

**MINERALOGISCHE UND TECHNOLOGISCHE UNTERSUCHUNGEN AN
SILIZIUMKARBID FÜR SCHLEIFMITTELZWECKE**

von

Peter Ramminger

Diplomarbeit zur Erlangung des Magistergrades an der
Naturwissenschaftlichen Fakultät der Universität Innsbruck

Institut für Mineralogie & Petrographie
Innsbruck, Juli 1999

Siliziumkarbid zählt (neben Korund, Diamant, Bornitrid) zu einer der wichtigsten schleifaktiven Substanzen. Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde die Fragestellung, welche SiC-Rohstoffparameter die Endqualität eines Schwingschleifsteines bezüglich seiner Härte und Dichte maßgeblich beeinflussen, anhand von Proben dreier Hersteller bearbeitet. Dabei wurden chemische, mineralogische, kristallographische und technologische Kornparameter untersucht. Die Strategie war, die Korneigenschaften von Siliziumkarbid möglichst genau zu untersuchen.

Der Schleifstein ist im ungebrannten Zustand aus ca. 20–30 % Bindemittel (Glas plus etwaige mineralische Zusätze), sowie 70–80% Siliziumkarbid zusammengesetzt. Bei der Herstellung der experimentellen Proben wurde auf eine möglichst hohe Vergleichbarkeit zwischen den einzelnen Serien Wert gelegt (d.h. gleiches Misch- und Brandpersonal, sowie idente Gerätschaften für alle Proben). Folgende vier Probengenerationen wurden angefertigt, die alle aus dem jeweiligen Rohkorn entstammen:

Die Serie -1 stellt das Ausgangsprodukt dieser Studie dar. Dieses Material wurde chemisch wie auch thermisch behandelt, um die weiteren Serien zu erhalten.

Die Serie -2 wurde einer chemischen Behandlung (Oberflächenätzung) unterzogen, um Oberflächenverunreinigungen, die am SiC-Korn haften, abzulösen.

Bei der Serie -3 handelt es sich um ein im Produktionsofen mitgebranntes Korn. Damit wird der Einfluß der Brandtemperatur wie auch der Ofenatmosphäre auf das Korn erfaßt.

Die letzte Probengruppe stellt die Serie -4 dar, welche als fertige Schleifstein-Mischung gebrannt und dessen Korn anschließend wieder herausgelöst wurde. Mit dieser Aufbereitung können Parameter erfaßt werden, welche die Reaktion während des Brandes mit der Bindung beschreiben.

Als physikalische-technologische Parameter wurden in den einzelnen Serien bestimmt: Korngröße (Sedimentationstechniken und Laserbeugung), Schüttdichte, Stampfvolumen, Korndichte, Spezifische Oberfläche (BET-Methode), thermogravimetrisches Verhalten (TG), Oxidationsgrad, Farbe; am Fertigprodukt die Zielgrößen Härte und Dichte inklusive Kornvolumen, Bindungsvolumen und E-Modul.

Die Spurenelemente Al, Fe, V, Ti, K, Ca, Cu, Zr, Ni, Cr, Mn, Mg und Na wurden mit ICP-OES bzw. EDXRFA/WDXRFA bestimmt. Die Analyse von freiem C, O und N erfolgte mit IR-Thermo-Kopplungsmethoden. Die Bestimmung von freiem SiO₂ und freiem Si erfolgte naß-chemisch. (HT)-XRD wurde für Gitterkonstanten (Rietveld-Methode), SiC-Polytypie und Kristallitgrößenbestimmungen verwendet. Mikrobereichsuntersuchungen am Korn bzw. am Schleifstein mit SEM und EPMA ergänzen die Untersuchungen.

Folgende Veränderungen wurden am Korn festgestellt:

Das Korn verändert während des Brandprozesses einige seiner physikalischen Kornparameter. Als erstes wäre die Korngröße zu erwähnen, die nach dem Brand zunimmt, gleichzeitig werden jedoch spezifische Oberfläche sowie Dichte reduziert. Diese Effekte können durch Aufoxidieren des SiC-Korns (z.B. zu Siliziumdioxid) erklärt werden (bis zu 4 %). Auch der Helligkeitseindruck des Kornes verstärkt sich nach Säurewaschen des SiC, da dadurch oberflächliche Verunreinigungen in Lösung gebracht werden. Ebenso werden chemische Veränderungen durch den Brandprozeß festgestellt: Zum Beispiel wird der Stickstoffgehalt des Schleifsteines auf ca. 1/3 reduziert, da dieser bei Hochtemperatureinwirkung in die Bindung diffundiert bzw. sich als gasförmige Verbindung verflüchtigt. Der Sauerstoffgehalt wird zum einen durch eine oberflächliche Oxidation bzw. als Sauerstoffinkooperation in das Kristallgitter gebunden. Ebenso konnten nach Temperatureinfluß kristallographische Ausheilseffekte an den SiC-typischen Stapelfehlern der atomar aufgebauten Einheitszelle und geringe Änderungen in den Gitterkonstanten festgestellt werden.

Der chemische Einfluß der Bindung wirkt allerdings stärker auf das ansonsten sehr resistente SiC-Korn, als die einzelnen physikalischen, technologischen, chemischen und kristallographischen Kornparameter. Das stark alkalische Milieu der Bindung löst durch den Einfluß der hohen Temperatur ca. 20 bis 25 Gew.% des Kornes, wobei eine Umsetzung des Kornes großteils zu Cristobalit aber auch zu Quarz erfolgt.

Werden die beiden Zielgrößen Härte und Dichte des Schwingschleifsteines mit allen untersuchten Korn-Parametern einer einfachen Korrelation zugeführt (mit dem Zweck, diese beiden Größen vorherzusagen), muß festgestellt werden, daß keine linearen statistischen Zusammenhänge bestehen. Es wurde somit notwendig, den methodischen Ansatz der Multiplen Regressionsanalyse zu wählen, um komplexe Zusammenhänge zwischen den Zielgrößen Härte und Dichte und den diversen Rohstoffparametern aufzuzeigen. Mit dieser Methode konnte die Interaktion zwischen den einzelnen Termen (Kornparameter, Meßwerte) und den Zielgrößen (Härte und Dichte) beschrieben und ein formulatives Ergebnis gefunden werden, das eine Prognose der Schleifsteinhärte und -dichte aus Parametern des Rohkorns ermöglicht.