

Deutsche  
Forschungsgemeinschaft

## **Hochleistungskeramiken**

Herstellung, Aufbau,  
Eigenschaften

Beiträge zum Abschlußkolloquium  
im Schwerpunktprogramm  
„Keramische Hochleistungswerkstoffe“  
der Deutschen Forschungsgemeinschaft  
17./18. Februar 1994, Stuttgart

Herausgegeben von Günter Petzow,  
Jürgen Tobolski und Rainer Telle



# Inhalt

<b>Vorwort</b> . . . . .	V
<b>Teil I    Herstellungsverfahren keramischer Hochleistungswerkstoffe</b>	
<b>1        Polycarbosilane-Bildung, Struktur und thermisches Verhalten</b> . . . . .	3
<i>Gerhard Fritz</i>	
1.1      Zur Aufklärung der höhermolekularen Carbosilane aus der Pyrolyse der Methylsilane . . . . .	3
1.2      Das Polymere $(-\text{Me}_2\text{Si}-\text{CH}_2-)_n$ . . . . .	7
1.3      Die thermischen Veränderungen der hochmolekularen, Si-methylierten Carbosilane . . . . .	7
1.4      Untersuchung zur Vernetzung linearer Polycarbosilane sowie zur Entwicklung von Modellverbindungen SiH-haltiger Polycarbosilane mit dem Ziel der Erhöhung der keramischen Ausbeute . . . . .	8
1.5      C-spiro-verbrückte Carbosilane . . . . .	9
1.6      Zusammenfassung und Ausblick . . . . .	10
1.7      Literatur . . . . .	11
<b>2        Synthese keramischer Materialien durch Pyrolyse ketten- und ringförmiger Silazanverbindungen</b> . . . . .	12
<i>Ralf Riedel, Uwe Klingebiel, Andreas Kienzle, Sabine Schaible</i>	
2.1      Einleitung . . . . .	12
2.2      Ergebnisse . . . . .	13
2.2.1    Synthese keramischer Materialien im binären System Al-N . . . . .	13
2.2.2    Synthese keramischer Materialien im ternären System Si-C-N . . . . .	14

## Inhalt

2.2.3	Synthese keramischer Materialien in den quaternären Systemen Si-B-C-N und Si-B-C-O . . . . .	16
2.2.4	Verarbeitung anorganischer Polymere zu keramischen Faser- und Bulk-Werkstoffen . . . . .	18
2.3	Zusammenfassung und Ausblick . . . . .	22
2.4	Literatur . . . . .	22
<b>3</b>	<b>Herstellung von Keramik und Beschichtungen auf der Basis von pyrolytisch hergestelltem Aluminiumnitrid und anderer Nitride und Carbide . . . . .</b>	<b>24</b>
	<i>Christian Rüssel, Ralph Zahneisen, Peter Distler, Rainer Jaschek, Michael Seibold, Irene Teusel</i>	
3.1	Einleitung . . . . .	24
3.2	Herstellung der Precursoren . . . . .	24
3.3	Calcinierungsverhalten . . . . .	26
3.4	Sinterverhalten . . . . .	28
3.5	Literatur . . . . .	31
<b>4</b>	<b>Untersuchungen zur Synthese von Siloxazanen als Precursoren für Siliciumoxidnitridkeramik . . . . .</b>	<b>32</b>
	<i>Eckhard Popowski, Andreas Harms, Henrik Junge, Ralf Riedel</i>	
4.1	Einleitung . . . . .	32
4.2	Koammonolysen . . . . .	33
4.2.1	Koammonolyse von $\text{Me}_3\text{SiOSiCl}_2\text{H}$ mit $\text{Me}_3\text{SiCl}$ . . . . .	34
4.2.2	Koammonolyse von $\text{Me}_3\text{SiOSiCl}_3$ mit $\text{Me}_2\text{HSiCl}$ . . . . .	35
4.2.3	Koammonolyse von $\text{ClMe}_2\text{SiOSiMe}_2\text{Cl}$ mit $\text{Me}_2\text{HSiCl}$ . . . . .	36
4.2.4	Koammonolyse von $\text{ClMe}_2\text{SiOSiMe}_2\text{Cl}$ mit $\text{MeSiHCl}_2$ im Molverhältnis 1:1 . . . . .	36
4.3	Pyrolysen . . . . .	38
4.4	Zusammenfassung und Ausblick . . . . .	40
4.5	Literatur . . . . .	41
<b>5</b>	<b>Untersuchungen zur Herstellung von Polyaromaten-Mesophase für Hochleistungs-Kohlenstoffwerkstoffe . . . . .</b>	<b>42</b>
	<i>Martin Bernhauer, Matthias Braun, Axel Gschwindt, Ji Ping Wang, Klaus J. Hüttinger</i>	
5.1	Einleitung . . . . .	42
5.2	Experimentelles . . . . .	43
XII		

## Inhalt

5.2.1	Rohstoffe . . . . .	43
5.2.1.1	Peche . . . . .	43
5.2.1.2	Katalysator-Ausgangsstoffe . . . . .	43
5.2.1.3	Gase und Lösungsmittel . . . . .	44
5.2.1.4	Analytische Methoden . . . . .	44
5.2.1.5	Herstellung von sinterfähigen Pulvern . . . . .	44
5.3	Ergebnisse . . . . .	44
5.3.1	Kinetik der Mesophasensynthese . . . . .	44
5.3.2	Mesophasensynthese in reaktiven Atmosphären . . . . .	47
5.3.3	Mesophasensynthese mit Hilfe von Eisen als Katalysator . . . . .	48
5.3.4	Anwendung der Mesophasen-Produkte . . . . .	50
5.4	Zusammenfassung . . . . .	53
5.5	Literatur . . . . .	53
<b>6</b>	<b>Durchstrahlungselektronenmikroskopische Untersuchungen an kohlenstoffaserverstärktem Kohlenstoff (CFC)</b> . . . . .	<b>54</b>
	<i>Roland Pleger, Wolfgang Braue, Wolfgang G. J. Bunk</i>	
6.1	Einleitung . . . . .	54
6.2	Experimentelle Vorgehensweise . . . . .	54
6.3	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	55
6.4	Zusammenfassung und Folgerungen . . . . .	59
6.5	Literatur . . . . .	62
<b>7</b>	<b>Keramische Verbundwerkstoffe nach dem Reaktionspyrolyseverfahren</b> . . . . .	<b>63</b>
	<i>Peter Greil, Daniel Suttor, Tobias Erny</i>	
7.1	Einleitung . . . . .	63
7.2	Verfahrensprinzip . . . . .	65
7.3	Pyrolysereaktionen . . . . .	66
7.4	Porosität und Füllerumsetzung . . . . .	68
7.5	Füllerumsetzung und Schrumpfung . . . . .	71
7.6	Zusammenfassung . . . . .	73
7.7	Literatur . . . . .	74

