

# PRÄPARATIONSHILFE KERAMIKWERKSTOFFE

## EINFÜHRUNG

Keramik (im industriellen Bereich "technische Keramik" genannt) sind nichtmetallische und anorganische Materialien, die durch Hochtemperaturverarbeitung erhalten werden. Ihre Zusammensetzung ist sehr unterschiedlich; Keramik enthält einen großen Teil der Elemente im Periodensystem.

Sie haben hohe Schmelzpunkte, eine sehr hohe Härte und keine Duktilität. Übliche Herstellungsverfahren (Bearbeitung, Gießen, plastische Verformung usw.) sind daher entweder ungeeignet oder nur unwesentlich. Bei der Herstellung wird ein Pulver vor dem Produktkonsolidierungsvorgang verarbeitet.

## PRODUKTIONSPROZESS

**Es gibt verschiedene Methoden zur Herstellung von Keramik, um eine körnige Struktur zu erhalten:**

### FLÜSSIGE VERFAHREN

bei denen Keramikpulver in einem Lösungsmittel (Wasser, Alkohol usw.) dispergiert werden, um eine Suspension mit den gewünschten Eigenschaften zu erhalten (Lösungsmittel werden dann bei nachfolgenden thermischen Zyklen entfernt). Diese erhaltene Suspension ermöglicht es, Gießvorgänge in Formen oder Klebeband und Ablagerungen durch Eintauchen durchzuführen.

Beispiel für Bandguss: Die Suspension wird laminiert und dann durch Infrarotstrahlung getrocknet, bevor sie lasergeschnitten und zu mehreren Schichten zusammengesetzt wird.

### PLASTISCHE PROZESSE

bei denen technische Keramikpulver mit organischen Bindungen gemischt werden, um eine Flüssigkeit zu erhalten (Bindungen werden in nachfolgenden thermischen Zyklen entfernt). Es wird dann durch Injektion oder Extrusion geformt.

Einspritzbeispiel: Die "Keramikflüssigkeit" wird in den Trichter eingespeist, dann erhitzt, komprimiert und in die Form eingespritzt, bevor sie abgekühlt und aus der Form entfernt wird.

### TROCKENE KÖRNIGE VERFAHREN

zum Agglomerieren von Pulverpartikeln zum Füllen der Form, wodurch sie eine ausreichende Plastizität für die Verformung während des Pressens erhalten.

Beispiel für einachsiges Pressen: Die Form wird mit den Keramikpulvern gefüllt, die dann gepresst und anschließend aus der Form entfernt werden.

Sobald die körnige Struktur erhalten ist, ist der letzte Schritt bei der Herstellung von technischer Keramik die Hochtemperaturverfestigung, die als "Sintern" bezeichnet wird. Das Prinzip besteht darin, die Körner, aus denen die Keramik besteht, durch Erhitzen auf sehr hohe Temperaturen (jedoch unter dem Schmelzpunkt der Keramik) über einen langen Zeitraum zusammensetzen. Dieser Vorgang verdichtet auch die Keramik (Verringerung der Porositäten), vergrößert die Körner und beseitigt die verschiedenen beim Formen verwendeten Bindungen.

Technische Keramiken weisen eine Vielzahl physikalischer Eigenschaften auf, die geeignete Lösungen bieten, bei denen metallische Materialien und Polymere unwirksam sein können. Unter diesen Eigenschaften sind die folgenden die wichtigsten:

- **Mechanische Eigenschaften:** Ihre extreme Härte bietet eine sehr gute Beständigkeit gegen Verschleiß, Abrieb und Druck.
- **Thermische Eigenschaften:** Keramik ist beständig gegen sehr hohe Temperaturen (bis zu 2.000 ° C).
- **Elektrische Eigenschaften:** Einige Keramiken sind ausgezeichnete elektrische Isolatoren, andere hingegen sind (Super-) Leiter.
- **Chemische Eigenschaften:** Einige besitzen chemische Inertheit (reaktionsträge), Biokompatibilität und Vakuumdichtheit.
- **Optische Eigenschaften:** Einige transparente Keramiken weisen außergewöhnliche optische Eigenschaften auf (sichtbare, IR- oder UV-Bereiche).

=> All diese Eigenschaften machen technische Keramik zu bemerkenswerten Materialien mit zahlreichen industriellen Anwendungen:

**Der Elektroniksektor** macht 70-75% des weltweiten Umsatzes mit technischer Keramik aus. Aufgrund ihrer verschiedenen Zusammensetzungen und Verwendungseigenschaften können elektronische Keramiken in einer Vielzahl von Anwendungen eingesetzt werden: elektrische Isolierung ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{MgO}$  usw.), Halbleiter ( $\text{SiC}$ ,  $\text{Cu}_2\text{O}$ ,  $\text{TiO}_2$  usw.), elektrische Leiter ( $\text{ReO}_2$ ,  $\text{MoSi}_2$ ,  $\text{LaB}_6$  usw.) und magnetische Keramiken ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ,  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  usw.).

