



SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT

BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

⑪ CH 679854 A5

**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑤① Int. Cl.<sup>5</sup>: C 01 B 21/00  
 C 01 B 31/30  
 C 01 B 35/02  
 B 22 F 9/16

⑫ **PATENTSCHRIFT** A5

⑳ Gesuchsnummer: 1013/89

㉔ Anmeldungsdatum: 20.03.1989

㉓ Priorität(en): 22.03.1988 SU 4390733

㉒ Patent erteilt: 30.04.1992

㉑ Patentschrift  
veröffentlicht: 30.04.1992

㉑ Inhaber:  
Institut Strukturnoi Makrokinetiki Akademii Nauk  
SSSR, Chernogolovka (SU)

㉒ Erfinder:  
Merzhanov, Alexandr Grigorievich, Chernogolovka (SU)  
Borovinskaya, Inna Petrovna, Chernogolovka (SU)  
Mamian, Sos Sarkisovich, Chernogolovka (SU)  
Maslov, Vitaly Mikhailovich, Chernogolovka (SU)  
Vershinnikov, Vladimir Ivanovich, Chernogolovka (SU)

㉓ Vertreter:  
Patentanwälte Schaad, Balass & Partner, Zürich

㉔ **Verfahren zur Herstellung von pulverförmigen höchstschmelzenden anorganischen Verbindungen und metallischen Kompositionen.**

㉕ Die Erfindung bezieht sich auf die anorganische Chemie sowie auf ein Verfahren zur Herstellung von pulverförmigen höchstschmelzenden anorganischen Verbindungen und pulverförmigen metallischen Mischkörpern.

Das Herstellungsverfahren besteht erfindungsgemäss darin, dass man eine Charge, bestehend aus Elementen der I. bis VIII. Gruppe des Periodensystems und/oder ihren Oxiden und/oder ihren Halogeniden sowie aus Metallen der I. bis III. Gruppe des Periodensystems der Elemente und/oder ihren Hydriden sowie Stickstoff und/oder Kohlenstoff und/oder Bor und/oder Silizium und/oder Schwefel und/oder Phosphor und/oder Oxiden und/oder Halogeniden und/oder organischen Verbindungen dieser Elemente, mit Zusätzen und zwar Oxiden der Metalle der II. Gruppe des Periodensystems der Elemente und/oder Alkalimetallhalogeniden und/oder Ammoniumhalogenid, Polystyrol, Polyäthylen und Harnstoff vermischt, wonach die zubereitete Charge in eine Reaktionszone eingebracht und zwecks Durchführung der selbständig ablaufenden Hochtemperatursynthese des Endprodukts gezündet wird. Das Syntheseprodukt wird dann aus der Reaktionszone ausgetragen und das Endprodukt von Synthesenebenprodukten durch Behandlung mit einer Mineralsäurelösung gereinigt.

Die Erfindung wird beispielsweise in der Pulvermetallurgie Verwendung finden.



## Beschreibung

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf die anorganische Chemie und insbesondere betrifft sie ein Verfahren zur Herstellung von pulverförmigen höchstschmelzenden anorganischen Verbindungen und pulverförmigen metallischen Kompositionen.

Die Erfindung wird in der Pulvermetallurgie zur Herstellung von Hartmetallen, hitzefesten und gegen aggressive Mittel beständigen Werkstoffen, bei der Herstellung von keramischen Verbundwerkstoffen Verwendung finden.

Heutzutage ist ein Verfahren zur Herstellung von höchstschmelzenden anorganischen Verbindungen insbesondere von Karbiden, Boriden, Siliziden und Nitriden der Metalle der IV., V. und VI. Gruppe des Periodensystems der Elemente (GB-B 1 497 025) bekannt.

Bei der Durchführung dieses Verfahrens vermischt man wenigstens eines der Oxide von Metallen der IV., V. und VI. Gruppe des Periodensystems der Elemente, metallisches Reduktionsmittel Aluminium, Magnesium, Kalzium und Stickstoff, Kohlenstoff, Bor, Silizium. In der Reaktionszone erfolgt dann die Synthese durch Reaktion zwischen den genannten Komponenten unter Bedingungen der gerichteten Verbrennung, wobei die Reaktion durch exotherme Wechselwirkung der Komponenten im Reaktionsraum bei einem zwischen 1 und 5000 bar liegenden Druck des gasförmigen Mediums spontan abläuft. Die Verbrennungstemperatur erreicht dabei etwa 4000 bis 5000°C, so dass ein gegossenes Produkt hergestellt wird.

Um Hartmetalle auf der Basis von höchstschmelzenden anorganischen Verbindungen herzustellen, setzt man dem angegebenen Gemisch Nickel, Kobalt, Molybdän oder Oxide derselben in einer Menge von 5 bis 20 Masse-% zu. Zwecks Verbesserung der mechanischen Eigenschaften (Hitzefestigkeit, Verschleissbeständigkeit, Härte) von Hartmetallen werden ebenfalls Legierungszusätze beispielsweise Mangan in einer Menge von 1 bis 5 Masse-% zugegeben.

Zum Vermeiden des Siedens von flüchtigen Komponenten des Gemisches und der Dissoziation des Endprodukts führt man die Synthese in der Gasatmosphäre unter einem Druck von 1000 bis 5000 atm durch.

Bei der Synthese kommt es zur Bildung des Endprodukts und der Schlacke in Form von Metalloxid des Reduktionsmittels, wobei das Endprodukt und die Schlacke bei der Synthesetemperatur im flüssigen Zustand vorliegen und sich wegen unterschiedlichen spezifischen Gewichts entmischen. Nach diesem Verfahren lassen sich höchstschmelzende Verbindungen als kompakte homogene Erzeugnisse synthetisieren. Die Herstellung von Pulvern aus den kompakten Erzeugnissen ist jedoch mit den zusätzlichen Schwierigkeiten, und zwar Mahlen und Klassieren verbunden und liefert keine homogenen Pulver.

Bekannt ist ein Verfahren zur Synthese von höchstschmelzenden Stoffen, und zwar Nitriden der Metalle aus der III. bis IV. Gruppe des Periodensystems der Elemente (US-A 4 459 363), das im Vermischen von Natriumazid mit metallischem Kalzium oder Magnesium und stöchiometrisch gewähltem Oxid von Seltenerdmetallen, Metallen der III. bis IV. Gruppe oder ihren Mischungen besteht. Das zubereitete Gemisch erhitzt man auf eine Entzündungstemperatur, wodurch das Gemisch, indem es sich selbst unterhält, so lange brennt, bis ein höchstschmelzender Nitridverbund entsteht.

Da eine der Komponenten des Ausgangsgemisches Azid ist, macht das Verfahren unmöglich, pulverförmige Verbindungen von höchstschmelzenden Metallen ausser Nitride herzustellen. Aber selbst bei der Synthese von Nitriden der Metalle aus der III. bis IV. Gruppe gestattet dieses Verfahren keine grosstechnische Herstellung wegen Brand- und Explosionsgefahr zu organisieren, weil der Syntheseprozess von der Bildung des gasförmigen Natriums in einer Menge von 7,5 l je 1 Mol MeN begleitet wird. Bei der Synthese von Nichtmetallnitriden beispielsweise Siliziumnitrid kann ausserdem die Umsetzung von Nitrid bei hohen Temperaturen der selbständig ablaufenden Hochtemperatursynthese und relativ geringen Drücken von Stickstoff unvollständig erreicht werden, weil das Siliziumnitrid dissoziiert.

Bekannt ist ferner ein Verfahren zur Herstellung von höchstschmelzenden Karbiden, Boriden, Siliziden, Sulfiden und Nitriden der Metalle aus der IV. bis VI. Gruppe des Periodensystems der Elemente (US-A 3 726 643). Das Verfahren besteht darin, dass man Pulver von Metallen der IV. bis VI. Gruppe und von Nichtmetallen C, B, Si, S und N als Ausgangsbestandteile vermischt. Das zubereitete Gemisch wird von der Wärmequelle, und zwar Wolframdraht, Chromnickeldraht mit einem Zündgemisch angezündet, und danach erfolgt die selbständig ablaufende Hochtemperatursynthese in der Inertgasatmosphäre. Das hergestellte Produkt stellt ein Konglomerat von gesinterten Grobkörnern mit unterschiedlicher Grösse dar, was die weitere Verwendung des Produkts erschwert, weil es das zusätzliche Mahlen und Klassieren erfordert.

Nach diesem Verfahren kann man ausserdem höchstschmelzende Verbindungen von Elementen der I., II., III. und VIII. Gruppe des Periodensystems der Elemente nicht synthetisieren, weil die Umsetzung von Elementen der aufgezählten Gruppen mit B, Si, C und N ein niedrigthermischer Prozess ist, so dass die selbständig ablaufende Hochtemperatursynthese entweder nicht oder unvollständig verwirklicht wird.

Die heute bekannten Verfahren zur Herstellung von höchstschmelzenden anorganischen Verbindungen und metallischen Mischkörpern, d.h. pulverförmigen metallischen Kompositionen gestatten also nicht, feindisperse Pulver, die hinsichtlich der chemischen und Phasenzusammensetzung homogen sind, zu synthetisieren. Feindisperse Pulver stellt man zurzeit aus gröberen Pulvern oder Sinterzeugen von

höchstsammelnden Stoffen her, indem man sie mit Kugelmöhlen mahlt. Der Mahlgang ist sehr langwierig, und dadurch, dass viele höchstsammelnde Stoffe abschleifend wirken, kommt es zur Verunreinigung der Pulver durch Werkstoffe, aus denen die Möhlen bestehen. Da Ausgangsstoffe korngrosseninhomogen sind, bleibt auch das gemahlene Pulver ebenfalls genügend inhomogen. Die Teilchengrösse der hergestellten Verbindungen nach dem Mahlen schwankt zwischen Mikrometerbrüchen und 5 bis 10  $\mu\text{m}$ . Dadurch werden die physikalisch-mechanischen und Betriebseigenschaften von aus zerkleinertem Pulver hergestellten Erzeugnissen verschlechtert.

Diese Aufgabe wird durch die Merkmale des kennzeichnenden Teils der Ansprüche 1 und 2 gelöst.

Dank der beanspruchten Erfindung kann man feinkörnige Pulver (0,1 bis 10,0  $\mu\text{m}$ ) gewinnen, welche eine homogene Phasen- und Kornzusammensetzung aufweisen. Es gelingt ausserdem jetzt pulverförmige höchstsammelnde anorganische Verbindungen und metallische Mischkörper von Elementen der I. bis VIII. Gruppe des Periodensystems herzustellen.