<b>8</b>	<b>Iso- und Heteropolyverbindungen als Vorprodukte für mehrkomponentige Oxidkeramiken</b>	<b>75</b>
	<i>Hedda Görz, Bernd Matthes</i>	
8.1	Einleitung und Zielstellung	75
8.2	Iso- und Heteropolyverbindungen des Vanadiums	76
8.2.1	Ammoniumdecavanadat	76
8.2.2	Weitere Polyvanadate	76
8.2.3	Strontiumdecavanadat	77
8.2.4	Strontium- und Bariumvanadate(IV)	77
8.3	Iso- und Heteropolyverbindungen des Niobs	78
8.3.1	Magnesiumniobat	78
8.3.2	Strontium- und Bariumniobate	79
8.3.3	Bleiniobate	79
8.3.4	Blei-Barium-Niobate	79
8.3.5	Dodecaniobomanganate	79
8.4	Zusammenfassender Überblick	80
8.5	Schlußfolgerungen	80
8.6	Literatur	81
<b>9</b>	<b>Herstellung komplexer Niobate mit Perowskitstruktur aus C-haltigen Precursoren</b>	<b>82</b>
	<i>Hubert Langbein, Roswitha Wenzel, Beate Balzer</i>	
9.1	Einführung	82
9.2	Herstellung und Charakterisierung der Precursoren	83
9.3	Untersuchungen zur Phasenausbildung	85
9.4	Diskussion der Ergebnisse	88
9.5	Literatur	89
<b>10</b>	<b>Mehrkomponentige Oxidkeramik aus Iso- und Heteropolyverbindungen</b>	<b>90</b>
	<i>Günter Werner, Kathrin Ehrhardt</i>	
10.1	Überblick	90
10.2	Polyverbindungen	91
10.3	Niobate	91
10.3.1	Herstellung über Polyverbindungen	91
10.3.1.1	$\text{SrNb}_2\text{O}_6$ , $\text{BaNb}_2\text{O}_6$	92
10.3.1.2	$\text{MgNb}_2\text{O}_6$	93
10.3.2	Mixed-oxide-Verfahren	94

10.4	Strontiumvanadat . . . . .	94
10.4.1	Herstellung über Polyverbindung . . . . .	94
10.4.2	Herstellung nach dem mixed-oxide-Verfahren . . . . .	95
10.5	Zusammenfassung und Schlußfolgerung . . . . .	96
10.6	Literatur . . . . .	97
<b>11</b>	<b>Der Sol-Gel-Weg zu hochdispersen Metallen in Oxid-Matrices . . . . .</b>	<b>98</b>
	<i>Ulrich Schubert, Claus Görsmann, Stefan Tewinkel, Hermann Buhler, Boris Breitscheidel</i>	
11.1	Einleitung . . . . .	98
11.2	Herstellung von Metall(oxid)/SiO <sub>2</sub> -Kompositen über den Sol-Gel-Prozeß . . . . .	99
11.3	SIMIT-Materialien . . . . .	102
11.4	Katalysatoren . . . . .	103
11.5	Metall/TiO <sub>2</sub> -Komposite . . . . .	105
11.6	Ausblick . . . . .	107
11.7	Literatur . . . . .	107
<b>12</b>	<b>Strukturuntersuchungen an Vor- und Zwischenstufen im Sol-Gel-Prozeß zur Herstellung von Blei-Zirkonat-Titanat . . . . .</b>	<b>109</b>
	<i>Dieter Gutwerk, Uwe Kolb, Brigitte Friedrich, Dietmar Peter, Helmut Bertagnolli</i>	
12.1	Einleitung . . . . .	109
12.2	Ausgangsverbindungen . . . . .	110
12.2.1	Zirkon- und Titanalkoholate . . . . .	110
12.2.1.1	Titan- <i>n</i> -propylat . . . . .	110
12.2.1.2	Zirkon- <i>n</i> -propylat . . . . .	111
12.2.1.3	Titan- <i>n</i> -propylat/Zirkon- <i>n</i> -propylat-Gemisch . . . . .	112
12.2.1.4	Zirkon- <i>n</i> -propylat/Essigsäure . . . . .	112
12.2.1.5	Titan- <i>n</i> -propylat/Zirkon- <i>n</i> -propylat/Essigsäure . . . . .	112
12.2.1.6	Zirkon- <i>n</i> -butylat/Acetylaceton . . . . .	113
12.2.2	Bleiverbindungen . . . . .	114
12.2.2.1	Bleiacetat in alkoholischer Lösung . . . . .	114
12.3	Sol, Gel . . . . .	116
12.4	Pyrolyse und Kristallisation . . . . .	117
12.5	Literatur . . . . .	119

