

Neue technologische Entwicklungen und Anwendungen von Komponenten aus Siliciumcarbid und Siliciumnitrid

G. Wötting*,
W. Martin*,
K. Berroth**,
H. U. Kessel***

* FCT Hartbearbeitungs GmbH/Sonneberg
** FCT Ingenieurkeramik GmbH/Rauenstein
***FCT Systeme GmbH/ Rauenstein
Vortrag anlässlich der DKG-Jahrestagung im März 2007 in Dresden

Kurzfassung

Es werden aktuelle Entwicklungen im Bereich der Hochleistungskeramik ausgeführt, bezogen insbesondere auf die nichtoxidischen Werkstoffe Siliciumcarbid und Siliciumnitrid. Neben etablierten Anwendungen in vielen Bereichen der Technik werden im Zuge des technischen Fortschritts generell höhere Forderungen an die Eigenschaften und das Einsatzverhalten keramischer Werkstoffe, aber auch an die Größe, Präzision und Komplexität der daraus gefertigten Komponenten gestellt. Dem zu entsprechen erfordert die unternehmerische Bereitschaft, sich auf diesem schwierigen Terrain zu engagieren und die entsprechenden geeigneten Anlagen zu beschaffen. Aufgrund einer langfristigen strategischen Ausrichtung der **FCT Firmengruppe** auf großvolumige Keramik-Komponenten ist ein Großteil der für derartige Komponenten benötigten Produktionsanlagen in den einzelnen FCT-Schwesterfirmen vorhanden oder sie werden z.B. für die Sintertechnik neu realisiert, wodurch die Grenzen des Machbaren ständig erweitert werden. Über die dadurch gegebenen technologischen Möglichkeiten, Neuerungen und herstellbaren Komponenten aus den genannten Werkstoffen wird berichtet.

Einleitung

Obwohl sich viele hochgesteckte Erwartungen in die Hochleistungskeramik nicht erfüllt haben, spielen Komponenten aus diesen Werkstoffen heute doch in vielen Bereichen der Technik eine zentrale Rolle. Dies sind keine sprunghaften Entwicklungen, wie sie bei Einsätzen in der Automobilindustrie zu erwarten wären, sondern langsamere aber stetige Prozesse, gekennzeichnet durch relativ lange anwendungstechnische Prüfungen [1]. Erst wenn

sich technische und/oder kostengünstige Vorteile des Einsatzes der Hochleistungskeramik-Komponenten erwiesen haben, kommt es zu regelmäßigen Anwendungen, die aber auch immer im Wettbewerb mit anderen Werkstoffen oder konstruktiven Lösungen stehen.

Infolge des technischen Fortschritts werden an viele Strukturkomponenten aber auch laufend höhere Anforderungen gestellt, sodass konventionelle metallische Bauteile an Grenzen stoßen. Insbesondere hierin liegt ein großes Potenzial der HL-Keramik, durch Erfüllung dieser Forderungen neue Anwendungsgebiete zu erschließen. Dabei geht es nicht nur um technische Eigenschaften, sondern auch um die Bauteilgröße, Präzision, Komplexität etc. Daraus resultiert, dass die Hersteller von HL-Keramik ständig gefordert sind, die Grenzen des Machbaren zu verschieben.

Infolge der vermutlich einzigartigen Konstellation in der FCT-Firmengruppe, dass sich ein Entwickler von sintertechnischen Sonderanlagen (FCT Systeme GmbH/FCT-S) und zwei Keramikersteller (FCT Ingenieurkeramik GmbH/FCT-I und FCT Hartbearbeitung GmbH/FCT-H) mit jeweils hoher Werkstoff- und Verfahrenskompetenz sowie spezieller Hartbearbeitungs-Kompetenz sich schon frühzeitig auf das Segment von großvolumigen Bauteilen konzentrierten, sind für diese Herausforderungen in der FCT-Firmengruppe beste Voraussetzungen gegeben. Zur Herstellung hochkomplexer und großvolumiger Komponenten vom Prototyp bis zu Mittelserien aus nahezu allen relevanten keramischen HL-Werkstoffen ist in den FCT-Teilbereichen eine geschlossene Prozesskette von der Pulveraufbereitung bis zur Hartbearbeitung vorhanden, was eine Voraussetzung für das Engagement in diesem Marktsegment ist. Über die technologische Ausstattung und Neuheiten sowie interessante neue Produkte auf der Basis von hauptsächlich Siliciumcar-

bid und Siliciumnitrid wird im Folgenden berichtet.

Technologische Neuentwicklungen

Seit der Entwicklung erster spezieller High-Tech-Sinteranlagen für die Nichtoxid-Keramik in den 80-iger Jahren wurden auf diesem Gebiet rasante Fortschritte erzielt, insbesondere was die Größe, Komplexität und Regelbarkeit bzw. Beherrschung derartiger großer (Gasdruck-) Sinteranlagen und Heißpressen anbetrifft. Die jüngste innovative Technologie auf diesem Gebiet ist das „Feldaktivierte Sintern – FAST“, das, obwohl es nicht unmittelbar zur Herstellung der hier vorgestellten Entwicklungen bei Si_3N_4 oder SiC zum Einsatz kommt, kurz vorgestellt wird [2]. Der Prozess basiert auf einem modifizierten Heißpressverfahren, bei dem ein gepulster elektrischer Strom statt über einen externen Heizer direkt durch das Presswerkzeug und das zu verdichtende Material läuft. (Bild 1, 2).

