

Österreichische Keramische Gesellschaft

**Workshop
„Keramik in Österreich“
und
Sechste Mitgliederversammlung**

15. Februar 2018

Technische Universität Wien

**Seminarraum BA02B
PlusEnergie Hochhaus, 2. Stock**

Getreidemarkt 9

PROGRAMM

10:00 Empfang und Registrierung

10:30 Begrüßung

11:00 Vortragsreihe I

12:30 Mittagspause (*Mittagsbuffet*)

13:30 Vortragsreihe II

15:00 Kaffeepause

15:30 Mitgliederversammlung

- Bericht des Obmanns und des Kassiers
- Bericht der Rechnungsprüfer
- Entlastung des Vorstands und der Rechnungsprüfer
- Wahl des Vorstandes
- Diskussion über Schwerpunkte und Entwicklungen auf dem Gebiet der Keramik in Österreich
- Allfälliges

Anschließend: Prämierung von Diplomarbeiten, Dissertationen und
Verleihung des Nachwuchspreises

17:00 Informelle Nachsitzung

Programm

Seminarraum BA02B, PlusEnergie Hochhaus, 2. Stock, Technische Universität Wien
Getreidemarkt 9, 1060 Wien

10:30-11:00	Eröffnung, Begrüßung/Opening, Welcome
11:00-11:30	Neue Entwicklungen der lithographischen additiven Fertigung von dichten Keramiken – Nichtoxide und transluzente Materialien Peter Schneider Lithoz GmbH
11:30-12:00	Kugel oder Ring – Das ist hier die Frage! Oskar Schöppl SKF Österreich AG
12:00-12:30	Periclase formation through thermally driven brucite decomposition Norbert Freiburger RHI Magnesita
12:30-13:30	Mittagsbuffet
13:30-14:00	Strontium freie Seltenerd-Perowskit Ferrite mit rascher Sauerstoff-austauschkinetik: Synthesemethoden und Charakterisierung Christian Berger, Edith Bucher, Werner Sitte Lehrstuhl für Physikalische Chemie, Montanuniversität Leoben
14:00-14:30	Schnelle niederdimensionale Anionendynamik in schichtstrukturierten Keramiken Maria Gombotz, Sarah Lunghammer, Stefan Breuer, Martin Wilkening Institut für Chemische Technologie von Materialien, Technische Universität Graz
14:30-15:00	Raman investigation on homovalent- and heterovalent-substituted Ba-based relaxor perovskites Vignaswaran K.Veerapandiyan ¹ , Vincenzo Buscaglia ² , Klaus Reichmann ³ , Marco Deluca ¹ 1. Materials Center Leoben Forschung GmbH, Austria 2. CNR-ICMATE, Genoa, Italy 3. Institut für Chemische Technologie von Materialien, Technische Universität Graz, Austria
15:00-15:20	Kaffeepause
15:20-16:30	Mitgliederversammlung
16:30-17:00	Preise und Ehrungen

Workshop

Keramik in Österreich

**Kurzfassungen
Abstracts**

Neue Entwicklungen der lithographischen additiven Fertigung von dichten Keramiken – Nichtoxide und transluzente Materialien

Peter Schneider

Lithoz GmbH

E-Mail: pschneider@lithoz.com

Kurzfassung

Dieser Beitrag beschäftigt sich mit neuen Entwicklungen im Bereich des Lithographic-based Ceramic Manufacturing (LCM) Prozesses. Während lithographische Techniken im allgemeinen bereits zu den führenden Methoden in der additiven Fertigung (AM) von hochpräzisen und mechanisch stabilen Keramikkomponenten zählen, so ist das verfügbare Materialportfolio dennoch signifikant kleiner als für vergleichbare Pulverbett- oder Extrusions-basierte Technologien. Dies ist hauptsächlich der schwierigen Verarbeitbarkeit von dunkleren Pulvern auf Grund starker Lichtabsorption und – streuungseffekte geschuldet.

Die Optimierung der photopolymerisierbaren Binderformulierungen hinsichtlich erhöhter Reaktivität ermöglichen es nun aber auch Materialien wie Silizium Nitrid, Silizium Carbid und Cermets über den LCM-Prozess zu verarbeiten. Speziell im Falle der Silizium Nitrid-basierten Keramiken ist es bereits gelungen, über den 3D Druck Bauteile mit mechanischen Eigenschaften auf Augenhöhe zu konventionell hergestellten Komponenten zu fertigen.

Ebenso konnte erst vor kurzem demonstriert werden, dass die lithographische additive Fertigung in der Lage ist transluzente Aluminium Oxid Bauteile mit einer Korngröße unterhalb von 1 μm herzustellen und somit die hohe Qualität welche über den 3D-Druck erreichbar ist weiter zu unterstreichen.