Nach der beanspruchten Erfindung ist zweckmässigerweise eine Charge zu verwenden, die aus einem Gemisch von 12,00 bis 80,95 Masse-% wenigstens eines Elements der I. bis VIII. Gruppe des Periodensystems der Elemente und/oder wenigstens eines Oxids und/oder wenigstens eines Halogenids von Elementen der I. bis VIII. Gruppe des Periodensystems; 0,05 bis 31,50 Masse-% Stickstoff und/oder Kohlenstoff und/oder Bor und/oder Silizium und/oder Schwefel und/oder Phosphor und/oder Oxiden eines beliebigen der genannten Elemente und/oder Halogeniden eines beliebigen der genannten Elemente und/oder organischen Verbindungen eines beliebigen der genannten Elemente; 19,0 bis 56,5 Masse-% wenigstens eines Metalls der I. bis III. Gruppe des Periodensystems der Elemente und/oder wenigstens eines Hydrids dieser Metalle und aus Zusätzen in einer Menge von 1 bis 25% bezogen auf die Masse des Gemisches besteht, die Oxide von Metallen der II. Gruppe des Periodensystems der Elemente und/oder Alkalimetallhalogenide und/oder Ammoniumhalogenid und/oder Polystyrol und/oder Polyäthylen und/oder Harnstoff enthält, wobei ein Stoff nur einmal in der obigen Zusammensetzung eingesetzt wird.

Um das Endprodukt mit einer homogenen Kornzusammensetzung herzustellen und die Teilchengrösse der herstellbaren pulverförmigen Verbindungen und Mischkörper zu vermindern, ist es nach der beanspruchten Erfindung zweckmässig, dass die Charge als Zusätze Oxide von Metallen der II. Gruppe des Periodensystems der Elemente in einer Menge von 5 bis 25%, bezogen auf die Masse des erwähnten Gemisches, und/oder 1 bis 5%, bezogen auf die Masse des erwähnten Gemisches der Alkalimetallhalogenide, und/oder Ammoniumhalogenide und/oder Polystyrol und/oder Polyäthylen und/oder Harnstoff, bezogen auf die Masse des erwähnten Gemisches, enthält.

Zwecks Herstellung einer höchstsammelnden anorganischen Verbindung mit homogenen 2 bis 5  $\mu\text{m}$  grossen Teilchen ist es nach der beanspruchten Erfindung zweckmässig, eine Charge zu benutzen, welche aus einem Gemisch von 56,0 Masse-% Titandioxid, 8,3 Masse-% Kohlenstoff, 35,7 Masse-% Magnesium und aus Zusätzen, d.h. 10,0% Magnesiumoxid und 3,0% Polystyrol, bezogen auf die Masse des Gemisches, besteht, und das Isolieren des Endprodukts durch Behandlung des Syntheseprodukts mit einer Salzsäurelösung durchzuführen.

Zur Herstellung eines metallischen Mischkörpers von elementarem Titan und Nickel mit einer Teilchengrösse von 2,0 bis 5,0  $\mu\text{m}$  ist es erfindungsgemäss zweckmässig, eine Charge, bestehend aus einem Gemisch von 26,50 Masse-% Titandioxid, 25,50 Masse-%, Nickeloxid, 26,50 Masse-% Kalzium, 21,45 Masse-% Zink, 0,05 Masse-% Russ, und Zusatz, d.h. 24,0% Kalziumoxid, bezogen auf die Masse des Gemisches, zu verwenden und das Isolieren des Endprodukts durch Behandlung des Syntheseprodukts mit einer Schwefelsäurelösung durchzuführen.

Andere Ziele und Vorteile der beanspruchten Erfindung sind aus der nachfolgenden ausführlichen Beschreibung des Verfahrens zur Herstellung von pulverförmigen höchstsammelnden anorganischen Verbindungen und metallischen Mischkörpern und der Ausführungsbeispiele für dieses Verfahren ersichtlich.

Als Ausgangskomponenten zur Herstellung von pulverförmigen höchstsammelnden anorganischen Verbindungen und metallischen Mischkörpern kommen nach der beanspruchten Erfindung folgende in Frage:

I. einzeln oder in Verbindung miteinander genommene Elemente der I. bis VIII. Gruppe des Periodensystems der Elemente, ihre Oxide, ihre Halogenide, beispielsweise Pulver von elementarem Titan mit Pulver von elementarem Wolfram, Pulver von elementarem Wolfram mit Wolframoxid und -chlorid, Pulver von elementarem Titan mit Pulver von elementarem Wolfram und Wolframchlorid, Titanoxid mit Wolframoxid.

Das Mischungsverhältnis für die angegebenen Verbindungen hängt von den Anforderungen (hinsichtlich der chemischen und Phasenzusammensetzung), welche an das Endprodukt gestellt werden, ab und beträgt bekanntlich 0 bis 1.

II. einzeln oder in Verbindung miteinander genommene Elemente der I. bis III. Gruppe des Periodensystems der Elemente und ihre Hydride, zum Beispiel Pulver von metallischem Magnesium, Gemisch des Pulvers von metallischem Kalzium mit Kalziumhydrid in einem beliebigen Verhältnis, Gemisch der Metallpulver von Lithium, Kalzium und Aluminium in einem beliebigen Verhältnis, Gemisch der Metallpulver von Lithium, Aluminium mit Magnesiumhydrid in einem beliebigen Verhältnis, welches von dem hergestellten Endprodukt abhängt.

III. einzeln oder in Verbindung miteinander genommene Stickstoff, Kohlenstoff, Bor, Silizium, Schwe-

fel, Phosphor, ihre Oxide, ihre Halogenide sowie ihre organischen Verbindungen wie Stickstoff, Stickstoff und Kohlenstoff, Kohlenstoff und Bor, Kohlenstoff und Boroxid, Borchlorid und Polyäthylen, Silizium mit Siliziumoxid und Siliziumchlorid. Das Mischungsverhältnis für die angegebenen Verbindungen hängt von den Anforderungen, welche an das Endprodukt gestellt werden, ab.

Die Ausgangscharge für die Synthese des Endprodukts wird durch Vermischen dieser drei oben angegebenen Komponenten gewonnen. Der beanspruchten Erfindung gemäss werden 12,00 bis 80,95 Masse-% Komponente (I), 19 bis 56,5 Masse-% Komponente (II) und 0,05 bis 31,5 Masse-% Komponente (III) gewählt.

Enthält die Charge die Komponente (I) in einer unter 12,0 Masse-% liegenden Menge, so wird das optimale Verhältnis zwischen Reaktionsteilnehmern gestört, was den Verbrennungstemperaturanstieg (Synthesetemperaturanstieg) und die Störung der Homogenität der Phasen- und Kornzusammensetzung des Endprodukts bewirkt.

Enthält die Charge die Komponente (I) in einer 80,95 Masse-% übersteigenden Menge, so kommt es zum Überschuss an dieser Komponente, der sich als Ballast am Verbrennungsprozess beteiligt, was zum Stillstand der Ausbreitung der Verbrennungsfront (der Synthese) über den ganzen Reaktionsraum führt, dabei wird die Phasen- und Kornhomogenität des Endprodukts gestört.

Liegt der Gehalt der Charge an der Komponente (II) unter 19,0 Masse-%, so bleibt der Überschuss an der Komponente (I) in Syntheseprodukten nichtumgesetzt erhalten und es kommt zur Störung der Korn- und Phasenhomogenität des Endprodukts.

Übersteigt der Gehalt der Charge an der Komponente (II) 56,5 Masse-%, so erfolgt im Laufe der Synthese eine intensive Verdampfung des Überschusses dieser Komponente, was ebenfalls die Störung der Korn- und Phasenhomogenität des Endprodukts bewirkt.

Der Gehalt der Charge an der Komponente (III) richtet sich nach dem Gehalt an den Komponenten (I) und (II).

Erfindungsgemäss werden der Charge, hergestellt durch Vermischen von Komponenten (I), (II) und (III), Zusätze, und zwar 5 bis 25% Oxide von Metallen der II. Gruppe des Periodensystems der Elemente, bezogen auf die Masse der hergestellten Mischung, und/oder 1 bis 5% Alkalimetallhalogenide und/oder Ammoniumhalogenid und/oder Polystyrol und/oder Polyäthylen und/oder Harnstoff, bezogen auf die Masse der hergestellten Mischung zugegeben.

Das Einmischen von Zusätzen als Oxide von Metallen der II. Gruppe des Periodensystems der Elemente macht es möglich, die Synthesetemperatur zu senken, weil diese Oxide nicht zerfallen, das Endprodukt nicht verunreinigen und die Kristallisation des Endprodukts unter milden Bedingungen erfolgt, wodurch ein homogenes feindisperses Pulver hergestellt werden kann. Zum Erreichen der Korngrößen- und Strukturhomogenität sind die angegebenen Oxide aus Alkalimetalloxiden gewählt, wodurch ihre Identität mit den Oxiden der Komponente (II) erreicht wird sowie das Endprodukt von diesen Oxiden ausreichend leicht gereinigt werden kann. Mit einem unter 5 Masse-% liegenden Gehalt an diesen Oxiden wird eine bedeutende Temperatursenkung für die erforderlichen Kristallisationsbedingungen während der Synthese nicht erzielt. Der Einsatz der genannten Oxide in einer 25 Masse-% übersteigenden Menge führt zur Senkung der Verbrennungstemperatur, was die Störung der Homogenität des herstellbaren pulverförmigen Produkts bewirkt.

Setzt man der angegebenen Mischung der Komponenten (I), (II) und (III) Alkalimetallhalogenide und/oder Ammoniumhalogenid und/oder Polystyrol und/oder Polyäthylen und/oder Harnstoff zusätzlich zu, so kommt es zum Synthesetemperaturabfall wegen Zersetzung derselben im Laufe der Synthese, wodurch ein Ergebnis gewonnen werden kann, welches dem beim Zusetzen der Oxide von Metallen der II. Gruppe in die genannte Mischung gewonnenen ähnelt. Die Menge von zusätzlich zugegebenen Alkalimetallhalogeniden oder Ammoniumhalogenid oder Polystyrol oder Polyäthylen oder Harnstoff ist der Menge von eingesetzten Oxiden der Metalle der II. Gruppe anzupassen. Die Entwicklung einer grossen Menge gasförmiger Produkte durch Zersetzung der erwähnten Stoffe ruft die Verfeinerung des Endprodukts unmittelbar im Verbrennungsfrontgebiet (Synthesegebiet) durch Gasdruckwirkung hervor. Der sich zersetzende Zusatz enthält ausserdem Elemente, welche zur vollständigen Umwandlung des Endprodukts erforderlich sind, d.h. Kohlenstoff im Bestand des Polymers zur Herstellung von Karbiden, Stickstoff des Harnstoffs zur Herstellung von Nitriden. Durch Zugabe von Alkalimetallhalogeniden oder Ammoniumhalogenid kann man die Synthesetemperatur ohne Verunreinigung des Endprodukts herabsetzen, weil die entstandenen gasförmigen Produkte leichtflüchtig sind. Der Einsatz des sich zersetzenden Zusatzes in einer Menge von weniger als 1 Masse-% reicht nicht aus, weil die Bildung einer hinreichenden Gasmenge nicht gesichert wird. Falls der Gehalt an dem sich zersetzenden Zusatz 5 Masse-% übersteigt, kommt es zur Synthesetemperatursenkung und Homogenitätsstörung des Endprodukts.

