



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) NO

(11) **177002**

(13) B

(51) Int Cl⁶ C 04 B 35/65

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr	873824	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	14.09.87	(85) Videreføringsdag	
(24) Løpedag	14.09.87	(30) Prioritet	16.09.86, US, 908123
(41) Alm. tilgj.	17.03.88		21.05.87, US, 52806
(44) Utlegningsdato	27.03.95		
(71) Patentsøker	Lanxide Technology Co LP, Tralee Industrial Park, Newark, DE 19711, US		
(72) Oppfinner	Marc S. Newkirk, Newark, DE, US		
	Danny R. White, New Castle, DE, US		
	Ratnesh K. Dwivedi, Wilmington, DE, US		
(74) Fullmektig	Curo AS, Lundamo		

(54) Benevnelse **Framgangsmåte for tilvirkning av keramiske kompositter**

(56) Anførte publikasjoner EP A 193292

(57) Sammendrag

En framgangsmåte for framstilling av en selvbærende keramisk kompositt omfatter framstilling av et polykrystallinsk materiale som oksidasjonreaksjonsproduktet av et basismetall og en gassformig oksidant, pulverisering av det resulterende materialet til en partikkelmasse, danning av en permeabel masse av denne partikkelmassen som fyllstoff, og infiltrering av partikkelmassen med et oksidasjonreaksjonsprodukt av et basismetall og en gassformig oksidant, for dermed å danne den keramiske kompositten.

Oppfinnelsen angår en framgangsmåte for framstilling av en selvbærende keramisk kompositt, som angitt i den innledende del av patentkrav 1. Nærmere bestemt angår oppfinnelsen en forbedring av framstillingsmåten for en keramisk kompositt-konstruksjon ved å "vokse" et polykrystallinsk materiale som består av et oksidasjonsreaksjonsprodukt, fra et basismetall til en permeabel masse av fyllstoff som består av pulveriserte partikler fra et polykrystallinsk materiale tidligere framstilt hovedsakelig ved den samme generiske prosessen.

Bakgrunn.

I løpet av de siste årene har det vært en økende interesse for å bytte ut metaller med keramer p.g.a. at keramer overgår metaller med hensyn til enkelte egenskaper. Det finnes imidlertid flere kjente begrensninger og vanskeligheter med en slik erstatning, som oppskaleringsallsidigheten, muligheten for å framstille komplekse former, tilfredsstillelse av egenskapskrav som er påkrevd for anvendelsene og kostnader. Mange av disse begrensningene eller vanskelighetene er blitt overvunnet gjennom oppfinnelsene som er beskrevet i patentene som det blir henvist til i det følgende avsnittet som beskriver hittil ukjente metoder for sikker framstilling av keramiske materialer, inkludert formede kompositter.

Følgende eldre patenter beskriver hittil ukjente framstillingsmåter for et selvbærende keramisk legeme ved oksidasjon av et basismetall som fører til dannelse av et polykrystallinsk oksidasjonsreaksjonsprodukt og etter valg, metalliske bestanddeler : NO patentsøknader (A) 851011, (B) 852900 og (C) 860362.

De fullstendige teknikkene som er kjent fra hver av de omtalte eldre søknadene er her tatt med som referanser.

Som forklart i disse patentsøknadene framstilles hittil ukjente polykrystallinske keramiske materialer eller polykrystallinske keramiske kompositt-materialer ved oksidasjonsreaksjonen mellom et basismetall og en gassformig oksidant, dvs. et fordampet eller normalt gassformig materiale, som f.eks. en oksiderende atmosfære. Metoden er generisk gitt i den ovennevnte patentsøknad (A). Ifølge denne generiske prosessen, varmes et basismetall, f.eks. aluminium, opp til en temperatur over dets smeltepunkt, men under smeltepunktet til oksidasjonsreaksjonsproduktet og danner en

- masse av smeltet basismetall som reagerer i kontakt med gassformig oksidant og danner oksidasjonsreaksjonsproduktet. Ved denne temperaturen er oksidasjonsreaksjonsproduktet, eller minst en del av det, i kontakt med og strekker seg ut mellom massen av smeltet basismetall og oksidanten, og smeltet metall blir
- 5 avløftet eller transportert gjennom det dannede oksidasjonsreaksjonsproduktet og mot oksidanten. Det transporterte smeltede metallet danner ytterligere oksidasjonsreaksjonsprodukt i kontakt med oksidanten på overflaten av tidligere dannet oksidasjonsreaksjonsprodukt. Ettersom prosessen fortsetter, transporteres mer metall gjennom denne dannelsen av polykrystallinsk oksidasjonsreaksjonsprodukt og vil
- 10 dermed kontinuerlig "vokse" en keramisk struktur av innbyrdes bundne krystallitter. Den resulterende keramiske massen kan inneholde metalliske bestanddeler, som uoksiderte bestanddeler fra basismetallet og/eller hulrom. I det tilfellet at oksidasjonsreaksjonsproduktet er et oksid, vil oksygen eller gassblandinger som inneholder oksygen (inkl. luft) være egnede oksidanter, hvor luft vanligvis
- 15 foretrekkes p.g.a. åpenbare økonomiske årsaker. Imidlertid benyttes oksidasjon i en vid betydning av ordet i alle patentsøknadene og i denne beskrivelsen, og henviser til tap eller deling av elektroner fra et metall til en oksidant som kan være et eller flere elementer og/eller forbindelser. Følgelig kan andre elementer enn oksygen, eller forbindelser, gjøre nytte som oksidant, som forklart nedenfor i nærmere detalj. I
- 20 enkelte tilfeller kan basismetallet behøve en tilstedeværelse av et eller flere dopemidler for å få en gunstig innvirkning på eller lette veksten av oksidasjonsreaksjonsproduktet, og dopemidlene tilsettes som legerende bestanddeler i basismetallet. F.eks. i tilfellet hvor aluminium er basismetallet og luft oksidanten, legeres dopemidler som magnesium og silisium, for å nevne to av en større gruppe
- 25 dopemidler, med aluminium og benyttes som basismetall. Det resulterende oksidasjonsreaksjonsproduktet består av alumina, typisk α -alumina.

- Den ovennevnte patentsøknad (B) gir en videre utvikling basert på oppdagelsen av at hensiktsmessige vekst-betingelser som beskrevet ovenfor, for basismetaller som behøver dopemidler, kan oppfylles ved å påføre et eller flere dopemidler på
- 30 overflaten(e) av basismetallet, for slik å unngå nødvendigheten av å legerer basismetallet med dopemidler, f.eks. metaller som magnesium, sink og silisium, i det tilfellet hvor aluminium er basismetall og luft er oksidant. Med denne forbedringen

er det mulig å benytte kommersielt tilgjengelige metaller og legeringer som ellers ikke ville inneholde eller ha hensiktsmessige dopede sammensetninger. Denne oppdagelsen er fordelaktig også p.g.a. at keramisk vekst kan oppnås i et eller flere utvalgte områder av basismetallets overflate istedenfor over det hele, for dermed å

5 kunne benytte prosessen mer effektivt, f.eks. ved å dope bare en overflate, eller bare en del av en overflate av et basismetall.

Hittil ukjente keramiske kompositt-konstruksjoner og framstillingsmåter for disse er beskrevet i den ovennevnte patentsøknad (C) som benytter oksidasjonsreaksjonen for framstilling av keramiske kompositt-konstruksjoner som omfatter et hovedsakelig

10 ureaktivt fyllstoff infiltrert av den polykrystallinske keramiske matrisen. Et basismetall som plasseres inntil en masse av permeabelt fyllstoff varmes opp til å danne en masse av smeltet basismetall som reagerer med en gassformig oksidant, som beskrevet ovenfor, og danner et oksidasjonsreaksjonsprodukt. Ettersom oksidasjonsreaksjonsproduktet vokser og infiltrerer det tilstøtende fyllstoffet, avløftes

15 smeltet basismetall gjennom tidligere dannet oksidasjonsreaksjonsprodukt, inn i fyllstoffmassen og reagerer med oksidanten til og danner ytterligere oksidasjonsreaksjonsprodukt på overflaten av tidligere dannet produkt, som beskrevet ovenfor. Den resulterende veksten av oksidasjonsreaksjonsprodukt infiltrerer eller omslutter fyllstoffet og resulterer i dannelsen av en keramisk kompositt-struktur av en

20 polykrystallinsk keramisk matrise som omslutter fyllstoffet.

