



Republik  
Österreich  
Patentamt

(11) Nummer: **AT 394 962 B**

(12)

# PATENTSCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 2695/88

(51) Int.Cl.<sup>5</sup> : **B24D 3/34**

(22) Anmeldetag: 2.11.1988

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 1.1992

(45) Ausgabetag: 10. 8.1992

(56) Entgegenhaltungen:

EP-A2-248788

(73) Patentinhaber:

TREIBACHER CHEMISCHE WERKE AG  
A-9330 TREIBACH, KÄRNTEN (AT).

(72) Erfinder:

WINKLER HERWIG DR.  
KLAGENFURT, KÄRNTEN (AT).  
JANZ PETER DR.  
KLAGENFURT, KÄRNTEN (AT).  
GOTTSCHEMEL GEORG DR.  
TREIBACH, KÄRNTEN (AT).

(54) GESINTERTES, MIKROKRISTALLINES SCHLEIFMATERIAL AUF DER BASIS VON ALPHA-AL2O3

(57) Gesintertes, mikrokristallines Schleifmaterial auf Basis von Alpha-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, wobei zur Erzielung einer Dispersionshärtung ein Zusatz von 0,05 bis 40 Gew.-% einer oder mehrerer Verbindungen, die ein SE-Metall aus der Gruppe Ce, La, Pr und Nd enthalten, vorgesehen ist.

AT 394 962 B

Die Erfindung bezieht sich auf ein mikrokristallines gesintertes Schleifmaterial auf Basis von  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Aus der EP-A 248 788 ist ein gesintertes, mikrokristallines Schleifmaterial das aus einer Mischung von kalzinierter Tonerde und 1 bis 60 Gew.-% eines hochdispersen  $\alpha$ -Aluminiumoxidhydrats hergestellt wird, bekannt. Die Größe der  $\alpha$ -Aluminiumoxidkristallite liegt unter 4  $\mu\text{m}$ , vorzugsweise unter 3  $\mu\text{m}$ . Kristallitengrößen die wesentlich unter diesen Werten liegen, sind mit dem in dieser Anmeldung beschriebenen Verfahren praktisch nicht erzielbar. Somit sind der Qualität des Schleifmaterials klare Grenzen gesetzt.

Zur Herstellung von gesinterten Schleifmaterialien auf Basis  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  können sowohl Bauxit und Tonerde als auch feindisperse Aluminiumoxidmonohydrate eingesetzt werden. Aus der EP-A-0 228 856 ist ein Schleifmaterial auf der Basis von  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  bekannt, das einen gewissen Anteil an Yttrium enthält. Dieses liegt im Schleifmaterial in Form von Granat vor, ist also mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  chemisch reagiert. Zur Erzielung eines feinen Kornes trägt Y in diesem Fall nichts bei. Ein solches Schleifmaterial ist für Schleifscheiben wenig geeignet, da es relativ spröde ist und zur Ausbildung von Rissen neigt.

Weiters sind feinkörnige Schleifmaterialien bekannt. So beschreibt die US-PS 4,314,827 ein mikrokristallines Schleifmaterial auf Basis  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , das durch Sintern eines Aluminiumoxidhydratgels bei ca. 1400 °C hergestellt wird. Zur Erreichung einer guten Schleifleistung ist danach jedoch ein weiterer Zusatz mindestens einer modifizierenden Komponente nötig. Als modifizierende Komponente werden mindestens 10 Vol.-%  $\text{ZrO}_2$  und/oder  $\text{HfO}_2$  und/oder mindestens 1 Vol.-% eines Spinells aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit Oxiden von Co, Ni, Zn oder Mg vorgeschlagen.

Die Wirkung eines Zusatzes von feinsten  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Teilchen zu einem Aluminiumoxidhydratgel vor dem Sintern wird in der EP-A-0 152 768 beschrieben. Danach kann die Sintertemperatur durch diesen Zusatz gesenkt und die Kristallitengröße des Schleifmaterials gering gehalten werden. Wie M. Kugami (J. Amer. Cer. Soc., 68/1985, S. 500) feststellte, sollten die zugesetzten  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Teilchen nicht größer als 0,1  $\mu\text{m}$  sein. Die Schwierigkeit der Herstellung eines so feinen, grobkornfreien Pulvers bildet einen wesentlichen Nachteil dieses Verfahrens.

In der US-PS 4,744,802 wird daher Eisenoxid als keimbildender Zusatz vorgeschlagen. Wird dabei allerdings die Löslichkeit des  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  im  $\text{Al}_2\text{O}_3$  überschritten, so kommt es zur Bildung von Aluminaten, die geringere Härte besitzen.

Die EP-A-0 263 810 beschreibt ein mikrokristallines, gesintertes Schleifmaterial hoher Qualität, ohne daß bei der Herstellung ein keimbildender Zusatz erforderlich ist.

Ziel der Erfindung ist nun ein Schleifmaterial auf Basis  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , das sich durch große Dichte und hohe Gleichmäßigkeit der mikrokristallinen Struktur auszeichnet, woraus eine hohe Schleifleistung resultiert.

Ein solches Schleifmaterial ist erfindungsgemäß ein gesintertes mikrokristallines Schleifmaterial auf Basis  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ , gekennzeichnet durch einen Zusatz von 0,05 bis 40 Gew.-% einer oder mehrerer Verbindungen, die ein SE-Metall aus der Gruppe Ce, La, Pr und Nd enthalten, wobei die Kristallitengröße im wesentlichen unter 0,5  $\mu\text{m}$  liegt. Dieses Schleifmaterial zeichnet sich durch hervorragende Schleifleistungen aus und kann sowohl zu Bändern als auch zu Schleifscheiben verarbeitet werden.

Vorzugsweise sind die Verbindungen der SE-Metalle Oxide. Auf diese Weise kann über den Mechanismus der Dispersionshärtung eine wesentliche Steigerung der Schleifleistung erreicht werden. Hauptsächlich verantwortlich für diesen Effekt ist das Cer-Oxid, jedoch auch die Oxide von La, Nd und Pr tragen dazu bei. Der Einsatz der SE-Metalle erfolgt vorteilhafterweise über das günstige Certrichlorid.

Weiters betrifft die Erfindung ein Verfahren, das darin besteht, daß ein hochdisperses  $\alpha$ -Aluminiumoxidhydrat in eine verdünnte Säurelösung eingerührt wird, die entstandene Suspension zur Entfernung eingeschlossener Luftblasen einer Vakuumentlüftung unterzogen wird, danach die Suspension desagglomiert und mit Verbindungen aus der Gruppe der Metalle Ce, La, Pr, Nd versetzt wird, die beim Sintern in die Metalloxide übergehen. Dann wird die Suspension gegebenenfalls von groben Teilchen befreit, getrocknet, zerkleinert und gesintert, wobei die letzte Stufe der Sinterung durch eine Gasdrucksinterung mit 50 - 100 bar bei Temperaturen zwischen 1250 und 1350 °C erfolgt.

Überraschenderweise wurde nämlich festgestellt, daß bei Anwesenheit von Oxiden aus der Gruppe der Metalle Ce, La, Pr, Nd die gewünschte niedrige Porosität des gesinterten Produkts bei deutlich niedrigerer Sintertemperatur erreicht werden kann als ohne diesen Zusatz. Weiters erzielt man eine feine Mikrostruktur und hohe Festigkeit der Schleifmittelkörner. Die Kristallitengröße liegt unter 0,5  $\mu\text{m}$ , ein Teil der Kristalliten ist sogar < 0,2  $\mu\text{m}$ . Die positive Wirkung des Zusatzes der Verbindungen dieser Seltenerdmetalle Ce, La, Pr und Nd beruht vermutlich auf der Bildung der Oxide bereits während der Aufheizphase. So wird beispielsweise Cernitrat bereits bei 450 °C in Ce-Oxid umgewandelt, Pr-Nitrat bei ca. 500 °C, La- und Nd-Nitrat bei ca. 700 °C, die gebildeten Oxide sind somit sehr homogen verteilt und feinstkörnig, sie können daher ähnlich wie feinstes  $\text{Al}_2\text{O}_3$  als Keime wirken.  $\text{CeO}_2$  reagiert auch nicht mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , d. h. es findet keine Verbindungsbildung zu Aluminat statt, die feindisperse Verteilung des  $\text{CeO}_2$  bleibt erhalten und somit ist auch die Wirkung als Dispersionshärtung möglich.

