

Feldaktives Sintern „FAST“ - ein neues Verfahren zur Herstellung metallischer und keramischer Sinterwerkstoffe

Heinz U. Kessel, Jürgen Hennicke, Jürgen Schmidt, Thomas Weißgräber
Bernd F. Kieback, Matthias Herrmann, Jan Räthel*

1. Einleitung

Das Spark-Plasma-Sintern (SPS) - auch FAST (Field Assisted Sintering Technology) genannt - ist eine neue und innovative Sinterertechnologie, die bei der Verarbeitung zahlreicher Materialien zunehmend an Bedeutung gewinnt, wie z.B. bei nanostrukturierten Werkstoffen, Verbundwerkstoffen und Gradientenwerkstoffen. Der Prozess basiert auf einem modifizierten Heißpressverfahren, bei dem der elektrische Strom statt durch einen externen Heizer direkt durch das Presswerkzeug und das Bauteil läuft. Durch den gepulsten elektrischen Strom und den so genannten „Spark-Plasma-Effekt“ können sehr schnelle Aufheizzeiten und kurze Prozesszyklen realisiert werden. Dadurch können das Kornwachstum und die Einstellung von Gleichgewichtszuständen unterdrückt werden, was Werkstoffe mit bisher unerreichbaren Zusammensetzungen und Eigenschaften, Materialien im Submikron- oder Nanobereich und Verbundmaterialien mit einzigartigen/ungewöhnlichen Zusammensetzungen ermöglicht.

Industriell entwickelt wurde dieses viel versprechende Verfahren von der japanischen Sumitomo Coal Mining Co., Ltd. und ist heute nach Firmenaussage mit ca. 250 Anlagen (davon 4 in Europa) das am weitesten verbreitete innovative Sinterverfahren. Im Rahmen eines EU-geförderten Projektes wurde in den letzten Jahren ein ähnliches Verfahren (FAST = Field Activated Sintering Technology) von FCT Systeme GmbH zur Marktreife entwickelt (Prinzip s. **Bild 1**).

Aufbauend auf jahrzehntelanger Erfahrung und erfolgreicher Anwendung der klassischen Heißpresstechnik, begann man bei FCT Systeme GmbH vor etwa fünf Jahren mit der Entwicklung dieses bereits zu Beginn als viel versprechend eingestuften Sinterverfahrens - ausgehend von der Überlegung, über sehr schnell ablaufende Sinterprozesse neue Wege zur einerseits wirtschaftlicheren Produktion von Sinterwerkstoffen und andererseits Herstellung von bis dato durch übliche Verdichtungsverfahren nicht konsolidierbarer Werkstoffe zu ermöglichen.

Über den industriellen Einsatz dieser neuen Fertigungstechnik liegen relativ wenige Informationen vor, da sich die anwendenden Industrieunternehmen im Hinblick auf die praktische Umsetzung des Verfahrens naturgemäß bedeckt halten.

Der erhebliche Umfang an F&E-Arbeiten, die in den letzten Jahren in Forschung und Industrie durchgeführt wurden, sind jedoch ein klares Indiz für den hohen Stellenwert, der dieser Herstellungstechnik eingeräumt wird.

2. Die FAST-Technologie

Das Spark-Plasma-Sinterverfahren (SPS) respektive Field Assisted Sintering Technology (FAST) ist in der Literatur auch unter den Begriffen Field Activated Sintering Technology oder Pulsed Electric Current Sintering (PECS) bekannt.

SPS/FAST wurde in Anlehnung an die allgemein etablierten Verfahren der Heißpresstechnologie entwickelt, wobei beim SPS-Verfahren Presswerkzeug und Pressling selbst direkt beheizt werden. Dies erfolgt entweder durch Energiezufuhr über das Presswerkzeug von außen und/oder durch direkten Stromdurchgang durch den Pressling selbst. Der Energieeintrag erfolgt über den Einsatz einer speziell konzipierten Gleichstromimpulsquelle, die dem Anwender innerhalb eines bestimmten Rahmens frei modulierbare Möglichkeiten zur Impulsregulierung und zur Anpassung an die vorhandenen Bedingungen im Pressling (Werkzeug) und insbesondere im Werkstoff selbst gibt. Der Auslegung der Gleichstromimpulsquelle kommt demnach besondere Bedeutung zu.

Der Grundaufbau einer solchen FAST-Anlage wird in **Bild 1** dargestellt.

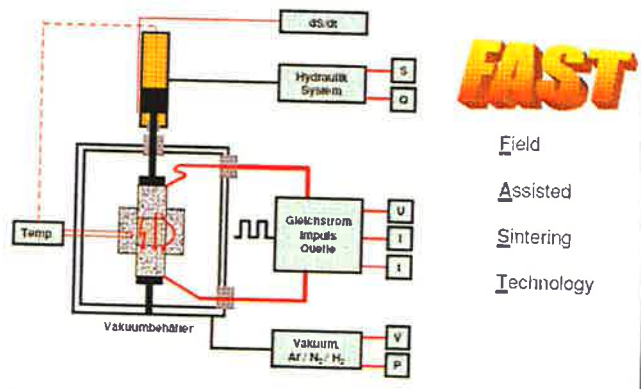


Bild 1: Das SPS/FAST-Prinzip: Spark-Plasma-Sintern

Die Basistheorie der SPS/FAST-Erwärmung fußt auf der Hypothese, dass der über das Werkzeug eingeleitete Impulsstrom an den Korngrenzen der Ausgangspulverpartikel zur partiellen Erwärmung und zur Bildung eines elektrischen Feldes mit Plasmaeffekt führt (Schematische Darstellung siehe **Bild 2**). Dabei spielen die Art und Form des elektrischen Impulses, sowie dessen Dauer und Höhe

eine entscheidende Rolle bei der Erreichung des gewünschten SPS-Effektes. Inwieweit die vorliegenden theoretischen Annahmen 1:1 in die Praxis übertragbar sind, ist nicht in allen Details wissenschaftlich zweifelsfrei geklärt. Beobachtungen während des Verdichtungsvorganges weisen jedoch sehr stark auf die Existenz der angenommenen Ursache-Wirkung-Beziehungen hin. Dies trifft insbesondere für Werkstoffe zu, die den elektrischen Strom leiten bzw. partiell leiten, aber auch für keramische Werkstoffe, die erst im Hochtemperaturbereich elektrisch leitende Eigenschaften aufweisen. [1, 2]

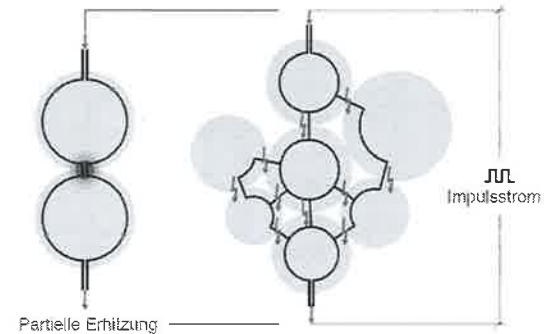


Bild 2: Das theoretische Prinzip der FAST-Erwärmung

Wie oben erwähnt, stellt die programmierbare Gleichstromimpulsquelle einen wesentlichen Faktor für den Erfolg des FAST-Prozesses dar. So wurde ihr bereits zu Beginn der umfangreichen Konstruktionsarbeiten zur Gesamtanlage größte Aufmerksamkeit gewidmet. Ein erklärtes Ziel der F&E-Arbeiten war von Anfang an, eine im Gegensatz zur vergleichsweise starren Funktion der Sumitomo-Stromversorgung grundlegend flexiblere Impulsstromquellen zu entwickeln, die es dem Gesamtsystem ermöglichen, den jeweiligen Anforderungen der unterschiedlichsten Anwendungen gerecht zu werden, um den gewünschten SPS-Effekt zu erlangen. Den Entwicklern und Konstrukteuren bei FCT Systeme kam hierbei zugute, dass sie einerseits auf umfangreiches Unternehmens-Know-how zum Bau von Höchsttemperaturanlagen zurückgreifen konnten sowie auf die erst seit wenigen Jahren verfügbaren schnellen Transistorleistungshalbleiter (IGBT).

Bild 3 zeigt den prinzipiellen Aufbau eines Leistungsteils wie es heute erfolgreich bei FAST-Anlagen eingesetzt wird. Es ermöglicht eine symmetrische Belastung des Versorgungsnetzes und verhindert eine Phasenverschiebung am Netz ($\cos \varphi$), was insbesondere bei hohen Betriebsleistungen, wie sie für die praktische FAST-Anwendung notwendig werden, von großem Vorteil ist.

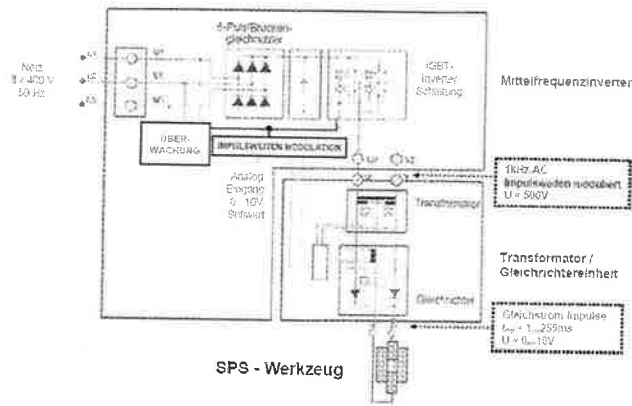


Bild 3: Programmierbare Gleichstrom-Impuls-Quelle (Leistungsteil)

Die oben beschriebene Schaltung ermöglicht die problemlose Erreichung der gewünschten Gleichstromimpulse mit kurzer Impulsdauer. Jedoch sind Impulsverformungen durch den nachgeschalteten Hochstromtransformator nicht völlig zu umgehen (Ausgangsstrom: 10 bis 60 kA) (**Bild 4**).

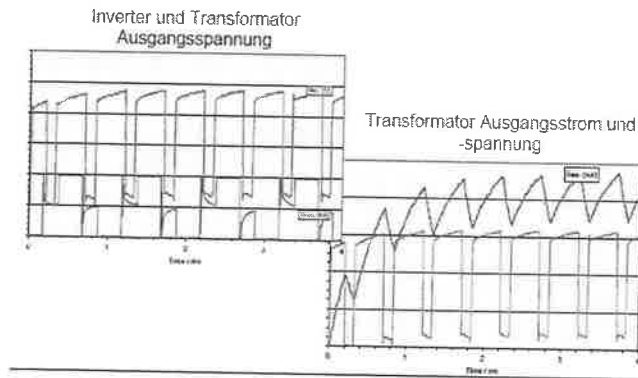


Bild 4: Entstehung der Gleichstromimpulse

Bild 5 zeigt sehr deutlich die hohe Flexibilität der eingesetzten Gleichstrom-Impuls-Quelle nach dem vorgestellten Prinzip, wobei Impulsform, -länge und -pause sowie Impulsgruppenlänge und -pause innerhalb sehr weiter Bereiche flexibel eingestellt werden können, um den erwünschten SPS-Effekt voll ausschöpfen zu können. Diese Eigenschaften des Leistungsteils bedingen die hohe Flexibilität des Gesamtsystems und dessen Eignung zur Entwicklung und Produktion neuer Hochleistungswerkstoffe.

Eine ausgereifte Software unterstützt den Anwender bei der Nutzung des breiten Anwendungsspektrums.

