



(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) NO

(11) **174973**

(13) B

(51) Int Cl⁵ C 22 C 1/09, 1/10, 29/00

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr	882093	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	13.05.88	(85) Videreføringssdag	
(24) Løpedag	13.05.88	(30) Prioritet	13.05.87, US, 49171
(41) Alm. tilgj.	14.11.88		
(44) Utlegningsdato	02.05.94		

(71) Patentsøker Lanxide Technology Company LP, Tralee Industrial Park, Newark, DE 19711, US
(72) Oppfinner Danny R. White, Elkton, MD, US
 Andrew W. Urquhart, Newark, DE, US
 Michael K. Aghajanian, Bel Air, MD, US
 David K. Creber, Kingston, ON, CA
(74) Fullmektig Curo AS, Lundamo

(54) Benevnelse **Framgangsmåte for framstilling av en metallmatrisekompositt**

(56) Anførte publikasjoner EP A1 239520, EP A3 245192

(57) Sammendrag

En keram-armert aluminiummatrisekompositt framstilles ved å bringe smeltet aluminium-magnesiumlegering i kontakt med en permeabel masse av keramisk materiale ved tilstedeværelse av en gass bestående av fra omtrent 10 til 100 volumprosent nitrogen, hvor resten er ikke-oksyderende gass, f.eks. hydrogen eller argon. Under disse betingelsene innfiltrerer den smeltede legeringen spontant den keramiske masse under normalt atmosføretrykk. Et fast legeme av legeringen kan plasseres inntil et permeabelt lag av keramisk materiale, og bragt til smeltet tilstand, fortrinnsvis til minst 700°C, for å danne aluminiummatrisekompositten ved innfiltrering. I tillegg til magnesium, kan tilleggslegeringselementer tilsettes aluminiumen. De resulterende komposittproduktene kan inneholde en diskontinuerlig aluminiumnitridfase i aluminiummatrisen og/eller et ytre overflatelag av aluminiumnitrid.

Oppfinnelsen angår en framgangsmåte for framstilling av en metallmatrisekompositt hvorved det framskaffes en permeabel masse av et keramisk fyllmateriale og en aluminiumlegering.

5 Bakgrunn.

Komposittprodukter bestående av en metallmatrise og en styrkende eller armerende fase slik som keram-partikler, whiskers, fibre eller lignende, ser svært lovende ut for et antall av anvendelser fordi de kombinerer styrken og hårdheten til den styrkende fase med strekkbarheten og seigheten til metallmatrisen. Generelt, vil en metallmatrisekompositt vise forbedringer i slike egenskaper som styrke, stivhet, kontaktslitasjemotstand, og bibeholdelse av styrke ved høye temperaturer i forhold til matrisemetallet, i seg selv, men til hvilken grad hvilken som helst gitt egenskap kan forbedres avhenger i stor grad av de spesifikke bestanddeler, deres volum eller vektfraksjon, og hvordan de er behandlet ved framstillingen av kompositten. I noen tilfeller kan kompositten også være lettere i vekt. Aluminiummatrisekompositter armert med keramer, slik som silisiumkarbid i form av partikler, plater eller whiskers, f.eks., er interessante p.g.a. deres økede stivhet, slitasjestyrke og høytemperaturstyrke sammenlignet med aluminium.

Forskjellige metallurgiske prosesser for framstilling av aluminiummatrisekompositter er beskrevet, spennende fra framgangsmåter basert på pulvermetallurgiske teknikker til de som omfatter flytende-metallinfiltrasjon, slik som trykkstøping. Ved pulvermetallurgiske framgangsmåter iblandes metallet armeringsmaterialer i form av pulver, whiskers, oppkuttete fibrer, etc., og blir deretter enten kald-preset og sintret, eller varm-preset. Maksimal volumfraksjon av keramisk materiale i silisiumkarbidarmerte aluminiummatrisekompositter framstilt ved denne framgangsmåte er rapportert til å være 25 volumprosent i tilfelle hvor whiskers er brukt, 40 volumprosent i tilfelle hvor partikler er brukt.

Framstilling av metallmatrisekompositter ved pulvermetallurgi ved bruk av konvensjonelle teknikker påtvinger visse begrensninger med hensyn til karakteristika for de oppnåelige produkter. Volumfraksjonen av den keramiske fase i kompositten begrenses typisk til omtrent 40 prosent. Pressesteget impliserer også en begrensning på den praktisk oppnåelige størrelse. Bare relativt enkle produktformer er mulige

uten etterfølgende bearbeiding (f.eks. forming eller maskinering) eller uten å ty til innviklede presser. Uenhetlig krymping under sintring kan også oppstå, såvel som uenhetlig mikrostruktur p.g.a. seigring i den kompakte masse og kornvekst.

US patentskrift 3.970.136, innvilget 20. juli 1976, til J. C. Cannell et al.,
5 beskriver en framgangsmåte for å danne en metallmatrisekompositt inneholdende en armering av fibre, f.eks. silisiumkarbid eller alumina-whiskers, med et forhåndsbestemt mønster for fiberinnretningen. Kompositten framstilles ved å anbringe parallelle matter eller filt med fibre i samme plan i en støpeform med en beholder med smeltet matrisemetall, f.eks. aluminium, i det minste mellom noen av
10 mattene, og påfører trykk for å tvinge smeltet metall til å penetrere mattene og omslutte de innrettede fibre. Smeltet metall kan tømmes over stabelen med matter samtidig som det tvinges under trykk til å flyte mellom mattene. Innhold på opptil 50 volumprosent av armeringsfibre i kompositten er rapportert.

Den ovenfor beskrevne infiltrasjonsprosessen, pga. dens avhengighet av utvendig
15 trykk for å tvinge det smeltete matrisemetallet gjennom stabelen av fibermatter, er følsomme for tilfeldighetene ved trykkinitierte flytprosesser, f.eks. mulig uenhetlig matrisedannelse, porøsitet etc. Uenhetlige egenskaper er mulige selv om smeltet metall kan tilføres på et antall steder innen fiberarrangementet. Som en følge av dette må man frembringe kompliserte matte/holder-arrangement og strømningsveier for
20 å oppnå hensiktsmessig og enhetlig gjennomtrengning av stabelen av fibermatter. Videre tillater den forannevnte trykkinfiltrasjonsprosessen bare oppnåelse av en relativt lav andel armeringsmateriale i forhold til matrisevolumet pga. vanskelighetene med infiltrering av et stort volum med matter. Videre kreves det at støpeformene inneholder det smeltete metall under trykk, som øker kostnadene ved
25 framgangsmåten. Til sist er ikke den forannevnte prosess, begrenset til infiltrering av innrettede partikler eller fibrer, innrettet til framstilling av aluminiummetallmatrisekompositter armert med materialer i form av tilfeldig innrettede partikler, whiskers eller fibre.

Under framstilling av aluminiummatrise-aluminafylte kompositter, vil aluminium
30 vanskelig fukte aluminiumoksid, og gjør det derved vanskelig å lage et sammenhengende produkt. Kjent teknikk foreslår forskjellige løsninger på dette problemet. En slik angrepsmåte er å belegge aluminiumoksidet med et flyktig metall

(f.eks. nikkell eller wolfram), som da varm-presses sammen med aluminium. Ved andre teknikker legeres aluminium med litium, og aluminiumoksid kan være belagt med silisium. Imidlertid fremviser disse komposittene variasjoner i egenskaper, eller belegget kan degradere fyllmaterialet, eller matrisen inneholder litium som kan

5 påvirke metallens egenskaper.