Kugel oder Ring – Das ist hier die Frage!

Oskar Schöppl

SKF Österreich AG

E-Mail: oskar.schoeppl@skf.com

Kurzfassung

Unter Hybridlager versteht man Wälzlager mit Ringen aus Wälzlagerstahl in Kombination mit Wälzkörpern aus Siliciumnitrid. Solche Lager werden in Anwendungen eingesetzt wo hohe Drehzahlen, Stromisolierung, lange Fettgebrauchsdauer gefordert werden oder wo extreme Schmierbedingungen wie beispielsweise Mangelschmierung oder starke Verschmutzung vorherrschen. Anwendungsbeispiele sind Werkzeugmaschinen­spindeln, Elektromotoren, Generatorlager oder auch Formula 1. Da diese Lagerart immer öfter eingesetzt wird, ist es von Interesse sich mit dem Thema des Versagensmechanismus auseinanderzusetzen um Ausfallsgrenzen genauer charakterisieren zu können und um das Vertrauen in dieses Produkt weiter zu stärken. Im Vortrag werden daher verschiedene Ausfallmechanismen und deren mögliche Ursachen behandelt. Eine interessante Frage für den Anwender ist, welche Komponente zuerst versagt hat. War es der keramische Wälzkörper, der Käfig oder einer der Ringe aus Wälzlagerstahl?

Periclase formation through thermally driven brucite decomposition

Norbert Freiberger

RHI Magnesita

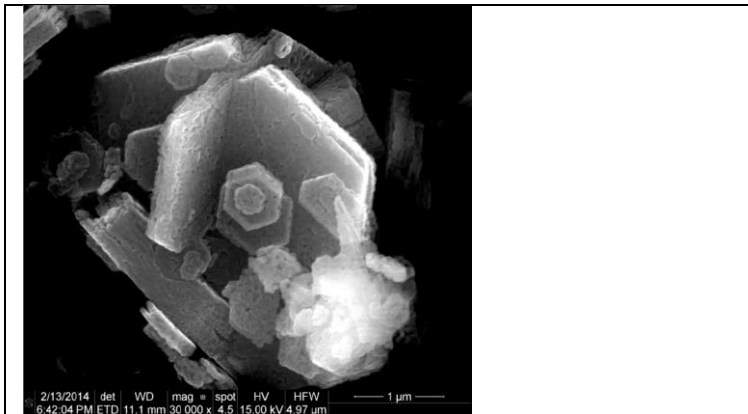
E-Mail: Norbert.Freiberger@rhimaginesita.com

Kurzfassung

Magnesia (MgO) is that key material of RHI Magnesita, it is produced by thermal treatment of magnesite (MgCO_3) or brucite ($\text{Mg}(\text{OH})_2$) and is finally used for several different refractory linings in the cement and steel industry.

This study had the thermally driven conversion of brucite into magnesia in focus, and was performed together with Prof. Rainer Abart, department of lithospheric research, university of Vienna.

The time and temperature dependent growth of periclase crystals was investigated by means of TEM, SEM, EBSD and BET measurements. It turned out that right after the dehydration of brucite the developed periclase crystals show coarsening at unexpected low temperatures. The magnesia crystals show a very high degree of structural coherency.



SEM image of brucite after thermal treatment at 900°C/2,5h. Phys. Chem. Minerals, 2016, Vol. 43, Issue 1, pp59-68.

Strontium freie Seltenerd-Perowskit Ferrite mit rascher Sauerstoff-austauschkinetik: Synthesemethoden und Charakterisierung

Christian Berger, Edith Bucher, Werner Sitte

Lehrstuhl für Physikalische Chemie, Montanuniversität Leoben

E-Mail: christian.berger@unileoben.ac.at

Kurzfassung

Perowskite der Reihe $(\text{La,Sr})(\text{Co,Fe})\text{O}_{3-\delta}$ fungieren als gemischt ionisch-elektronische Leiter und besitzen dadurch vielschichtige Anwendungsmöglichkeiten, wie z.B. als Kathoden für Hochtemperaturbrennstoffzellen (solid oxide fuel cells, SOFCs), Anoden für Hochtemperaturelektrolyseure (solid oxide electrolyzer cells, SOECs) und elektrochemische Gassensoren oder Katalysatoren. Ein großes Problem der zurzeit verwendeten Materialien ist die teilweise noch geringe Langzeitstabilität (mehrere tausend Betriebsstunden). Um die Lebensdauer zu verbessern, wurden die alternativen Materialien $(\text{La,Pr,Ca})\text{FeO}_{3-\delta}$ anhand von thermodynamischen Überlegungen unter Miteinbeziehung der Ionenradien (Sr wird durch Ca und Co wird durch Fe ersetzt) ausgewählt. In der Literatur sind allerdings nur wenige Daten zur Defektchemie sowie zu den Masse- und Ladungstransporteigenschaften von $(\text{La,Pr,Ca})\text{FeO}_{3-\delta}$, zu finden. Insbesondere gibt es bislang kaum Untersuchungen zur Sauerstoffaustauschkinetik dieser Materialien.

