beispiel 6 und gemäß Darstellung in der Querschnittszeichnung von Figur 18 hergestellt, außer daß das Innere der Stahlform mit einem Graphitmaterial (Dylon, Sorte AE, Dylon Industries, Inc., Berea, OH) gespritzt und etwa 1 Stunde bei etwa 260°C gebrannt wurde anstelle der Auskleidung der Stahlform mit einem Graphitfolienkasten.

Probe BE

Diese Probe war eine Kontrollprobe, die zur Bestimmung des Stickstoffgehalts einer Aluminiumlegierung benutzt wurde, welche keinen Füllstoff enthielt. Der Innenhohlraum einer Stahlform, die der in Probe BD verwendeten weitgehend ähnlich war, wurde mit einem Graphitmaterial (Dylon, Sorte AE, Dylon Industries, Inc., Berea, OH) gespritzt. Dann wurde eine Aluminiumlegierung 520.0 in die Stahlform eingebracht und das Reaktionssystem, wie in Tabelle VI angegeben, erwärmt. Nachdem sich die oben diskutierten Proben auf Raumtemperatur abgekühlt hatten, wurde der Stickstoffgehalt der Verbundstoffkörper bestimmt. Der Stickstoffgehalt der Metalleinlagerungsverbundstoffe wurde unter Anwendung der ASTM-Methode E 1019-87 A „Bestimmung von Kohlenstoff, Schwefel, Stickstoff, Sauerstoff und Wasserstoff in Stählen sowie in Eisen-, Nickel- und Cobaltlegierungen“ gemessen. Diese Methode benutzt Inertgasverschmelzung-Wärmeleitfähigkeit zur Messung des Stickstoffgehalts. Eine Probe wurde in einen kleinen Graphittiegel aufgenommen und mit Kupfer oder Nickel unter einer strömenden Heliumatmosphäre bei mindestens etwa 1900°C verschmolzen. Der in der Probe enthaltene Stickstoff wurde als molekularer Stickstoff freigesetzt und von anderen Molekülararten (z. B. Wasserstoff und Kohlenmonoxid) getrennt; die Wärmeleitfähigkeit des Stickstoff-Helium-Gasgemisches wurde gemessen. Dieser Versuch wurde mit einem handelsüblichen Sauerstoff-Stickstoff-Analysengerät Leco TC436 durchgeführt, das für automatischen Betrieb ausgelegt und mit Standards mit bekannten Stickstoffgehalten (Standardbezugsmaterial NIST, 73C, mit einem N₂-Gehalt von 0,037% und AlN mit einem N₂-Gehalt von 32,6%) geeicht ist.

Tabelle VI

Probe	Matrixmetall	Füllstoff	Verarbeitung		Stickstoff (Ma.-%)
			Zeit (h)	Temp. (°C)	
AZ	Al-2Mg	500* Al ₂ O ₃ ¹	4	1000	11,195
BA	Al-6Mg	220* Al ₂ O ₃ ¹	4	900	0,895
BB	Al-10,5Mg	200* Al ₂ O ₃ ¹	4	800	0,43
BC	Al-15Si	1000* SiC ²	2,5	800	0,277
BD	520.0*	500* Al ₂ O ₃ ¹	1	800	1,23
BE	520.0*	Keiner	1	800	0,0011

¹ 38 Alundum, Norton Co. Worcester, MA.

² 39 Crystolon, Norton Co., Worcester, MA.

* ≤ 0,25% Si, ≤ 0,30% Fe, ≤ 0,25% Cu, ≤ 0,15% Mn, 9,5–10,6% Mg, ≤ 0,15% Zn, ≤ 0,25% Ti und der Rest Aluminium.

Beispiel 11

Dieses Beispiel demonstriert, daß die Verschleißfestigkeit eines gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend dem verwendeten Aluminiumoxidfüllstoff verändert werden kann. Verschiedene Aluminiumoxidfüllstoffe wurden in Kombination mit einem Matrixmetall, einer infiltrierenden Atmosphäre und einem Infiltrationsverstärker oder einer Infiltrationsverstärkervorstufe zur Herstellung von Metalleinlagerungsverbundstoffen des vorliegenden Beispiels durch Spontaninfiltration verwendet. Tabelle VII enthält eine Zusammenfassung des Matrixmetalls, des Füllstoffes, der Verarbeitungsbedingungen und Verschleißgeschwindigkeit der in diesem Beispiel gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffe sowie der Verschleißgeschwindigkeit eines nicht verarbeiteten Metalls (Probe BL).

Proben A, BF, BG

Diese Proben wurden auf eine weitgehend ähnliche Weise wie Probe A im Beispiel 5 und gemäß Darstellung in Figur 9 hergestellt.

Proben BH–BK, B

Diese Proben wurden in einer weitgehend ähnlichen Weise wie Probe B im Beispiel 5 und gemäß Darstellung in Figur 10 hergestellt.

Probe BL

Diese Probe war eine Vergleichskontrollprobe, worin eine Aluminiumlegierung 520.0 der Verschleißprüfung unterzogen wurde, wie nachfolgend beschrieben wird.

Für die Verschleiß- oder Abriebprüfung der angeführten Proben wurde die schmirgelnde Verschleißprüfung angewendet, bei der es sich um eine Modifizierung der Prüfung ASTM G 75-82 „Slurry Abrasively by Miller Number Test“ in ASTM Standards Bd. 3.02 handelt. Diese modifizierte Prüfung bestimmt die Verschleiß- oder Abriebgeschwindigkeit von Prüflingen, die einer Standardschleifmittelaufschlammung ausgesetzt werden. Diese Art der schmirgelnden Verschleißprüfung mit Schleifmittelaufschlammung ist den Herstellern von Schlammumpen vertraut und wird für die Bewertung von Prüfstoffen für den Einsatz in diesen Pumpen angewendet.

(a) Prüfeinrichtung

Die Prüfeinrichtung umfaßt vier mechanische Arme und Verschleißblöcke, die an jedem Arm montiert sind. Die mechanischen Arme sind drehbar an einen Kreuzkopf angelenkt, der an eine Kurbel angeschlossen ist, die durch eine entsprechende Kurbelstange und einen Motor mit etwa 48 U/min gedreht wird. Dieser Mechanismus versetzt die Verschleißarme in eine horizontale harmonische Hin- und Herbewegung mit einem Verschiebeweg von etwa 8 Zoll (203 mm). Jeder mechanische Arm wird mit einer Masse von etwa 5 Pound (2,3 kg) direkt über dem Verschleißblock belastet. Ein Nocken ist vorgesehen, um jeden mechanischen Arm und damit den Verschleißblock am Ende eines Taktes kurzzeitig von der Gummilage abzuheben. Für die Aufnahme der Schleifmittelaufschlammung werden Plastschalen von etwa 15 Zoll (381 mm) Länge mal etwa 3 Zoll (76 mm) Breite und etwa 2 Zoll (51 mm) Höhe verwendet, wobei jeder mechanische Arm mit einer eigenen Schale versehen ist. Am Boden jeder Schale ist eine etwa 0,125 Zoll (3,2 mm) dicke Lage aus Neoprenkautschuk angeordnet. Ein Elastomerformteil wird verwendet, um die Gummilage am Boden der Schale festzuhalten und auf der Länge des Verschleißblockweges eine V-förmige Mulde auszubilden. Die Steigung von 45° am Nockenende des Zyklus erzeugt eine Stoßwelle oder einen Rückfluß der Aufschlammung unter dem gehobenen Verschleißblock. Aus Plastwerkstoff wurden Verschleißblockhalter von etwa 2 Zoll (51 mm) Länge mal etwa 2 Zoll (51 mm) Breite und etwa 0,5 Zoll (13 mm) Dicke mit einem Schlitz für die Aufnahme des Verschleißblocks und einem Schlitz für die Sicherung des Verschleißblocks mit einer Spannschraube durch den Halter gefertigt. Der Verschleißblockhalter ist so an den mechanischen Arm montiert, daß der Verschleißblock in der Höhe verstellbar und Parallelität mit der Gummilage hergestellt werden kann. Die Prüfeinrichtung kann für eine unbegrenzte Zeit weitgehend unbeaufsichtigt (bedienungslos) arbeiten.

(b) Prüfbedingungen

Für die Prüfbedingungen sind folgende Variationsbereiche möglich:

I. Teilchentyp:	Beliebig (Siliciumdioxid, Aluminium, etc.)
II. Teilchengröße:	500–5000 Mikrometer (μm)
III. Teilchenkonzentration:	0–100 Ma.-% Feststoffe
IV. Aufschlammungsvolumen:	0–200 ml
V. Aufschlammungstemperatur:	30°C (Raumtemperatur)
VI. pH-Wert der Aufschlammung:	1–14 (mit Modifizierung)
VII. Verschleißblocklast:	0–5 Pounds (0–2,3 kg)
VIII. Zeit:	Unbegrenzt, normalerweise vier Stunden

(c) Probe

Die Verschleißblöcke wurden mit einer Diamanttrennscheibe aus einem massiven Material herausgeschnitten und mit einem Flächenschleifer auf Endabmessungen von 1 Zoll (25 mm) Länge mal 0,5 Zoll (13 mm) Breite und 0,2 bis 0,4 Zoll (5 bis 9 mm) Dicke präzisionsgeschliffen.

(d) Prüfverfahren

Die Verschleißblöcke wurden fünfzehn Minuten in Methanol ultraschallgereinigt, in einem auf etwa 150°C eingestellten Vakuumofen mindestens etwa fünfzehn Minuten getrocknet, in einem Exsikkator fünfzehn Minuten auf Raumtemperatur ausgeglichen und dann mit einer Genauigkeit von $\pm 0,1$ mg gewogen. Anschließend wurden die Verschleißblöcke an die Verschleißblockhalter montiert und auf richtige vertikale und horizontale Ausrichtung geprüft. Die entsprechende Menge Schleifteilchen und Wasser wurden auf $\pm 0,1$ Gramm genau abgewogen, gemischt und dann in die Plastschalen für die Aufschlammung gegossen. Die mechanischen Arme wurden gesenkt, so daß die Verschleißblöcke in die Schleifmittelaufschlammung gesenkt wurden, dann wurde die Hin- und Herbewegung durch Einschalten des Elektromotors in Gang gesetzt.

Die Verschleißblöcke wurden mit einer vorbestimmten Frequenz für eine vorgeschriebene Zeit (normalerweise vier Stunden) durch die Schleifmittelaufschlammung hin- und herbewegt. Nach der vorgeschriebenen Zeit wurden die mechanischen Arme gehoben und die Verschleißblöcke abgenommen. Dann wurden die Verschleißblöcke gereinigt, getrocknet und nachgewogen, und zwar im wesentlichen nach demselben Verfahren wie zu Beginn der Prüfung. Masseverlust und Dichte eines Verschleißblocks wurden zur Berechnung des Volumenverlustes und letztlich der Verschleißgeschwindigkeit in cm^3/h herangezogen. pH-Wert und Temperatur der Aufschlammung wurden am Beginn und Ende der Prüfung gemessen.

Beispiel 12

Dieses Beispiel demonstriert, daß die Verschleißfestigkeit des gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend dem verwendeten Siliciumkarbidfüllstoff verändert werden kann. Verschiedene Siliciumkarbidfüllstoffe wurden in Kombination mit einem Matrixmetall, einer infiltrierenden Atmosphäre und einem Infiltrationsverstärker oder einer Infiltrationsverstärkervorstufe zur Herstellung von Metalleinlagerungsverbundstoffen der vorliegenden Beispiele durch Spontaninfiltration verwendet. Tabelle VIII enthält eine Zusammenfassung des Matrixmetalls, des Füllstoffes, der Verarbeitungsbedingungen und Verschleißgeschwindigkeit der in diesem Beispiel gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffe sowie der Verschleißgeschwindigkeit eines unverarbeiteten Metalls (Probe BS).

Tabelle VII

Probe	Matrixmetall	Füllstoff	Verarbeitung		Form	Dichte (g/cm ³)	Füllstoff (Vol.-%)	Verschleißgeschwindigkeit $\times 10^{-5}$ (cm ³ /h)
			Zeit (h)	Temp. (°C)				
A	520.0*	220# Al ₂ O ₃ ¹	1,5	775	Siliciumdioxid	3,06	41	1 242
BF	520.0*	500# Al ₂ O ₃ ¹	1,5	775	Siliciumdioxid	3,12	46	2 205
BG	520.0*	1000# Al ₂ O ₃ ¹⁹	1,5	775	Siliciumdioxid	2,87	42	2 251
BH	520.0*	24# Al ₂ O ₃ ¹	1,5	800	Stahl	2,94	48	724
BI	520.0*	220# Al ₂ O ₃ ¹⁹	2,0	800	Stahl	3,0	45	510
BJ	520.0*	500# Al ₂ O ₃ ¹	2,25	775-800	Stahl	2,91	49	2 235
BK	520.0*	1000# Al ₂ O ₃ ¹⁹	2,0	800	Stahl	2,59	37	2 256
B	520.0*	C 75 RG ²	2,0	800	Stahl	2,94	36	1 901
BL	520.0*	Ohne	—	—	—	2,7	0	2 289

¹ 38 Alundum, Norton Co., Worcester, MA.