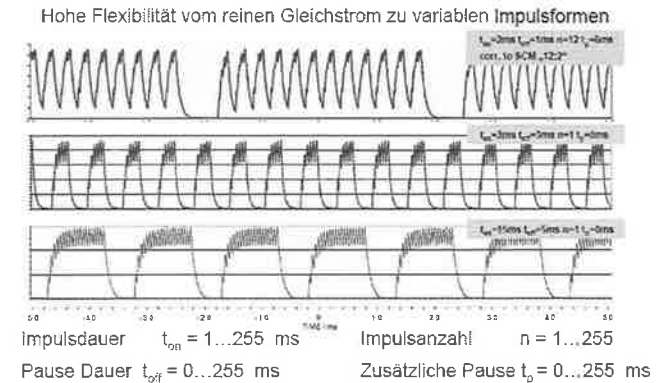
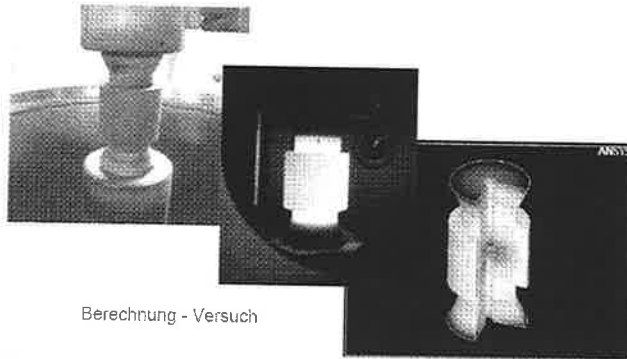


Bild 5: Impulsform Modulation

Bereits in der Anfangsphase der Entwicklungsarbeiten wurde schnell erkannt, dass dem prognostizierten engen Zusammenhang zwischen der Werkzeugauslegung, dem Bauteilwerkstoff (Pressling) und der Energieversorgung der Anlage besondere Beachtung zuteil werden muss. Detaillierte Kenntnisse der Einfluss nehmenden Parameter, sowohl verfahrenstechnisch als auch werkstoffbezogen, sind Voraussetzung für eine gezielte und erfolgreiche Entwicklung des FAST-Erwärmungsprozesses. Der Simulation des Erwärmungsprozesses kommt deshalb von Anfang an höchste Priorität zu, worauf später noch eingegangen wird. Bereits erste Arbeiten belegten den erwarteten und wesentlichsten Unterschied zu klassischen Sinterverfahren (insbesondere der mit der FAST-Technik verwandten Heipresstechnik), resultierend aus der direkten Beheizung von Werkzeug und Pressling.

Zeitaufwendige F&E-Arbeiten, die anfangs vorwiegend nach dem Trial- und Error-Prinzip durchgeführt wurden, brachten letztendlich die ersten gewünschten Erfolge. Durch den Einsatz homogenerer Ausgangswerkstoffe wurden mithilfe der FEM-Methode (Finite-Element-Methode) zur Simulation der Wärmeverteilung in Werkzeug und Versuchskörper wichtige Erkenntnisse zur SPS/FAST-Theorie gewonnen, auf deren Basis gezielt weiterführende Arbeiten zur praktischen Anwendung (reale Bauteile) forciert werden konnten (**Bild 6**). [3, 4, 5, 6]



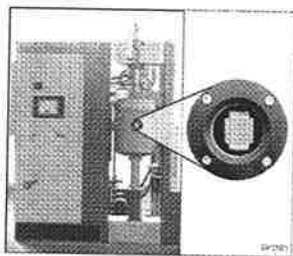
Berechnung - Versuch

Bild 6: Simulation des FAST – Erwärmungsprozesses
(v. l.: Werkzeug vor und während des Prozesses, FEM-Simulation)

Im Rahmen des erwähnten European Research Programms zur Entwicklung der FAST-Technik (2002 – 2006) lag das besondere Augenmerk - auch aufgrund der vorliegenden Unternehmenskernkompetenz - auf der Verdichtung von keramischen Werkstoffen, Verbundwerkstoffen und Kompositmaterialien für Verarbeitungstemperaturen bis 2200°C.

Bereits im September 2003, nach relativ kurzer Entwicklungszeit, wurde die erste Versuchsanlage fertig gestellt – als erste europäische Eigenentwicklung (**Bild 7**). Sie ist mit einem Leistungsteil mit 10.000 A Stromstärke ausgestattet und erlaubt maximale Presslingsdurchmesser von 80 mm.

European research program "FAST" 2002 - 2006



Entwicklungsziel: Keramiken bis 2200°C
 Projektnummer: GRD1-2001-40737
 Anlagentyp: HP D 25/0
 Hauptmerkmale: 10kA, 80mm Ø, 2200°C, 250 kN
 Einsatzbereit: 09/2003

Bild 7: Die erste Europäische SPS-Anlage

Trotz notwendiger umfangreicher Modifikationen der Energieversorgung zur Bewältigung der ungewöhnlich hohen Stromstärken bei gleichzeitig kurzen Gleichstromimpulsen, erfüllte diese Anlage alle in sie gesetzten Erwartungen. Sie

bildete den Ausgangspunkt für die erfolgreiche Weiterentwicklung des SPS/FAST-Konzeptes für praktische industrielle Anwendungen.

3. Anlagenentwicklung FAST/ SPS

Aufbauend auf den gewonnen Erkenntnissen der zweijährigen Entwicklungsphase, wurde mit dem gezielten Aufbau einer eigenen FAST-Anlagenfamilie begonnen, die sich im Kern an den Anforderungen aus Forschung und anwendender Industrie orientiert (**Bild 8**). Der ersten Prototyp (HPD 250/1) verfügt über eine maximale Presskraft von 2500 kN. Er eignet sich insbesondere für die produktorientierte Anwendung in Forschung und Entwicklung, wenn, abgesehen von rein werkstoffspezifischen Aspekten, die Bauteileigenschaften eine wichtige Rolle spielen (z.B. Biegefestigkeit, Zeitstandfestigkeit, Zugfestigkeit etc.).

Bereits nach kurzer Zeit entstand in der Industrie der Wunsch nach differenzierteren Anlagen. Zum einen verlangte man nach kleineren Anlagen, die einen hohen Output bei kurzer Zyklendauer ermöglichen, und zum anderen nach großen Anlagen für Einsatztests mit großformatigen Bauteilen. Auffallend war auch das Interesse industrieorientierter Institute an großen Anlagen mit Presskräften von bis zu 250 t für bauteilnahe Entwicklungsarbeiten.

Zwei maßgebliche Anlagenkonzepte befinden sich augenblicklich in der Entwicklungsphase:

- eine quasi kontinuierlich arbeitende FAST-Anlage mit Durchmessern bis 300 mm und Zykluszeiten von 5 bis 10 Minuten sowie
- verschiedene schnell laufende Anlagen in Anlehnung an die TPA-Technik mit Zykluszeiten von 1 bis 3 Minuten bzw. 5 bis 10 Sekunden.

Diese Anlagen sind für die industrielle Fertigung konzipiert. Veröffentlichungen zu diesen Neuentwicklungen sind in Kürze geplant.

Für die industrielle Umsetzung von werkstoffspezifischen Entwicklungsarbeiten steht heute eine FAST-Anlage mit 2500 kN Presskraft, 60000 A max. Impulsstrom und 400 kW Leistung zur Verfügung (HPD 250, **Bild 9**). Eine solche Anlage wird gegenwärtig beim Fraunhofer IFAM, Dresden zur Durchführung von Grundsatzversuchen eingesetzt.

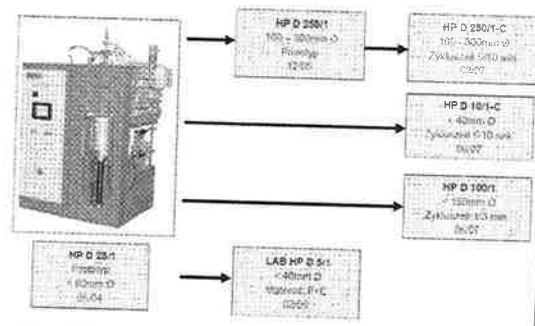
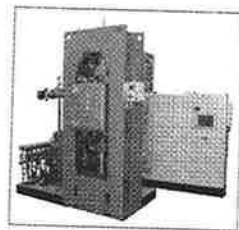


Bild 8: Die FAST-Anlagenfamilie HPD

Die Eignung dieser Hochleistungsanlagen zur Herstellung realer Bauteile aus keramischen und pulvermetallurgischen Werkstoffen sowie Kompositen und Verbundwerkstoffen ist in vielen Bereichen bereits bestätigt [7, 8]. Die „Kinderkrankheiten“ dieses Anlagentyps -hauptsächlich bedingt durch Schwierigkeiten im Zusammenhang mit den extrem hohen Stromstärken und Anwendungstemperaturen (2200°C) - sind behoben. Während an der Entwicklung industrierelevanter Konzepte kontinuierlich weitergearbeitet wird, steht als nächster Schritt die Serienfertigung von Bauteilen mit sehr spezifischen Werkstoffeigenschaften an.

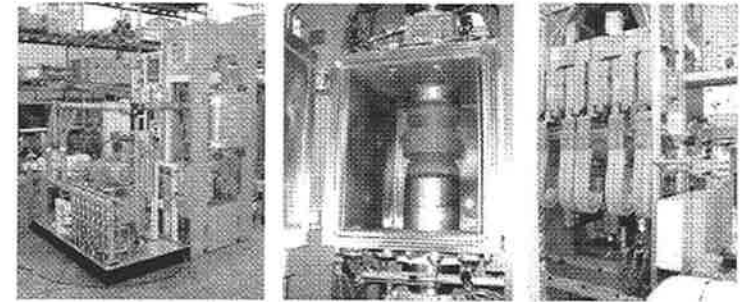


Type: HP D 250:

| | | |
|--------------------|------------------------------|-------|
| Werkstück - Ø max. | 300 | mm |
| Presskraft | 20 - 2500 | kN |
| Steinweg | 0 - 200 | mm |
| Verdricht. Geschw. | 0 - 4 | m/min |
| Arbeitstemperatur | RT - 2.400 | °C |
| Arbeitsdruck | 5 · 10 ⁻² - 1.100 | mbars |
| Impulsspannung | 0 - 10 | V |
| Impulsstrom | 0 - 60.000 | A |
| Leistung max. | 400 | kW |
| Impulsdauer | 1 - 1000 | ms |
| Impulspause | 0 - 1000 | ms |

Bild 9: Das FAST Production System

Bild 10 vermittelt einen Überblick über das technische Prinzip der FAST-HPD 250, die hochpräzise Hydraulik, das schnelle Vakuumsystem und die für das Verfahren unerlässliche Hochstromversorgung.



Hydraulik / Vakuum Pressraum Hochstromversorgung

Bild 10: FAST (SPS)-Produktionsanlage: 60 000 A

Folgende Entwicklungsziele sind Bestandteil weiterführender Arbeiten: die sichere Beherrschung einer maximalen Temperatur von 2200°C, ein hoher Energieeintrag pro Zeiteinheit und - vor allen Dingen - eine sichere und stabile Prozessführung. Insbesondere der Verkürzung der Gesamtprozesszeit als entscheidendem Wirtschaftlichkeitsfaktor kommt höchste Bedeutung zu.

4. Einfluss der Temperaturmessung

Wie bei allen thermischen Konsolidierungsverfahren kommt der Temperaturmessung höchste Bedeutung zu. Aufgrund der außergewöhnlich schnellen FAST-Prozessabläufe sind altbewährte Temperaturmessverfahren häufig nicht mehr einsetzbar. So musste teilweise sogar auf vergleichende Messungen (Energieeintrag) zurückgegriffen werden - bei sehr hohen Prozessgeschwindigkeiten letztlich die einzig praktikable Lösung. Entscheidend für die Qualität der Temperaturmessung ist die Positionierung der Messstellen, um aussagekräftige Temperaturmesswerte „physikalisch sauber“ und korrelierbar zu erfassen.

Beim klassischen Heißpressverfahren ergibt sich während des Prozesslaufes unter Einbringung der Joule'schen Wärme von außen (durch Induktions- oder Widerstandsheizung) insbesondere bei großvolumigen Bauteilen ein erheblicher Temperaturgradient (räumlicher Temperaturunterschied) zwischen den Randpartien und dem Kern des Presslings. Bedingt durch diese Tatsache, hat die Herstellung großvolumiger Bauteile mittels Heißpresstechnik Grenzen in punkto Bauteilhomogenität und Werkstoffeigenschaften. Zudem benötigt ein Heißpresszyklus vergleichsweise viel Zeit, da mit der eigentlichen Druckaufbringung erst nach angemessener Temperaturengleichzeit sinnvoll begonnen werden kann.

Diese beiden Schwachpunkte der Heißpresstechnik, Bauteilinhomogenität und lange Zykluszeiten, können mithilfe des SPS/FAST-Verfahrens umgangen werden. Hier kann die Kraftaufbringung sowohl einstufig (volle Presskraft von Anfang an) oder auch mehrstufig erfolgen, wobei bei optimaler Prozess- und Werkzeuggestaltung ersteres zu bevorzugen ist (Bild 11).

Für die zwangsläufig hohen Aufheizgeschwindigkeiten, die zur Erreichung der anvisierten Werkstoffeigenschaften bei gleichzeitiger Zykluszeitverkürzung erforderlich sind, ist, wie erwähnt, eine optimale Temperaturmessung extrem bedeutsam. So wurde, abgeleitet von eigenen erfolgreichen Heißpresskonzepten, ein Messkonzept entwickelt, welches die Messung der Temperatur direkt am zu verdichtenden Werkstück ermöglicht. Für die schnelle SPS-Technik ist dies der einzig obligate Weg.