US patentskrift 4.232.091 (R. W. Grimshaw et al.), omgår visse vanskeligheter i den kjente teknikken ved framstilling av aluminiummatrisealumina-kompositter. Dette patentet beskriver utøvelse av trykk på 75-375 kg/cm² for å tvinge aluminium (eller en aluminiumlegering) inn i en fiber- eller whiskers-matte av aluminiumoksid som er

10 forvarmet til fra 700 til 1050°C. Det maksimale volumforhold av aluminiumoksid i forhold til metall i det resulterende faste støpegods var 0.25/1. Pga. dens avhengighet av utvendig kraft for å oppnå infiltrering, er denne framgangsmåten gjenstand for mange av de samme svakhetene som framgangsmåten til Cannell et al.

EP patentsøknad 115742 beskriver framstilling av aluminium-aluminiakompositter,

15 særlig anvendelige som komponenter i elektrolyttiske celler, ved å fylle hulrommene i et aluminiummatriseemne med smeltet aluminium. Søknaden fremhever ufuktbarheten av aluminiumoksid med aluminium, og forskjellige teknikker ble derfor brukt for å fukte aluminiumoksidet gjennom hele emnet. F.eks. er aluminiumoksid belagt med et fuktemiddel av et diborid av titan, zirconium, hafnium

20 eller niob, eller med et metall som f.eks. litium, magnesium, kalsium, titan, krom, jern, kobolt, nikkell, zirkonium eller hafnium. Inerte atmosfærer, slik som argon, er brukt for å lette fuktingen og infiltreringen. Denne referansen viser også påføring av trykk for å forårsake at smeltet aluminium gjennomtrenger et ubelagt emne. På denne måte oppnås infiltrering ved å evakuere porene og deretter utøve trykk på det

25 smeltede aluminium i en inært atmosfære, f.eks. argon. Alternativt kan emnet infiltreres med dampfase-aluminium, som avsettes for å fukte overflata før oppfylling av hulrommene ved infiltrering med smeltet aluminium. For å sikre opprettholdelse av aluminium i porene av emnet, er det behov for varmebehandling, f.eks. ved 1400 til 1800°C, enten i vakuum eller i argon. På den annen side vil både eksponering av

30 det trykkinfiltrerte materialet for gass eller fjerning av infiltrasjonstrykket føre til tap av aluminium fra legemet.

Bruk av fuktningmidler for å påvirke infiltrasjonen av en aluminiumoksid-

komponent i en elektrolyttisk celle med smeltet metall er også beskrevet i EP patentsøknad 94353. Denne publikasjonen beskriver framstilling av aluminium ved elektrolyttisk ekstraksjon med en celle som har en katodisk strømløder som føring i cella eller substratet. For å beskytte dette substratet fra smeltet kryolitt, påføres aluminiumoksidsubstratet et tynt belegg av en blanding av et fuktemiddel og en løselighetsbegrenser før oppstartning av cella eller mens neddykket i det smeltede aluminium framstilt ved elektrolyseprosessen. Beskrevne fuktemidler er titan, zirkonium, hafnium, silisium, magnesium, vanadium, krom, niob eller kalsium, og titan er fremhevet som det foretrukne midlet. Forbindelser av bor, karbon og nitrogen er beskrevet som nyttige i reduksjonen av løseligheten for fuktemidlet i smeltet aluminium. Imidlertid forslår ikke referansen framstilling av metallmatrisekompositter, heller ikke foreslås framstilling av en slik kompositt i en nitrogenatmosfære.

I tillegg til bruk av trykk og fuktemidler, er det beskrevet at vakuum vil hjelpe penetrering av smeltet aluminium inn i en kompakt keramisk masse. F.eks. US patentskrift 3.718.441, (R. L. Ladingham), rapporterer infiltrering i en kompakt keramisk masse (f.eks. borkarbid, aluminiumoksid og berylliumoksid) med enten smeltet aluminium, beryllium, magnesium, titan, vanadium, nikkel eller krom under et vakuum på minst 10^{-6} torr. Et vakuum på 10^{-2} til 10^{-6} torr førte til dårlig fukting av keramet av det smeltete metall til en utstrekning at metallet ikke fløt fritt inn i hulrommene i det keramiske materialet. Det ble imidlertid hevdet at fuktingen var forbedret når vakuomet ble redusert til minst 10^{-6} torr.

US patentskrift 3.864.154 (G. E. Gazza et al.), beskriver også bruk av vakuum for å oppnå infiltrering. Dette patent beskriver utlegging av en kald-valset kompakt masse av AlB_{12} pulver på en seng av kald-valset aluminiumpulver. Mer aluminium ble deretter plassert på toppen av den kompakte massen av AlB_{12} . Smeltingen, fylt med den kompakte AlB_{12} -massen anbrakt lagvis mellom laga med aluminiumpulver, ble plassert i en vakuumsmelteovn. Smelteovnen ble evakuert til omtrent 10^{-5} torr for at utgassing skulle finne sted. Deretter ble temperaturen hevet til $1100^{\circ}C$ og holdt der i en periode på 3 timer. Ved disse betingelsene gjennomtrengte det smeltede aluminium den kompakte masse av porøs AlB_{12} .

Formål.

Hovedformålet med oppfinnelsen er å anvisa en framgangsmåte for framstilling av en metallmatrisekompositt uten anvendelse av trykk, vakuum eller fuktemidler for å gjennomføre infiltrering av metall inn i en keramisk masse.

5

Oppfinnelsen.

Det ovennevnte formål oppnås med en framgangsmåte som angitt i den karakteriserende del av patentkrav 1. Ytterligere fordelaktige trekk framgår av de tilhørende uselvstendige krav 2 til 13.

- 10 Den foreliggende framgangsmåte innbefatter framstilling av en metallmatrisekompositt ved infiltrering av en permeabel masse av et keramisk fyllmateriale eller et belagt keramisk fyllmateriale med smeltet aluminium inneholdende 1-10 vektprosent magnesium, og fortrinnsvis omtrent 3 vektprosent. Infiltrasjon skjer spontant uten behov for eksternt trykk eller høyt vakuum. En
- 15 tilførsel av den smeltete metallegering er satt i kontakt med en masse av fyllmateriale ved en temperatur på minst 700°C ved tilstedeværelse av en gass bestående av 10-100%, og fortrinnsvis minst 50 volumprosent nitrogen, og hvor resten er ikke-oksiderende gass, f.eks. argon. Under disse betingelsene infiltrerer den smeltete aluminiumlegeringen den keramiske masse under normalt atomosfærisk trykk og
- 20 danner en aluminiummatrisekompositt. Når den ønskete mengde av keramisk materiale er infiltrert med smeltet legering, senkes temperaturen for at legeringen skal størkne, for derved å danne en fast metallmatrisekonstruksjon som omslutter det armerende keramiske materiale. Vanligvis, og fortrinnsvis, vil tilførselen av smeltet legering være tilstrekkelig for at infiltreringen skal skje i det vesentligste til
- 25 grenseflatene for den keramiske masse. Mengden av keramisk fyllmateriale i aluminiummatrisekompositter framstilt ifølge oppfinnelsen kan være ytterst høy. På bakgrunn av dette kan man oppnå forhold mellom fyllmateriale og legering som er større enn 1:1.

- I en innstøpning tilføres den keramiske masse et forråd av smeltet aluminium-
- 30 legering ved å plassere et legeme av legeringen i nærheten av eller i kontakt med et permeabelt lag av det keramiske fyllmaterialet. Legeringen og laget med fyllmateriale eksponeres i den nitrogenholdige gassen ved en temperatur over

legeringens smeltepunkt, uten påført trykk eller vakuum, hvormed den smeltete legeringen spontant infiltrerer det nærliggende eller omsluttende lag med fyllmateriale. Ved senking av temperaturen til under legerings smeltepunkt, oppnås en fast matrise av aluminiumlegering omsluttende det keramiske fyllmateriale. Det

5 bør forstås at et fast legeme av aluminiumlegeringen kan plasseres inntil massen med fyllmateriale, og at metallet deretter smeltes og tillates å infiltrere massen, eller legeringen kan være smeltet separat og deretter slått mot massen av fyllmateriale.