**Der medizinische Sektor** verwendet auch Keramik, allgemein bekannt als "Biokeramik". Sie werden in medizinischen Instrumenten und Systemen, in der rekonstruktiven Chirurgie (Prothesen, Implantate, Knochenersatz usw.) und im Dentalbereich (Implantate, Brücken, usw.) eingesetzt. Aluminiumoxid ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) und Zirkoniumdioxid ( $\text{ZrO}_2$ ) sind aufgrund ihrer Dichte, Reinheit, tribologischen Eigenschaften und mechanischen Beständigkeit die am häufigsten verwendeten Keramiken.

Technische Keramik wird üblicherweise als Filter oder Membran im **Energie- und Umweltbereich eingesetzt**. Partikelfilter oder Katalysatoren (einige mit Wabenstruktur) werden aus Keramik hergestellt und ermöglichen die Filterung und / oder den Abbau von Gasschadstoffen ( $\text{SiC}$  wird häufig wegen seiner Wärmeleitfähigkeit verwendet, aber auch  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CeO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ , auf denen sich insbesondere Edelmetalle als Katalysatoren ablagern). Keramik wird auch im Kernbereich als Brennstoff verwendet ( $\text{UO}_2$ ,  $\text{PuO}_2$ , usw.).

Die Verwendung von Keramikkomponenten im **Telekommunikationssektor** hat heute Vorrang, insbesondere aufgrund ihrer Beständigkeit gegenüber ihrer Umgebung und der Belastungen, denen sie ausgesetzt sind (Feuchtigkeit, Vibrationen, Temperaturschwankungen, etc.).

Auch in der **Luft- und Raumfahrt** hat die technische Keramik eine Vielzahl von Anwendungen (Turbinenschaufeln, Teleskopspiegel, Sensoren, Brennräume, Motoren usw.).

Um ihre Zerbrechlichkeit auszugleichen, können Keramiken als Bestandteile von Verbundwerkstoffen verwendet werden. Keramik besteht im Allgemeinen aus der Matrix, die eine Reihe von Fasern (Glas, Kohlenstoff, Siliziumkarbid, etc.) enthält, die als "Verstärkung" bezeichnet werden. Diese Verbundwerkstoffe werden als "Keramikmatrix-Verbundwerkstoffe" (CMC) bezeichnet.



## METALLOGRAPHISCHE PRÄPARATION

Im Allgemeinen werden während der Ausarbeitung, Pulverformung, Verarbeitungsvorgänge und / oder verschiedener mechanischer, thermischer und chemischer Behandlungen, die Eigenschaften und Strukturen von Keramikprodukten beeinflusst. All diese Einflüsse führen zu metallografischen Qualitätskontrollen wie: Untersuchung von Porositäten, Dimensionierung, Herausziehen, Strukturen und Mikrostrukturen, Suche nach Heterogenitäten und Untersuchung von Einschlüssen und / oder Verunreinigungen, Härteprüfungen, Korngrößenkontrollen usw.

Das Erhalten einer Inspektionsfläche erfordert eine Abfolge von Vorgängen, von denen jeder unabhängig vom Material genauso wichtig ist wie der nächste. Diese Schritte erfolgen in dieser Reihenfolge:

- Das Entfernen des zu untersuchenden Produkts (falls erforderlich), genannt "TRENNEN".
- Standardisierung der Geometrie der entnommenen Probe (falls erforderlich), genannt "EINBETTEN".
- Verbesserung des Oberflächenzustands dieser Probe, genannt "SCHLEIFEN & POLIEREN".
- Charakterisierung der Probe: Aufdecken der Mikrostruktur der Probe durch ein Ätzreagenz (falls erforderlich) namens "ÄTZEN" und mikroskopische Untersuchungen (optisch oder elektronisch).

=> Jeder dieser Schritte muss sorgfältig ausgeführt werden, da sonst die nachfolgenden Schritte nicht ordnungsgemäß erfolgen können.

## TRENNEN

Der Zweck des Trennens besteht darin, einen genauen Abschnitt eines Produkts zu entfernen, um eine geeignete Oberfläche für die Inspektion frei zu legen, ohne die physikalisch-chemischen Eigenschaften des Metalls zu verändern. Mit anderen Worten ist es wichtig, eine Erwärmung oder Verformung des Metalls zu vermeiden, die zu einer Gefüge-Veränderung oder einer Kaltverfestigung führen könnte. Das Trennen ist ein grundlegender Schritt, der die weitere Präparation und Inspektion von Teilen voraussetzt.