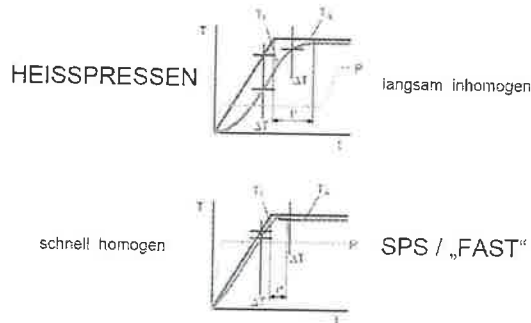


Bild 11: Temperaturhomogenität: Heißpressen und FAST im Vergleich

Bild 12 zeigt den Einfluss der Messstelle auf die „Qualität“ der Temperaturmessung. Bei Einsatz eines relativ kleinen Presswerkzeugs und bei einer Arbeitstemperatur von 1500°C führt die Messung im Außenbereich des Werkzeuges - wie auch bei der Heißpresstechnik üblich - im Vergleich zur Messung direkt am Werkstück - wie bei der FAST-Technik - zu beachtlichen Temperaturmessdifferenzen von mehr als 200°C. Dies hätte naturgemäß Auswirkungen auf die Temperaturregelung während des Prozesses und die Prozessinterpretation. Wie ebenfalls aus Bild 12 ersichtlich, sind heute, dank moderner Temperaturregelsysteme (Thermoelement und/oder Pyrometer), Temperatureinstellungen mit sehr geringen Abweichungen am Werkzeug bzw. am Werkstück möglich.

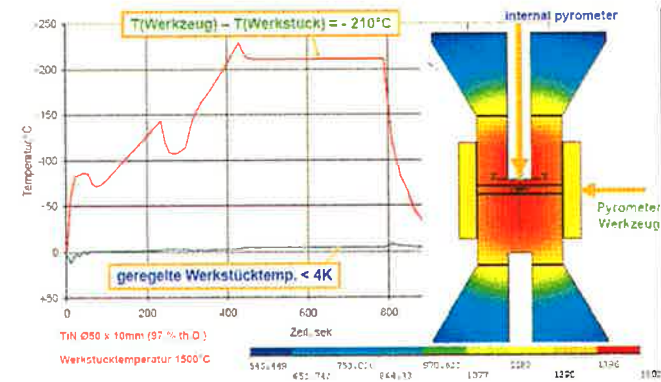


Bild 12: Werkzeug- und Werkstück-Temperatur: ΔT

Ein wesentliches Potential der schnellen SPS-Technik besteht in der Möglichkeit, sehr feine, dichte Gefüge erzeugen bzw. die Struktur der Ausgangspulver im fertigen Pressling nahezu erhalten zu können. Der Grund hierfür liegt in den kurzen Zykluszeiten. Unnötig zu erwähnen, dass hierfür eine exakte Temperaturmessung und folglich eine ausgefeilte Regelungstechnik unerlässlich ist. Dies sei am Beispiel eines Submikron-Siliciumnitridpulvers (YAG) veranschaulicht (Bild 13).

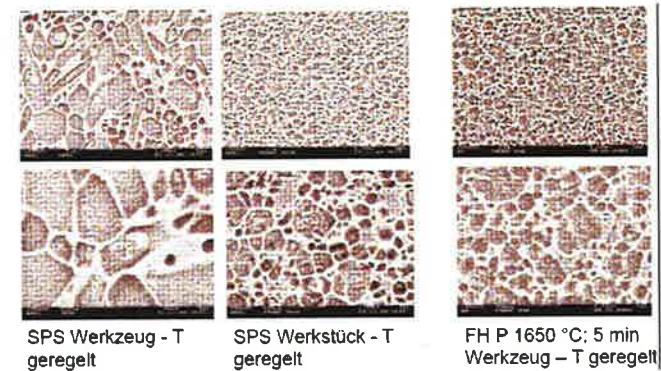


Bild 13: Submikron-Si₃N₄: SPS-gesintert (Temperaturregelung am Außenwerkzeug und am Werkstück direkt) und heißgepresst (Temperaturregelung am Werkzeug)

Zur Verifizierung der oben genannten Ergebnisse wurde ein weiterer Versuch durchgeführt, in einer sehr schnellen Heißpressanlage mit relativ kleinformatigen

Probeteilen aus Siliciumnitrid. Neben der visuellen Beurteilung des Gefüges ist auch die Messung des α -/ β -Phasenbestandes des resultierenden Presslings sehr aussagekräftig (Bild 14). Das Verhältnis von α - Si_3N_4 zu β - Si_3N_4 erlaubt deutliche Rückschlüsse auf die reale Arbeitstemperatur am Werkstück: Temperaturdifferenzen von mehr als 200°C sind wahrscheinlich.

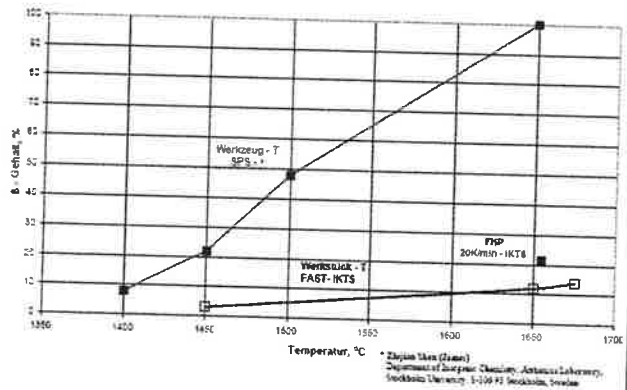


Bild 14: Standard-Siliciumnitrid (E10): SPS-gesintert und heißgepresst

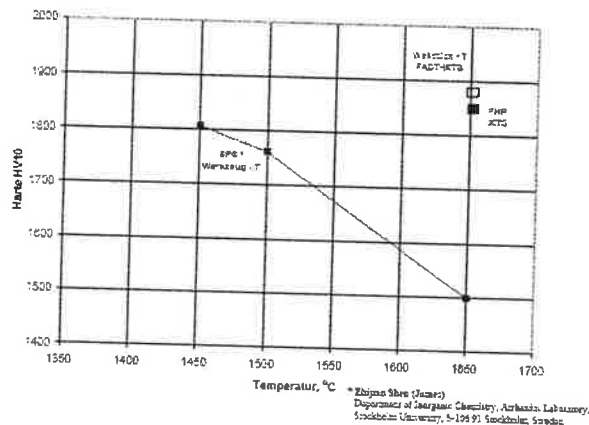


Bild 15: Vickershärte im Vergleich zur Temperaturmessstelle

Auch die Härtemessung der resultierenden Bauteile unterstützt diese Vermutung (Bild 15). Eine schnelle Prozessführung unter Einbeziehung der effektiven Arbeitstemperatur am Werkzeug führt bei der SPS-Technologie zudem zu deutlich besseren Härtewerten, und dies bei signifikant niedrigeren Sintertemperaturen.

Bedeutsam sind auch hier wieder die sehr ähnlichen Erscheinungsformen der SPS- und der schnellen Heißpresstechnologie. Für die Weiterentwicklung des FAST-Konzepts bedeutet die Kenntnis der effektiven Temperatur am Werkstück eine wichtige Voraussetzung zur richtigen Interpretation der Versuchsergebnisse und somit deren Übertragung in die Praxis.

Ähnliche Versuche, die das oben genannte bestätigen, wurden am Fraunhofer IKTS in Dresden durchgeführt. Gemessen wurde hierbei der Einfluss der Temperaturdifferenz zwischen Werkstück- und Werkzeugtemperatur auf Werkstoffgefüge und -härte über das Gleitverschleißverhalten (Bild 16).

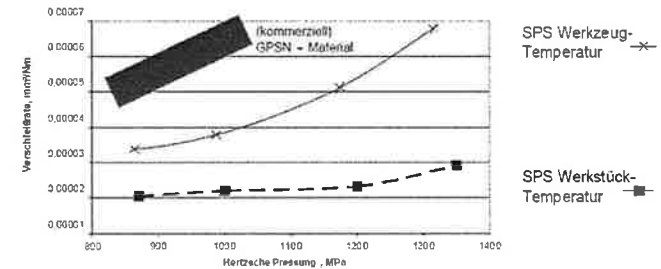


Bild 16: Gleitverschleißverhalten von Siliciumnitrid, ungeschmiert
 $= f(T_{\text{Messstelle}})$

Hier wird bereits der Vorteil der SPS-Technik hinsichtlich der Gefügeausbildung gegenüber kommerziellen gasdruckgesinterten Werkstoffen deutlich, auch das darin steckende Potential. Alle Versuche wurden in relativ kleinen Werkzeugen mit Durchmessern von etwa 50 mm durchgeführt (Bild 16). Im Folgenden wird auf die Temperaturhomogenität im Pressling eingegangen.

5. Werkzeug/Werkstoff-Wechselwirkungen

Die bei kleinen Bauteilen noch relativ unkritische Temperaturverteilung - im Werkstück bzw. Werkzeug - wird bei größeren Bauteilen zum entscheidenden Kriterium. Bereits erste Versuche mit überschlägig berechneten Werkzeugen auf Graphitbasis brachten das Problem der unzureichenden Temperaturhomogenität im Pressling zu Tage. Besonders deutlich fällt der Temperatureinfluss auf die thermischen und elektrischen Eigenschaften des zu verdichtenden Werkstoffes auf. Diesem Einfluss wurde in der Folge große Aufmerksamkeit gewidmet, im Speziellen den Werkstoffveränderungen während des Verdichtungs Vorganges. Dies war sehr zeitaufwendig und erforderte die Entwicklung neuer Messmethoden. Ausgehend von der Packungsdichte im vorverdichteten Zustand, verändern sich diese Eigenschaften in mehreren 10-er Potenzen während des Verdichtungs Vorganges, sowohl bestimmt durch die einwirkende Temperatur und den Press-

druck als auch durch die daraus resultierende Dichte und den Gefügezustand. Demnach sind für „neue Werkstoffe“ jeweils entsprechende Basistests notwendig, um die relevanten Eigenschaften zumindest im groben Umfang zu ermitteln und somit theoretische Berechnungen über den Ablauf des SPS-Prozesses zu ermöglichen.

Die mittlerweile zur Verfügung stehenden theoretischen Arbeiten in Verbindung mit den vorhandenen neuen Messmethoden und die Anwendung der Finite Element-Simulation (Bild 17) stellen eine wichtige Basis zur Auslegung des Systems Bauteilwerkstoff/Werkzeugwerkstoff dar. Die Spezifikation von Werkzeuggeometrie und -material, insbesondere der Pressstempel und des Anlagenstempels, sind hier von entscheidender Bedeutung. Die bisherigen Arbeiten beziehen sich auf Situationen, bei denen das gefüllte Werkzeug vor dem Prozess in die Anlage eingebracht und nach dem Prozess wieder entfernt wird. Zurzeit anlaufenden Arbeiten dienen dem Zweck, fest montierte FAST-Werkzeuge hinsichtlich der thermischen und elektrischen Eigenschaften so zu optimieren, dass im wiederkehrenden Prozess ein stabiler Betriebszustand erreicht wird, der zu homogenen Presslingen führt und zugleich die FAST-Anlage im Dauerbetrieb nicht überlastet.

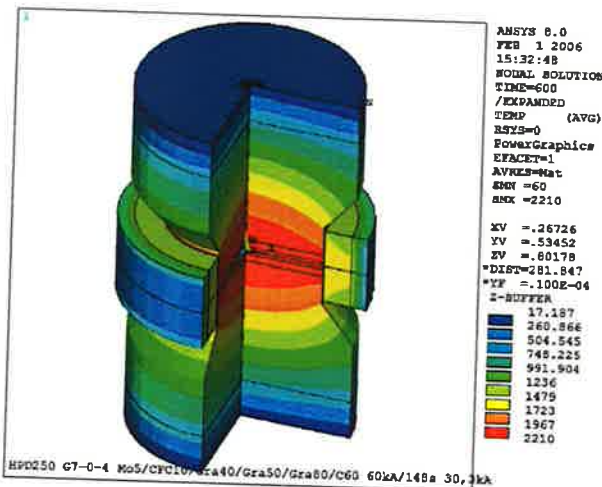


Bild 17: FEM-Simulation der Aufheizphase

Aus der großen Palette der Werkstoffe, die über das FAST-Verfahren verdichtet werden können, ergibt sich in Verbindung mit den verschiedenen vorstellbaren Werkzeugmaterialien ein außerordentlich breites Spektrum. Entsprechend groß ist die Anlegung der elektrischen Eigenschaften dieser Werkstoffe. Zur Verdeut-

lichung dieses Sachverhalts werden in Bild 18 die elektrischen Leitfähigkeitswerte einer kleinen Auswahl wesentlicher Werkstoffe aufgezeigt (bei Raumtemperatur).