Aluminiummatrisekomposittene framstilt ifølge oppfinnelsen inneholder karakteristisk aluminiumnitrid i aluminiummatrisen som en diskontinuerlig fase.

- 10 Mengden av nitrid i aluminiummatrisen kan variere avhengig av slike faktorer som valg av temperatur, legerings sammensetning, gassammensetning og det keramiske fyllmateriale. Videre, hvis eksponeringen ved høy temperatur i den nitrenderende atmosfære fortsetter etter at infiltreringen er komplett, kan det dannes
- 15 aluminiumnitrid såvel som dybden av nitrideringen langs de ytre overflater kan varieres ved å kontrollere en eller flere faktorer i systemet, f.eks. temperatur, for derved å gjøre det mulig å frembringe etter ønske visse egenskaper til kompositten eller for å gi en aluminiummatrisekomposit med en aluminiumnitridoverflate som en sliteflate.
- 20 Uttrykket "resten ikke-oksiderende gas" som brukt heri, betegner at hvilken som helst tilstedeværende gass i tillegg til elementært nitrogen er enten en inert gass eller reduserende gass som i det vesentligste ikke reagerer med aluminium under prosessbetingelsene. En hvilken som helst oksiderende gass (forskjellig fra nitrogen) som kan være tilstede som en urenhet i gassen(e) som brukes, er utilstrekkelig for å
- 25 oksidere metallet i noen betydelig grad.

Det er meningen at uttrykkene "keram", "keramisk materiale", eller "keramisk fyllmateriale" er ment å omfatte keramiske fyllmaterialer, i og for seg, slik som aluminiumoksid eller silisiumkarbid-fibre, og keramisk belagte fyllmaterialer, slik som karbonfibre belagt med aluminiumoksid eller silisiumkarbid for å beskytte

30 karbonet mot angrep fra smeltet metall. Videre er det ment at aluminium brukt i framgangsmåten, i tillegg til å være leget med magnesium, kan være i det vesentligste ren eller kommersielt ren aluminium, eller kan være leget med andre

bestanddelar slik som jern, silisium, kobber, mangan, krom osv.

I de vedlagte figurer, illustreres mikrostrukturen av aluminiummatrise-kompositter framstilt ifølge oppfinnelsen, der

5 Fig. 1 er et mikrofotografi tatt med 400X forstørrelse av en aluminiumoksid-armert aluminiummatrisekompositt framstilt ved 850°C i det vesentligste ifølge eksempel 3,

Fig. 2 er et mikrofotografi tatt med 400X forstørrelse av en aluminiumoksid-armert aluminiummatrisekompositt framstilt i det vesentligste ifølge eksempel 3a,
10 men ved en temperatur på 900°C i en tid på 24 timer, og

Fig. 3 er et mikrofotografi tatt med 400X forstørrelse av en aluminiumoksid-armert aluminiummatrisekompositt [med bruk av noe grovere aluminiumoksid-partikler, dvs. kornstørrelse 0.17 mm (90 mesh) i motsetning til 10 mikrometer (220 mesh)] framstilt i det vesentligste ifølge eksempel 3b, men ved en temperatur på
15 1000°C i en tid på 24 timer.

Ifølge framgangsmåten for den foreliggende oppfinnelsen, ble en aluminium-magnesiumlegering i smeltet tilstand brakt i kontakt med eller tilført en overflate av en permeabel masse av keramisk materiale, f.eks. keramiske partikler, whiskers eller fibre, i nærvær av en nitrogen-holdig gass, og den smeltete aluminiumlegeringen
20 infiltrerer spontant og progressivt den permeable keramiske masse. Graden av spontan infiltrering og dannelsen av metallmatrisen vil variere med prosessbetingelsene, slik som forklart i nærmere detalj nedenfor. Spontan infiltrering av legeringen inn i massen av keramisk materiale resulterer i et komposittprodukt hvori aluminiumlegeringmatrisen omslutter det keramiske materiale.

25 Ifølge NO patentsøknad 851011 er det tidligere funnet at aluminiumnitrid dannes på, og vokser fra, den frie overflata av et legeme av smeltet aluminiumlegering når den sistnevnte eksponeres for en nitriderende atmosfære, f.eks. prosessgass (en 96/4 nitrogen/hydrogen volumdele blanding). Videre, ifølge NO patentsøknad 860362 er det funnet at en matrisestruktur av sammenhengende aluminiumnitridkrystaller
30 dannes i en porøs masse av fyllpartikler gjennomstrømmet med prosessgass når massen ble bibeholdt i kontakt med en smeltet aluminiumlegering. Derfor var det overraskende å finne at i en nitriderende atmosfære, infiltrerte spontant en smeltet

aluminium-magnesiumlegering en permeabel masse av keramisk materiale for å danne en metallmatrisekompositt.

Under betingelsene benyttet i framgangsmåten ifølge den foreliggende oppfinnelsen er den keramiske masse eller legeme tilstrekkelig permeabelt for å la det gassformige nitrogen gjennomtrengne legemet for å komme i kontakt med det smeltede metall og tjene til infiltrering av det smeltede metall, hvormed det nitrogengjennomtrukne keramiske materiale blir spontant infiltrert med smeltet aluminiumlegering for å danne en aluminiummatrisekompositt. Utstrekningen av spontan infiltrering og dannelse av metallmatrisen vil variere med et gitt sett av prosessbetingelser, dvs. magnesiuminnhold i aluminiumlegeringen, tilstedeværelse av tilleggslegeringselement, størrelse, overflatebetingelse og type fyllmateriale, nitrogenkonsentrasjonen i gassen, tid og temperatur. For at infiltreringen av smeltet aluminium skal finne sted spontant, er aluminiumen levert med minst 1 % og fortrinnsvis omlag 3 % magnesium, basert på legeringsvekt. Ett eller flere hjelpelegeringselementer, f.eks. silisium, sink eller jern, kan innbefattes i legeringen, som kan påvirke minimumsmengden av magnesium som kan tilsettes legeringen. Det er kjent at visse stoffer kan være flyktige fra en aluminiumsmelte, noe som er tid- og temperaturavhengig, og derfor i løpet av framgangsmåten for den foreliggende oppfinnelsen kan magnesium såvel som sink bli flyktige. Det er derfor ønskelig å bruke en legering som i utgangspunktet inneholder minst 1 vektprosent magnesium. Framgangsmåten utføres ved tilstedeværelse av en nitrogenatmosfære inneholdende minst 10 volumprosent nitrogen og resten en ikke-oksiderende gass under betingelsene for framgangsmåten. Etter den faktisk fullstendige infiltrering av den keramiske masse, lar man metallet størkne ved avkjøling i nitrogenatmosfære, for dermed å danne en fast metallmatrise som i det vesentligste omslutter det keramiske fyllmateriale. Fordi aluminium-magnesiumlegeringen fukter keramet, kan det forventes en god binding mellom metallet og keramet, som i sin tur fører til forbedrede egenskaper for kompositten.

Det minste magnesiuminnhold i aluminiumlegeringen som kan brukes for framstilling av en keramfylt metallmatrisekompositt, avhenger av en eller flere variable som f.eks. prosesstemperaturen, tid, nærvær av hjelpelegeringselementer, slike som silisium eller sink, beskaffenheten av det keramiske fyllmaterialet, og

nitrogeninnholdet i gasstrømmen. Lavere temperaturer eller kortere oppvarmingstider kan brukes ettersom magnesiuminnholdet i legeringen økes. Videre, for et gitt magnesiuminnhold, kan tilsats av visse hjelpelegeringselementer som f.eks. sink tillate bruk av lavere temperaturer. F.eks., et magnesiuminnhold i den nedre ende av driftsområdet, dvs. fra 1-3 vektprosent, kan brukes i forbindelse med minst en av følgende betingelser: en prosessstemperatur over det minimale, en høy nitrogenkonsentrasjon eller en eller flere legeringsbestanddeler. Legeringer som inneholder fra 3 - 5 vektprosent magnesium, foretrekkes på basis av deres generelle anvendbarhet over et vidt område av prosessbetingelser, med minst 5 % som foretrukket når lavere temperaturer og kortere tider benyttes. Magnesiuminnhold i overkant av omtrent 10 vektprosent av aluminiumlegeringen kan brukes for å moderere temperaturbetingelsene som er nødvendig for infiltrering.