Durch das Pulsieren des Stroms kann ein sogenannter „Spark-Plasma-Effekt“ initiiert werden, der zu sehr hohen Aufheizgeschwindigkeiten führt und damit kurze Prozesszyklen ermöglicht. Dadurch können Kornwachstum und Einstellungen von Gleichgewichtszuständen unterdrückt werden, was die Herstellung von Werkstoffen mit bisher uner-

Bild 1
Prinzipdarstellung des SPS/FAST Sinterverfahrens

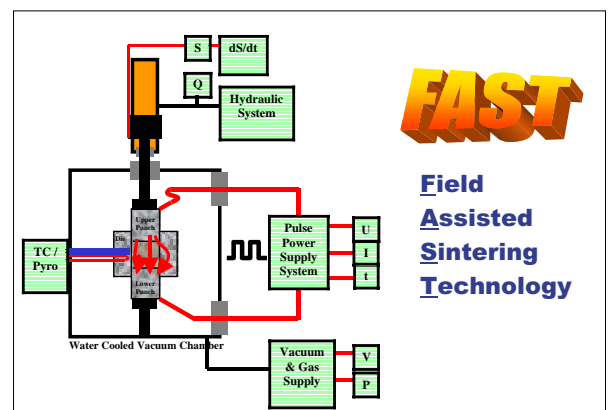




Bild 2
Blick in eine FAST-Anlage bei Betrieb

reichten Eigenschaften ermöglicht. Aufgrund der kurzen Zykluszeiten von meist wenigen Minuten wird auch eine wirtschaftliche Herstellung derartiger Materialien in Form einfacher Geometrien oder auch vorkonturierter Teile möglich. Beispiele hierfür sind submikron- und nanostrukturierte Werkstoffe, Verbund- und Gradientenwerkstoffe sowie bislang durch übliche Verfahren nicht verdichtbare Materialkombinationen. Diese Vorteile wurden bereits nachgewiesen anhand der Realisierung von submikron-feinen, dichten

Bild 3
Heißgepresste Si_3N_4 -Platten (HPSN) bis \varnothing 400 mm und daraus hergestellte Substrate mit minimalen Dicken von 0,25 mm

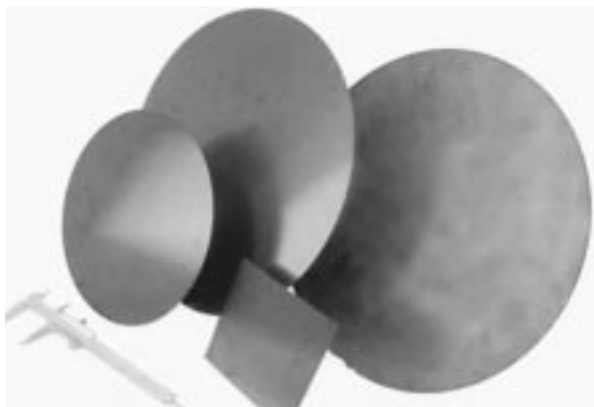


Bild 4
Induktionsbeheizte Inertgas-Sinteröfen mit 700 und 1000 l Nutzraum, thermischer Nachverbrennung und Gasumwälzkühlung



Si_3N_4 -Werkstoffen mit einstellbarem α - Si_3N_4 -Restgehalt und exzellenten tribologischen Eigenschaften, TiB_2 -BN-Compositen, SiC-whiskerverstärkten Oxiden, cBN-WC-Co-Compositen für die Zerspanungstechnik, biofunktionellen Werkstoffen hoher Festigkeit wie ZrO_2 -HAP, transparenten Keramiken und von Multilayer-Systemen für z.B. Glühkerzen bis hin zu Ti- und Al-basierenden Legierungen und Verbundwerkstoffen. Details dazu sind u.a. in [2] ausgeführt. Aktuelle Entwicklungen laufen in Richtung der Kombination der Trockenpresstechnik mit dem Ziel der endkonturnahen Herstellung von Teilen, was insbesondere an die Matrizenwerkstoffe höchste Ansprüche stellt.

Parallel dazu wurde auch die klassische Heißpress-Technologie weiterentwickelt, so dass heute Anlagen zur Verfügung stehen und bei FCT-I zum Einsatz kommen, die eine Mehrlagenverdichtung (10-lagig und mehr) von Scheiben bis zu 400 mm Durchmesser ermöglichen. Dies stellt enorme Forderungen an die Temperaturgleichmäßigkeit und Regelbarkeit der Anlagen, um über die gesamte Besatzhöhe gleichmäßige mechanisch-thermische Bedingungen zu gewährleisten und eine homogene Dichteverteilung in den Produkten zu erhalten [3]. Dieses Verfahren erwies sich z.B. für die Herstellung von Si_3N_4 -Platten mit 380 mm Durchmesser und einer Dicke von 1 mm und darunter, wie sie in der Elektronik Einsatz finden (Bild 3), aber auch für andere Komponenten, wie z.B. Walzringe, als wirtschaftlicher als die konventionelle Herstellung über CIP, Grünbearbeitung und (Gasdruck-) Sintern.

Zur Herstellung von Serienbauteilen, wie z.B. für SiC- Dieselpartikelfilter, wurden kontinuierliche Sinteröfen für eine maximale Temperatur von 2500°C entwickelt und realisiert, welche die Herstellung von bis zu 350 000 Teilen pro Monat gestatten. Die mit einem Schleusensystem ausgestatteten Öfen verfügen im Eingangsbereich über ein Vakuum- und ein Ausheiz- bzw. Pyrolyse-Segment und können in der Hochtemperaturzone für einen geregelten Inertgasdruck von bis zu 10 bar ausgelegt werden, wodurch sie auch für die Herstellung von Si_3N_4 -Serienbauteilen geeignet werden.

Insbesondere für die Herstellung von großvolumigen Bauteilen aus SiC und Si_3N_4 wurden Inertgas-Sinteranlagen mit 700 und neuerdings

1000 l Nutzraum und maximalen Temperaturen bis 2500°C entwickelt und erstellt. Der letztgenannte, FCT-intern als „C2“ bezeichnete, induktionsbeheizte senkrechte Ofen mit einem quadratischen Querschnitt (Bild 4) erlaubt, wiederum bezogen auf Dieselpartikelfilter, die Sinterung von 1t derartiger Teile in 24h, was durch eine Gasumwälzkühlung mit He über einen externen Wärmetauscher ermöglicht wird. Die Anlage „C1“ mit 700 l Nutzraum ist zusätzlich mit einem Kühlraum ausgestattet, in den die gesinterte Ware überführt und mit He über eine Umlauf-schnellkühlung mit Wärmetauscher rasch abgekühlt wird. Da diese Anlagen gemäß den heutigen Umweltschutz-Forderungen auch mit einer thermischen Nachverbrennung ausgestattet sind, ermöglichen diese sogenannte Ein-Zyklus-Prozesse, bei denen die Entbinderung, Sinterung und Schnellkühlung in einem Prozess und in einer Anlage ablaufen. Erst die Verfügbarkeit und Beherrschung derartiger Sinteranlagen mit entsprechender Temperaturgleichmäßigkeit bei über 2000°C und der Option der Atmosphärenkontrolle ermöglichen eine wirtschaftliche Herstellung von SiC- und Si_3N_4 -Großbauteilen, wie sie zunehmend seitens des Marktes angefragt werden, Beispiele hierfür werden noch ausgeführt. All diese genannten Anlagen stehen bei FCT auch für Dienstleistungsaufträge zur Verfügung.