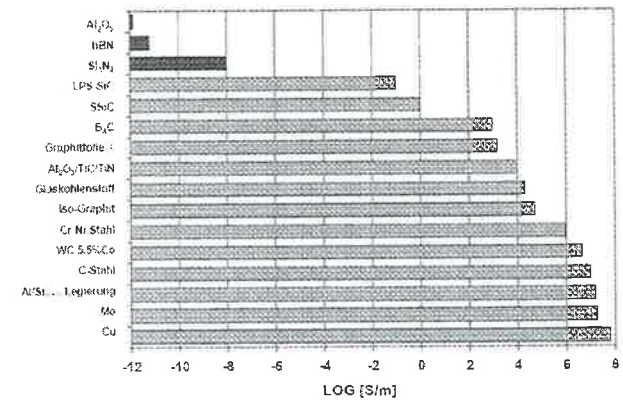


Bild 18: Elektrische Leitfähigkeit verschiedener Werkstoffe (bei RT)

Für praxisnahe, exakte Berechnungen sind naturgemäß nicht die Werte bei Raumtemperatur, sondern die bei den während des Verdichtungsprozesses vorherrschenden Temperaturen relevant. Bild 19 veranschaulicht die Temperaturabhängigkeit der elektrischen Widerstandswerte am Beispiel eines Kupfer-Chrom-Werkstoffes, der sich zurzeit für den Einsatz als Kontaktwerkstoff in der Entwicklung befindet. Die Werte wurden eigens während eines FAST-Prozesses in einer HPD-Anlage ermittelt.

Am Rande sei erwähnt, dass auch die Dichte des Probenmaterials einen Einfluss auf dessen elektrische Leitfähigkeit hat.

Der Einsatz von Graphitwerkstoffen für die Werkzeugauslegung ist eine logische und vom Prinzip her richtige Schlussfolgerung. Dennoch ist Graphit nur als Ausgangsbasis für weitere Entwicklungen zu sehen, denn einige Eigenschaften des Graphits, wie beispielsweise sein Kriechverhalten, Übergangswiderstände und vor allen Dingen das Verschleißverhalten, lassen die Suche nach besser geeigneten Werkstoffen, die einen reproduzierbaren Dauerbetrieb des FAST-Verfahrens sicherstellen, angehen sein.

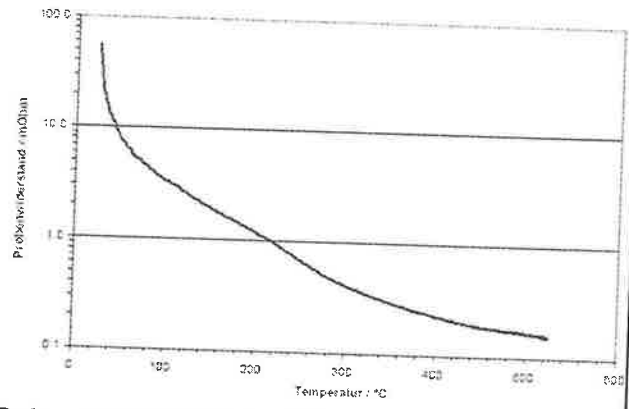


Bild 19: Probenwiderstand $\text{Cu}_{25}\text{Cr} = f(T)$

Die Stromdichte innerhalb des Pressstempels und des Presswerkzeuges stellt in einem begrenzten Bereich auch einen Maßstab für die graduelle Erwärmung von Werkzeug und zu verdichtendem Material dar (Darstellung des Stromverlaufs: Bild 20). Dauerhaft stabile Betriebszustände können durch den Einsatz von elektrisch isolierenden Pressaußenmänteln erreicht werden. Auf diese Weise erhält man reproduzierbare Prozessergebnisse, jedoch zwangsläufig auch einen starken Einfluss auf die Stromdichteverteilung innerhalb der Pressstempel, was zwingend in die Werkzeugberechnungen einfließen muss. Bei großformatigen Bauteilen - nach aktuellem Entwicklungsstand Durchmesser bis 250 mm - wird mit beiden Varianten, also dem elektrisch leitenden und dem nicht leitenden Werkzeugmantel gearbeitet. Nach aktuellem Entwicklungsstand werden dem nicht leitenden Werkzeugmantel größere Erfolgchancen für den Dauerbetrieb eingeräumt. Zu beachten sind auch die sehr hohen Stromdichten, die bei ungenauer Anpassung des Werkzeugs, z.B. durch falsche oder ungenaue Toleranzangaben, zu fehlerhaften, respektive stark inhomogenen Resultaten führen kann, dies sowohl im Niedrigtemperaturbereich bis 500°C (z.B. Aluminium) als auch im Hochtemperaturbereich bis 2200°C (z.B. Wolframcarbid).

Die starke Abhängigkeit des Prozessergebnisses von den elektrischen Eigenschaften des Presswerkzeugs und des Presslings bedingt die notwendigerweise hohe Abstimmungsgenauigkeit der Prozessparameter. Generell wird das Arbeitsfeld der FAST-Anlagen hinsichtlich maximaler Spannung und maximaler Stromstärke begrenzt durch die erreichbaren und letztlich in das Werkstück übertragbaren Leistungswerte. Infolgedessen haben die elektrischen Eigenschaften von Werkzeug und Pressling einen wichtigen Einfluss auf die Dauer des Gesamtprozesses.

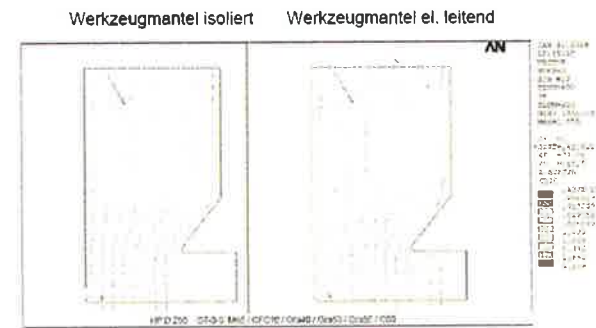


Bild 20: Stromverlauf im Presswerkzeug

Der elektrische Widerstand der Pressstempel und des zu verdichtenden Werkstoffes wiederum beeinflussen die geometrische Auslegung und die Möglichkeiten, einen optimalen Anlagenbetrieb sicherzustellen. In Bild 21 ist der Werkzeugwiderstand in Abhängigkeit von der Anlagenleistung dargestellt. Der rotschraffierte Bereich kennzeichnet den begrenzten Arbeitsbereich, in dem ideale Prozessergebnisse erzielt werden. Überschreitung führt zu extrem hohem Energieverlust über die Pressstempel; bei Unterschreitung ist die Energieaufnahme zu gering, was zu inakzeptabel langen Prozesszeiten führt.

Die „Feineinstellung“ dieses optimalen Arbeitsbereiches erfolgt über die Werkzeug- und Werkstoffeigenschaften. Grundsätzlich werden vor der Werkzeugkonstruktion entsprechende Berechnungen durchgeführt, ggf. zusätzliche Messungen zur Eingrenzung bekannter Erfahrungswerte.

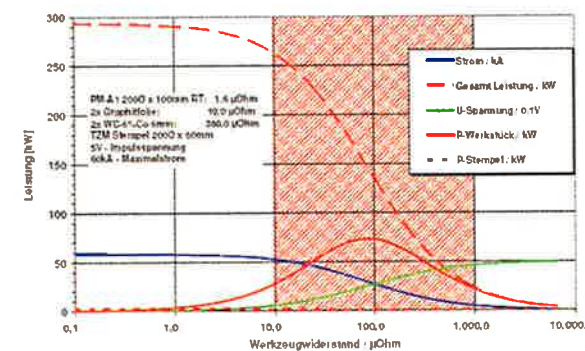


Bild 21: Einfluss der elektrischen Leitfähigkeit (Beispiel)

Die produzierende Industrie fordert zunehmend Bauteile mit speziellen Eigenschaften, z.B. nanostrukturelle Eigenschaften, extreme Feinkörnigkeit oder äußerste Bauteilhomogenität bei gleichzeitig hoher Dichte. Extreme Bauteileigenschaften stellen naturgemäß extreme Anforderungen an die Betriebsparameter, die Werkzeugauslegung und die Werkstoffpräparation.

Erste Versuche mit Presslingen (Ø 200 mm) aus feinstem Wolframcarbid (cobaltfrei) ergaben trotz Erreichung hoher absoluter Dichtewerte (>99% theoretische Dichte) ausgeprägte - und folglich für die intendierte Anwendung untolerierbare - Schwankungen in der Dichteverteilung. Weitere Optimierungsarbeiten hinsichtlich Werkzeugauslegung und Prozesstechnik wurden daher als notwendig befunden mit dem klaren Ziel, die bestmögliche Bauteilhomogenität zu realisieren. Dies wurde im Wesentlichen über die Werkzeugauslegung erreicht. Heute ist es möglich, mit großen Werkzeugen (z.B. Ø 200 mm) eine gute Temperaturhomogenität (Abweichungen kleiner 20 °C) bei gleichzeitig geringer Dichte- (< 0,5%) und Härteabweichung (< 10 %) zu erreichen (Bild 22, 23).

Es sei noch einmal ausdrücklich darauf hingewiesen, dass jeder Bauteilwerkstoff die Ausarbeitung eines eigenen Werkzeugkonzeptes bedingt. Selbst geringfügige Schwankungen der Rohstoffeigenschaften, die bei Einsatz anderer Fertigungstechniken durchaus tolerierbar wären, können beim SPS/FAST-Verfahren signifikante Veränderungen des Werkzeugkonzeptes erforderlich machen.

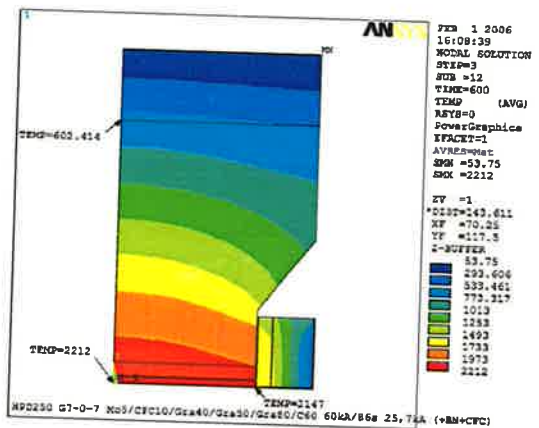


Bild 22: Finite Element Simulation (ΔT -Minimierung)

$T = 2000^\circ\text{C}$
 $\Delta T = 65\text{ K}$
 Bauteil-Ø: 200 mm

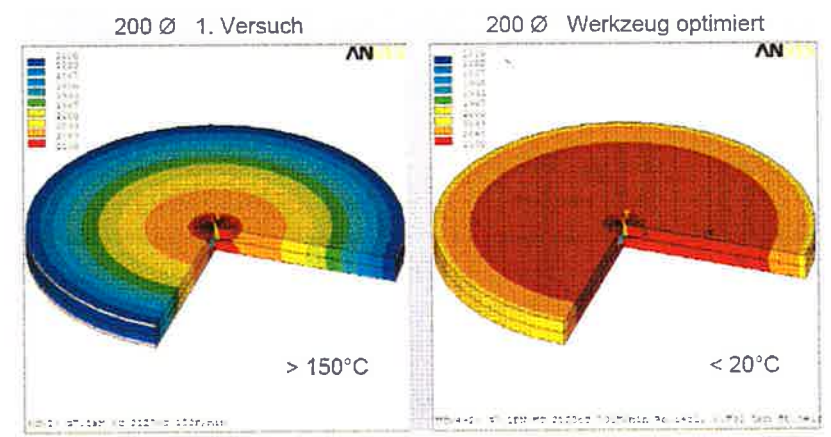


Bild 23: Temperaturverteilung in einem Werkzeug Ø 200 mm, 2100°C, 100 K/min

Alle speziellen „SPS-Effekte“ wurden bisher fast ausschließlich an leitfähigen Werkstoffen beobachtet. Ein Großteil der keramischen Werkstoffe besitzt eine relativ geringe elektrische Leitfähigkeit, die nochmals durch die Porosität im Anfangsbereich der Verdichtung reduziert wird. Das hat zur Folge, dass der überwiegende Teil des elektrischen Stromes nicht durch den Werkstoff sondern durch das leitfähige Presswerkzeug fließt. In Bild 24 sind die berechneten Anteile des Stroms durch den Werkstoff im Vergleich zum Gesamtstrom dargestellt. Diese Berechnung berücksichtigt noch nicht den Einfluss der Porosität.

