

Submikro- und Nano-Aluminiumoxid - Sinterpeak-Verschiebung durch Variation der Aufbereitung

R. Sojref, B. Unger, S. Reinsch

Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Berlin

Zielstellung

Sol-Suspensions-Verfahren können zur Herstellung von Aluminiumoxid-Schichten auf verschiedenen Substraten (Glas, Keramik, Metall) verwendet werden. Vorteil gegenüber reinen Sol-Gel-Verfahren: Es können Schichten mit hohem Korundanteil und verringerter Sinterschwindung hergestellt werden.

Die Art der Dispergierung der Komponenten der Sol-Suspensions-Gemische beeinflusst entscheidend deren Sinterfähigkeit:

Experimentelles

- Untersuchung diverser Aluminiumoxid-Dispersionen mit Teilchengrößen im Submikro- und Nanometer-Bereich (Tabelle 1) auf ihre Eignung als Bestandteil von Sol-Suspensions-Gemischen zur Herstellung partiell korundhaltiger Schichten im modifizierten Sol-Gel-Verfahren.
- Beurteilung des Schwindungsverhaltens mittels vertikal-dilatometrischen Untersuchungen an gepressten Proben (Abbildung 1).
- Dreifach Beschichtung von Glassubstraten (NCS-Glas) im Tauchverfahren mit Temperung bei 520 °C nach jedem Beschichtungszyklus (Abbildung 2).

Ergebnisse

- Vergleich von in Wasser dispergiertem Korund TM-DAR (Kurve 1) mit gemahlenem Korund K18 (Kurve 3): Der TM-DAR sintert bei tieferer Temperatur als K18 (Die Maxima der Sintergeschwindigkeit liegen bei 1200 °C bzw. >1300 °C). Grund: die feinere Teilchengröße des Korunds TM-DAR.
- Die Lage des Maximums der Sintergeschwindigkeit ist für Korund TM-DAR in hohem Maße abhängig von der Art der Aufbereitung. Suspendierung in Ethanol verschiebt das Sinterintervall zu höheren Temperaturen (Kurve 2). Der Sinterpeak-Onset (ca. 1200 °C) liegt sogar oberhalb des Wertes (ca. 1000 °C, Kurve 3) für den gröberen Korund K18. Grund: vermutlich Teilchenagglomeration.
- Gemische mit Korund K18 und Alumosol AIS Nr. 11 (Kurve 4): Sinterung bei höheren Temperaturen als für reinen Korund (Kurve 3) und keine Peaks in der Schwindungsgeschwindigkeits-Kurve, die der Phasenumwandlung oder Sinterung der Sol-Aluminiumoxid-Komponente zuzuordnen sind. Grund: vermutlich Teilchenagglomeration.
- Gemische mit in wässrigem Medium unter HNO₃-Zusatz dispergiertem Böhmit-Sol und kolloidaler Korund-Suspensionen (Kurve 5): beide Komponenten sind offensichtlich gut dispergiert, da im Vergleich zum ethanolischen Gemisch (Kurve 4) eine relativ niedrige Sintertemperatur vorliegt.
- Die Gesamtschwindung war variabel und wurde durch das Böhmit-Korund-Verhältnis im Gemisch bestimmt.

Tabelle 1

Komponenten von Sol-Suspensions-Gemischen auf Aluminiumoxid-Basis

Bezeichnung	Kurzbezeichnung	Hersteller	Aufbereitung	Medium	D ₅₀ , nm
Korund TM-DAR	TM-DAR	Tamei Chemicals	Ultraschall-Dispergierung mit Zusatz von HNO ₃ und Dispergator	Wasser / Ethanol	200
Korund Alcoa CT 3000 SG	K18	Alcoa Industrial Chemicals	Rührwerkskugelmühlen-Mahlung	Wasser / Ethanol	300
Böhmit Disperal	D	Sasol	Ultraschall-Dispergierung mit Zusatz von HNO ₃ und Binder	Wasser	85 (ohne Binder) 65 (mit Binder)
Alumosol aus Al-sec-butylat	AIS Nr. 11	Eigene Herstellung	Ultraschall-Dispergierung mit Zusatz von Binder	Lösungsmittel-Gemisch (LM)	36 (ohne Binder) 250 (mit Binder)