Werkstoff-Entwicklungen und -Modifikationen

Gesintertes Siliciumcarbid

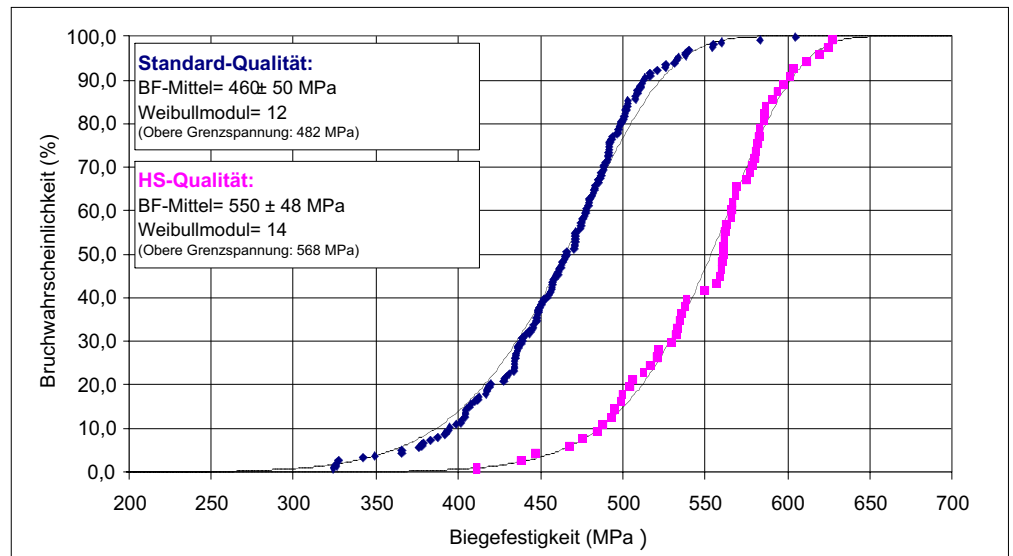
FCT-H produziert eine gesinterte SiC- Standardqualität (S-SiC), die sich mit einer mittleren Festigkeit von ca. 450 MPa von Raumtemperatur bis zu Temperaturen von etwa 1400°C bereits von vergleichbaren Qualitäten des Wettbewerbs abhebt. Daneben weist diese Qualität die für S-SiC typischen Eigenschaften wie eine hohe Härte, Wärmeleitfähigkeit und Verschleiss- und Oxidations-Beständigkeit auf. Herausragend sind das gute tribologische Verhalten bei Gleitbeanspruchungen sowie die Korrosionsbeständigkeit gegenüber nahezu allen chemischen Substanzen des gesamten pH- Bereichs. Durch eine umfassende Analyse versagensrelevanter bzw. bruchauslösender Werkstoffdefekte und deren Vermeidung durch technologische Maßnahmen wurde eine bezüglich

der Festigkeit noch verbesserte Qualität entwickelt. Diese als „High-Strength“ HS-SiC bezeichnete Qualität weist die exzellente mittlere Festigkeit von 550 MPa und einen Weibull-Modul von 14 auf. Die diesen Kennwerten zugrunde liegende Auswertung auf Basis von deutlich über 100 Prüfkörpern aus mehreren Aufbereitungschargen ist aufgrund der hohen Anzahl von Messwerten statistisch sehr gut abgesichert (Bild 5). Alle anderen Werkstoff-Kennwerte verbleiben auf dem SSiC-typischen Niveau.

Interessant sind des weiteren Untersuchungsergebnisse einer unabhängigen externen Institution am Standard-SSiC. Wie die Zusammenstellung der Messwerte in Tab.1 zeigt, wurde der Biegefestigkeits-Mittelwert gegenüber den eigenen Messungen bestätigt. Daneben wurde aber auch die wegen des Aufwands nur selten ermittelte Zugfestigkeit bestimmt. Überraschenderweise ergab sich hierbei ein deutlich höher Zugfestigkeits-Wert als der üblicherweise angenommene Wert von 1/3 bis 1/2 der Biegefestigkeit. Eine bruchmechanische Erklärung hierfür könnte sein, dass die Verteilungskurve der Defekte in diesem gesinterten Material bereits zu sehr geringen Defektgrößen verschoben ist, sodass sich der Volumeneffekt nur noch begrenzt bemerkbar macht und zu einer Annäherung der Werte führt. Anwendungstechnisch bedeutet dies, dass zugbeanspruchte Bauteile mit deutlich weniger Sicherheitsaufmass ausgelegt werden können, als bisher üblich war.

Gesintertes Siliciumnitrid

FCT-I produziert eine Reihe etablierter Siliciumnitridqualitäten, die sich in verschiedensten Anwendungen in weiten Bereichen der Technik bewährt haben, wie schon mehrfach berichtet wurde [4, 5]. Da auch hierbei zunehmend großvolumige Bauteile im Zentrum des Interesses stehen, kommt es darauf an, diese kostenadäquat zu fertigen, um eine Akzeptanz seitens der Kunden zu erzielen. Dies betrifft z.B. Komponenten für die Al- Gießereitechnik wie Tauchheizrohre und Steig- und Dosierrohre, die heute in Längen bis zu 1,25 m gefertigt werden und eine 20-fache Standzeit gegenüber Rohren aus Stahlguss bzw. 5-fache Standzeiten gegenüber Aluminiumtitanat erreichen. Die harschen Einsatzbedingungen, die diese Bauteile ertragen müssen, werden anhand