Das breite Angebot von PRESI an Trenn- und Präzisionstrennmaschinen mit mittlerer und großer Trenn-Kapazität kann an alle Anforderungen hinsichtlich Schnittgenauigkeit, Dimensionierung oder Menge der zu schneidenden Produkte angepasst werden:



Abb. 1: MECATOME T205



Abb. 2: MECATOME T215



Abb. 3: MECATOME T265

Jede der Trennmaschinen im Sortiment ist mit den entsprechenden Verbrauchsmaterialien und Zubehöerteilen ausgestattet. Die Spannsysteme und die Auswahl dieser Verbrauchsmaterialien sind immer ein wesentliches Element für den Erfolg eines metallografischen Schnitts.

=> Das Spannen, d. h. das Fixieren des Werkstücks, ist ebenfalls wesentlich. Wenn das Werkstück nicht gut geklemmt wird, kann der Trennschnitt Risiken für das Verbrauchsmaterial, das Werkstück und die Maschine darstellen.

### VERBRAUCHSMATERIAL

Alle Trennmaschinen werden mit einer Schmier- / Kühlflüssigkeit verwendet, die eine Mischung aus Wasser und Rostschutzadditiv ist, um einen sauberen Schnitt ohne Überhitzung zu erzielen. Das Additiv schützt auch die Probe und die Maschine vor Korrosion.



	Keramiken
Präzisionstrennen	LM / LM+ / LR
Trennen mittelgroßer Proben	LM / LM+ / LR
Trennen großer Proben	LM / LM+ / LR

=> Die Wahl der Trennscheibe ist entscheidend, um einen übermäßigen Verschleiß oder sogar den Bruch der Trennscheibe zu vermeiden. Die Härte des Werkstücks bestimmt die Trennscheibenauswahl.

Tabelle1: Auswahl der richtigen Trennscheibe

## EINBETTEN

Proben können aufgrund ihrer komplexen Form, Zerbrechlichkeit oder geringen Größe schwierig zu handhaben sein. Durch die Einbettung sind sie einfacher zu handhaben, indem ihre Geometrie und Abmessungen standardisiert werden.

Das Erreichen einer qualitativ hochwertigen Einbettung ist wichtig, um zerbrechliche Materialien zu schützen und gute Präparationsergebnisse für das Polieren und zukünftige Analysen zu erzielen.

Vor der Einbettung sollte die Probe gesäubert werden und Schneidgrate sind zu entfernen. Eine Reinigung mit Ethanol und in einem Ultraschallbad ist ebenfalls möglich. Dies ermöglicht es dem Harz, so gut wie möglich an der Probe zu haften und reduziert somit die Schrumpfung (Raum zwischen dem Harz und der Probe).

Wenn eine Schrumpfung vorherrscht, kann dies zu Problemen beim Polieren führen. Schleifkörner können sich in diesem Raum festsetzen und zu einem späteren Zeitpunkt freigesetzt werden, wodurch die Gefahr von Kratzern auf der Probe und der Polierfläche besteht. In diesem Fall wird empfohlen, zwischen den einzelnen Schritten die Probe in ein Ultraschallgerät zu legen.

Da keramische Materialien zerbrechlich sind, ist das Warmeinbettverfahren nicht möglich, da die ausgeübten Drücke zu hoch sind und daher die Proben beschädigen könnten. In solchen Fällen ist das Kalteinbettverfahren zu bevorzugen. Einige komplexe Geometrien erfordern auch eine Kalteinbettung, damit das Einbettmittel die Probe so gut wie möglich imprägnieren kann.

Diese Art der Einbettung wird auch bevorzugt, wenn eine große Anzahl von Teilen in Serie eingebettet werden soll.

### Das Kalteinbettverfahren kann angewendet werden mit:



Abbildung 4: Druckmontagevorrichtung

#### PLUSPUNKT

Verbessert die Qualität erheblich, insbesondere durch Reduzierung des Schrumpfs, Optimierung der Transparenz und Erleichterung der Einbettimprägnierung.



Abbildung 5: Vakuummontagevorrichtung:  
POLY'VAC

#### PLUSPUNKT

Maschine zur Vakuumimprägnierung poröser Materialien mit einem Epoxidharz.

Kalteinbettmittel bieten aufgrund der Kapillarszension des flüssigen Harzes nicht immer eine plane Fläche auf der Rückseite. Vor dem ersten Schleifschritt wird diese konkave Oberfläche (Meniskus) durch einen kurzen Schleifschritt mit Schleifpapier entfernt.

