



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) **NO**

(11) **169972**

(13) **B**

(51) **Int Cl⁵ C 22 C 29/14, 1/02, C 04 B 35/58, 35/65**

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr	870888	(86) Int. inng. dag og	
(22) Inng. dag	04.03.87	søknadsnummer	
(24) Løpedag	04.03.87	(85) Videreføringsdag	
(41) Alm. tilgj.	08.09.87	(30) Prioritet	07.03.86, US, 837448
(44) Utlegningsdato	18.05.92		

(71) Patentsøker	Lanxide Technology Company LP, Tralee Industrial Park, Newark, DE 19711, US
(72) Oppfinner	Marc S. Newkirk, Newark, DE, US Michael K. Aghajanian, Newark, DE, US Danny Ray White, Elkton, MD, US
(74) Fullmektig	Curo AS, Lundamo

(54) **Benevnelse** **Framgangsmåte for framstilling av selvbærende gjenstand av keramikk eller keramisk komposit**

(56) **Anførte publikasjoner** Europeisk (EP) patentesøknad, publ. nr. 113249 (C 22 C 32/00), 116809 (C 22 C 1/02).

(57) **Sammendrag**

Framgangsmåte for tilvirkning av selvbærende legemer, hvor et utgangsmetall så som aluminium, titan, zirkon, silisium, hafnium, lantan, jern, kalsium, vanadium, niob, magnesium eller beryllium, oppvarmes i en inert atmosfære til en temperatur over dets smeltepunkt. Det smeltete metallet blir holdt i kontakt med en masse som inneholdt bor i tilstrekkelig lang tid til å tillate infiltrasjon av utgangsmetallet i massen og tillate reaksjon av smeltet metall med bor. Dermed dannes metallborid. Ved fortsatt infiltrasjon og reaksjon i tilstrekkelig lang tid dannes det selvbærende legemet, som inneholder en metallisk fase og metallborid. Bor-masse kan blandes med et inert fyllstoff, som innleires og produserer et komposit. Det selvbærende legemet får da en matrise som omslutter fyllstoffet, og som omfatter en metallisk fase og metall-borid. Bor bør foreligge minst i støkiometrisk mengde og infiltrasjonen og reaksjonen bør opprettholdes i tilstrekkelig lang tid til å forbruke hovedsakelig hele utgangsmetallet.

Oppfinnelsen gjelder en framgangsmåte som angitt i innledningen til patentkrav 1, for tilvirkning av et selv bærende legeme.

I de siste årene har det oppstått en økt interesse for bruken av keramiske materialer for formål som tradisjonelt er blitt fylt av metall. Denne interessen er blitt utløst av de keramiske materialers fordeler med hensyn til visse egenskaper, såsom korrosjonsbestandighet, hardhet, slitestyrke, elastisitetsmodul og ildfasthet, sammenlignet med metaller.

En alvorlig begrensning for bruken av keramiske materialer for slike formål er tilgjengeligheten og kostnadene ved produksjonen. F.eks. er framstilling av keramiske borlegemer ved varmpressing, reaksjonssintring og reaksjons-varmpressing, godt kjent. Ved varmpressing blir fine pulverpartikler av det ønskete borid sammenpresset ved høye temperaturer og trykk. Reaksjons-varmpressing betyr f.eks. sammenpressing av bor eller et metallborid med et hensiktsmessig metallholdig pulver, også ved høye temperaturer og trykk. I US-patentskrift 3.937.619 beskrives framstilling av et boridlegeme ved varmpressing av en blanding av pulverisert metall med diborid i pulverform og i US-patentskrift 4.512.946 beskrives varmpressing av keramisk pulver med bor og et metallhydrid slik at det dannes en boridsammensetning. Disse framgangsmåtene krever imidlertid spesiell behandling og kostbart spesialutstyr, de er begrenset med hensyn på størrelse og form på den keramiske delen som skal tilvirkes og de innebærer lav produktivitet i tilvirkningen og høye tilvirkningskostnader.

En andre viktig begrensning ved bruken av keramiske materialer for konstruktive formål er deres generelle mangel på duktilitet og seighet, dvs. skadetoleranse eller motstand mot brudd. Disse egenskapene er tilbøyelig til å resultere i plutselig, katastrofal svikt ved keramiske materialer ved bruk som medfører selv forholdsvis moderate strekkspenninger.

Et forsøk på å fjerne denne ulempen har vært å bruke de keramiske materialene i kombinasjon med metaller, f.eks. som kermet (keramikk + metall) eller metallmatrisekompositter. Formålet med denne tilnærmingen er å oppnå en kombinasjon av de beste egenskapene til det keramiske materialet, f.eks. hardhet, og metallet, f.eks. duktilitet. En framgangsmåte for å tilvirke et keramisk metallkompositt (kermet) er beskrevet i EP patentsøknad 0.116.809. Det beskrives der hvordan det dannes en samlet reaksjonsblanding av partikkelformete bestanddeler, og denne blandingen blir deretter ført til kontakt med smeltet metall, som infiltrerer blandingen. Eksempler på en slik reaksjonsblanding kan være titandioksid, boroksid og aluminium i støkiometriske mengder og i partikkelform, som ved kontakt med smeltet aluminium reagerer slik at det dannes titandiborid og aluminiumoksid, som keramisk fase, som blir infiltrert av aluminium. Det er klart fra denne beskrivelsen, at det smeltede metallet, dvs. aluminium, er et reduksjonsmiddel og ikke et middel som fremmer en boridformings-reaksjon.

EP patentsøknad 0.113.249 beskriver en framgangsmåte for å danne et kermet ved å først å danne fordelte partikler av en keramisk fase på stedet i en smeltet metallfase, og deretter

oppretholde denne smeltede tilstanden i tilstrekkelig tid til å bevirke dannelsen av et internt keramisk nettverk. Dannelsen av den keramiske fasen illustreres ved å reagere et titansalt med et borsalt i et smeltet metall. Det keramiske materialet blir utviklet på stedet og blir et internt utviklet nettverk. Det skjer imidlertid ingen infiltrasjon og dessuten er det smeltede metallet som brukes ved framgangsmåten, f.eks. aluminium, et reduksjonsmiddel, og deltar ikke i reaksjonen for dannelse av et borid, og boridet dannes som et presipitat i det smeltede metallet. Begge eksemplene i denne søknaden uttrykker klart at det ikke ble dannet noen korn av TiAl_3 , AlB_2 eller AlB_{12} , men istedet dannes TiB_2 som et bevis for det faktum at aluminium er ikke en metallkatalysator til boridet.

US-patentskrift 3.864.154 beskriver et system av keramikk og metall dannet ved infiltrasjon. En fortetning av AlB_{12} ble impregnert med smeltet aluminium under vakuum for å gi et system av disse komponentene, andre materialer som ble tilvirket omfattet $\text{SiB}_6\text{-Al}$; B-Al ; $\text{B}_4\text{C-Al/Si}$; og $\text{AlB}_{12} - \text{B}_x\text{Al}$. Det foreslås intet om noen reaksjon, og heller ikke om å tilvirke komposittmaterialer som omfatter en reaksjon med det infiltrerende metallet eller andre reaksjonsprodukter som innleirer et inert fyllmateriale eller er en del av et komposittmateriale.

Formålet med den foreliggende oppfinnelsen er følgelig å an vise en mer effektiv og økonomisk framgangsmåte for framstilling av slike keramikk/metall-kompositter.