Die dadurch zubereitete Charge wird danach in einen Reaktor, dessen Aufbau weit bekannt ist, eingebracht, wo die selbständig ablaufende Hochtemperatursynthese gesichert wird.

Mit einer beispielsweise Wolframspirale, angeschlossen an eine Stromquelle mit 50 bis 60 V Spannung und 5 bis 20 A Stromstärke wird die Entzündung der oberen Schicht der Charge gestartet. Des weiteren erfolgt die Herstellung des Endprodukts unter Bedingungen der selbständig ablaufenden Hochtemperatursynthese.

Das synthetisierte Produkt enthält Beimengungen von Nebenverbrennungsprodukten (Verbindungen

der Komponente II). Zwecks Reinigung des Endprodukts von diesen Beimengungen behandelt man das Syntheseprodukt in Mineralsäurelösungen wie Salz- und Schwefelsäurelösungen. Nach der Säurebehandlung wird das Endprodukt bei einer zwischen 100 und 150° liegenden Temperatur innerhalb von 4 bis 5 Stunden getrocknet.

5 Das hergestellte Produkt ist eine pulverförmige phasen- und korngrössenhomogene Substanz mit einer Teilchengrösse von 0,1 bis 10,0 µm. Das hergestellte pulverförmige Produkt ist nach seiner Morphologie von den ähnlichen nach anderen Verfahren gewonnenen Produkten leicht zu unterscheiden.

Das herstellbare Produkt lässt sich nach den Verfahren der chemischen Analyse, Röntgenografie und Röntgenstrukturanalyse untersuchen.

10 Nach dem erfindungsgemässen Verfahren kann man ein pulverförmiges Produkt mit den angegebenen Eigenschaften herstellen, indem man als Ausgangskomponenten verfügbare und billigere Rohstoffe, und zwar Oxide und Halogenide statt bisher unter Synthesebedingungen verwendbarer teurer und schwer zugänglicher Metallpulver einsetzt.

15 Das erfindungsgemässe Verfahren macht es ausserdem möglich, Verbindungen der I. bis VIII. Gruppe des Periodensystems der Elemente beispielsweise Borkarbid, Wolframkarbid herzustellen, welche wegen geringer Wärmeabgabe bei der Umsetzung von elementaren metallischen und nichtmetallischen Ausgangskomponenten unter Bedingungen der selbständig ablaufenden Hochtemperatursynthese früher nicht gewonnen werden konnten.

#### 20 Beispiel 1

Man nimmt 56 Masse-% Titandioxidpulver, 35,7 Masse-% Magnesiumpulver, 8,3 Masse-% Kohlenstoff als Russ, beschickt die Pulver in eine aus nichtrostendem Stahl bestehende Trommel und rührt innerhalb von 5 Stunden um. Dann werden in die Trommel 10 Masse-% Magnesiumoxidpulver und 3 Masse-% Polystyrolpulver aufgegeben. Die Pulver werden zusätzlich vermischt und in einen Reaktor eingebracht, die Charge wird beim Beschicken eingestampft. Der Reaktor wird abgedeckt, 2- bis 3mal mit einem Inertgas geblasen, dann mit Argon aufgefüllt, hermetisch abgedichtet, wonach die Charge mit einer Wolframspirale, angeschlossen an eine Stromquelle mit etwa 50 bis 60 V Spannung und 5 bis 20 A Stromstärke, örtlich entzündet wird. Die Verbrennungstemperatur der Charge erreicht dabei 2300°C. Nach der vollendeten Verbrennung der Charge lässt man den Reaktor mit dem darin vorhandenen Endprodukt auf 18°C abkühlen. Das Produkt wird aus dem Reaktor ausgetragen und in einer Salzsäurelösung behandelt. Das isolierte Pulver ist ein Titankarbid (TiC) mit gleichartigen dunkelgrauen Teilchen, deren Grösse zwischen 2 und 5 µm liegt. Das Produkt ist einphasig und hat ein kubisches Raumgitter von NaCl-Typ.

35 Das hergestellte Titankarbid kann als Ausgangspulver zur Herstellung von Hartmetallen und Schleifpasten ohne vorherige Aufbereitung (Zerkleinern, Klassieren) dienen.

Ausser dem vorstehend ausführlich beschriebenen Beispiel 1 wurden weitere 145 Experimente angestellt, deren Durchführungsbedingungen teilweise dem Beispiel 1 entsprechen, in denen aber die physikalisch-chemischen Bedingungen der Durchführung der Synthese geändert wurden, nämlich die Temperaturverhältnisse, der Druck, die Zusammensetzungen des Gemisches und manche andere, wie dies in der Tabelle 1 gezeigt wird.

Tabelle 1  
Verfahren zur Herstellung von pulverförmigen höchstschmelzenden anorganischen Verbindungen und metallischen Mischkörpern

| Nr. | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                       | Art und Menge des Zusatzes wärmebeständiger Zusatz, In Masse-% | sich zersetzender Zusatz, In Masse-% | Medium | Druck des Mediums In at | Verfahrenstemperatur °C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich |
|-----|--------------------------|------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|--------------------------------------|--------|-------------------------|-------------------------|-----------------------|-----------------|
| 1   | 2                        | 3                                                    | 4                                                              | 5                                    | 6      | 7                       | 8                       | 9                     | 10              |
| 1.  | TiC                      | TiO <sub>2</sub> 55,9<br>Mg 35,68<br>C 8,42          | MgO 4,6                                                        | Polyäthylen 2,8                      | Argon  | 1,0                     | 2400                    | TiC <sub>0,97</sub>   | 0,1–2,0         |
| 2.  | TiC                      | TiO <sub>2</sub> 55,9<br>Mg 35,8<br>C 8,3            | MgO 25,0                                                       | Polyäthylen                          | Argon  | 0,5                     | 2000                    | TiC <sub>0,98</sub>   | 0,1–2,0         |
| 3.  | TiC                      | TiO <sub>2</sub> 56,0<br>Mg 35,7<br>C 8,3            | CaO 16,0                                                       | Polystyrol 4,0                       | Argon  | 10                      | 2000                    | TiC <sub>0,95</sub>   | 0,1–2,0         |
| 4.  | TiC                      | TiO <sub>2</sub> 55,9<br>Mg 35,7<br>C 8,4            | CaO 20,3                                                       | Polyäthylen                          | Helium | 100                     | 1800                    | TiC <sub>0,9</sub>    | 2–10            |
| 5.  | TiC                      | TiO <sub>2</sub> 56,2<br>Mg 35,5<br>C 8,3            | MgO 2,9                                                        | Polyäthylen 0,5                      | Helium | 50                      | 2500                    | TiC <sub>0,95</sub>   | 1,0–6,0         |
| 6.  | TiC                      | TiO <sub>2</sub> 51,2<br>Mg 15,5<br>Ca 25,6<br>C 7,7 | MgO 18                                                         | Polyäthylen 2,0                      | Argon  | 200                     | 2200                    | TiC <sub>0,93</sub>   | 0,1–3,0         |
| 7.  | TiC                      | TiO <sub>2</sub> 51,2<br>Mg 15,5<br>Ca 25,6<br>C 7,7 | CaO 20,5                                                       | Polyäthylen 3,0                      | Argon  | 50                      | 2100                    | TiC <sub>0,97</sub>   | 0,1–2,0         |
| 8.  | TiC                      | TiO <sub>2</sub> 51,2<br>Mg 15,5<br>Ca 25,6<br>C 7,7 | CaO 20<br>MgO 5                                                | fehlt                                | Argon  | 150                     | 2200                    | TiC <sub>0,97</sub>   | 0,1–2,0         |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr. | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                  | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>in Masse-% | Art und Menge des Zusatzes<br>sich zersetzender Zusatz,<br>in Masse-% | Medium                              | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich                       |         |
|-----|--------------------------|-------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|-------------------------------------|----------------------------|----------------------------|-----------------------|---------------------------------------|---------|
| 1   | 2                        | 3                                               | 4                                                                    | 5                                                                     | 6                                   | 7                          | 8                          | 9                     | 10                                    |         |
| 9.  | TiC                      | TiO <sub>2</sub><br>Ca<br>C                     | 46,6<br>46,5<br>6,9                                                  | MgO 20<br>CaO 10                                                      | Polyäthylen 2,0                     | Argon                      | 500                        | 2400                  | TiC <sub>0,98</sub>                   | 0,1–3,0 |
| 10. | TiC                      | TiO <sub>2</sub><br>Ca<br>C                     | 46,6<br>46,5<br>6,9                                                  | CaO 20                                                                | Polystyrol 1,0                      | Argon                      | 1000                       | 2500                  | TiC <sub>0,97</sub>                   | 0,1–2,0 |
| 11. | TiC                      | TiO <sub>2</sub><br>Ca<br>C                     | 54,6<br>36,5<br>8,9                                                  | MgO 20                                                                | Polyäthylen 2,0                     | Argon                      | 50                         | 2300                  | TiC <sub>0,98</sub>                   | 0,1–2,0 |
| 12. | TiC                      | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>CaH <sub>2</sub><br>C | 54,6<br>16,6<br>23,7<br>5,1                                          | CaO 15                                                                | Polystyrol 5,0                      | Argon                      | 30                         | 2100                  | TiC <sub>0,92</sub>                   | 0,1–3,0 |
| 13. | TiC                      | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>CaH <sub>2</sub><br>C | 54,6<br>16,6<br>23,7<br>5,1                                          | MgO 5<br>CaO 15,0                                                     | fehlt                               | Argon                      | 40                         | 2200                  | TiC <sub>0,97</sub>                   | 0,1–2,0 |
| 14. | TiC                      | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>CaH <sub>2</sub><br>C | 54,6<br>16,6<br>22,7<br>6,1                                          | MgO 20,0                                                              | Polyäthylen 1,0                     | Argon                      | 70                         | 2300                  | TiC <sub>0,95</sub>                   | 0,1–5,0 |
| 15. | TiCN                     | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>C                     | 59,5<br>36,1<br>4,4                                                  | MgO 5,0                                                               | CH <sub>3</sub> ON <sub>2</sub> 2,2 | Stickstoff                 | 90                         | 2500                  | TiC <sub>0,5</sub> N <sub>0,45</sub>  | 0,1–2,0 |
| 16. | TiCN                     | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>C                     | 59,5<br>36,1<br>4,4                                                  | MgO 15                                                                | KCl 2,0                             | Stickstoff                 | 60                         | 2200                  | TiC <sub>0,47</sub> N <sub>0,42</sub> | 0,1–3,0 |
| 17. | TiCN                     | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>C                     | 59,5<br>36,1<br>4,4                                                  | MgO 7,0                                                               | CH <sub>3</sub> ON <sub>2</sub> 2,0 | Ammoniak                   | 75                         | 1800                  | TiC <sub>0,49</sub> N <sub>0,48</sub> | 0,1–2,0 |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr. | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                  | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>in Masse-% | Art und Menge des Zusatzes<br>sich zersetzender Zusatz,<br>in Masse-% | Medium     | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der Verbindung                  | Körnungsbereich |
|-----|--------------------------|-------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------------------|-----------------|
| 1   | 2                        | 3                                               | 4                                                                    | 5                                                                     | 6          | 7                          | 8                          | 9                                      | 10              |
| 18. | TiCN                     | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>C                     | 59,5<br>36,1<br>4,4                                                  | MgO 5,0<br>KCl 3,0                                                    | Ammoniak   | 30                         | 1900                       | TiC <sub>0,48</sub> No <sub>0,45</sub> | 0,1–5,0         |
| 19. | TiCn                     | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>CaH <sub>2</sub><br>C | 52,5<br>16,0<br>27,6<br>3,9                                          | MgO 10,0<br>KCl 4,0                                                   | Stickstoff | 30                         | 1900                       | TiC <sub>0,47</sub> No <sub>0,47</sub> | 0,1–2,0         |
| 20. | TiCN                     | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>CaH <sub>2</sub><br>C | 52,5<br>16,0<br>27,6<br>3,9                                          | MgO 8,0<br>CH <sub>3</sub> ON <sub>2</sub> 4,0                        | Stickstoff | 25                         | 1800                       | TiC <sub>0,5</sub> No <sub>0,42</sub>  | 0,1–3,0         |
| 21. | TiCN                     | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>CaH <sub>2</sub><br>C | 52,5<br>16,0<br>27,6<br>3,9                                          | CaO 10,0<br>KCl 4,0                                                   | Ammoniak   | 30                         | 1900                       | TiC <sub>0,5</sub> No <sub>0,45</sub>  | 0,1–2,0         |
| 22. | TiCN                     | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>CaH <sub>2</sub><br>C | 52,5<br>16,0<br>27,6<br>3,9                                          | CaO 5,0<br>CH <sub>3</sub> ON <sub>2</sub> 4,0                        | Ammoniak   | 70                         | 2000                       | TiC <sub>0,49</sub> No <sub>0,45</sub> | 0,1–3,0         |
| 23. | TiC–TiB <sub>2</sub>     | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>Ca<br>C<br>B          | 49,7<br>15,1<br>24,8<br>3,7<br>6,7                                   | MgO 15,0<br>CaO 2,0<br>Polyäthylen 2,0                                | Argon      | 150                        | 2400                       | TiC–TiB <sub>2</sub>                   | 0,1–2,0         |
| 24. | TiC–TiB <sub>2</sub>     | TiO <sub>2</sub><br>Mg<br>Ca<br>C<br>B          | 49,7<br>15,1<br>24,8<br>3,7<br>6,7                                   | MgO 15,0<br>Polyäthylen 3,0                                           | Argon      | 100                        | 2500                       | TiC–TiB <sub>2</sub>                   | 0,1–2,0         |



Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr. | Das hergestellte Produkt        | Mischungsverhältnis der Charge                                       | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>in Masse-% | Art und Menge des Zusatzes<br>sich zersetzender Zusatz,<br>in Masse-% | Medium | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der Verbindung           | Körnungsbereich |
|-----|---------------------------------|----------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|--------|----------------------------|----------------------------|---------------------------------|-----------------|
| 1   | 2                               | 3                                                                    | 4                                                                    | 5                                                                     | 6      | 7                          | 8                          | 9                               | 10              |
| 25. | TiC-TiB <sub>2</sub>            | TiO <sub>2</sub> 49,7<br>Mg 15,1<br>Ca 24,8<br>C 3,7<br>B 6,7        | CaO 10,0                                                             | Polystyrol 4,0                                                        | Argon  | 200                        | 2300                       | TiC-TiB <sub>2</sub>            | 0,1-5,0         |
| 26. | TiC-TiB <sub>2</sub>            | TiO <sub>2</sub> 52,7<br>Mg 15,1<br>Ca 24,8<br>C 3,7<br>B 3,7        | MgO 10,0                                                             | Polystyrol 3,0                                                        | Argon  | 50                         | 2400                       | TiC-TiB <sub>2</sub>            | 0,1-2,0         |
| 27. | TiC-SiC                         | TiO <sub>2</sub> 40,7<br>Mg 12,4<br>Ca 20,4<br>Si 14,3<br>C 12,2     | MgO 15,0<br>CaO 2,0                                                  | Polyäthylen                                                           | Argon  | 30                         | 1900                       | TiC-SiC                         | 0,1-2,0         |
| 28. | TiC-SiC                         | TiO <sub>2</sub> 40,7<br>Mg 12,4<br>Ca 20,4<br>Si 14,3<br>C 12,2     | MgO 15,0<br>CaO 5,0                                                  | fehlt                                                                 | Argon  | 50                         | 1900                       | TiC-SiC                         | 0,1-3,0         |
| 29. | TiC-SiC                         | TiO <sub>2</sub> 40,7<br>Mg 12,4<br>Ca 20,4<br>Si 14,3<br>C 12,2     | MgO 10,0<br>CaO 2,0                                                  | Polystyrol 2,0                                                        | Argon  | 70                         | 2000                       | TiC-SiC                         | 0,1-2,0         |
| 30. | Ti <sub>5</sub> Si <sub>3</sub> | TiO <sub>2</sub> 39,5<br>SiO <sub>2</sub> 17,7<br>Mg 19,2<br>Ca 23,6 | MgO 10,0<br>CaO 10,0                                                 | Polyäthylen 2,0                                                       | Argon  | 90                         | 1900                       | Ti <sub>5</sub> Si <sub>3</sub> | 0,1-2,0         |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr. | Das hergestellte Produkt        | Mischungsverhältnis der Charge                                       | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>In Masse-% | sich zersetzender Zusatz,<br>In Masse-% | Medium     | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der Verbindung                   | Körnungsbereich |
|-----|---------------------------------|----------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|------------|----------------------------|----------------------------|-----------------------------------------|-----------------|
| 1   | 2                               | 3                                                                    | 4                                                                    | 5                                       | 6          | 7                          | 8                          | 9                                       | 10              |
| 31. | TiC-SiC                         | TiO <sub>2</sub> 40,7<br>Mg 12,4<br>Ca 20,4<br>Si 14,3<br>C 12,2     | MgO 2,0<br>CaO 20,0                                                  | fehlt                                   | Argon      | 200                        | 2000                       | TiC-SiC                                 | 0,1-2,0         |
| 32. | Ti <sub>5</sub> Si <sub>3</sub> | TiO <sub>2</sub> 39,5<br>SiO <sub>2</sub> 17,7<br>Mg 19,2<br>Ca 23,6 | MgO 15,0                                                             | Polystyrol 4,0                          | Argon      | 100                        | 1900                       | Ti <sub>5</sub> -Si <sub>3</sub>        | 0,1-3,0         |
| 33. | ZrC                             | ZrO <sub>2</sub> 55,9<br>CaH <sub>2</sub> 38,7<br>C 5,4              | CaO 18,0                                                             | Polyäthylen 2,0                         | Argon      | 50                         | 1850                       | ZrCo <sub>0,97</sub>                    | 0,1-2,0         |
| 34. | ZrC                             | ZrO <sub>2</sub> 55,9<br>CaH <sub>2</sub> 38,7<br>C 5,4              | CaO 15,0                                                             | Polystyrol 4,0                          | Argon      | 70                         | 1900                       | ZrCo <sub>0,96</sub>                    | 0,1-2,0         |
| 35. | ZrC                             | ZrO <sub>2</sub> 55,9<br>CaH <sub>2</sub> 38,7<br>C 5,4              | MgO 16,0                                                             | Polyäthylen                             | Argon      | 70                         | 1900                       | ZrCo <sub>0,97</sub>                    | 0,1-3,0         |
| 36. | ZrC                             | ZrO <sub>2</sub> 55,9<br>CaH <sub>2</sub> 38,7<br>C 5,4              | MgO 10,0<br>CaO 10,0                                                 | Polystyrol 2,0                          | Argon      | 70                         | 1900                       | ZrCo <sub>0,96</sub>                    | 0,1-3,0         |
| 37. | ZrCN                            | ZrO <sub>2</sub> 63,1<br>Mg 12,4<br>CaH <sub>2</sub> 21,5<br>C 3,0   | MgO 10,0<br>CaO 10,0                                                 | Polyäthylen 2,0                         | Stickstoff | 110                        | 2200                       | ZrCo <sub>0,48</sub> No <sub>0,46</sub> | 0,1-2,0         |
| 38. | ZrCN                            | ZrO <sub>2</sub> 63,1<br>Mg 12,4<br>CaH <sub>2</sub> 21,5<br>C 3,0   | MgO 18,0                                                             | Polyäthylen 2,0                         | Stickstoff | 150                        | 2100                       | ZrCo <sub>0,48</sub> No <sub>0,45</sub> | 0,1-2,0         |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr. | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                                     | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>in Masse-% | Art und Menge des Zusatzes<br>sich zersetzender Zusatz,<br>in Masse-% | Medium     | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der Verbindung                  | Körnungsbereich |
|-----|--------------------------|--------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------------------|-----------------|
| 1   | 2                        | 3                                                                  | 4                                                                    | 5                                                                     | 6          | 7                          | 8                          | 9                                      | 10              |
| 39. | ZrCN                     | ZrO <sub>2</sub> 63,1<br>Mg 12,4<br>CaH <sub>2</sub> 21,5<br>C 3,0 | MgO 5,0<br>CaO 5,0                                                   | Polystyrol 5,0                                                        | Ammoniak   | 120                        | 1900                       | ZrCo <sub>0,49</sub> N <sub>0,47</sub> | 0,1–3,0         |
| 40. | ZrCN                     | ZrO <sub>2</sub> 63,1<br>Mg 12,4<br>CaH <sub>2</sub> 21,5<br>C 3,0 | MgO 20,0                                                             | CH <sub>3</sub> ON <sub>2</sub> 4,0                                   | Stickstoff | 70                         | 2000                       | ZrCo <sub>0,47</sub> N <sub>0,48</sub> | 0,1–3,0         |
| 41. | ZrCN                     | ZrO <sub>2</sub> 63,1<br>Mg 12,4<br>CaH <sub>2</sub> 21,5<br>C 3,0 | MgO 5,0<br>CaO 10,0                                                  | KCl 2,0                                                               | Stickstoff | 90                         | 1900                       | ZrCo <sub>0,48</sub> N <sub>0,47</sub> | 0,1–3,0         |
| 42. | ZrCN                     | ZrO <sub>2</sub> 63,1<br>Mg 12,4<br>CaH <sub>2</sub> 21,5<br>C 3,0 | CaO 18                                                               | KCl 1,0                                                               | Ammoniak   | 110                        | 1800                       | ZrCo <sub>0,49</sub> N <sub>0,48</sub> | 0,1–3,0         |
| 43. | ZrC–ZrB <sub>2</sub>     | ZrO <sub>2</sub> 60,3<br>Mg 11,9<br>Ca 19,6<br>C 2,9<br>5,3        | MgO 18,0                                                             | Polyäthylen 2,0                                                       | Argon      | 200                        | 2400                       | ZrC–ZrB <sub>2</sub>                   | 0,1–2,0         |
| 44. | ZrC–ZrB <sub>2</sub>     | ZrO <sub>2</sub> 60,3<br>Mg 11,9<br>Ca 19,6<br>C 2,9<br>B 5,3      | CaO 20,0                                                             | Polyäthylen 2,5                                                       | Argon      | 300                        | 2400                       | ZrC–ZrB <sub>2</sub>                   | 0,1–2,0         |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr. | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                                | Art und Menge des Zusatzes wärmebeständiger Zusatz, In Masse-% | Medium          | Druck des Mediums in at | Verfahrenstemperatur °C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich      |         |
|-----|--------------------------|---------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|-----------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------|----------------------|---------|
| 1   | 2                        | 3                                                             | 4                                                              | 5               | 6                       | 7                       | 8                     | 9                    | 10      |
| 45. | ZrC-ZrB <sub>2</sub>     | ZrO <sub>2</sub> 60,3<br>Mg 11,9<br>Ca 19,6<br>C 2,9<br>B 5,3 | CaO 20,0                                                       | Polystyrol 3,0  | Argon                   | 300                     | 2400                  | ZrC-ZrB <sub>2</sub> | 0,1-2,0 |
| 46. | ZrC-ZrB <sub>2</sub>     | ZrO <sub>2</sub> 60,3<br>Mg 11,9<br>Ca 19,6<br>C 2,9<br>B 5,3 | MgO 18,0                                                       | Polystyrol 2,0  | Argon                   | 80                      | 2300                  | ZrC-ZrB <sub>2</sub> | 0,1-2,0 |
| 47. | ZrC-SiC                  | ZrO <sub>2</sub> 55,0<br>Mg 21,8<br>Si 12,5<br>C 10,7         | MgO 10,0<br>CaO 10,0                                           | Polyäthylen 2,0 | Argon                   | 700                     | 2200                  | ZrC-SiC              | 0,1-2,0 |
| 48. | ZrC-SiC                  | ZrO <sub>2</sub> 55,0<br>Mg 21,8<br>Si 12,5<br>C 10,7         | MgO 20,0                                                       | Polyäthylen 3,0 | Argon                   | 900                     | 2300                  | ZrC-SiC              | 0,1-2,0 |
| 49. | ZrC-SiC                  | ZrO <sub>2</sub> 55,0<br>Mg 21,8<br>Si 12,5<br>C 10,7         | MgO 18,0                                                       | Polystyrol 3,0  | Argon                   | 1000                    | 2200                  | ZrC-SiC              | 0,1-3,0 |
| 50. | ZrC-SiC                  | ZrO <sub>2</sub> 55,0<br>Mg 21,8<br>Si 12,5<br>C 10,7         | CaO 15,0                                                       | Polystyrol 5,0  | Argon                   | 800                     | 2100                  | ZrC-SiC              | 0,1-5,0 |
| 51. | ZrC-SiC                  | ZrO <sub>2</sub> 55,0<br>Mg 21,8<br>Si 12,5<br>C 10,7         | CaO 10,0<br>MgO 5,0                                            | Polystyrol 4,0  | Argon                   | 1000                    | 2200                  | ZrC-SiC              | 0,1-3,0 |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr. | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                                          | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>In Masse-% | Medium          | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich   |         |
|-----|--------------------------|-------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------------------|-------------------|---------|
| 1   | 2                        | 3                                                                       | 4                                                                    | 5               | 6                          | 7                          | 8                     | 9                 | 10      |
| 52. | ZrB <sub>2</sub>         | ZrO <sub>2</sub> 52,9<br>CaH <sub>2</sub> 36,9<br>B 10,2                | MgO 16,4                                                             | NaCl 16,4       | Argon                      | 200                        | 1850                  | ZrB <sub>2</sub>  | 3,0–10  |
| 53. | ZrB <sub>2</sub>         | ZrO <sub>2</sub> 52,9<br>CaH <sub>2</sub> 36,9<br>B 10,2                | CaO 18,0                                                             | NaCl 2,0        | Argon                      | 180                        | 1800                  | ZrB <sub>2</sub>  | 0,1–3,5 |
| 54. | ZrB <sub>2</sub>         | ZrO <sub>2</sub> 52,9<br>CaH <sub>2</sub> 36,9<br>B 10,2                | CaO 10,0<br>MgO 10,0                                                 | Polyäthylen 2,0 | Argon                      | 200                        | 1850                  | ZrB <sub>2</sub>  | 0,1–3,5 |
| 55. | ZrSi <sub>2</sub>        | ZrO <sub>2</sub> 30,8<br>MgH <sub>2</sub> 39,1<br>SiO <sub>2</sub> 30,1 | CaO 8,7                                                              | Polystyrol 8,7  | Argon                      | 100                        | 2300                  | ZrSi <sub>2</sub> | 0,1–2,0 |