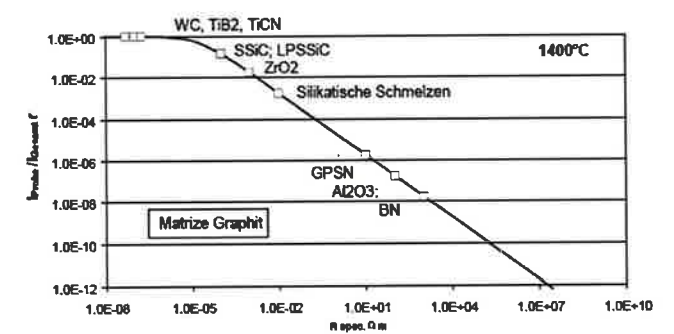


Bild 24: Berechnete Anteile des Stroms durch den Werkstoff im Vergleich zum Gesamtstrom für verschiedene keramische Werkstoffe (Werkzeug aus Graphit) [9]

Mit Ausnahme der Hartmetalle, Übergangsmetallcarbide und vieler Boride ist der direkte Stromdurchgang durch den Werkstoff gering. Das hat zwei Konsequenzen: für diese Werkstoffe wird es insbesondere bei schnellen Aufheizraten und großen Dimensionen der Probe zu thermischen Gradienten im Werkstoff kommen und zweitens sind die eigentlichen SPS-Effekte kaum zu erwarten. Eigene Messungen an Si_3N_4 -Werkstoffen, hat gezeigt, dass zumindest Dimensionen bis 60 mm Durchmesser und Aufheizgeschwindigkeiten bis 100 K/min zu homogenen Werkstoffen führen [10].

Die in der Literatur berichteten Effekte der drastischen Reduzierung der Sinter-temperatur sind kritisch zu hinterfragen. Sie sind zum Teil durch die Art der Temperaturmessung bedingt. Als reale Effekte sind aber der Einfluss des Druckes auf die Verdichtung (Bild 25) (ähnlich dem Heißpressen) und das Verhindern der Reduktion der Sinteraktivität durch Oberflächendiffusion und Kornwachstum in der Aufheizphase zu nennen.

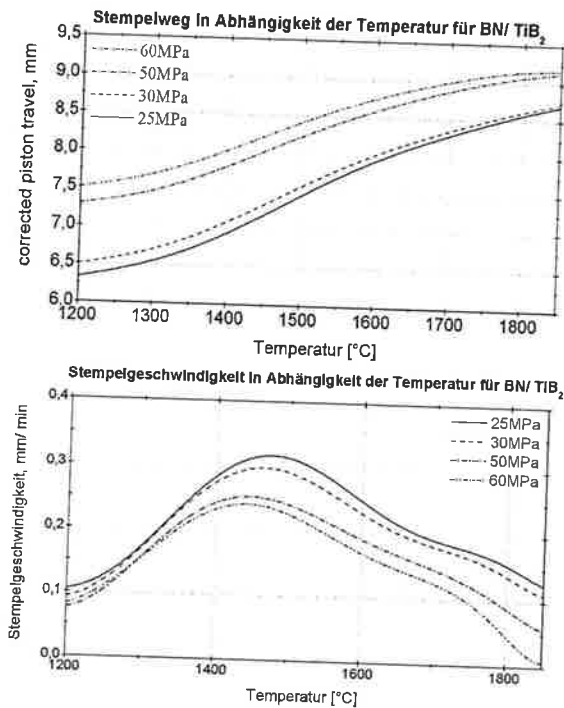


Bild 25: Verdichtung von BN/TiB₂-Kompositen als Funktion des Druckes. Das Maximum der Verdichtungstemperatur wird deutlich durch den Druck reduziert

Dessen ungeachtet sehen wir in der Methode ein großes Potential für vielfältige Anwendungen auch bei keramischen Werkstoffen. Das sind insbesondere:

Werkstoffe, die auch zurzeit heißgepresst werden (z.B. BN, TiB₂/BN-Komposite, SiC- whiskerverstärktes Al₂O₃, B₄C). Durch die erreichbaren kurzen Zykluszeiten ergeben sich hier Möglichkeiten der endkonturnahen Fertigung und Einsparungen bei der Finishbearbeitung. Erste Untersuchungen im IKTS haben gezeigt, dass die homogene Verdichtung von BN/TiB₂-Kompositen zumindest bis zu Probendurchmessern von 80 mm möglich ist und auch nichtrotationssymmetrische Bauteile homogen verdichtet werden können.

Die kurzen Zykluszeiten und der Pressdruck, welcher bis zu 100 MPa oder mehr erreichen kann, erlaubt die Verdichtung von Nanomaterialien mit minimalem Kornwachstum. Dies ermöglicht die relative kostengünstige Herstellung von Nanowerkstoffen und Bauteilen. Neben der Herstellung der Nanowerkstoffe kann man die Methode nutzen, um keramische Werkstoffe mit definierter Struktur über Sinterschmieden (superplastische Formgebung) herzustellen [11, 12, 13].

Die kurzen Zykluszeiten im Minutenbereich erlauben neue Werkstoffkonzepte für verschiedenste Anwendungen in weiten Bereichen (z.B. Schneid- und Verschleißwerkstoffe, Biowerkstoffe, Multifunktionswerkstoffe). So gibt es erste Arbeiten zum Verdichten von Diamant bzw. cBN/WC/Co-Kompositen [14, 15, 16], die mit konventionellen Methoden nicht herstellbar sind. Im Bereich der Biowerkstoffe wurde z.B. von ZrO₂-HAP-Kompositwerkstoffen hoher Festigkeit berichtet [17]. Diese Komponenten sind mit den konventionellen Verfahren nicht co-sinterbar.

Hochdichte Funktionswerkstoffe [18] bzw. auch transparente Keramiken sind mit der Methode effektiv herstellbar.

Die Methode erlaubt die Co-Sinterbarkeit von strukturiert aufgebauten Bauteilen, wie z. B. Multilayersystemen oder auch Glühkerzen für Dieselmotoren.

Das schnelle Aufheizen, welches das FAST- System ermöglicht, kann darüber hinaus zu speziellen Mikrostrukturen in Flüssigphasen-Sinterwerkstoffen führen. Dies kann durch hohe Unter- bzw. Übersättigungen der Schmelze bedingt sein. Ob das die Ursache für die zum Teil in der Literatur gefundene schnelle Phasenumwandlung und Kornwachstum beim Verdichten von Si₃N₄-Werkstoffen oberhalb einer kritischen Temperatur ist, muss noch in weiteren Untersuchungen gezeigt werden.

Die aufgezählten Möglichkeiten sollen hier nur anhand eines Beispiels illustriert werden. Nanokristalline β -Si₃N₄-Werkstoffe zeigen ein um Faktor 3-5 reduziertes Verschleißverhalten gegenüber herkömmlichen Werkstoffen [19]. Die Herstel-

lung dieser Werkstoffe basiert auf Pulvern, die ca. dreimal teurer als konventionelle Si_3N_4 -Pulver sind. Bei niedrigen Temperaturen mit FAST verdichtete Werkstoffe zeigen einen stabil einstellbaren Anteil an $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$. Diese so mit Prozesszeiten von wenigen Minuten hergestellten Werkstoffe zeigen beim oszillierenden Reibverschleiß ähnliche Verschleißwerte wie die Nanowerkstoffe (Bild 26).

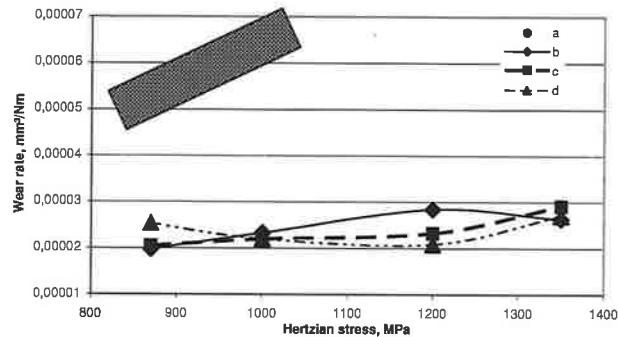


Bild 26: Reibverschleiß unter ungeschmierten Bedingungen von konventionellen (a) und nanokristallinen (b) $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Werkstoffen und von Si_3N_4 -Keramiken (hoher Anteil an metastabilem $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$), die mit SPS verdichtet wurden (c-d) [10]

6. Beispiele für FAST-Aktivitäten

Zwei wesentliche Kernziele standen bei der Weiterentwicklung des FAST-Anlagenkonzeptes im Mittelpunkt: Zum einen war ein verlässliches technisches Instrumentarium zu konzipieren, mit dessen Hilfe die angestrebten Höchsttemperaturen ohne Systemüberlastung erreicht werden können. Zum anderen sollten die Sinterzyklenzeiten extrem verkürzt werden, zum Teil bis auf wenige Sekunden.

So wurden bereits in einem frühen Entwicklungsstadium erste Verdichtungsversuche durchgeführt. Untersucht wurde das Verdichtungsverhalten von Verbundwerkstoffen, die erst bei Temperaturen über 2000°C ein signifikantes Sinterverhalten zeigen. Aufgrund ihrer besonderen Eigenschaften bergen Verbundwerkstoffe dieser Art ein großes Anwendungspotential, z.B. als Verschleißschutz, für ballistische Einsätze und Höchsttemperaturanwendungen etc.

Als Beispiel sei hier ein Titandiborid-Siliciumcarbid-Werkstoff genannt, der in einem relativ kurzen Zyklus von 15 Minuten auf nahezu volle Dichte gebracht

werden konnte - ohne eine signifikante Zweitphase (Bild 27). Bei Beurteilung des aufgezeichneten Prozessverlaufs fiel auf, dass die Bereiche mit der höchsten Verdichtungsaktivität - sprich Verdichtungsgeschwindigkeit - weit unterhalb der maximal angewandten Arbeitstemperatur lagen, gleichwohl das Erreichen dieser Temperaturwerte notwendig war, um die angestrebten hohen Dichtewerte zu erreichen. Weitere SPS/FAST-Tests mit verschiedenen Boriden und Carbiden zeigen sehr ähnliche Verläufe. Der nächste Schritt wird die Übertragung der bei der Produktion kleiner Bauteile gewonnenen Erkenntnisse auf großformatigere Bauteile sein, unter Verwendung nanoskaliger Pulver.

Neben den klassischen metallischen und keramischen Werkstoffen gewinnen Funktionskeramiken zunehmend an Bedeutung - für SPS/FAST ein noch weitgehend unerforschtes Gebiet hinsichtlich der Nutzung dieser Verfahrenstechnik zur Erzielung spezifischer Werkstoffeigenschaften. Aktuelle Beispiele hierfür sind elektrooptische, piezoelektrische und magnetische Werkstoffe. Ausgedehnte Forschungsarbeiten der letzten Jahre haben zu einer schier unüberschaubaren Flut an Veröffentlichungen auf dem Gebiet des Spark-Plasma-Sinterns geführt, welche das Potential dieser Technik erahnen lässt. In diesem Zusammenhang sei auf aktuelle Studien der Fraunhofer IKTS und IFAM verwiesen.

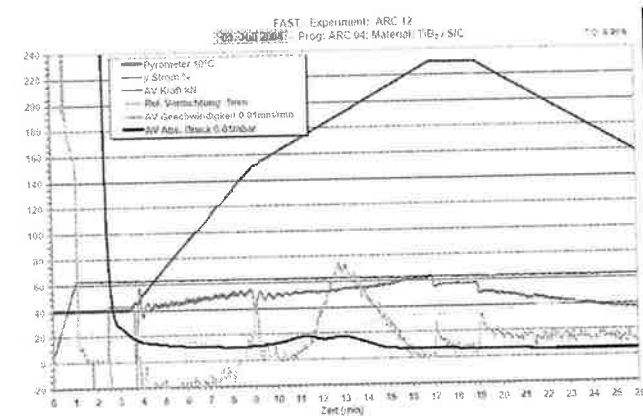


Bild 27: Frühes FAST-Experiment bei 2300°C

Die Fortschritte der letzten Jahre auf dem Gebiet der thermoelektrischen Funktionswerkstoffe haben die Hoffnung geweckt, mithilfe der FAST-Technologie unter Verwendung nanoskaliger Ausgangswerkstoffe einen wesentlichen Schritt zum Einsatz dieser Technologie in der praktischen Nutzung zu tun.

Nanotechnologische Ansätze haben gerade bei Funktionswerkstoffen realistische Chancen, da sich hiermit wesentlich verbesserte Eigenschaften erreichen lassen.