In der aktuellen Arbeit wird der Einfluss der Ca-Konzentration, sowie der Einfluss des Seltenerd-Ions auf Probeneigenschaften wie Kristallstruktur, thermische Stabilität, thermischer Ausdehnungskoeffizient, elektronische und ionische Leitfähigkeit, sowie Sauerstoffaustauschkinetik untersucht. Zusätzlich wurde auf zwei verschiedene Synthesemethoden zur Herstellung der keramischen Pulver zurückgegriffen. Die Roh-Aschen von $\text{La}_{0,9}\text{Ca}_{0,1}\text{FeO}_{3-\delta}$ (LCF91), $\text{La}_{0,8}\text{Ca}_{0,2}\text{FeO}_{3-\delta}$ (LCF82) und $\text{Pr}_{0,8}\text{Ca}_{0,2}\text{FeO}_{3-\delta}$ (PCF82) wurden mit Hilfe des Glycin-Nitrat-Prozesses aus 1 molaren Nitrat-Lösungen der jeweiligen Kationen durch Verbrennen bei 250°C hergestellt. Für $\text{La}_{0,75}\text{Ca}_{0,25}\text{FeO}_{3-\delta}$ (LCF7525) wurde eine Zitronensäure-EDTA Syntheseroute bei 500°C mit anschließendem Kalzinieren bei 1000°C gewählt. Die kalzinierten Keramikpulver wurden mittels Röntgenpulverdiffraktometrie auf ihre Phasenzusammensetzung und Kristallstruktur untersucht. Die Kationenverhältnisse wurden mit Energiedispersiver Röntgenspektroskopie bestimmt und zeigen gute Übereinstimmungen zu den theoretischen Werten. Dynamische Differenzkalorimetrie detektierte die Verschiebung der Phasenübergangstemperatur (orthorhombisch zu trigonal) als Funktion der Ca-Dotierkonzentration für das $(\text{La,Ca})\text{FeO}_3$ System. PCF82 zeigte keinen Phasenübergang.

Die elektronische Leitfähigkeit sowie die Sauerstoffaustauschkinetik von LCF91, LCF82, PCF82 und LCF7525 wurden als Funktion des Sauerstoffpartialdrucks ($1 \times 10^{-3} \leq p_{\text{O}_2}/\text{bar} \leq 0,1$) und der Temperatur ($600 \leq T/^\circ\text{C} \leq 800$) untersucht. In-situ dc-Leitfähigkeitsrelaxationsmessungen erlaubten die Bestimmung des chemischen Oberflächenaustauschkoeffizienten k_{chem} und des chemischen Diffusionskoeffizienten von Sauerstoff D_{chem} . Vielversprechende Werte für $k_{\text{chem}}=6 \times 10^{-3} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ und $D_{\text{chem}}=2 \times 10^{-5} \text{ cm}^2 \text{ s}^{-1}$ wurden bei 800°C und $p_{\text{O}_2}=0,1$ bar für LCF82 erhalten.

Schnelle niederdimensionale Anionendynamik in schichtstrukturierten Keramiken

Maria Gombotz, Sarah Lunghammer, Stefan Breuer, Martin Wilkening

Institut für Chemische Technologie von Materialien, Technische Universität Graz,
Stremayrgasse 9, 8010 Graz, Österreich

E-Mail: gombotz@tugraz.at

Kurzfassung

Die Funktionsweise von Sensoren oder Batterien beruht in vielen Fällen auf mobilen Ionen, wie z.B. Li^+ , Na^+ oder O^{2-} , F^- , die in keramischen Festkörpern unterschiedlichsten Selbstdiffusionsprozessen ausgesetzt sind. In Materialien mit Kanal- oder Schichtstrukturen beeinflusst die räumliche Einschränkung die Diffusionsparameter sowie die Form der zugrundeliegenden Bewegungskorrelationsfunktionen. Der eindeutige Nachweis niederdimensionaler Diffusion mit spektroskopischen Methoden gelingt meistens nur mit Hilfe von Modellsubstanzen [1-3]. Das ternäre Fluorid RbSn_2F_5 mit trigonaler Symmetrie ist eine solche Modellsubstanz. Wir zeigen wie RbSn_2F_5 durch eine mechanochemische Reaktion mit anschließendem Temperschritt dargestellt werden kann. Nach eingehender Charakterisierung der Fluorid-Phase mittels Röntgendiffraktometrie, thermischer Analyse und hochauflösender $^{19}\text{F}^-$, ^{119}Sn -NMR-Spektroskopie, konnte die F-Anionendynamik innerhalb der Schichtverbindung auf makroskopischer und mikroskopischer Längenskala quantitativ erfasst werden.