| 56. | ZrSi <sub>2</sub>        | ZrO <sub>2</sub> 30,8<br>MgH <sub>2</sub> 39,1<br>SiO <sub>2</sub> 30,1 | CaO 5,0<br>MgO 15,0                                                  | Polyäthylen 2,0 | Argon                      | 50                         | 2200                  | ZrSi <sub>2</sub> | 1,0–5,0 |
| 57. | ZrSi <sub>2</sub>        | ZrO <sub>2</sub> 30,8<br>MgH <sub>2</sub> 39,1<br>SiO <sub>2</sub> 30,1 | MgO 18,0                                                             | NaCl 5,0        | Argon                      | 50                         | 2100                  | ZrSi <sub>2</sub> | 1,0–3,0 |
| 58. | ZrSi <sub>2</sub>        | ZrO <sub>2</sub> 30,8<br>MgH <sub>2</sub> 39,1<br>SiO <sub>2</sub> 30,1 | CaO 15,0                                                             | NaCl 4,0        | Argon                      | 90                         | 2200                  | ZrSi <sub>2</sub> | 0,1–2,0 |
| 59. | CaB <sub>6</sub>         | CaO 12,0<br>Mg 56,5<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 31,5               | MgO 12,8                                                             | Polyäthylen 1,7 | Argon                      | 50                         | 1750                  | CaB <sub>6</sub>  | 0,1–2,0 |
| 60. | CaB <sub>6</sub>         | CaO 12,0<br>Mg 56,5<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 31,5               | MgO 15,0                                                             | Polystyrol 2,5  | Argon                      | 40                         | 1700                  | CaB <sub>6</sub>  | 0,1–2,0 |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr. | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                            | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>in Masse-% | Art und Menge des Zusatzes<br>sich zersetzender Zusatz,<br>in Masse-% | Medium | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich |
|-----|--------------------------|-----------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|--------|----------------------------|----------------------------|-----------------------|-----------------|
| 1   | 2                        | 3                                                         | 4                                                                    | 5                                                                     | 6      | 7                          | 8                          | 9                     | 10              |
| 61. | CaB <sub>6</sub>         | CaO 11,0<br>Mg 47,4<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 41,6 | MgO 5,0<br>CaO 5,0                                                   | Polyäthylen 2,0                                                       | Argon  | 50                         | 1750                       | CaB <sub>6</sub>      | 0,1–3,0         |
| 62. | LaB <sub>6</sub>         | LaCl <sub>3</sub> 65,0<br>B 16,0<br>Ca 19,0               | MgO 8,7                                                              | Polystyrol 4,3                                                        | Argon  | 50                         | 1750                       | LaB <sub>6</sub>      | 0,1–2,0         |
| 63. | LaB <sub>6</sub>         | LaCl <sub>3</sub> 65,0<br>B 16,0<br>Ca 19,0               | MgO 15,0                                                             | Polyäthylen 4,0                                                       | Argon  | 40                         | 1700                       | LaB <sub>6</sub>      | 0,1–2,0         |
| 64. | LaB <sub>6</sub>         | LaCl <sub>3</sub> 65,0<br>B 16,0<br>Ca 19,0               | CaO 12,0                                                             | Polyäthylen 3,0                                                       | Argon  | 50                         | 1750                       | LaB <sub>6</sub>      | 0,1–2,0         |
| 65. | LaB <sub>6</sub>         | LaCl <sub>3</sub> 65,0<br>B 16,0<br>Ca 19,0               | CaO 5,0<br>MgO 10,0                                                  | Polystyrol 2,0                                                        | Argon  | 70                         | 1750                       | LaB <sub>6</sub>      | 0,1–2,0         |
| 66. | TaC                      | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 75,4<br>Mg 20,6<br>C 4,0   | MgO 12,0                                                             | Polyäthylen 2,0                                                       | Argon  | 90                         | 2000                       | TaC                   | 0,1–2,0         |
| 67. | TaC                      | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 75,4<br>Mg 20,6<br>C 4,0   | CaO 15,0                                                             | Polyäthylen 2,5                                                       | Argon  | 70                         | 1900                       | TaC                   | 0,1–2,0         |
| 68. | TaC                      | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 75,4<br>Mg 20,6<br>C 4,0   | CaO 5,0<br>MgO 10,5                                                  | Polystyrol 1,5                                                        | Argon  | 100                        | 2000                       | TaC                   | 0,1–2,0         |
| 69. | TaC                      | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 75,4<br>Mg 20,6<br>C 4,0   | CaO 14,0                                                             | Polystyrol 2,5                                                        | Argon  | 100                        | 1900                       | TaC                   | 0,1–2,5         |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr. | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                                                                | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>In Masse-% | Art und Menge des Zusatzes<br>sich zersetzender Zusatz,<br>In Masse-% | Medium     | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der Verbindung                   | Körnungsbereich |
|-----|--------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|------------|----------------------------|----------------------------|-----------------------------------------|-----------------|
| 1   | 2                        | 3                                                                                             | 4                                                                    | 5                                                                     | 6          | 7                          | 8                          | 9                                       | 10              |
| 70. | TaB <sub>2</sub>         | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 43,0<br>Ca 43,0<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 14,0          | MgO 8,7                                                              | NaCl 4,3                                                              | Argon      | 70                         | 2200                       | TaB <sub>2</sub>                        | 0,1–2,0         |
| 71. | TaB <sub>2</sub>         | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 43,0<br>Ca 43,0<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 14,0          | MgO 14,0                                                             | NaCl 4,0                                                              | Argon      | 50                         | 2000                       | TaB <sub>2</sub>                        | 0,1–3,0         |
| 72. | TaC–TaB <sub>2</sub>     | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 69,0<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 9,7<br>C 2,3<br>Mg 19,0  | MgO 11,5                                                             | Polystyrol 2,0                                                        | Argon      | 50                         | 1900                       | TaC–TaB <sub>2</sub>                    | 0,1–3,0         |
| 73. | TaC–TaB <sub>2</sub>     | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 69,0<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 9,7<br>C 2,3<br>Mg 19,0  | MgO 5,0<br>CaO 10,0                                                  | Polystyrol 3,0                                                        | Argon      | 50                         | 1900                       | TaC–TaB <sub>2</sub>                    | 0,1–2,0         |
| 74. | TaC–TaB <sub>2</sub>     | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 69,0<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 9,7<br>C 2,3<br>Mg 19,0  | MgO 15,0                                                             | Polyäthylen 4,0                                                       | Argon      | 40                         | 1800                       | TaC–TaB <sub>2</sub>                    | 0,1–3,0         |
| 75. | TaC–TaB <sub>2</sub>     | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 74,0<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 11,8<br>C 2,0<br>Mg 12,2 | CaO 15,5                                                             | Polyäthylen 3,5                                                       | Argon      | 40                         | 1800                       | TaC–TaB <sub>2</sub>                    | 0,1–2,0         |
| 76. | TaCN                     | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 67,5<br>Ca 30,7<br>C 1,8                                       | CaO 15,0                                                             | KCl 3,0                                                               | Stickstoff | 70                         | 2000                       | Ta <sub>0,48</sub> No <sub>0,48</sub>   | 0,1–2,0         |
| 77. | TaCN                     | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 67,5<br>Ca 30,7<br>C 1,8                                       | CaO 5,0<br>MgO 5,0                                                   | CH <sub>3</sub> ON <sub>2</sub> 3,0                                   | Stickstoff | 50                         | 1900                       | TaCo <sub>0,48</sub> No <sub>0,48</sub> | 0,1–2,0         |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Tabelle 1 (Fortsetzung) |                          |                                                                                            |                                                                      |                                                                       |          |                            |                            |                                         |                      |
|-------------------------|--------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|----------|----------------------------|----------------------------|-----------------------------------------|----------------------|
| Nr.                     | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                                                             | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>in Masse-% | Art und Menge des Zusatzes<br>sich zersetzender Zusatz,<br>in Masse-% | Medium   | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der<br>Verbindung                | Körnungs-<br>bereich |
| 1                       | 2                        | 3                                                                                          | 4                                                                    | 5                                                                     | 6        | 7                          | 8                          | 9                                       | 10                   |
| 78.                     | TaCN                     | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 67,5<br>Ca 30,7<br>C 1,8                                    | MgO 15,0                                                             | CH <sub>4</sub> ON <sub>2</sub> 2,0                                   | Ammoniak | 50                         | 1800                       | TaCo <sub>0,49</sub> Nb <sub>0,48</sub> | 0,1–2,5              |
| 79.                     | TaCN                     | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 67,5<br>Ca 30,7<br>C 1,8                                    | CaO 14,0                                                             | KCl 2,5                                                               | Hydrazin | 70                         | 1900                       | TaCo <sub>0,49</sub> Nb <sub>0,47</sub> | 0,1–2,5              |
| 80.                     | TaCN                     | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 67,5<br>Ca 30,7<br>C 1,8                                    | MgO 18,0                                                             | KCl 1,5                                                               | Hydrazin | 50                         | 1800                       | TaCo <sub>0,48</sub> Nb <sub>0,47</sub> | 0,1–2,0              |
| 81.                     | TaC–SiC                  | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 62,8<br>CaH <sub>2</sub> 11,9<br>Mg 10,5<br>Si 8,0<br>C 6,8 | MgO 15,0                                                             | Polyäthylen 3,0                                                       | Argon    | 90                         | 2100                       | TaC–SiC                                 | 0,1–2,5              |
| 82.                     | TaC–SiC                  | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 62,8<br>CaH <sub>2</sub> 11,9<br>Mg 10,5<br>Si 8,0<br>C 6,8 | CaO 18,0                                                             | Polyäthylen 2,0                                                       | Argon    | 80                         | 2050                       | TaC–SiC                                 | 0,1–3,0              |
| 83.                     | TaC–SiC                  | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 62,8<br>CaH <sub>2</sub> 11,9<br>Mg 10,5<br>Si 8,0<br>C 6,8 | CaO 15,0                                                             | Polystyrol 3,0                                                        | Argon    | 80                         | 2050                       | TaC–SiC                                 | 0,1–3,0              |
| 84.                     | TaC–SiC                  | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 62,8<br>CaH <sub>2</sub> 11,9<br>Mg 10,5<br>Si 8,0<br>C 6,8 | MgO 15,0                                                             | Polystyrol 2,0                                                        | Argon    | 70                         | 2000                       | TaC–SiC                                 | 0,1–2,0              |



Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr. | Das hergestellte Produkt       | Mischungsverhältnis der Charge                                          | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>in Masse-% | Medium          | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich                |         |
|-----|--------------------------------|-------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------|----------------------------|----------------------------|-----------------------|--------------------------------|---------|
| 1   | 2                              | 3                                                                       | 4                                                                    | 5               | 6                          | 7                          | 8                     | 9                              | 10      |
| 85. | MoSi <sub>2</sub>              | MoO <sub>3</sub> 33,3<br>SiO <sub>2</sub> 27,7<br>Mg 39,0               | MgO 19,2                                                             | Polyäthylen 3,8 | Argon                      | 90                         | 2100                  | MoSi <sub>2</sub>              | 0,1–2,0 |
| 86. | MoSi <sub>2</sub>              | MoO <sub>3</sub> 33,3<br>SiO <sub>2</sub> 27,7<br>Mg 39,0               | MgO 18,0                                                             | Polystyrol 4,0  | Argon                      | 80                         | 2100                  | MoSi <sub>2</sub>              | 0,1–2,0 |
| 87. | MoSi <sub>2</sub>              | MoO <sub>3</sub> 33,3<br>SiO <sub>2</sub> 27,7<br>Mg 39,0               | CaO 15,0                                                             | Polyäthylen 5,0 | Argon                      | 70                         | 2000                  | MoSi <sub>2</sub>              | 0,1–2,5 |
| 88. | MoSi <sub>2</sub>              | MoO <sub>3</sub> 33,3<br>SiO <sub>3</sub> 27,7<br>Mg 39,0               | CaO 18,0                                                             | Polystyrol 3,0  | Argon                      | 70                         | 2000                  | MoSi <sub>2</sub>              | 0,1–2,0 |
| 89. | Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> | Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 44,5<br>Ca 50,8<br>C 4,7                 | CaO 16,3                                                             | Polystyrol 2,4  | Argon                      | 60                         | 2000                  | Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> | 0,1–2,0 |
| 90. | Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> | Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 44,5<br>Ca 50,8<br>C 4,7                 | MgO 15,0                                                             | Polystyrol 2,5  | Argon                      | 70                         | 2000                  | Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> | 0,1–2,0 |
| 91. | Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> | Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 44,5<br>Ca 50,8<br>C 4,7                 | MgO 5,0<br>CaO 10,0                                                  | Polyäthylen 2,0 | Argon                      | 80                         | 1900                  | Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> | 0,1–2,5 |
| 92. | Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> | Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 44,5<br>Ca 50,8<br>C 4,7                 | MgO 15,0                                                             | Polyäthylen 3,0 | Argon                      | 70                         | 1900                  | Cr <sub>3</sub> C <sub>2</sub> | 0,1–2,0 |
| 93. | MnB                            | MnCl <sub>2</sub> 57,2<br>Mg 27,0<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 15,8 | MgO 5,0                                                              | NaCl 3,0        | Argon                      | 70                         | 1900                  | MnB                            | 0,1–2,0 |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr.  | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                                                   | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>in Masse-% | Art und Menge des Zusatzes<br>sich zersetzender Zusatz,<br>in Masse-% | Medium | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich |
|------|--------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|--------|----------------------------|----------------------------|-----------------------|-----------------|
| 1    | 2                        | 3                                                                                | 4                                                                    | 5                                                                     | 6      | 7                          | 8                          | 9                     | 10              |
| 94.  | MnB                      | MnCl <sub>2</sub><br>57,2<br>Mg<br>27,0<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>15,8 | CaO<br>15,0                                                          | NaCl 4,0                                                              | Argon  | 70                         | 1800                       | MnB                   | 0,1–2,0         |
| 95.  | LaC <sub>2</sub>         | La <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>65,8<br>Ca<br>24,5<br>C<br>9,7                 | CaO<br>10,0                                                          | Polyäthylen 5,0                                                       | Argon  | 60                         | 1800                       | LaC <sub>2</sub>      | 0,1–2,0         |
| 96.  | LaC <sub>2</sub>         | La <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>65,8<br>Ca<br>24,5<br>C<br>9,7                 | CaO<br>15,0                                                          | Polystyrol 4,0                                                        | Argon  | 50                         | 1750                       | LaC <sub>2</sub>      | 0,1–2,5         |
| 97.  | LaC <sub>2</sub>         | La <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>65,8<br>Ca<br>24,5<br>C<br>9,7                 | MgO<br>15,0                                                          | Polyäthylen 3,0                                                       | Argon  | 60                         | 1800                       | LaC <sub>2</sub>      | 0,1–2,0         |
| 98.  | LaC <sub>2</sub>         | La <sub>2</sub> O <sub>3</sub><br>65,8<br>Ca<br>24,5<br>C<br>9,7                 | MgO<br>10,0<br>CaO<br>5,0                                            | Polystyrol 3,0                                                        | Argon  | 60                         | 1800                       | LaC <sub>2</sub>      | 0,1–2,5         |
| 99.  | W <sub>2</sub> C         | WO <sub>3</sub><br>71,0<br>MgH <sub>2</sub><br>25,0<br>C<br>4,0                  | BaO<br>19,2                                                          | Polyäthylen 3,8                                                       | Argon  | 90                         | 2000                       | W <sub>2</sub> C      | 1–5             |
| 100. | W <sub>2</sub> C         | WO <sub>3</sub><br>71,0<br>MgH <sub>2</sub><br>25,0<br>C<br>4,0                  | MgO<br>15,0                                                          | Polystyrol 3,0                                                        | Argon  | 80                         | 1900                       | W <sub>2</sub> C      | 1–3             |
| 101. | W <sub>2</sub> C         | WO <sub>3</sub><br>71,0<br>MgH <sub>2</sub><br>25,0<br>C<br>4,0                  | CaO<br>18,0                                                          | Polyäthylen 4,0                                                       | Argon  | 70                         | 1850                       | W <sub>2</sub> C      | 0,1–2,0         |
| 102. | W <sub>2</sub> C         | WCl <sub>6</sub><br>68,9<br>Zn<br>20,9<br>Al<br>9,0<br>C<br>1,2                  | CaO<br>10,0                                                          | Polyäthylen 3,0                                                       | Argon  | 70                         | 1950                       | W <sub>2</sub> C      | 0,1–4,0         |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr.  | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                                                    | Art und Menge des Zusatzes<br>wärmebeständiger Zusatz,<br>in Masse-% | Art und Menge des Zusatzes<br>sich zersetzender Zusatz,<br>in Masse-% | Medium | Druck des Mediums<br>in at | Verfahrenstemperatur<br>°C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich |
|------|--------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|--------|----------------------------|----------------------------|-----------------------|-----------------|
| 1    | 2                        | 3                                                                                 | 4                                                                    | 5                                                                     | 6      | 7                          | 8                          | 9                     | 10              |
| 103. | W <sub>2</sub> C         | WCl <sub>6</sub> 68,9<br>Zn 20,9<br>Al 9,0<br>C 1,2                               | MgO 15,0                                                             | Polyäthylen 4,0                                                       | Argon  | 60                         | 1800                       | W <sub>2</sub> C      | 0,1–4,0         |
| 104. | W <sub>2</sub> C         | WCl <sub>6</sub> 68,9<br>Zn 20,9<br>Al 9,0<br>C 1,2                               | MgO 18,0                                                             | Polystyrol 1,5                                                        | Argon  | 60                         | 1800                       | W <sub>2</sub> C      | 0,1–4,0         |
| 105. | W <sub>2</sub> C         | WCl <sub>6</sub> 68,9<br>Zn 20,9<br>Al 9,0<br>C 4,2                               | CaO 16,0                                                             | Polystyrol 2,0                                                        | Argon  | 50                         | 1750                       | W <sub>2</sub> C      | 0,1–4,0         |
| 106. | Mo <sub>2</sub> C        | MoO <sub>3</sub> 53,4<br>Mg 18,1<br>Zn 24,1<br>C 4,4                              | MgO 17,5                                                             | Polyäthylen 2,0                                                       | Argon  | 5                          | 2000                       | Mo <sub>2</sub> C     | 0,1–2,5         |
| 107. | Mo <sub>2</sub> C        | MoO <sub>3</sub> 53,4<br>Mg 18,1<br>Zn 24,1<br>C 4,4                              | CaO 10,0<br>Mg 5,0                                                   | Polystyrol 1,5                                                        | Argon  | 5                          | 1900                       | Mo <sub>2</sub> C     | 0,1–2,5         |
| 108. | Mo <sub>2</sub> C        | MoO <sub>3</sub> 53,4<br>Mg 18,1<br>Zn 24,1<br>C 4,4                              | CaO 18,0                                                             | Polyäthylen 2,5                                                       | Argon  | 10                         | 1950                       | Mo <sub>2</sub> C     | 0,1–2,0         |
| 109. | MoB <sub>2</sub>         | MoO <sub>3</sub> 30,2<br>Zn 41,2<br>Mg 15,3<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 13,3 | MgO 15,0                                                             | Polystyrol 2,5                                                        | Argon  | 10                         | 2100                       | MoB <sub>2</sub>      | 0,1–3,0         |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr.  | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                                                    | Art und Menge des Zusatzes wärmebeständiger Zusatz, In Masse-% | Art und Menge des Zusatzes sich zersetzender Zusatz, In Masse-% | Medium          | Druck des Mediums in at | Verfahrenstemperatur °C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich           |
|------|--------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|-----------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------|---------------------------|
| 1    | 2                        | 3                                                                                 | 4                                                              | 5                                                               | 6               | 7                       | 8                       | 9                     | 10                        |
| 110. | MoB <sub>2</sub>         | MoO <sub>3</sub> 30,2<br>Zn 41,2<br>Mg 15,3<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 13,3 | MgO                                                            | 18,0                                                            | Polyäthylen 2,0 | Argon                   | 15                      | 2100                  | MoB <sub>2</sub> 0,1–3,0  |
| 111. | MoB <sub>2</sub>         | MoO <sub>3</sub> 30,2<br>Zn 41,2<br>Mg 15,3<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 13,3 | CaO                                                            | 18,0                                                            | Polystyrol 2,0  | Argon                   | 15                      | 2000                  | MoB <sub>2</sub> 0,1–3,5  |
| 112. | MoB <sub>2</sub>         | MoO <sub>3</sub> 30,2<br>Zn 41,2<br>Mg 15,3<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 13,3 | CaO 10,0<br>MgO 10,0                                           |                                                                 | Polyäthylen 2,0 | Argon                   | 20                      | 1900                  | MoB <sub>2</sub> 0,1–2,0  |
| 113. | Fe <sub>4</sub> C        | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 54,9<br>Ca 41,0<br>C 4,1                           | MgO                                                            | 12,5                                                            | Polystyrol 4,2  | Argon                   | 50                      | 1900                  | Fe <sub>4</sub> C 0,1–2,0 |
| 114. | Fe <sub>4</sub> C        | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 54,9<br>Ca 41,0<br>C 4,1                           | MgO                                                            | 18,0                                                            | Polyäthylen 2,2 | Argon                   | 15                      | 1900                  | Fe <sub>4</sub> C 0,1–2,0 |
| 115. | Fe <sub>4</sub> C        | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 54,9<br>Ca 41,0<br>C 4,1                           | MgO 5,0<br>CaO 10,0                                            |                                                                 | Polyäthylen 1,5 | Argon                   | 20                      | 1950                  | Fe <sub>4</sub> C 0,1–2,0 |
| 116. | NiB                      | NiO 68,3<br>Mg 21,9<br>B 9,8                                                      | MgO                                                            | 17,0                                                            | Polyäthylen 3,0 | Argon                   | 50                      | 2200                  | NiB 0,1–2,5               |
| 117. | NiB                      | NiO 68,3<br>Mg 21,9<br>B 9,8                                                      | MgO                                                            | 10,0                                                            | Polyäthylen 2,0 | Argon                   | 30                      | 2100                  | NiB 0,1–2,0               |
| 118. | NiB                      | NiO 68,3<br>Mg 21,9<br>B 9,8                                                      | CaO                                                            | 15,0                                                            | Polystyrol 3,0  | Argon                   | 50                      | 2200                  | NiB 0,1–3,0               |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr.  | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                                                        | Art und Menge des Zusatzes wärmebeständiger Zusatz, In Masse-% | Medium sich zersetzender Zusatz, In Masse-% | Medium     | Druck des Mediums in at | Verfahrenstemperatur °C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich |
|------|--------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------|-----------------|
| 1    | 2                        | 3                                                                                     | 4                                                              | 5                                           | 6          | 7                       | 8                       | 9                     | 10              |
| 119. | CoB <sub>2</sub>         | CoO 24,5<br>Ca 52,5<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 23,0                             | MgO 16,3                                                       | Polyäthylen 2,4                             | Argon      | 30                      | 2100                    | CoB <sub>2</sub>      | 0,1–2,5         |
| 120. | CoB <sub>2</sub>         | CoO 24,5<br>Ca 52,5<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 23,0                             | MgO 16,5                                                       | Polystyrol 2,5                              | Argon      | 50                      | 2100                    | CoB <sub>2</sub>      | 0,1–2,5         |
| 121. | CoB <sub>2</sub>         | CoO 24,5<br>Ca 52,5<br>B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 23,0                             | MgO 5,0<br>CaO 15,0                                            | Polyäthylen                                 | Argon      | 80                      | 2000                    | CoB <sub>2</sub>      | 0,1–2,0         |
| 122. | TiN                      | TiO <sub>2</sub> 62,9<br>Mg 37,1                                                      | MgO 8,8                                                        | CH <sub>4</sub> ON <sub>2</sub> 2,7         | Ammoniak   | 30                      | 1850                    | TiN <sub>0,93</sub>   | 0,1–2,0         |
| 123. | TiN                      | TiO <sub>2</sub> 62,9<br>Mg 37,1                                                      | MgO 15,0                                                       | KCl 3,0                                     | Stickstoff | 60                      | 1950                    | TiN <sub>0,93</sub>   | 0,1–2,0         |
| 124. | TiN                      | TiO <sub>2</sub> 62,9<br>Mg 37,1                                                      | CaO 18,0                                                       | KCl 3,0                                     | Stickstoff | 90                      | 2100                    | TiN <sub>0,95</sub>   | 0,1–2,5         |
| 125. | ZrN                      | ZrO <sub>2</sub> 71,0<br>Mg 29,0                                                      | CaO 12,9                                                       | KCl 1,2                                     | Hydrazin   | 70                      | 2050                    | ZrN <sub>0,98</sub>   | 0,1–2,0         |
| 126. | ZrN                      | ZrO <sub>2</sub> 71,0<br>Mg 29,0                                                      | MgO 18,0                                                       | CH <sub>4</sub> ON <sub>2</sub> 2,0         | Ammoniak   | 50                      | 1980                    | ZrN <sub>0,98</sub>   | 0,1–2,5         |
| 127. | ZrN                      | ZrO <sub>2</sub> 71,0<br>Mg 29,0                                                      | MgO 15,0                                                       | KCl 1,5                                     | Stickstoff | 70                      | 2000                    | ZrN <sub>0,95</sub>   | 0,1–2,5         |
| 128. | Nb <sub>2</sub> N        | Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 46,0<br>Ca 54,0                                        | CaO 10                                                         | NaNO <sub>3</sub> 3,0                       | Stickstoff | 1000                    | 2000                    | Nb <sub>2</sub> N     | 0,1–2,0         |
| 129. | Nb <sub>2</sub> N        | Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 46,0<br>Ca 54,0                                        | MgO 15,0                                                       | NaNO <sub>3</sub> 5,0                       | Ammoniak   | 700                     | 2100                    | Nb <sub>2</sub> N     | 0,1–2,0         |
| 130. | TaN                      | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 77,0<br>MgH <sub>2</sub> 13,0<br>CaH <sub>2</sub> 10,0 | MgO 10,0<br>CaO 5,0                                            | KCl 1,5                                     | Ammoniak   | 80                      | 2000                    | TaN                   | 0,1–2,5         |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr.  | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                                                                                         | Art und Menge des Zusatzes wärmebeständiger Zusatz, In Masse-% | Medium                              | Druck des Mediums in at | Verfahrenstemperatur °C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich   |         |
|------|--------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------|---------|
| 1    | 2                        | 3                                                                                                                      | 4                                                              | 5                                   | 6                       | 7                       | 8                     | 9                 | 10      |
| 131. | TaN                      | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 77,0<br>MgH <sub>2</sub> 13,0<br>CaH <sub>2</sub> 10,0                                  | MgO 5,0                                                        | NaNO <sub>3</sub> 4,0               | Stickstoff              | 10                      | 2100                  | TaN               | 0,1–3,0 |
| 132. | TaN                      | Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> 77,0<br>MgH <sub>2</sub> 13,0<br>CaH <sub>2</sub> 10,0                                  | CaO 20,0                                                       | CH <sub>4</sub> ON <sub>2</sub> 2,0 | Stickstoff              | 40                      | 2200                  | TaN               | 0,1–2,5 |
| 133. | AlN                      | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 44,6<br>CaH <sub>2</sub> 55,4                                                           | CaO 10,0                                                       | CH <sub>4</sub> ON <sub>2</sub> 3,7 | Hydrazin                | 200                     | 2000                  | AlN               | 0,1–2,0 |
| 134. | AlN                      | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 44,6<br>CaH <sub>2</sub> 55,4                                                           | MgO 15,0                                                       | NaNO <sub>3</sub> 2,0               | Stickstoff              | 100                     | 2100                  | AlN               | 0,1–2,5 |
| 135. | AlN                      | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 44,6<br>CaH <sub>2</sub> 55,4                                                           | CaO 10,0<br>MgO 5,0                                            | CH <sub>4</sub> ON <sub>2</sub> 2,0 | Stickstoff              | 180                     | 2200                  | AlN               | 0,1–2,0 |
| 136. | NB                       | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 55,0<br>Mg 45,0                                                                          | MgO 10,0                                                       | fehlt                               | Stickstoff              | 200                     | 2200                  | NB                | 0,1–5,0 |
| 137. | Li <sub>2</sub> C        | Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> 65,0<br>Mg 30,0<br>C 5,0                                                               | MgO 5,0                                                        | fehlt                               | Argon                   | 50                      | 1900                  | Li <sub>2</sub> C | 0,1–3,0 |
| 138. | Ti–Ni                    | TiO <sub>2</sub> 26,5<br>NiO 35,5<br>Ca 26,5<br>Zn 21,45<br>C 0,05                                                     | CaO 24,0                                                       | fehlt                               | Argon                   | 20                      | 1600                  | Ti–Ni             | 2,0–5,0 |
| 139. | Fe–Cr                    | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 35,7<br>Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 33,6<br>Mg 21,4<br>CaH <sub>2</sub> 9,2<br>C 0,1 | MgO 18,0                                                       | fehlt                               | Argon                   | 30                      | 1500                  | Fe–Cr             | 3,0–5,0 |

