

H.U. Kessel, J. Hennicke

# Aspekte zum superschnellen Sintern von pulvermetallurgischen und keramischen Werkstoffen



Ing. (FH) Heinz Kessel (61) studierte allgemeinen Maschinenbau an der Fachhochschule Coburg. Er war dann 16 Jahre lang involviert in die Entwicklung nichtoxidisch keramischer Werkstoffe und Bauteile im Rahmen der Entwicklungsgruppe CeraNox (AnnaWerk). Im Jahre 1983 gründete er das Unternehmen FCT Fine Ceramics Technologies und ist dort bis heute geschäftsführender Gesellschafter und Leiter des Unternehmens. Schwerpunktsthemen des Unternehmens sind neue Sintertechnologien und Anlagen für die Herstellung von pulvermetallurgischen und sonderkeramischen Werkstoffen.

**KURZFASSUNG** Unter Verwendung des Energieeinbringungsprinzips der Spark-Plasma-Sintertechnik (SPS / FAST), ergeben sich interessante Aspekte zum extrem schnellen Sintern von Formteilen aus keramischen und pulvermetallurgischen Werkstoffen, besonders bei der Verwendung feinstkörniger Ausgangspulver.

Durch diese modifizierte SPS / FAST - Verfahrenstechnik scheint es möglich, das volle Potential submikro- und nanoskaliger Pulver und der resultierenden Gefüge auszuschöpfen, auch bei komplexen Bauteilgeometrien. Erste Ergebnisse werden an keramischen und pulvermetallurgischen Werkstoffen aufgezeigt.

**ABSTRACT** The application of the energy input principle used in spark plasma sintering technology (SPS/FAST) yields interesting results that are beneficial to the super-fast sintering of moulded parts made of ceramic and powder metallurgy materials, particularly if these materials include the finest-grain initial powders.

Thanks to this modified SPS/FAST technology it seems to be possible to exploit the full potential of submicron and nanoscale powders as well as the resulting microstructures even in connection with complex component geometries. Results have started to show in ceramic and powder metallurgical materials.

**STICHWÖRTER** Sintern, FAST, SPS, SiC,

Hartmetall

Keram. Z. 59 (2007) [3]

## 1 Einleitung

Die Spark-Plasma-Sintertechnologie „SPS“ wird seit einigen Jahren als favorisiertes Verfahren zur Solidifizierung von Submikron-Werkstoffen gesehen [1, 4]. Es gibt hier umfangreichste Literatur und viel versprechende Ergebnisse, die sich im Augenblick aber im Wesentlichen auf Bauteile mit einfachen Geometrien wie Scheiben, Quadrate, Ringe etc. konzentrieren. Von FCT Systeme GmbH sind entsprechende Sinteranlagen unter der Bezeichnung „FAST“ (Field-Assisted-Sintering-Techno-

logy) verfügbar. Der wichtigste Aspekt der „FAST“- oder SPS-Technologie [2–3] ist hierbei die extrem hohe Aufheizgeschwindigkeit und die kurze Verweildauer bei Sinter Temperatur, was automatisch zu sehr feinkörnigen Gefügen führt [5–7]. Die so hergestellten Werkstoffe weisen verglichen mit konventionell gesinterten Qualitäten ein ausgezeichnetes Potential insbesondere im Bereich höherer Bauteilfestigkeit, höherer Zähigkeit und höherer Härte auf.

Die SPS/FAST-Technologie wird ähnlich dem Heißpressen in Presswerkzeugen aus Graphit, Refraktärmetallen oder anderen, speziell entwickelten Werkstoffen bei teilweise sehr hohen Temperaturen durchgeführt, so dass die zuvor erwähnte geometrische Einschränkung nur schwer zu umgehen ist.

Um nun bei komplexeren Bauteilen ebenfalls das Potential feinstkörniger Ausgangspulvers auszuschöpfen, ist die Aufbringung einer mechanischen Kraft zur Unterstützung der Konsolidierung, bedingt durch die zumeist gewünschte, komplexe Geometrie jedoch kaum umsetzbar.

Es wurden deshalb Grundsatzversuche durchgeführt, um unter Verwendung des SPS/FAST-Heizprinzips einen Weg zu öffnen, der es ermöglicht, in sehr kurzen Sinterzyklen derartige Bauteile unter Ausschöpfung des Ausgangspulverpotentials herzustellen. Gedacht ist hierbei insbesondere an das Sintern komplizierter Bauteile, die mittels Formgebungsverfahren wie Trockenpresstechnik und MIM- bzw. PIM-Technologie hergestellt werden.