² C-75 RG, Alcan Chemicals, Montreal, Kanada.

¹⁹ E-67, tafelförmiges Aluminiumoxid, Norton Co., Worcester, MA.

* $\leq 0,25\%$ Si, $\leq 0,30\%$ Fe, $\leq 0,25\%$ Cu, $\leq 0,15\%$ Mn, 9,5-10,6% Mg, $\leq 0,15\%$ Zn, $\leq 0,25\%$ Ti und der Rest Aluminium.

Proben BM, BN

Diese Proben wurden auf eine weitgehend ähnliche Weise wie Probe A im Beispiel 5 und gemäß Darstellung in Figur 9 hergestellt.

Proben BO-BQ

Diese Proben wurden auf eine weitgehend ähnliche Weise wie Probe B im Beispiel 5 und gemäß Darstellung in Figur 10 hergestellt.

Probe BR

Diese Probe wurde auf eine weitgehend ähnliche Weise wie Probe K im Beispiel 6 und gemäß Darstellung in Figur 18 hergestellt.

Probe BS

Diese Probe wurde als eine Vergleichsprobe hergestellt, die dem im Beispiel 12 beschriebenen Verschleißprüfverfahren unterzogen wurde.

Beispiel 13

Dieses Beispiel demonstriert, daß die mechanischen Eigenschaften eines gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffes entsprechend der verwendeten Füllstoffteilchengröße verändert werden können. Tabelle IX enthält eine Zusammenfassung des Matrixmetalls, des Füllstoffes, der Verarbeitungsbedingungen und mechanischen Eigenschaften der Metalleinlagerungsverbundstoffe dieses Beispiels, die durch Spontaninfiltration gebildet wurden.

Tabelle VIII

Probe	Matrixmetall	Füllstoff	Verarbeitung		Form	Füllstoff (Vol.-%)	Dichte (g/cm ³)	Verschleißgeschwindigkeit $\times 10^{-5}$ (cm ³ /h)
			Zeit (h)	Temp. (°C)				
BM	Al-10Si-5Cu	220# SiC ⁶	2	775	Siliciumdioxid	49	3,09	555
BN	Al-10Si-5Cu	500# SiC ⁶	2	775	Siliciumdioxid	46	2,90	3 035
BO	Al-10Si-5Cu	24# SiC ⁶	2	800	Stahl	47	3,21	637
BP	Al-10Si-5Cu	220# SiC ⁶	2,5	800	Stahl	47	2,72	1 028
BQ	Al-10Si-5Cu	1 000# SiC ⁶	2,5	800	Stahl	42	2,80	2 355
BR	Al-12Si	SiC ¹⁸	1	800	Stahl	—	2,95	313
BS	Al-10Si-5Cu	Ohne	—	—	—	0	2,7	2 958

⁶ Crystolon, Norton Co., Worcester, MA.

¹⁸ 55% 54# SiC, 20% 90# SiC, 15% 180# SiC und 10% 500# SiC, 39 Crystolon, Norton Co., Worcester, MA.

Proben BT, BU, O, BV

Diese Proben wurden auf eine weitgehend ähnliche Weise wie Probe C im Beispiel 5 und gemäß einer Querschnittszeichnung des Aufbaus in Figur 11 hergestellt, außer daß vor dem Füllstoffzusatz kein Magnesiumpulver auf den Boden des Graphitfolienkastens aufgebracht wurde.

Von Probenquerschnitten der in diesem Beispiel hergestellten Metalleinlagerungsverbundstoffe wurden Mikroaufnahmen gemacht. Figur 24a ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe BT entspricht; Figur 24b ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe BU entspricht; Figur 24c ist eine Mikroaufnahme in etwa 400facher Vergrößerung, die Probe BV entspricht. In allen oben beschriebenen Figuren wird die Metallmatrix durch die Zahl 170 und der Füllstoff durch die Zahl 171 gekennzeichnet.

Beispiel 14

Dieses Beispiel demonstriert, daß der Wärmeausdehnungskoeffizient eines durch Spontaninfiltration gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffes, der einen Siliciumkarbidfüllstoff einschließt, entsprechend der (den) Teilchengröße(n) des Füllstoffes verändert werden kann. Tabelle X zeigt das Matrixmetall, den Füllstoff, die Verarbeitungsbedingungen und den Wärmeausdehnungskoeffizienten für die in diesem Beispiel gebildeten Proben.

Tabelle IX

Probe	Matrixmetall	Füllstoff	U. T. S. (MPa)	Mechanische Eigenschaften			Bruch- zähigkeit (MPa · m ^{1/2})	Dichte (g/cm ³)	Vol.-% Füllstoff
				Bruchdeh- nung (%)	E-Modul (GPa)	C. T. E. ^c pro °C (× 10 ⁻⁶)			
BT	Al-12Si-2Mg	54# SiC ⁶	143(5) ^d	,126	201	12,2	9,2(4)	2,77	58
BU	Al-12Si-2Mg	90# SiC ⁶	153(5)	,143	173	13,1	10,4(6)	3,02	53
Q	Al-12Si-2Mg	220# SiC ⁶	145(6)	,133	164	12,2	10,4(5)	2,87	51
BV	Al-12Si-2Mg	500# SiC ⁶	176(5)	,176	145	11,6	8,2(8)	2,84	56

c Mittlerer C. T. E. (Wärmeausdehnungskoeffizient) von 20–500°C, gemessen mit Dilatometer, Modell DI-24, Adamel Lhomargy, Frankreich.

d Zahlen in Klammern () zeigen die Zahl der geprüften Proben an.

6 39 Crystolon, Norton Co., Worcester, MA.

Proben BW-Cs

Diese Proben wurden auf eine weitgehend ähnliche Weise wie Probe N im Beispiel 6 und mit einem Aufbau gemäß Querschnittszeichnung in Figur 19 hergestellt. Tabelle X enthält die Reaktionsbestandteile und Verarbeitungsbedingungen für jede Probe. In Probe CF wurde anstelle der Verwendung eines Graphitfolienkastens innerhalb des Graphitschiffchens ein Graphitüberzug (DAG-154, Acheson Colloid, Port Huron, MI) auf den Innenhohlraum des Graphitschiffchens aufgebracht. Anschließend wurde der Füllstoff ähnlich wie in der Querschnittszeichnung in Figur 19 in das Graphitschiffchen eingebracht. Die mechanischen Eigenschaften wurden durch die oben beschriebenen mechanischen Prüfverfahren ermittelt.

Tabelle X

Probe	Matrixmetall	Füllstoff	Verarbeitung		Vol.-% Füll- stoff	C. T. E. ^c pro °C (× 10 ⁻⁶)
			Zeit (h)	Temp. (°C)		
BW	413.0 ¹	24# SiC ⁶	20	775	66	7,64
BX	413.0 ¹	54# SiC ⁶	15	775	61	9,36
BY	413.0 ¹	90# SiC ⁶	15	775	62	9,45
BZ	413.0 ¹	220# SiC ⁶	15	775	56	9,70
CA	413.0 ¹	500# SiC ⁶	15	775	58	9,75
CB	413.0 ¹	70% 24# & 30% 54# SiC ⁶	15	775	—	7,70
CC	413.0 ¹	70% 90# & 30% 180# SiC ⁶	15	775	64	8,30
CD	413.0 ¹	70% 90# & 30% 180# SiC ⁶	15	775	61	9,15
CE	413.0 ¹	70% 220# & 30% 500# SiC ⁶	15	775	59	9,38
CF	413.0 ¹	70% 220# & 30% 800# SiC ³	15	775	—	9,41
CG	413.0 ¹	65% 24# & 25% 220# & 10% 500# SiC ⁶	15	750	—	8,03
CH	Al-12Si- 2,5Ni-1Cu	24# SiC ⁶	15	775	69	7,63
CI	Al-12Si- 2,5Ni-1Cu	54# SiC ⁶	15	775	—	8,10
CJ	Al-12Si- 2,5Ni-1Cu	90# SiC ⁶	15	775	63	8,06
CK	Al-12Si- 2,5Ni-1Cu	220# SiC ⁶	15	775	56	8,34
CL	Al-12Si- 2,5Ni-1Cu	500# SiC ⁶	15	775	53	9,27
CM	Al-12Si- 2,5Ni-1Cu	70% 24# & 30% 54# SiC ⁶	15	775	67	7,39
CN	Al-12Si- 2,5Ni-1Cu	70% 54# & 30% 90# SiC ⁶	15	775	68	7,55
CO	Al-12Si- 2,5Ni-1Cu	70% 90# & 30% 180# SiC ⁶	15	775	60	8,75

Tabelle X (Fortsetzung)

Probe	Matrixmetall	Füllstoff	Verarbeitung		Vol.-% Füll- stoff	C. T. E. ^c pro °C ($\times 10^{-6}$)
			Zeit (h)	Temp. (°C)		
CP	Al-12 Si- 2,5 Ni-1 Cu	70% 180# & 30% 220# SiC ^d	15	775	58	9,17
CQ	Al-12 Si- 2,5 Ni-1 Cu	70% 220# & 30% 500# SiC ^d	15	775	61	8,36
CR	Al-12 Si- 2,5 Ni-1 Cu	70% 220# & 30% 800# SiC ^d	15	775	62	8,29
CS	Al-12 Si- 2,5 Ni-1 Cu	65% 24# & 25% 220# & 10% 500# SiC ^d	15	750	—	6,37

c Mittlerer C. T. E. (Wärmeausdehnungskoeffizient) von 20–100°C.

d 39 Crystolon, Norton Co., Worcester, MA.

e 11,0–13,0% Si, $\leq 2,0\%$ Fe, $\leq 1,0\%$ Cu, $\leq 0,35\%$ Mn, $\leq 0,10\%$ Mg, $\leq 0,50\%$ Ni, $\leq 0,50\%$ Zn, $\leq 0,15\%$ Sn und der Rest Aluminium.

Beispiel 15

Dieses Beispiel demonstriert, daß faserverstärkte Metalleinlagerungsverbundstoffe durch Spontaninfiltration gebildet werden können. Tabelle XI zeigt die verwendete Kombination von Matrixmetall, Füllstoff und Reaktionsbedingungen zur Bildung der Metalleinlagerungsverbundstoffe der angeführten Proben. Außerdem werden die Abkühlungsmethode jedes Verbundstoffes und die sich eventuell anschließende Wärmebehandlung in Tabelle XI angeführt.

Proben CT–CY

Diese Proben wurden ähnlich wie Probe G im Beispiel 5 und gemäß Darstellung in Figur 15 hergestellt.

Proben CZ–DA

Diese Proben wurden weitgehend ähnlich wie Probe C im Beispiel 5 und gemäß Darstellung in Figur 11 hergestellt, außer daß (1) kein Magnesiumpulver verwendet wurde, (2) der Behälter aus rostfreiem Stahl und nicht aus Graphit gefertigt wurde und (3) eine Keramikfasermatte während der Erwärmung über den Behälter gelegt wurde.

Proben DB–DD

Diese Proben wurden weitgehend ähnlich wie Probe G von Beispiel 5 und gemäß Darstellung in Figur 15 hergestellt, außer daß eine Stahlplatte unter dem Graphitfolienkasten und eine Graphitfolie mit einer Mittelbohrung von etwa 2 Zoll (51 mm) Durchmesser zwischen Füllstoff und Matrixmetall angeordnet wurden.

Proben DE–DG

Diese Proben wurden weitgehend ähnlich wie Probe H von Beispiel 5 und gemäß Darstellung in Figur 16 hergestellt, außer daß die Siliciumkarbidschicht mit etwa 0,5 Zoll (13 mm) Dicke auf den Boden des rostfreien Stahlbehälters und nicht des Graphitfolienkastens aufgebracht wurde und die Öffnung in der Graphitfolie zwischen Matrixmetall und Füllstoff einen Schlitz von etwa ½ Zoll (13 mm) Breite mal etwa 5 Zoll (127 mm) Länge mit einer Mittelbohrung von etwa 2 Zoll (51 mm) Durchmesser einschloß.