von Bild 14 der Strahlrohre im Einsatz deutlich. Ein weiteres Beispiel sind die schon häufiger vorgestellten, äußerst komplexen Kameralgehäuse für die erdnahe Aufklärung (Bild 15). Diese Teile können zu realistischen Kosten nur unter Verwendung kostengünstiger Rohstoffe gefertigt werden, wodurch der Aufbereitung zu einem sinterfähigen Ansatz höchste Bedeutung zukommt, um versagensrelevante Defekte wie Mischungs- Inhomogenitäten, verbleibendes Grobkorn, metallische und sonstige Verunreinigungen sowie zu hartes Pressgranulat zuverlässig zu vermeiden. Da diese Komponenten hauptsächlich mechanisch, thermomechanisch und auch thermochemisch beansprucht werden, kommt es weniger auf das absolute Festigkeitsniveau an, das in der Auslegung berücksichtigt werden kann, als vielmehr auf die Wertestreuung und Zuverlässigkeit, gekennzeichnet durch einen hohen Weibull-Modul, was die Qualität „FSNI“ mit $m \geq 18$ erfüllt. Interessante Neuentwicklung von FCT-I in den letzten Jahren zielen auf spezifische Verbesserungen des Ein-

satzverhaltens von Si_3N_4 -Werkstoffen. Hierzu sind einerseits Ansätze zu nennen, durch die Reduktion des Sinterhilfsmittel-Zusatzes die Hochtemperatur-Festigkeit und Oxidationsbeständigkeit zu verbessern, andererseits durch Zusatz weiterer kristalliner Phasen Kompositewerkstoffe mit ganz speziellen Eigenschaften maßzuschneidern. Diesbezüglich sind primär TiN- Si_3N_4 -Partikelkomposite zu nennen, die zu einem verbesserten tribologischen Verhalten führen, insbesondere bei Trockenlauf [6]. Ab einer TiN-Konzentration von ca. 30 Vol.% weisen diese Werkstoffe aber auch eine ausreichende elektrische Leitfähigkeit auf, um eine Bearbeitung mit elektroerosiven Verfahren zu ermöglichen. Dadurch können geometrische Formen hergestellt werden, die mittels konventioneller Formgebungs- und Bearbeitungsverfahren nicht erhalten werden können [7]. Weitere Beispiele für Neuentwicklungen sind Si_3N_4 -Basiswerkstoffe mit BN- oder ZrO_2 -Zusatz, um das Benetzungsverhalten gegenüber metallischen Schmelzen bis hin zu Stahl gezielt zu beeinflussen, was

Bild 5 Festigkeits-Verteilung und bruchmechanische Kennwerte der Standard S-SiC- und der „High-Strength“ HS-SiC-Qualitäten von FCT-H

Werkstoff: Prüfverfahren:	Siliciumcarbid Biegung	S-SiC Zug
	4-Pkt, 40/20mm	Ø12/6x120mm
Festigkeit, RT [MPa]	438 ± 44	338 ± 45
Weibull-Parameter s_0 [MPa]	456	356
Weibull-Modul RT	11	9
Elastizitätsmodul, RT [GPa]	384 ± 18	402 ± 7

Tab. 1 Biege- und Zugfestigkeits-Messergebnisse am FCT-H Standard-SSiC, durchgeführt am FHG-IWM in Freiburg

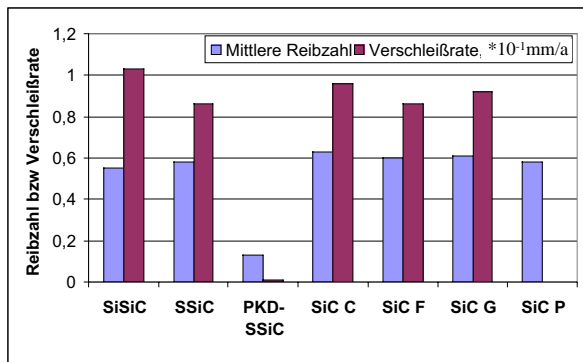


Bild 6
Mittlere Reibzahl und Verschleißrate verschiedener monolithischer SiC-Werkstoffe und eines PKD-beschichteten SSiC beim Trockenlauf in Stickstoff mit < 2 % r. F.

z.B. für das Thixoschmieden von großer Bedeutung ist [8].

Werkstoff- und Bauteilmodifikationen

Aufgrund des günstigen tribologischen Verhaltens und der exzellenten Korrosionsbeständigkeit findet SiC in großem Umfang Anwendung in Gleitlagern und Gleitringdichtungen. Ein dabei noch immer bestehendes Defizit liegt bei reinem Trockenlauf vor, der zu einer starken reibungsbedingten Erhitzung der Komponenten führt, verbunden mit der Gefahr der Eigenschädigung oder einer Thermoschock-Schädigung bei wieder eintretender Produktförderung. Um dieses Problem zu lösen, wurde eine Vielzahl von werkstofftechnischen Modifikationen vorgenommen, ohne jedoch eine allumfassend befriedigende Lösung zu erzielen. Neueste Entwicklungen zeigen jedoch, dass eine Beschichtung mit polykristallinem Diamant (PKD) das Potenzial aufweist, dieses Problem zu lösen. Um die Leistungsfähigkeit einer derartigen Beschichtung zu prüfen, wurden ein SiSiC-Werkstoff und mehrere kommerziell erhältliche SiC-Qualitäten mit z.T. speziellen Maßnahmen zur Verbesserung des Trockenlauf-Verhaltens mit einer PKD-beschichteten SSiC-Probe vergleichend tribologisch untersucht.

Die kommerziell verfügbaren SiC-Sonderqualitäten mit den Kurzbezeichnungen C, F, G und P, die laut Hersteller jeweils spezielle tribologische Eigenschaften aufweisen, sind dadurch charakterisiert, dass der Werkstoff C ein bimodales Gefüge mit einer Korngröße von 10 bis 1500 µm, die Qualität F ein feines, homogenes Gefüge mit einer Korngröße von ca. 5 µm aufweist. Der Gefügebau des Werkstoffs G ist ebenfalls bimodal mit einer Korngröße von 10 bis 1000 µm und enthält eingelagerte Graphitpartikel,

die im Falle von Trockenlauf verbesserte Notlaufeigenschaften bewirken sollen. Die Qualität P mit einer Korngröße von ca. 5 µm gleicht dem Gefüge von F, enthält jedoch in der dichten Matrix gezielt erzeugte Poren mit einem Durchmesser von 50 bis 200 µm. Diese Poren sollen Schmierstoff bevorraten und damit ebenfalls die Trockenlaufeigenschaften verbessern.