Dette formål oppnås som angitt i den karakteriserende del av patentkrav 1. Ytterligere fordelaktige trekk er angitt i de uselvstendige kravene 2 til 15.

I samsvar med den foreliggende oppfinnelsen blir selvbærende legemer tilvirket ved bruk av en framgangsmåte med infiltrasjon og reaksjon av et utgangsmetall (dvs. reaktiv infiltrasjon) i nærvær av et borforråd (definert nedenfor). Denne materialmassen som skal infiltreres av utgangsmetallet kan bestå utelukkende av bor, hvilket resulterer i en kompositt som omfatter et borid av utgangsmetallet og et metall. Alternativt kan massen som skal infiltreres inneholde et eller flere inerte fyllstoffer blandet med bor, slik at det dannes en kompositt ved reaktiv infiltrasjon, hvilken kompositt omfatter en matrise av metall og borid av utgangsmetall hvor fyllstoffet er innleiret. Konsentrasjonen av reaktantene og prosessbetingelsene kan forandres eller styres, slik at det dannes et legeme som inneholder varierende volumprosent med keramisk materiale, metall og/eller porøsitet.

Generelt blir, ved framgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen, en masse som inneholder bor plassert opptil eller i kontakt med et legeme av smeltet metall eller metalllegering, som er smeltet i en hovedsakelig inert omgivelse innenfor et bestemt temperaturområde. Bormassen kan være rent bor og/eller et egnet metallborid som kan reduseres av utgangsmetallet i smeltet tilstand ved de temperaturbetingelser som hersker. Det smeltede metallet infiltrerer massen og reagerer med bor og danner dermed et metallborid som reaksjonsprodukt. I det minste en del av reaksjonsproduktet holdes i kontakt med metallet og smeltet metall transporteres mot ureagert bor ved en kapillarvirkning. Dette transporterte metallet danner ytterligere metallborid

og dannelsen eller utviklingen av et keramikk-metall-kompositt fortsetter inntil utgangsmetallet eller bor er blitt forbrukt, eller inntil reaksjonstemperaturen forandres slik at den kommer utenfor området for reaksjonstemperaturen. Den resulterende strukturen omfatter borid av utgangsmetallet, metall og/eller intermetaller eller hulrom eller en kombinasjon av disse, og disse mange fasene kan eventuelt være forbundet i en eller flere dimensjoner. Den endelige volumandelen borid- og metallfaser og graden av sammenbinding kan styres ved å forandre betingelsene, f.eks. utgangstettheten til bormassen, de relative mengdene av bor og utgangsmetall, ved å legere utgangsmetallet, ved å fortynne bormassen med et fyllstoff, ved å forandre temperaturen og ved å forandre tida. Vanligvis vil bormassen være noe porøs, slik at det tillater at utgangsmetallet suges gjennom reaksjonsproduktet. En slik vekevirkning skjer tydeligvis enten på grunn av at volumforandringer ved reaksjonen ikke fullstendig lukker porene som utgangsmetallet kan trekke inn gjennom, eller fordi reaksjonsproduktet forblir permeabelt overfor smeltet metall på grunn av slike faktorer som overflateenergi-betraktninger, som gjør idet minste noen av dets korngrenser permeabelt for utgangsmetallet.

Ved en annen utførelsesform blir en kompositt tilvirket ved transport av smeltet utgangsmetall inn i et eller flere inerte fyllstoffer som inneholder bor. Ved denne utførelsesformen er altså bor innesluttet i et passende fyllstoff, som bringes opptil eller i kontakt med det smeltede utgangsmetallet. Denne prosessen kan gjennomføres på eller i en separat seng som ikke berøres av og som er ureaktiv med det smeltede metallet under prosessbetingelsene. Det smeltede utgangsmetallet infiltrerer bor-fyllstoff-blandingen og reagerer med bor slik at det dannes et metallborid av utgangsmetallet. Det resulterende selvberende keramikk-metall-kompositten er vanligvis en tett mikrostruktur sammensatt av et fyllmateriale innleiret i en matrise som dannes av metallborid og metall. Bare en liten del bor kreves for å fremme den reaktive infiltrasjonsprosessen. Den resulterende matrisen kan således variere i innhold fra en som hovedsakelig består av metalliske bestanddeler og som dermed oppviser visse egenskaper som er karakteristisk for metall, til tilfeller hvor det brukes en høy borkonsentrasjon, slik at det dannes en betydelig borfase som dominerer matrisens egenskaper. Fyllstoffet kan tjene til å bedre komposittegenskapene, senke materialkostnadene eller påvirke kinetikken til bordannelses-reaksjonen og den tilhørende hastighet på varmeutviklingen.

Ved en ytterligere utførelsesform kan materialet som skal infiltreres formes i en preform som tilsvare geometrien til slutt-kompositten. Etterfølgende reaktiv infiltrasjon av preformen av det smeltede utgangsmetallet resulterer i en kompositt med ferdig form eller tilnærmet ferdig form lik preformen, hvilket reduserer kostbar maskinell sluttbehandling og ferdiggjøring.

Definisjoner:

I denne teksten er følgende termer definert slik:

"Utgangsmetall" angir metallet, f.eks. aluminium, som er forløper for det polikrystalinske reaksjonsproduktet, dvs. metallboridet, og omfatter dette metallet som et rent eller forholdsvis

rent metall, et kommersielt tilgjengelig metall med urenheter og/eller legeringsbestanddel, og en legering hvor dette metallet er hovedbestanddel, og når et bestemt metall nevnes som utgangsmetall, f.eks. aluminium, skal dette metallet oppfattes med denne definisjonen som grunnlag, dersom det ikke angis noe annet.

5 "Bor-masse" referer til elementært bor eller et metallborid som reagerer med utgangsmetallet under prosessens temperaturforhold, og gir et borid av utgangsmetallet, idet det vanligvis er i fast form ved vanlige prosessbetingelser, men kan være flytende når det dreier seg om utgangsmetaller med særlig høyt smeltepunkt.

"Metallborid av utgangsmetallet" betyr reaksjonsproduktet av bor og utgangsmetall og 10 omfatter en binær sammensetning av bor med utgangsmetallet såvel som en ternær eller høyere ordens sammensetning, som også kan omfatte bor.

Oppfinnelsen er nedenfor beskrevet nærmere under henvisning til tegningene, hvor:

fig. 1 viser et skjematisk tverrsnitt gjennom et aluminiumemne innleiret i borpulver i en ildfast digel for å bli behandlet i samsvar med oppfinnelsen,

15 fig. 2 viser et mikrofotografi av et snitt gjennom et aluminium-borid-metallkompositt (forstørret 400 ganger) framstilt av en aluminiumlegering som inneholdt 3% magnesium og 10% silisium behandlet med bor ved en "setpoint" temperatur på 1200°C i samsvar med eksempel 1.

Fig. 3 viser et mikrofotografi ved 400X forstørrelse av et snitt av et ZrB_2/Zr -produkt tilvirket ved framgangsmåten i eksempel 4,

20 fig. 4 viser et mikrofotografi ved 400X forstørrelse av et snitt av et Al_2O_3/Al -kompositt tilvirket ved reaktiv infiltrasjon av aluminium i en preform av Al_2O_3 + 1 veksprosent bor som beskrevet i eksempel 9, mens

fig. 5 viser et mikrofotografi ved 400 X forstørrelse av et $Al_2O_3/AlB_{12}/Al$ -kompositt tilvirket ved reaktiv infiltrasjon av aluminium i en preform som inneholder 50 vektprosent Al_2O_3 og 50 25 veksprosent bor som beskrevet i eksempel 9.