Slik beskriver de tidligere omtalte eldre patentsøknadene framstillingen av oksidasjonsreaksjonsprodukter som gjerne vokser til ønskede størrelser og tykkelser som hittil har vært antatt vanskelig, om ikke umulig, å oppnå med konvensjonelle keramiske behandlingsteknikker.

25

Formål.

Formålet med den foreliggende oppfinnelsen er å anviser en forbedret framgangsmåte til bruk i framstillingen av keramiske komposittprodukter.

30 Oppfinnelsen.

Oppfinnelsen er angitt i den karakteriserende del av patentkrav 1. Ytterligere fordelaktige trekk framgår av de uselvstendige kravene.

Denne oppfinnelsen angår en forbedret framgangsmåte for framstilling av en polykrystallinsk keramisk kompositt ved å infiltrere en permeabel masse eller seng av fyllstoff med en keramisk matrise som består av et polykrystallinsk oksidasjonsreaksjonsprodukt vokst ved oksidasjonen av et smeltet basismetall ifølge de ovenfor

5 omtalte eldre patentsøknadene. Fyllstoffet består av en pulverisert versjon av polykrystallinsk materiale også framstilt ifølge de tidligere omtalte patentsøknadene. Bruk av et fyllstoff som er et hovedsakelig replikat (men ikke nødvendigvis et eksakt replikat) av det keramiske materialet som tidligere ble laget til komposittproduktet ved hovedsakelig den samme prosessen sørger for økt kinetikk og forbedret

10 morfologi, som beskrevet nedenfor i nærmere detalj.

Ved utførelsen av denne oppfinnelsen, varmes et basismetall opp i nærvær av en gassformig oksidant og danner en masse av smeltet metall som er i kontakt med en seng av permeabelt fyllstoff. Oksidasjonsreaksjonsproduktet dannes ettersom smeltet metall er i kontakt med oksidanten, og prosessbetingelsene opprettholdes for

15 progressivt å avløfte smeltet metall gjennom det dannede oksidasjonsreaksjonsproduktet og mot oksidanten for kontinuerlig å danne oksidasjonsreaksjonsprodukt på fasegrenseflaten mellom oksidanten og tidligere dannet oksidasjonsreaksjonsprodukt.

Oppvarmingen utføres ved temperaturer over basismetallets smeltepunkt, men

20 under smeltetemperaturen til oksidasjonsreaksjonsproduktet, og oppvarmingen fortsetter i en tid tilstrekkelig til å danne en polykrystallinsk keramisk masse av den ønskede størrelse. Massen kan omfatte et eller flere metalliske bestanddeler som uoksidert basismetall, eller hulrom eller begge deler.

Forbedringen som denne oppfinnelsen medfører baserer seg på oppdagelsen av at

25 en selvbærende keramisk kompositt kan oppnås ved å benytte et pulverisert replikat eller form av det polykrystallinske materialet som fyllstoff, framstilt ifølge oksidasjonsreaksjonsprosessen beskrevet herunder, og mere detaljert i de eldre patentsøknadene. Det polykrystallinske materialet knuses, pulveriseres eller lignende, og en masse av det resulterende fyllstoffet, fortrinnsvis formet som en permeabel

30 forform, plasseres inntil et andre legeme av basismetallet og den resulterende sammenstilling er gjenstand for oksidasjonsreaksjonsprosessen. Denne reaksjonsprosessen fortsetter i en tid tilstrekkelig til å infiltrere minst en del av

fyllstoffbunnen med det polykrystallinske oksidasjonsreaksjonsproduktet dannet fra det andre basismetallet slik at en keramisk kompositt-konstruksjon av de ønskede dimensjoner kan oppnås.

Mer eksakt plasseres eller orienteres et annet basismetall relativt til den permeable massen av fyllstoff, slik at dannelsen av oksidasjonsreaksjonsproduktet fra det andre basismetallet vil finne sted i en retning mot og inn i fyllstoffmassen. Veksten av oksidasjonsreaksjonsprodukt infiltrerer eller omslutter fyllstoffet, for dermed å danne den ønskede keramiske komposittkonstruksjonen. Fyllstoffet kan være en løs eller bundet struktur karakterisert av mellomrom, åpninger eller mellomliggende ledige plasser, og sengen eller massen er permeabel overfor den gassformige oksidanten og for veksten av oksidasjons-reaksjonsproduktet. Som brukt her og i kravene, er "fyllstoff" ment å bety enten en homogen sammensetning eller en heterogen sammensetning som består av to eller flere stoffer. Slik at fyllstoffet kan være tilsatt ett eller flere fyllstoffer i tillegg, som kan framstilles ved konvensjonelle metoder. Enda videre kan basismetallene og oksidantene benyttet i prosessen for å skaffe til veie replikat-fyllstoffet, hovedsakelig være det samme eller forskjellig i sammensetning fra det som blir benyttet ved framstilling av det endelige komposittproduktet.

Oksidasjonsreaksjonsproduktet vokser inn i fyllstoffet uten nedbryting eller forskyving av bestanddeler i fyllstoffet som et resultat av at en relativt tett keramisk komposittkonstruksjon er dannet uten bruk av høye temperaturer og høye trykk. Dessuten reduserer eller fjerner denne prosessen behovet for kjemisk og fysikalsk kompatibilitet, betingelser som generelt er nødvendige når vibrasjons-sintringsteknikker anvendes i framstillingen av keramiske kompositter.

De keramiske komposittene som framstilles ifølge denne oppfinnelsen framviser svært ønskelige elektriske, termiske, slitasje- og konstruksjonsmessige egenskaper og om nødvendig kan de maskinbearbeides, poleres, slipes eller lignende for å frambringe produkter som har en rekke industrielle anvendelser.

Som brukt i denne beskrivelsen og i de vedlagte kravene, vil følgende uttrykk ha følgende betydning:

"Keramisk" skal ikke urettmessig tolkes til å være begrenset til et keramisk legeme i klassisk forstand, dvs. i den forstand at det kun består av ikke-metalliske og

uorganiske bestanddeler, men viser heller til et legeme som er dominerende keramisk med hensyn til enten sammensetning eller dominerende egenskaper, selv om legemet kan inneholde mindre eller vesentlige mengder av et eller flere metalliske bestanddeler avledet fra basismetallet, eller redusert fra oksidanten eller et

- 5 dopemiddel, mest typisk i området fra 1-40 vol%, men det kan inneholde enda mer metall.

Med "oksidasjonsreaksjonsprodukt" forstås et eller flere metaller i en hvilken som helst oksidert tilstand hvor metallet (metallene) har avgitt elektroner til, eller delt elektroner med et annet element, en forbindelse eller en kombinasjon av disse.

- 10 Følgelig omfatter "oksidasjonsreaksjonsprodukt" ved denne definisjonen produktet av reaksjonen av ett eller flere metaller og en oksidant som oksygen, nitrogen, et halogen, svovel, fosfor, arsen, karbon, bor, selen, tellur og forbindelser og kombinasjoner av disse, som omfatter f.eks. metan, oksygen, etan, propan, acetylen, etylen, propylen og blandinger som luft, H_2/H_2O og CO/CO_2 , de siste to (dvs.
- 15 H_2/H_2O og CO/CO_2) nyttige ved reduksjon av oksygenaktiviteten i omgivelsene.

"Oksidant", "gassformig oksidant" eller lignende, som identifiserer oksidanten som inneholder eller består av en spesiell gass eller damp, betyr en oksidant hvor den identifiserte gass eller damp er det eneste eller dominerende eller i det minste et betydelig oksidasjonsmiddel for basismetallet ved betingelsene oppnådd i de

- 20 oksiderende omgivelsene. F.eks., selv om hovedbestanddelen av luft er nitrogen, så vil oksygenet være det eneste oksidasjonsmiddel for basismetallet, pga. at oksygen er en betydelig sterkere oksidant enn nitrogen. Luft faller derfor innenfor definisjonen av en "oksygenholdig-gass"-oksidant men ikke innenfor definisjonen av en "nitrogenholdig-gass"-oksidant slik disse uttrykkene brukes her og i patentkravene.