<b>13</b>	<b>Herstellung und Eigenschaften feindisperser Magnesiumoxid-Pulver für den keramischen Prozeß</b> . . . . .	121
	<i>Hartmut Jost, Christine Carius</i>	
13.1	Einführung . . . . .	121
13.2	Herstellung der MgO-Pulver . . . . .	121
13.3	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	122
13.4	Zusammenfassung . . . . .	129
13.5	Literatur . . . . .	129
<b>14</b>	<b>Chemische Aspekte des Sol-Gel-Prozesses bei der Herstellung von Zinnsteinkeramiken</b> . . . . .	130
	<i>Hans Reuter, Martin Jansen, Dirk Schröder, Michael Kremser</i>	
14.1	Einleitung . . . . .	130
14.2	Precursoren . . . . .	131
14.3	Strukturelle Entwicklung in Lösung . . . . .	132
14.4	Gel . . . . .	133
14.5	Reaktionen im Festkörper . . . . .	134
14.6	Keramik . . . . .	135
14.7	Literatur . . . . .	136
<b>15</b>	<b>Modifizierung von Siliciumnitridpulver durch Beschichtung mit den oxidischen Sinteradditiven</b> . . . . .	138
	<i>Hans-Jürgen Richter, Waldemar Hermel</i>	
15.1	Einleitung . . . . .	138
15.2	Experimentelles . . . . .	139
15.3	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	139
15.4	Schlußfolgerungen . . . . .	144
15.5	Literatur . . . . .	144
<b>16</b>	<b>Untersuchung einer neuartigen Methode zum Additiveintrag. Einfluß der Sinteratmosphäre auf die Keramikeigenschaften</b> . . . . .	146
	<i>Günter Werner, Rosemarie Dittrich, Grit Hüttl</i>	
16.1	Einleitung, Zielstellung . . . . .	146
16.2	Versuchsdurchführung . . . . .	147
16.3	Ergebnisse . . . . .	148

## Inhalt

16.4	Einfluß der Ofenatmosphäre auf die Sinterung von AlN . . . . .	151
16.5	Ergebnisse . . . . .	152
16.6	Zusammenfassung . . . . .	153
16.7	Literatur . . . . .	154
<b>17</b>	<b>Elektrophoretische Abscheidung von submicron-SiC-Pulvern mit partikulären Sinteradditiven aus nichtwäßrigen Schlickern</b> 155 <i>Rainer L. Meisel, Rüdiger Naß, Helmut Schmidt</i>	
17.1	Einleitung und Problemstellung . . . . .	155
17.2	Experimentelle Ergebnisse . . . . .	156
17.3	Literatur . . . . .	160
<b>18</b>	<b>Ionenstrahlmethoden und Hochleistungskeramik. Materialanalyse, Defekterzeugung und strahlungs- induziertes Sintern am Beispiel von Siliziumkarbid</b> . . . . . 161 <i>Albrecht Föhl, Heinz D. Carstanjen</i>	
18.1	Einleitung . . . . .	161
18.2	Charakterisierung der SiC-Proben . . . . .	162
18.2.1	Schwere Fremdatome . . . . .	162
18.2.2	Sauerstoffgehalt der Proben und Möglichkeiten zu seiner Verringerung . . . . .	163
18.3	Ionenimplantation und Schädigung . . . . .	163
18.3.1	Abhängigkeit der Schädigung von der Ionenenergie . . . . .	163
18.3.2	Dosisabhängigkeit der Schädigung . . . . .	164
18.3.3	Ausheilverhalten der Defekte . . . . .	164
18.4	Ionenstrahlinduziertes Sintern von SiC . . . . .	166
18.5	Literatur . . . . .	171
<b>19</b>	<b>Sinterphänomene von rekristallisiertem Siliciumkarbid und Aspekte für die Prozeßtechnik</b> . . . . . 172 <i>Jochen Kriegesmann</i>	
19.1	Einführung . . . . .	172
19.2	Sinterphänomene . . . . .	173
19.3	Aspekte für die Prozeßtechnik . . . . .	178
19.4	Literatur . . . . .	180



## Inhalt

<b>20</b>	<b>Reaktionsbinden von Aluminiumoxid (RBAO). Herstellung, Mechanismen und Eigenschaften</b> . . . . .	<b>181</b>
	<i>Dietmar Holz, Suxing Wu, Rolf Janssen, Nils Claussen</i>	
20.1	Einleitung . . . . .	181
20.2	Herstellung . . . . .	181
20.3	Mechanismen . . . . .	183
20.4	RBAO-Modifikationen . . . . .	185
20.5	Zusammenfassung . . . . .	187
20.6	Literatur . . . . .	188
<b>Teil II</b>	<b>Mechanische Eigenschaften keramischer Hochleistungswerkstoffe</b>	
<b>1</b>	<b>Modellierung des Bruchverhaltens keramischer Verbundwerkstoffe</b> . . . . .	<b>191</b>
	<i>Rudolf R. H. Dittrich, Wolfgang S. Kreher</i>	
1.1	Einleitung . . . . .	191
1.2	Theoretische Grundlagen . . . . .	192
1.3	Auswahl von Ergebnissen der Computer-Experimente . . . . .	194
1.4	Zusammenfassung und Schlußfolgerungen . . . . .	199
1.5	Literatur . . . . .	200
<b>2</b>	<b>Bruchkriterien bei überlagerter Rißöffnung Mode I, Mode III in keramischen Werkstoffen</b> . . . . .	<b>201</b>
	<i>Karl-F. Fischer, Frank Fischer</i>	
2.1	Einleitung . . . . .	201
2.2	Energiefreisetzungsrate bei überlagerter Beanspruchung . . . . .	202
2.3	Energiedichte Verteilung bei überlagerter Beanspruchung . . . . .	203
2.4	Berücksichtigung der Mikrostützwirkung . . . . .	204
2.5	Einbeziehung des bruchmechanischen Anstrengungsverhältnisses . . . . .	206
2.6	Bruchflächenuntersuchungen an Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -Proben . . . . .	207
2.7	Zusammenfassung . . . . .	209
2.8	Literatur . . . . .	209

