

Nachweis metallischer Abdampfungen aus keramischen Werkstoffen



Klaus Jaenicke-Röbler

Fraunhofer Institut IKTS Dresden, Winterbergstraße 28, D-01277 Dresden

Bei der Darstellung und dem Sintern keramischer Hochleistungswerkstoffe sind in Abhängigkeit von den Temperatur-Zeit-Atmosphären-Bedingungen Abdampfungen hochsiedender Komponenten möglich. Die Abdampfungen führen oftmals zu unerwünschten Änderungen des Eigenschaftsbildes und müssen daher über geeignete Modifizierungen von Werkstoff (Art und Zusammensetzung) und Prozess (Temperatur, Zeit, Atmosphäre) minimiert werden.

Beispiele für Werkstoffsysteme mit unerwünschten metallischen Abdampfungen sind im Bereich der Strukturkeramik Siliciumnitrid und Siliciumcarbid sowie Hartmetalle (Wolframcarbid/Cobalt) und Cermets (TiCN) und im Bereich der Funktionskeramik die keramischen Hochtemperatur-Supraleiter, die Hochtemperaturbrennstoffzelle als Gesamtsystem, die Kondensatorkeramiken (Titanate [Blei-Zirkon-Titanat], Tantalate [Blei-Scandium-Tantalat], Niobate [Blei-Magnesium-Niobat]) und die Magnetokeramiken (Mangan-Zink-Ferrite, Nickel-Zink-Ferrite, Barium- und Strontiumferrite).

Der in-situ-Nachweis hochsiedender Abdampfungen ist für das Verständnis des Abdampfmechanismus (Thermodynamik und Kinetik) und damit für technisch-technologische Strategien zur Abdampfminimierung von zentraler Bedeutung. Die Methoden der Wahl für derartige Untersuchungen sind – simultan gekoppelt - die Thermogravimetrie und die Emissionsgasthermoanalyse, wobei bei letzterer besonders vorteilhaft Massenspektrometer als Gasdetektoren eingesetzt werden. Voraussetzung für den Nachweis mit solchen Gerätekomplexen sind seine chemische Inertheit gegenüber den abdampfenden Gaspezies und deren hinreichend großer Dampfdruck.

Hohe Anforderungen bei solchen Untersuchungen werden an die Probenahme und an das Koppelsystem zwischen Thermowaage und Massenspektrometer gestellt. Ein Vergleich der existierenden Koppelsysteme zeigt, dass diese Anforderungen am besten von reinen Blendenkoppelsystemen geeigneter konstruktiver Auslegung erfüllt werden.

Am Beispiel des Nachweises der Bleiverdampfung wird die Leistungsfähigkeit des Gerätekomplexes STA 429 (NGB) - Keramik-Blendenkoppelsystem 403/3 (NGB) - Quadrupolmassenspektrometer QMG 421 (BALZERS) demonstriert. Näher betrachtet wird dann das System „Mangan-Zink-Ferrit“, bei dem die Minimierung des Zinkverlustes während der Sinterung ein wesentliches Problem darstellt.