Proben DH–DI

Diese Proben wurden weitgehend ähnlich wie die Proben DE–DG hergestellt, außer daß keine Siliciumkarbidschicht in dem System vorgesehen war.

Die mechanischen Eigenschaften der Metalleinlagerungsverbundstoffe wurden durch mechanische Prüfung, wie oben beschrieben und in Tabelle XI dargestellt, bestimmt. Die mechanischen Eigenschaften dieser Verbundstoffe wurden mit einer Methode gemessen, die im wesentlichen ASTM Standard D-3551 entspricht.

Tabelle XI

Probe	Matrixmetall	Faser- überzug	Füllstoff	Verarbeitung		Wärmebe- handlung	Sonstiges	U. T. S. (MPa)
				Zeit (h)	Temp. (°C)			
CT	Al-5 Si-5 Zn- 7 Mg-2 Cu	Ohne	Al ₂ O ₃ -Faser- schnitzel ^{d&g}	18	885	T4	Ofenkühlung	157 ± 21
CU	Al-5 Si-5 Zn- 7 Mg-2 Cu	Ohne	Al ₂ O ₃ -Faser- schnitzel ^{d&g}	18	885	Ohne	Ofenkühlung	136 ± 15
CV	Al-10,5 Mg- 4 Zn	Ohne	Al ₂ O ₃ -Faser- schnitzel ^{d&g}	20	675	Ohne	Ofenkühlung	94 ± 26
CW	Al-10,5 Mg 4 Zn	Ohne	Al ₂ O ₃ -Faser- schnitzel ^{d&g}	20	675	T4	Ofenkühlung	230 ± 15
CX	520.0*	Ohne	Al ₂ O ₃ -Faser- schnitzel ^{d&g}	20	700	Ohne	Ofenkühlung	166 (Ma- ximum)

Tabelle XI (Fortsetzung)

Probe	Matrixmetall	Faser- überzug	Füllstoff	Verarbeitung Zeit (h)	Temp. (°C)	Wärmebe- handlung	Sonstiges	U. T. S. (MPa)
CY	520.0*	Ohne	Al ₂ O ₃ -Faser- schnittzel ^{8&9}	20	700	T4	Ofenkühlung	152 (Ma- ximum)
CZ	520.0*	Ohne	Al ₂ O ₃ -Faser- schnittzel ^{8&9}	15	725	Ohne	Gerichtete Erstarrung	250 ± 5
DA	520.0*	Ohne	Al ₂ O ₃ -Faser- schnittzel ^{8&9}	15	725	T4	Gerichtete Erstarrung	278 ± 6
DB	520.0*	SiO ₂	Al ₂ O ₃ -Endlos- fasern ⁸	30	725	Ohne	Ofenkühlung	Längs 293
DC	520.0*	SiO ₂	Al ₂ O ₃ -Endlos- fasern ⁸	30	775	Ohne	Ofenkühlung	Quer 129
DD	520.0*	Ohne	Al ₂ O ₃ -Endlos- fasern ⁸	30	725	Ohne	Ofenkühlung	234 119
DE	520.0*	SiO ₂	Al ₂ O ₃ -Endlos- fasern ⁸	28	735	Ohne	Ofenkühlung	248 98
DF	520.0*	Ohne	Al ₂ O ₃ -Endlos- fasern ⁸	28	735	Ohne	Gerichtete Erstarrung	251 171
DG	520.0*	Ohne	Al ₂ O ₃ -Endlos- fasern ⁸	28	735	Ohne	Gerichtete Erstarrung	327 158
DH	520.0*	SiO ₂	Al ₂ O ₃ -Endlos- fasern ⁸	20	760	T4	Ofenkühlung	303 -
DI	520.0*	Ohne	Al ₂ O ₃ -Endlos- fasern ⁸	20	760	Ohne	Ofenkühlung	274 137
								270 211

8 Aluminiumoxidfasern Fiber FP[®], E. I. duPont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, DE.

9 Aluminiumoxidfasern Saffil[®], ICI Americas, Wilmington, DE.

* ≤ 0,25 % Si, ≤ 0,30 % Fe, ≤ 0,25 % Cu, ≤ 0,15 % Mn, 9,5–10,6 % Mg, ≤ 0,15 % Zn, ≤ 0,25 % Ti und der Rest Aluminium.

Beispiel 16

Dieses Beispiel demonstriert, daß Vorformen mit einem hohen Füllstoffvolumenanteil zur Bildung von Metalleinlagerungsverbundstoffen spontan durchdrungen werden können. Figur 25 zeigt eine Querschnittszeichnung des verwendeten Aufbaus für die Herstellung des Metalleinlagerungsverbundstoffes dieses Beispiels, wie nachfolgend beschrieben wird. Eine Stahlform 250 mit einem Innenhohlraum von etwa 6 Zoll (152 mm) Länge mal etwa 6 Zoll (152 mm) Breite mal etwa 6 Zoll (152 mm) Tiefe wurde vorbereitet. Die Bodenfläche der Stahlform 250 wurde mit Graphitfolie 251 (Grafoil[®] von Union Carbide) mit Abmessungen von etwa 3 Zoll (76 mm) Länge mal etwa 3 Zoll (76 mm) Breite mal etwa 0,015 Zoll (0,38 mm) Dicke abgedeckt. Eine Siliciumkarbidvorform 252 (von I Squared R Element, Inc., Akron, NY) mit einem Außendurchmesser von etwa 1,75 Zoll (45 mm) und einem Innendurchmesser von etwa 0,75 Zoll (19 mm), die auf eine Länge von etwa 3 Zoll (76 mm) geschnitten wurde, wurde mit Graphitfolie 253 umwickelt und auf die Graphitfolie 251 im Stahlkasten 250 aufgesetzt. Ein Aluminiumoxidmaterial 254 mit Korngröße (Körnungsnummer) 90 (38 Alundum, Norton Company, Worcester, MA) wurde in den Raum zwischen der Siliciumkarbidvorform 252 und der Stahlform 250 gegossen. Der Innenhohlraum der Siliciumkarbidvorform wurde weitgehend mit Graphitpulver 255 (KS-44 von Lonza, Inc., Fair Lawn, NJ) gefüllt. Ein Graphitfolienkasten 256 mit Abmessungen von etwa 5,75 Zoll (146 mm) Länge mal etwa 5,75 Zoll (146 mm) Breite mal etwa 3 Zoll (76 mm) Tiefe wurde nach der in Probe C von Beispiel 5 beschriebenen Methode gefertigt. In den Boden des Graphitfolienkastens 256 wurde eine Öffnung 257 mit Abmessungen von etwa 1,75 Zoll (43 mm) im Durchmesser und entsprechend dem Außendurchmesser der Siliciumkarbidvorform 252 geschnitten, und der Graphitfolienkasten 256 wurde um die Oberseite der Siliciumkarbidvorform 252 herum in die Stahlform 250 eingesetzt. Ein Magnesiumpulver 258 mit einer Korngröße von – 100 mesh (von Hart Corporation, Tamaqua, PA) wurde auf die in den Graphitfolienkasten 256 hineinreichende Oberfläche der Siliciumkarbidvorform 252 aufgebracht. Ein Matrixmetall 259 aus 12 Ma.-% Silicium, 6 Ma.-% Magnesium und dem Rest Aluminium wurde in den Graphitfolienkasten 256 innerhalb der Stahlform 250 eingesetzt. Die Stahlform 250 und ihr Inhalt wurden in einen widerstandsbeheizten Retortenofen bei Raumtemperatur eingesetzt. Die Retortentür wurde geschlossen und die Retorte auf mindestens 30 Zoll (762 mm) Hg evakuiert. Nachdem das Vakuum erreicht war, wurde Stickstoff mit einer Strömungsgeschwindigkeit von etwa 3 Litern/Minute in die Retortenkammer eingeführt. Anschließend wurde der Retortenofen mit einer Geschwindigkeit von etwa 200°C/Stunde auf etwa 800°C aufgeheizt und bei einer Stickstoffströmungsgeschwindigkeit von etwa 3 Litern/Minute etwa 10 Stunden auf etwa 800°C gehalten. Dann wurde der Retortenofen mit einer Geschwindigkeit von etwa 200°C/Stunde von etwa 800°C auf etwa 675°C herabgesetzt. Die Stahlform 250 und ihr Inhalt wurden bei etwa 675°C aus der Retorte herausgenommen und auf eine Graphitplatte mit Raumtemperatur gestellt, um den Metalleinlagerungsverbundstoff und das restliche Matrixmetall gerichtet zu verfestigen. Der Aufbau wurde bei Raumtemperatur zerlegt, um festzustellen, daß das Matrixmetall spontan in die Vorform infiltriert war. Anschließend wurde eine Querschnittsprobe des gebildeten Metalleinlagerungsverbundstoffes montiert, poliert und der Quantitativen Bildanalyse unterzogen. Figur 26a zeigt eine Mikroaufnahme der Mikrostruktur des Verbundstoffes in 50facher

Vergrößerung, und Figur 26 b zeigt eine Mikroaufnahme des geätzten Matrixmetalls innerhalb des Systems. Die Ergebnisse der Quantitativen Bildanalyse zeigten, daß die Füllung des siliciumkarbidverstärkten Verbundstoffes etwa 78 Vol.-% betrug, so daß demonstriert wurde, daß Metalleinlagerungsverbundstoffe durch spontanes Durchdringen von Vorformen mit hohen Füllstoffvolumenanteilen gebildet werden können.

