

# LINSEIS RCS – Rate Controlled Sintering

## 1. Was ist RCS

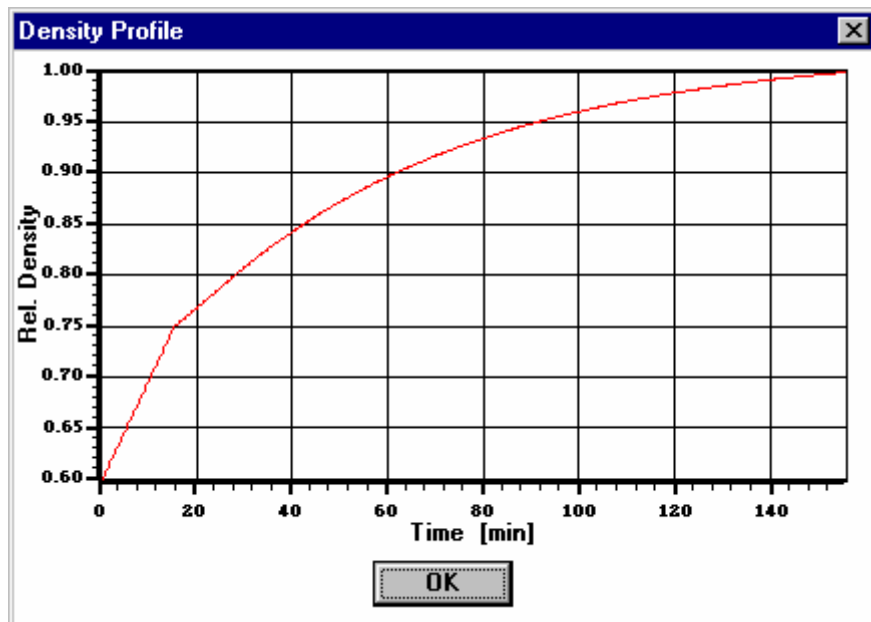
RCS ist ein Zusatz zur Standard Dilatometer Software. Während bei einer Dilatometermessung die Längenänderung einer Probe in einem vorgegebenen Temperaturprofil ermittelt wird, ist es beim Rate Controlled Sintering genau umgekehrt: Für ein vorgegebenes Längenänderungsprofil (Verdichtungsprofil) wird das erforderliche Temperaturprofil ermittelt.

Der Zweck der RCS-Software ist es, optimale Sinterbedingungen, speziell, optimale Temperatur/Zeit Verläufe herauszufinden. Das Ziel dieser Optimierung ist es, in möglichst kurzer Zeit, bei geringstem Energieaufwand eine möglichst hohe Enddichte zu erreichen. Das hierzu benutzte Verfahren beruht auf der Sintertheorie von PALMOUR III (CERAM.MICROSTRUCT., PROC.INT.MATER.SYMP.6<sup>th</sup> 1976, WESTVIEW PRESS).

Entsprechend dieser Methode erfolgt der Sintervorgang kontrolliert nach einer vorgegebenen Verdichtungsrate. Diese Rate folgt einem teilweise frei wählbaren Profil wie es von PALMOUR III vorgeschlagen wird:

- Zwei Bereiche mit hoher, aber konstanter Verdichtungsrate
- Einem dritten Bereich mit einer über der Dichte linear abnehmender Verdichtungsrate, bis zum Erreichen der vorgegebenen Enddichte.

Beispiel eines Sinterprofils:



1. Abschnitt: 60..75% Dichte, Verdichtungsrate:  $1E-2/min$ , Zeit: 15min
2. Abschnitt: 75..80% Dichte, Verdichtungsrate:  $4E-3/min$ , Zeit: 12.5min
3. Abschnitt: 80..100% Dichte, Endverdichtungsrate:  $4e-4/min$ , Zeit: ca. 128min

## 2. Wie arbeitet RCS

Durch variieren der Proben temperatur wird versucht, die tatsächliche Dichteänderung der Probe an den vorgegebenen Dichteverlauf anzugleichen: Ist die Ist-dichte kleiner als die Soll-dichte wird die Temperatur erhöht um eine höhere Verdichtungsrate zu erreichen, ist die Ist-dichte größer als die Soll-dichte wird die Temperatur erniedrigt um die Verdichtungsrate zu verringern. Das Ergebnis davon ist ein Temperatur/Zeitprofil, das einen optimalen Sinterprozeß ermöglicht. Zur Bestimmung der Ist-dichte wird die Länge der Probe wie bei einer Dilatometermessung ermittelt. Dabei wird ein isometrisches Sinterverhalten der Probe (gleiche Verdichtung in allen drei Achsen) vorausgesetzt:

$$d_t = \frac{d_a * l_0^3}{l_t^3}$$

$d_t$  = Rel. Dichte zum Zeitpunkt  $t$ ,  $d_a$  = Rel. Anfangsdichte,  $l_0$  = Anfangslänge [mm],  
 $l_t$  = Länge zum Zeitpunkt  $t$  [mm]