## 2 Versuchsdurchführung

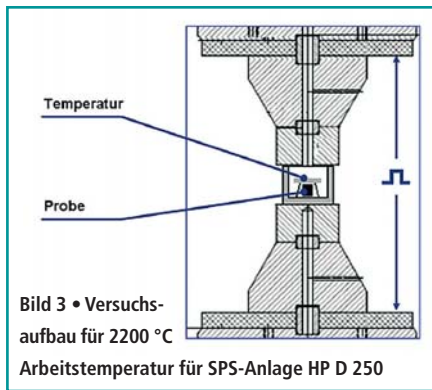
In einer Spark-Plasma-Sinteranlage FCT HP D 250/1 (Bilder 1–2) mit einer Arbeitstemperatur von bis zu 2400 °C wurden in einem speziell entwickelten „Werkzeug“ („High Speed“ Ofeneinsatz) (Bild 3) Schnellsinterversuche durchgeführt. Um das Potential dieses Verfahrens grundsätzlich zu erproben, wurde hierbei auf Werkstoffe zurückgegriffen, die bereits in der Praxis mit großem Erfahrungspotential aufwarten können. Das erlaubte den direkten Vergleich des resultierenden Gefüges, der erzielten Werkstoffeigenschaften (z.B. Festigkeit, Här-



Bild 1 • Blick in den SPS-Arbeitsraum



Bild 2 • „High Speed“-Ofeneinsatz bei 1800 °C Betriebstemperatur



te, Zähigkeit) und primär der erreichbaren Dichte mit den konventionell gesinterten Werkstoffen.

In der erwähnten Spark-Plasma-Sinteranlage wurde ein Versuchsaufbau verwendet, der es ermöglicht, Bauteile bis zu 30 mm Durchmesser bei Temperaturen bis über 2200 °C in wenigen Minuten zu sintern. Ein weiterer Versuchsaufbau, der es ermöglicht, Bauteile bis max. 80 mm Durchmesser bei grösseren Bauteilwandstärken zu sintern, ist im Aufbau.

Die zurzeit laufenden Grundsatzversuche im Stoffgebiet Wolframcarbid/Kobalt, Stahl/Titancarbonitrid, Wolfram/Kupfer, B<sub>4</sub>C/TiB<sub>2</sub> und C-SiC zeigen sehr ermunternde Ergebnisse, die gezielt weitergeführt werden sollten.

**3 Versuchsergebnisse/Beispiele**

**3.1 Hartmetall**

Für erste Versuche wurden trockengepresste, entbinderte Rohlinge aus Hartmetall (Wolframcarbid/10 % Co) mit den Endmaßen 30 mm x 12 mm x 2 mm gesintert. Erste Vorversuche zeigten erwartungsgemäß, dass die Temperaturmessung bzw. -regelung bei diesen extrem schnellen Sinterprozessen (bis zu 2000 K/min.) eine besondere Herausforderung darstellt. Dennoch gelang es nach einiger Entwicklungsarbeit,

**Tabelle 1 • Ergebnisse der ersten Sinterversuche mit Hartmetall-Formteilen (Dichte bei konventioneller Sinterung = 14,4 g/cm<sup>3</sup>)**

Test	Atmosphäre (Argon)	Temperatur (max.) / °C	Zeit bis zur Temperatur (max.) / s	Haltezeit / s	Dichte / g/cm <sup>3</sup>
1	1 bar	1435	140	300	14,4
2	0,1 mbar	1435	140	300	14,7
3	0,1 mbar	1400	100	160	14,4
4	0,1 mbar	1450	120	60	14,0
5	0,1 mbar	1365	100	60	14,4

**Tabelle 2 • Ergebnisse der ersten Sinterversuche mit SiC-Formteilen (Dichte bei konventioneller Sinterung = 3,12 g/cm<sup>3</sup>)**

Test	Temperatur (max.) / °C	Zeit bis zur Temperatur (max.) / s	Haltezeit / s	Dichte / g/cm <sup>3</sup>
1	2075	265	60	2,99
2	2060	210	60	3,00
3	2060	175	60	3,03