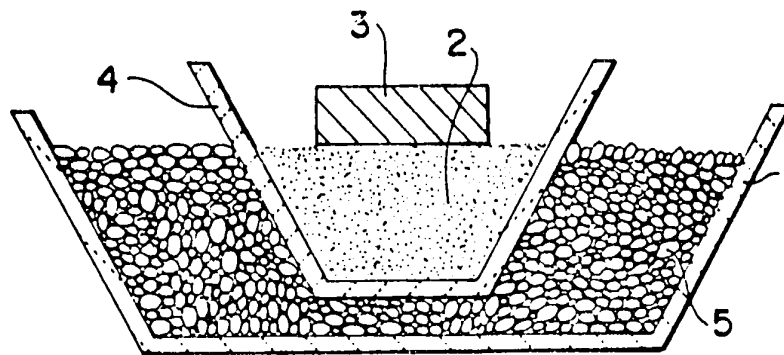


Fig. 1

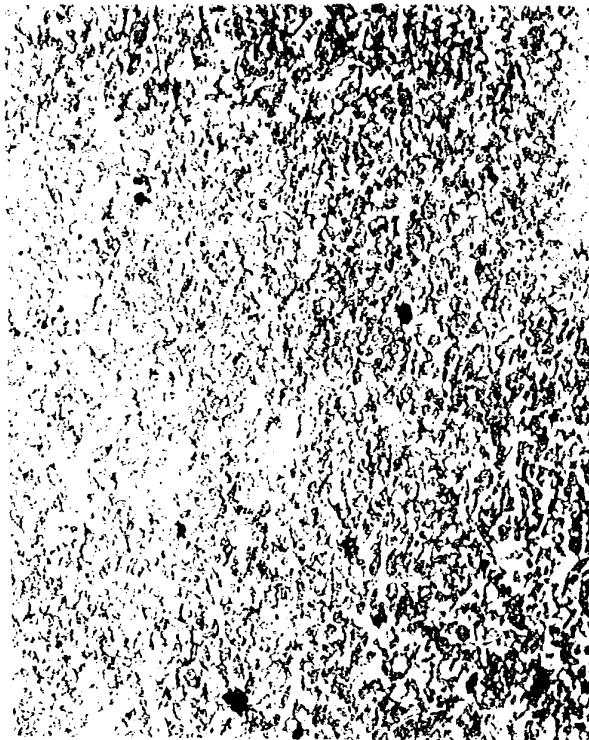


Fig. 2

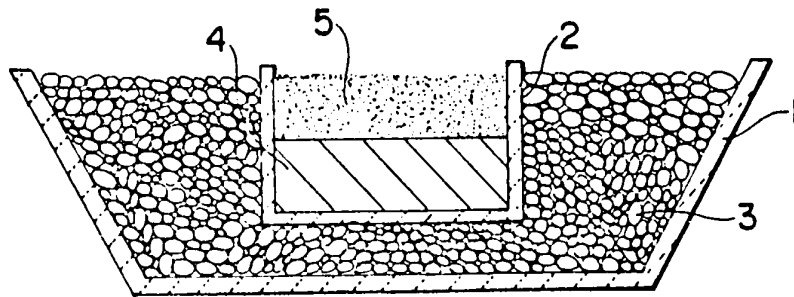


Fig. 3

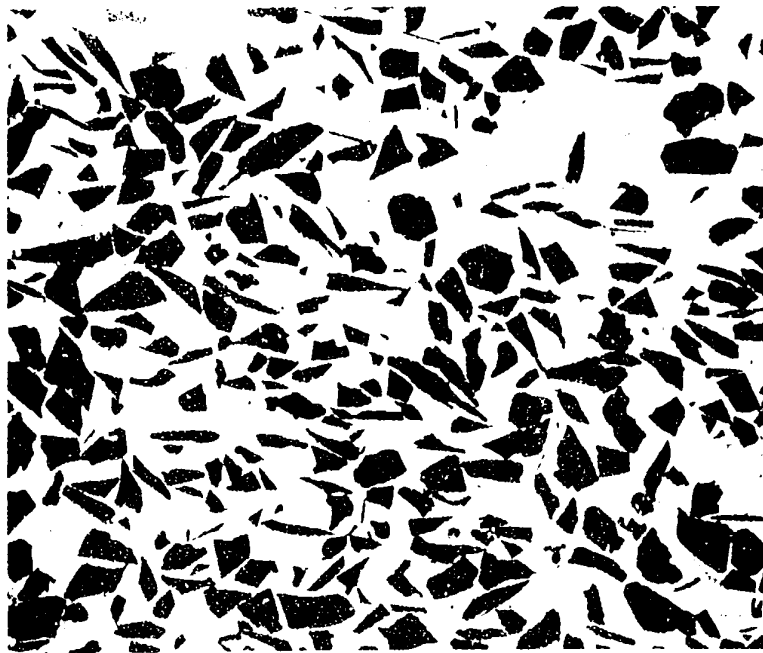


Fig. 4

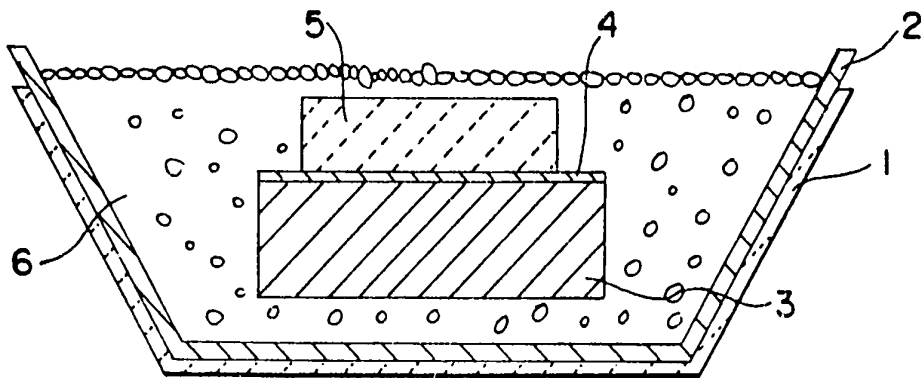


Fig. 5



Fig. 6

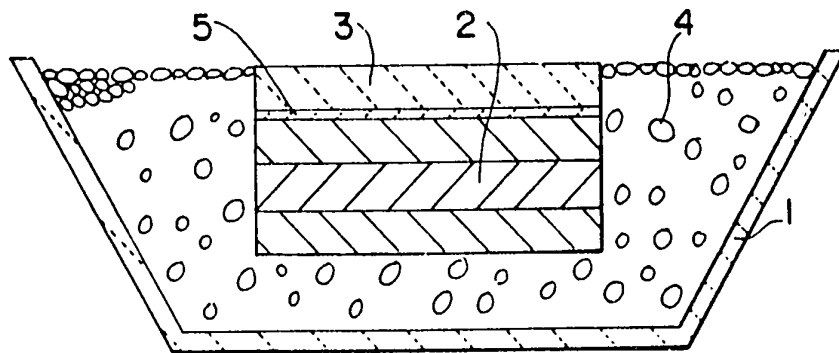


Fig. 7

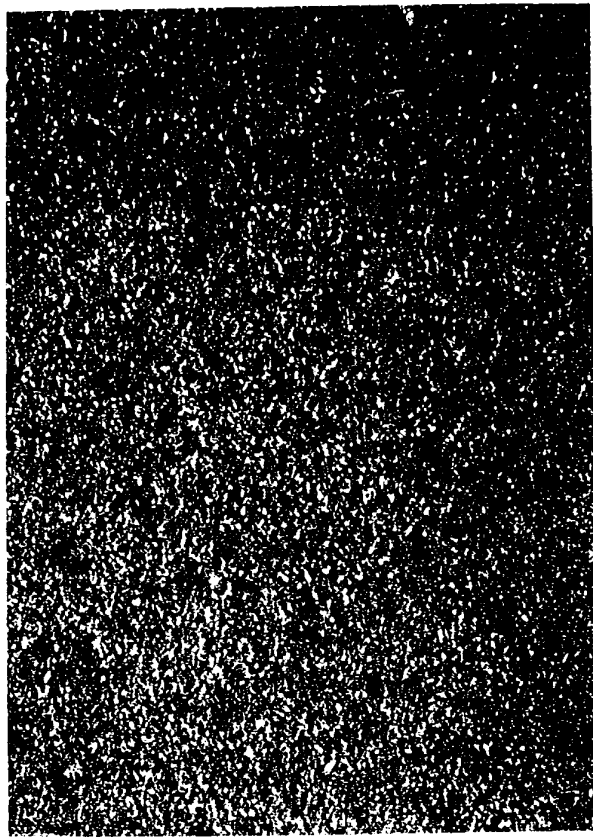


Fig. 8

Fig. 9

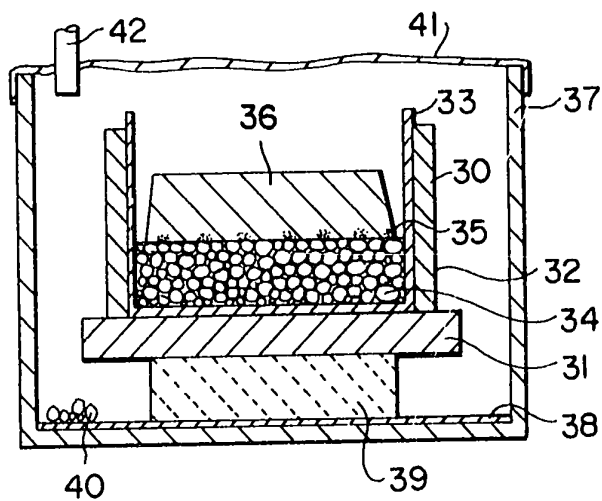
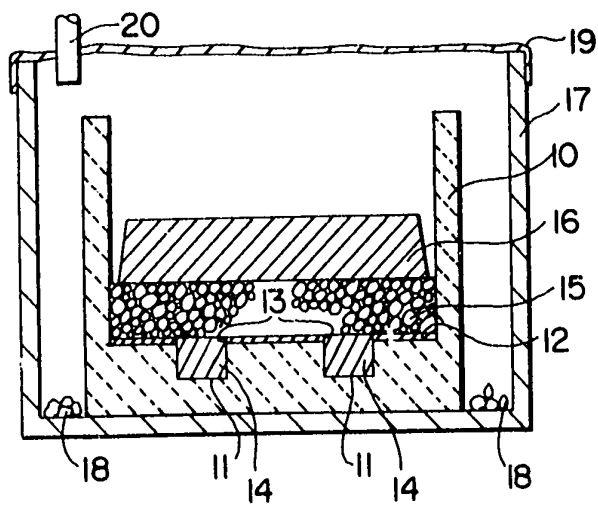


Fig. 10

Fig. 11

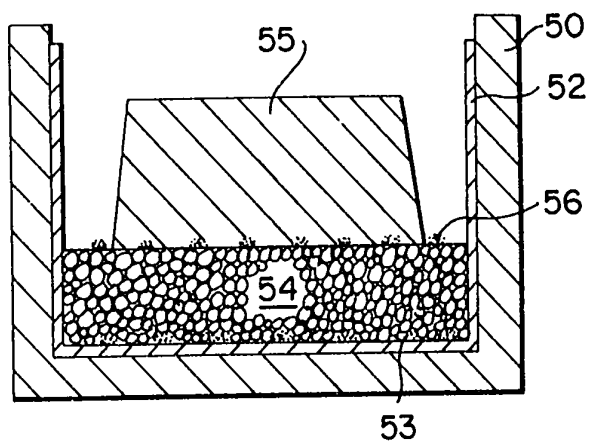


Fig. 12

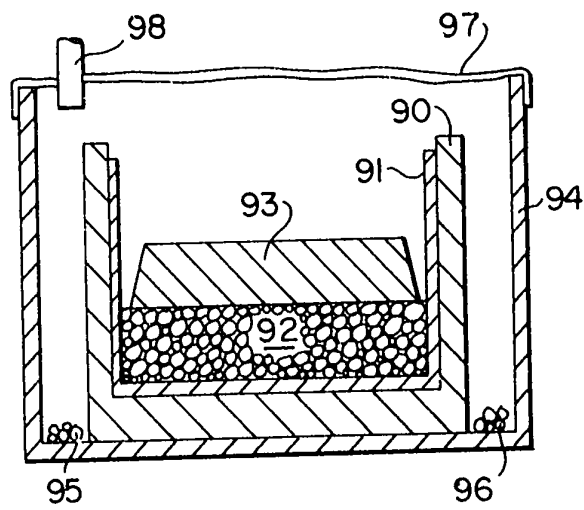
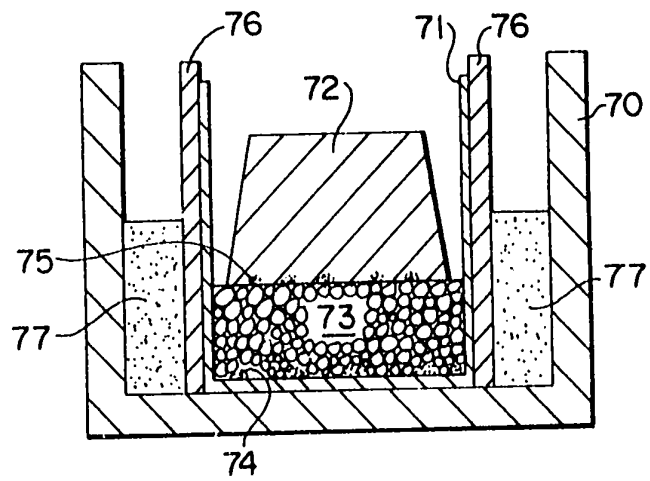
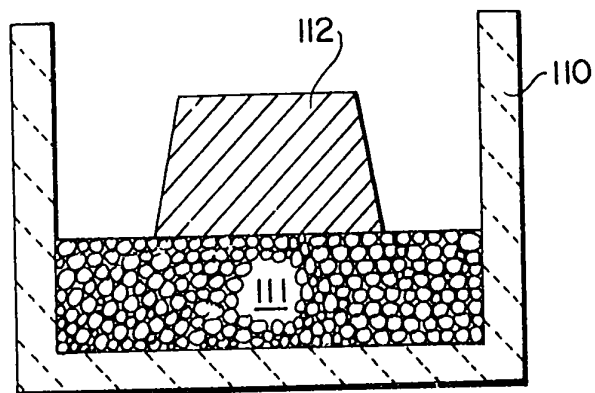