## VERBRAUCHSMATERIAL

Um den Anforderungen der Benutzer gerecht zu werden, bietet PRESI eine ganze Reihe von Kalteinbettformen an. Das Kalteinbettverfahren hat verschiedene Einbettformen mit diversen Durchmessern von Ø 20 – 50 mm. Diese sind in verschiedene Typen unterteilt: optimierte Formen mit der Bezeichnung "KM2.0", Gummi-, Teflon- oder Polyethylenformen. Die Kalteinbettung ist auch flexibler als die Warmeinbettung, weil es unterschiedliche Einbettformen für spezifische Anforderungen gibt.


	<b>Keramiken</b>
<b>Kalteinbettprozess</b>	KM-U KM-B IP - IP FAST 2S*

Tabelle 2: Auswahl des richtigen Einbettmittels  
 \* Geeignet für sehr große Serien

## SCHLEIFEN UND POLIEREN

Die letzte und entscheidende Phase in der Probenpräparation ist das Schleifen und Polieren. Das Prinzip ist einfach, jeder Schritt verwendet ein feineres Schleifmittel als der vorherige. Ziel ist es, eine plane Oberfläche zu erhalten und ohne Kratzer und ohne Artefakte, die die Durchführung metallographischer Kontrolluntersuchungen wie mikroskopische Analysen, Härteprüfungen, Mikrostruktur- oder Messungen beeinträchtigen würden.

PRESI bietet eine breite Palette an manuellen und automatischen Schleif- und Poliermaschinen mit einer großen Auswahl an Zubehör für alle Anforderungen, vom Vorpolieren bis zum Superfinish und Polieren von Einzel- oder Serienproben.

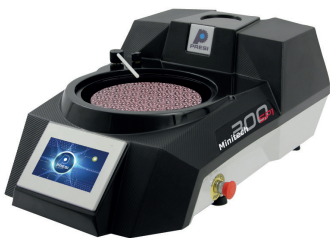


Abb. 6:  
MINITECH 300 SPI

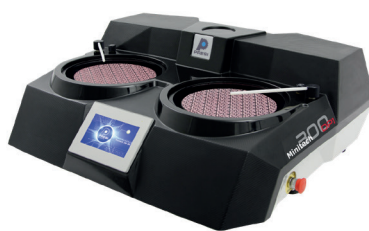


Abb. 7:  
MINITECH 300 DP1 und DP2



Abb. 8:  
MECATECH 250 SPI

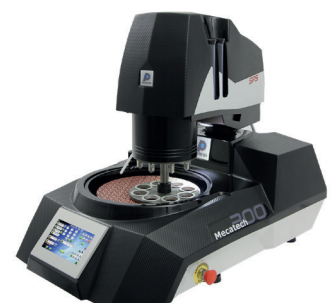


Abb. 9:  
MECATECH 300 SPS

**Die MINITECH-Reihe von manuellen Schleif- und Poliermaschinen** umfasst die fortschrittlichsten Technologien. Sie sind benutzerfreundlich, zuverlässig und robust und bieten eine einfache Antwort auf alle Anforderungen.

**Die MECATECH-Reihe von automatischen Schleif- und Poliermaschinen** ermöglicht es sowohl manuell als auch automatisch zu Schleifen und zu Polieren. Mit seinen fortschrittlichen Technologien und einer Motorleistung von 750 bis 1500 W konzentriert sich die gesamte Erfahrung von PRESI auf dieses sehr vollständiges Sortiment. Unabhängig von Probenanzahl oder -größe garantiert die MECATECH ein optimales Schleif- oder Polierergebnis.

## VERBRAUCHSMATERIAL UND POLIERANLEITUNGEN

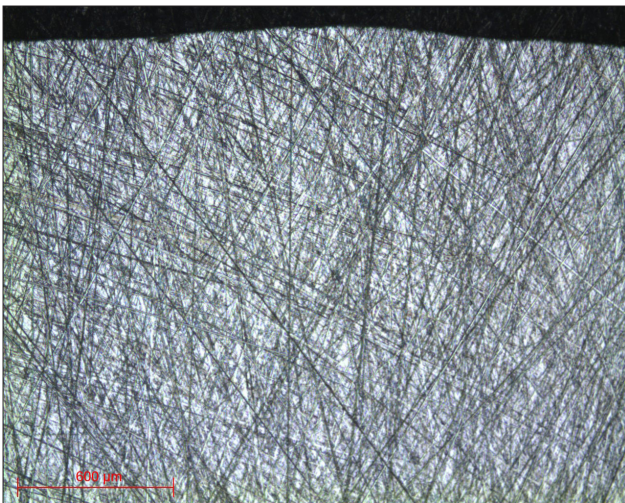
Alle folgenden Schleif- und Polierprozesse sind für die automatische Probenpräparation angegeben (für das manuelle Polieren: Berücksichtigen Sie nicht die Kopf-Parameter). Die Präparationsprozesse dienen zur Information und Beratung.