Die durch den Zusatz der Oxide von Ce, La, Pr, Nd erzielte Festigkeit des Schleifmaterials kann durch Gasdrucksintern noch weiter gesteigert werden. Das fast dichte Produkt, das noch geschlossene Poren enthält, wird

dabei unter Druck gesintert, wodurch die geschlossenen Poren stark verkleinert werden und teilweise ganz verschwinden. Da jedoch die Festigkeit eines Materials bekanntlich mit steigender Porengröße abnimmt, kann so eine bedeutende Festigkeitssteigerung erreicht werden, obwohl die Porosität bei diesem Schritt nur noch um wenige Vol.-% absinkt.

Das so hergestellte Schleifmaterial vereinigt somit hohe Dichte, submikrokristallines Gefüge und Feinheit der Restporen und erzielt dadurch außergewöhnlich gute Abtragsleistungen und Standzeiten beim Einsatz. Dieses Material ist ebenso als Schneidkeramik gut geeignet.

Alshochdisperse  $\alpha$ -Aluminiumoxidhydrate können die im Handel befindlichen Pseudoböhmite (Pural<sup>R</sup>, Disperal<sup>R</sup>, Versal<sup>R</sup>) mit einem Reinheitsgrad von über 99 % und einer spez. Oberfläche zwischen 180 und 290 m<sup>2</sup>/g verwendet werden. Der Feststoffgehalt der Suspension lag zwischen 5 und 40 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 15 und 25 Gew.-%. Als Peptisatorsäure können Salpetersäure, Salzsäure oder Essigsäure eingesetzt werden.

Der während des Desagglomerierens im Dispergierapparat durchgeführte Zusatz aus der Gruppe der Elemente Ce, La, Pr, Nd erfolgt in Form ihrer anorganischen oder organischen Salze, die nach dem Sintern in Form ihrer Oxide vorliegen. Es kann aber auch grobkornfreies Submikronpulver aus einem Oxid oder Hydroxid der oben angeführten Elemente eingesetzt werden. Die Zusätze erfolgen in einer Menge von 0,05 - 40 Gew.-% (bezogen als Oxid im Endprodukt).

Die Trocknung des desagglomerierten Sols kann auf verschiedene Arten durchgeführt werden. Es wird entweder direkt zu unregelmäßigen Stücken getrocknet, die anschließend zerkleinert und gesiebt werden oder das durch Einengen koagulierte Gel wird vor der Fertig Trocknung einer Formgebung unterzogen. Die Formgebung kann durch Walzen, Strangpressen oder ähnliche Verfahren erfolgen. Das Sol kann aber auch zu preßfähigem Pulver bzw. Granulat getrocknet werden. Dazu eignen sich beispielsweise Sprühtrockner, Sprühgranulatoren oder Schaufeltrockner. Das Preßgranulat wird dann zu Formteilen verpreßt. Dazu eignen sich alle bekannten Preßverfahren wie z. B. Matrizenpressen, Strangpressen oder Walzenpressen.

Das getrocknete bzw. verpreßte Material wird anschließend gesintert. Die Sinterung erfolgt in drei Stufen. Zuerst wird bei 500 - 800 °C die Austreibung des Restwassers und der von der Peptisatorsäure stammenden sauren Bestandteile bei gleichzeitiger Umwandlung der Ce-, La-, Pr-, Nd-Salze in die Oxide durchgeführt. In der zweiten Stufe erfolgt die Eliminierung des Großteils der offenen Poren, wobei gleichzeitig alle vorhandenen Modifikationen des Aluminiumoxids in  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> übergeführt werden. Sie erfolgt bei 1000 - 1300 °C. In der dritten Stufe wird das Material unter Druck gesintert. Dabei wird der Gasdruck im Ofen von 1 auf max. 100 bar erhöht. Die Temperatur kann, falls erforderlich, dabei bis auf 1400 °C erhöht werden. Vorzugsweise erfolgt die Gasdrucksinterung bei 1250 - 1350 °C. Die Sinterzeiten hängen von der Temperatur ab und liegen zwischen einigen Minuten und max. 3 Stunden je Stufe. Zur Erhaltung der Feinkristallinität erweist es sich als günstiger, etwas länger bei niedrigerer Temperatur zu sintern als kürzere Zeit bei höherer Temperatur. Der dreistufige Sinterprozeß kann prinzipiell in einem geeigneten Ofen durchgeführt werden, es hat sich jedoch als günstig erwiesen, wenn die erste Stufe insbesondere wegen des Anfalls saurer Abgase in einem speziell dafür ausgekleideten Ofen durchgeführt wird.