Für thermoelektrische Materialien, welche direkt und reversibel Strom in Temperaturdifferenzen umwandeln, wurden damit Güteziffern erreicht, die während der letzten fünf Jahrzehnte kaum realisierbar schienen (**Bild 28**). Die Güteziffer ZT (wobei $Z = S^2 \cdot \sigma / \lambda$ mit S = Seebeck Koeffizient [$\mu\text{V/K}$], σ = elektrische Leitfähigkeit [Ωcm], λ = thermische Leitfähigkeit [W/mK] und T = absolute Temperatur [K]) kann als Maßstab für die Qualität und Leistungsfähigkeit eines thermoelektrischen Werkstoffs herangezogen werden. Stoffe mit $ZT > 1$ werden meist als High-ZT Materialien bezeichnet. Diese hocheffizienten Materialien sind als mehrphasige Verbundwerkstoffe mit Ausscheidungen im Sub-Mikrometer- bzw. Nanometer-Maßstab (Nanokomposite) aufgebaut. Für die ökonomische Herstellung von massiven Bauteilen sind allerdings die vielfach verwendeten Dünnschichttechniken aufgrund der niedrigen Abscheidengeschwindigkeit ungeeignet; andere Methoden erlauben meist nur die Herstellung von „akademischen“ Proben volumina. Diese Limitierung wird klar, wenn man sich vor Augen führt, dass Standard-Abmessungen bei Peltier-Elementen (zum Heizen und Kühlen) und bei Thermogeneratoren (zur Stromgewinnung z.B. aus Abwärme) Materialstärken von 0.5 bis 2 mm aufweisen (**Bild 29**). Mit Hilfe der Schmelzmetallurgie können zwar große Mengen an hochqualitativen thermoelektrischen Werkstoffen hergestellt werden, welche aber auf Grund ihrer mechanischen Eigenschaften (sehr spröde, Risse durch hohe Abkühlraten etc.) kaum direkt weiterverarbeitet werden können. Daneben sind die heute üblichen thermoelektrischen Werkstoffe auf Basis von Bi_2Te_3 (Mischkristalle) mit großen „einkristallinen“ Domänen und starker Texturierung zu nennen. Aufgrund der großen Anisotropie der physikalischen Eigenschaften in der Struktur kann so die Effektivität erhöhen, andererseits sinkt die mechanische Belastbarkeit durch die leichte Spaltbarkeit einzelner Ebenen des Kristallgitters. Durch eine schonende Zerkleinerungstechnik und nachfolgende Kompaktierung der nanostrukturierten Pulver mit Hilfe des SPS Verfahrens lassen sich massive Halbzeuge herstellen, welche für die Weiterverarbeitung zu Modulen geeignet sind (**Bild 30**). Durch die Kurzzeitsinterung kommt es zu keinem oder nur zu geringfügigem Kornwachstum, so dass die bei der Kristallisation eingestellte Nanostrukturierung erhalten bleibt. Daneben werden die Qualitätsverluste durch den Verlust der Texturierung durch gute Korn-Korn-Kontakte (gute elektrische Leitfähigkeit aufgrund der Oberflächenreinigung des aktivierenden SPS-Verfahrens) und vielen Korngrenzen (verschlechterte Wärmeleitfähigkeit) kompensiert.

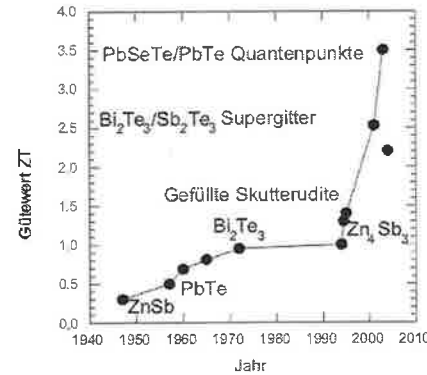


Bild 28: Ab 1995 Einfluss neuer nanoskaliger Werkstoffe [20]

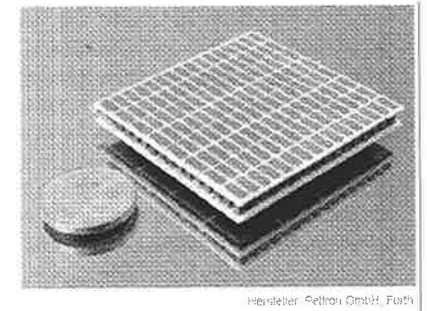


Bild 29: Peltierelement mit 254 Thermopaaren aus n- und p-leitendem thermoelektrischen Werkstoff auf der Basis von Bi_2Te_3 [20]

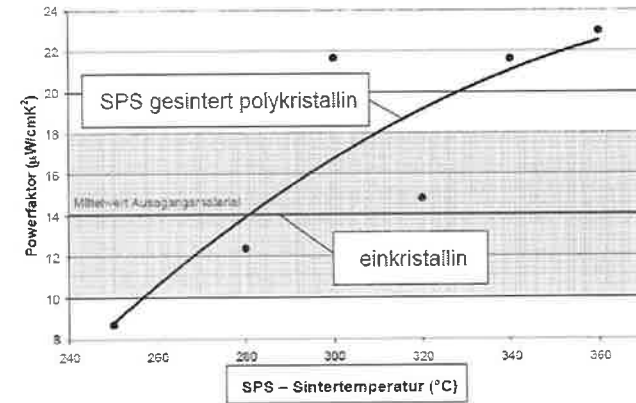


Bild 30: Thermoelektrischer Powerfaktor ($S^2 \cdot \sigma$) von SPS gesintertem, polykristallinem Bi_2Te_3 im Vergleich mit dem einkristallinen Ausgangsmaterial [20]

Verbundwerkstoffe auf der Basis von Titan bzw. Titanlegierungen sind interessante Konstruktionswerkstoffe für Leichtbauanwendungen. Da die Titanlegierungen herausragende spezifische Festigkeiten, hohe Duktilitäten, Zähigkeiten, Korrosions- und Kriechbeständigkeiten aufweisen, bieten sie sich als Matrix für Verbundwerkstoffe mit Einsatztemperaturen von mehr als 500°C an. Am bekanntesten sind heute langfaserverstärkte Ti-Basis-Werkstoffe. Partikelverstärkungen bieten die Vorteile einer vergleichsweise günstigen pulvermetallurgischen Herstellung und der isotropen Eigenschaften. Daneben lassen sich diese Materialien nach dem Sintervorgang leichter durch z.B. Schmieden weiter bearbeiten. In der Literatur wurden in den letzten Jahren viele Ergebnisse über den Einsatz von verschiedenen Verstärkungspartikeln publiziert. Beispiele sind z.B. die Verwendung von TiB, TiC, Seltenerdmetalloxide oder Siliciumcarbid. Die Einlagerung von SiC in die Titan-Matrix ist sehr interessant, da die niedrige Dichte des Werkstoffs nochmals reduziert werden kann. Allerdings reagiert SiC bei hohen Temperaturen mit der Matrix, was zur Bildung von spröden intermetallischen Phasen (Siliciden) und zu deutlicher Verminderung der Eigenschaften der Verbundwerkstoffe führt. Für die Einlagerung von SiC-Fasern wurden erfolgreich Beschichtungen entwickelt, welche den Kontakt zwischen SiC und Ti während der Herstellung verhindern. Derartige Diffusionsbarrieren sind für Partikel < 50 µm kaum reproduzierbar und effizient herstellbar. Deshalb sind Konsolidierungsverfahren, die Druck zusammen mit niedrigen Temperaturen oder kurzen Sinterzeiten zur Kompaktierung zulassen, erforderlich.

Für die Herstellung von partikelverstärkten Titan-Basiswerkstoffen wurden kommerziell erhältliches TiAl6V4- (< 100 µm) und SiC-Pulver (F400) verwendet. Die Pulvermischungen wurden im Verhältnis TiAl6V4/15 Vol% SiC in einem Turbular-Mischer vorbereitet. Diese Mischungen wurden ohne weitere Vorbehandlung in die Graphit-Presswerkzeuge ($\varnothing_{\text{innen}} = 100 \text{ mm}$ und 200 mm, 30 MPa) des SPS-Systems gefüllt und im Vakuum kontinuierlich mit 100°C/min auf Sintertemperaturen zwischen 700°C und 1100°C aufgeheizt. Nach Erreichen der Maximaltemperatur kühlten Presswerkzeug und Sintergut in Ar-Atmosphäre frei ab.

Detailliertere Untersuchungen anderer Autoren, welche sich intensiv mit der Ausbildung von Reaktionsschichten im Ti/SiC System beim konventionellen Heißpressen beschäftigt haben, zeigen, dass Haltezeiten von 30 min und Sintertemperaturen von mehr als 850°C notwendig sind, um Sinterkörper mit einer Restporosität von < 10 % zu erhalten (Bild 31). Bei Sintertemperaturen > 900°C sind erste Reaktionszonen zwischen SiC-Partikeln und der Titan-Matrix nachweisbar. Beim Kurzzeitsintern nach dem SPS-Verfahren liegen bei gleicher Sintertemperatur (keine Haltezeit) die Sinterdichten oberhalb derer, welche beim konventionellen Heißpressen (Haltezeit 30 min) erreicht werden können. Dies kann einerseits durch die sinteraktivierende Wirkung des SPS-Effektes bedingt

sein, andererseits an den bekannten Unterschieden zwischen der gemessenen und der realen Temperatur des Sintergutes liegen.

Die maximale Sinterdichte von ca. 95 % theoretischer Dichte wird bei ca. 850°C erreicht; eine weitere Steigerung ist kaum erreichbar. Durch die gute elektrische Leitfähigkeit des metallischen Titanpulvers in der Pulvermischung, ist der ohmsche Widerstand geringer als der des Presswerkzeuges. Es fließt ein Großteil des gepulsten Stromes, welcher die direkte Heizung durch Joule'sche Wärme bewirkt, durch das Sintergut. Im Vergleich mit der Pressmatrize bzw. mit den Pressstempeln ist die Temperatur des Sinterkörpers deshalb höher. Dadurch entsteht ein Temperaturgradient von der Mitte des zylindrischen Sinterkörpers nach außen. Infolgedessen lässt sich auch, speziell bei sehr temperatursensiblen Systemen wie Ti/SiC, in der Mitte eine höhere Dichte nachweisen als in den randnahen Bereichen. Dies wird deutlich, wenn man den Verlauf der Dichte über den Radius der Sinterkörper bestimmt (Bild 32). Aufgrund der Untersuchungen, welche den Reaktionsbeginn der SiC-Partikel mit der Ti-Matrix in Abhängigkeit von Sintertemperatur und -zeit verdeutlichen, lässt sich zeigen, dass während des Kurzzeitsinterns bei ungünstiger Prozessführung Temperaturdifferenzen von 150°C zwischen dem Inneren und dem Rand des Sinterkörpers auftreten können. Durch den Einsatz von effizienten Isolierstoffen (Graphitfilz), welche das Presswerkzeug (speziell die Matrize) bei hohen Temperaturen gegen große Verluste durch Wärmestrahlung schützen, lassen sich die Inhomogenitäten weitgehend vermeiden. Hierdurch war es erstmals möglich große Ti6Al4V/15 SiC-Sinterkörper ohne Restporosität herzustellen, auch wenn im Randbereich zurzeit weiterer Optimierungsbedarf besteht. [21]

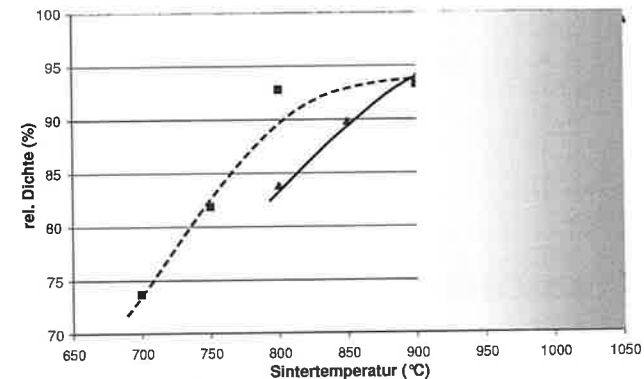


Bild 31: Verlauf der Sinterdichte ($\varnothing 100 \text{ mm}$) von Ti6Al4V/15 Vol% SiC-Pulvermischungen mit der Temperatur. Oberhalb von 850°C lassen sich erste Reaktionen nachweisen [21]