Fig. 13

Fig. 14



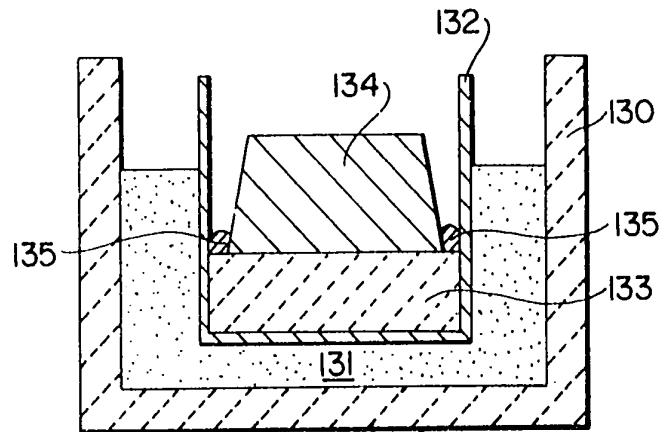


Fig. 15

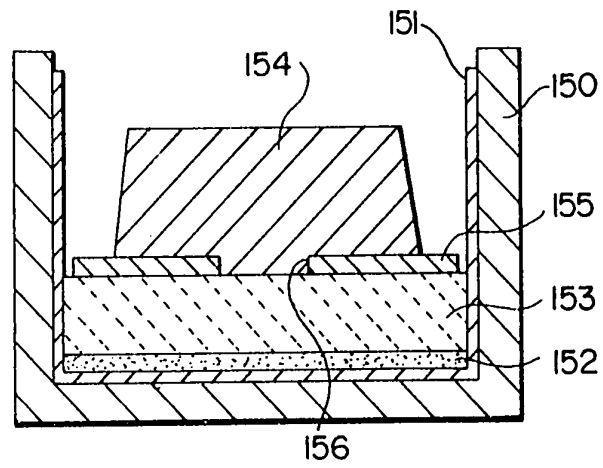


Fig. 16

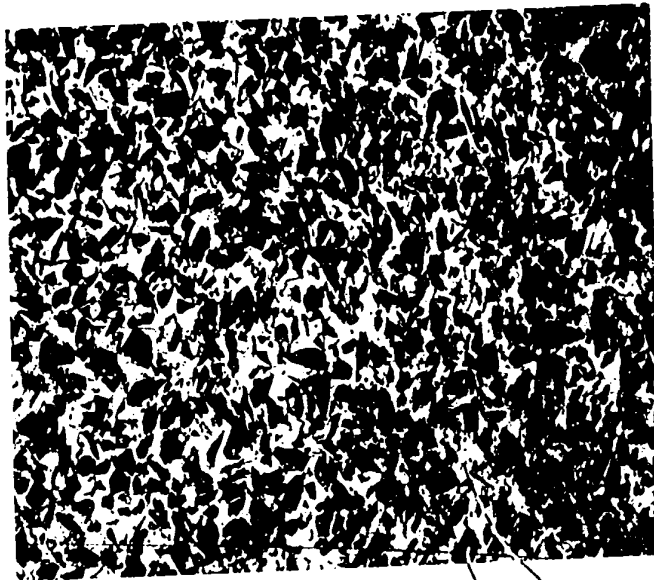


Fig. 17a

171

170

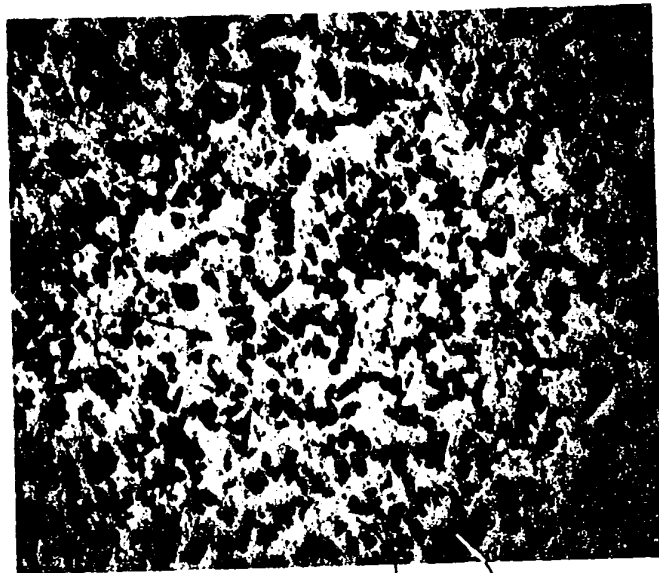
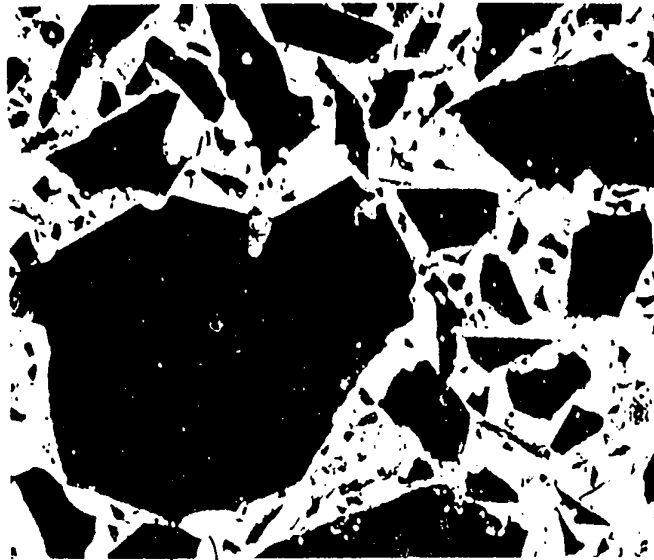


Fig. 17b

170

171



171 170

Fig. 17c

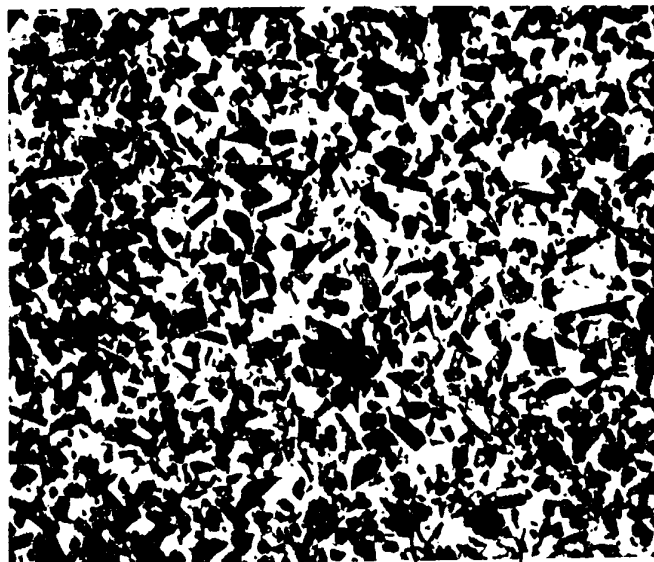


Fig. 17d

171 170

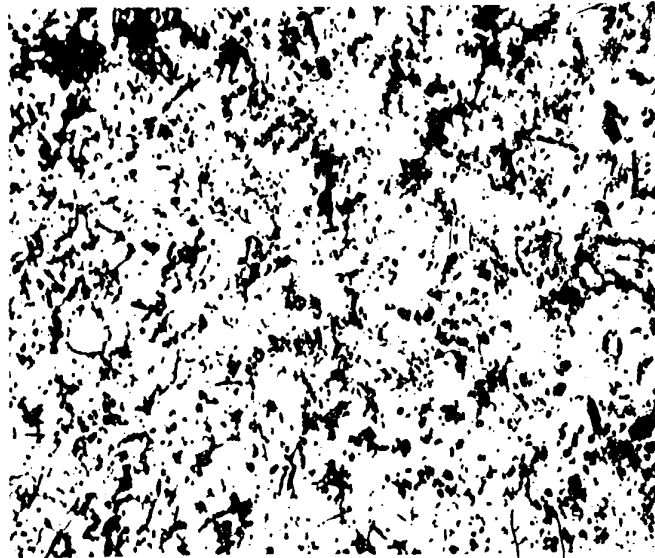


Fig. 17e

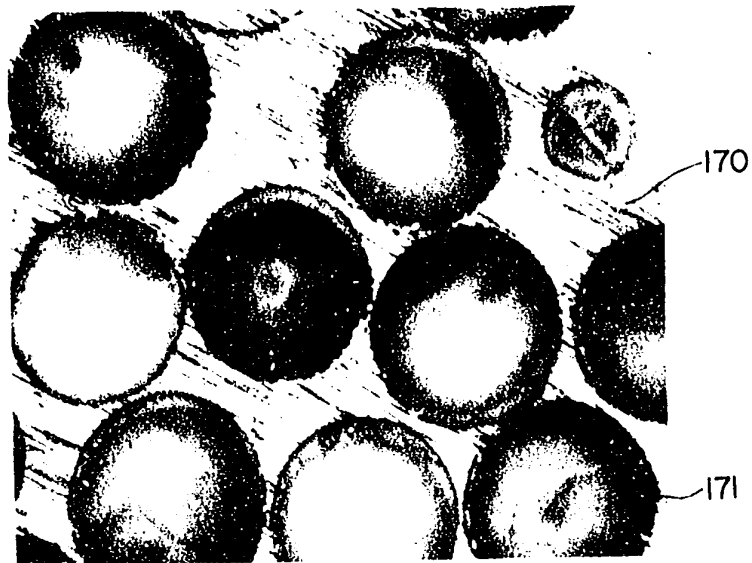


Fig. 17f

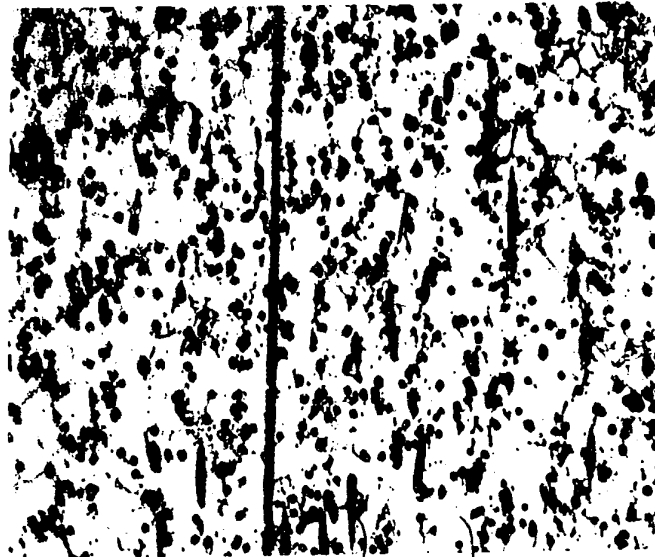


Fig. 17g

171

170



Fig. 17h

170

171



Fig. 17i

Fig. 18

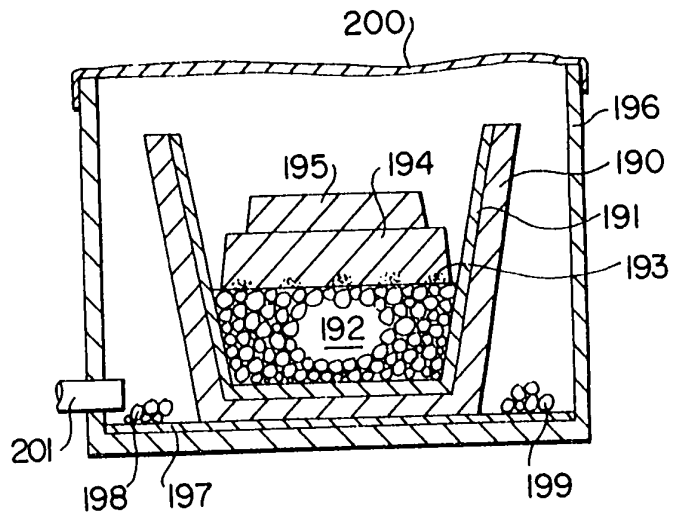


Fig. 19

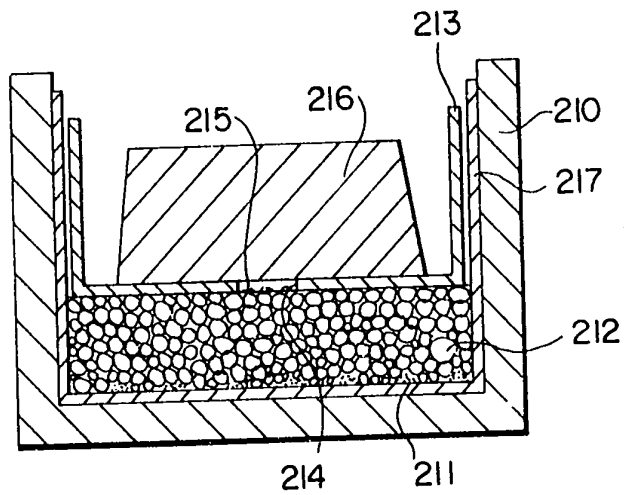
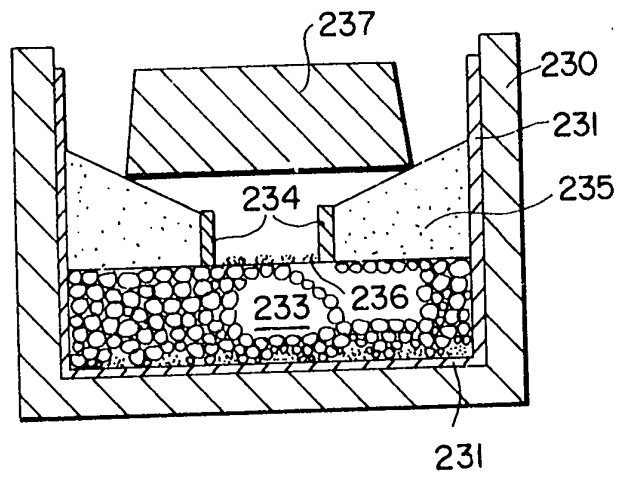