Alle ersten Schritte jeder Polieranleitung werden als "Nivellieren" bezeichnet und bestehen darin, Material schnell zu entfernen, um eine plane Oberfläche der Probe (und des Einbettmittels) zu erhalten. Die unten angegebenen Parameter sind Standard und können daher nach Bedarf geändert werden.

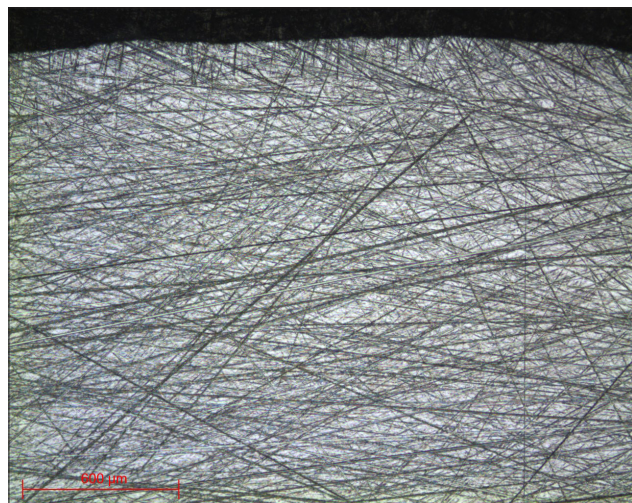
Der Probenandruck variiert je nach Probengröße, im Allgemeinen gilt jedoch Folgendes: 1 daN pro 10 mm Einbettdurchmesser für die Schleifschritte (z. B. Ø 40 mm = 4 daN), dann die Kraft bei jedem Polierschritt mit einer Schleifsuspension um 0,5 daN reduzieren.

### Polierprozess N°1

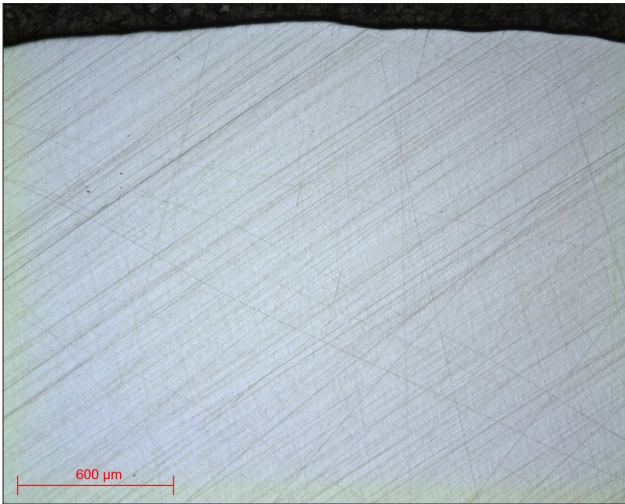
N°	Verbrauchsmaterial	Suspension / Lubrikant	Arbeitsplatte (U/min)	Kopf (U/min)	Rotationsrichtung von Arbeitsplatte / Kopf	Zeit (mm)
1	Tissediam 40µm	Ø / Wasser	300	150	→ →	2'
2	Tissediam 20µm	Ø / Wasser	300	150	→ →	2'
3	TOP	9µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	5'
4	NWF+	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	2'
5	SUPRA	SPM / Wasser	150	100	→ ←	2'



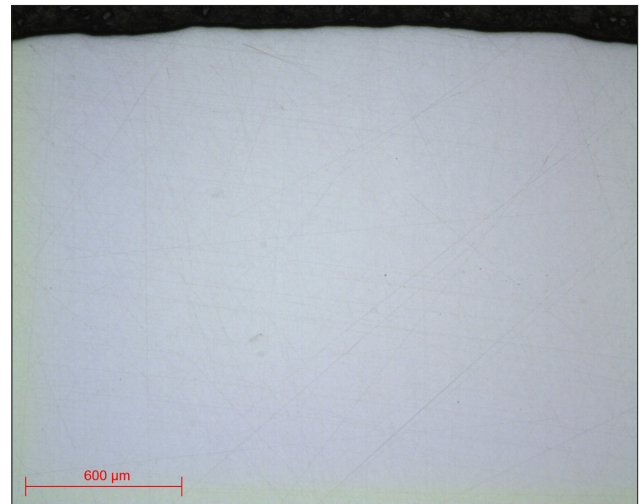
Mikroskopische Aufnahme 1: Zirkoniumdioxid  $ZrO_2$   
Oberflächenzustand TISSEDIAM 40µm - Objektiv x5