Magnesiuminnholdet kan reduseres når det brukes i forbindelse med et hjelpelegeringsstoff, men disse stoffene har bare en hjelpefunksjon og brukes sammen med de ovenfor spesifiserte mengder av magnesium. F.eks. var det i det vesentligste ingen infiltrering av nominelt ren aluminium levert med bare 10 % silisium ved 1000°C inn i et lag av 39 Crystolon (99% rent silisiumkarbid fra Norton Co.) med kornstørrelse ca. 30 mikrometer (500 mesh).

Bruk av ett eller flere hjelpelegeringselementer og konsentrasjonen av nitrogenen i den omgivende gass påvirker også utstrekningen av nitridering av legeringsmatrisen ved en gitt temperatur. F.eks., økning av konsentrasjonen av et hjelpelegeringselement, slik som sink eller jern i legeringen, kan brukes for å redusere infiltreringstemperaturen og dermed redusere nitridannelsen, mens økning av nitrogenkonsentrasjonen i gassen kan brukes for å fremme nitriddannelse.

Konsentrasjonen av magnesium i legeringen har også en tendens til å påvirke utstrekningen av infiltreringen ved en gitt temperatur. Som en følge av dette er det å foretrekke at legeringen inneholder minst 3 vektprosent magnesium.

Legeringsinnhold med mindre enn denne mengden, slik som 1 vektprosent magnesium, har en tendens til å kreve høyere prosessstemperaturer eller et hjelpelegeringselement for infiltrering. Temperaturen som kreves for å effektivt utføre den spontane infiltreringsprosessen under den foreliggende oppfinnelsen kan være lavere når magnesiuminnholdet i legeringen økes, f.eks. til minst 5 vektprosent, eller når et

annet element, slik som sink eller jern, er til stede i aluminiumlegeringen.

Temperaturen kan også variere med forskjellige keramiske materialer. Generelt vil spontan og progressiv infiltrering finne sted ved en prosessstemperatur på minst 700°C, og fortrinnsvis minst 800°C. Temperaturer over 1200°C ser ikke ut til å
5 være til fordel for framgangsmåten, og et særlig egnet temperaturområde ser ut til å være fra 800-1200°C.

I den foreliggende framgangsmåte tilføres smeltet aluminiumlegering til en masse av permeabelt keramisk materiale ved tilstedeværelse av en nitrogen-holdig gass bibeholdt i den nødvendige tid for å oppnå infiltrering. Dette oppnås ved å bibeholde
10 kontinuerlig strøm av gass i kontakt med sammenstillingen av keramisk materiale og smeltet aluminiumlegering. Selv om strømningshastigheten for den nitrogenholdige gassen ikke er kritisk, er det å foretrekke at strømningshastigheten er tilstrekkelig til å kompensere for nitrogen tapt fra atmosfæren på grunn av nitriddannelse i legeringsmatrisen, og også for å forhindre eller innhibere inntregning av luft som
15 kan ha en oksiderende effekt på det smeltede metall.

Som nevnt ovenfor, inneholder den nitrogenholdige gassen minst 10 volumprosent nitrogen. Det er påvist av nitrogenkonsentrasjonen kan påvirke infiltrasjonshastigheten. Desuten ser det ut til at tiden som trengs for å oppnå infiltrering øker når nitrogenkonsentrasjonen avtar. Som vist i tabell 1 (nedenfor) for
20 eksemplene 5-7, økte den nødvendige tid for å infiltrere aluminiumoksid med smeltet aluminiumlegering inneholdende 5% magnesium og 5% silisium ved 1000°C ettersom konsentrasjonen av nitrogen avtok. Infiltrering ble oppnådd på fem timer ved bruk av en gass inneholdende 50 volumprosent nitrogen. Denne tiden økte til 24 timer med en gass inneholdende 30 volumprosent nitrogen, og til 72 timer med en
25 gass inneholdende 10 volumprosent nitrogen. Fortrinnsvis inneholder gassen på det nærmeste 100% nitrogen. Nitrogenkonsentrasjoner i den nedre enden av det effektive område, d.v.s mindre enn 30 volumprosent, foretrekkes vanligvis ikke på grunn av de lengre oppvarmingsperiodene som trengs for å oppnå infiltrering.

Framgangsmåten ifølge oppfinnelsen er anvendbar for en lang rekke keramiske
30 materialer, og valget av fyllmateriale vil avhenge av slike faktorer som aluminiumlegeringen, prosessbetingelsene, reaktiviteten til det smeltede aluminium med fyllmaterialet, og egenskapene som søkes for det endelige komposittproduktet.

Disse materialene inkluderer (a) oksider, som f.eks. aluminiumoksid, magnesiumoksid, titanoksid, zirkoniumoksid og hafniumoksid: (b) karbider, f.eks. silisiumkarbid og titankarbid: (c) borider, f.eks. titandiborid, aluminiumdodekaborid, og (d) nitrider, f.eks. aluminiumnitrid, silisiumnitrid, og zirkoniumnitrid.

- 5 Hvis der er en tendens til at fyllmaterialet reagerer med den smeltede aluminiumlegeringen, kan dette motvirkes ved å minimalisere infiltreringstiden og -temperaturen eller å gi fyllmaterialet et ureaktivt belegg. Fyllmaterialet kan bestå av et grunnmateriale, slik som karbon eller annet ikke-keramisk materiale, med et keramisk belegg for å beskytte grunnmaterialet fra angrep eller degradering. Egnede
- 10 keramiske belegg inkluderer oksider, karbider, borider og nitrider. Keramer som foretrekkes for bruk i den foreliggende framgangsmåte inkluderer aluminiumoksid og silisiumkarbid i form av partikler, flak, whiskers og fibre. Fibrene kan være diskontinuerlige (i oppkuttet form) eller i form av kontinuerlige tråder, slik som fleretråds striegarn. Videre, kan den keramiske masse eller emne være homogent
- 15 eller heterogent.

- Silisiumkarbid reagerer med smeltet aluminium til å danne aluminiumkarbid, og hvis silisiumkarbid brukes som fyllmateriale, er det ønskelig å forhindre eller minimalisere denne reaksjonen. Aluminiumkarbid er mottakelig for angrep fra fuktighet, som eventuelt svekker kompositten. Følgelig, for å minimalisere eller
- 20 forhindre denne reaksjonen, forvarmes silisiumkarbid i luft for å danne et reaktivt silisiumbelegg på det, eller aluminiumlegeringen legeres i tillegg med silisium, eller begge deler. I begge tilfeller er effekten å øke silisiuminnholdet i legeringen for å eliminere dannelsen av aluminiumkarbid. Lignende framgangsmåter kan brukes for å hindre uønskede reaksjoner med andre fyllmaterialer.

- 25 Størrelsen og formen til det keramiske materialet kan være hvilken som helst størrelse og form som er nødvendig for å oppnå de ønskede egenskaper i kompositten. Følgelig kan materialet være i form av partikler, whiskers, flak eller fibre fordi infiltreringen ikke hindres av formen av fyllmaterialet. Andre former slik som sfærer, rør, pellets, duk av ildfaste fibre, og lignende kan brukes. I tillegg vil
- 30 størrelsen av materialet ikke begrense infiltreringen, selv om høyere temperatur eller lengre tid kreves for fullstendig infiltrering av en masse med mindre partikler enn for større partikler. Videre, massen av keramisk materialet som skal infiltreres er

permeabel, d.v.s. permeabel for smeltede aluminiumlegeringer og for nitrogenholdige gasser. Det keramiske materialet kan enten ha lav densitet eller komprimeres til en moderat densitet.