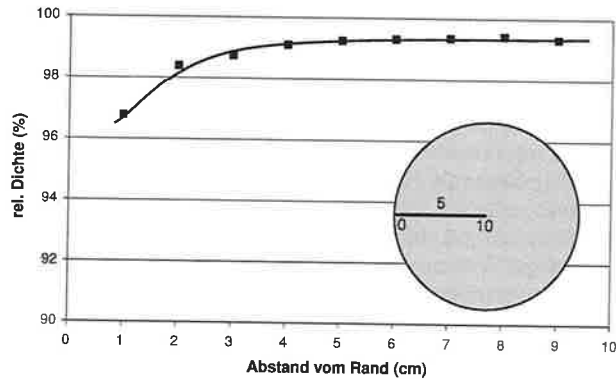
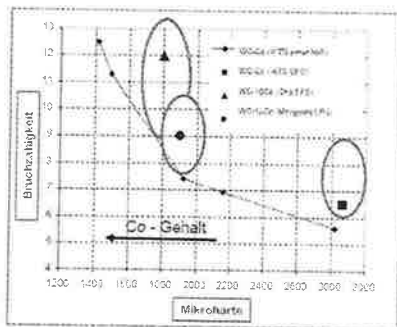
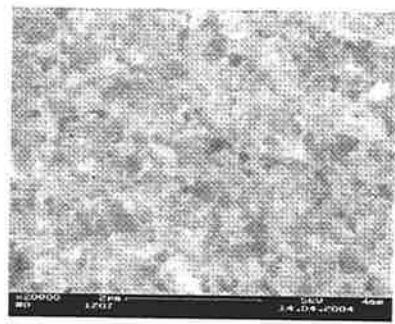


Bild 32: Dichteverteilung in einer kurzzeitgesinterten Ti6Al4V/15 Vol% SiC Probe (\varnothing 200 mm, $T_{\text{Sinter}} = 900^\circ\text{C}$) nach optimierter Prozessführung [21]

Ein hohes Potential wird der FAST-Technologie bei der Beeinflussung des Härte-/Zähigkeitsverhältnisses von Wolframcarbid-Cobalt-Werkstoffen eingeräumt. Verschiedene Forschungsarbeiten haben gezeigt, dass mithilfe der SPS/FAST-Technologie bei gleichem Co-Gehalt eine höhere Bruchzähigkeit erreicht werden kann (Bild 33). [21]



EuroPM2004
V. Richter, R. Holke, M. Rutendorf
J. Schmidt, Y. Grün



EuroPM2004
V. Richter, R. Holke, M. Rutendorf
J. Schmidt, Y. Grün

Bild 33: Härte und Bruchzähigkeit von ultrafeinem WC-Co [21]

Bild 34: Mikrostruktur von binderfreiem ultrafeinem WC (SPS) [21]

Interessant ist hierbei vor allem, dass bei abnehmendem Co-Gehalt auch der Einfluss der SPS-Technologie im Hinblick besserer Bruchzähigkeit abnimmt. Die Einflüsse von Werkzeugeigenschaften (Schleifaufmaß!) und Zykluszeit auf das Prozessergebnis setzen für diesen Anwendungsbereich jedoch bis dato noch Grenzen.

Ein weiteres viel versprechendes Anwendungsgebiet der SPS-Technologie ist die Herstellung von Sputter Targets, die als Ausgangsmaterial für die unterschiedlichsten Beschichtungsverfahren, wie z.B. PVD-, Laser- oder Ionenstrahltechnik benötigt werden. Targets aus Metallen/Metallcarbiden etc., aus keramischen Materialien oder aus schmelztechnisch nicht herstellbaren Zusammensetzungen werden gewöhnlich pulvermetallurgisch durch Pressen von Pulvern oder Pulvermischungen und nachfolgendem Sintern oder durch Heipressen hergestellt. Der Vorteil des FAST-Verfahrens zeigt sich in der ausgezeichneten Homogenität der erreichten Targets bei sehr viel kürzeren Prozesszeiten.

Das folgende Bild 35 zeigt den Prozessverlauf einer FAST-Konsolidierung eines Co-freien Wolframcarbid-Werkstoffes für Sputter Targets mit einem Durchmesser von 200 mm. Unter optimierter Prozessführung wurde bei einer aktiven Sinterzeit von 40 Minuten eine Enddichte von >99% der theoretischen Enddichte erreicht.

Weiteres Prozessoptimierungspotential besteht. So können, bei optimaler Werkzeugauslegung, zwei Presslinge in einem Zyklus gesintert werden. Durch Weiterentwicklung der Anlagentechnik (höhere Leistung) steht eine weitere Verkürzung der Zykluszeit im Raum.

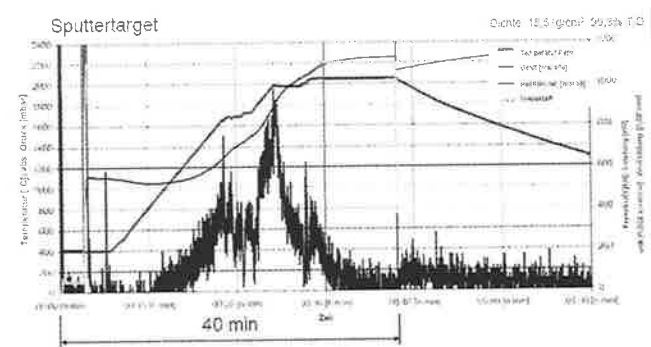


Bild 35: Werkstoff: WC (Co-frei), Abmessung: \varnothing 200 x 13 mm, SPS-gesintert in der HPD 250

Die Leistungsfähigkeit der FAST-Technologie zeigt sich gegenwärtig in der erfolgreichen Übertragung bis dato gewonnener Erkenntnisse (Bauteildurchmesser

80 mm) auf großvolumige Bauteile, beispielsweise aus Aluminiumlegierungen, die nur über pulvermetallurgische Verfahren hergestellt werden können – als Ausgangsrohling für die Extrusions- oder die Schmiedeumformtechnik. So konnte in außergewöhnlich kurzer Zykluszeit eine nahezu vollständige Verdichtung der Presslinge erreicht werden (Bild 36) [22, 23, 24].

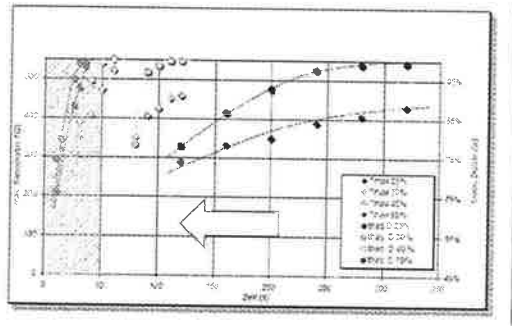


Bild 36: Temperatur und theoretische Dichte als Funktion der Zeit und des Heizstromes [25]

Dass derartige Werkstoffe auch in sehr kurzen Zyklen nahezu porenfrei hergestellt werden können - ohne den Schmelzpunkt des Materials zu überschreiten - veranschaulichen die Gefügeabbildungen in Bild 37.

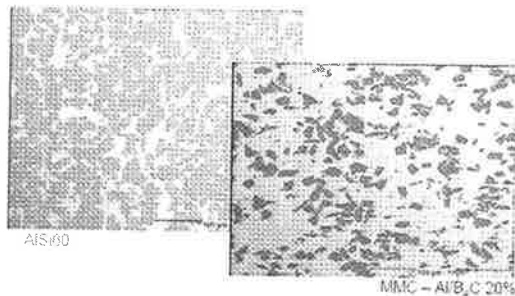


Bild 37: FAST-verdichtete Aluminiumwerkstoffe [25]

Wichtigstes Argument pro SPS/FAST, wie bereits mehrfach erwähnt, ist die kurze Zykluszeit bei gleichzeitiger Erreichung optimaler Werkstoffeigenschaften. Als Haupteinflusskriterium kristallisiert sich zunehmend der Energieeintrag in

den Pressling dar. Für die Anlagentechnik bedeutet das, dass vor allem die Energieversorgung noch flexibler und leistungsstärker werden muss.

Der aktuelle Stand zur Herstellung von Schmiederohringen aus Aluminium-Silicium-Legierungen (Dichte > 99%) ist eine Zykluszeit unter 90 Sekunden, unter Verwendung einer speziellen Technik zur „Energieportionierung“ (Energieeintrag in den Pressling) bei exakter Erfassung der eingebrachten Energie (Bild 38).

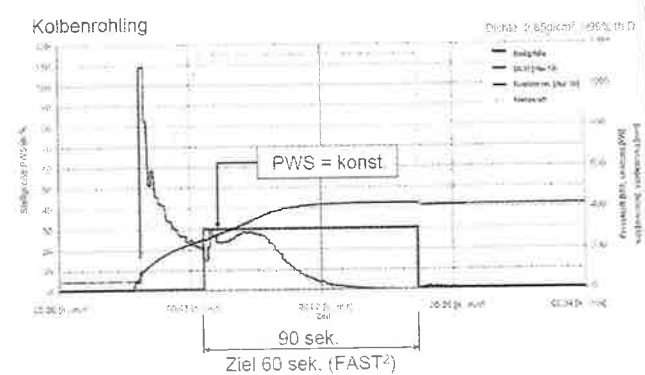


Bild 38: Werkstoff: Al/Si-Legierung, Abmessung: Ø 82 x 25 mm, SPS-gesintert in der HPD 250

Das neueste Forschungsprojekt im Hause FCT Systeme auf dem Gebiet des Spark-Plasma-Sinterns heißt „FAST²“ mit dem Ziel, noch kürzere Zykluszeiten (< 10 s) zu realisieren in Anlehnung an die Trockenpresstechnik (TPA-FAST). Auch hier spornen die erreichten Werkstoffeigenschaften, die gegossenen Bauteilen weit überlegen sind, zur Übertragung der Laborergebnisse in die Praxis an.

Als Beispiel für die Herstellung Verbund- respektive Mischkristallwerkstoffe sei hier ein Titancarbonitrid/Aluminiumoxid genannt, wie es heute bei Schneidkeramiken zur Bearbeitung von beispielsweise gehärtetem Stahl etabliert ist. Es gelang mittels entsprechender Werkstoff- und Prozessoptimierung, Bauteildichten von > 99% zu realisieren bei einer aktiven Zykluszeit von weniger als drei Minuten. Weiterführende Untersuchungen zu diesen sehr Erfolg versprechenden Arbeiten laufen, insbesondere im Hinblick auf den Einsatz noch feinerer Ausgangspulver (Bild 39).

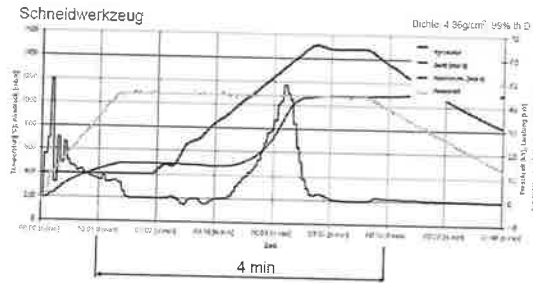


Bild 39: Werkstoff: Al_2O_3 (submikron) / TiC/N, Abmessung: $\varnothing 40 \times 8$ mm, SPS-gesintert in der HPD 250

Das Spektrum für weiterführende Versuche zur Verdichtung von metallischen und nichtmetallischen Werkstoffen mittels FAST-Technik ist sehr breit angelegt. [26, 27, 28, 29, 30, 31] Detaillierte Beschreibungen der einzelnen Möglichkeiten würden jedoch jeden vertretbaren Rahmen sprengen.

7. Ausblick

Die bisher erzielten Ergebnisse im Zusammenhang mit der FAST-Technologie haben großes Interesse zur Fortführung dieser Arbeiten geweckt, sowohl was die Grundlagenforschung hinsichtlich neuer Werkstoffe und Werkstoffeigenschaften betrifft, als auch was die praktische Anwendung der Forschungsergebnisse anbelangt.



Bild 40: Das „European Integrated Project on Nanotechnologies and Nanosciences“

Anwendungen der FAST/SPS-Technik finden sich vorrangig in den Branchen Elektrotechnik, Maschinenbau, Automotive und Medizintechnik.

Auf internationaler Ebene läuft gegenwärtig ein umfangreiches mehrjähriges F&E-Projekt an mit dem Titel „Nanoker“ (**Bild 40**), in dessen Rahmen die FAST-Technik eine wichtige Rolle spielt, insbesondere im Zusammenhang mit der Konsolidierung nanoskaliger Werkstoffe.

Deutsche F&E-Projekte, die die SPS-Technologie zur Fertigung von Nanomaterialien mit speziellen Eigenschaften zum Thema haben, sind in **Bild 41** aufgeführt. Die Schwerpunkte sind Aluminiumwerkstoffe, Composite und Verbundwerkstoffe, auch gradierte Werkstoffe.