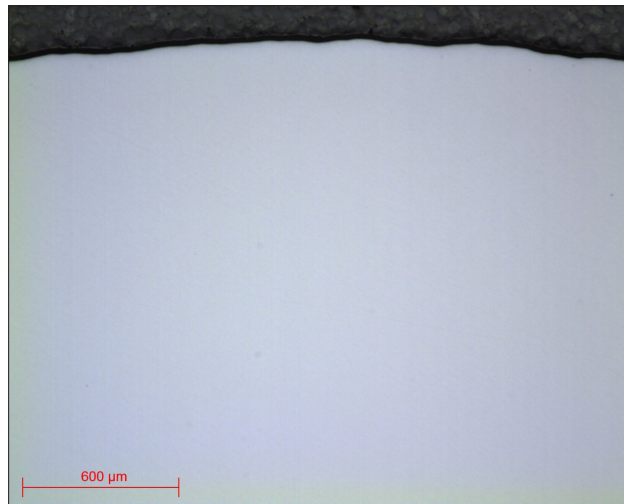
Mikroskopische Aufnahme 2: Zirkoniumdioxid  $ZrO_2$   
Oberflächenzustand TISSEDIAM 20µm - Objektiv x5



Mikroskopische Aufnahme 3: Zirkoniumdioxid  $ZrO_2$   
Oberflächenzustand TOP 9µm - Objektiv x5



Mikroskopische Aufnahme 4: Zirkoniumdioxid  $ZrO_2$   
Oberflächenzustand NWF + 3µm - Objektiv x5



Mikroskopische Aufnahme 5: Zirkoniumdioxid  $ZrO_2$   
Oberflächenzustand SPM - Objektiv x5

## Polierprozess N°2

N°	Verbrauchsmaterial	Suspension / Lubrikant	Arbeitsplatte (U/min)	Kopf (U/min)	Rotationsrichtung von Arbeitsplatte / Kopf	Zeit (mm)
1	I-MAX R 54µm	Ø / Wasser	300	150	→ →	3'
2	I-MAX R 18µm	Ø / Wasser	300	150	→ →	3'
3	TOP	9µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	4'
4	RAM	3µm LDP / Reflex Lub	150	135	→ →	3'
5	NV	CeO <sub>2</sub> / Wasser	150	100	← ←	1'

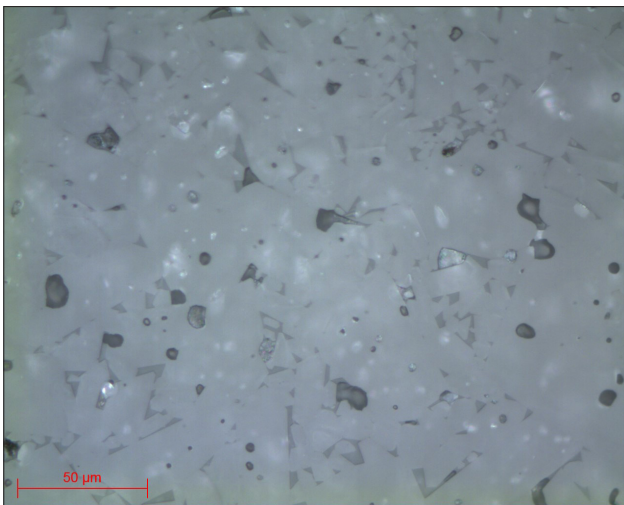
Der Polierprozess Nr. 2 umfasst Verbrauchsmaterial und Suspensionen, die eine Alternative zu den im Polierprozess Nr. 1 verwendeten darstellen.

Alle oben aufgeführten Polierprozesse sind standardisierte - und vielseitige Bereiche, die gemäß den Feinheiten der Proben geändert werden können. (Vgl. Lab'Notes des betreffenden Materials). Darüber hinaus sind sie nicht unbedingt vollständig durchzuführen; die Anforderungen definieren den Bedarf (mit Ausnahme von Titanproben, für die alle Schritte des Bereichs durchgeführt werden müssen).