<b>3</b>	<b>Einfluß keramischer Verstärkungselemente auf das Kriechverhalten von Oxidkeramiken und Glas</b> . . . . .	211
	<i>Claus von Minden, Heinz Hübner</i>	
3.1	Einleitung . . . . .	211
3.2	Werkstoffe und ihre Charakterisierung . . . . .	211
3.3	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	214
3.3.1	Mechanische Eigenschaften bei Raumtemperatur . . . . .	214
3.3.2	Kriechverhalten . . . . .	215
3.3.2.1	TZP-Matrix . . . . .	215
3.3.2.2	Aluminiumoxid-Matrix . . . . .	216
3.3.2.3	Glas-Matrix . . . . .	218
3.4	Zusammenfassung . . . . .	220
3.5	Literatur . . . . .	221
<b>4</b>	<b>Hochfeste Keramiken auf <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math>- und <math>\text{ZrO}_2</math>-Basis durch kontrollierte Korngrenzenstrukturen</b> . . . . .	223
	<i>Andreas Krell, Jürgen Seidel, Nils Claussen</i>	
4.1	Einführung . . . . .	223
4.2	Abschätzung erreichbarer Effekte – Möglichkeiten zur strukturellen Einflußnahme . . . . .	224
4.3	Experimentelles . . . . .	226
4.4	Ergebnisse . . . . .	227
4.5	Schlußfolgerungen . . . . .	230
4.6	Literatur . . . . .	231
<b>5</b>	<b>Bruchfestigkeit, Bruchzähigkeit und Verläßlichkeit von metallverstärktem <math>\text{Al}_2\text{O}_3</math></b> . . . . .	233
	<i>Mathias Knechtel, Helge Prielipp, Jürgen Rödel, Nils Claussen</i>	
5.1	Einführung . . . . .	233
5.2	Bruchmechanik metallverstärkter Keramik . . . . .	233
5.3	Experimentelle Durchführung . . . . .	234
5.4	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	235
5.4.1	Bruchzähigkeit . . . . .	235
5.4.2	Bruchfestigkeit . . . . .	235
5.4.3	Verläßlichkeit . . . . .	239
5.5	Literatur . . . . .	240

<b>6</b>	<b>Der Einfluß von Inhomogenitäten auf Verzug, Rißbildung und Eigenspannungen beim Sintern keramischer Werkstoffe . . .</b>	<b>241</b>
	<i>Hermann Riedel, Hannes Zipse, Markus Hennies, Dieter Meyer</i>	
6.1	Einleitung und Zielsetzung . . . . .	241
6.2	Theorie: mechanische Stoffgesetze für das Sintern . . . . .	242
6.2.1	Ein Modell mit sechseckigen Körnern . . . . .	242
6.2.2	Eine Bemerkung zum Parameter $m$ . . . . .	243
6.2.3	Weitere Arbeiten zur Modellbildung . . . . .	244
6.3	Versuche . . . . .	244
6.3.1	Probenherstellung . . . . .	244
6.3.2	Reibungsmessung . . . . .	244
6.3.3	Aufbau des Sinterumformversuchs . . . . .	245
6.3.4	Auswertung der Meßergebnisse . . . . .	246
6.3.5	Ergebnisse . . . . .	246
6.4	Vergleich der Ergebnisse mit Modellen und Diskussion . . . . .	248
6.4.1	Sintergeschwindigkeit . . . . .	248
6.4.2	Kompressionsviskosität . . . . .	249
6.4.3	Sinterspannung . . . . .	250
6.4.4	Verhältnis aus Scher- und Kompressionsviskosität . . . . .	251
6.5	Numerische Simulation . . . . .	251
6.5.1	Reibahle aus Hartmetall . . . . .	251
6.5.2	Scheibe mit konusförmiger Aussparung . . . . .	252
6.6	Literatur . . . . .	253
<b>7</b>	<b>Bruchverhalten von <math>\text{Si}_3\text{N}_4</math> unter überlagerter Biegung und Torsion bei Raumtemperatur . . . . .</b>	<b>254</b>
	<i>Wolfgang Brocks, Etienne Krämer, Jürgen Mohn, Peter Reimers, Edith Rudolph, Johannes Thaten</i>	
7.1	Ziel . . . . .	254
7.2	Werkstoffcharakterisierung . . . . .	254
7.3	Proben . . . . .	256
7.4	Prüfmittel . . . . .	256
7.5	Experimente . . . . .	259
7.6	Berechnung der Spannungsintensitätsfaktoren . . . . .	260
7.7	Ergebnisse . . . . .	263
7.8	Literatur . . . . .	263

<b>8</b>	<b>Dynamisches und zyklisches Ermüdungsverhalten von SYALON®-Keramiken</b> . . . . .	<b>264</b>
	<i>Marion Bartsch, Jürgen Göring, Horst Nowack, Hartmut Schneider</i>	
8.1	Werkstoffe . . . . .	264
8.2	Proben und Versuchsdurchführung . . . . .	265
8.3	Bruchauslöser . . . . .	265
8.4	Verhalten in dynamischen Biegeversuchen . . . . .	268
8.5	Verhalten bei zyklischer Beanspruchung . . . . .	270
8.6	Zyklische Rißausbreitung . . . . .	271
8.7	Fraktografische Analyse der Bruchflächen . . . . .	271
8.8	Nachwort . . . . .	273
8.9	Literatur . . . . .	275
<b>9</b>	<b>Untersuchungen zum Wachstum mikroskopischer und makroskopischer Risse unter zyklischer Belastung im Zirkonoxid</b> . . . . .	<b>276</b>
	<i>Ruben Schmitt, Theo Fett, Dietrich Munz</i>	
9.1	Problemstellung . . . . .	276
9.2	Bruchmechanische Zusammenhänge . . . . .	277
9.2.1	Lebensdauervorhersage für zyklische Belastung . . . . .	277
9.2.2	Auswertemethode für zyklische Lebensdauermessungen bei natürlichen Fehlern . . . . .	278
9.3	Durchgeführte Experimente . . . . .	279
9.4	Ergebnisse . . . . .	279
9.4.1	Natürliche Fehler . . . . .	279
9.4.2	Makroskopische Risse . . . . .	283
9.4.3	Vergleich zwischen natürlichen Fehlern und makroskopischen Rissen . . . . .	285
9.5	Zusammenfassung . . . . .	285
9.6	Literatur . . . . .	286

<b>10</b>	<b>Nachweis mechanisch induzierter Strukturänderungen bei Druck- bzw. Biegebelastung hochkorundhaltiger Werkstoffe mit Hilfe der Elektronenspinresonanz . . . . .</b>	<b>287</b>
	<i>Reinhard Stöber, Rudolf Brenneis, Werner Herrmann, Norbert Steinfeldt</i>	
10.1	Einleitung . . . . .	287
10.2	Herstellung der schmelzgegossenen Modellwerkstoffe und Aufnahme der ESR-Spektren . . . . .	289
10.3	Simulation der ESR-Spektren von $\text{Fe}^{3+}$ -Ionen in ungeordneten und partiell geordneten Proben . . . . .	290
10.4	Nachweis mechanisch induzierter Strukturänderungen anhand der Änderungen spektraler Eigenschaften . . . . .	292
10.5	ESR-Untersuchungen bei tiefen und hohen Temperaturen . . .	293
10.6	ESR-Tomographie . . . . .	296
10.7	Zusammenfassung . . . . .	297
10.8	Literatur . . . . .	297