I samsvar med oppfinnelsen blir et selvberende legeme fremstilt ved reaktiv infiltrasjon av et smeltet utgangsmetall med en bormasse, slik at det dannes et polykrystalinsk keramikk-metallkompositt som inneholder reaksjonsproduktet av utgangsmetallet med bor og en eller flere uoksiderte bestanddel av utgangsmetallet. Dersom bormassen inneholder et metallborid som 30 kan reduseres med utgangsmetallet under reaksjonsbetingelsene, kan kompositten inneholde, i metallfasen, reduserte metallbestanddel av bormassen. Kompositten kan også ha porøsitet eller hulrom. Bormassen, som vanligvis er i fast form ved de aktuelle betingelser, er fortrinnsvis i form av fine partikler eller pulver, men det skulle være klart at utgangsmetaller som smelter ved høye temperaturer kan kreve bruk av passende borkilder som blir flytende i de aktuelle 35 temperaturområder. Dersom det ønskes kan massen av bor være hovedsakelig inpermeabel, men molvolumet av produktet som dannes er mindre enn for bor, slik at det tillater migrering av smeltet metall gjennom produktet og i kontakt med bormassen. Omgivelsene eller atmosfæren

for framgangsmåten velges slik at den er forholdsvis inert eller ureaktiv under prosessbetingelsene. Argon eller vakuum kan f.eks. være egnete prosessatmosfærer.

Typisk for framgangsmåten hvor bor brukes i elementform er reaksjon mellom bor i pulverform med et utgangsmetall, såsom aluminium, slik at det dannes en kompositt som inneholder metallborid og utgangsmetall, f.eks. aluminiumborid og aluminium, og eventuelt andre ureagerte bestanddeler i utgangsmetallet. Alternativt kan utgangsmetallet reagere med et metallborid som tjener som borkilde slik at det danner et komposittlegeme av metallborid, ureagerte bestanddeler av utgangsmetallet og reduserte bestanddeler av det opprinnelige brukte metallboridet, medregnet intermetaller dannet ved reaksjon av utgangsmetallet med metalliske bestanddeler frigjort ved reduksjon av det opprinnelig brukte metallboridet. Dersom f.eks. titan brukes som utgangsmetall og aluminiumborid som borkilde, kan metallfasen omfatte titan (og enhver ureagert levert bestanddel av titan) aluminium samt en eller flere aluminium/titan-intermetaller (men normalt ikke alle disse samtidig). Titanborid dannes også ved denne framgangsmåten.

Selv om oppfinnelsen nedenfor vil bli beskrevet med særlig henvisning til eksempler hvor utgangsmetallet er aluminium og hvor kilden er bor i elementform, skjer dette bare ved hensyn til forklaringen. Andre utgangsmetaller kan også brukes, såsom silisium, titan, zirkonium, hafnium, landthan, jern, kalsium, vanadium, niob, magnesium og beryllium og eksempler på slike utgangsmetaller er gitt nedenfor. Det kan også brukes reduserbare metallborid, som tilfredsstiller betingelsene ved oppfinnelsen.

I fig. 1 er det vist hvordan en forløper av utgangsmetall, f.eks. aluminium, generelt angitt med henvisningstall 10 blir tildannet til et emne, en barre, stang eller plate e.l. Metallet er i det minste delvis innleiret i bor 12 i elementform, fortrinnsvis med en partikkelstørrelse fra $0,1\text{ }\mu\text{m}$ til $100\text{ }\mu\text{m}$. Dette oppsettet omgis av et inert materiale 14, vanligvis i partikkelform, som ikke fuktes av og som er ureaktiv i forhold til det smeltede metallet og er opptatt i en digel 16 eller et annet ildfast kar. Overflata 18 til utgangsmetallet kan være blottlagt eller utgangsmetallet kan være fullstendig innleiret eller omgitt av bor, på tilsvarende måte som den inerte senga 14 kan sløyfes. Den oppstillingen plasseres i en smelteovn og oppvarmes, fortrinnsvis i en inert atmosfære, såsom argon, over smeltepunktet til utgangsmetallet, men fortrinnsvis under smeltepunktet for det aktuelle metallboridet, slik at det dannes et legeme eller en oppsamling av smeltet metall. Det skulle være klart at den aktuelle eller foretrukne temperaturområdet ikke trenger å strekke seg over hele dette intervallet. Temperaturområdet vil avhenge i vesentlig grad av slike faktorer som sammensetningen av utgangsmetallet og valget av borkilde. Smeltet metall berører bormassen og et metallborid dannes som reaksjonsprodukt. Ved fortsatt blottlegging av bormassen blir det gjenværende smeltede metallet progresivt trukket gjennom reaksjonsproduktet i retning av og inn i massen som inneholder bor, for å gi fortsatt dannelse av reaksjonsprodukt ved skilleflata mellom det smeltede metallet og bor. Kompositten som

tilvirkes ved denne framgangsmåten omfatter reaksjonsproduktet til utgangsmetallet med bor (dvs. bor og/eller en eller flere reduserbare metallborider) og en eller flere uoksiderte bestanddeler av utgangsmetallet eller hulrom eller begge deler eller frigjort metall eller et intermetall som resulterer fra bruken av et metallborid som borkilde. En betydelig mengde av boron reageres slik at det danner metallborid av det opprinnelige metallet, idet denne andelen utgjør minst 50% og fortrinnsvis minst 90%. Omdanningen til metallborid kan være betydelig i noen høytemperatur-anvendelser av produktet, fordi boridet er mer stabilt enn bor, ved at bor vil forsøke å reagere med et metall, f.eks. aluminium, som foreligger i produktet. Boridkrystallittene som dannes ved prosessen kan være forbundet eller ikke, og metallfasene og eventuelle hulrom i produktet er i det minste delvis forbundet. Eventuell porøsitet er tilbøyelig til å oppstå fra delvis eller nesten fullstendig fravær av metallfase til fordel for dannelsen av ekstra reaksjonsprodukt (slik tilfellet er når det foreligger støkiometriske reaktanter eller overskudd av bor) men volumprosenten av hulrom vil også være avhengig av slike faktorer som temperatur, tid, type utgangsmetall, valg av borkilde og porøsiteten på denne.