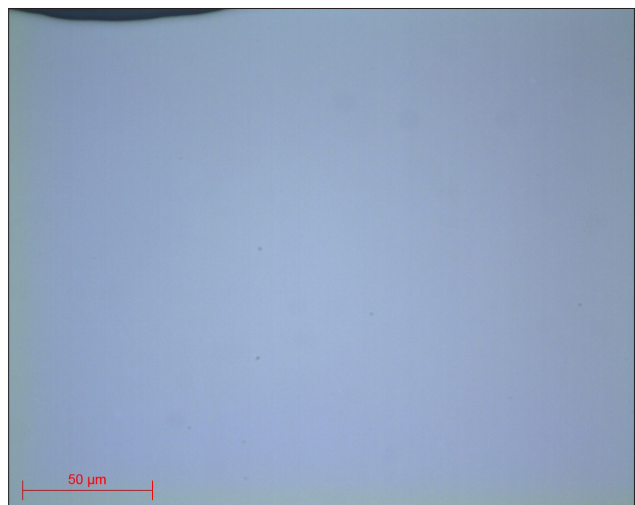
Am Ende dieser Polierprozesse können die polierten Proben ohne metallographisches Ätzen direkt beobachtet werden. Andernfalls können durch metallografisches Ätzen Unterschiede im Relief und / oder in der Farbe zwischen den verschiedenen Komponenten hergestellt und somit beobachtet werden. Es wird hauptsächlich auf Metallen verwendet (siehe Lab'Notes zum betreffenden Material).

## MIKROSKOPIE

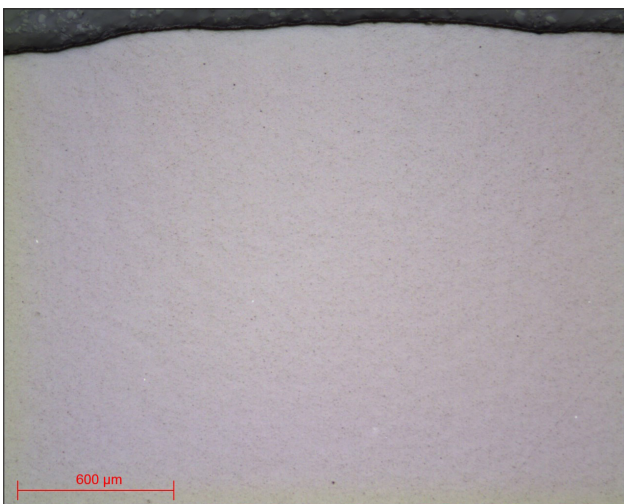
Alle vorgestellten mikroskopischen Aufnahmen wurden mit der **PRESI VIEW**-Software erstellt:



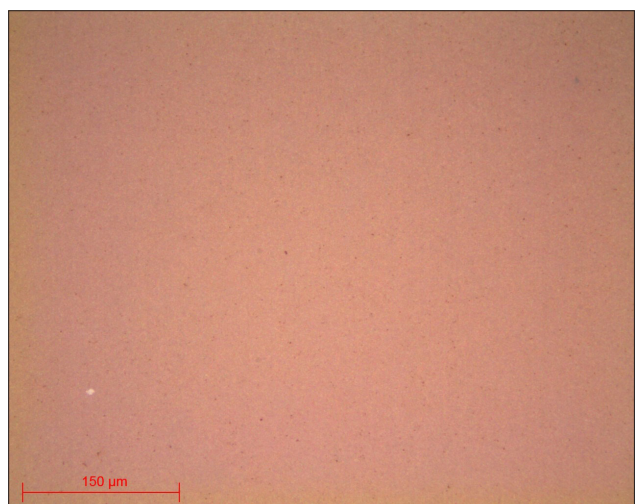
Mikroskopische Aufnahme 6: Aluminiumoxid -  $\text{Al}_2\text{O}_3$   
Auf SPM - Objektiv x50 poliert



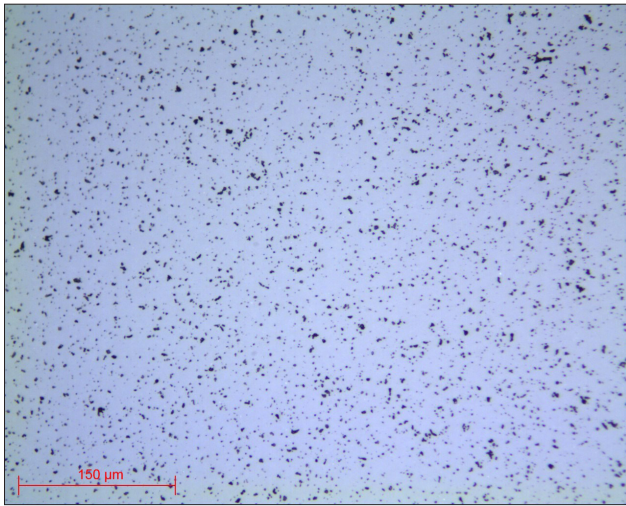
Mikroskopische Aufnahme 7: Zirkonoxid -  $\text{ZrO}_2$   
Auf SPM - Objektiv x5 poliert