Die Berechnung der Soll-dichte als Funktion der Zeit erfolgt in den einzelnen Sinterabschnitten gemäß folgenden Gleichungen:

- 1. Und 2. Sinterabschnitt (lineare Verdichtung):

$$d_t = d_a + \Delta d * t$$

$d_t$  = Rel. Dichte zu Zeitpunkt  $t$ ,  $d_a$  = Rel. Anfangsdichte Sinterabschnitt [%],  
 $\Delta d$  = Verdichtungsrate [1/min],  $t$  = Zeit [min]

- 3. Sinterabschnitt (Exponentiell kleiner werdende Verdichtung):

$$d_t = d_a + \tau * \Delta d_e * (1 - e^{-\frac{t}{\tau}})$$

$d_t$  = Rel. Dichte zu Zeitpunkt  $t$ ,  $d_a$  = Rel. Anfangsdichte 3. Sinterabschnitt,  
 $\Delta d_e$  = Endverdichtungsrate [1/min],  $t$  = Zeit [min],  $\tau$  = Zeitkonstante:

$$\tau = \frac{d_e - d_a}{\Delta d_a - \Delta d_e}$$

$d_e$  = Rel. Enddichte,  $d_a$  = Rel. Anfangsdichte 3. Sinterabschnitt,  
 $\Delta d_a$  = Verdichtungsrate 2. Sinterabschnitt [1/min],  
 $\Delta d_e$  = Endverdichtungsrate [1/min],

Der Übergang vom 1. Zum 2. Sinterabschnitt kann auf Wunsch „verrundet“ werden – es wird dabei ein gleitender Mittelwert über ca. 5% der Zeit vor und nach dem Übergang berechnet, um einen stetigen Verlauf der Sollkurve zu erreichen.

Bei der Bestimmung der Probenlänge wird ein, im Vergleich zur reinen Dilatometermessung, vereinfachtes Korrekturverfahren verwendet, da die Korrektur ja während der Messung durchgeführt werden muß: Es wird keine Nullkurve verrechnet, der Ausdehnungskoeffizient für Probe und Meßsystem wird als eine einzige Konstante verrechnet:

$$l_{corr} = (l_0 + \Delta l) * K * (T - 20)$$

$l_{corr}$  = korrigierte Länge [mm],  $l_0$  = Anfangslänge [mm],  $\Delta l$  = gemessene Längenänderung [mm],  $K$  = eingegebener Ausdehnungskoeffizient [1/K],  $T$  = aktuelle Temperatur [°C]

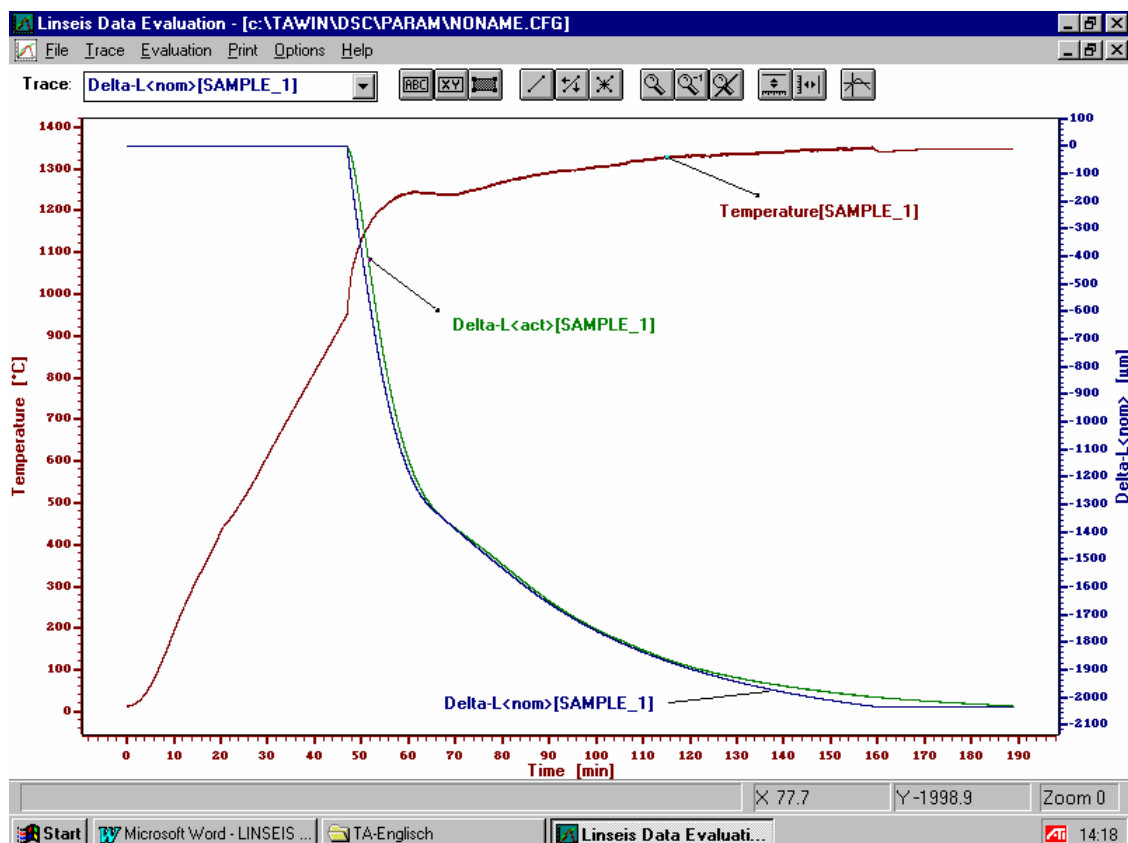
Der absolute Fehler, der durch diese vereinfachte Korrektur entsteht, ist im Normalfall klein gegenüber der Längenänderung der Probe beim Sintern.