Um den anwendungstechnischen Bedingungen möglichst nahe zu kommen und dafür relevante Ergebnisse zu erhalten, erfolgte die Untersuchung mittels eines *Wazau* Gleitverschleiß-Tribometers und einer Ring/Scheibe Anordnung mit jeweils werkstoffgleichem stationären Ring (Durchmesser 48 mm) und rotierender Scheibe. Die Laufflächen von Ring und Scheibe wurden geläpft und wiesen eine definierte Oberflächenrauheit R_a von 0,1 µm auf. Die hier nur vorgestellten Ergebnisse aus Trockenläufen in Stickstoff bei < 2 % relativer Feuchte, 0,1 m/s Gleitgeschwindigkeit und 0,3 Nmm⁻² Flächenpressung ergaben die in Bild 6 aufgetragenen gemittelten Reibungszahlen und Verschleißraten, Details dieser Untersuchung sind in [9] ausgeführt.

Unter diesen Versuchsbedingungen unter minimaler Feuchtigkeit in Stickstoff-Atmosphäre resultiert mit Ausnahme des beschichteten SiC für alle monolithischen SiC-Varianten ein vergleichbar hohes Niveau der Reibung, die mittleren Reibungszahlen liegen reproduzierbar nahezu werkstoffunabhängig zwischen 0,55 und 0,63. Insbesondere ist festzustellen, dass der graphithaltige SiC-Werkstoff G keine signifikant niedrigere Reibungszahl aufweist und somit die Graphiteinlagerungen unter diesen Versuchsbedingungen nicht zu reibmindernden Effekten führen. Bei der porenhaltigen Qualität P treten starke, diskontinuierliche Reibungszahlabenkungen auf, die in dieser Mittelwertdarstellung unterdrückt werden, jedoch auf einen Poreneffekt hinweisen. Offensichtlich ist dagegen der reibmindernde Effekt der Diamantbeschichtung, die über den zeitlichen Verlauf des Versuchs auch zu einer einsatzrelevant verringerten Wärmeentwicklung in der Reibpaarung führt. Zu ähnlichen Aussagen führt die Auswertung des Verschleißes, der unter diesen Versuchsbedingungen bei allen Qualitäten in deutlich messbarer Höhe auftritt, mit Ausnahme des diamantbeschichteten SiC, das praktisch keinen nachweisbaren Ver-

schleiß aufweist. Kritisch ist die Auswertung beim SiC P, da nicht ausgeschlossen werden kann, dass ein Teil des Abriebs in die Poren gedrückt wird und nicht mehr entfernt werden kann. Da dies zu einer Fehlinterpretation führen könnte, wurde auf die Angabe eines Werts verzichtet. Alle anderen SiC-Qualitäten weisen unter diesen hohen Belastungen relativ hohe lineare Verschleißraten und eine Zunahme der Oberflächenrauheit auf, sodass sie als nicht dauerhaft trockenlauffähig anzusehen sind. Die verschiedenen SiC-Varianten unterscheiden sich bezüglich der Verschleißrate nur um ca. ± 0,1 mm/a, was in Anbetracht der um Größenordnungen verbesserten Verschleißbeständigkeit des PKD-beschichteten SiC nicht weiter interpretiert und diskutiert wird.

In genau die gegenteilige Richtung zielen die Entwicklungen von SiC-basierten Faserkompositen für Brems- und Kupplungs-Scheiben und -Beläge. Hierbei soll, bei natürlich erwünschter hoher Verschleißbeständigkeit, die Reibungszahl nahezu unabhängig von der umgebenden Feuchtigkeit auf konstant hohem Niveau liegen und eine höchstmögliche Komponentensicherheit gewährleistet sein. Dies wurde bei den recht erfolgreichen C/C-SiC Bremsen für Premium-Pkws realisiert und bereits vielfach beschrieben. Daneben gibt es aber eine Vielzahl von Anwendungen derartiger Werkstoffe in mehr Nischenbereichen, z.B. für Notbremsen von Aufzügen, Falltürmen und Crash-Schlitten (Bild 7), wo diese Beläge aufgrund ihres günstigen Reibverhaltens und der Schadenstoleranz zunehmend zum Einsatz kommen. All diese Maßnahmen dienen letztendlich dazu, das Einsatzverhalten der Werkstoffe so zu modifizieren, dass sie den Systembedingungen in geplanten Anwendungen standhalten und zu einem technischen oder kostenmäßigen Kundennutzen führen. Dies ist als die Grundvoraussetzung anzusehen, mit maßgeschneiderten keramischen Werkstoffen und daraus gefertigten Komponenten neue Anwendungen zu erschließen.

Neue, innovative Bauteile und Komponenten

In weiten Bereichen der industriellen Praxis besteht ein zunehmender Bedarf an Korrosions- und Abrasionsbeständigen Werkstoffen, wie z.B. bei der Herstellung elektroni-

scher Bauelemente, in der Nahrungsmittel- und pharmazeutischen Industrie usw. Dabei geht die Tendenz bei Neuanlagen zu immer größeren Einheiten und erfordert demgemäß größere keramische Komponenten. Die Realisierung dieser ist gekoppelt an die Verfügbarkeit entsprechender technologischer Einrichtungen, insbesondere der Sinteranlagen, wofür mittlerweile exzellente technische Lösungen zur Verfügung stehen, wie oben ausgeführt wurde. Lange Zeit galten aber SiC- und auch Si_3N_4 -Bauteile nur bis zu bestimmten Größen herstellbar, begrenzt durch prinzipielle Limitierungen beim Sintern infolge der langsamen Durchwärmung großer Teile bei hohen Temperaturen und den sich ausbildenden enormen thermomechanischen Spannungen beim Einsetzen des Sinterns und der Schwindung. Um die Grenzen derzeit machbarer SiC-Bauteile zu ermitteln, wurde eine interne Studie durchgeführt, deren Ergebnisse im Folgenden beschrieben werden.

Großvolumige SiC-Komponenten

Zur Ermittlung der sintertechnischen Grenze der Größe herstellbarer SiC-Komponenten wurden zunehmende Grünteil-Abmessungen unter angepassten Bedingungen gesintert, wobei als Erfolgskriterium eine Sinterdichte von $> 3 \text{ g/cm}^3$ gewählt wurde. Die Stadien dieser Studie sind in Bild 8 dokumentiert. Als Grenzgröße konnten hierbei Scheiben mit einem Durchmesser von ca. 500 mm bei 70 mm Dicke zu einer Dichte über 3 g/cm^3 rissfrei gesintert werden, wodurch die Grenzen der technologischen Einrichtungen, vermutlich aber noch nicht die Grenzen der Sinterbarkeit erreicht wurden.