Ifølge et annet trekk ved oppfinnelsen, er det skapt et selv bærende keramikk-metallkompositt som omfatter en matrise av metalliske bestanddeler og metallborid innleiret i en hovedsakelig inert fyllstoff. Matrisen dannes ved infiltrering av utgangsmetall i en seng eller masse av fyllstoffet nøye blandet med bor. Fyllmaterialet kan ha enhver størrelse eller form og kan være orientert i forhold til utgangsmaterialet på forskjellig vis, så lenge som utviklingsretningen for reaksjonsproduktet skjer imot og vil omslutte idet minste en del av fyllmaterialet uten i vesentlig grad å forstyrre eller fjerne det. Fyllstoffet kan være sammensatt av eller bestå av et hvert egnet materiale, såsom keramiske og/eller metallfibre, -hår, -partikler, -pulver, -stenger, -tråder, -trådduk, -ildfast duk, -plater, -platestykker, nettformet skumstruktur, massive eller hule kuler etc. Volumet av fyllmaterialet kan være et løst eller sammenføydd mønster eller sammenføyning, i det mønsteret kan ha åpninger, hulrom, e.l., for å gjøre fyllmaterialet permeabelt for smeltet metall. Dessuten kan fyllmaterialet være homogent eller heterogent. Dersom det ønskes kan disse materialene sammenføydes med ethvert egnet bindemiddel som ikke innvirker på reaksjonene i samsvar med oppfinnelsen eller etterlater noe uønsket gjenværende biprodukt i det endelige komposittproduktet. Et fyllstoff som er tilbøyelig til å reagere sterkt med bor eller med det smeltede metallet under behandlingen kan være dekket slik at det blir gjort inert overfor prosessmiljøet. F.eks. kan karbonfiber, dersom de brukes som fyllstoff sammen med aluminium som utgangsmetall, være tilbøyelig til å reagere med smeltet aluminium, men den reaksjonen kan unngås dersom fibrene først belegges f.eks. med aluminiumoksid.

En egnet ildfast beholder opptar utgangsmetallet og ei seng eller volum av fyllstoff med en innblandet bormasse passende orientert for å tillate reaktiv infiltrasjon av utgangsmetallet i fyllmassen og utvikle kompositten, og denne beholderen plasseres i en smelteovn som oppvarmes

til en temperatur over smeltepunktet til utgangsmetallet. Ved denne temperaturen vil det smeltede metallet infiltrere det permeable fyllstoffet ved en vekeprosess og reagere med bormassen, slik at det dannes et keramikk-metall-kompositt.

Det er blitt oppdaget at infiltreringen av det permeable fyllstoffet med metallet fremmes av nærværet av bor i fyllstoffet. En liten mengde av bor har vist seg å være tilstrekkelig, men minimum kan avhenge av et flertall faktorer såsom typen og partikkelstørrelsen av bormassen, metalltypen, fyllstofftypen og prosessbetingelsene. Således kan et stort antall borkonsentrasjoner finnes i fyllstoffet, men jo lavere borkonsentrasjonen er, desto høyere blir volumprosenten av metall i matrisen. Når det brukes meget lave bormengder, f.eks. 1 eller 10 vektprosent basert på den totale vekten av fyllstoff pluss bor, er den resulterende matrisen sammenbundet metall og en liten mengde metallborid dispergert i metallet. Ved en kontrolltest uten bor, ble det ikke dannet en kompositt. Eksempel 9 nedenfor viser resultatene for fem forsøk med aluminiumoksid som fyllstoff med 0,1,2,5 og 10 vektprosent bor og aluminium som utgangsmetall. Ved fravær av bor, skjedde ikke den reaktive infiltrasjonen av fyllstoffet og infiltrasjonen er ikke mulig uten spesielle prosedyrer, såsom påtrykking av ytre trykk for å tvinge metallet inn i fyllstoffet.

På grunn av et bredt område av borkonsentrasjoner i fyllstoffet kan brukes, er det mulig å styre eller modifisere egenskapene til det ferdige metall-keramikk-kompositten ved å variere konsentrasjonen av bor. Når bare en liten mengde bor foreligger i forhold til mengden av metall, slik at massen får meget lav bortetthet, får komposittlegemet eller matrisen egenskaper som overveies av egenskapene til metallet, vanligvis duktilitet og seighet, fordi matrisen hovedsakelig er metall. Når en stor mengde bor brukes, f.eks. når borpartiklene er tett pakket rundt fyllmaterialet eller opptar en høy andel av rommet mellom bestanddelene i fyllmaterialet, vil egenskapene i komposittlegemet eller matrisen være dominert av metallboridet, ved at legemet eller matrisen blir hardere eller mindre duktil eller mindre seig. Det er ønskelig å velge mellom disse ytterpunktene, for å fylle behovene til forskjellige bruksområder for komposittene.

Ytterligere variasjoner i karakteristikkene og i egenskapene til kompositten kan skapes ved å styre infiltrasjonsbetingelsene. Variabler kan påvirkes, medregnet typen og størrelsen på borpartiklene, temperaturen og tida for infiltrasjonen og mengden av metall i forhold til tilgjengelig mengde bor og støkiometrien for metallboridet som dannes. F.eks. kan reaktiv infiltrasjon som er basert på store borpartikler og kort eksponeringstid ved lave temperaturer resultere i en delvis omdanning av bor til metallborid. Følgelig vil ureagert bor forbli i mikrostrukturen, hvilket kan gi fordelaktige egenskaper til det ferdige materialet for noen formål. Infiltrasjonen med fine borpartikler, høye temperaturer og lang eksponeringstid (eventuelt med høy temperatur etter at infiltrasjonen er fullstendig) vil gi en mer fullstendig omdanning til metallborid. Omdanningen av bor til metallborid bør fortrinnsvis være minst 50%, og særlig fordelaktig minst 90%. Infiltrasjonen ved høye temperaturer (eller etterfølgende behandling ved høy temperatur) kan også resultere i fortetning av noen av

komposittbestanddelene ved en sintreringsprosess. I tillegg kan reduksjonen av mengden av tilgjengelig metall under det nødvendige for dannelsen av metallborid og fylle de resulterende hulrom i materialet, som nevnt overfor, resultere i et porøst legeme som også kan ha nyttige bruksområder. I et slikt kompositt kan porøsiteten variere fra 1 til 25% volumprosent, og noen ganger høyere, avhengig av de mange faktorer eller betingelser som er nevnt ovenfor.

En særlig effektiv framgangsmåte for å gjennomføre denne oppfinnelsen innebærer forming av bormassen sammen med et ønsket inert fyllstoff i en preform med en form som tilsvare geometrien til sluttproduktet. preformen kan tilvirkes med et stort antall vanlige formingsmåter for keramiske legemer, såsom uniaksialpressing, isostatisk pressing, forskjellige former for støping, injeksjonsstøping, filamentvikling av fibrøse materialer etc., avhengig av egenskapene til bormassen og det eventuelle fyllstoffet. Den opprinnelige sammenbindingen av partikler eller fibre forut for infiltrasjonen kan oppnås ved svak sintring eller ved bruk av forskjellige organiske eller uorganiske bindemidler som ikke påvirker prosessen eller bidrar til å skape uønskete biprodukter i det ferdige materialet. Preformen tilvirkes slik at den får tilstrekkelig formfasthet og rå styrke og den bør være permeabel for transporten av smeltet metall, fortrinnsvis med en porøsitet mellom 5 og 90 volumprosent, særlig mellom 25 og 50 volumprosent. Dersom utgangsmetallet er aluminium, er silisiumkarbid, aluminiumoksid og aluminium-dodekaborid egnede fyllmaterialer for preformen, med partikkelstørrelse fra 0.025 til 1.8 mm, idet blandinger av fyllmaterialer og partikkelstørrelser kan brukes. Preformen blir deretter brakt i kontakt med det smeltede metallet på en eller flere sider i tilstrekkelig tid til å gjennomføre infiltrasjonen av matrisen til preformens grenseflater. Resultatet av denne framgangsmåten er et keramikk-metall-komposittlegeme med en form som er nær eller eksakt tilsvare formen på det ferdige produktet, hvilket reduserer eller eliminerer kostbar sluttbearbeiding eller sliping.