Tabelle 1 (Fortsetzung)

| Nr.  | Das hergestellte Produkt | Mischungsverhältnis der Charge                                                              | Art und Menge des Zusatzes wärmebeständiger Zusatz, In Masse-% | Medium          | Druck des Mediums In at | Verfahrenstemperatur °C | Formel der Verbindung | Körnungsbereich  |         |
|------|--------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|-----------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------|------------------|---------|
| 1    | 2                        | 3                                                                                           | 4                                                              | 5               | 6                       | 7                       | 8                     | 9                | 10      |
| 140. | Fe-Co                    | Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 5,79<br>CoO 68,10<br>Mg 21,80<br>Ca 4,22<br>C 0,09           | MgO 22,0                                                       | fehlt           | Stickstoff              | 10                      | 1560                  | Fe-Co            | 1,0-3,0 |
| 141. | W-Re                     | WO <sub>3</sub> 72,5<br>Re 5,0<br>Mg 22,4<br>C 0,1                                          | MgO 25,0                                                       | Polyäthylen 1,0 | Argon                   | 1                       | 1580                  | W-Re             | 1,0-3,0 |
| 142. | Zr-W                     | ZrF <sub>4</sub> 47,0<br>WCl <sub>6</sub> 36,5<br>Al 15,0<br>WO <sub>3</sub> 1,45<br>C 0,05 | MgO 10,0<br>CaO 15,0                                           | fehlt           | Argon                   | 5                       | 1700                  | Zr-W             | 1,0-2,0 |
| 143. | Mo-Cu                    | Ca <sub>2</sub> O 35,0<br>MoCl <sub>2</sub> 45,0<br>Mg 19,8<br>C 0,2                        | MgO 25,0                                                       | fehlt           | Argon                   | 0,5                     | 1500                  | MoCu             | 2,0-5,0 |
| 144. | MgB <sub>6</sub>         | B <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 46,7<br>Mg 53,3                                               | MgO 10                                                         | Polystyrol 1,5  | Argon                   | 15                      | 1800                  | MgB <sub>6</sub> | 0,1-20  |
| 145. | TiC · MoC                | Mo 8,8<br>TiO <sub>2</sub> 49,5<br>Mg 33,7                                                  | CaO 12,0                                                       | Polyäthylen 2   | Argon                   | 200                     | 1950                  | TiC · MoC        | 0,1-20  |
| 146. | WC · TaC                 | Ta 26,5<br>WO <sub>3</sub> 55,0<br>Mg 15,0<br>C 4,0                                         | CaO 18,0                                                       | Polystyrol 2,5  | Argon                   | 30                      | 2050                  | WC · TaC         | 1,0-2,5 |