Neben diesen Tests werden auch bereits viele großvolumige und komplex geformte Komponenten für technische Anwendungen gefertigt. Beispiele dafür sind:

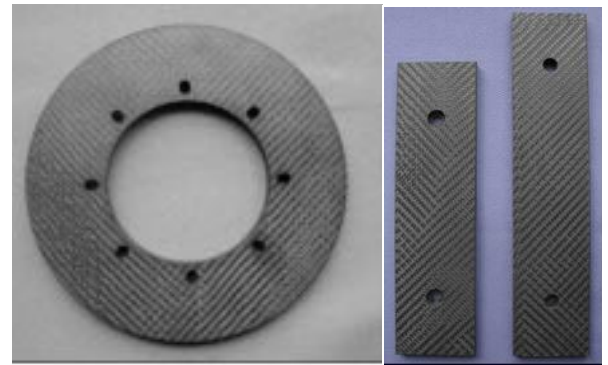
- **Aktive und passive SiC-Komponenten für die Aufbereitungstechnik**

Rotoren mit komplexen Kugelagitatoren und -führungen sowie Statoren oder Mühlen-Auskleidungen mit Durchmessern bis zu 400 mm finden zunehmend in der Mahl- und Verfahrenstechnik Anwendung, um Abrieb und damit Produktkontamination zu vermeiden und die Mühlenleistung bezüglich

Durchsatz oder erzielbarer Feinheit weiter zu steigern. Derartige innovative Mühlenkonzepte sind in [10] beschrieben. Bild 9 zeigt dazu eine Mühlenauskleidung im Grünzustand und nach der Endbearbeitung sowie ein Funktionsmuster eines Mühlenrotors zur Hochgeschwindigkeits-Agitation von Mahlkugeln. Anhand dieser Bilder wird ersichtlich, welch hohes Maß an Schwindung riss- und verzugsfrei bei der Herstellung von großvolumigen SiC-Bauteilen gemanagt werden muss sowie welchen Grad an Bauteil-Komplexität eine leistungsfähige Grünbearbeitung heute ermöglicht. SiC ist für Anwendungen in Hochleistungsmühlen auch wegen seiner hohen Wärmeleitfähigkeit von Vorteil, da die verschleißfördernde Reibungswärme sehr effizient aus dem System entfernt wird. Bewährt haben sich auch Walzenhülsen aus SiC oder auch Si_3N_4 für Kalander zur Aufbereitung von verunreinigungssensitiven Pasten für die Elektronik, von Farben und Lacken sowie die Nahrungsmittel-Industrie. Diese Teile werden bereits in kleinen Serien mit Abmessungen bis zu 400 mm Durchmesser und 900 mm Länge bei Wandstärken von 15...20 mm hergestellt (Bild 10). Der Endbearbeitungszustand ist eine leicht ballige und feingeschliffene Außenfläche und eine gehobte, zylindrische Innenfläche mit Form- und Lagetoleranzen im μm -Bereich.

- **SiC Verschleißschutz-Komponenten bei industriellen Bearbeitungsverfahren.**

Bei Wartungs- und Reparaturarbeiten an Verkehrseinrichtungen, z.B. dem Bahn- oder Straßenbahnschienennetz, entsteht neben Hitze auch heißer, aggressiver Abrieb und Staub, der nicht unkontrolliert in die Umgebung gelangen darf. Viele hierfür konzipierte und getestete Vorrichtungen wiesen eine zu geringe abrasive und korrosive Beständigkeit und Lebensdauer auf. Versuche mit entsprechenden Vorrichtungen aus gesintertem SiC zeigen sich dagegen als enorm aussichtsreich. Dabei handelt es sich um die Kombination eines geschlitzten, mit axialen Bohrungen versehenen SiC-Rohrs (Bild 11a) von 700 mm Länge mit einem 90°-Krümmer mit einem verlängerten Achsschenkel (Bild 11b), die in eine Stahlstruktur eingeklebt werden (Bild 12). Einzigartig dürfte dabei sein, dass die Kanäle des



zylindrischen Rohrs nicht durch Bohren oder sonstige Bearbeitung im ungesinterten Zustand hergestellt, sondern direkt mitgeformt werden. Diese vergleichsweise einfache Herstellung trägt dazu bei, dass diese Teile zu vertretbaren Kosten hergestellt werden können.

Bild 7 a,b
Kupplungs- und Bremsbeläge aus C/C-SiC mit hoher, feuchteunabhängiger Reibungszahl

Großvolumige Si_3N_4 -Komponenten

Die Größe und Komplexität von Si_3N_4 -Komponenten hat sich in den letzten Jahren enorm erhöht, eine umfangreiche Übersicht zu den unterschiedlichsten Anwendungen ist in [4, 5] ausgeführt. Ein relativ neues Produkt, das durch das Zusammenspiel der fortschrittlichen Heißpress-Technologie mit der bei FCT-H vorhandenen Bearbeitungskompetenz realisiert werden konnte, sind die bereits in Bild 3 dargestellten HPSN-Platten mit Durchmessern bis 400 mm. Diese Größen werden über angepasste Schleifverfahren auf Dicken von 1mm reduziert, die dann ein Herausarbeiten nahezu beliebiger Geometrien mittels Laser ermöglichen. Eine weitere

Bild 8
SiC-Komponenten bis 400 x 400 x 60mm³ zur Ermittlung der maximal möglichen Größe der Sinterbarkeit