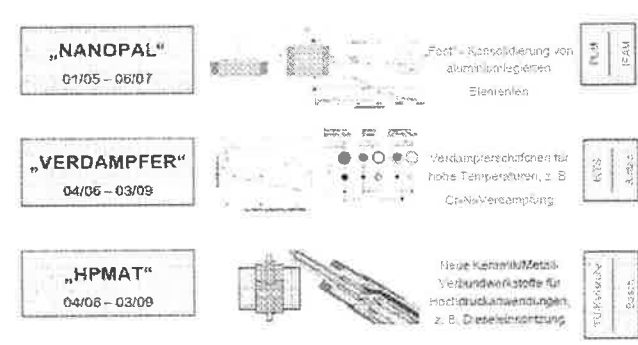


Bild 41: Deutsche F&E-Projekte mit FCT-Beteiligung

Zunehmend laufen industriegeförderte Forschungsprojekte an mit klaren Zielvorgaben zu den jeweilig anvisierten Werkstoffen und Bauteilen.

Neben den weiterhin wichtigen Grundsatzarbeiten zur Werkstoffentwicklung steht die Realisierung komplexerer Bauteilgeometrien im Vordergrund zukünftiger Überlegungen. Bis dato wurden ausschließlich einfache Geometrien (Scheiben, Ringe, Zylinder u.ä.) realisiert (**Bild 42**), erste Arbeiten zur Herstellung von eckigen (rechteckig, quadratisch) laufen. Die wichtige Aufgabe der Umsetzung komplexerer Bauteile (endkonturnah = „near net shape“) steht noch an.

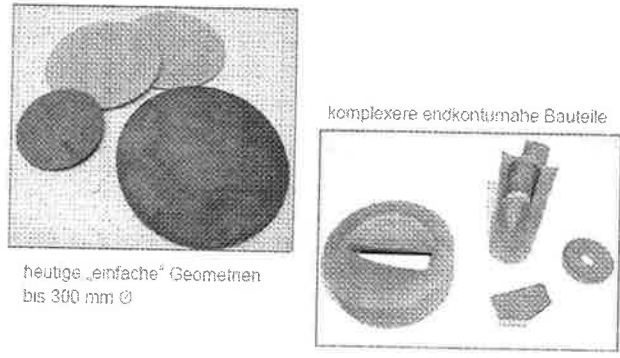


Bild 42: Ausblicke unter geometrischen Aspekten

Da industrielle Anwender von FAST-Anlagen vor allen Dingen kostenorientiert arbeiten müssen, wird neben den verbesserten Werkstoffeigenschaften den verkürzten Zykluszeiten große Bedeutung beigemessen. Da bei der Massenproduktion bzw. dem Masseneinsatz der betreffenden Bauteile auch entsprechende Leistungswerte pro Zeiteinheit erforderlich sind, wird zurzeit die FAST-Technologie auf die TPA-Basistechnik übertragen. Dies ist einerseits der aus technologischer Sicht schwierigste Teil der Entwicklungsarbeiten bisher, aber auch der zukunftsweisendste (Bild 43). Erste Erfolge konnten bereits verbucht werden, jedoch wird noch mit einigen Jahren intensiver Entwicklungsarbeit gerechnet. Ein solches System, mit dessen Hilfe ein schnellerer Übergang von Niedrigtemperaturniveaus (500°C) auf Temperaturen über 2200°C bewerkstelligt werden soll, befindet sich im Aufbau. Hauptaugenmerk liegt bei der Reproduzierbarkeit der Prozesse, beim Werkzeugverschleiß (Standzeit) und dem Bearbeitungsaufmaß.

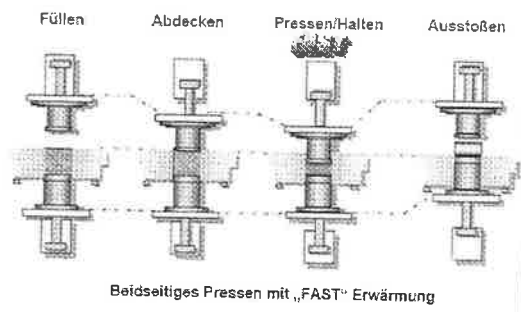


Bild 43: Implementierung der FAST- in die TPA-Technik

Auch hier steht aufgrund der geforderten mechanischen und elektrischen Eigenschaften des Presswerkzeugs die Werkzeugoptimierung im Mittelpunkt des Interesses, insbesondere im Hinblick auf die angestrebten hohen Temperaturen.

Im Endeffekt muss bei allen Überlegungen, die dieses Verfahren verlangt, berücksichtigt werden, dass Entwicklungserfolge nur dann zu erwarten sind, wenn, abgesehen von den bereits erkennbaren Möglichkeiten, auch die Produktionskosten gesenkt und/oder die Werkstoffeigenschaften signifikant verbessert werden können.

Man darf gespannt sein auf die zukünftigen praktischen Einsatzmöglichkeiten dieses viel versprechenden Verfahrens.

8. Literatur

- [1] Field Assisted Sintering Technology ("FAST") for the consolidation of innovative materials, J. Hennicke, H.U. Kessel, cfi/Ber.DKG 81 [11] (2004) E14-E16.
- [2] Effect of porosity on thermal conductivity of Al-Si-Fe-X alloy powder compacts, K.Y. Sastry, L. Froyen, J. Vleugels, E.H. Bentefour and C. Glorieux, International Journal of Thermophysics, 25 [15] (2004) 1611-1622.
- [3] Modelling of the temperature distribution during and improvement of the SPS process, A. Laptev, K. Vanmeensel, J. Vleugels, O. Van der Biest. Proceedings of the 4th International Conference on Science, Technology and Applications of Sintering, August-September 2005, Grenoble, France, CD-ROM p. 130-133.
- [4] Modelling of the temperature distribution during Field Assisted sintering, K. Vanmeensel, A. Laptev, J. Hennicke, J. Vleugels and O. Van der Biest, Acta Materialia, 53 (2005) 4379-4388.
- [5] Finite Element Simulation of Field Assisted Sintering of WC-Co Hardmetals, K. Vanmeensel, A. Laptev, J. Hennicke, G. Anné, J. Vleugels, O. Van der Biest, Proc. of 16th International Plansee Seminar 2005, Eds. G. Kneringer, P. Rödhammer and H. Wildner, vol. 2, HM9, 266-282, (2005).
- [6] Simulation of Temperature Evolution During Field Assisted Sintering of Rapidly Solidified Al-alloy Powder, K.Y. Sastry, K. Vanmeensel, L. Froyen, O. Van der Biest, A. Laptev and J. Hennicke, PM2005, 2-5 October 2005, Prague.
- [7] Spark Plasma Sintering of Nanometer Sized ZrO₂-Al₂O₃-TiC_{0.5}N_{0.5} Composites, K. Vanmeensel, S.Y. Kandukuri, J. Hennicke, G. Anné, D. Jiang, J. Vleugels, and O. Van der Biest, EMRS 2004, September 6-10, 2004, Poland.

- [8] High-Energy Ball-Milling Synthesis and Densification of Fe-Co Alloy Nanopowders by Field-Activated Sintering, R. Nicula, V.D. Cojocaru, M. Stir, J. Hennicke, E. Burkel, Int. Symp. Metastable Nano Mat. (ISMANAM) July 3-7, 2005, Paris.
- [9] Herrmann, M.; Weise, B.; Sempf, K.; Bales, A.; Raethel, J.; Schulz, I.: "Field assisted sintering of ceramic materials"; Workshop FhG IFAM Dresden, 03/2006.
- [10] Herrmann, M.; Schulz, I.; Shen, Z.: "Nano-Si₃N₄ materials produced by SPS and conventional hot pressing"; Vortrag CIMTEC 2006.
- [11] Nygren, M.; Shen, Z.: "Novel assemblies via spark plasma sintering"; Silic. Ind. Spec. Issue Vol. 69; 2004 211- 218.
- [12] Shen, Z.: "Spark plasma sintering of ceramics with tailored microstructures"; Seminar IKTS Dresden, 2004.
- [13] B. Basu; J.K. Lee, D.Y. K Journal of the American Ceramic Society (2004), 87(9), 1771-1774.
- [14] Sintering Behaviour of Low Co Content cBN-WC/Co Composites by Either GEHIP or FAST, J. Echeberria, V. Martínez, J.M. Sánchez, L. Bourgeois, G. Barbier and J. Hennicke, Proc. of 16th International Plansee Seminar 2005, Eds. G. Kneringer, P. Rödhammer and H. Wildner, vol. 2, HM23, 434-448, (2005).
- [15] Echeberria, J.; Martinez, V.; HM23; 434-447.
- [16] Shi, Xiaoliang; Shao, Gangqin; Duan, Xinglong; Yuan, Runzhang. Rare Metals (Beijing, China) (2006), 25(2), 150-155.
- [17] Nygren, M.; Shen, Z.: Adv. Mater. 13; 2001; 214-216.
- [18] Sempf, K.; Diplomarbeit FhG IKTS/ TU- Dresden; 2006.
- [19] Herrmann, M.; Schulz, I.; Zalite, I.: "Materials based on nanosized β -Si₃N₄-composite powders"; J. Europ. Ceram. Soc. 24; 2004; 3327-3335.
- [20] Persönliche Mitteilung, FhG IFAM Dresden.
- [21] Persönliche Mitteilung, FhG IKTS Dresden.
- [22] Mechanical milling and Field Assisted sintering consolidation of nanocrystalline Al-Si-Fe-X alloy powder, K.Y. Sastry, L. Froyen, J. Vleugels, O. Van der Biest, R. Schattevoy and J. Hennicke, Reviews on Advanced Materials Science 8 (2004) 34-40.
- [23] PM brings out the best form from complex aluminium alloys, K.Y. Sastry, L. Froyen, J. Vleugels, O. Van der Biest. Metal Powder Report 59 [15] (2004) 44-47.
- [24] Simulation of Temperature Evolution During Field Assisted Sintering of Rapidly Solidified Al-alloy Powder, K.Y. Sastry, K. Vanmeensel, L. Froyen, J. Vleugels, O. Van der Biest, A. Laptev and J. Hennicke, Euro PM2005 Powder Metallurgy Congress & Exhibition, Prague October 2005, EPMA, Volume 1, p. 99-105. (ISBN 1899072 18 7).
- [25] Persönliche Mitteilung, Powder Light Metals.
- [26] Densification of Nanocrystalline Ti(C,N) Powders with Nickel Aluminide Binder Phases: Field Assisted Sintering (FAST) vs. Glass Encapsulated HIP, M. Alvarez, J.M. Sánchez, J. Etxeberria, L. Bourgeois, G. Barbier and J. Hennicke, Proc. of 16th International Plansee Seminar 2005, Eds. G. Kneringer, P. Rödhammer and H. Wildner, vol. 2, HM22, 419-433, (2005).
- [27] Development of CDCC Composites by either GE-HIP or Field Assisted Sintering Technology, L. Bourgeois, G. Barbier, J. Hennicke, H.-U. Kessel, V. Martinez, J. Echeberria, J.M. Sanchez and P. Harden, Proc. of 16th International Plansee Seminar 2005, Eds. G. Kneringer, P. Rödhammer and H. Wildner, vol. 2, HM46, 684-698, (2005).
- [28] Hot Pressing and Spark Plasma Sintering of Si₃N₄-SiC Nanocomposites, I. Zalite, N. Zhilinska, J. Grabis, P. Sajgalik, R. Kirchner, G. Kladler, Nano 05, Brno, Nov. 8-10, 2005 (www.fme.vutbr.cz/nano05).
- [29] Field Assisted sintering of electro-conductive ZrO₂-based composites, K. Vanmeensel, D. Jiang, J. Vleugels and O. Van der Biest, Submitted to the 9th Conference and Exhibition of the European Ceramic Society, June 2005, Portoroz, Slovenia (see: <http://www.ecers2005portoroz.com>).
- [30] Densification of Nanocrystalline Ti(C,N) Powders with Nickel Aluminide Binder Phases using Field Assisted Sintering (FAST), M. Alvarez and J.M. Sánchez, submitted for publication to J. Amer. Ceram. Soc.
- [31] Field Assisted Sintering of Cubic Boron Nitride Dispersed Cemented Carbide (CDCC) Composites, K. Vanmeensel, J. Echeberria, J.M. Sanchez, V. Martinez, L. Bourgeois, J. Hennicke, H.-U. Kessel, P. Harden, O. Van der Biest, J. Vleugels, EuroPM 2006.