Fig. 20



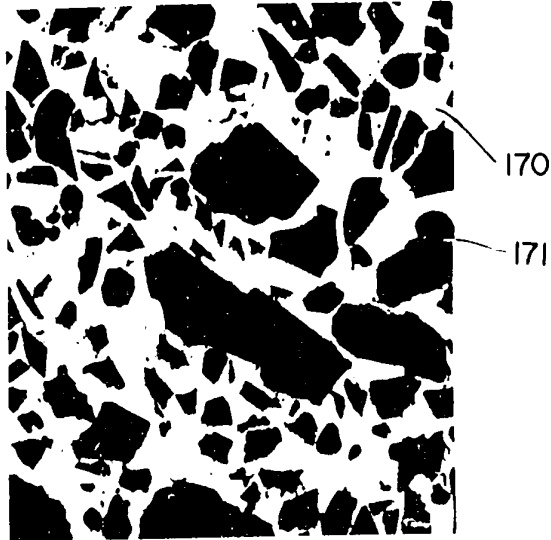


Fig. 21a

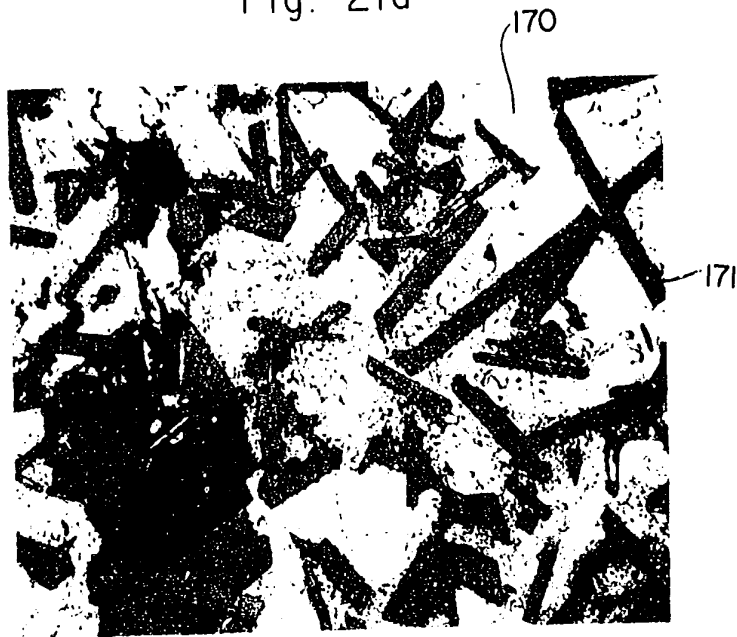


Fig. 21b

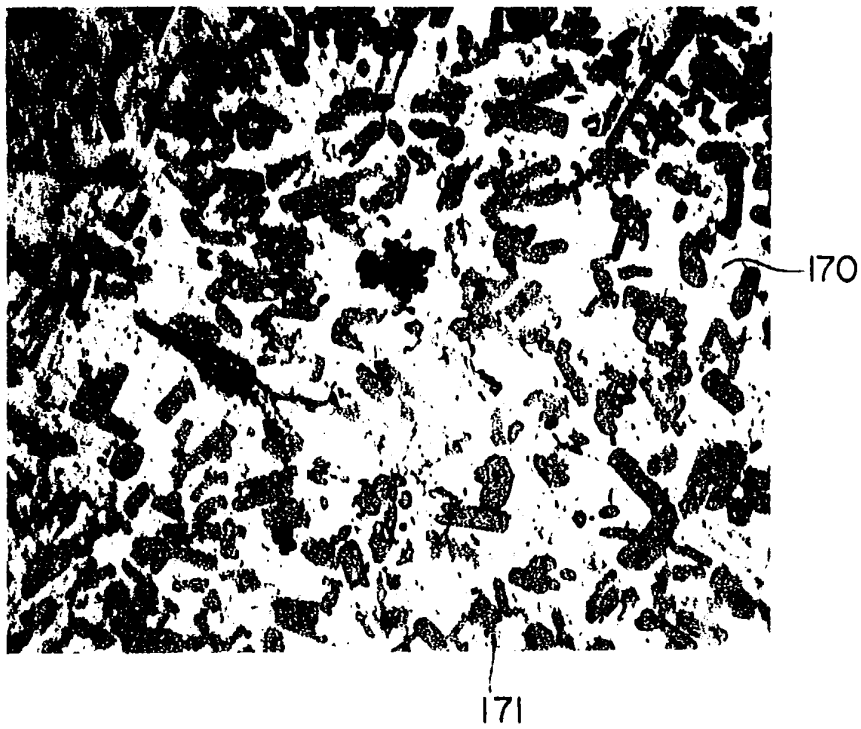


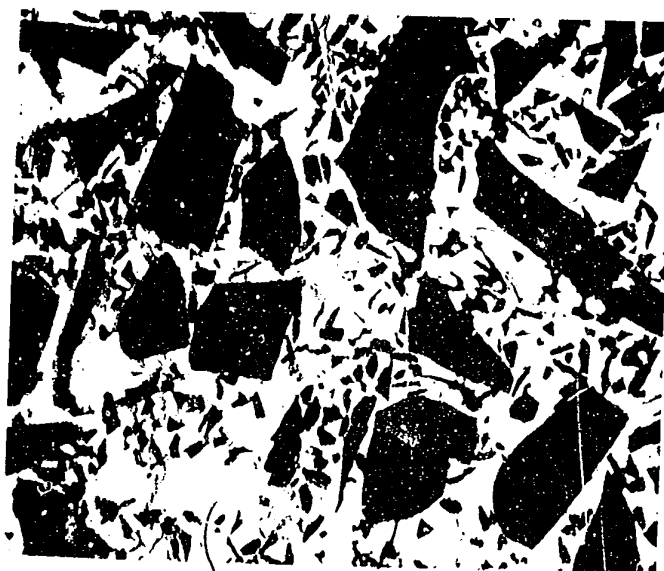
Fig. 21c



Fig. 22a

170

171



170

171

Fig. 22b

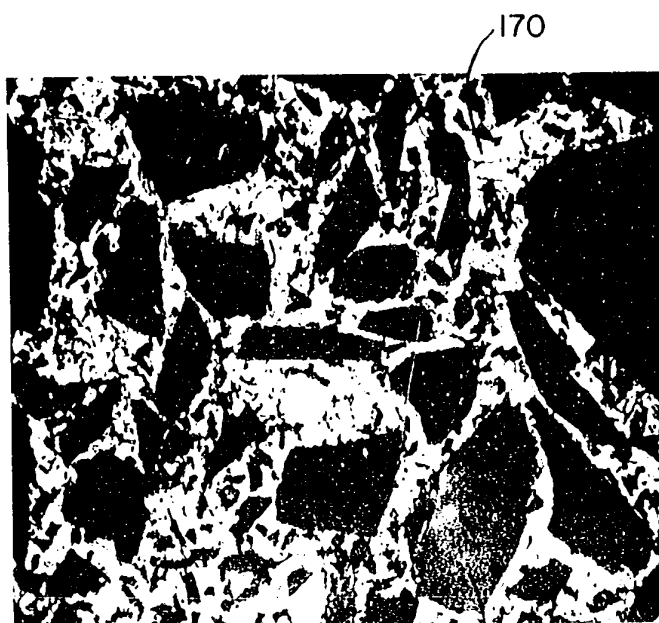


Fig. 22c



Fig. 22d

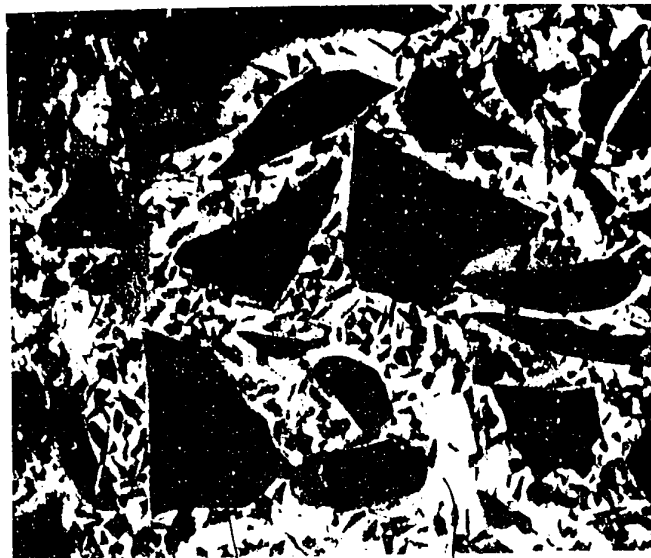


Fig. 22e 171 170



Fig. 22f 171 170