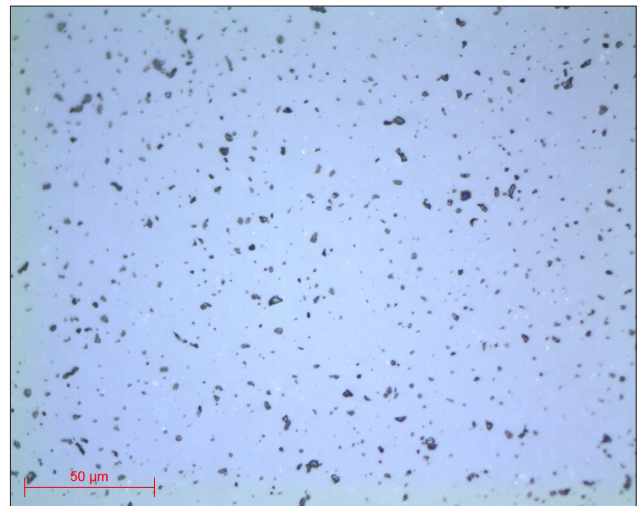
Mikroskopische Aufnahme 8: Zirkonoxid-gehärtetes  
Aluminiumoxid - ZTA  
Auf SPM - Objektiv x5 poliert



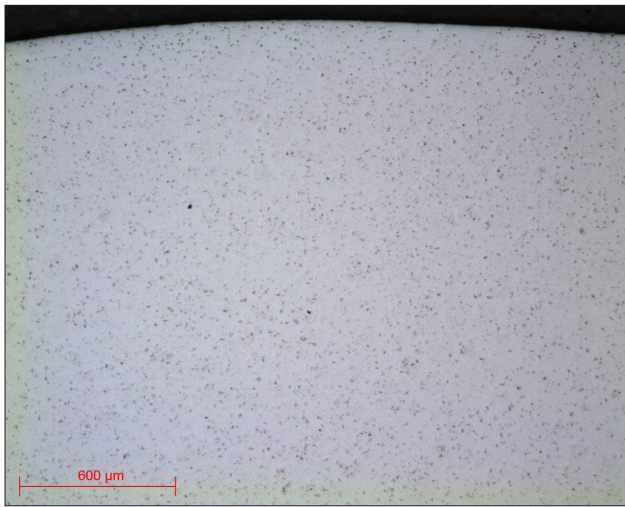
Mikrophotographie 9: Zirkonoxid  
gehärtetes Aluminiumoxid - ZTA  
Auf SPM - Objektiv x20 poliert



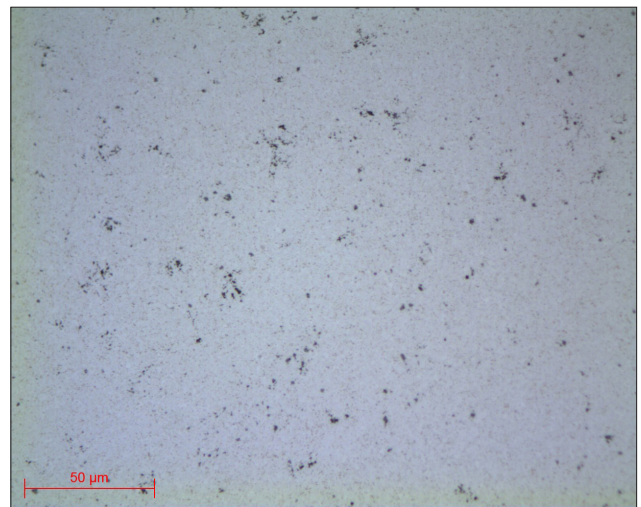
Mikroskopische Aufnahme 10: Siliciumcarbid - SiC  
Auf SPM - Objektiv x20 poliert



Mikroskopische Aufnahme 11: Siliciumcarbid - SiC  
Auf SPM - Objektiv x50 poliert



Mikroskopische Aufnahme 12: Wolframcarbid - WC  
Auf SPM - Objektiv x5 poliert



Mikroskopische Aufnahme 13: Wolframcarbid - WC  
Auf SPM - Objektiv x50 poliert

**PRESI**

[www.presi.com](http://www.presi.com)

Tel. : +49 2331 736 78 70 | Email : [presi.de@presi.com](mailto:presi.de@presi.com)