Das erfindungsgemäße Material ist hervorragend für Schleifzwecke geeignet, kann aber auch für alle bekannten Einsatzzwecke von Aluminiumoxidkeramik verwendet werden. Für den Einsatz in Schleifscheiben erwies sich eine Zerkleinerung des Materials vor dem Sintern als vorteilhaft, für den Einsatz in Bändern und flexiblen Scheiben ist eine Zerkleinerung nach dem Sintern günstiger.

Die Erfindung soll nun an Hand von Beispielen näher erläutert werden.

#### Beispiel 1: (Suspensionherstellung)

In eine Lösung von 39,5 kg Wasser und 440 g konz. Salpetersäure wurden kontinuierlich 10 kg  $\alpha$ -Aluminiumoxidmonohydrat der Marke Disperal<sup>R</sup> eingeführt. Die Suspension wurde dann in einer Laborvakuumentlüftungsanlage bei 100 mbar entlüftet und anschließend durch ein Dispergiergerät mit zwei Zuflußöffnungen gepumpt. Die Durchflußgeschwindigkeit betrug 3 l/h, die Rotordrehzahl lag bei 15000 U/min. In die zweite Zuflußöffnung des Dispergiergerätes wurde eine Lösung von 61,4 g/l Cernitrathexahydrat mit 270 ml/h eingepumpt. Die desagglomerierte Suspension wurde dann weiterverarbeitet. Das gesinterte Endprodukt aus dieser Suspension enthielt 1 Gew.-% CeO<sub>2</sub>.

#### Beispiel 2:

Die Suspension aus Beispiel 1 wurde in Polypropyilentassen in einem Heißlufttrockner bei 80 °C 36 Stunden zu spröden Platten getrocknet. Die getrockneten Platten wurden in einer Hammermühle zu Körnern zerkleinert und in einer Siebmaschine klassiert. Anschließend wurden die Körner 1 Stunde in einem Muffelofen bei 500 °C kalziniert und dann im Gasdrucksinterofen bei 1300 °C 2 Stunden bei 1 bar gesintert, danach wurde 15 Min. bei 100 bar fertiggesintert. Das Material hatte 2 Vol.-% Porosität, die Kristallitengröße des  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> betrug 0,3 - 0,5  $\mu$ m. Die mittlere Porengröße betrug 0,4  $\mu$ m.

Beispiel 3:

Die Suspension aus Beispiel 1 wurde sprühgetrocknet und mit einem Wassergehalt von 15 Gew.-% zu Zylindern (30 mm Durchmesser, 5 mm lang) verpreßt. Das Pressen erfolgte uniaxial in einer Matrize bei 400 MPa. Die Zylinder wurden im Muffelofen bei 500 °C 1 Stunde kalziniert und anschließend im Gasdruck gesintert. Das gesinterte Material hatte 1 Vol.-% Porosität, die Kristallitengröße der  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Kristalle lag unter 0,3 µm, die Porengröße betrug < 0,1 µm.

Beispiel 4:

Die  $\alpha$ -Aluminiumoxidmonohydratsuspension wurde wie im Beispiel 1 hergestellt. Die zudosierte Cernitratlösung enthielt 3,1 g/l Cernitrathexahydrat, sodaß im Endprodukt 0,05 Gew.-% CeO<sub>2</sub> enthalten waren. Das desagglomerierte Sol wurde für Beispiel 5 und 6 verwendet.

Beispiel 5:

Die Suspension aus Beispiel 4 wurde wie in Beispiel 2 verarbeitet (Trocknung und Sinterung). Das so hergestellte Material hatte 4 Vol.-% Poren und eine Kristallitengröße von < 0,7 µm.

Beispiel 6:

Die Suspension aus Beispiel 4 wurde wie in Beispiel 3 verarbeitet (Verpressen, Sintern). Das gesinterte Material hatte 3 Vol.-% Poren und eine Kristallitengröße von 0,3 - 0,5 µm. Die Porengröße war < 0,2 µm.

Beispiel 7:

Die Zylinder von Beispiel 3 wurden vor dem Sintern zu Korn zerkleinert und wie im Beispiel 3 gesintert.

Beispiel 8:

Die Zylinder von Beispiel 6 wurden vor dem Sintern zu Korn zerkleinert und wie im Beispiel 3 gesintert.

Beispiel 9:

Eine Suspension von Disperal<sup>R</sup> wurde analog Beispiel 1 hergestellt (ohne SE-Zusatz). Diese Suspension wurde wie in Beispiel 2 getrocknet, zerkleinert und gesiebt. Die Sinterung erfolgte bei 1400 °C in einem Muffelofen. Die Haltezeit betrug 2 Stunden. Die Porosität des gesinterten Materials war 2 Vol.-%, die Kristallitengröße lag unter 2 µm (≙ EU-Anm. 0 263 810).

Beispiel 10:

Eine Disperal<sup>R</sup>-Suspension analog Beispiel 1 (ohne SE-Zusatz) wurde wie in Beispiel 3 getrocknet, verpreßt und zerkleinert. Die Sinterung erfolgte bei 1400 °C in einem Muffelofen. Die Haltezeit betrug 2 Stunden. Die Porosität war 1,5 Vol.-%, die Kristallitengröße lag unter 1,5 µm.

Beispiel 11:

Das verpreßte Material analog Beispiel 10 wurde in Zylinderform gesintert (analog Beispiel 10) und anschließend zu Korn zerkleinert und klassiert.

Beispiel 12:

Analog Beispiel 9 jedoch wurde die Zerkleinerung und Siebung nach dem Sintern durchgeführt.

Beispiel 13:

Analog Beispiel 2 jedoch wurde die Zerkleinerung und Siebung nach der Sinterung durchgeführt.

Beispiel 14:

Analog Beispiel 5 jedoch wurde die Zerkleinerung und Siebung nach der Sinterung durchgeführt.

Beispiel 15:

Das getrocknete und verpreßte Material von Beispiel 3 wurde bei 1350 °C 2 Stunden im Muffelofen gesintert und anschließend zerkleinert. Die Porosität betrug 4,5 Vol.-%, die Kristallitengröße lag unter 0,7 µm. Die Porengröße war 0,5 µm.

Beispiel 16:

Das getrocknete und verpreßte Material von Beispiel 3 wurde zerkleinert und gesiebt und anschließend wie in Beispiel 15 gesintert.

**Beispiel 17:**

Analog Beispiel 1 wurde eine  $\alpha$ -Aluminiumoxidmonohydratsuspension hergestellt und entlüftet. Beim Dispergieren wurde eine Lösung von 472 g Cernitrathexahydrat in 1 l Wasser mit einer Durchflußgeschwindigkeit von 1 l/h zugemischt. Die Suspension strömte mit 3 l/h. Die Suspension wurde danach getrocknet und wie in Beispiel 2 zerkleinert und gesintert. Das gesinterte Endprodukt enthielt 35 Gew.-%  $\text{CeO}_2$ , die Porosität betrug 5 Vol.-%, die Kristallitengröße war 0,5 - 0,7  $\mu\text{m}$ .

**Beispiel 18:**

Das getrocknete Material von Beispiel 17 wurde wie in Beispiel 2 gesintert und anschließend zerkleinert und gesiebt.

Die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Schleifmaterialien wurden zu Schleifbändern und Schleifscheiben verarbeitet und in einer vergleichenden Prüfsérie gegen Kohlenstoffstahl C 45 wurde die Leistungsfähigkeit des Materials ermittelt. Dabei wurde die Schleifleistung im Vergleich zu Material nach EU-Anm. 0 263 810 (= 100) ermittelt. Die erhaltenen Werte sind in den Tabellen angeführt und zeigen deutlich die hervorragenden Schleifleistungen der erfindungsgemäß hergestellten Materialien.

Tabelle 1

Abtragsleistung der Bänder = Gesamtabtrag bis zum  
Absinken der Abtragsgeschwindigkeit auf 10 %

<u>Material</u>	<u>Abtragsleistung</u>
Beispiel 3	320
Beispiel 6	290
Beispiel 11	130
Beispiel 12 ( $\hat{=}$ EU-Anm. 0 263 810)	100
Beispiel 13 ( $\hat{=}$ 2)	240
Beispiel 14 ( $\hat{=}$ 5)	190
Beispiel 15	180
Beispiel 18	240

Tabelle 2

Schleifleistung der Scheiben - Verhältnis Material-  
abtrag zu Scheibenverschleiß

<u>Material</u>	<u>Schleifleistung</u>
Beispiel 2	250
Beispiel 5	200
Beispiel 7 ( $\hat{=}$ 3)	330
Beispiel 8 ( $\hat{=}$ 6)	280
Beispiel 9 ( $\hat{=}$ EU-Anm. 0 263 810)	100
Beispiel 10	130
Beispiel 16	190
Beispiel 17	220

PATENTANSPRÜCHE

5

10

1. Gesintertes, mikrokristallines Schleifmaterial auf Basis von  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , gekennzeichnet durch einen Zusatz von 0,05 bis 40 Gew.-% einer oder mehrerer Verbindungen, die ein SE-Metall aus der Gruppe Ce, La, Pr und Nd enthalten, wobei die Kristallitengröße im wesentlichen unter 0,5  $\mu\text{m}$  liegt.

2. Schleifmaterial nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Verbindungen der SE-Metalle Oxide sind.

15

3. Verfahren zur Herstellung eines Schleifmaterials nach einem der Ansprüche 1 oder 2, wobei von einem  $\alpha$ -Aluminiumoxidhydrat ausgegangen wird, wobei letztlich ein Sintervorgang vorgesehen ist, dadurch gekennzeichnet, daß das hochdisperse  $\alpha$ -Aluminiumoxidhydrat in eine verdünnte Säurelösung eingeführt wird, die entstandene Suspension zur Entfernung eingeschlossener Luftblasen einer Vakuumentlüftung unterzogen wird, danach die Suspension desagglomert und mit Verbindungen aus der Gruppe der Metalle Ca, La, Pr, Nd versetzt wird, danach gegebenenfalls die Suspension von groben Teilchen befreit, getrocknet, zerkleinert und gesintert wird.

20

4. Verfahren nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Feststoffgehalt der Suspension zwischen 5 und 40 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 15 und 25 Gew.-% liegt.

25

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 oder 4, dadurch gekennzeichnet, daß die verdünnte Säurelösung aus Salpetersäure, Salzsäure oder Essigsäure besteht.

30

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Zusätze aus der Gruppe Ce, La, Pr und Nd einzeln oder in einer Mischung in einer Menge von 0,05 Gew.-% bis max. 40 Gew.-% (bezogen als Oxid im Endprodukt) erfolgen.

35

7. Verfahren nach Anspruch 3 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Zusätze aus der Gruppe Ce, La, Pr und Nd in Form ihrer anorganischen oder organischen Salze oder als feinstes, grobkornfreies Submikronpulver aus einem Oxid oder Hydroxid erfolgen.

8. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß das getrocknete Produkt bei Temperaturen zwischen 1000 °C und 1400 °C, vorzugsweise zwischen 1250 °C und 1350 °C einer Gasdrucksinterung während 10 Minuten bis 2 Stunden unterzogen wird.

40

9. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Sinterung bei Drücken von 1 bis 1000 bar, vorzugsweise 50 bis 100 bar, durchgeführt wird.

45

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 3 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß die Sinterung in mehreren Stufen erfolgt, wobei die letzte Stufe eine Gasdrucksinterung ist, die mit 50 bis 100 bar bei Temperaturen zwischen 1000 °C und 1400 °C erfolgt.

50

55