Følgende eksempler illustrerer nye reaksjonsprodukter i samsvar med oppfinnelsen og måten de tilvirkes på:

Eksempel 1:

Ei aluminiumstang med 99,7% renhet, med dimensjoner 5,1x0,95x0,63cm ble senket ned i 0.42 mm krystalinsk borpulver i en ildfast digel. Dette systemet ble plassert i en motstandsvarmet rørovn tilført argongass som strømmet med 200 cm³/min, oppvarmet til en temperatur på 1200°C i 22 timer, hvorefter det fikk kjøle ned i omtrent 5 timer før uttak fra ovnen.

Undersøkelse av produktet etter oppsnitting viste at reaksjonen med metallet hadde skjedd utover i alle retninger fra de opprinnelige flatene på metallstanga, slik at det oppstod et hull tilnærmet lik formen på stanga. Mikroskopisk undersøkelse av reaksjonsproduktet bekreftet at det forelå et keramikk-metall-kompositt og viste at både keramikk-bestanddelene og metall-

bestanddelene var forbundet. Røntgenstråle-diffraksjonsanalyse av produktet bekreftet nærværet av aluminium-dodekaborid (AlB_{12}) og aluminium. Det forelå også spor av aluminiumnitrid, som kan være dannet av små forurensninger av argon-atmosfæren eller av borpulveret.

Fig. 2 viser et mikrofotografi ved 400X forstørrelse av et tverrsnitt av komposittproduktet, som viser AlB_{12} (mørk grå), Al (lys grå) som hovedfaser og en isolert partikkel av AlN-forurensning.

Den beskrevne framgangsmåten ble gjentatt, med det unntak at ei stang av aluminiumlegering som inneholdt 10% silisium og 3% magnesium, og ei anna stang med kommersielt tilgjengelig A 380.1 aluminiumlegering (2.9% Zn, 3.0-4.0% Cu, 7.5-9.5% Si, 1.0% Fe, 0.10% Mg, 0.50% Mn, 0.35% Sn, 0.50% Ni, maksimum 0.50% andre urenheter, og resten Al; Aluminium Association, Inc.) ble brukt som utgangsmetall i adskilte forsøk. For hvert forsøk ble det dannet en kompositt som inneholdt AlB_{12} og Al. Følgelig var ikke tilvirkningen av en kompositt ved framgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen særlig følsom overfor sammensetningen i utgangsmetallet.

Eksempel 2:

Ei sylindrisk stang av 99,7% reint titan, med en diameter på 1,3 cm og en lengde 2,5 cm ble innleiret i 92-95% rent amorft borpulver med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på 2-3 mikron, slik at ei sirkulær flate ble blottlagt mot atmosfæren. Dette oppsettet, opptatt i en ildfast aluminiumoksid-digel ble oppvarmet til omtrent 1700°C (målt på metallflata med et optisk pyrometer) i en induksjonsovn med direkte kobling til metallet. Oppvarmingen ble gjennomført i en atmosfære av 99,5% argon og 0,5% hydrogengass (hydrogen ble tilsatt for å undertrykke deltrykket av spor av oksygenforurensninger) som strømmet med 150 cm³/min. Oppvarmingen til denne temperaturen skjedde gradvis over 10-20 min. Da smeltepunktet for titan ble nådd, skjedde reaksjonen meget hurtig med betydelig frigjøring av varme. reaksjonen ble fullført iløpet av 20 sekund fra starten.

Undersøkelse av det resulterende materialet viste at reaksjoenn skjedde utover fra metallflatene ut i bormassen, slik at det oppstod et hull i det området som opprinnelig ble opptatt av utgangsmetallet. Tilsvarende analyse som under eksempel 1 bekreftet nærværet av TiB_2 og spor av Ti_3B_4 i det koherente, sterkt porøse legemet som var dannet. Verken røntgenstråle-diffraksjon eller optisk mikroskopi avslørte eksistensen av metallisk titan, hvilket indikerer at det i dette tilfelle var tilstrekkelig mye bor tilstede til at reaksjonen hadde forbrukt hele utgangsmetallet.

Denne framgangsmåten ble gjentatt med det unntak at TiB_2 -pulver ble brukt i kombinasjonen med borpulver i en 50 volumprosent blanding, for å moderere reaksjonen. Da smeltepunktet for titan var nådd, ble det iaktatt at reaksjonen skjedde langsommere (over omtrent 1 minutt) med mindre tydelig varmeutvikling. Det resulterende koherente, porøse

materialet hadde også innhold av TiB_2 med spor av Ti_3B_4 . Den påviste TiB_2 representerte sannsynligvis både de opprinnelige innblandete partiklene og et reaksjonsprodukt av titan-bor.

Dette eksemplet illustrer at det ved passende valg av materialer og betingelser kan tilvirkes et legeme med lite eller intet metall.

5

Eksempel 3:

I dette eksemplet ble 98,4 reine silisiumflak med forskjellig størrelse innleiret med en blottlagt flate i 92-95% reint, amorft borpulver i en ildfast digel. Dette utgangsproduktet ble oppvarmet i en induksjonsovn til omtrent 1500°C , fult av prosedyren i eksempel 2.

10 Oppvarmingen skjedde i en atmosfære av 99,0% argon og 1,0% hydrogengass, som strømmet med $400\text{ cm}^3/\text{min}$.

Da silisiumets smeltepunkt var nådd skjedde en hurtig eksoterm reaksjon som førte til dannelsen av et komposittlegeme med et sentralt hull der hvor silisiumet hadde vært i starten. Diffraksjonsanalyse av reaksjonsproduktet bekreftet nærværet av SiB_6 (i to polymorfer) og en Si-

15 matrise. Undersøkelse av produktet avslørte et koherent, hardt legeme med en viss synlig porøsitet.

Eksempel 4:

Framgangsmåten i eksempel 2 ble gjentatt med det unntak at ei stang av 99,7% rein zirkonium ble brukt istedet for titan og oppvarmingen skjedde til en temperatur på omtrent 1900°C i en atmosfære som inneholdt 99% argon og 1% hydrogen. Tilsvarende ble en hurtig eksoterm reaksjon iaktatt når smeltepunktet for zirkonium ble nådd, hvilket resulterte i et hult, sterkt porøst legeme som inneholdt ZrB_2 og spormengder av Zr, bestemt ved diffraksjonsanalyse.

For å moderere denne reaksjonen ble framgangsmåten ovenfor gjentatt med ei seng som inneholdt ZrB_2 -pulver ($-0.25, +0.13\text{ mm}$ partikkelstørrelse) og borparkler i en blanding med like volumdeler. Reaksjonen skjedde da langsommere og det resulterende hule legemet inneholdt ZrB_2 -partikler (omfattende både partikler tilsatt opprinnelig til sengen og partikler utviklet ved zirkonium-bor-reaksjonen) i ei Zr-matrise. Mikrostrukturen til dette materialet er illustrert i fig. 3, og identifiseringen av fasene ble bekreftet ved diffraksjonsanalyse.

30

Eksempel 5:

Framgangsmåten i eksempel 2 ble gjentatt med ei titanstang i ei seng som inneholdt en blanding av 83,6 vektprosent titannitrid-pulver (-0.078 mm partikkelstørrelse) og 16,4 vektprosent krystallinsk bor. Dette systemet ble varmet gradvis til $1800\text{-}2000^\circ\text{C}$ i 99% argon og

35 1% hydrogen som strømmet med $200\text{ cm}^3/\text{min}$.