### Teil III Funktionskeramiken

<b>1</b>	<b>Zusammenhang zwischen Normalleitung und Supraleitung in oxidischen Keramiken . . . . .</b>	<b>301</b>
	<i>Hellmuth Fischer, Karl-Heinz Härdtl</i>	
1.1	Einleitung . . . . .	301
1.2	Präparation und Charakterisierung . . . . .	302
1.3	Meßergebnisse . . . . .	303
1.3.1	Leitfähigkeitsverhalten unterhalb Raumtemperatur . . . . .	305
1.3.2	Leitfähigkeitsverhalten bei hohen Temperaturen . . . . .	306
1.3.3	Thermogravimetrische Untersuchungen . . . . .	308
1.4	Diskussion . . . . .	310
1.5	Literatur . . . . .	313
<b>2</b>	<b>Defektchemie und Massetransport in Hochtemperatursupraleitern . . . . .</b>	<b>314</b>
	<i>Mario Quilitz, Gösta Pfundtner, Joachim Maier</i>	
2.1	Einleitung . . . . .	314
2.2	Experimentelles . . . . .	315

## Inhalt

2.3	Thermodynamik: Korrelation der Ladungsträgerkonzentrationen mit Temperatur, Partialdruck und Orientierung . . . . .	316
2.4	Kinetik: Sauerstofftransport in den Hochtemperatursupraleitern . . . . .	319
2.5	Literatur . . . . .	322
<b>3</b>	<b>Untersuchungen zur Ionenleitfähigkeit chemisch stabiler, fester Mischoxidelektrolyte bei 1000 bis 1600 °C</b> . . . . .	<b>323</b>
	<i>Axel Weyl, Dieter Janke</i>	
3.1	Einleitung und Aufgabenstellung . . . . .	323
3.2	Auswahl und Vorstellung geeigneter Festelektrolyte . . . . .	324
3.3	Vorstellung der Meßmethoden . . . . .	326
3.3.1	EMK-Polarisationsmethode . . . . .	327
3.3.2	Thermodynamische EMK-Methode . . . . .	327
3.4	Experimentelle Untersuchungen . . . . .	328
3.4.1	Sondentypen . . . . .	328
3.4.2	Diffraktometeraufnahmen . . . . .	329
3.5	Ergebnisse . . . . .	329
3.6	Zusammenfassung . . . . .	332
3.7	Literatur . . . . .	332
<b>4</b>	<b>Alterung ferroelektrischer Keramiken</b> . . . . .	<b>334</b>
	<i>Gottfried Arlt, Ulrich Robels</i>	
4.1	Einführung . . . . .	334
4.2	Inneres Feld . . . . .	335
4.3	Alterung der Dielektrizitätszahl . . . . .	338
4.4	Altern der Nichtlinearität der Dielektrizitätszahl . . . . .	341
4.5	Literatur . . . . .	344
<b>5</b>	<b>Inversionsdomänen und Wärmeleitfähigkeit von AlN-Keramiken</b> . . . . .	<b>345</b>
	<i>Gabriele Gorzawski, Gerd Müller, Wolfgang F. Müller, Orlow Massler, Kai-Uwe Senftleben, Hans-Georg Sockel</i>	
5.1	Einleitung . . . . .	345
5.2	Experimentelles . . . . .	346
5.3	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	347

## Inhalt

5.3.1	Bildung und Wachstum der Inversionsdomänen . . . . .	347
5.3.1.1	Bildung der Inversionsdomänen an Versetzungen . . . . .	347
5.3.1.2	Wachstum der Inversionsdomänen . . . . .	348
5.3.2	Sauerstoffnachweis an den Inversionsdomänengrenzen . . . .	351
5.3.3	Abhängigkeit der Inversionsdomänen von den Prozeß- parametern . . . . .	352
5.3.4	Auswirkung der Inversionsdomänen-Häufigkeit auf die Wärmeleitfähigkeit . . . . .	353
5.4	Zusammenfassung . . . . .	354
5.5	Literatur . . . . .	355
<b>6</b>	<b>Funktionskeramik in Schicht-Verbundtechnik</b> . . . . .	356
	<i>Bernd Hoffmann, Dirk Schmid</i>	
6.1	Einleitung . . . . .	356
6.2	Experimentelles . . . . .	357
6.3	Ergebnisse . . . . .	358
6.3.1	Korngröße der Ausgangssubstanzen in Abhängigkeit von der Mahldauer . . . . .	358
6.3.2	Das Sinterverhalten der feingemahlten Titanate . . . . .	359
6.3.3	Das thermische Ausdehnungsverhalten von Barium/Strontium- Titanat-Keramik . . . . .	360
6.3.4	Untersuchungen zur Rißbildung . . . . .	362
6.4	Ausblick . . . . .	363
6.5	Literatur . . . . .	364
<b>7</b>	<b>Herstellung funktionskeramischer Werkstoffe durch Mikrowellenpyrolyse und Mikrowellensintern</b> . . . . .	365
	<i>Monika Willert-Porada, Torsten Gerdes</i>	
7.1	Einleitung . . . . .	365
7.2	Experimentelles . . . . .	369
7.2.1	Pulversynthese . . . . .	369
7.2.2	Sintern . . . . .	369
7.3	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	371
7.3.1	Pulverherstellung durch Mikrowellenpyrolyse von Prekursoren . . . . .	371
7.3.2	Mikrowellensintern . . . . .	375
7.4	Zusammenfassung . . . . .	377
7.5	Literatur . . . . .	378