Framgangsmåten ifølge oppfinnelsen er ikke avhengig av bruk av trykk for å tvinge smeltet metall inn i en masse med keramisk materiale, muliggjør framstilling av i det vesentligste ensartede aluminiumlegeringmatrisekompositter med en høy volumfraksjon av keramisk materiale og lav porøsitet. Høyere volumfraksjon av keramisk materiale kan oppnås ved bruk av utgangsmasse av keramisk materiale med lav porøsitet. Høyere volumfraksjoner kan også oppnås dersom den keramiske massen komprimeres under trykk forutsatt at massen ikke konverteres til enten et kompakt materiale med porøsitet i form av lukkede porer eller til en fullstendig tett struktur som ville forhindre infiltrering av den smeltede legeringen. Det er observert at for infiltrering av aluminium og matrisedannelse i et gitt aluminiumlegering-/keramsystem, er fukting av keramet med aluminiumlegeringen den dominerende infiltrasjonsmekanismen. Ved lave prosessstemperaturer forekommer neglisjerbare eller minimale mengder av metall som nitrideres, og som resulterer i en minimal diskontinuerlig fase av aluminiumnitrid dispersert i metallmatrisen. Ettersom en nærmer seg den øvre enden av temperaturområdet, er det mer sannsynlig at nitridering av metallet inntreffer. Dermed kan mengden av nitridfase i metallmatrisen kontrolleres ved å variere prosessstemperaturen. Prosessstemperaturen ved hvilken nitriddannelse blir mer framtrødende varierer også med slike faktorer som aluminiumlegeringen som brukes og dens kvalitet i forhold til volumet av fyllmaterialet, det keramiske materialet som skal infiltreres, og nitrogenkonsentrasjonen i gassen som brukes. For.eks, graden av aluminiumnitriddannelse ved en gitt prosessstemperatur antas å øke ettersom evnen til legeringen til å fukte det keramiske fyllmaterialet avtar og ettersom nitrogengasskonsentrasjonen øker.

Det er derfor mulig å lage en ønsket sammensetning av metallmatrisen under dannelsen av kompositten for å gi visse karakteristika til det resulterende produkt.

For et gitt system kan prosessstemperaturen velges slik at den kontrollerer nitridannelsen. Et komposittprodukt inneholdende en aluminiumnitridfase vil fremvise visse egenskaper som kan være fordelaktige for, eller forbedre ytelsene til,

produktet. Videre kan temperaturområdet for spontan infiltrering med aluminiumlegering variere med det keramiske materialet som brukes. I tilfelle med aluminiumoksid som fyllmaterialet bør ikke temperaturen for infiltrering overstige 1000°C for å sikre at duktiliteten til matrisen ikke reduseres ved signifikant dannelsen av et hvilket som helst nitrid. Imidlertid kan temperaturer over 1000°C brukes dersom det er ønskelig å fremstille en kompositt med en mindre duktil og stivere matrise. For å infiltrere andre keramer slik som silisiumkarbid kan høyere temperaturer på 1200°C brukes fordi aluminiumlegeringen nitrideres i mindre utstrekning, i forhold til bruk av aluminiumoksid som fyllmateriale, når silisiumkarbid brukes som fyllmateriale.

I følge en annen versjon av oppfinnelsen, forsynes kompositten med et aluminiumnitrid-belegg eller -overflate. Vanligvis er mengden av legering tilstrekkelig til å infiltrere på det nærmeste hele laget av keramisk materiale, d.v.s. til de definerte grenseflater. Imidlertid, dersom tilførselen av smeltet legering blir uttømt før hele laget eller emnet er blitt infiltrert, og temperaturen ikke har blitt redusert for å la legeringen størkne, kan det danne seg et aluminiumnitridlag eller sone på eller langs de ytre overflatene av kompositten på grunn av nitridering av overflateområdene for infiltrasjonsfronten for aluminiumlegeringen. Den delen av laget som ikke er omsluttet av matrisen kan lett fjernes ved for.eks. sandblåsing. En nitridhinne kan også dannes på overflaten av laget eller emnet infiltrert til dets grenseflater ved forlenging av tiden ved prosessbetingelsene. For eksempel, et åpent kar som ikke fuktes av den smeltede aluminiumlegering fylles med det permeable keramiske fyllmaterialet, og den øvre overflaten av det keramiske laget eksponeres for nitrogen-gass. Etter metallinfiltrering av laget til veggene i karet og den øvre overflaten, og dersom temperatur og strøm av nitrogen-gass fortsetter, vil det smeltede aluminium på den eksponerte overflate nitrideres. Graden av nitridering kan kontrolleres, og kan dannes enten som en kontinuerlig fase eller en diskontinuerlig fase i overflatelaget. Det er derfor mulig å tilpasse kompositten etter ønske for spesifikke anvendelser ved å kontrollere graden av nitrid-dannelse på overflaten av kompositten. For eksempel, aluminiummatrisekompositter med et overflatelag av aluminiumnitrid kan fremstilles, som fremviser forbedret slitastjernetstand i forhold til metallmatrisen.

Som vist i de følgende eksempler, infiltrerer smeltede aluminium-
magnesiumlegeringer spontant den permeable masse med keramisk materiale på
grunn av deres evne til å fukte et keramisk materiale gjennomstrømmet med
nitrogengass. Hjelpелеgeringselementer, slik som silisium og sink, kan inkluderes i
5 aluminiumlegeringene for å gjøre det mulig å bruke lavere temperaturer og lavere
magnesiumkonsentrasjoner. Aluminium- magnesiumlegeringer som inneholder 10-
20% eller mer med silisium foretrekkes for infiltrering i ikke forvarmet
silisiumkarbid, fordi silisium har en tendens til å minimere reaksjonen av den
smeltede legering med silisiumkarbid for å danne aluminiumkarbid. I tillegg kan
10 aluminiumlegeringene benyttet i oppfinnelsen inneholde forskjellige andre
legeringselementer for å gi legeringsmatrisen spesielt ønskede mekaniske og fysiske
egenskaper. For eksempel kan kobberadditiver tilsettes til legeringen for å gi en
matrise som kan varmebehandles for å øke hårdhet og styrke.

15 Eksempel 1-10.

Disse eksemplene illustrerer framstilling av aluminiumlegeringmatrisekompositter
ved bruk av forskjellige kombinasjoner av aluminium-magnesiumlegeringer,
aluminiumoksid, nitrogen-holdige gasser, og temperatur-tid betingelser. De bestemte
kombinasjoner er vist i tabell 1 nedenfor.

20 I eksemplene 1-9, ble smeltete Al-Mg-legeringer inneholdende minst 1 vektprosent
magnesium, og ett eller flere hjelpелеgeringselementer, tilført til overflaten av en
permeabel masse av løse aluminiumoksidpartikler, ved å bringe et fast legeme av
legeringen i kontakt med aluminiumoksidmassen. Et ildfast skip inneholdt
aluminiumoksidpartiklene med lav densitet. Størrelsen av legeringslegemet var 2.5 x
25 5 x 1.3 cm. Legering-keramsammenstillingen ble deretter oppvarmet i en smelteovn
ved tilstedeværelse av nitrogen-holdig gass med en strømningshastighet på 200-300
cm³/min. Ved betingelsene i Tabell 1 infiltrerte den smeltede legering spontant laget
av aluminiumoksidmateriale, med unntak av eks.2 hvor delvis infiltrering forekom.
Det ble funnet at legeringslegemer med vekt 43-45 gram var vanligvis tilstrekkelig til
30 fullstendig infiltrering av keramiske masser på 30-40 gram.

