

Schlussbericht

zu dem IGF-Vorhaben

Herstellung transparenter Keramiken aus amorphen Mikrokugeln

der Forschungsstelle

Technische Universität Clausthal

Das IGF-Vorhaben 17164 N / 1 der Forschungsvereinigung Forschungsgemeinschaft der Deutschen Keramischen Gesellschaft e.V. (DKG) wurde über die



im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Energie

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Clausthal-Zellerfeld, 13.01.2015

Ort, Datum

C. Hartmann

S. Hesse

Cordula Hartmann, Simon Hesse

Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s) an der/den Forschungsstelle(n)

0 Analysemethoden

Folgende Analysemethoden wurden für die Bestimmung der in diesem Bericht aufgeführten Ergebnisse verwendet:

Lasergranulometrie

gemessene Größe: Korngrößenverteilung
Gerät und Firma: LS 230, Beckman Coulter Inc.
verwendetes Verfahren: Fraunhofer-Beugung

BET-Methode

gemessene Größe: Spezifische Oberfläche
Gerät und Firma: Areameter, Ströhlein Instruments

Bildanalyse

gemessene Größe: Korngrößenverteilung und amorpher Anteil
Gerät und Firma: Stereolupe, PC mit Auswertesoftware (in LabView programmiert)
verwendetes Verfahren: Die lasergeschmolzenen Mikrokugeln wurden gezählt und dabei gemessen. Der amorphe Anteil ist dann die Menge amorpher Kugeln bezogen auf die gesamte Partikelzahl.

Röntgendiffraktometrie

gemessene Größe: Kristalline Phasen, Phasenzusammensetzung, amorpher Anteil
Gerät und Firma: Diffraktometer Siemens D 5000 Kristalloflex
verwendetes Verfahren: Rietveld-Methode

Pyknometrie

gemessene Größe: Reindichte
Gerät und Firma: Pycnomatic ATC, Porotec
verwendetes Verfahren: Helium-Pyknometrie

Rasterelektronenmikroskopie

gemessene Größe: grafische Darstellung, EDX
Gerät und Firma:
1. Helios Nanolab 600, FEI
2. EVO 50, Carl Zeiss SMT EVO® Series
3. CS4, Camscan

Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

gemessene Größe: Glasübergang, Kristallisationsverhalten
Gerät und Firma: DSC 404 F3 Pegasus, Netzsch

1 Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse im Berichtszeitraum

1.1 Arbeitspaket 1: Aufbau der Versuchsanlage

Arbeitspaket 1 beinhaltet die Materialauswahl und den Aufbau der für das Laserschmelzen aufgebauten Versuchsanlage (siehe Abb. 1-1). Beide Punkte werden hier nur übersichtlich aufgeführt, da sie bereits in den Zwischenberichten zu den Haushaltsjahren 2012 und 2013 ausführlich behandelt wurden und weitere Details der Parameterstudie in Abschnitt 1.2.1 entnommen werden können.

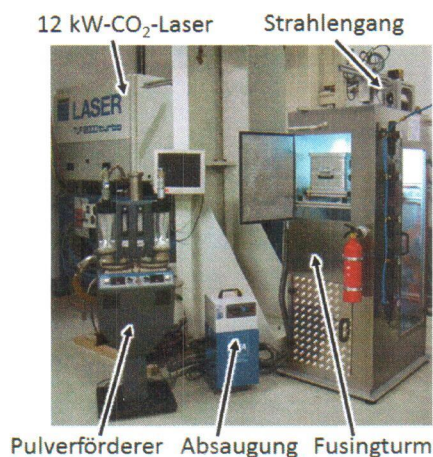


Abb. 1-1: Übersicht der Versuchsanlage

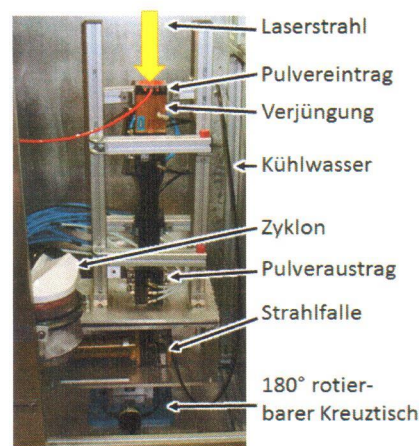


Abb. 1-2: Blick in den Fusingturm mit Metallrohr, Positionierereinheit, Strahlfalle und Zyklon