- 25 Et eksempel på en "nitrogenholdig-gass"-oksidant slik den brukes her og i patentkravene er "dannelsesgass" som typisk inneholder ca. 94 vol% nitrogen og ca. 4 vol% hydrogen

"Basismetall" refererer til det metall, f.eks. aluminium, som danner utgangspunktet for det polykrystalinske oksidasjonsreaksjonsproduktet, og omfatter

- 30 det metallet som et relativt rent metall, et kommersielt tilgjengelig metall med urenheter og/eller legerings-bestanddeler, eller en legering hvor dette metallet er hovedstrukturelementet; og når et spesifisert metall er angitt som basismetallet, f.eks.

aluminium, skal identifikasjonen av metallet leses med denne definisjonen i minne, hvis ikke annet er gitt ut fra sammenhengen.

Kort beskrivelse av figurene.

5 Fig. 1A og 1B er fotografier som viser den eksterne vekst-morfologien av prøver oppnådd ved å oksidere et basismetall av aluminium legering 380.1 inn i pulversenger av, i tilfellet fig. 1A, et vokst og knust alumina-materiale og, i tilfellet fig.1B, et kalsinert alumina-materiale.

Fig. 2A og 2B er fotografier som viser den eksterne vekst-morfologien av prøver
10 oppnådd ved å oksidere et basismetall av 99.7% rent aluminium inn i pulversenger av, i tilfellet fig. 2A, et vokst og knust alumina-materiale og, i tilfellet fig. 2B, et smeltet alumina-materiale.

Ifølge denne oppfinnelsen for framstilling av selvbærende keramiske kompositter,
15 varmes et basismetall opp til en flytende tilstand i nærvær av en gassformig oksidant og danner et oksidasjonsreaksjonsprodukt som infiltrerer en seng eller masse av fyllstoff. Fyllstoffet som er benyttet består av pulveriserte partikler av det polykrystallinske materialet tidligere framstilt hovedsakelig ved den samme prosessen. Dette fyllstoffet framviser en likhet med oksidasjonsreaksjonsproduktet
20 som har vokst i løpet av framstillingsprosessen av det endelige kompositte produktet, som åpenbart kan tilskrives en likhet mellom like substanser ved prosess-betingelsene; dvs. det er en åpenbar likhet ved det å vokse reaksjonsproduktet inn i dets replikat. P.g.a. denne likheten, er det observert økt vekst-kinetikk, og som en følge av dette foregår veksten ved en noe høyere hastighet relativt til hovedsakelig
25 den samme prosessen ved ikke å bruke replikat-fyllstoff. I tillegg er det observert en forbedring i morfologien, som bidrar til den høye kvalitetsreplikasjonen av et basismetall-mønster av det keramiske legemet, som illustreres fullt ut i eksemplene som følger, og gitt i NO patentsøknad 870312 (publisert etter foreliggende søknads prioritetsdato).

30 En faktor som synes å bidra til disse forbedrede karakteristikene er tilstedeværelsen av et dopemiddel nært forbundet med fyllstoffet. F.eks. når alumina dannes som oksidasjonsreaksjonsprodukt ved oksidasjonsreaksjonen av aluminium i

- luft, brukes typisk et dopemiddel i forbindelse eller i kombinasjon med basismetallet aluminium. Dopemidlet eller en del av det, behøver ikke å forbrukes i reaksjonssystemet, og kan derfor bli dispergert gjennom deler av eller alt det polykrystallinske materialet. I et slikt tilfelle, kan dopemidlet bli konsentrert på den
- 5 opprinnelige overflaten eller den ytre overflaten av det polykrystallinske materialet, eller det kan bli nært bundet med mikrostrukturen til oksidasjonsreaksjonsproduktet, eller det kan legeres med den metalliske komponenten til det polykrystallinske materialet. Når det polykrystallinske materialet pulveriseres for bruk som fyllstoff, tjener nå dette dopemidlet, iblandet som en del av fyllstoffet, som et nyttig
- 10 dopemiddel i framstillingen av det endelige kompositt produktet. F.eks. er silisium et nyttig dopemiddel for oksidasjonsreaksjonen av aluminium i luft, og en betydelig prosentdel av silisium vil legeres med metallfasen av det polykrystallinske materialet. Når det blir brukt som fyllstoff, inneholder dette polykrystallinske materialet et innebygd dopemiddel til bruk i framstillingen av en alumina-kompositt.
- 15 Det keramiske legemet framstilt som fyllstoffkilden til det endelige kompositt-produktet pulveriseres til den ønskede størrelsen som ved slagmaling, valsing, konknusing eller andre konvensjonelle teknikker, i stor grad avhengig av den ønskede partikkelstørrelsen og sammensetningen av det polykrystallinske materialet. Det knuste eller malte keramiske materialet sorteres etter størrelsen og gjenvinnes for
- 20 bruk som fyllstoff. Det kan være ønskelig først å knuse det keramiske legemet i store stykker på ca. 0.6 cm til 1.3 cm med en kjefttygger, hammermølle, etc. og så til finere partikler på 0.3 mm (maskevidde 50 mesh) eller finere som ved slagmaling. Partikkelmassen kan siktes for å oppnå fraksjoner av ønsket størrelse. Passende fyllstoffer kan variere i størrelse fra 0.1 mm til 0.03 mm (maskevidde 100 til 500
- 25 mesh) eller finere avhengig av den keramiske kompositten som skal lages og av dens endelige bruk.
- Som forklart ovenfor, kan det polykrystallinske materialet som dannes, inneholde metalliske komponenter som uoksidert basismetall. Mengden av metall kan variere over et vidt område fra 1 til 40 vol% og noen ganger større, i stor grad avhengig av
- 30 forbruk av basismetallet som benyttes i prosessen. Det kan være ønskelig å separere minst noe av metallet, spesielt de store delene, fra oksidasjonsreaksjonsproduktet før materialet brukes som fyllstoff. Denne separasjonen kan det være gunstig å utføre

etter at det polykrystallinske materialet har blitt knust eller malt. Oksidasjonsreaksjonsproduktet er vanligvis lettere å brette enn metallet, og det kan derfor være mulig i noen tilfeller å delvis separere de to strukturelementene ved pulverisering og sikting.

- 5 Eventuelt uoksidert basismetall tilstede i fyllstoffet vil også være i partikkel-form, og når det blir benyttet i dannelsen av et endelig produkt vil det undergå en oksidasjonsreaksjon som etterlater hulrom i den keramiske matrisen som svarer til metallpartiklene i størrelse. Slike hulrom som er fordelt gjennom den keramiske matrisen kan, eller behøver ikke å være ønskelige avhengig av egenskapene som
- 10 søkes for kompositten og dens anvendelse. Hvis en høy volumprosent av hulrom er ønskelig for sluttproduktet, slik som for å øke den termiske isolasjonen av kompositten, kan det være fordelaktig å benytte fyllstoff som inneholder en vesentlig mengde av uoksidert basismetall. Denne innebygde porøsiteten kan begrenses til en del av kompositten ved å danne en lagvis bunn av fyllstoff som består av (1) fyllstoff
- 15 med en partikkelmasse av basismetall og (2) det relativt rene fyllstoff (metall fjernet) eller fyllstoff fra en annen kilde.

- Det kan observeres at ifølge denne oppfinnelsen kan basismetallet som benyttes i framstillingen av fyllstoffet, være hovedsakelig det samme eller forskjellig fra basismetallet benyttet ved framstillingen av det endelige keramiske kompositt-
- 20 produktet. Dette kan være ønskelig i det at det framviser bruk av et fyllstoff som har alle de egenskapene som nevnes ovenfor, men oksidasjonsreaksjonsproduktet er forskjellig i kjemisk sammensetning i forhold til oksidasjonsreaksjonsproduktet av det endelige produktet. F.eks. vil det ved denne utførelsen være mulig å danne et keramisk legeme av aluminiumoksid ved oksidasjonsreaksjons-prosessen av
- 25 basismetallet aluminium i en oksygenomgivelse for gjentatt bruk som fyllstoff i en keramisk matrise av alumina-nitrid dannet ved luftoksidasjonsreaksjonen av et aluminiumbasismetall i en nitrogenatmosfære.