Under infiltreringen av aluminiumoksid-fyllmaterialet, kan aluminiumnitrid dannes
i matriselegeringen, som forklart ovenfor. Utstrekningen av dannelsen av

aluminiumnitrid kan bestemmes ved prosent vektøkning av legeringen, d.v.s. økningen i vekt av legeringen i forhold til den mengde legering brukt for å effektivere infiltreringen. Vekttap kan også finne sted på grunn av flyktiggjøringen av magnesium eller sink, som i store trekk er funksjon av tid og temperatur. Slike flyktighetsgjøringseffekter ble ikke målt direkte og nitridasjonsmålingene tok ikke hensyn til denne faktoren. Den teoretiske prosentvise vektøkning kan være så høy som 52, basert på fullstendig omsetning av aluminium til aluminiumnitrid. Ved bruk av denne standard ble det funnet at nitriddannelse i aluminiumlegeringsmatrisen økte med økende temperatur. For eksempel var vektøkningensprosenten for 5 Mg-10Si-legeringen i eks.8 (i tabell 1 nedenfor) 10.7 % ved 1000°C, men når i det vesentligste det samme eksperiment (ikke vist i Tabell 1) bortsett fra ved 900°C var vektøkningen 3.4%. Lignende resultat er også rapportert for eksempel 14. Det er derfor mulig å forhåndsvelge eller bestemme etter ønske sammensetningen av matrisen, og følgelig egenskapene til kompositten, ved å operere innen visse temperatur-intervaller.

I tillegg til infiltrering av permeable legemer av keramisk partikkelmateriale for å framstille kompositter, er det mulig å framstille kompositter ved infiltrering av duker av fibermateriale. Som vist i eksempel 10, ble en sylinder av Al-3 % Mg-legering som målte 2.2 cm i lengde og 2.5 cm i diameter med vekt 29 gram pakket inn i duk laget av du Pont FP aluminiumoksidfiber med vekt 3.27 gram. Legering-dukpakken ble deretter oppvarmet i nærvær av prosessgass. Under disse betingelsene infiltrerte legeringen spontant aluminiumoksidduken for å gi et komposittprodukt.

Uten ønske om å være bundet av noen spesiell teori eller forklaring synes det som om nitrogenatmosfæren bevirker spontan infiltrering av legeringen inn i massen av keramisk materiale. For å bestemme viktigheten av nitrogen, ble et kontrollforsøk utført hvor en nitrogenfri gass ble brukt. Som vist i Tabell 1, ble kontrollforsøk nummer 1 utført på samme måte som eksempel 8 unntatt bruk av en nitrogenfri gass. Under disse betingelsene ble det funnet at den smeltede aluminiumlegeringen ikke infiltrerte aluminiumoksidlaget.

Analyse av bilder fra scanning-elektronmikroskop av aluminiumlegeringsmatrise-kompositter ble utført for å bestemme volumfraksjonen av keramisk fyllmateriale, legeringsmatrise og porøsitet i kompositten. Resultatene indikerte at volumfraksjonen

av keramisk fyllmateriale i forhold til legeringmatrise typisk er større enn 1:1. For eksempel i tilfellet eksempel 3 ble det funnet at kompositten inneholdt 60% aluminiumoksid, 39.7% metallegeringmatrise og 0.3% porøsitet regnet i volum.

Mikrofotografiet i fig.1 er av en kompositt laget i det vesentligste i følge eksempel 3. Aluminiumoksidpartikler 10 sees innstøpt i en matrise 12 av aluminiumlegeringen. Som en kan se ved granskning av fasegrensene, er det nær kontakt mellom aluminiumoksidpartiklene og legeringen i matrisen. Minimal nitridering av matriselegeringen oppstod i løpet av infiltreringen ved 850°C som vil være innlysende ved sammenligning med fig.2 og 3. Mengden av nitrid i metallmatrisen ble bekreftet ved røntgendiffraksjonsanalyse som fremviste hovedtopper for aluminium og aluminiumoksid og bare mindre toppe for aluminiumnitrid.

Omfanget av nitridering for et gitt system av aluminiumlegering-keram-nitriderende gass vil øke med økende temperatur for en gitt tid. Følgelig, ved å bruke parametrene som framstilte kompositten i fig.1 unntatt for temperaturen på 900°C og for tiden på 24 timer, ble det funnet at omfanget av nitridering økte vesentlig, som kan sees ved sammenligning med fig.2. Dette forsøket vil bli referert til som eksempel 3a nedenfor. Det store omfang av nitriddannelse, som vist ved de mørkegrå områdene 14, kommer lett fram ved sammenligning av fig.1 med fig.2.

Det er funnet at egenskapene hos kompositten kan lages etter ønske ved valg av type og størrelse på fyllmateriale og ved valg av prosessbetingelser. For å demonstrere denne mulighet, ble det laget en kompositt med legeringen og prosessbetingelsene brukt i eksempel 3, unntatt ved 1000°C i 24 timer og ved å bruke aluminiumoksid-fyllmateriale med kornstørrelse ca. 0.17 mm (90 mesh) istedet for fyllmateriale med kornstørrelse ca. 70 mikrometer (220 mesh). Tettheten og elastisitetsmodulen til denne kompositten er gjengitt som eksempel 3b, og den i eksempel 3a er vist nedenfor:

<i>Eksempel</i>	<i>Temp</i> (°C)	<i>Densitet</i> (g/cm ³)	<i>Youngs Modul</i> (GPa)
3a	900	3.06	154
3b	1000	3.13	184

Resultatene vist ovenfor illustrerer at valg av fyllmateriale og prosessbetingelser kan brukes til å modifisere egenskapene av kompositten. I kontrast til resultatene vist er Young's Modul for aluminium 70 GPa. Videre viser en sammenligning av fig.2 og 3 at en mye høyere konsentrasjon av AlN er dannet i eksempel 3b enn i 3a. Selv om størrelsen av fyllmaterialpartiklene er forskjellige i de to eksemplene, er det antatt at den høyere AlN-konsentrasjonen er et resultat av den høyere prosessstemperatur og antas å være hovedårsaken til den høyere Young's Modul for kompositten i eksempel 3b (Young's Modul for AlN er 345 GPa)

Tabell 1
Aluminiummatrise-alumina-kompositter

Eksempel nr.	Sammensetning Al- legering (%)	Partikkelstørrelse alumina	Gass- sammensetning	Infiltreringstemp. (°C)	Infiltreringstid (timer)
1	3Mg-5Si	70 µm	Prosessgass ^b	1000	5
2	1Mg-5Si	70 µm	Prosessgass ^b	1000	5
3	3Mg-5Si-6Zn	70 µm	Prosessgass ^b	850	18
4	5Mg-5Si	70 µm	Prosessgass ^b	900	5
5	5Mg-5Si	0.17 mm	50/50 N ₂ /Ar	1000	5
6	5Mg-5Si	0.17 mm	30/70 N ₂ /Ar	1000	24
7	5Mg-5Si	0.17 mm	10/90 N ₂ /Ar	1000	72
8	5Mg-10Si	70 µm	Prosessgass ^b	1000	10
9	5Mg-10Si	70 µm	N ₂	1000	10
10	3Mg	Duk	Prosessgass ^b	1100-1200	2
1 ^κ	5Mg-10Si	70 µm	96/4 Ar/H ₂	1000	10

^a Resten aluminium

^b 96% N₂/4% H₂

^κ Kontrollseksempel

Eksempel 11-21.