Over smeltepunktet til titan skjedde reaksjonen med borparklene, og reaksjonsproduktet grodde inn i innleiringen av de omgivende titannitrid-partiklene. Diffraksjonsanalyse av

produktet avslørte innholdet av TiB_2 , TiN , og TiB som hovedfaser, en spormengde Ti_2N og en viss forurensning med Ti_2O_3 , tydeligvis fra reaksjonen med aluminiumoksid-digelen.

Eksempel 6.

- 5 Et sylindrisk emne av titan (1,9 cm langt og 1,6 cm tverrmål) ble nedsenket i ei seng av aluminium-dodekaboridpartikler ($3\text{--}8\ \mu\text{m}$ partikkelstørrelse). Dette systemet ble oppvarmet etter framgangsmåten i eksempel 2 til en reaksjonstemperatur på $1800\text{--}2000^\circ\text{C}$ i en inert atmosfære av 99% argon og 1% hydrogen som strømmet ved $300\ \text{cm}^3/\text{min}$.

- 10 Over smeltepunktet for titan skjedde reaksjonen med aluminium-dodekaborid hvilket formet et kompositt-materiale under gjennomføringen av reaksjonen, hvilket inneholdt en titandiborid-matrise som omga innleiringer av aluminium frigitt ved reaksjon av titan med aluminium-dodekaborid. Faseidentifikasjon ble bekreftet ved diffraksjonsanalyse av prøven, som også viste forekomst av Ti_3B_4 og TiB .

15 Eksempel 7:

- For å illustrere bruken av ei preform for å oppnå en komposittdel med en definert sluttgeometri, ble to preformer tilvirket ved å blande borparkler med 5 vekstprosent av et organisk bindemiddel (AvicelPh-105, et produkt fra FMC Corp.) og presse det til skiver ($3,2\ \text{cm}$ diameter og $0,95\ \text{cm}$ tykkelse) ved et trykk på $2800\ \text{kp}/\text{cm}^2$. Amorft borpulver med to forskjellige partikkelstørrelser ble brukt: a) $2\text{--}3\ \mu\text{m}$ gjennomsnittlig partikkelstørrelse og b) $0,078\ \text{mm}$ partikkelstørrelse. Utgangsmetallet var dannet av skiver ($2,5\ \text{cm}$ tverrmål og $0,95\ \text{cm}$ tykkelse) av 9,7% reint aluminium. Hver sammenstilling omfattet ei borskive plassert under ei aluminiumsskive og omgitt på alle sider unntatt oversida med $1,06\ \text{mm}$ partikler av aluminiumoksid (Norton Company 38 Alundum) i en ildfast digel. Dette ble oppvarmet i en muffelovn i 15 timer til en temperatur på 1800°C som ble holdt i 48 timer, og kjølt i 10 timer i en ren argonstrøm på $200\ \text{cm}^3/\text{min}$.

- Undersøkelse av prøvene viste at metallet hadde infiltrert borskivene og reagert med bormassen til et keramikk-metall-kompositt som inneholdt AlB_{12} (i to isomorfer) og Al, samt spormengder av AlN-forurensning, fastlagt ved diffraksjonsanalysen. Komposittskivene hadde geometri som tilsvarte de opprinnelige preformene og dimensjonene til de ferdige legemene var nokså nær de opprinnelige dimensjonene til preformene. I hvert tilfelle var det igjen litt metall mot det opprinnelige metallet, hvilket kunne skilles fra kompositten med forholdsvis lav kraft.

- 35 Prøvene på kompositten ble tilvirket for mekaniske målinger ved saging og sliping av små teststenger for bøyeprøver. Resultatene viste en maksimal bøyestyrke på henholdsvis 1968 og $1230\ \text{kp}/\text{cm}^2$ for skiver tilvirket av henholdsvis $2\text{--}3\ \mu\text{m}$ og minus $0,078\ \text{mm}$ borparkler. Begge prøvene viste tegn på betydelig deformasjon før svikt, hvilket ble oppfattet som tegn på duktiliteten i aluminium-innholdet i kompositten.

Eksempel 8:

Som en ytterligere demonstrasjon på preform-metoden, ble TiB_2 partikler ($-0.25\text{mm}/+0.09\text{mm}$) blandet med amorfe borpartikler (-0.078 mm) i et vektsforhold på henholdsvis 62,5 og 37,5%. Ved framgangsmåten som i eksempel 7, ble disse pulvrene presset til en preform med dimensjon $10 \times 10 \times 1,27\text{ cm}$ med et trykk på 210 kp/cm^2 . Preformen ble sammenføyd med aluminium (legering 1100, nominelt 99% ren) i form av ei $5 \times 10 \times 1,27\text{ cm}$ stang plassert under preformen i en aluminiumoksid-seng. Oppvarming ble gjennomført som i eksempel 7 over en periode på 15 timer.

Det resulterende komposittlegemet gjenga nær formen og dimensjonene på preformen. Det ble fastslått innhold av TiB_2 og aluminiumoksid i kompositten ved diffraksjonsanalyse. Undersøkelse, både optisk og ved elektronmikroskopi, indikerte eksistensen av ytterligere faser, identifisert som en rest av amorft bor (ikke påvist ved diffraksjonsanalyse) og AlB_{12} . Den kortere oppvarmingstiden for dette eksemplet sammenlignet med eksempel 7 kan forklare den lavere grad av fullføring av aluminium-bor-reaksjonen i dette tilfellet.

Bøystyrkeprøver på fire eksempler skåret ut av kompositten og gjennomført ved den framgangsmåten som er beskrevet i eksempel 7 ga en gjennomsnittlig verdi på 1490 kp/cm^2 (± 70) og en ytterligere større tegn på duktilitet enn for materialene i eksemplet foran. Den sterkt deformerbare karakter til dette materialet stammet sannsynligvis fra det høyere innhold av aluminiumoksid, en konsekvens av det lavere sammenpressingstrykket og derfor lavere tetthet i den opprinnelige preformen.

Eksempel 9:

For å illustrere effektiviteten av bare en liten konsentrasjon av bor, ble det tilvirket skiver med aluminiumoksid-partikler pluss 0,1,2,5 og 10 vekstprosent amorf bor. Ved framstillingen av skivene ble passende forhold av aluminiumoksid (38 Alundum, 0.115 mm størrelse) og bor ($2-3\text{ }\mu\text{m}$ partikkelstørrelse) blandet med 5 vekstprosent av et organisk bindemiddel (Avicel PH-105) og presset til skiver med diameter $3,2\text{ cm}$ og tykkelse $0,8\text{ cm}$. Disse skivene ble nedgravd i ildfaste senger av partikler av aluminiumoksid (38 Alundum, 0.28 mm størrelse) med et sylindrisk emne på 99,7% rent aluminium, med tykkelse $0,63\text{ cm}$ og diameter $2,5\text{ cm}$, plassert over hver skive, slik at de sirkulære flatene stod i kontakt. Dette systemet ble oppvarmet til 1200°C i 17 timer med en strøm av rent argon ved $200\text{ cm}^3/\text{min}$.

