

Zusammenfassung

Ziel des Projektes NanoZer war es, den Einfluss des Vorliegens von nanoskaligen Rohstoffen auf die Eigenschaften gesinterter Formkörper zu quantifizieren.

Als für Anwendungen in der Hochleistungskeramik typisches Material wurde das mit 3 Mol% Yttriumoxid stabilisierte Zirkonoxid (TZ-3Y-E, Firma Tosoh) ausgewählt, in der Technologieketten „Suspensionsherstellung – Aufbereitung mit unterschiedlichen spezifischen Energieeinträgen – Sprühgefriergranulierung – Formgebung – Sintern“ verarbeitet und in allen Zwischenstufen charakterisiert.

Der Rohstoff liegt in granulärer (agglomerierter) Form vor. Seine spezifische Oberfläche von $15 \text{ m}^2/\text{g}$ weist TZ-3Y-E als nanoskalig aus; aus REM-Aufnahmen ist abzuleiten, dass die Primärpartikel (ca. 60 nm) zu Aggregaten ($> 100 \text{ nm}$) zusammengelagert sind. Um eine effiziente Aufbereitung zu erreichen, wurden durch Zugabe von elektrosterisch wirkenden Dispergierhilfsmitteln oder durch elektrostatische Stabilisierung gut fließfähige Suspensionen mit einem Feststoffgehalt von 55 Ma% hergestellt. Durch die Aufbereitung mittels Rühren, Mixen oder Mahlen wurde erreicht, dass das Material in Form von Agglomeraten, Aggregaten oder Primärpartikeln vorliegt. Die Effizienz der Aufbereitung bei identischen Energieeinträgen hängt von der Art der Stabilisierung ab; für die mit Essigsäure stabilisierte Suspension wurde jeweils der höchste Aufschlusseffekt erzielt. Gemahlene unterscheiden sich von niedrig-energetisch aufbereiteten Suspensionen auch durch die signifikante Erhöhung des Verhältnisses Monoklin- zu Tetragonal-Anteil in der Kristallphasenzusammensetzung.

Die nach den unterschiedlichen Aufbereitungsschritten durch Sprühgefriergranulierung (und vergleichend durch Sprühtrocknung) erhaltenen Granulate spiegeln die verschiedenen Aufbereitungsstufen des Rohstoffs deutlich in ihrer inneren Struktur wider. Die Granulienfestigkeiten nehmen bei beiden Granulierverfahren mit der Intensität der Aufbereitung zu.

Durch Trockenpressen bei 50 MPa und anschließendes kaltisostatisches Nachverdichten mit Drücken bis zu 250 MPa wurden Biegebruchstäbe hergestellt, wobei eine Zunahme der resultierenden Gründichte mit dem bei der Aufbereitung eingebrachten Energieeintrag nachgewiesen wurde. Die Werte für die Ausheizdichten korrelierten mit denen der Gründichten. Je mehr Energie bei der Suspensionsaufbereitung eingetragen wurde, umso höher waren die Sinterdichten sowie die 4-Punktbiegebruchfestigkeiten der durch Luftsintern hergestellten Formkörper. Die Ergebnisse belegen, dass die Aufbereitungsrouten noch an den mechanischen Eigenschaften der Proben nachweisbar ist. Nahezu vollständig dichte Proben mit einem fast porenfreien Gefüge und einer hohen Sinterdichte von $6,06 \text{ g}/\text{cm}^3$ wurden nur nach dem Aufbereitungsschritt „Mahlen“ erzielt.

Wird als Sintervariante die Kombination aus Luftvorsintern und heißisostatisches Nachverdichten gewählt, werden die beim Luftsintern nachgewiesenen Unterschiede aufgrund des während des Prozesses wirkenden isostatischen Gasdrucks und wegen der anderen Sintermechanismen nivelliert.

Die erzielten Ergebnisse sind auf andere nanoskalige Rohstoffe übertragbar. Für die industrielle Anwendung muss spezifisch bewertet werden, ob die Vorteile in den Formkörpereigenschaften den erhöhten Aufbereitungsaufwand rechtfertigen und ob Alternativen wie Ready-to-press-Granulate verfügbar sind.

Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht.