



Universität Bayreuth

Ein junger Lehrstuhl mit hochinteressanten Projekten

Lehrstuhl Keramik und Verbundwerkstoffe
Institut für Materialforschung (IMA I)
Universität Bayreuth
Prof. Dr.-Ing. Günter Ziegler

Sonderdruck aus cfi/Ber. der DKG 73 (1996) No. 2



Bayreuth

Ein junger Lehrstuhl mit hochinteressanten Projekten

Universität: Bayreuth
Institut: Institut für Materialforschung (IMA)
Lehrstuhl Keramik und Verbundwerkstoffe (IMA I)
Gründung: 1989
Anschrift: Ludwig-Thoma-Straße 36b,
D-95440 Bayreuth
Leiter: Prof. Dr. Ing. Günter Ziegler
Regelstudium: 8+2 Semester

Neubeginn nach fast 250 Jahren

Bayreuth hatte eine der ältesten Universitäten, immerhin schon vor 253 Jahren – verlor sie damals aber recht schnell an das südlich gelegene Erlangen. So wurde denn das heute knapp 75 000 Einwohner zählende Bayreuth durch die Musik berühmt – Wagner hat der Stadt seinen Namen aufgeprägt, hat ihren Ruf in alle Welt verbreitet. Daß sie heute immerhin 9 000 Studenten in ihren Mauern fortbildet, ist der „Gründerzeit“ neuer Universitäten, die nach 1970 anbrach, zu verdanken. Zunächst gab es fünf Fakultäten, darunter zwei naturwissenschaftliche (Mathematik/Physik, Biologie/Chemie/Geowissenschaften). Man zählt sich zu den sog. „Schnittpunkt-Unis“, die ganz modern interdisziplinär vorgehen. Prof. Ziegler (57) nahm seine Berufung am 1.11.1989 an, ganze neun Tage vor dem Wegfall der innerdeutschen Grenzen. Danach trat das frühere „Grenzland“ Oberfrankens schlagartig aus der Ablegenheit in eine sehr zentrale Position. Bayreuth liegt an der Autobahn Berlin-München, auf der man täglich erkennen kann, welche Wirtschaftsverbindungen plötzlich geöffnet wurden. Die Gelder wurden schnell knapper, so daß man die ursprünglich weitreichenden Pläne (drei Schwerpunkte: Materialwissenschaft, Umwelttechnik, Biotechnologie) revidieren mußte. Man konzentrierte sich jetzt auf Materialwissenschaft und Umwelttechnik, hat diesbezüglich zwei Forschungsinstitute (Institut für Materialwissenschaft IMA und das Bayreuther Institut für terrestrische

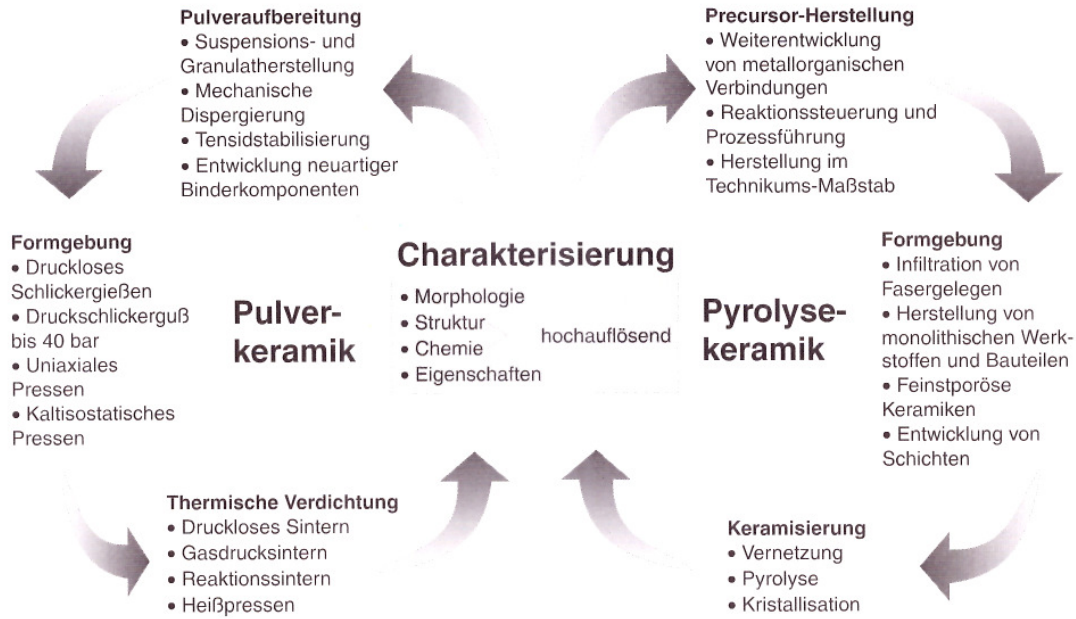
Ökosystemforschung BITÖK) installiert. Zur Zeit sind drei Lehrstühle für Materialwissenschaft freigegeben, geplant sind in der Endphase fünf:

- Keramik und Verbundwerkstoffe
 - Polymere
 - Metalle
 - Werkstoffmechanik
 - Werkstoffbezogene Verfahrens- und Fertigungstechnik.
- Der materialbezogene Ingenieurschwerpunkt des Studiengangs soll auf der Verfahrens- und Verarbeitungstechnik liegen.

Prof. Ziegler und einige Mitarbeiter des Lehrstuhls lesen zunächst innerhalb der Fakultät Mathematik/Physik, wo Keramik als Wahlpflichtfach zählt. Zusätzlich werden für Chemiestudenten Vorlesungen gehalten. Inzwischen ist der Lehrstuhl bei den Angewandten Naturwissenschaften, der neuen sechsten Fakultät, angesiedelt. Das Konzept dieser Fakultät mit insgesamt 16 Lehrstühlen (darunter sind sechs Ingenieurlehrstühle) beruht darauf, die verschiedenen Disziplinen Chemie, Physik und Ingenieurwissenschaften für Werkstoffinnovationen zu nutzen. Physik, Chemie und Ingenieurwissenschaften sind darin vereint. Man residiert bisher provisorisch, aber gut in einem zweistöckigen Gebäude, das als fensterlose Halle übernommen und durch sehr viel mühsame Eigenarbeit in einen sehenswerten und wirklich beispielhaften Forschungs- und Entwicklungsbau umgewandelt wurde. Man kann den berechtigten Stolz der „Gründermannschaft“ spüren, wenn man die gut genutzte Raumaufteilung erklärt bekommt. Für die Infrastruktur wurden ca. 2,5 Mio DM ausgegeben, der moderne Gerätepark kommt auf 7...8 Mio DM. 1998 soll ein im Entstehen begriffener Neubau bezogen werden.

Zählt man die Doktoranden mit, so beschäftigt der Lehrstuhl IMA I heute 25 Mitarbeiter: Physiker, Chemiker, Mineralogen, Geologen, Verfahrenstechniker und Materialwissenschaftler. Darunter sind 9 Doktoranden, dazu kommen 5

Bild 1
Konzept des Lehrstuhls Keramik und Verbundwerkstoffe



Diplomanden. Prof. Ziegler sieht bei dieser Zahl auch die Grenze, bis zu der der unbedingt notwendige organisatorische Aufwand bewältigt werden kann. Alle müssen (oder dürfen?) übrigens alle Geräte bedienen. Die Arbeitsverteilung gibt Prof. Ziegler mit ca. je 40 % Pulverkeramik und Pyrolyse und 20 % Gefüge- und Eigenschaftscharakterisierung an.

Keramik-Erfahrungen

Prof. Ziegler greift auf eine fundierte Aus- und Fortbildung zurück. Nach dem Studium der Physik in München promovierte er an der RWTH Aachen in Metallphysik. Danach arbeitete er sechs Jahre in der Industrie bei der Fa. Kugelfischer in seiner unterfränkischen Heimat Schweinfurt an metallischen Werkstoffen und bei der Fa. Feldmühle. Um 1967 wirkte er bei der Entwicklung des transparenten Al_2O_3 mit, darüber hinaus befaßte sich vor allem mit der Pulvercharakterisierung. Danach folgten 20 Jahre bei der DFVLR (heute DLR) in Köln, wo er als Abteilungsleiter für „Mikrostrukturelle Analyse und Keramik“ sowohl mit Metallen als auch mit Keramik zu tun hatte. Ab 1975 arbeitete er vorwiegend an Si_3N_4 . Zu nennen sind hier insbesondere seine international anerkannten Arbeiten über Gefügeentwicklung, Gefüge/Eigenschafts-Korrelation, TWB und Gasdrucksintern. Von 1979 bis 1984 hatte er einen Lehrauftrag an der Universität Köln, dann folgte er einem Ruf an die TU Eindhoven (1985-1989).

Die enge Verbindung zur Keramik wurde durch die aktive Mitarbeit in der DKG gefördert, wo er lange Jahre Leiter des AK „Sonderkeramik“ war. Er wurde in den Vorstand berufen, leitete acht Jahre die wissenschaftlichen Arbeiten des Vereins und war damit gleichzeitig Mitglied des Präsidiums. Besonders stolz kann er auf die Organisation der Jahrestagung 1992 sein, die mit 600 Teilnehmern eine hohe Marke setzte. Bei der 2. Europäischen Keramik-Konferenz Euro-Ceramics II hatte er die wissenschaftliche Leitung.

Drei Säulen

Das erkennt man an der klaren Gliederung, die das Ganze vom Pulver bis zum Bauteil sieht, wozu drei Säulen genutzt werden (Bild 1):

- Pulverkeramik
- Pyrolysekeramik
- Charakterisierung.

Man befaßt sich mit der Entwicklung und Charakterisierung von Keramikwerkstoffen mit verbesserten Eigenschaften. Sowohl Pulverroute als auch Pyrolyse flüssiger und fester metallorganischer Verbindungen gehen von der Materialsynthese über den Werkstoff zum Bauteil. Anwendungsbiete liegen im Maschinenbau, der Umwelt-, Energie-, Bio-/Medizin-, Verkehrstechnik, bei elektronischen Bauelementen und in der Sensorik. Im Gespräch werden die vielfältigen Aktivitäten aufgezählt:

- Schlickerguß:** Druckguß (Bild 2a), Entwicklung neuartiger Bindersysteme und Organik-Charakterisierung
- Si_3N_4 :** Dotieren (Coaten), Studie von Gefügeentwicklungen und daraus resultierender Reißfähigkeit, Korrelationen Pulver/Formgebung/Sintern
- Silicatkeramik:** u.a. Mullit und Cordierit
- Brennhilfsmittel:** u.a. Mullit, nitridgebundenes SiC (Bild 2b)
- Verbundwerkstoffe:** partikelverstärkt, Kurz- und Langfaserverstärkung (Bild 3a)
- Pyrolysekeramik:**
 - Faserverbundwerkstoffe mit polymerabgeleiteter Matrix (Bild 3b)
 - Monolithe
 - Nichtoxidische und oxidische Systeme
 - „neue“ Chemie (Einbau von z.B. Ti oder Hf im System Si-C-N)
 - Arteigene Bindersysteme für keramische Pulver
- Nanocomposites:** SiC-bzw. TiC/TiN-Partikel in Si-C-N-Matrix (Bild 4), SiC-Partikel in Al_2O_3

h) Kombination Pulver-/Pyrolysekeramik

i) Prozeßbegleitende Analytik (Pulver bis Endteil)

Gegenwärtig laufen ca. 25 Projekte (interessanterweise ist das „keramikträchtige“ Umland daran nur gering beteiligt). Das Schwergewicht liegt auf dem Gebiet der HL-Keramik. Klar ist, daß man in der Zusammenarbeit mit den industriellen Auftraggebern den schwierigen Spagat zwischen intensiver Grundlagenforschung und schneller Produktionseinführung immer neu üben muß! Die Interdisziplinarität ist dabei ein Trumpf, auch die werkstoffübergreifende Philosophie. Immerhin erfolgt die Finanzierung zu zwei Dritteln mit gut 1,6 Mio DM pro Jahr über Drittmittel, wofür neben der Industrie u.a. die DFG, AIF, das Programm „Neue Werkstoffe Bayern“, VW-Stiftung und BRITE/EURAM sorgen. Zunehmend kommen erfreulich viele mittelständische Firmen mit Fragen der Verfahrenstechnik bei monolithischen und Verbundwerkstoffen auf das Institut zu. Die Industrie sendet Mitarbeiter an die Uni und zahlt ihnen die Gehälter.

Spezialisten in den Labors

Beim Gang durch die vier Labors wird der Besucher schnell von der Professionalität der Mitarbeiter gefangengenommen. In zwei Labors wird an der Pyrolysekeramik gearbeitet, in je einem weiteren mit „weißer“ bzw. „schwarzer“ Keramik. Man beschäftigt sich z.B. mit den Problemen der Industrie, die ihre Rohstoffe bzw. Versätze besser reproduzierbar machen möchte. So arbeitet man intensiv an dem Ziel, die wässrigen Binderzusätze zu „straffen“ (Zusätze von nur 2 Masse-% sind möglich). Man fand ionische Polymerdispersionen, mit denen man im Grünkörper das gesamte Festigkeitsspektrum von hochfest/spröde bis hochfest/plastisch gezielt einstellen kann. Oder: Statt Verflüssiger, Dispergierer, Binder einzeln zuzusetzen, sucht man nach einem „Allrounder“, von dem man möglichst geringe Mengen zusetzen möchte. Inzwischen hat sich das Institut in Deutschland zur „ersten Adresse“ für Organikzusatz-Fragen entwickelt, es wird immer stärker angelaufen.

Immer wieder wird die Frage gestellt: Warum schwanken die Schlickereigenschaften? Man findet als Hauptursache die Organik, dann aber auch die Pulver selbst (Alterung oder kritische Rohstoffkombinationen), schließlich auch unzulängliche Meßtechnik. Oft kann man eine geeignete Organik suchen und empfehlen. Der relativ kleine Markt macht es für die Industrie uninteressant, solche Entwicklungen zu betreiben. Man hat beim Druckguß von Al_2O_3 heute hohe Geschwindigkeiten (60fach gegenüber Normalguß!) erreicht, die nahe an die Preßzahlen heranreichen. Auch die Naß-(Grün-)Bearbeitung wird durch bestimmte Organikzusätze ermöglicht. So können Tiegel mit 0,3 mm Wandstärke vor dem Sintern abgedreht: Trotz 17 % Schwindung erreichen sie so eine extrem gute Maßhaltigkeit.

Für die Industrie sehr interessant sind auch die Arbeiten an partikelverstärkten Werkstoffen. Dabei soll z.B. die Oxidationsbeständigkeit des Mullits mit der TWB des SiC kombiniert werden. Man erhält deutliche Festigkeitssteigerungen, allerdings verschlechtert das SiC das Kriechverhalten. Ein weiteres Beispiel für neuartige Entwicklungen ist der lagenartige Aufbau von z.B. Al_2O_3 - ZrO_2 -Schichten in Rohrform. Das führt zu „Gradientenwerkstoffen“, die bei geeignetem Aufbau höhere Festigkeits- und Zähigkeitswerte ergeben. Auch hier spielen die organischen Bindersysteme eine entscheidende Rolle.



Bild 2a Weiterführung des Formgebungsverfahrens Druckguß durch Entwicklung von speziellen Binderkomponenten (Al_2O_3 -Hohl- und Vollguß)

Bild 2b Entwicklung eines Werkstoffs auf NSiC-Basis und Herstellung von Modellbauteilen. Industrielle Weiterführung durch den Kooperationspartner FCT (Rödingen).

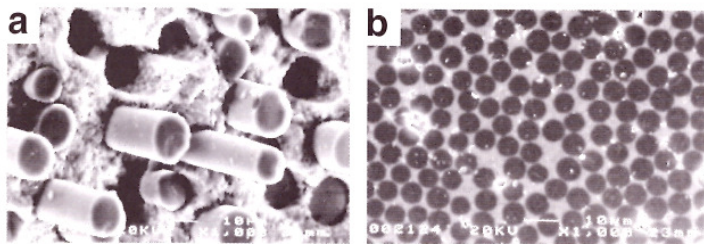


Bild 3 Entwicklung von langfaserverstärkten Verbundwerkstoffen: a) Matrixaufbau durch Reaktionssintern (Si_3N_4). b) Matrixaufbau durch Pyrolyse elementorganischer Verbindungen ($Si-C-N$)

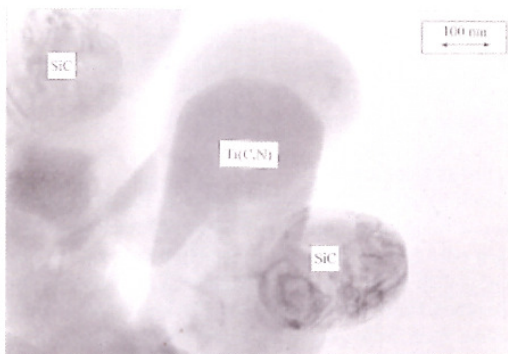


Bild 4 Entwicklung von Nanocomposites: $Ti(C,N)$ -Ausscheidung in SiC-Matrix, hergestellt über Precursoren

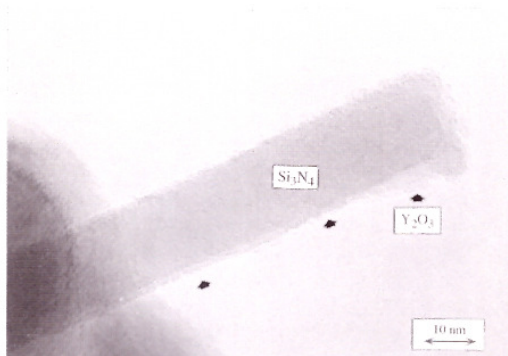
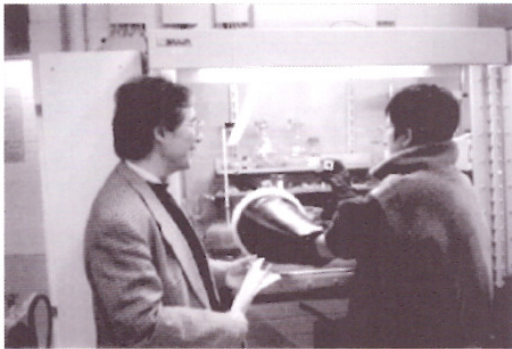


Bild 5 Homogene Einbringung von Sinteradditiven: Hochauflösende TEM-Aufnahme eines über metallorganische Verbindung mit Y_2O_3 beschichteten Si_3N_4 -Partikels

Bild 6 Reinraumarbeit im HL-Keramikbereich, links Prof. Ziegler



Auch bei der „schwarzen“ Keramik wird eifrig geforscht. Die Kombination von Chemie, Gefügeforschung und Verfahrenstechnik wird gerade beim Si_3N_4 sichtbar (Bild 5). Hierbei erhöhen der Streckungsgrad der $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ -Nadeln sowie die Korndicke die Reißfähigkeit des Materials. Durch geeignete Dotierung mit Metalloxiden können zusätzlich die kristallinen Sekundärphasen sowie die Grenzflächenchemie beeinflusst werden, die statt der üblichen Reißablenkung teils Reißverzweigung hervorrufen, so daß die Reißfähigkeitswerte erhöht werden. Wesentlich ist hierbei die detaillierte Charakterisierung der Sekundärphasen und Grenzflächen mittels hochauflösender Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM). Die Reißfähigkeit von keramischen Werkstoffen kann ferner auch über die Herstellung von langfaserverstärkten Verbundwerkstoffen verbessert werden. Die Arbeiten konzentrieren sich hier z.Zt. auf technologische Aspekte wie Optimierung der Matrix von reaktionsgesintertem Si_3N_4 , Optimierung des Sinterprozesses und Einbringung von Fasern sowie der mechanischen Charakterisierung von Grenzflächen in Verbundwerkstoffen (Bild 3a).

Pyrolysekeramik

Zunächst völlig „unkeramisch“ geht es in den Precursorlabors zu. Hier beschäftigt man sich mit metallorganischen flüssigen oder festen polymeren Keramikprecursoren, vorwiegend auf Si-Basis, wie z.B. Silazanen, Carbosilanen oder Siloxanen. Diese werden über einen Pyrolyseprozeß in keramische Werkstoffe umgesetzt, wobei aber in Abhängigkeit von der Pyrolysetemperatur auch organisch/anorganische Hybridmaterialien realisiert werden können. Als wesentliche Vorteile kann man die kunststofftechnischen Formgebungsmethoden, niedrige Prozeßtemperaturen und die Mög-

lichkeit, über die Synthese und Modifikation dieser Precursoren gezielt die Eigenschaften der Polymere und der resultierenden keramischen Materialien einzustellen, nennen. Die Möglichkeit, aus diesen „Kunststoffen“ Keramik zu machen, eröffnet eine Vielzahl von Einsatzbereichen, wie z.B.

- Matrixaufbau von Verbundwerkstoffen
- Monolithische Werkstoffe und Nanocomposits
- Beschichtungen und Infiltration
- Keramische Fasern.

Ein Schwerpunkt der Arbeiten liegt in der Herstellung keramischer Faserverbundwerkstoffe, ausgehend von Silazaneprecursoren (Bild 3b). Diese Silazane wurden bereits Ende der 60er Jahre in Deutschland und den USA synthetisiert; ein kommerzielles Interesse an diesen Materialien konnte aber erst 1976 durch Arbeiten zur Faserherstellung geweckt werden. Die am Lehrstuhl Keramik und Verbundwerkstoffe synthetisierten Silazane werden z.B. für den drucklosen Matrixaufbau von Faservorkörpern bei Temperaturen ab 700°C verwendet. Beim Gang durch die Labors entdeckt man respektable Anlagen, in denen lösungsmittelfreie Precursoren auch im größeren Maßstab hergestellt werden können. Hart gearbeitet wird auch an der Erreichung eines möglichst hohen Keramisierungsgrads, d.h. der Umsetzung des Polymers in eine Keramik mit möglichst geringem Massenverlust bei gleichzeitig optimalen Verarbeitungseigenschaften. Ein erfolgreiches Anwendungsbeispiel ist ein keramischer, sehr oxidationsbeständiger faserverstärkter Kohlenstoff-Heizleiter, der über ein Imprägnationsverfahren hergestellt und zusammen mit der Fa. *Sintec* entwickelt wurde.

Ein weiterer Schwerpunkt liegt in der Kombination der Pyrolyse- mit der Pulverkeramik-Route. Hier stehen Anwendungen der Precursoren als arteigene Bindersysteme für das Spritzgießen keramischer Pulver, aber auch für die homogene Oberflächendotierung mit löslichen elementorganischen Sinteradditiven im Vordergrund (Bild 5). Die verfahrenstechnischen Vorteile, die sich aus der Kombination und Ergänzung dieser beiden Wege ergeben, zeigen auch Perspektiven für neue Formgebungsmethoden keramischer Bauteile, wie z.B. das Rapid Prototyping (das bisher auf Kunststoffe beschränkt war).

Bei dem neuen Lehrstuhl handelt es sich um ein materialwissenschaftliches Institut, das in Deutschland in zukunftsweisender Art Werkstoffentwicklung über die Pulverkeramik mit Innovationen der Pyrolysekeramik sowie der strukturellen und chemischen Charakterisierung bis in den Nanometerbereich verbindet.