Die gesamte Sinterprozedur besteht aus mehreren Abschnitten:

- Vorheizen der Probe auf die Temperatur, bei der der Sinterprozeß einsetzt
- Dem eigentlichen Sinterabschnitt
- Einer Haltezeit, auf der beim Sintern erreichten Endtemperatur
- Einer Abkühlphase

Die Erfassung und Speicherung der gemessenen Werte kann dabei wahlweise über verschiedenen Abschnitte der Sinterprozedur erfolgen. Es wird die Zeit, die Temperatur, die gemessene Länge und die theoretische Länge für das vorgegebene Sinterprofil abgespeichert.

Beispiel einer Sintermessung:



Dabei ist Delta-L<act> die gemessene und korrigierte Länge der Sinterprobe, Delta-L<nom> der vorgegebene Längenverlauf für das gewünschte Sinterprofil. Die Kurve Temperatur ist das resultierende Temperaturprofil.

### 3. Ermitteln der zum Sintern notwendigen Parameter

Zum Sintern sind, außer dem gewünschten Sinterprofil, auch eine ganze Reihe anderer Parameter notwendig:

- Die Probenlänge in [mm]
- Die Relative Anfangsdichte (Gründichte) der Probe
- Die Starttemperatur des Sinterns
- Den zur Korrektur notwendigen Ausdehnungskoeffizienten

Die Messung der Probenlänge erfolgt wie auch bei einer Dilatometermessung mit einem Meßschieber oder einer Mikrometerschraube.

Die Anfangsdichte berechnet sich aus dem Verhältnis der absoluten Anfangsdichte zur absoluten, theoretischen Enddichte (Kompaktkörper) der Probe:

$$d_{arel} = \frac{d_{aabs}}{d_{eabs}}$$

$d_{arel}$  = Relative Anfangsdichte,  $d_{aabs}$  = Absolute Anfangsdichte [ $\text{g/cm}^3$ ],  
 $d_{eabs}$  = Absolute Enddichte [ $\text{g/cm}^3$ ]

Zur Ermittlung der Starttemperatur und des Ausdehnungskoeffizienten sind zwei normale Dilatometermessungen notwendig:

- Messung und Auswertung einer ungesinterten Probe, Bestimmung der Temperatur, bei der die Ausdehnung der Probe aufhört und der Sinterprozeß einsetzt.
- Messung und Auswertung einer gesinterten Probe. Bestimmung des Längenausdehnungskoeffizienten ( $Ak_{tech}$ ) bei der maximal notwendigen Sintertemperatur. Führt man die Auswertung der Messung ohne Stempelkorrektur durch, so erhält man als  $Ak_{tech}$  direkt den Wert, der als Ausdehnungskoeffizient zur Korrektur eingegeben werden muß (Differenz Ausdehnung Probe – Ausdehnung Meßsystem).

Die so ermittelten Parameter werden dann zusammen mit dem gewünschten Sinterprofil im Sinter Parameter Dialog eingegeben.