Andre keramiske materialer enn aluminiumoksid kan brukes i oppfinnelsen. Som vist i eksemplene 11-21 i tabell 2, kan det fremstilles aluminiumlegeringsmatrisekompositter armert ved silisiumkarbid. Forskjellige kombinasjoner av

5 magnesiuminnholdende aluminiumlegeringer, silisiumkarbid-armeringsmateriale, nitrogenholdige gasser og tempertatur/tid-betingelser kan brukes for å framskaffe disse komposittene. Framgangsmåten beskrevet i eksemplene 1-9 ble fulgt med unntak av at aluminiumoksid ble erstattet med silisiumkarbid. Gassstrømningshastigheten var 200-350 cm³/min. Under betingelsene satt fram i

10 eksemplene 11-21 i tabell 2 ble det funnet at legeringen spontant infiltrerte massen med silisiumkarbid.

Volumforholdene for silisiumkarbid i forhold til aluminiumlegering i komposittene framstilt i disse eksemplene var typisk større enn 1:1. For eksempel, analyse av bilder (som beskrevet ovenfor) av produktet fra eksempel 13 indikerte at produktet

15 inneholdt 57.4 % silisiumkarbid, 40.5% metall (aluminiumlegering og silisium) og 2.1% porøsitet, angitt som volumprosent.

Magnesiuminnholdet i legeringen brukt for å frembringe spontan infiltrering er viktig. I denne forbindelse ble forsøk under betingelsen i kontrollforsøk 2 og 3 i tabell 2 utført for å bestemme effekten av fravær av magnesium og evnen til

20 aluminiumlegeringene til spontant å infiltrere silisiumkarbid. Under betingelsene for disse kontrollforsøkene ble det funnet at spontan infiltrering ikke fant sted når magnesium ikke var inkludert i legeringen.

Tilstedeværelsen av nitrogen gass er også viktig. Følgelig ble kontrollforsøk nr.4 utført og betingelsene i eksempel 17 ble benyttet med unntak av bruk av nitrogenfri

25 gass, for eksempel argon. Ved disse betingelsene ble det funnet at den smeltede legering ikke infiltrerte massen med silisiumkarbid.

Som forklart ovenfor, kan temperaturen påvirke utstrekningen av nitridering, slik som illustrert ved gjentakelse av eksempel 14 ved 5 forskjellige temperaturer. Tabell 2 nedenfor viser eksempel 14 utført ved 800°C, og vektøkningen var 1.8%, men når

30 forsøket ble gjentatt ved temperaturer på 900, 1000 og 1100°C, ble de respektive vektøkninger 2.5%, 2.8% og 3.5%, og der var en markert økning til 14.9% for et forsøk utført ved 1200°C. Det må bemerkes at vektøkningen i disse forsøkene var

lavere enn i eksemplene hvor det ble brukt et aluminiumoksidfyllmateriale.

Forskjellige andre materialer enn aluminiumoksid og silisiumkarbid kan brukes som keramisk fyllmateriale i komposittene framstilt ifølge oppfinnelsen. Disse materialene som innbefatter zirkoniumoksid, aluminiumnitrid og titandiborid er vist i 5 henholdsvis eksempel 22-24.

Tabell 2
Aluminiummatrise-silisiumkarbid-kompositter

Eksempel nr.	Sammensetning Al-legering (%)	SiC-type	Gass-sammensetning	Temp. (°C)	Tid (timer)
11	3Mg	30 µm partikler ^{a,b}	Prosessgass	1000	24
12	3Mg-10Si	30 µm partikler ^{a,b}	Prosessgass	1000	24
2 ^κ	Ren Al	30 µm partikler ^{a,b}	Prosessgass	1000	24
3 ^κ	10Si	30 µm partikler ^{a,b}	Prosessgass	1000	24
13	3Mg-15Si	30 µm partikler ^b	Prosessgass	950	24
14	5Mg-15Si	30 µm partikler ^{a,b}	Prosessgass	800	10
15	5Mg-15Si	30 µm partikler ^b	Prosessgass	1000	10
16	5Mg-15Si	30 µm partikler ^b	N ₂	1000	10
4 ^κ	5Mg-15Si	30 µm partikler ^b	Argon	1000	10
17	5Mg-17Si	30 µm partikler ^b	Prosessgass	1000	10
18	1Mg-3Si	30 µm partikler ^b	Prosessgass	1200	10
19	5Mg-15Si	Løse SiC-fibre ^c , 0.142 mm	Prosessgass	950	18
20	5Mg-15Si	SiC-whiskers ^d	Prosessgass	850	24
21	5Mg-15Si	Knuste fibre ^e	Prosessgass	900	24

^a Forvarmet ved 1250°C i 24 timer

^b 39 Crystolon (99 + % ren SiC fra Norton Co.)

^c Fra Avco Specialty Materials Co.

^d I et presset emne plassert på et lag av ZrO₂ i et Al₂O₃-skip, whiskers fra Nippon Light Metals Co., Ltd.

^κ Kontrollseksempel

Eksempel 22.

En aluminiumlegering inneholdene 5% magnesium og 10% silisium ble smeltet i kontakt med overflaten på et lag med zirkoniumoksidpartikler (ca. 70 mikrometer/220 mesh, "SCMg3" fra Magnesium Elektron, Inc.) i en atmosfære av 5 prosessgass ved 900°C. Ved disse betingelsene infiltrerte den smeltede legeringen spontant zirkoniumoksidlaget for å gi en metallmatrisekompositt.

Eksempel 23.

Framgangsmåten beskrevet i eksemplene 1-9 ble fulgt for to forsøk med unntak av 10 at aluminiumoksidet ble byttet ut med aluminiumnitridpulver med mindre enn 0.25 mm partikkelstørrelse (fra Elektrosmelzwerk Kempton GmbH). Sammenstillingen av legering og pulverlag ble varmet i nitrogenatmosfære ved 1200°C i 12 timer. Legeringen infiltrerte spontant aluminiumnitridlaget for å gi en metallmatrisekompositt. Som fastlagt ved vektøkningmålinger (prosent), ble det oppnådd minimal 15 nitriddannelse sammen med utmerket infiltrasjon og metallmatrisedannelse med 3Mg- og 3Mg-10Si-legeringer. Vektøkning per enhet på hhv. bare 9.5% og 6.9% ble observert.

Eksempel 24.

20 Framgangsmåten beskrevet i eksempel 23 ble gjentatt untatt at aluminiumnitridpulveret ble byttet ut med titandiboridpulver med en gjennomsnittlig partikkelstørrelse på 0.13 til 0.15 mm (kvalitet HTC fra Union Carbide Co). Aluminiumlegeringer med den samme sammensetning som i eksempel 23 infiltrerte spontant pulveret og dannet en homogen metallmatrise som bandt pulveret sammen, med 25 minimal dannelse av nitrid i legeringen. Vektøkninger per enhet på 11.3% og 4.9% ble oppnådd for henholdsvis Al-3Mg- og Al-3Mg-10Si-legeringer.

Til sammenligning med konvensjonell metallmatrise-kompositteknologi, overflødiggjør oppfinnelsen behovet for høyt trykk eller vakuum, muliggjør framstilling av aluminiummatrisekompositter med et vidt spekter av keramiske 30 fyllmaterialer og med lav porøsitet, og framskaffer videre kompositter med egenskaper etter ønske.

Patentkrav.