**Teil IV Struktur und Eigenschaften von  $\text{ZrO}_2$**

<b>1</b>	<b>Strukturen und Eigenschaften von Zirkonia (TZP, CSZ)</b> . . . . .	383
	<i>Friedrich Frey, Hans Boysen, Uwe Martin, Marjan Tadin</i>	
1.1	Einleitung . . . . .	383
1.2	Experimentelles, Auswertung . . . . .	384
1.3	Ergebnisse . . . . .	385
1.3.1	Struktur und Ionenleitung in TZP im Vergleich zu CSZ . . . . .	385
1.3.2	Tetragonalität und Stabilität von TZP . . . . .	385
1.3.3	Wassereinlagerung in TZP . . . . .	388
1.3.4	Ultrafeine Zirkonia-Pulver . . . . .	390
1.3.5	Vergleichende Untersuchungen an isotypem $\text{CeO}_2$ . . . . .	391
1.4	Literatur . . . . .	392
<b>2</b>	<b>Stabilitätsuntersuchungen an TZP</b> . . . . .	393
	<i>Olaf Kruse, Nikolaus Pazarkas, Paris Wilhelm Kountouros, Heinz D. Carstanjen, Helmut Schubert</i>	
2.1	Einleitung . . . . .	393
2.2	Stabilität von TZP . . . . .	394
2.3	Experimentelles . . . . .	395
2.4	Ergebnisse . . . . .	396
2.5	Literatur . . . . .	400
<b>3</b>	<b>Der Einfluß von Dotierungen auf die Stabilität der <math>\text{ZrO}_2</math>-Modifikationen</b> . . . . .	402
	<i>Horst Philipp Beck, Claus Kaliba, Anton Reichert, Herbert Müller</i>	
3.1	Einleitung . . . . .	402
3.2	Ausmaß und Wirkung der Dotierung mit Fremdkationen . . . . .	403
3.3	Dotierungen und Sintereigenschaften . . . . .	405
3.4	Die m-t-Transformation bei reinem und dotiertem $\text{ZrO}_2$ . . . . .	407
3.5	Hochdruckuntersuchungen . . . . .	409
3.6	Literatur . . . . .	412



<b>4</b>	<b>Atomare Fehlstellen in Zirkondioxid</b> . . . . .	413
	<i>Manfred Weller</i>	
4.1	Einleitung . . . . .	413
4.2	Experimentelle Methoden . . . . .	415
4.2.1	Temperaturabhängigkeit der Ionenleitung . . . . .	415
4.2.2	Mechanische und dielektrische Verluste . . . . .	416
4.3	Messungen an Zirkondioxid . . . . .	417
4.3.1	Mechanische und dielektrische Verluste von TZP . . . . .	418
4.3.2	Mechanische Verlustmessungen an kubischem ZrO <sub>2</sub> -10-Mol-% Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> . . . . .	422
4.4	Schlußfolgerungen . . . . .	424
4.5	Literatur . . . . .	424
<b>5</b>	<b>Elektronische Minoritätsleitung in reinen und dotierten tetragonalen Zirconia-Polykristallen</b> . . . . .	426
	<i>Werner Weppner</i>	
5.1	Einleitung . . . . .	426
5.2	Experimentelle Aspekte . . . . .	428
5.3	Ergebnisse . . . . .	429
5.4	Diskussion . . . . .	433
5.5	Literatur . . . . .	434
<b>6</b>	<b>Optimierung der Sauerstoffionenleitfähigkeit von Zirkondioxid</b> . . . . .	436
	<i>Henning Dannheim, Angela Engel</i>	
6.1	Einleitung . . . . .	436
6.2	Probenherstellung . . . . .	436
6.3	Elektrische Messungen . . . . .	437
6.4	Gefüge und Phasenbestand . . . . .	440
6.5	Literatur . . . . .	443

<b>7</b>	<b>Atomare Fehlstellen in Metalloxiden und SiC-Positronen als Sonden</b> . . . . .	444
	<i>Hans-E. Schaefer, Martin Forster, Martin A. Müller, Andrew A. Rempel</i>	
7.1	Einleitung . . . . .	444
7.2	Einfache atomare Fehlstellen nach Bestrahlung, deren Wanderung und Agglomeration . . . . .	445
7.3	Fehlstellenbildung bei hohen Temperaturen . . . . .	448
7.4	Literatur . . . . .	450
 <b>Teil V Analytik von keramischen Materialien</b>		
<b>1</b>	<b>Atomspektrometrische Methoden für die Spurenanalytik von Hochleistungskeramiken</b> . . . . .	455
	<i>José A. C. Broekaert, Peter Tschöpel, Günther Tölg</i>	
1.1	Einleitung . . . . .	455
1.2	Experimentelles . . . . .	456
1.2.1	Analyse von keramischen Pulvern nach Aufschluß . . . . .	456
1.2.2	Suspensionsmethode . . . . .	458
1.2.3	Einsatz der ICP-MS . . . . .	460
1.3	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	460
1.4	Wege zur Direktanalyse kompakter Keramiken . . . . .	462
1.5	Ausblick . . . . .	464
1.6	Literatur . . . . .	465
<b>2</b>	<b>Neutronenaktivierungsanalytische und atomspektrometrische Verfahren zur Analyse keramischer Materialien</b> . . . . .	466
	<i>Viliam Krivan, Peter Barth, Bohumil Docekal, Martin Franek, Christian Friese, Susanne Hauptkorn, Thomas Römmelt, Germar Schneider, Dieter Wildhagen</i>	
2.1	Einleitung . . . . .	466
2.2	Neutronenaktivierungsanalytische Methoden . . . . .	467
2.3	AAS-, ICP-AES- und ICP-MS-Verbundverfahren . . . . .	470
2.4	Suspensionstechnik – ETAAS . . . . .	472
2.5	Literatur . . . . .	475

<b>3</b>	<b>Verbesserte Charakterisierung undotierter und dotierter <math>\text{Si}_3\text{N}_4</math>-Pulver</b> . . . . .	476
	<i>Gerhard Nabert, Hans Schmidt, Günter Ziegler</i>	
3.1	Einleitung . . . . .	476
3.2	Experimentelle Durchführung . . . . .	478
3.3	Ergebnisse . . . . .	479
3.3.1	Transmissionselektronenmikroskopie . . . . .	479
3.3.2	XPS- und Tiefenprofilanalyse . . . . .	484
3.3.3	FT-IR-Untersuchungen . . . . .	486
3.4	Zusammenfassung und Schlußfolgerungen . . . . .	487
3.5	Literatur . . . . .	489