- I en alternativ utførelse er fyllstoffet som er brukt i framstillingen av det endelige komposittproduktet, selv avledet fra en keramisk kompositt dannet ved
- 30 oksidasjonsreaksjonsprosessen og deretter pulverisert og siktet til passende størrelse. Fyllstoffet som brukes ved framstillingen av den keramiske kompositten som er det forløpende fyllstoffet for det endelige produktet, kan velges for å øke eller forbedre

egenskapene til det endelige produktet. Dette kan oppnås ved å velge et fyllstoff som er forskjellig i sammensetning fra oksidasjonsreaksjonsproduktet slik at det resulterende forløpende fyllstoffet vil være sammensatt av eller inneholde to komponenter som kan være nært bundet som en mikro-kompositt. Ved å lage den

5 keramiske komposittkonstruksjonen ved denne utførelsen, orienteres en første kilde av basismetall og en permeabel seng eller masse av fyllstoff relativt til hverandre slik at dannelsen av oksidasjonsreaksjonsproduktet vil finne sted i en retning mot og inn i den nevnte seng eller fyllstoff. Den første kilden av basismetall varmes i nærvær av en gassformig oksidant og danner en masse av smeltet basismetall som reagerer med

10 oksidanten i dette temperaturområdet og danner et oksidasjonsreaksjonsprodukt. Oksidasjonsreaksjonsproduktet er i kontakt med, og strekker seg mellom, massen av smeltet metall og oksidanten, for dermed progressivt å avløfte smeltet metall gjennom oksidasjonsreaksjonsproduktet mot oksidanten og inn i fyllmassen slik at oksidasjonsreaksjonsproduktet fortsetter å dannes på fasegrenseflaten mellom

15 oksidanten og tidligere dannet oksidasjonsreaksjonsprodukt. Reaksjonen fortsetter i en tid tilstrekkelig til å infiltrere minst en del av fyllstoffsengen med et polykrystallinsk materiale som består av oksidasjonsreaksjonsproduktet og valgfritt, ett eller flere metalliske bestanddeler slik som uoksidert basismetall. Den resulterende polykrystallinske kompositten pulveriseres til en partikkelstørrelse

20 passende for bruk som et andre fyllstoff, og en permeabel masse av dette andre fyllstoffet (som kan være av en annen sammensetning) orienteres relativt til en andre kilde av basismetall slik at dannelsen av et oksidasjonsreaksjonsprodukt vil finne sted i en retning mot og inn i denne massen av et andre fyllstoff.

Oksidasjonsreaksjonsprosessen gjentas som beskrevet ovenfor og fortsetter i en stund

25 tilstrekkelig slik at oksidasjonsreaksjonsproduktet infiltrerer minst en del av massen av et andre fyllstoff for dermed å danne det endelige keramiske komposittproduktet.

Egenskapene til de keramiske komposittproduktene framstilt ifølge oppfinnelsen kan variere avhengig av slike faktorer som valg av basismetall, sammensetning av fyllstoffene og oksidanten. Typiske egenskaper som søkes for disse komposittene,

30 som kan skreddersys, omfatter hardhet, bøyingsstyrke, bruddseighet og elastisitetsmodul. Komposittproduktene kan generelt tilpasses eller behandles, slik som ved maskinbearbeidelse, polering, sliping etc., til bruk som handelsartikler, som

her er tenkt å omfatte, eksempelvis industrielle, bygnings og tekniske keramiske legemer for anvendelser hvor elektriske, termiske, slitasje- og bygningsmessige eller andre trekk eller egenskaper er viktige eller fordelaktige.

Selv om denne oppfinnelsen her er beskrevet med spesiell vekt på systemer hvor
5 aluminium eller en aluminiumlegering er anvendt som basismetall og alumina er det tilsiktede oksidasjonsreaksjonsproduktet, er disse kun benyttet som eksempler, og det skal forstås slik at denne basisoppfinnelsen kan tilpasses ved anvendelser av disse kunnskapene til andre systemer hvor andre metaller slik som tinn, silisium, titan, zirkonium osv. anvendes som basismetall. Videre er det tilsiktede oksidasjons-
10 reaksjonsproduktet metalloksid, -nitrid, -borid, -karbid og liknende, av basismetallet.

Noe mere detaljert når det gjelder enkelte prosessstrinn, er basismetallet (som kan dopes, som forklart ovenfor) som forløperen til oksidasjonsreaksjonsproduktet dannet til en blokk, finemne, stang, plate eller liknende, og plassert i en inert seng, smeltedigel eller annen ildfast beholder. Denne beholderen med dens innhold
15 plasseres i en ovn som er forsynt med en gassformig oksidant. Dette oppsettet varmes opp til en temperatur under smeltepunktet til oksidasjonsreaksjonsproduktet, men oversmeltepunktet til basismetallet, hvis temperaturområde f.eks. for aluminium ved bruk av luft som gassformig oksidant, generelt ligger fra 850 til 1450°C og mer foretrukket fra 900 til 1350°C. Innenfor dette temperaturintervallet eller -området,
20 dannes en masse eller dam av smeltet metall og i kontakt med oksidanten reagerer det smeltede metallet og danner et lag med oksidasjonsreaksjonsprodukt. Ved kontinuerlig avdekking mot de oksiderende omgivelsene, avløftes smeltet metall progressivt inn i og gjennom eventuelt tidligere dannet oksidasjonsreaksjonsprodukt i retning av oksidanten. I kontakt med oksidanten, vil det smeltede metallet reagere og
25 danne mer oksidasjonsreaksjonsprodukt og slik danne et progressivt tykkere oksidasjonsreaksjonsprodukt, mens det valgfritt kan la metalliske bestanddeler være dispergert gjennom det polykrystallinske materialet. Reaksjonen av det smeltede metallet med oksidanten fortsetter helt til oksidasjonsreaksjonsproduktet har vokst til et ønsket slutt punkt eller grenselinje.

30 I utførelsen hvor en keramisk kompositt skal gjøre nytte som forløpende fyllstoff, plasseres basismetallet og en permeabel masse av fyllstoff tilstøtende til hverandre og orienteres m.h.t. hverandre slik at vekst av oksidasjonsreaksjonsproduktet som

beskrevet ovenfor vil være i en retning mot fyllstoffet for at fyllstoffet, eller en del av det, infiltreres av det voksende oksidasjonsreaksjonsproduktet og omgir det.

Denne plasseringen eller orienteringen av basismetallet og fyllstoff med hensyn på hverandre kan utføres ved rett og slett å sette et legeme av basismetall ned i en seng
5 av pulverisert fyllstoff eller ved å plassere et eller flere legemer av basismetall ned i, på eller inntil en seng eller annen sammensetting av fyllstoff. Sammensettingen arrangeres slik at en vokseretning til oksidasjonsreaksjonsproduktet vil trenge gjennom eller infiltrere minst en del av fyllstoffet. Fyllstoffet kan bestå av f.eks. pulvere eller andre partikkelmasser, aggregat, ildfast fiber, små rør, hårkrystaller,
10 kuler, lameller eller liknende, eller en kombinasjon av det foregående. Videre kan passende fyllstoffer omfatte f.eks. metalloksider, nitrider eller karbider slik som alumina, magnesiumoksid, hafniumoksid, zirkoniumoksid, silisiumkarbid, silisiumnitrid, zirkoniumnitrid, titannitrid, osv. som forklart i de eldre patentsøknadene.

15 Det resulterende polykrystallinske materialet kan framvise en porøsitet som kan være en delvis eller en nesten fullstendig erstatning av metallfasen(e), men volumprosenten av hulrom vil i stor grad avhenge av slike forhold som temperatur, tid, basismetalltype og konsentrasjon av dopemidler. Typisk for disse polykrystallinske keramiske konstruksjonene er at oksidasjonsreaksjonsprodukt-
20 krystalittene er innbyrdes forbundet i mer enn en dimensjon, fortrinnsvis i tre dimensjoner, og metallet kan være i det minste delvis innbyrdes forbundet.

Det polykrystallinske keramiske materialet (eller komposittmaterialet hvis laget) pulveriseres nå og siktes for bruk som et fyllstoff ved framstilling av det endelige komposittproduktet. Dette partikkelfyllstoffet, som kan tilsettes også andre
25 fyllstoffer, formes til en permeabel seng, fortrinnsvis til en formet forform. Sengen og et andre basismetall orienteres relativt til hverandre slik at dannelsen av et oksidasjonsreaksjonsprodukt vil finne sted i en retning mot og inn i sengen. Prosesstrinnene skissert ovenfor repeteres i det vesentlige. Reaksjonsprosessen fortsettes i en tid tilstrekkelig slik at oksidasjonsreaksjonsproduktet infiltrerer minst
30 en del av sengen, eller til den ønskede grenseflaten av forformen, for dermed å danne den keramiske kompositten.