I hvert system hvor skiva av fyllmateriale inneholdt bor infiltrerte smeltet aluminium i skiva, slik at partiklene av aluminiumoksid ble innleiret til å danne et komposittmateriale med vesentlig en matrise av aluminium, som inneholdt visse partikler av reaksjonsprodukter. I systemet hvor fyllmaterialet ikke inneholdt bor, skjedde ingen infiltrasjon i fyllmaterialet av smeltet aluminium. De infiltrerte komposittene beholdt nøyaktig sin geometri og sine dimensjoner fra preformen.

Fig. 4 viser et mikrofotografi av et tverrsnitt gjennom komposittprøven tilvirket med 1% bor

i preformen, hvilket illustrerer dannelsen av en kompositt som inneholdt Al_2O_3 og en mindre mengde AlB_{12} -reaksjonsprodukt. Til sammenligning viser fig. 5 et komposittmateriale tilvirket ved en liknende framgangsmåte, med det unntak at den opprinnelige preformen inneholdt 5 vekstprosent - 0.078 mm amorft bor. Det resulterende kompositten inneholdt en langt større 5 mengde AlB_{12} (fastslått ved diffraksjonsanalyse) og en mindre mengde aluminiumoksid og aluminium, som forventet på grunn av den forskjellige sammensetningen av preformen.

Eksempel 10:

Ei stang av reint lanthan med lengde 1,9 cm, bredde 1,27 cm og tykkelse 0,63 cm, vekt 10,8 10 gram, ble innleiret i 24,5 gram 98-99% reint krystalinsk borpulver (- 0.078 mm størrelse) slik at ei stor sideflate var blottlagt. Mengden av borpulver som omga stanga var i støkiometrisk overskudd i forhold til dannelsen av lanthan heksaborid ved reaksjon av lanthan med bor. Systemet ovenfor ble opptatt i en digel av aluminiumoksid og oppvarmet til omtrent 1800°C (målt ved optisk pyrometri mot lanthanstanga) i en induksjonsovn med direkte kobling til 15 metallet. Oppvarmingen ble gjennomført i en atmosfære av reint argon som strømmet med 200 cm^3/min . Oppvarmingen skjedde over omtrent 30 min. Reaksjonen ble observert da smeltepunktet for lanthan ble nådd. Fordi optisk pyrometri måler temperaturen på metallens ytterflate kan temperaturen i indre deler av metallstanga og/eller på bestemte reaksjonssteder være høyere enn den målte temperaturen.

20 Det smeltede metallet infiltrerte bormassen radialt og ga dermed et keramisk legeme med et hurom i det området som opprinnelig var opptatt av lanthanstanga. Det keramiske legemet var koherent og porøst. Diffraksjonsanalyse av materialet identifiserte den keramiske strukturen som lanthan heksaborid.

Patentkrav:

1. Framgangsmåte for tilvirking av et selvbærende legeme ved bruk av et modernmetall (10), hvor modernmetallet (10) varmes i en hovedsakelig inert atmosfære til en temperatur over dets smeltepunkt for å danne en smelte, og hvor smelten kontaktes med et borholdig materiale (12),
5 **karakterisert** ved at

det borholdige materialet (12) velges i form av en masse av bor eller et metallborid;

at temperaturen opprettholdes tilstrekkelig lenge til at smeltet modernmetall (10) infiltrerer det borholdige materialet (12) slik at smeltet modernmetall reagerer med det borholdige
10 materialet (12) til å danne et modernmetallborid, og

at reaksjonen fortsettes tilstrekkelig lenge til å danne et selvbærende legeme som omfatter en metallisk fase og modernmetallborid.

2. Framgangsmåte ifølge krav 1,

karakterisert ved at det borholdige materialet (12) formes ved sammenblanding med
15 en inert fyller.

3. Framgangsmåte ifølge krav 1 eller 2,

karakterisert ved at det borholdige materialet (12) tilføres i støkiometrisk mengde eller mere, og at infiltreringen og reaksjonen fortsettes inntil praktisk talt alt modernmetallet (10) er forbrukt.

20 4. Framgangsmåte ifølge krav 3,

karakterisert ved at infiltreringen og reaksjonen fortsettes i et tidsrom som er tilstrekkelig til å danne et porøst legeme.

5. Framgangsmåte ifølge et av kravene 1 til 3,

karakterisert ved at modernmetallet (10) velges i form av aluminium, titan, zirkonium,
25 silisium, hafnium, lantan, jern, kalsium, vanadium, niob, magnesium eller beryllium, eller en kombinasjon av disse.

6. Framgangsmåte ifølge krav 1 eller 2,

karakterisert ved at det borholdige materialet (12) på forhånd er formet til en preform med en forutbestemt form, og at infiltreringen og reaksjonen inn i preformen danner et
30 selvbærende legeme med samme geometri som preformen.

7. Framgangsmåte ifølge krav 1 eller 2,

karakterisert ved at det anvendes et borholdig materiale (12) med lav spesifikk tetthet, for derved å danne et selvbærende legeme med egenskaper som domineres av egenskapene ved den metalliske fasen.

35 8. Framgangsmåte ifølge krav 1 eller 2,

karakterisert ved at det anvendes et borholdig materiale (12) med høy spesifikk tetthet, for derved å danne et selvbærende legeme med egenskaper som domineres av

egenskapene ved modermetallboridet.

9. Framgangsmåte ifølge krav 1 eller 2,

karakterisert ved at modermetallet (10) velges i form av aluminium og/eller at borkilden (12) velges i form av elementært bor, slik at det selvbærende legemet omfatter aluminium og/eller aluminiumborid.

10. Framgangsmåte ifølge krav 9,

karakterisert ved at det anvendes et borholdig materiale (12) som omfatter minst 50 vekt% borkilde, og at modermetallboridet er hovedsakelig innbyrdes forbundet, i det minste todimensjonalt.

11. Framgangsmåte ifølge at av kravene 1 til 10,

karakterisert ved at det anvendes et borholdig materiale (12) som inkluderer et metallborid som er reduserbart av modermetallet, og at det velges en metallisk fase som inkluderer metall fra metallboridet.

12. Framgangsmåte ifølge krav 11,

karakterisert ved at modermetallet (10) velges i form av titan og at det reduserbare metallboridet velges i form av aluminium-dodekaborid.

13. Framgangsmåte ifølge krav 2,

karakterisert ved at modermetallet (10) velges i form av aluminium og at fylleren velges i form av karbonfibre som på forhånd er belagte med alumina.

14. Framgangsmåte ifølge et av kravene 1 til 13,

karakterisert ved at det som inert atmosfære anvendes en argonholdig gass.

15. Framgangsmåte ifølge krav 2,

karakterisert ved at det velges en fyller som omfatter en inert fyller med den samme sammensetning som modermetallboridet som dannes.