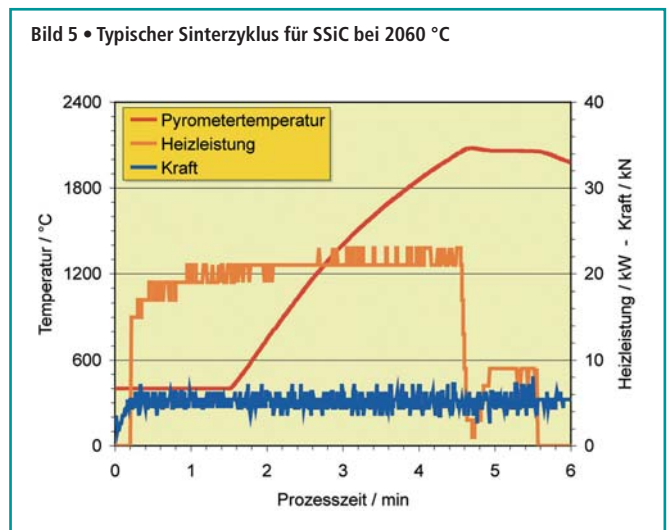
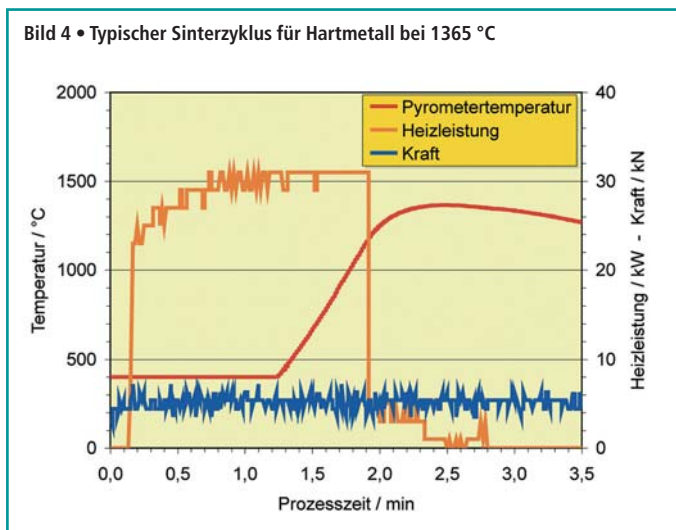
in nur 2,6 min Heizzeit (= Aufheiz- + Haltezeit) Proben mit den geforderten Dichtewerten und Abmessungen zu sintern. Bild 4 zeigt einen typischen Sinterzyklus und Tabelle 1 einige Ergebnisse der mit diesem Werkstoff durchgeführten Sintertests. Zurzeit werden die einsatzrelevanten Werkstoffeigenschaften der so hergestellten Hartmetallteile im Vergleich zu konventionell gesinterten Teilen analysiert. In einem weiteren Schritt soll dann durch spezielle Anpassung des Pulverversatzes eine weitergehende Optimierung hin zu nochmals verbesserter Werkstoffqualität (z.B. Härte, Zähigkeit) und/oder Kostensenkung erreicht werden.

**3.2 Gesintertes Siliziumcarbid**

Im Bereich der technischen Keramik wurden Sintertests mit ringförmigen Standardbauteilen aus Siliziumcarbid (B/C-Additiv, spez. Oberfläche ca. 13 m<sup>2</sup>/g) mit 20 mm Durchmesser, die üblicherweise in Sinterzyklen von 12 h. (Haltezeit 3 h) in Standardöfen gesintert werden,

herangezogen. Die erwähnten SiC-Ringe (Ausgangsdichte ca. 1,8 g/cm<sup>3</sup>) wurden in Argon-Atmosphäre im „High-Speed“ Ofen gesintert. Bild 5 zeigt einen typischen Sinterzyklus. Die Ergebnisse der Sinterversuche sind in Tabelle 2 zusammengefasst.

Die bisher erreichte max. Dichte unter Anwendung von Gesamt-Heizzeiten von weniger als vier Minuten liegen mit 3,03 g/cm<sup>3</sup> schon sehr nahe den sonst in der Produktion üblichen Dichten von 3,12–3,15 g/cm<sup>3</sup>. Weiterführende Arbeiten mit speziell angefertigten Versätzen unter Verwendung von Ausgangspulvern mit höherer spez. Oberfläche, d.h. kleineren Korngrößen, sind zur Zeit angesetzt, um weitere Dichtezunahmen ohne Gefüge- oder Korngrößenveränderungen bei gleicher oder noch weiter reduzierter Sinterzeit und Temperatur zu ermöglichen. Diese Versuche sollen zeigen, ob ähnliche vorteilhafte Werkstoffeigenschaften wie bei der Standard SPS-Technologie auch bei komplexeren Geometrien erreicht werden können.