En spesielt effektiv framgangsmåte for bruk av denne oppfinnelsen innebærer å

- forme fyllstoffet til en forform med en form som tilsvarer den ønskede geometri av det endelige komposittproduktet. Forformen kan utarbeides ved hvilken som helst av et vidt spekter med konvensjonelle keramiske formgivningsmetoder (som uniaksial pressing, isostatisk pressing, begitting, sedimenterings-støping, sprøytetøping, 5 trådspoling av fibrøse materialer) avhengig i stor grad av fyllstoffets egenskaper. Initiell binding av partiklene før infiltrering kan oppnås gjennom lett sintring eller ved bruk av forskjellige organiske eller uorganiske bindemidler som ikke griper inn i prosessen eller bidrar med uønskede biprodukter til det ferdige materialet. Forformen produseres for å ha tilstrekkelig formfullstendighet og råstyrke, og skal være
- 10 permeabel for transport av oksidasjonsreaksjonsprodukt, med en foretrukket porøsitet mellom 5 og 90 vol% og mer foretrukket mellom 25 og 50 vol%. En blanding av fyllstoff og maskestørrelser kan også brukes. Forformen fylles deretter med smeltet basismetall på en eller flere av dens overflater i en tid tilstrekkelig til å komplettere vekst og infiltrering av forformen til dens overflategrenser.
- 15 Som beskrevet i NO patentsøknad 871828 (publisert etter foreliggende søknads prioritetsdato) kan et barrieremiddel brukes sammen med fyllstoffet eller forformen for å hemme vekst eller utvikling av oksidasjons-reaksjonsproduktet ut over hinderet. Passende barrieremiddel kan være et hvilket som helst materiale, forbindelse, element, sammensetning eller liknende, som under prosess-betingelsene i denne
- 20 oppfinnelsen ikke påvirkes i særlig grad, ikke er flyktig og fortrinnsvis er permeabel overfor den gassformige oksidanten, mens den er i stand til å hemme lokalt, forgifte, stoppe, gripe inn i, forhindre eller liknende, fortsatt vekst av oksidasjonsreaksjonsproduktet. Passende hindre for bruk sammen med basismetallet aluminium omfatter kalsiumsulfat, kalsiumsilikat og portlandsement, og blandinger
- 25 av disse, som typisk påføres som en grøt eller pasta på overflaten av fyllstoffet. Disse hindrende midlene kan også omfatte et passende brennbart eller flyktig materiale som elimineres ved oppvarming, eller et materiale som dekomponerer ved oppvarming, for å øke porøsiteten og permeabiliteten av barriere-midlet.
- Videre kan det hindrende midlet omfatte en passende ildfast partikkelmasse for å
- 30 redusere eventuell mulig krymping eller sprekking som ellers kan oppstå i løpet av prosessen. En slik partikkelmasse som hovedsakelig har den samme utvidelseskoeffisienten som fyllstoffsenge eller forformen er spesielt ønskelig.

- F.eks. hvis forformen inneholder alumina og den resulterende keramen inneholder alumina, kan det hindrende midlet tilsettes en masse av alumina-partikler, som det er ønskelig har en maskestørrelse på 0.8 mm til 5 mikrometer (maskestørrelse 20-1000), men den kan være enda finere. Andre passende hindre omfatter ildfaste
- 5 keramer eller metallslirer som er åpen i minst en ende for å tillate den gassformige oksidanten å trenge gjennom sengen og kontakte det smeltede basismetallet.

Som et resultat av å bruke en forform, spesielt i kombinasjon med et barriere-middel, oppnås en ren form, for slik å minimalisere eller eliminere kostbare slipe- eller maskinelle operasjoner.

- 10 Som en ytterligere utførelsesform av oppfinnelsen, og som forklart i de eldre patentsøknadene, kan tilsetningen av dopemidler sammen med basismetallet med fordel influere oksidasjonsreaksjonsprosessen. Funksjonen eller funksjonene til dopemidlet kan avhenge av en mengde andre faktorer enn dopemidlet selv. Disse faktorene omfatter f.eks. det bestemte basismetallet, det ønskede sluttproduktet, den
- 15 bestemte kombinasjonen av dopemidler når to eller flere dopemidler blir benyttet, bruken av et eksternt påført dopemiddel i kombinasjon med et legerende dopemiddel, konsentrasjonen av dopemiddel, de oksiderende omgivelsene og prosess-betingelsene.

- Dopemiddelet eller dopemidlene brukt sammen med basismetallet (1) kan framskaffes som legerende bestanddeler av basismetallet, (2) kan påføres minst en
- 20 del av overflaten av basismetallet, eller (3) kan påføres fyllstoff-sengen eller forformen eller en del av den, f.eks. støttesonen til forformen eller en hvilken som helst kombinasjon av to eller flere av teknikkene (1), (2) og (3) kan benyttes. F.eks. kan et legerende dopemiddel brukes i kombinasjon med et eksternt påført dopemiddel. I tilfellet av teknikk (3), hvor et dopemiddel eller dopemidler påføres
- 25 fyllstoff-sengen eller forformen, kan påføringen utføres på en hvilken som helst passende måte, slik som ved å dispergere dopemidlene over en del av eller hele massen av forformen som belegg, eller i partikkelform, som fortrinnsvis omfatter minst en del av forformen tilstøtende til basismetallet. Påføring av et hvilket som helst dopemiddel til forformen kan også utføres ved å påføre et lag av et eller flere
- 30 dopemidler til og i forformen som omfatter alle dens interne åpninger, mellomrom, passasjer, mellomliggende hulrom eller liknende, som gjør den permeabel. En lettvinnt måte å påføre et hvilket som helst dopemiddel er å bare legge hele sengen i

bløt i en væske (f.eks. løsning) av dopemiddel. Som forklart ovenfor kan dopemidlene bygges inn i fyllstoffet som benyttes ved framstilling av det endelige komposittproduktet. En kilde av dopemiddel kan også framskaffes ved å plassere et stivt legeme av dopemiddel i kontakt med og mellom minst en del av

- 5 basismetalloverflaten og forformen. F.eks. kan en tynn skive av silisium-holdig glass (nyttig som et dopemiddel for oksidasjonen av basismetallet aluminium) plasseres på en overflate av basismetallet. Når basismetallet aluminium (som kan dopes internt med Mg) tildekket med det silisium-holdige materialet, smeltes i oksiderende omgivelser (f.eks. i tilfellet med aluminium i luft, mellom 850°C og 1450°C,
- 10 fortrinnsvis mellom 900°C og 1350°C), foregår en vekst av det polykrystallinske keramiske materialet inn i den permeable forformen. I det tilfellet hvor dopemidlet påføres eksternt til minst en del av overflaten av basismetallet, vokser den polykrystallinske oksidstrukturen generelt innenfor den permeable forformen og vesentlig ut over dopemiddel-sjiktet (dvs. til utover dybden av det påførte
- 15 dopemiddel-sjiktet). I alle tilfeller kan et eller flere av dopemidlene påføres eksternt til basismetallets overflate og/eller til den permeable forformen. I tillegg kan mengden av dopemidler leget inn i basismetallet og/eller eksternt påført basismetallet økes ved dopemiddel (-midler) påført forformen. Slik at en eventuelt for lav konsentrasjon av dopemidler leget inn i basismetallet og/eller eksternt påført
- 20 basismetallet kan økes ved en ekstra konsentrasjon av det respektive dopemiddel (-midlene) påført forformen og omvendt. Nyttige dopemidler for basismetallet aluminium, spesielt med luft som oksidant, omfatter f.eks. magnesium, sink og silisium, i kombinasjon med hverandre eller i kombinasjon med andre dopemidler beskrevet nedenfor. Disse metallene, eller en passende kilde av metallene, kan
- 25 legeres inn i det aluminium-baserte basismetallet ved konsentrasjoner av hver mellom 0.1-10vekt% basert på den totale vekt av det resulterende dopede metallet. Konsentrasjoner innenfor dette området synes å initiere den keramiske veksten, øke transporten av metall og med fordel ha innflytelse på vekst-morfologien til det resulterende oksidasjonsreaksjonsproduktet. Konsentrasjonsområdet for et hvilket
- 30 som helst dopemiddel vil avhenge av slike faktorer som kombinasjonen av dopemidler og prosess-temperaturen.