## Teil VI Gläser

<b>1</b>	<b>Zur Kinetik der Sinterung und Kristallisation von Glas- und Sol-Gel-Pulvern der Cordierit-Zusammensetzung</b> . . . .	493
	<i>Ralf Müller, Horst Fischer, Dieter Sporn, Helmut Bertagnolli</i>	
1.1	Einleitung . . . . .	493
1.2	Experimentelles . . . . .	494
1.3	Untersuchungen zur Kristallisation . . . . .	495
1.3.1	Gaspulver . . . . .	495
1.3.2	Sol-Gel-Pulver . . . . .	496
1.4	Theorie . . . . .	496
1.4.1	Der Faktor $s_0'(T,t)$ . . . . .	497
1.4.2	Der Faktor $1-x(T,t)$ . . . . .	498
1.4.3	Die Berechnung von $s(T,t)$ . . . . .	498
1.5	Diskussion . . . . .	499
1.5.1	Gaspulver . . . . .	499
1.5.2	Sol-Gel-Pulver . . . . .	500
1.6	Ausblick . . . . .	501
1.7	Literatur . . . . .	502

<b>2</b>	<b>Unidirektionale Kurzfaserverstärkung von Gläsern mittels Strangpressen und Untersuchung ihrer charakteristischen Eigenschaften</b> . . . . .	<b>503</b>
	<i>Erwin Roeder, Hans-Joachim Mayer</i>	
2.1	Einleitung . . . . .	503
2.2	Herstellung kurzfaserverstärkter Glasverbunde durch das Strangpreßverfahren . . . . .	504
2.3	Strukturelle Untersuchungen der Verbundkörper . . . . .	505
2.4	Ermittlung mechanischer Eigenschaften der Verbundkörper . .	506
2.5	Zusammenfassung . . . . .	511
2.6	Literatur . . . . .	511
<b>3</b>	<b>Aushärtung maschinell bearbeitbarer Glimmerglaskeramiken</b>	<b>513</b>
	<i>Michael Reise, Gerd Müller</i>	
3.1	Einführung und Zielsetzung . . . . .	513
3.1.1	Das System Phlogopit-Anorthit . . . . .	514
3.1.2	Das System Phlogopit-ZrO <sub>2</sub> . . . . .	514
3.2	Experimentelles . . . . .	515
3.3	Ergebnisse . . . . .	516
3.3.1	Das System Phlogopit-Anorthit . . . . .	516
3.3.2	Das System Phlogopit-ZrO <sub>2</sub> . . . . .	520
3.4	Zusammenfassung und Ausblick . . . . .	523
3.5	Literatur . . . . .	523
 <b>Teil VII Bearbeitung von Hochleistungskeramiken</b>		
<b>1</b>	<b>Eigen- und Lastspannungen in ein- und zweiphasigen keramischen Werkstoffen nach unterschiedlichen Bearbeitungen</b> . . . . .	<b>527</b>
	<i>Bernd Eigenmann, Eckard Macherauch</i>	
1.1	Einleitung . . . . .	527
1.2	Untersuchungsmaterial und Versuchsdurchführung . . . . .	528
1.3	Versuchsergebnisse . . . . .	529
1.3.1	Bearbeitungseigenstressungen . . . . .	529
1.3.2	Überlagerung von Bearbeitungseigenstressungen und Lastspannungen . . . . .	533

## Inhalt

1.4	Zusammenfassende Bewertung der Ergebnisse . . . . .	537
1.5	Literatur . . . . .	538
<b>2</b>	<b>Bearbeitungsbedingte Defektstrukturen und mikrostrukturelle Ursachen der Ermüdung von Hochleistungskeramiken . . . .</b>	<b>540</b>
	<i>Georg Grathwohl</i>	
2.1	Einleitung . . . . .	540
2.2	Zielsetzung . . . . .	541
2.3	Experimentelle Methoden . . . . .	541
2.4	Ergebnisse . . . . .	545
2.4.1	Festigkeit . . . . .	545
2.4.2	Rißwiderstand . . . . .	547
2.4.3	Ermüdung . . . . .	549
2.5	Schlußfolgerungen . . . . .	554
2.6	Literatur . . . . .	555
<b>3</b>	<b>Einfluß der Werkstoffeigenschaften und des Herstellprozesses auf die Spanbildungs- und Abtragsmechanismen bei der spanenden Bearbeitung keramischer Hochleistungswerkstoffe . . . .</b>	<b>556</b>
	<i>Hans K. Tönshoff, Hans-Günter Wobker, Peter Roth, Tjark Lierse</i>	
3.1	Einleitung . . . . .	556
3.2	Werkstoffe . . . . .	557
3.3	Einkornritzversuche zur Modellierung des Schneideneingriffs . . . . .	558
3.4	Schleifbearbeitung . . . . .	561
3.5	Charakterisierung des Randzonenzustands geschliffener Keramiken . . . . .	564
3.6	Literatur . . . . .	565
<b>4</b>	<b>Einfluß der Werkstoffbeschaffenheit von Hochleistungskeramiken auf die Anwendbarkeit des Röntgenbeugungsverfahrens . . . . .</b>	<b>566</b>
	<i>Hans K. Tönshoff, Eckard Brinksmeier, Hans-Günter Wobker, Heike Seibt, Ines Oberbeck</i>	
4.1	Einleitung . . . . .	566
4.2	Die röntgenographische Eigenspannungsanalyse . . . . .	567
4.2.1	Grundlagen . . . . .	567
4.2.2	Gitterdehnungsverteilungen an bearbeiteten Keramiken . . . . .	568