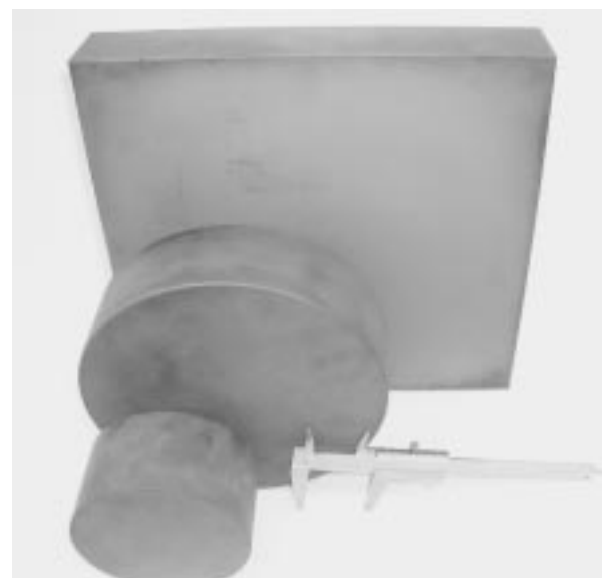


Bild 9
(links): Mühlenauskleidung aus SiC: gepresst und grünbearbeitet sowie gesintert und endbearbeitet (D=400 mm)
(rechts): Funktionsmuster eines Mühlenrotors mit Leitstrukturen (D=200 mm)



Bearbeitung kann bis auf Dicken von 0,25 mm erfolgen. Mit diesen Abmessungen sind Grenzen des heute Machbaren erreicht, obwohl die Elektronik-Industrie, die diese Komponenten aufgrund ihrer Festigkeit, Steifigkeit und der Si-ähnlichen Wärmedehnung hauptsächlich einsetzt, an noch größeren Scheiben Interesse äußert.

Aus der Vielzahl weiterer Anwendungen werden im folgenden zwei Beispiele angeführt, welche die Größe und Komplexität heute herstellbarer Si_3N_4 -Komponenten demonstrieren.

• Si_3N_4 -Komponenten für die Al-Gießertechnik

Die enormen Produktivitäts- und Leistungssteigerungen gießertechnischer Anlagen für z.B. Motorblöcke benötigen große, thermisch und korrosiv langzeitbeständige



Bild 10 Kalandrierwalzenhülse aus SiC oder auch Si_3N_4 mit Abmessungen bis zu 400 mm \varnothing und 900 mm Länge

Komponenten wie Thermoelement-Schutzrohre, Steig- und Dosierrohre, Heizrohre etc. Diese Forderungen erfüllen Si_3N_4 -Komponenten im Vergleich zu Wettbewerbsmaterialien hervorragend, sie erreichen eine 20-fache Standzeit gegenüber Rohren aus Stahlguss bzw. 5-fache Standzeiten gegenüber Aluminiumtitanat. Mittels der beschriebenen Entwicklungen und der Randbedingungen bezüglich der Kosten können derartige Teile heute kostenadäquat bis zu Längen von 1,25 m gefertigt werden. Beispiele für diese Rohre zeigt Bild 13; die harschen Einsatzbedingungen, die insbesondere die Strahlheizrohre im Einsatz ertragen müssen, werden anhand von Bild 14 deutlich.

• Si_3N_4 -Kameragehäuse

Zu den wohl spektakulärsten Komponenten, die in den letzten Jahren entwickelt und gefertigt wurden, zählen zweifelsohne die schon angesprochenen Kameragehäuse aus Si_3N_4 und die dazugehörige Trägerplattform (Bild 15) [5]. Bei Betrachtung dieser Teile ist man zunächst geneigt, die Machbarkeit in Keramik in Frage zu stellen, da es sich infolge der Vielzahl von Durchbrüchen, Flanschen und Wandstärke-Wechseln um keine keramikge-

rechten Konstruktionen handelt. Der Einsatzfall „erdnahe Erkundung“, der diese Teile beim Start und bei der Landung der Fluggeräte einer bis zu 20-fachen Erdbeschleunigung aussetzt, erfordert aber derartige Komponenten mit hoher Festigkeit, Steifigkeit und Ermüdungsbeständigkeit sowie kleiner Wärmedehnung und geringem Gewicht, wofür die Keramik und insbesondere Si_3N_4 infolge seiner guten mechanischen Eigenschaften prädestiniert ist. Somit ist dieses Bauteil ein typisches Beispiel dafür, wie technische Forderungen, in diesem Fall das Bestreben der Steigerung der Präzision derartiger Kamerasysteme, neue Forderungen an die Keramik stellen und zum Überschreiten existierender Machbarkeitsgrenzen motiviert. Um den Endbearbeitungsaufwand so gering wie möglich zu halten, bedarf es unter Berücksichtigung der Schwindung einer hochpräzisen Grünbearbeitung, möglichst unter Vorgabe von zu erwartendem Verzug, sowie einer Sintertechnik auf höchstem Niveau, um solche Bauteile verzugs- und rissfrei zu Sintern, was mittels der eingangs beschriebenen High-Tech-Sinteranlagen von FCT ermöglicht wird.

Zusammenfassung und Ausblick

Diese Beispiele, die durch eine Reihe weiterer, allerdings kundenseitig vertraulich zu behandelnder hochkomplexer Komponenten erweitert werden könnten, demonstrieren, dass durch konsequente technologische Entwicklung und Investition in entsprechende Anlagen Grenzen der Machbarkeit verschoben werden können. Voraussetzung für eine Verschiebung der Grenzen und der Eröffnung neuer Anwendungen ist

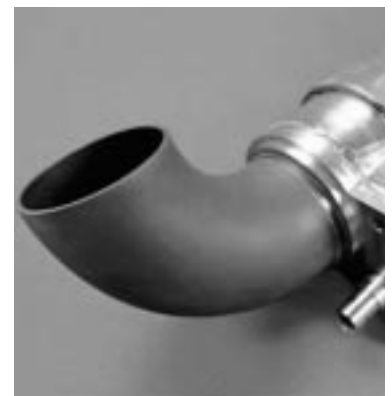


Bild 11 a,b Abrasions- und korrosionsbeanspruchte Komponenten einer Absaugvorrichtung aus SiC; linkes Teil mit durchgehenden Kühlkanälen

Bild 12 Schienenschleif-Absaugvorrichtung mit eingeklebten SiC-Komponenten

die unternehmerische Bereitschaft zur Beschaffung oder Realisierung geeigneter technologischer Einrichtungen entlang der gesamten Prozesskette. Insbesondere die Verfügbarkeit einer geeigneten Sintertechnik spielt eine zentrale Rolle.