Andre dopemidler som er effektive i å fremme veksten av polykrystallinsk

oksidasjonsreaksjonsprodukt, for aluminium-baserte basismetallsystemer er, f.eks. germanium, tinn og bly, spesielt brukt i kombinasjon med magnesium eller sink. Ett eller flere av disse andre dopemidlene, eller en passende kilde av dem, legeres inn i basismetall-systemet av aluminium ved konsentrasjoner for hver fra 0.5 til 15vekt%

- 5 av den totale legeringen; imidlertid oppnås mer ønsket vekst-kinetikk og vekst-morfologi med konsentrasjoner av dopemidler i området 1-10vekt% av den totale basismetall-legeringen. Bly som dopemiddel legeres generelt inn i det aluminium-baserte basismetallet ved en temperatur på minst 1000°C for slik å ta hensyn til dets lave løselighet av aluminium; imidlertid vil tilsetningen av andre legerende
- 10 komponenter, slik som tinn, generelt øke løseligheten av bly og tillate at de legerende materialene tilsettes ved en lavere temperatur.

- Ett eller flere dopemidler kan benyttes avhengig av omstendighetene, som forklart ovenfor. F.eks. i tilfellet med basismetallet aluminium og med luft som oksidant, omfatter særlig nyttige kombinasjoner av dopemidler (a) magnesium og silisium eller
- 15 (b) magnesium, sink og silisium. I slike eksempler, ligger en foretrukket konsentrasjon av magnesium i området fra 0.1 til 3vekt%, for sink i området fra 1 til 6vekt% og for silisium i området fra 1 til 10vekt%.

- Ytterligere eksempler på dopemidler som er nyttige med basismetallet aluminium omfatter natrium, litium, kalsium, bor, fosfor og yttrium, som kan brukes individuelt
- 20 eller i kombinasjon med ett eller flere dopemidler avhengig av oksidanten og prosessbetingelsene. Natrium og litium kan benyttes i svært små mengder i ppm-området, typisk 100-200 ppm, og hver kan benyttes alene eller sammen, eller i kombinasjon med et annet dopemiddel (dopemidler). Sjeldne jordmetaller som cerium, lantan, praseodym, neodym og samarium er også nyttige dopemidler og her
- 25 igjen spesielt når det blir brukt i kombinasjon med andre dopemidler.

- Som nevnt ovenfor er det ikke nødvendig å legere noe dopemiddel inn i basismetallet. F.eks. ved selektivt å påføre et eller flere dopemidler i et tynt sjikt til enten hele eller en del av basismetalloverflaten muliggjøres lokal keramisk vekst fra basismetalloverflaten eller deler av den og vekst av det polykrystallinske keramiske
- 30 materialet inn i en permeabel seng eller forform i utvalgte områder. Slik at vekst av det polykrystallinske keramiske materialet kan reguleres ved den lokaliserte plasseringen av dopemiddel på basismetalloverflaten. Det påførte belegg eller lag

- med dopemiddel er tynt relativt til tykkelsen av legemet av basismetall, og vekst eller dannelse av oksidasjonsreaksjonsprodukt inn i den permeable sengen eller forformen strekker seg vesentlig ut over dopemiddel-sjiktet, dvs. til utover dybden av det påførte dopemiddel-laget. Et slikt lag av dopemiddel kan påføres ved maling, 5 dypping, silketrykking, fordampning eller på annen måte påføre dopemiddel i væske- eller pastaform, eller ved spruting, eller ved ganske enkelt å avsette et lag med et dopemiddel av partikler i fast form eller en fast tynn plate eller film av dopemiddel på overflaten av basismetallet. Dopemidlet kan, men behøver ikke, å omfatte organiske eller uorganiske bindemidler, løsningsmidler og/eller tykningsmidler. Mer 10 foretrukket påføres dopemidlene som pulvere til overflaten av basismetallet eller dispergeres gjennom minst en del av fyllstoffet. En spesielt foretrukket framgangsmåte for påføring av dopemidler på basismetalloverflaten er å benytte en væskeoppløsning av dopemidler i et vannbasert/organisk bindemiddel sprayet på en basismetalloverflate for å oppnå et klebende lag som letter håndteringen av det 15 dopede basismetallet før behandlingen.

- Når dopemidlene blir brukt eksternt, blir de vanligvis påført en del av overflaten til basismetallet som et uniformt lag. Kvantiteten av dopemiddel er effektivt over et vidt område relativt til mengden av basismetall hvor det er påført og for aluminium har eksperimenter mislyktes i å bestemme både øvre og nedre driftsgrense. F.eks. 20 ved å benytte silisium i form av silisiumdioksid eksternt påført som dopemiddel for et aluminiumbasert basismetall ved bruk av luft eller oksygen som oksidant, vil mengder så lave som 0.00003g silisium pr. gram basismetall eller 0.0001g silisium pr. cm^2 / av avdekket basismetalloverflate, sammen med et andre dopemiddel som har en kilde av magnesium og/eller sink få frem det polykrystallinske keramiske vekst- 25 fenomen. Det har også blitt funnet at en keramisk struktur er oppnåelig fra basismetallet aluminium som inneholder silisium ved bruk av luft eller oksygen som oksidant ved bruk av MgO som dopemiddel i større mengder enn 0.0008g Mg pr. gram basismetall som skal oksideres og større enn 0.003g Mg pr. cm^2 / av basismetalloverflate hvor MgO påføres. Det synes som om at en økning i mengden 30 av dopemidler til en viss grad kan forkorte reaksjonstiden som er nødvendig for framstilling av den keramiske kompositten, men dette vil avhenge av slike faktorer som type dopemiddel, basismetallet og reaksjonsbetingelsene.

Der hvor basismetallet er aluminium internt dopet med magnesium og det oksiderende mediet er luft eller oksygen, har det blitt observert at magnesium i det minste delvis har blitt oksidert ut av legeringen ved temperaturer fra 820 til 950°C. I slike eksempler på magnesium-dopede systemer, danner magnesium et magnesium-
5 oksid og/eller en fase av magnesium-aluminat-spinell på overflaten av den smeltede aluminium-legeringen og i løpet av vekst-prosessen forblir slike magnesium-forbindelser primært på den opprinnelige oksidflaten av basismetall-legeringen (dvs. den opprinnelige overflaten) i den voksende keramiske kompositten. Slik at for slike magnesium-dopede systemer vil en aluminiumoksidbasert struktur produseres adskilt
10 fra det relativt tynne laget av magnesium-aluminat-spinell på den opprinnelige overflaten. Hvor det er ønskelig, kan denne opprinnelige overflaten gjerne fjernes ved sliping, maskinbearbeidelse, polering eller slyngerensing. Følgende eksempler er tatt med for å illustrere framgangsmåtene og resultatene ved utøvelse av denne oppfinnelsen.

15

Eksempel 1

Fyllstoffer for de vokste keramiske komposittene i denne oppfinnelsen ble laget ved å knuse og male keramiske legemer framstilt ifølge metodene i de eldre patentsøknadene. Mer presist ble barrier av en kommersiell aluminium-legering (en
20 ubetydelig uren versjon av legering 380.1, beskrevet videre nedenfor) konvertert til keramer ved oksidering i luft ved 1080°C i 72 timer, tilstrekkelig lenge til å fullføre reaksjonen av basismetallet aluminium. I løpet av denne prosessen ble barrierene holdt oppe i senger av aluminiumoksidpartikler (Norton E-1 Alundum, partikkelstørrelse ca. 0.1 mm (90 mesh)) og oksidering foregikk fra den avdekkede overflaten av
25 metallet mot luft-omgivelsene. Etter avkjøling til omgivelsestemperatur ble de vokste keramiske stykkene separert fra eventuelle løst klebende partikler fra sengen, fra det tynne oksid-sjiktet som hadde vokst på de ueksponerte metalloverflatene, og fra eventuelt gjenværende metall i sengen.