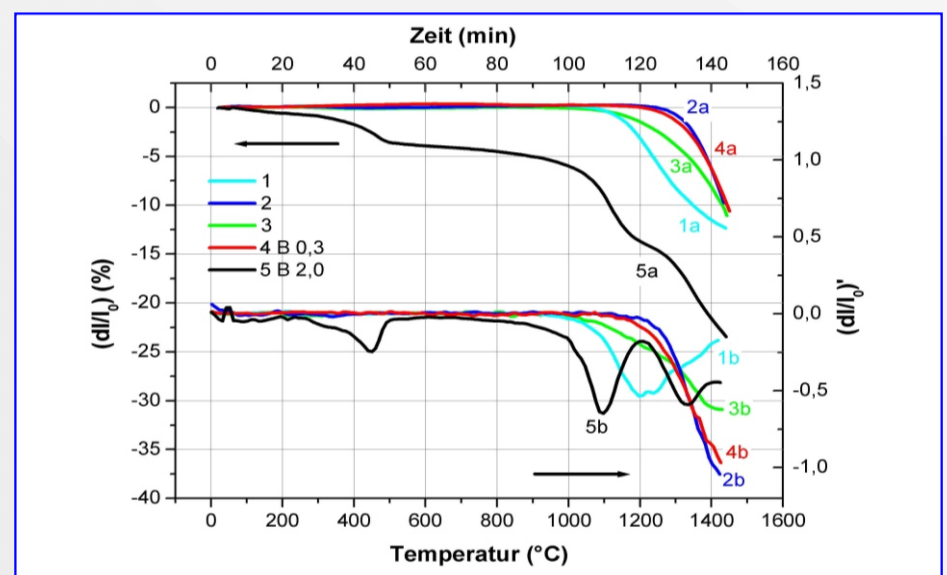


Abbildung 1 Schwindung (dl/l_0) und Schwindungsgeschwindigkeit ($(dl/l_0)'$) verschiedener Aluminiumoxid-Komponenten in Abhängigkeit von der Temperatur (Vertikaldilatometer)

B Masseverhältnis (Al₂O₃ aus Sol) zu (Al₂O₃ aus Korund)

- 1 Korund TM-DAR, Wasser
- 2 Korund TM-DAR, Ethanol
- 3 Korund K18, Mahlung in Wasser (Rührwerkskugelmühle)
- 4 Korund K18 + Alumosol AIS Nr. 11, LM
- 5 Korund K18 + Böhmit-Sol (Wasser, HNO₃)

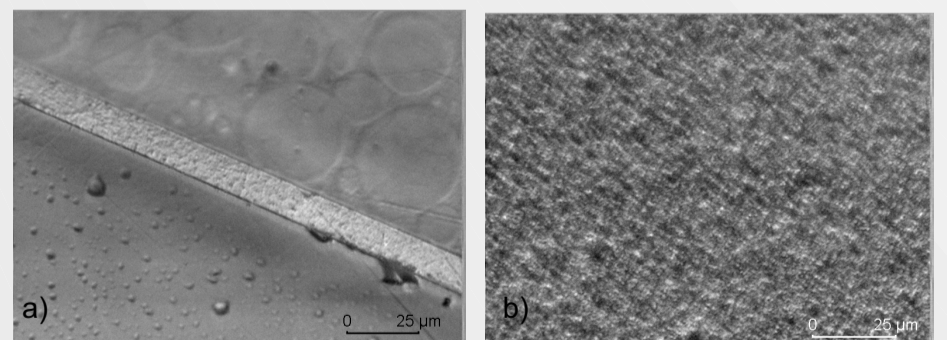


Abbildung 2

Partiell korundhaltige Schicht auf Glas. Böhmit-Korund-Gemisch in Wasser aufbereitet, Korund-Gehalt in der getemperten Schicht 66,6 %. (a) Querschliff, (b) Flächenansicht

Wir danken der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die finanzielle Unterstützung