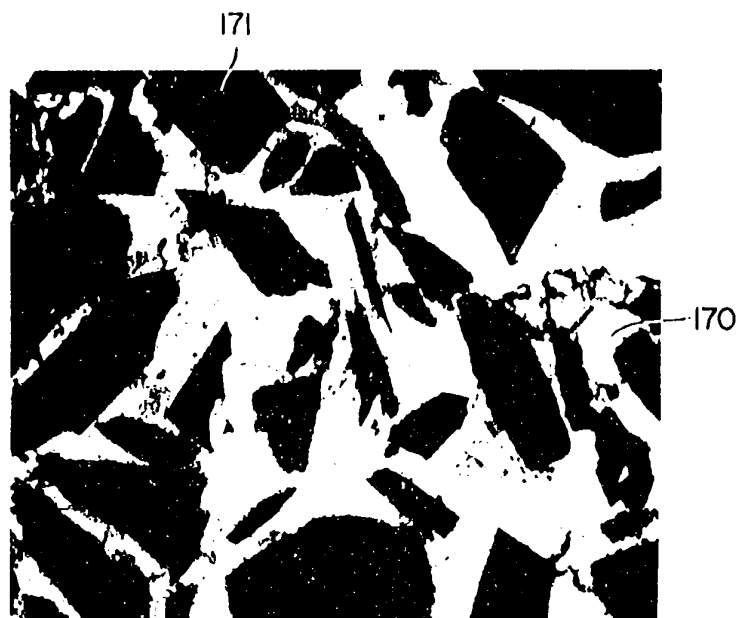


Fig. 22g

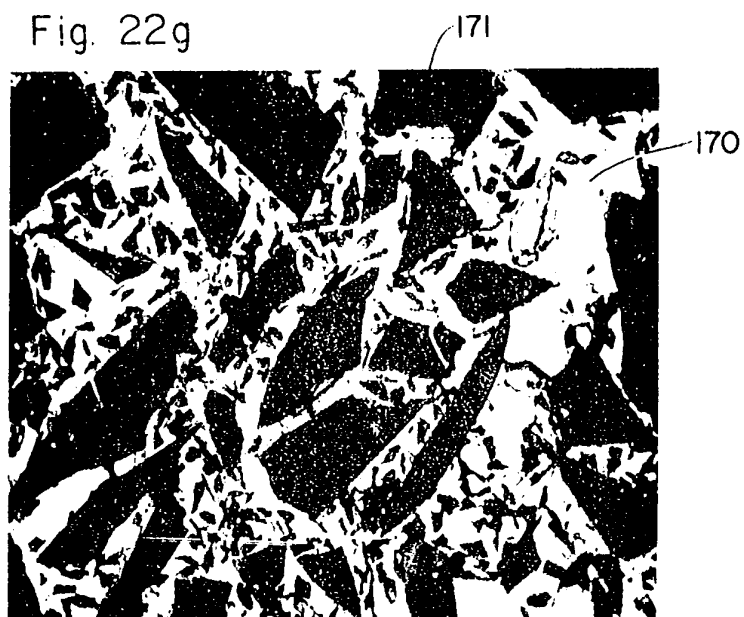


Fig. 22h

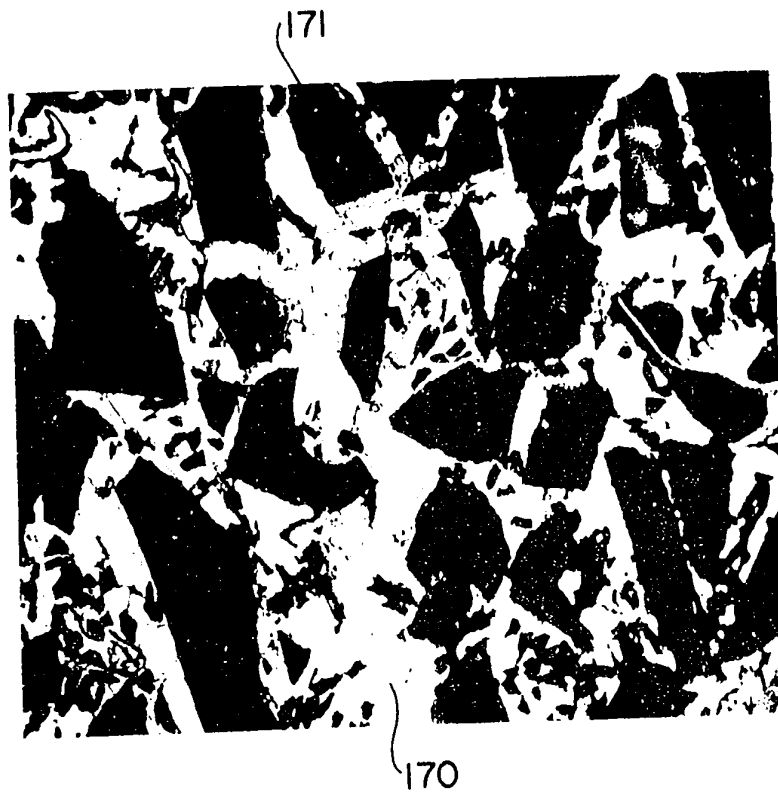


Fig. 22i

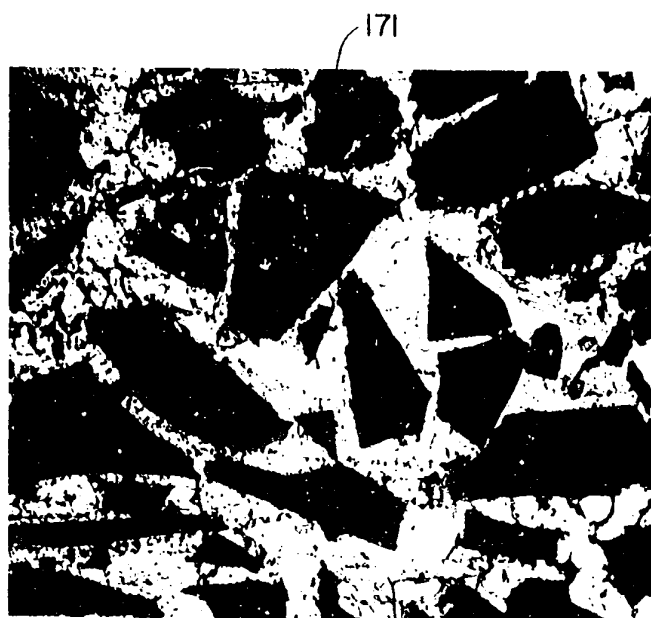


Fig. 22j

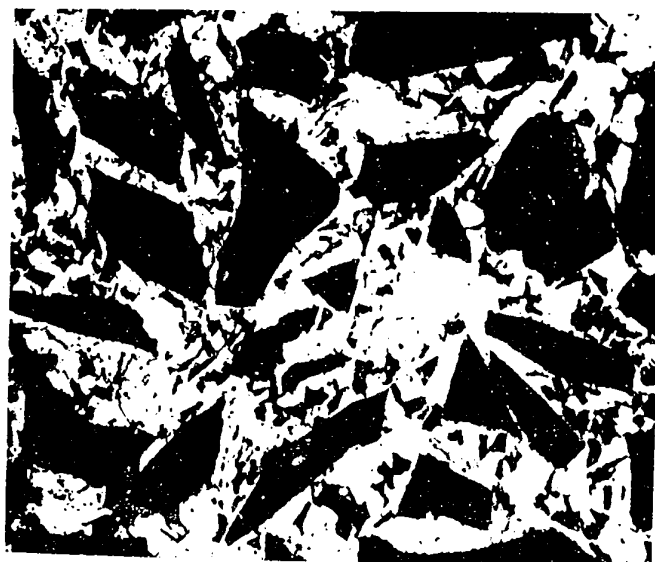


Fig. 22k



Fig. 22l



Fig. 22m

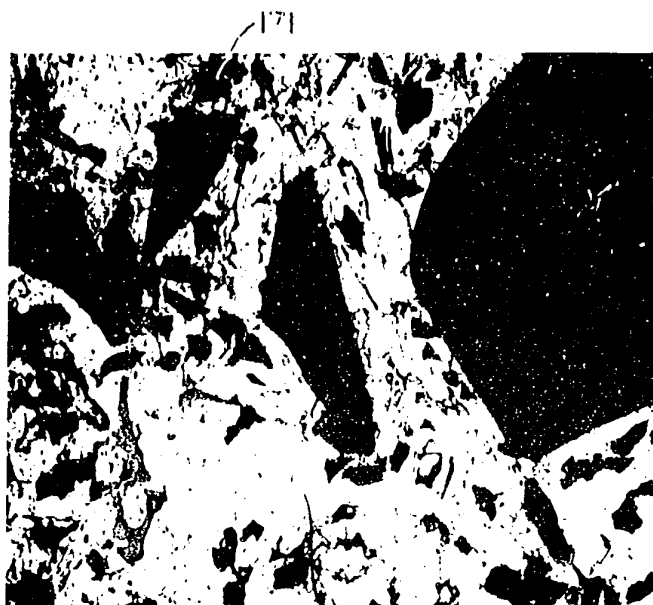


Fig. 22n

170

170

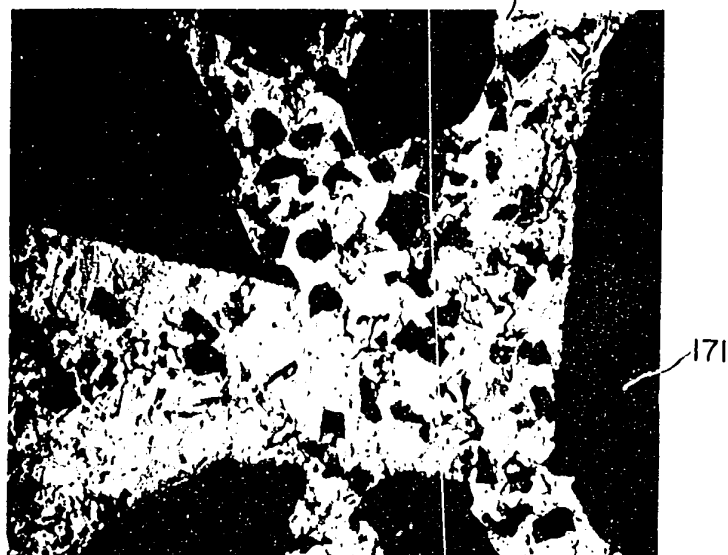
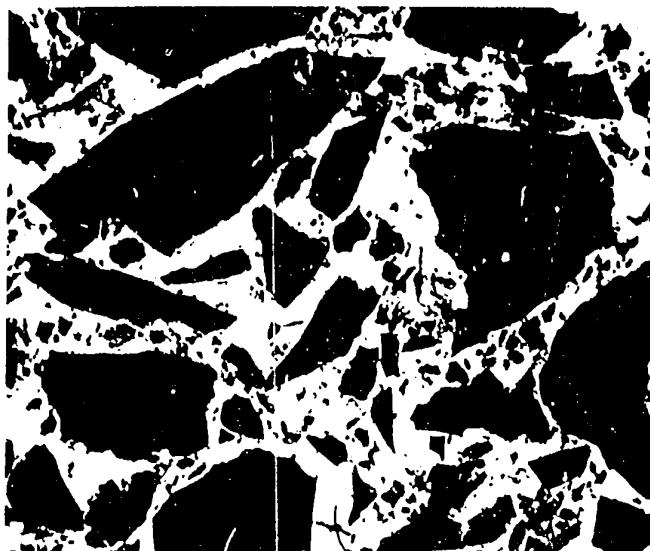