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von pulverförmigen höchstschmelzenden anorganischen Verbindungen und pulverförmigen metallischen Kompositionen, welches die Aufbereitung der Charge, die ein Element der IV. bis VI. Gruppe des Periodensystems der Elemente und ein Element, genommen aus einer Stickstoff, Kohlenstoff, Bor, Silizium, Schwefel, Phosphor enthaltenden Gruppe, enthält, die Zugabe dieser Charge in eine Reaktionszone, wo die selbständig ablaufende Hochtemperatursynthese des Endprodukts erfolgt, und das anschliessende Isolieren des Endprodukts aus der Reaktionszone vorsieht, dadurch gekennzeichnet, dass eine Charge verwendet wird, der man zusätzlich
  - wenigstens ein Element der I. bis III. und der VII. bis VIII. Gruppe des Periodensystems der Elemente,
  - und/oder wenigstens ein Hydrid der Elemente der I. bis III. Gruppe des Periodensystems,
  - und/oder wenigstens ein Oxid, ein Halogenid der Elemente der I. bis VIII. Gruppe des Periodensystems,
  - und wenigstens ein Oxid und/oder wenigstens ein Halogenid und/oder wenigstens eine organische Verbindung von Stickstoff und/oder Kohlenstoff und/oder Bor und/oder Silizium und/oder Schwefel und/oder Phosphor
  - und Alkalimetallhalogenide und/oder Ammoniumhalogenid und/oder Polystyrol und/oder Polyäthylen und/oder Harnstoff zugibt, während das Isolieren des Endprodukts durch Behandlung des Syntheseprodukts mit einer Mineralsäurelösung verwirklicht wird.
2. Verfahren zur Herstellung von pulverförmigen höchstschmelzenden anorganischen Verbindungen und pulverförmigen metallischen Kompositionen, welches die Aufbereitung der Charge, die ein Element der IV. bis VI. Gruppe des Periodensystems der Elemente und ein Element, genommen aus einer Stickstoff, Kohlenstoff, Bor, Silizium, Schwefel, Phosphor enthaltenden Gruppe, enthält, die Zugabe dieser Charge in eine Reaktionszone, wo die selbständig ablaufende Hochtemperatursynthese des Endprodukts erfolgt, und das anschliessende Isolieren des Endprodukts aus der Reaktionszone vorsieht, dadurch gekennzeichnet, dass eine Charge verwendet wird, die aus einem Gemisch von 12,00 bis 80,95 Masse-% wenigstens eines Elements der I. bis VIII. Gruppe des Periodensystems der Elemente und/oder wenigstens eines Oxids und/oder wenigstens eines Halogenids von Elementen der I. bis VIII. Gruppe des Periodensystems;
  - 0,05 bis 31,50 Masse-% Stickstoff und/oder Kohlenstoff und/oder Bor und/oder Silizium und/oder Schwefel und/oder Phosphor und/oder Oxiden eines beliebigen der genannten Elemente und/oder Halogeniden eines beliebigen der genannten Elemente und/oder organischen Verbindungen eines beliebigen der genannten Elemente;
  - 19,0 bis 56,5 Masse-% wenigstens eines Metalls der I. bis III. Gruppe des Periodensystems der Elemente und/oder wenigstens eines Hydrids dieser Metalle und aus Zusätzen in einer Menge von 1 bis 25%, bezogen auf die Masse des Gemisches, und zwar Oxiden von Metallen der II. Gruppe des Periodensystems der Elemente und/oder Alkalimetallhalogeniden und/oder Ammoniumhalogenid und/oder Polystyrol und/oder Polyäthylen und/oder Harnstoff besteht, wobei ein Stoff nur einmal in der obigen Zusammensetzung eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Charge als Zusätze 5 bis 25% Oxide von Metallen der II. Gruppe des Periodensystems der Elemente, bezogen auf die Masse des erwähnten Gemisches, und/oder 1 bis 5% Alkalimetallhalogenide und/oder Ammoniumhalogenid und/oder Polystyrol und/oder Polyäthylen und/oder Harnstoff, bezogen auf die Masse des erwähnten Gemisches, enthält.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass eine Charge verwendet wird, die aus einem Gemisch von 56,0 Masse-% Titandioxid, 8,3 Masse-% Kohlenstoff, 35,7 Masse-% Magnesium und aus Zusätzen, bezogen auf die Masse des Gemisches, und zwar 10,0% Magnesiumoxid und 3,0% Polystyrol besteht, während das Isolieren des Endproduktes durch Behandlung des Syntheseproduktes mit einer Salzsäurelösung verwirklicht wird.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, dass eine Charge verwendet wird, die aus einem Gemisch von 26,50 Masse-% Titandioxid, 25,50 Masse-% Nickeloxid, 26,50 Masse-% Kalzium, 21,45 Masse-% Zink, 0,05 Masse-% Russ und aus Zusätzen, bezogen auf die Masse des Gemisches, und zwar 24,0% Kalziumoxid besteht, während das Isolieren des Endprodukts durch Behandlung des Syntheseprodukts mit einer Schwefelsäurelösung verwirklicht wird.