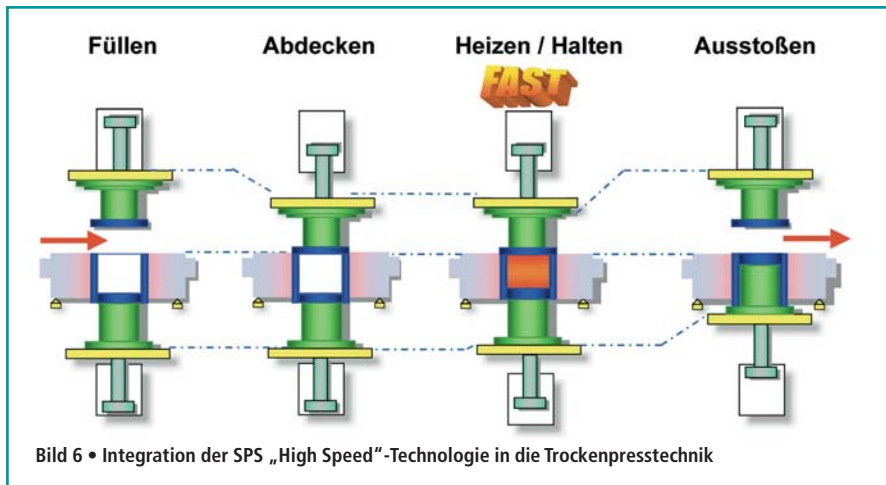


Bild 6 • Integration der SPS „High Speed“-Technologie in die Trockenpresstechnik

### 3.3 C/SiC-Verbundkeramik

Als weiteres Beispiel der bisher schon recht umfangreich durchgeführten tastenden Grundsatzversuche sei die Silizierung von Carbonfaserausgangskörpern genannt. Der Silizierungsprozess läuft hier bei max. 1550 °C in ebenfalls kurzen Gesamtzeiten von max. 5 min bei Wandstärken der Bauteile von etwa 20 mm so ab. Die bisherigen Gefügeuntersuchungen zeigen bisher keine signifikanten Unterschiede zu standardmässig „langzeitsilizierten“ Bauteilen. Diese Versuche sind ebenfalls sehr ermutigend und werden nun in einem grösseren „High Speed System“ weitergeführt.

### 4 Ausblick

Die bisherigen Sinterversuche mit der schnellen SPS Sintertechnik sind so Erfolg versprechend, dass zur Zeit an einer „High Speed-Zelle“, integriert in einen Trockenpressautomaten, gearbeitet wird (Bild 6). Dabei wird zu-

sätzlich eine Möglichkeit entwickelt, während des High Speed Sinterprozesses einen Gasdruckaufbau ähnlich der Sinter-HIP-Technik zu realisieren, um das volle denkbare Potential dieser Technik zur Verdichtung von Bauteilen mit komplizierter Geometrie aus submikron- und nanoskaligen Pulvern weitestgehend auszuschöpfen. Es zeigt sich die Möglichkeit auf, die bei der SPS-FAST-Technologie erkennbaren werkstoffbezogenen Vorteile unter Nutzung nanoskaliger Ausgangspulver, die bisher auf einfache Geometrien beschränkt waren, auch auf komplexe Bauteile zu übertragen, für die sich im Maschinen- und Anlagenbau, besonders aber in der Automobilindustrie interessante Aspekte auf tun könnten. Man darf mit hohen Erwartungen auf die Ergebnisse der weiteren Arbeiten schauen.

### Literatur

[1] Kessel, H.U., Hennicke, J., Schmidt, J., Weißgärber, T., Kieback, B.F., Herrmann, M., Rä-

thel, J. : Feldaktiviertes Sintern „FAST“ – ein neues Verfahren zur Herstellung metallischer und keramischer Sinterwerkstoffe. Tagungsband 25. Pulvermetallurgisches Symposium, Hagen (2006)

[2] Hennicke, J., Kessel, H.U. : Field Assisted Sintering Technology („FAST“) for the consolidation of innovative materials. *cfi/Ber.DKG* 81 (2004) [11] E14–E16

[3] Van-Meensel, K., Kandukuri, S.Y., Hennicke, J., Anné, G., Jiang, D., Vleugels, J., Van der Biest, O. : Spark Plasma Sintering of Nanometer Size  $ZrO_2-Al_2O_3-TiC_{0.5}N_{0.5}$  Composites. EMRS 2004, September 6–10, Poland (2004)

[4] Nygren, M., Shen, Z.: Novel assemblies via spark plasma sintering. *Silic. Ind. Spec. Issue Vol. 69*; (2004) 211–218

[5] Echeberria, J., Martínez, V., Sánchez, J. M., Bourgeois, L., Barbier, G., Hennicke, J. : Sintering Behaviour of Low Co Content cBN-WC/Co Composites by Either GEHIP or FAST. Proc. of 16<sup>th</sup> International Plansee Seminar 2005, Eds. G. Kneringer, P. Rödhammer and H. Wildner, vol. 2, HM23, 434–448, (2005)

[6] Alvarez, M., Sanchez, J. M. : Densification of Nanocrystalline Ti(C, N) Powders with Nickel Aluminate Binder Phases using field Assisted Sintering (FAST). submitted for publication to *J. Amer. Ceram. Soc.*

[7] Van Meensel, K., Echeberria, J., Sanchez, J. M., Martinez, V., Bourgeois, L., Hennicke, J., Kessel, H.-U., Harden, P., Van der Biest, O., Vleugels, J. : Field Assisted Sintering of Cubic Boron Nitride Dispersed Cemented Carbide (CDCC) Composites. EuroPM 2006