1. Framgangsmåte for framstilling av en metallmatrisekompositt ved
 - (a) framskaffelse av en aluminiumlegering og en permeabel masse av keramisk fyllmateriale,
k a r a k t e r i s e r t ved at det som aluminiumlegering anvendes en Al-legering
5 omfattende 1 til 10 vekt% Mg og 0-17 vekt% Si og/eller 0-6 vekt% Zn,
 - (b) aluminiumlegeringen, i nærvær av en gass inneholdende 10 til 100 vol% nitrogen og 90-0 vol% ikke-oksiderende gass, i smeltet tilstand bringes i kontakt med den permeable massen og infiltreres av den smeltede aluminiumlegering, idet infiltreringen av den permeable massen opptrer spontant,
10 (c) aluminiumlegeringen, etter at en ønsket mengde av massen er infiltrert, eventuelt opprettholdes i smeltet tilstand i nærvær av gassen for å danne aluminiumnitrid på en eller flere overflater av massen, og
 - d) aluminiumlegeringen styrknes for dannelse av en fast konstruksjon av aluminiumlegering-matrise som omslutter det keramiske fyllmaterialet og eventuelt
15 inneholdende aluminiumnitrid på minst en overflate.
 2. Framgangsmåte ifølge krav 1,
k a r a k t e r i s e r t ved at temperaturen der aluminiumlegeringen bringes i kontakt med massen innstilles i området fra 700°C til 1200°C.
 3. Framgangsmåte ifølge krav 2,
20 **k a r a k t e r i s e r t** ved at det som gass anvendes hovedsakelig nitrogen eller minst 50 vol% nitrogen og resten argon eller hydrogen.
 4. Framgangsmåte ifølge krav 3,
k a r a k t e r i s e r t ved at det som aluminiumlegering anvendes Al-legering inneholdende minst 3 vekt% magnesium.
 - 25 5. Framgangsmåte ifølge krav 2,
k a r a k t e r i s e r t ved at det keramiske fyllmaterialet velges i form av oksider, karbider, borider og/eller nitrider.
 6. Framgangsmåte ifølge krav 5,
k a r a k t e r i s e r t ved at det keramiske fyllmaterialet velges i form av
30 aluminiumoksid, og temperaturen innstilles til maksimalt 1000°C, eller at det

keramiske fyllmaterialet velges i form av silisiumkarbid, og temperaturen innstilles til maksimalt 1200°C.

7. Framgangsmåte ifølge krav 5,

k a r a k t e r i s e r t ved at det keramiske fyllmaterialet velges i form av
5 zirkoniumoksid, titandiborid, eller aluminiumnitrid.

8. Framgangsmåte ifølge krav 2,

k a r a k t e r i s e r t ved at aluminiumnitrid dannes som en diskontinuerlig fase i metallmatrisen og hvor mengden av aluminiumnitrid tilstede i matrisen øker når temperaturen økes.

10 9. Framgangsmåte ifølge krav 2,

k a r a k t e r i s e r t ved at det som keramisk fyllmateriale anvendes et fyllmaterialesubstrat med et keramisk belegg, hvilket belegg velges i form av oksider, karbider, borider og nitrider.

10. Framgangsmåte ifølge krav 9,

15 **k a r a k t e r i s e r t** ved at fyllmaterialesubstratet velges i form av karbon eller karbonfibre.

11. Framgangsmåte ifølge krav 1,

k a r a k t e r i s e r t ved at aluminiumnitrid dannes som et lag på en eller flere av overflatene hvorved tykkelsen av dette øker når eksponeringstiden for smeltet

20 aluminium overfor nevnte gass økes.

12. Framgangsmåte ifølge krav 1 eller 11,

k a r a k t e r i s e r t ved at aluminiumnitrid dannes som et lag på en eller flere av overflatene hvorved tykkelsen av nevnte lag øker når temperaturen i den smeltede aluminiumlegeringen økes.

25 13. Framgangsmåte ifølge krav 1,

k a r a k t e r i s e r t ved at aluminiumlegeringen, bestående av Al og minst 1 vekt% Mg, i smeltet tilstand kontaktes med den permeable massen av keramisk fyllmateriale og infiltrer fyllmaterialet ved en temperatur fra 1100 til 1200°C for dannelse av en diskontinuerlig fase av aluminiumnitrid i den permeable massen,

30 hvoretter den smeltede aluminiumlegeringen størknes til å danne en konstruksjon som innhyller det keramiske fyllmaterialet.

174973

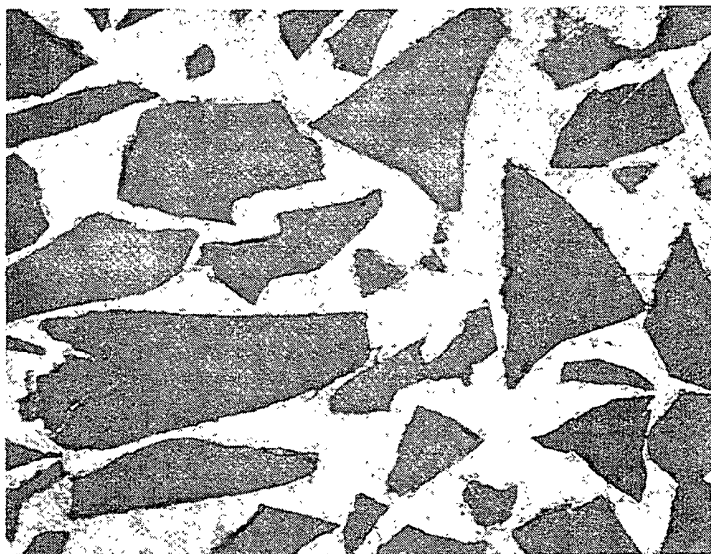


FIG. 1

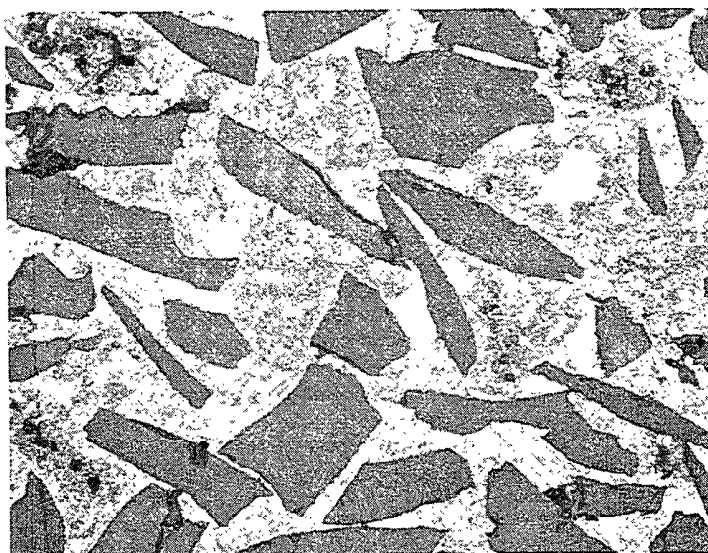


FIG. 2

174973

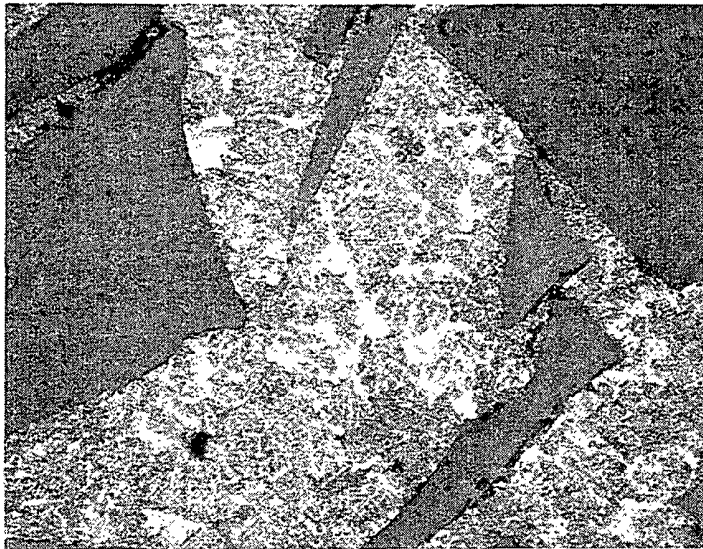


FIG. 3