Die Nachfrage im Markt geht vermehrt in Richtung zunehmender Größe, Präzision und Komplexität von Keramik-Bauteilen, um neue, innovative, effektivere und /oder wirtschaftlichere Produkte und Verfahren realisieren zu können, worin ein großes Potenzial für die Hochleistungskeramik gesehen wird. Im Gegensatz zu Serienbauteilen ist jedoch der Aufwand der Realisierung solcher meist in kleineren Stückzahlen benötigter Komponenten jeweils neu zu leisten. Für den Anwender ist dabei wichtig, dass diese Teile nicht per se extrem teuer sind, sondern bei Einhaltung einiger Randbedingungen und realistischer Forderungen bezüglich Oberflächenbeschaffenheit sowie Form- und Lagetoleranzen

zu adäquaten und kundenseitig akzeptablen Kosten und Preisen hergestellt werden können. Um dies zu realisieren, müssen alle Kosteneinsparungs-Möglichkeiten entlang des Prozesses ausgeschöpft werden, beginnend mit der Verwendung möglichst kostengünstiger Rohstoffe, einer endkonturnahen Formgebung und Grünbearbeitung, um die aufwändige Hartbearbeitung so gering wie möglich zu halten sowie einer zuverlässigen, verzugs- und rissfreien Sinterung. Nur durch Optimierung der einzelnen Prozessschritte ist es möglich, den Ausschuss an den meist nur in geringen Stückzahlen zu fertigenden Großbauteilen gering zu halten und mit den Produkten einen Gewinn zu erlösen.

Neben den Forderungen des Marktes bezüglich Größe, Präzision und Komplexität der Keramik-Bauteile steigen auch die Anforderungen an die Werkstoff- bzw. Bauteil-Eigenschaften. Auch diesbezüglich kann eine intensive Beschäftigung mit dem Werkstoff und der Verarbeitungstechnologie, selbst bei etabliert zu betrachtenden Werkstoffen wie gesintertem SiC (SSiC), noch zu einer weiteren Verbesserung des Eigenschaftsspektrums und der Zuverlässigkeit führen. Neue innovative Maßnahmen, wie eine Diamantbeschichtung, sind ferner in der Lage, den Gebrauchswert der Komponenten und damit den Kundennutzen zu steigern.

All diese Aspekte zusammengekommen zeigen, dass die Grenzen des Machbaren auch für die Werkstoffe SiC und Si₃N₄ und für daraus hergestellte Komponenten noch nicht erreicht sind und noch weitere, neue Anwendungspotenziale erschlossen werden können. Es ist dabei durchaus lohnenswert, sich auch Fort-

schritte in anderen Bereichen der Technik, wie der Beschichtungs- oder Fügetechnik, anzusehen und zu versuchen, diese für die eigenen Zielsetzungen zu nutzen. Damit können auch zukünftig keramische Komponenten einen wichtigen Beitrag für Innovationen leisten und zum technischen Fortschritt beitragen.

Literatur

- [1] Wötting, G., Pohlmann, H.J.: Siliciumcarbid- und Siliciumnitrid-Werkstoffe: Aus Hochschulentwicklungen wurden Anwendungen, cfi/Ber.DKG 79 (2002) [5] D17-D22
- [2] Kessel, H.U., Hennicke, J., Schmidt, J., Weißgärber, T., Kieback, B.F., Herrmann, M., Räthel, J.: Feldaktiviertes Sintern "FAST" – ein neues Verfahren zur Herstellung metallischer und keramischer Sinterwerkstoffe; Tagungsband 25. Pulvermetallurgisches Symposium, Hagen, 2006
- [3] Berroth, K.: Industrielle Heipresstechnik; cfi/Ber.DKG 79 (2002) [4] D22-D24
- [4] Berroth, K., Martin, W.: Wear Protection in Powder Processing with SSiC and Si₃N₄ Components; cfi/Ber.DKG 81 (2004) [8] E16-E18
- [5] Berroth, K.: Komplexe Strukturen aus Hochleistungskeramik, cfi/Ber.DKG 82 (2005) [13], 91
- [6] Blugan, G., Hadad, M., Janzak-Rusch, J., Kuebler, J., Graule, T.: Fractography, Mechanical Properties, and Microstructure of Commercial Silicon Nitride-Titanium Nitride Composites; J. Am. Ceram. Soc. 88 (2005) 925-933
- [7] Wötting, G., Pfeiffer, W.: „Bruchzäh durch Verzahnung“; Leitfähige, elektroerosiv bearbeitbare SiN-Keramik; KEM 11/2005
- [8] Behrens, B. A.: Abschlußbericht des BMBF-Verbundprojektes „Thixofomingtechnologie für hochschmelzende Stahlwerkstoffe“, Verlag PZH Produktionstechnisches Zentrum GmbH, Garbsen, 2005; ISBN 3-936888-81-7
- [9] Wötting, G., Drachsler, H., Klaffke, D., Wäsche, R., Pechtl, W.: Mangel-schmierungs- und Trockenlauffähigkeit von SiC- und Si₃N₄-Werkstoffen und -Kompositen, Dichtungstechnik, Heft 2, 11/06, S.75-78 (Teil 1)
- [10] Hofmann, S.: Tailoring Nanoparticles for Diverse Applications, cfi/Ber.DKG 82 (2005) [10] E20
- [11] Wötting, G.: „Keramische Hochleistungswerkstoffe für die Dichtungstechnik“, in: ISGATEC (Hrsg.), Jahrbuch der Dichtungstechnik 2004, Hüthig Verlag, 2003, S.242-259
- [12] Wötting, G.: „Grundlagen der Werkstoffauswahl und Qualifizierung“, in: „Keramische Komponenten für das Spritzgießen und Extrudieren“, Tagungsband zum Abschluss-Symposium des BMBF-Projekts, Selb, 2005, S.48-63



Bild 13 Si₃N₄- Steigrohre bis Ø150 mm und 1,25 m Länge (grün und gesintert)

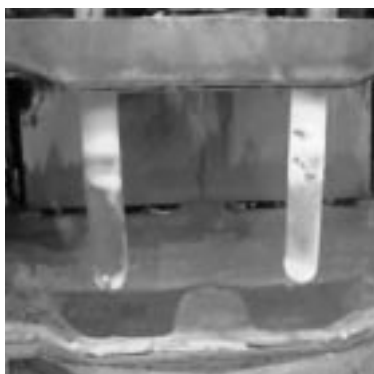


Bild 14 Si₃N₄- Strahlheizrohre im Einsatz



Bild 15 Si₃N₄ -Kameragehäuses mit ca. 430 mm Durchmesser und Trägerplatte