Fig. 22o



171 170
Fig. 23a

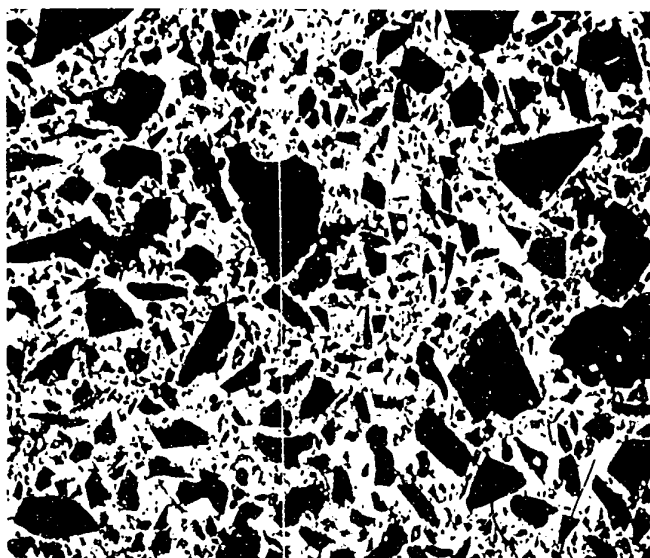


Fig. 23b 171 170

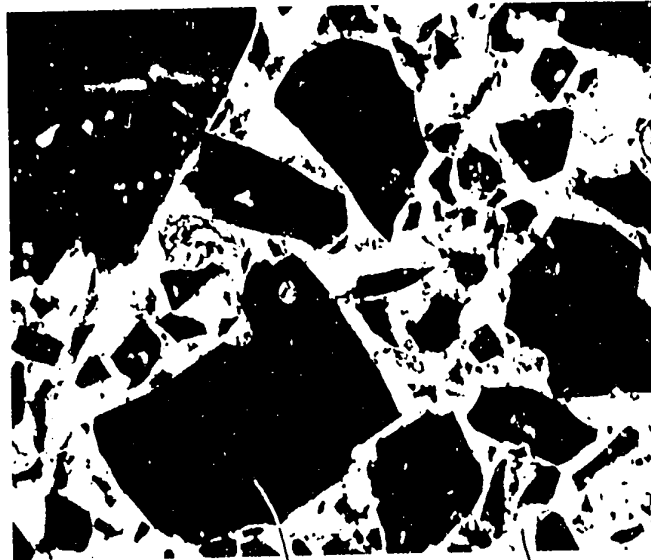


Fig. 23c

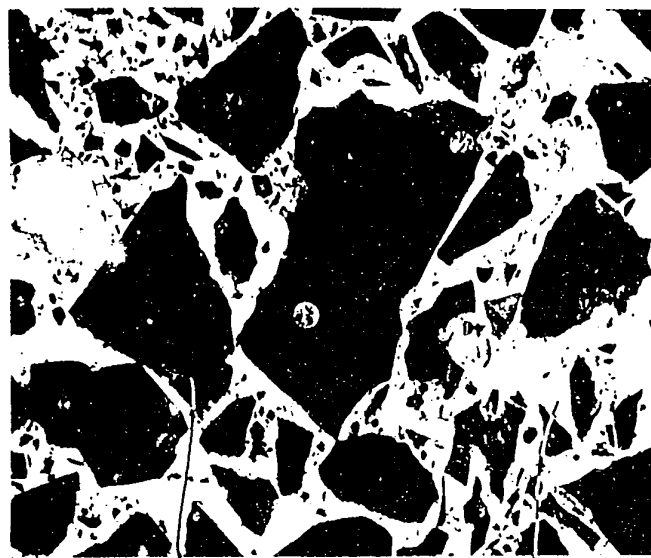


Fig. 23d

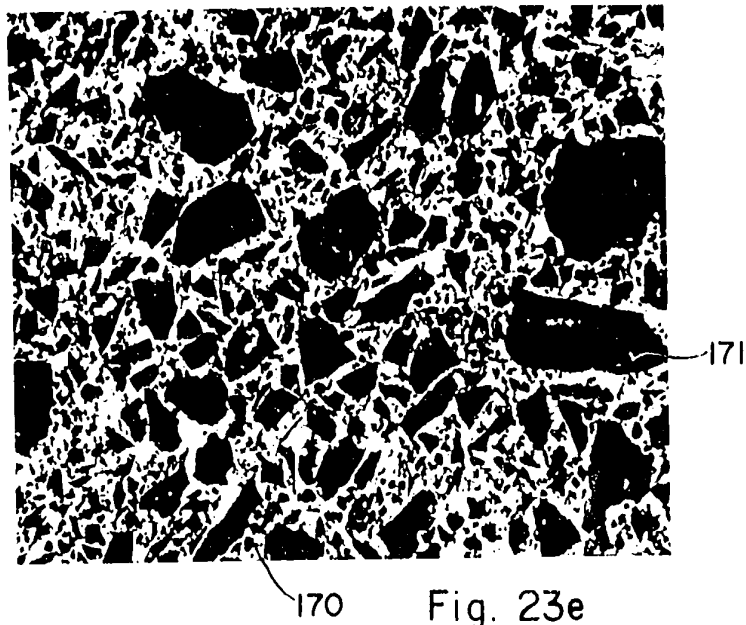


Fig. 23e

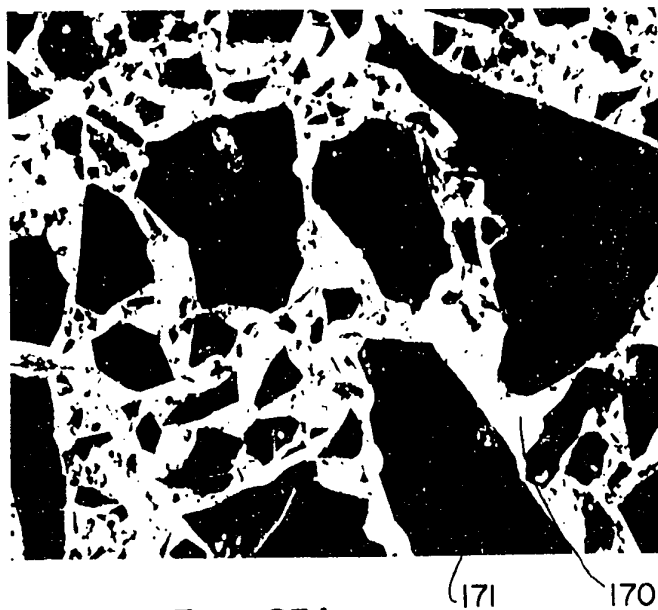


Fig. 23f

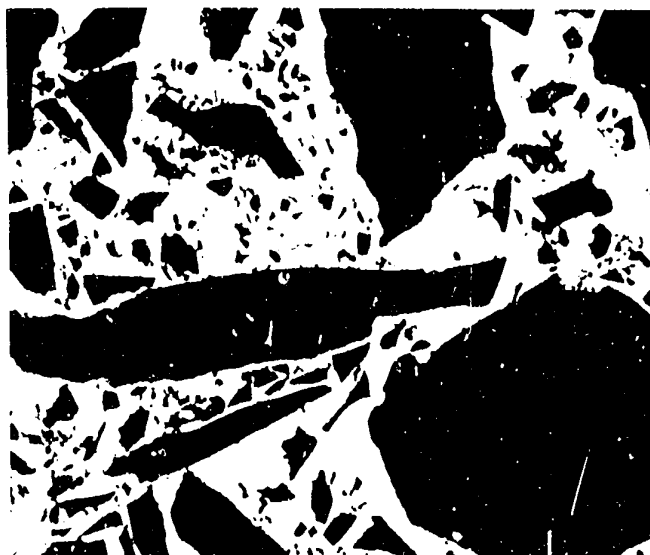


Fig. 23g

170

171

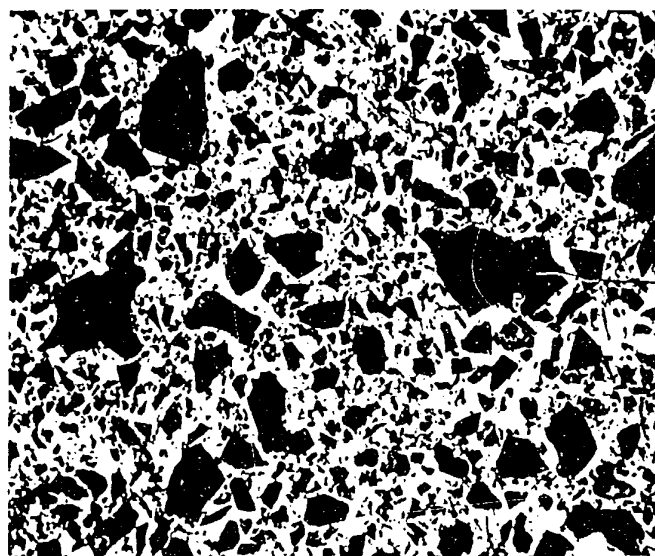


Fig. 23h

170

171

Fig. 24a

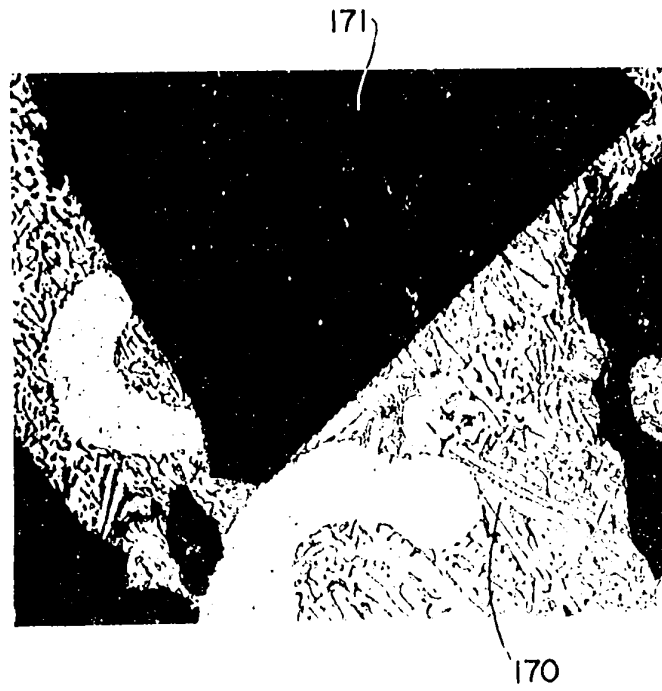
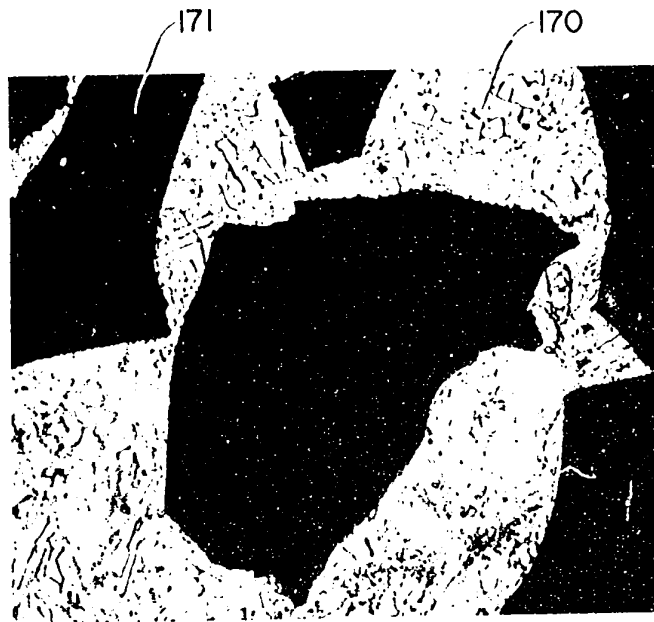


Fig. 24b



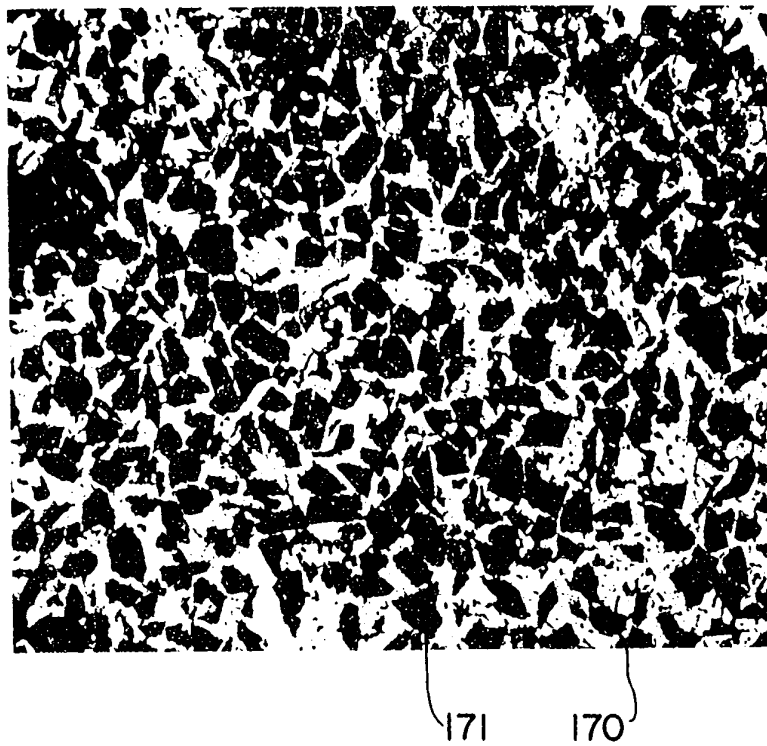


Fig. 24c

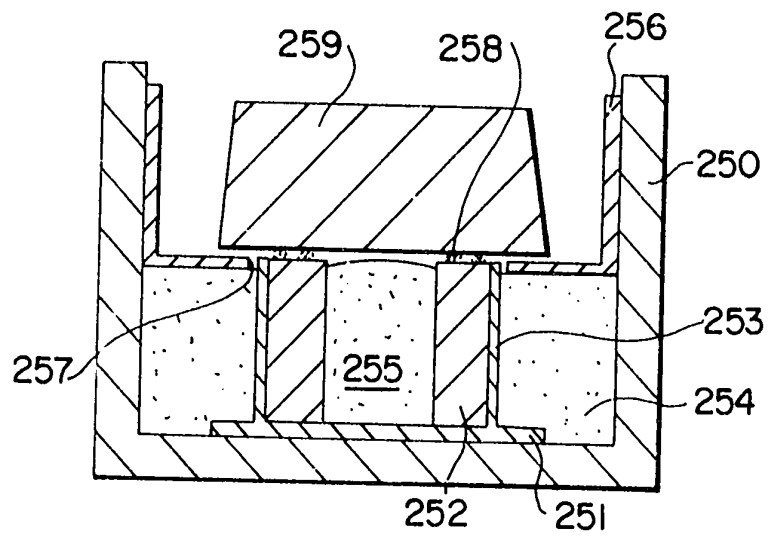


Fig. 25

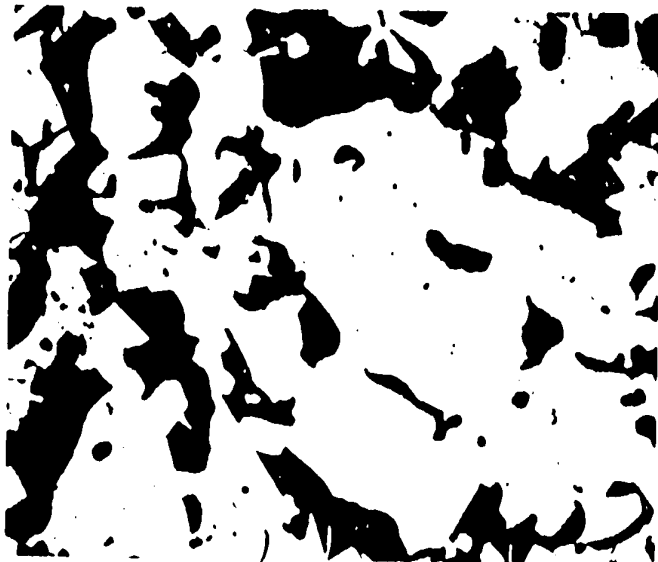


Fig. 26a

171

170

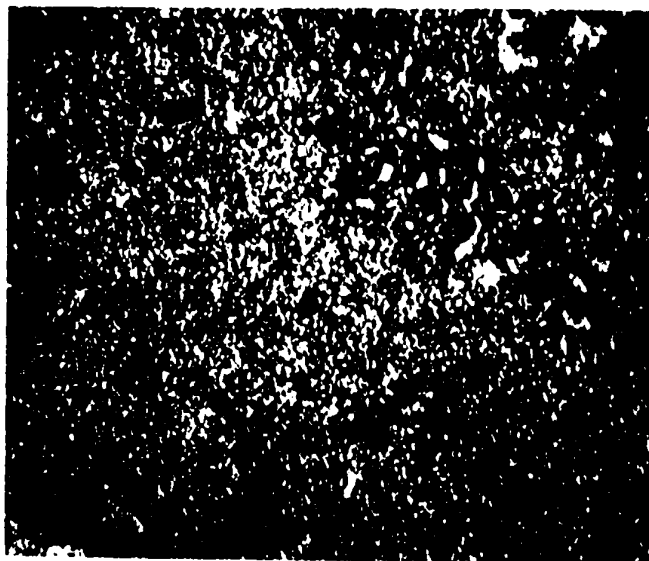


Fig. 26b

170

334421-6