1. Die **Materialauswahl** fiel auf die gleichen oxidischen Pulver, die auch Oelgardt (Oelgardt 2012) in den von ihr durchgeführten, diesem Projekt zugrunde liegenden Arbeiten wählte. Der Grund hierfür war neben der Vergleichbarkeit zu vorherigen Ergebnissen die für dieses ternäre System minimale Schmelztemperatur im Eutektikum. Die Ausgangspulver waren drei kommerziell erhältliche Mikropulver im Materialsystem $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ (siehe Tabelle 1-3). Diese wurden in der von Oelgardt gewählten eutektischen Zusammensetzung homogenisiert und kalziniert. Anschließend wurde die gewünschte Korngröße eingestellt.
2. Der **Versuchsaufbau** wurde so optimiert, dass der Prozess stabiler und länger laufen kann, als es bei der Arbeit von Oelgardt der Fall war. Somit wurde das im Forschungsantrag definierte Ziel erreicht, den Eintrag des Pulvers in den Laserstrahl und den Austrag der Mikrokugeln, sowie die Aufenthaltsdauer der Partikel im Laserstrahl kontrolliert und reproduzierbar zu steuern. Zudem sollte durch die Optimierung der Anteil an amorphen Mikrokugeln im bearbeiteten Material erhöht werden. Dies wurde durch den Einsatz eines modular aufgebauten, mit Wasser gekühlten Metallrohrs als Prozesskammer (Abb. 1-2) anstelle des vorher verwendeten Quarzglasrohres und die Installation einer Absaugung erreicht. Zuvor wurde das Pulver aus dem Prozess geblasen, was die Strömungsverhältnisse im Prozess negativ beeinflusste.

Für den Energieeintrag zum Schmelzen der Mikropulver wurde ein 12 kW-CO₂-Laser der Firma Trumpf gewählt, der bereits an der Forschungsstelle vorhanden war. Der Wechsel des Lasers ermöglichte den im Forschungsantrag vorgestellten Wechsel zu einem Laser mit gaußförmigem Strahlprofil.

Analog zum vorherigen Aufbau wurden auch hier sowohl das Pulver als auch der Laserstrahl vertikal durch das Rohr geführt. Das geschmolzene Material wurde anschließend aus dem Prozess gesaugt und in einem Zyklon vom Luftstrom getrennt.

1.2 Arbeitspaket 2: Fertigung der Mikrokugeln

1.2.1 Auswahl der Prozessparameter

Im Antrag zum Forschungsprojekt werden drei entscheidende Prozessparameter für den von Oelgardt entwickelten Laserschmelzprozess genannt:

- die Laserleistung
- die Verweilzeit des Pulvers im Laserstrahl
- der Austrag der geschmolzenen Mikrokugeln aus dem Laserstrahl

Da der Aufbau während des Projekts, wie in Abschnitt 1.1 beschrieben, verändert wurde und auch die Aufbereitung des Ausgangsmaterials variiert wurde, müssen noch zwei weitere prozessentscheidende Parameter in Betracht gezogen werden:

- das verarbeitete Pulver
- die Pulverförderrate

Die Auswahl der Prozessparameter erfolgte mit der Zielsetzung, einen möglichst hohen Anteil an amorphen Mikrokugeln zu erhalten. Hierzu wurde der amorphe Anteil per Bildanalyse gemessen (siehe Abschnitt 0). Im Folgenden werden die oben genannten Parameter und deren Einfluss auf den amorphen Anteil detailliert geschildert. Die Parameterkombination, die nach der Parameterstudie für die Fertigung der Mikrokugeln verwendet wurde, ist in Tabelle 1-1 aufgelistet.

Tabelle 1-1: Parameterauswahl zur Fertigung der Mikrokugeln

Parameter	Wert
Laserleistung	8800 W ± 100 W
Rohraufbau	Z ₂ (siehe Tabelle 1-2)
Länge der Prozesszone	460 mm
Verweilzeit des Pulvers im Laserstrahl	nicht bestimmt
Pulveraustrag	Absaugung; Medium: Luft; Raumtemperatur
Abkühlrate	nach Berechnungen ca. 5 · 10 ⁶ K/s
verarbeitetes Pulver	AYZ; kalziniert bei 1500°C für 4 Std; gemahlen und gesiebt < 125 µm
Pulverförderrate	ca. 1 g/Std