Disse vokste keramiske bitene ble konvertert til partikler for bruk som et
30 komposit-fyllstoff ved en kombinasjon av knusing og maling. Mer eksakt ble materialene først knust til en maksimal partikkelstørrelse på 0.6 cm ved kjefthusing og deretter forminsket ytterligere ved tørr vibrasjonsmaling i 24 timer. Det

resulterende pulveret ble siktet for å separere ut de - 100/+200 maskestørrelsesfraksjonene for anvendelse av komposittfyllstoffet.

Som en kontroll eller sammenligningsmateriale ble smeltede alumina-partikler (Norton 38 Alundum), til å begynne med av en partikkelstørrelse ca. 1.3 mm (14 mesh), knust i en valseknuser, tørt kulemalt og siktet for å separere ut -100/+200 maskefraksjonen, dvs. den samme maskestørrelsesfraksjonen som ble valgt til det vokste og knuste fyllstoffet.

Keramiske komposittlegemer ble framskaffet ved bruk av de to forskjellige fyllstoffene til sammenligningsformål. To høye ildfaste båter av alumina ble først fylt opp til en høyde på ca. 0.6 cm med et lag av wollastonitt, et materiale som oppfører seg som et hinder mot oksidasjonsreaksjonsprosessen. En 229x51x13 mm barre av aluminium-legering 380.1 ble plassert på toppen av wollastonitt-laget i hver båt. Denne legeringen inneholder, i tillegg til aluminium, nominelt (på vektbasis) 7.5-9.5% silisium, 3.0-4.0% kobber, <2.9% sink, <1.0% jern, <0.5% nikkel, <0.5% mangan, <0.35% tinn og mindre enn 0.1% magnesium, imidlertid ble andre prøver av 380.1 legeringspartiet brukt i dette arbeidet funnet å inneholde 0.17-0.18% magnesium, et potensielt viktig avvik fra den nominelle spesifikasjonen p.g.a. at magnesium er et etablert dopemiddel eller aktivator av oksidasjonsreaksjonen.

Legeringsbarrene ble så omgitt på alle sider, unntatt bunnen, med fyllstoffpartikler i en høyde på minst 13 mm, én båt med det vokste og knuste fyllstoffet og den andre båten med smeltet alumina fyllstoff.

De ildfaste båtene, fylt som beskrevet ovenfor, ble plassert i en flammeovn og varmet opp til en temperatur på 1000°C ved bruk av en fyringssyklus som innebærer en 5-timers oppadgående temperatur, en 60-timers konstant temperatur og en 5-timers kjøleperiode i ovnen. Etterpå ble den vokste keramiske kompositten separert fra barriere-midlet og gjenværende sengematerialer og eventuelle løst klebende partikler ble fjernet ved en lett slyngerensing.

Analyse av utbyttet, som vektdata, for de to prøvene, tatt som forandring i vekt av den ildfaste båten og dens innhold dividert med den initielle vekten av aluminium-legering, indikerer at omtrent det samme reaksjonsomfanget ble oppnådd i hvert av fyllstoffene. Mer eksakt var oksygen-oppsamlingen på 59% i tilfellet av det vokste og knuste fyllstoffet og 56% for det smeltede fyllstoffet av alumina. Imidlertid, som

vist ved en sammenligning av fig. 1A og 1B, var vekst inn i det vokste og knuste fyllstoffet betydelig mer uniformt, som er en viktig behandlingsfordel.

En sammenligning av de mekaniske egenskapene til prøver tatt fra de to forskjellige materialene avslører også en betydelig forskjell som oppsummert i tabell

- 5 1. I denne tabellen ble elastisitetsmodulen bestemt ved akustisk prøvning, bruddseigheten målt i en konvensjonell Chevron kjervprøve og bruddgrensen ble bestemt ved firepunkts bøyning. Dataene i tabellen viser en klar overlegenhet i mekaniske egenskaper for materialet framstilt ved vekst inn i det vokste og knuste fyllstoffet.

10

Tabell 1.

Sammenligning av egenskaper

<i>Egenskap</i>	<i>Fyllstoff</i>	
	<i>Vokst og knust</i>	<i>Kalsinert Alumina</i>
Hardhet (Rockwell A-skala)	84	71
15 Elastisitetsmodul (GPa)	316	202
Bruddseighet (MPa-m ^{1/2})	4.67	2.74
Bruddgrense (MPa)	256	67

Eksempel 2

- 20 Prosedyren i eksempel 1 ble gjentatt eksakt som opplyst der, unntatt at vekst av de endelige keramiske komposittlegemene ble gjennomført ved bruk av 99.7% rent aluminium som basismetall istedenfor 380.1 legering som beskrevet i eksempel 1. I dette tilfellet skjedde veksten uten vanskeligheter inn i det vokste og knuste fyllstoffet, og ga et vektutbytte (målt som i eksempel 1) på 65% og en helt uniform
- 25 vekstmorfologi, som vist i fig.2A. Til sammenligning så skjedde det ingen vekst inn i det smeltede fyllstoffet av alumina og for denne prøven, vist i fig. 2B, var vektutbyttet negativt, som antagelig avspeiler eliminasjonen av mindre mengder av flyktige bestanddeler fra båten og bunnmaterialene. I dette eksemplet ble følgelig vekst av den keramiske matrisen inn i den vokste og knuste fyllstoff-sengen åpenbart

favorisert over vekst inn i vanlige smeltede alumina-partikler. Mekaniske egenskaper av sammensetningen oppnådd ved vekst inn i det vokste og knuste fyllstoffet var svært like eller noe bedre enn de som ble oppnådd for materialet med det samme fyllstoffet framstilt som beskrevet i eksempel 1.

5

Patentkrav.

1. Framgangsmåte for framstilling av en selvbærende keramisk kompositt som består av

(i) en keramisk grunnmasse oppnådd som oksidasjonsreaksjonsprodukt av et
10 basismetall som fortrinnsvis er aluminium, og et gassfase-oksidasjonsmiddel som fortrinnsvis er luft, og

(ii) en fyllmasse infiltrert av denne keramiske grunnmassen, hvilken framgangsmåte omfatter følgende trinn:

a) oppvarming av en første kilde med basismetall som fortrinnsvis er aluminium,
15 eventuelt plassert i forhold til en permeabel masse av et fyllstoff (det første fyllstoff) slik at det vil dannes oksidasjonsreaksjonsprodukt mot og inn i fyllstoffmassen, med tilstedeværelse av en gassfaseoksidant som fortrinnsvis er luft, for dannelse av et legeme av smeltet basismetall som reagerer med gassfase-oksidanten ved en reaksjonstemperatur som fortrinnsvis er i området 850-1450°C, og danner et
20 oksidasjonsreaksjonprodukt, som er i kontakt med, og strekker seg mellom legemet av smeltet basismetall og oksidanten, og

b) opprettholdelse av reaksjonstemperaturen for progressivt å trekke smeltet basismetall gjennom oksidasjonsproduktet mot oksidanten, og eventuelt inn i massen av det første fyllstoffet, slik at oksidasjons-reaksjonsproduktet fortsetter å dannes ved
25 grenseflata mellom oksidant og tidligere dannet oksidasjonsreaksjonsprodukt, og

c) å fortsette reaksjonen lenge nok til å framstille et polykrystallinsk materiale som består av oksidasjonsreaksjonsprodukt som fortrinnsvis er alumina og, valgfritt, en eller flere metalliske bestanddeler, samt eventuelt første fyllstoff,

k a r a k t e r i s e r t ved at

30 d) det polykrystallinske materialet blir redusert til en partikkelstørrelse for anvendelse som fyllstoff (det andre fyllstoff), og eventuelt blandet med ytterligere fyllstoff, og at det blir laget en permeabel masse eller forform av det pulveriserte

fyllstoffet, og

e) en andre kilde av basismetall som fortrinnsvis er aluminium, og den permeable fyllstoffmassen plasseres i forhold til hverandre slik at det vil dannes oksidasjonsreaksjonsprodukt mot og inn i den andre fyllstoffmassen, og

- 5 f) repetisjon av prosessstrinnene a), b) og c) ovenfor med den andre kilden av basismetall, og

g) reaksjonen fortsettes lenge nok til at oksidasjonsproduktet infiltrerer minst en del av den pulveriserte fyllmassen for derved å danne den keramiske kompositten.

2. Framgangsmåte ifølge krav 1,

- 10 **k a r a k t e r i s e r t** ved at det nyttes tilsetningsstoffer i forbindelse med den første eller den andre kilden av basismetall eller begge.