Unter Ausnutzung elektrischer Impedanzmessungen und magnetischer Kernresonanzmessungen, insbesondere diffusionsinduzierter Spin-Gitter-Relaxationsmessungen im rotierenden Koordinatensystem bei Frequenzen unter 100 kHz, gelang es uns, den rapiden F-Anionenplatzwechsel in RbSn_2F_5 präzise zu erfassen. Nur eine NMR-Spektraldichtefunktion für 2D-Diffusion liefert aus den NMR-Daten eine Aktivierungsenergie, die im Einklang mit Ergebnissen aus Leitfähigkeitsmessungen ist. Unsere Ergebnisse untermauern das von Richards [4,5] semiempirisch aufgestellte NMR-Relaxationsmodell für zweidimensionale, unkorrelierte Sprungdiffusion.

Referenzen

- [1] M. Wilkening, W. Küchler, and P. Heitjans, *Phys. Rev. Lett.* **97**, 065901 (2006)
- [2] A. F. McDowell, C. F. Mendelsohn, M. S. Conradi, R. C. Bowman, and A. J. Maeland, *Phys. Rev. B.* **51**, 6336 (1995).
- [3] V. Epp and M. Wilkening, *Phys. Rev. B* **82**, 020301 (2010).
- [4] P. M. Richards, *Solid State Commun.* **25**, 1019 (1978).
- [5] P. M. Richards. *In Topics in Current Physics* (Hrsg. M. B. Salamon), Band 15, Springer, Berlin (1979).

Raman investigation on homovalent- and heterovalent-substituted Ba-based relaxor perovskites

Vignaswaran K.Veerapandiyan¹, Vincenzo Buscaglia², Klaus Reichmann³, Marco Deluca¹

1. Materials Center Leoben Forschung GmbH, Roseggerstraße 12, 8700 Leoben, Austria
2. CNR-ICMATE, Via de Marini 6, 16149 Genoa, Italy
3. Institut für Chemische Technologie von Materialien, Technische Universität Graz, Stremayrgasse 9, 8010 Graz, Austria

E-Mail: marco.deluca@mcl.at; vignaswaran.veerapandiyan@mcl.at

Kurzfassung

Relaxor ferroelectrics are a special class of materials within ferroelectric materials and possess attractive electrical and electromechanical properties that can be used, for instance, in energy storage devices or in piezoelectric actuators. Recently, lead-free relaxors gained much attention as potential environmentally-friendly replacements for ubiquitous lead-based compositions. The peculiar material behavior of relaxors is observed only in chemically substituted systems and it is widely believed to be the result of local chemical ordering (CORs) or chemical clustering (CCs) promoting the formation of nanoscale electric dipoles (polar nano-regions, PNRs). Our research goal is to understand the structural origin of the relaxor behavior on the nanoscale and to understand the relationship between PNR dynamics under an applied electric field and the macroscopic relaxor properties in lead free Ba-based solid solutions.

Being sensitive to the material's short-range order/disorder, Raman spectroscopy (RS) as a function of temperature (T) is a suitable method to study the local structures in systems with possible presence of both CORs and CCs. Homovalent (Zr^{4+}) and Heterovalent (Nb^{5+}) B-site substitutions in barium titanate (BT) at varying concentrations are considered for this study. Both substitutions introduce relaxor behavior in BT over certain concentrations, but the mechanism is expected to be different. Homovalent substituents induce difference in the local polar order as a consequence of local strain fields (due to ionic radii mismatch), whereas heterovalent substituents directly introduce charge imbalances due to the different valence state. The effect of the latter in introducing relaxor behavior is expected to be stronger. In this work, we use RS to determine the ferroelectric-to-relaxor crossover in both aforementioned compositions. RS allowed to distinguish between the different structural phase transitions in the ferroelectric state, the transition towards diffuse (and then relaxor) behavior, and identifies the presence of defects and CCs contributing to relaxor behavior. The results are corroborated by macroscopic ferroelectric loop measurements, and highlight the complementary nature of RS to macroscopic property measurements in those highly disordered ceramics.

Lageplan