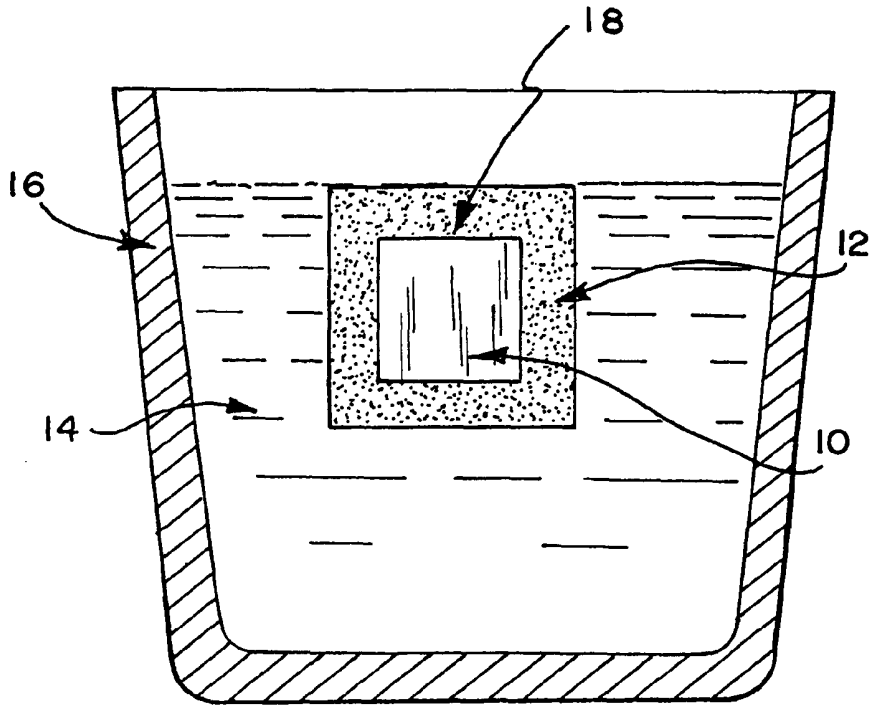


FIG. 1

169972

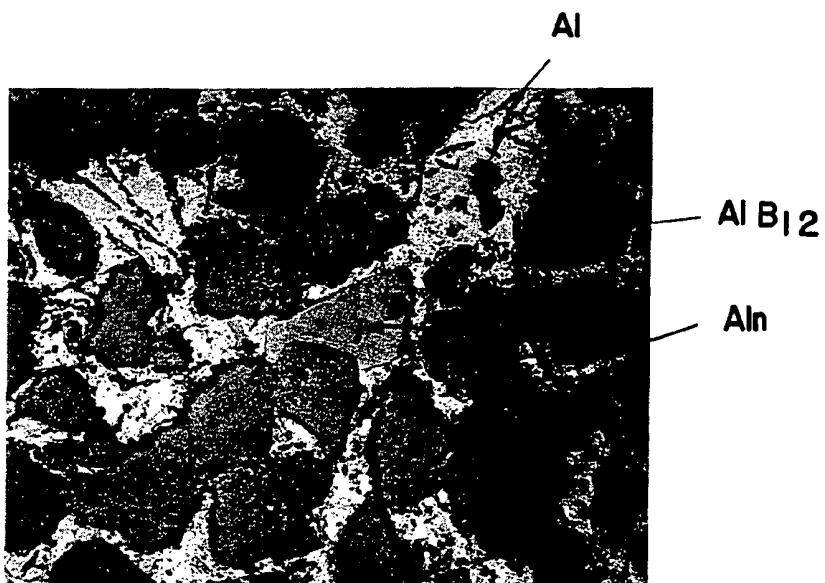


FIG. 2

169972

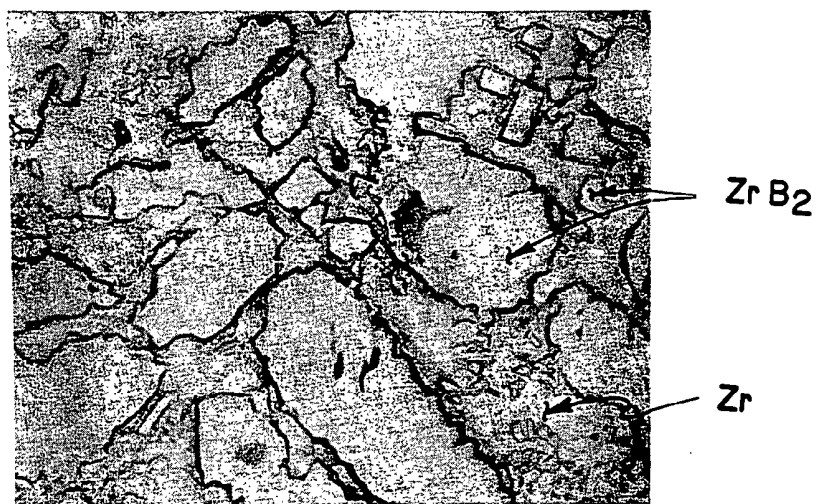


FIG. 3

169972

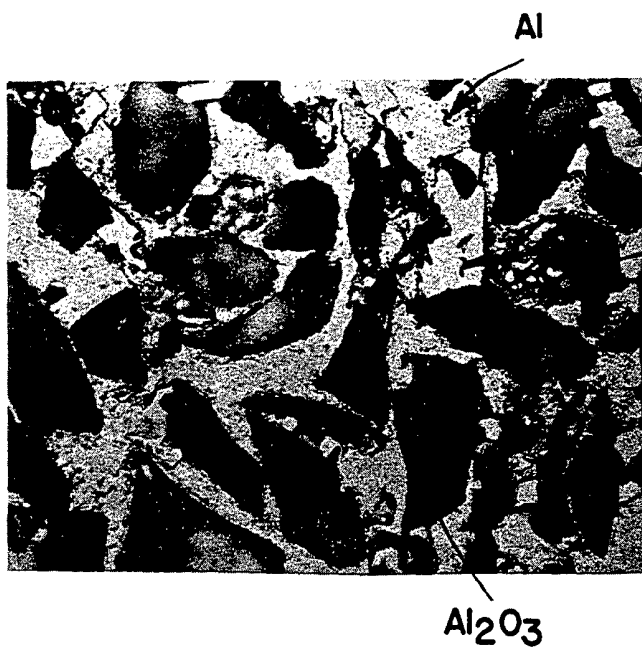


FIG. 4

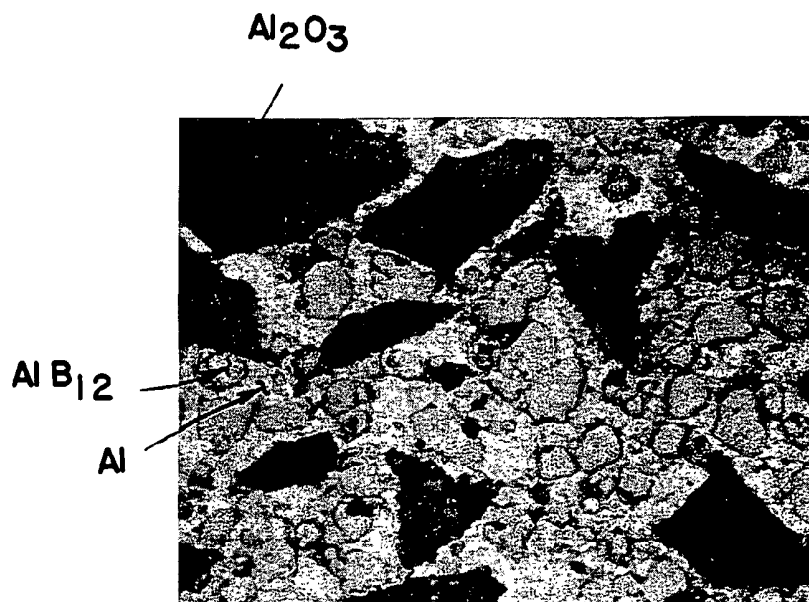


FIG. 5