XXX

4.2.3	Oberflächenspannungen und Spannungstiefenverläufe . . . .	571
4.3	Literatur . . . . .	573
<b>5</b>	<b>Spanbildungsmechanismen und Randzonenschädigung bei der Hartbearbeitung von <math>Al_2O_3</math>-Keramiken mit variiertter Korngröße . . . . .</b>	<b>574</b>
	<i>Rainer Telle, Sang-Hei Park</i>	
5.1	Einleitung . . . . .	574
5.2	Experimentelle Durchführung . . . . .	575
5.2.1	Ausgangsmaterial . . . . .	575
5.2.2	Probenherstellung und Charakterisierung . . . . .	575
5.2.3	Oberflächenbearbeitung . . . . .	576
5.3	Ergebnisse . . . . .	576
5.3.1	Gefügeentwicklung . . . . .	576
5.3.2	Mechanische Eigenschaften . . . . .	576
5.3.3	Materialabtrag und Randzonenschädigung durch Oberflächen- bearbeitung . . . . .	579
5.4	Diskussion . . . . .	584
5.5	Schlußfolgerungen . . . . .	587
5.6	Literatur . . . . .	588
<b>6</b>	<b>Beeinflussung des Honprozesses durch die Zusammensetzung und die Eigenschaften keramischer Werkstoffe . . . . .</b>	<b>589</b>
	<i>Günter Spur, Uwe-Peter Weigmann</i>	
6.1	Einleitung und Problemstellung . . . . .	589
6.2	Versuchsplanung und Versuchsbedingungen . . . . .	590
6.3	Honbarkeit keramischer Werkstoffe . . . . .	592
6.4	Untersuchungen an Aluminiumoxid . . . . .	595
6.4.1	Charakterisierung der untersuchten Werkstoffe . . . . .	595
6.4.2	Einfluß der Bearbeitungsbedingungen auf das abgetrennte Werkstoffvolumen . . . . .	596
6.4.3	Einfluß der Bearbeitungsbedingungen auf die Oberflächenausbildung . . . . .	596
6.4.4	Ansatz zur analytischen Beschreibung des Abtrennverhaltens . . . . .	600
6.5	Zusammenfassung und Ausblick . . . . .	601
6.6	Literatur . . . . .	602

**Teil VIII Aufbau und Eigenschaften spezieller Hochleistungskeramiken**

<b>1</b>	<b>Thermodynamische Optimierung des Systems B-C-Si und seiner Randsysteme</b> . . . . .	605
	<i>Sung-Ki Lim, Hans Leo Lukas</i>	
1.1	Einleitung . . . . .	605
1.2	Experimentalwerte aus der Literatur . . . . .	606
1.3	Modellierung der Phasen . . . . .	608
1.4	Optimierungsrechnung . . . . .	609
1.5	Ergebnisse . . . . .	610
1.6	Literatur . . . . .	615
<b>2</b>	<b>Binäre und ternäre Nitride</b> . . . . .	617
	<i>Herbert Jacobs</i>	
2.1	Einleitung . . . . .	617
2.2	Binäre Nitride von Mn, Fe und Ni . . . . .	617
2.3	Ternäre Nitride mit Alkali- und Erdalkalimetallen . . . . .	619
2.4	Aluminiumnitrid . . . . .	621
2.5	Siliciumnitrid . . . . .	624
2.6	Schlußbetrachtung . . . . .	625
2.7	Literatur . . . . .	625
<b>3</b>	<b>Konstitutionsuntersuchungen im System Nd-Si-Al-O-N</b> . . . . .	627
	<i>Arno Kaiser, Hans-Jürgen Richter, Mathias Herrmann, Waldemar Hermel</i>	
3.1	Einleitung . . . . .	627
3.2	Experimentelles . . . . .	628
3.3	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	628
3.3.1	System $\text{Nd}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ . . . . .	628
3.3.2	Thermodynamische Berechnungen . . . . .	630
3.4	Schlußfolgerungen . . . . .	633
3.5	Literatur . . . . .	634

<b>4</b>	<b>Reaktionsgrenzschichten auf Si-Al-O-N-Basis zum Fügen von SiC</b> . . . . .	636
	<i>Andreas Hesse, Hans W. Hennicke †</i>	
4.1	Einführung . . . . .	636
4.2	Theoretische Grundlagen . . . . .	637
4.3	Experimentelles . . . . .	638
4.3.1	SiC-Keramiken . . . . .	638
4.3.2	Beschichten . . . . .	638
4.3.3	Fügen . . . . .	640
4.3.4	SiAlON-Synthese . . . . .	640
4.3.5	Charakterisierung der Fügenaht . . . . .	640
4.4	Ergebnisse . . . . .	642
4.5	Schlußfolgerungen . . . . .	648
4.6	Literatur . . . . .	649
<b>5</b>	<b>Viskoelastizität einer glasphasehaltigen Keramik bei Hochtemperatur</b> . . . . .	650
	<i>Herwig Peterlik, Karl Kromp</i>	
5.1	Einführung . . . . .	650
5.2	Material und Versuchsaufbau . . . . .	651
5.3	Rißzähigkeit in der LEBM und im Viskoelastizitätsmodell . . . . .	651
5.4	Ergebnisse und Diskussion . . . . .	653
5.5	Zusammenfassung . . . . .	657
5.6	Literatur . . . . .	658
<b>6</b>	<b>Untersuchungen zur superplastischen Umformbarkeit keramischer Werkstoffe mit feinkristalliner äquiaxialer Mikrostruktur</b> . . . . .	659
	<i>Georg Frommeyer, Angela Dirks-Eicken</i>	
6.1	Einleitung . . . . .	659
6.2	Grundlagen der Superplastizität . . . . .	660
6.3	Probenherstellung . . . . .	661
6.4	Konstitution . . . . .	662
6.5	Superplastische Eigenschaften . . . . .	664
6.6	Verformungsanalyse . . . . .	667



## *Inhalt*

---

6.7	Zusammenfassung . . . . .	669
6.8	Literatur . . . . .	669
<b>7</b>	<b>Untersuchung der Homogenität der Anordnung von ZrO<sub>2</sub>-Teilchen in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Keramiken mittels Bildverarbeitung</b> .	<b>670</b>
	<i>Horst Wendrock, Roland Hübel</i>	
7.1	Einleitung . . . . .	670
7.2	Materialien . . . . .	670
7.3	Vorgehensweise . . . . .	671
7.4	Teilchenmodelle . . . . .	673
7.5	Beschreibung der Methoden . . . . .	674
7.6	Ergebnisse . . . . .	676
7.7	Zusammenfassung . . . . .	678
7.8	Literatur . . . . .	679

## **Anhang**

1	Mitglieder des Programmausschusses zur Initiierung des Schwerpunktprogramms . . . . .	683
2	Mitglieder der Prüfungsgruppe . . . . .	684
3	Ständige Gäste . . . . .	686
4	Anschriften der Autoren . . . . .	687