3. Framgangsmåte ifølge krav 1 eller 2,

k a r a k t e r i s e r t ved at den første og andre kilden av basismetall framskaffes med hovedsakelig lik sammensetning eller med vesentlig forskjellig sammensetning.

- 15 4. Framgangsmåte ifølge et av kravene 1 til 3,

k a r a k t e r i s e r t ved at oksidanten som nyttes i trinnene a), b) og c) har en sammensetning som er hovedsakelig lik den oksidanten som nyttes til å danne den keramiske kompositten, eller ved at oksidanten i trinn a), b) og c) har en sammensetning som er vesentlig forskjellig fra den oksidanten som nyttes til å danne
20 den keramiske kompositten.

5. Framgangsmåte ifølge et av kravene 1 til 4,

k a r a k t e r i s e r t ved at den andre fyllmassen er en forform med forutbestemt form og at infiltreringen inn i forformen resulterer i en selvbærende keramisk kompositt med samme utforming som forformen.

- 25 6. Framgangsmåte ifølge et av kravene 1 til 5,

k a r a k t e r i s e r t ved at det første fyllmaterialet og det andre fyllmaterialet som anvendes har hovedsakelig lik sammensetning eller at de har vesentlig forskjellig sammensetning.

7. Framgangsmåte ifølge et av kravene 1 til 6,

- 30 **k a r a k t e r i s e r t** ved at den andre kilden av basismetall er forsynt med et mønster; og at den andre massen av fyllstoff blir formtilpassende plassert inntil dette mønsteret som blir inverst replisert av den keramiske kompositten.

177002

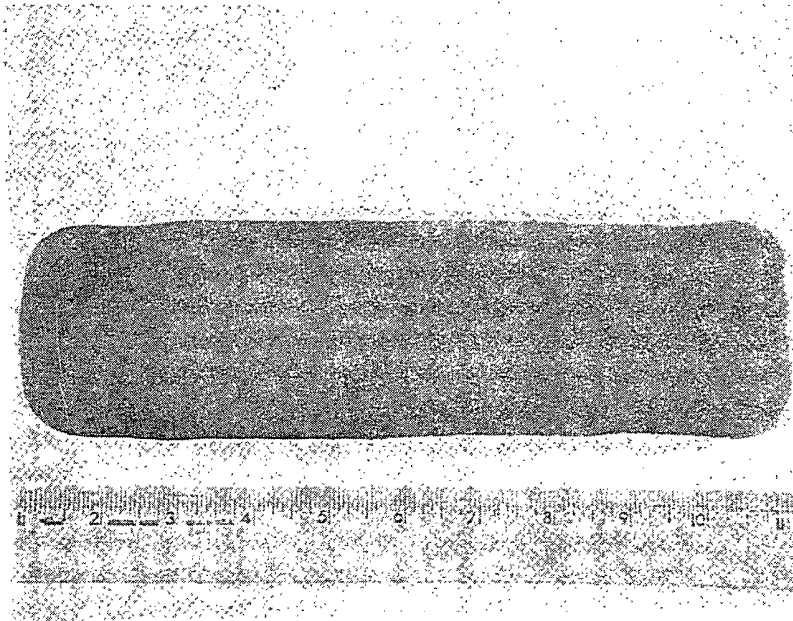


FIG. 1A

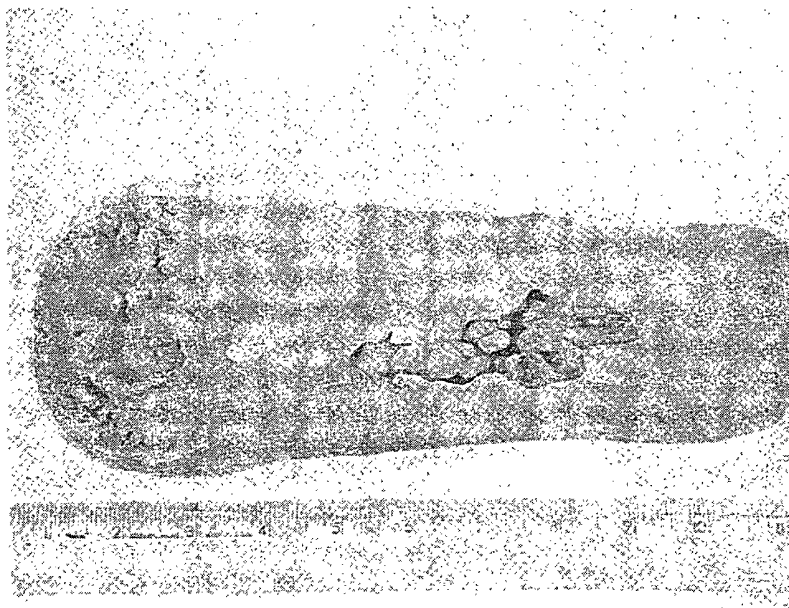


FIG. 1B

177002

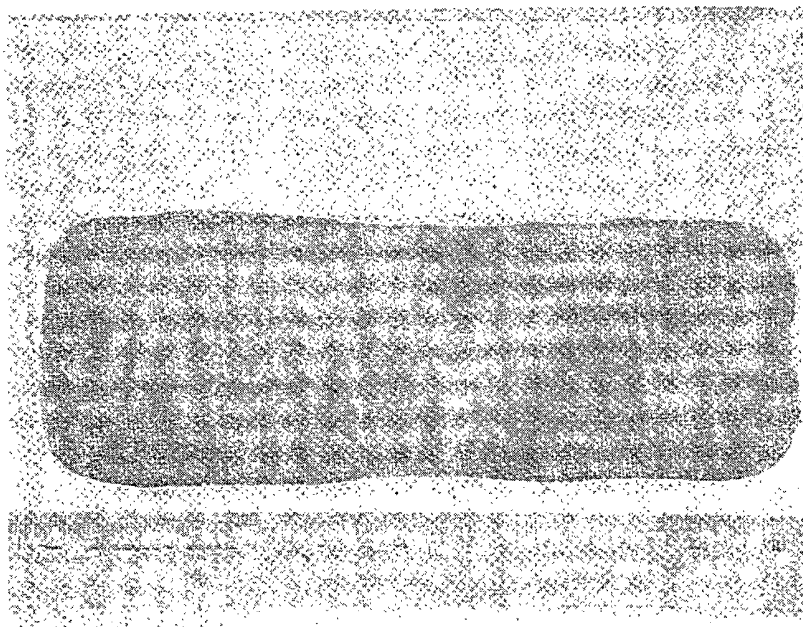


FIG. 2A

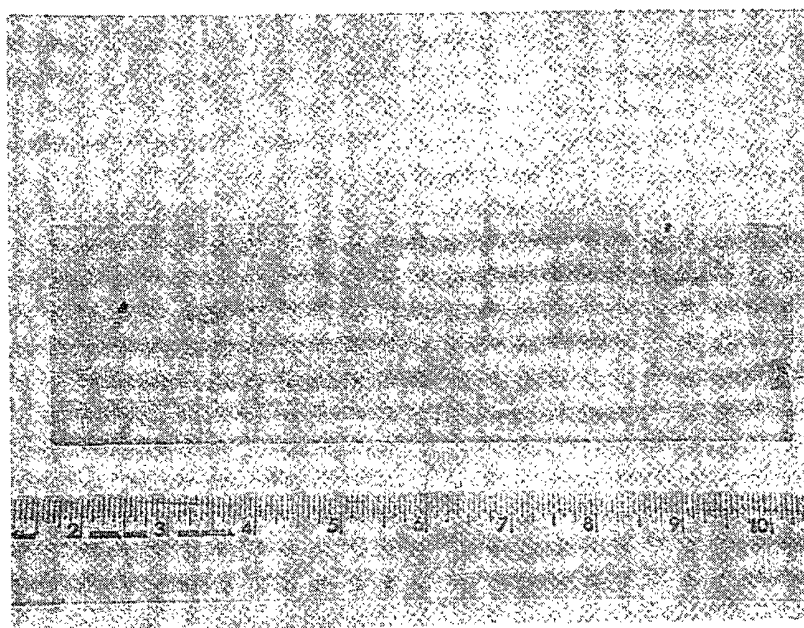


FIG. 2B