

FORKERAM

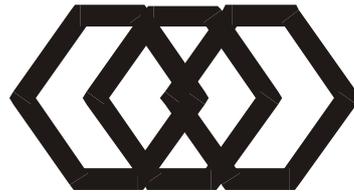
Bayerischer Forschungsverbund für keramische Materialentwicklung und Prozesstechnik

1. Statusbericht 1999

Berichtszeitraum: 1. Oktober 1998 – 30. Septemeber 1999

Gefördert von der Bayerischen Forschungstiftung (BFS)

Universitäten Erlangen-Nürnberg, Bayreuth, TU Hamburg-Harburg, Fachhochschule Nürnberg, Fraunhofer-Institute für Silicatforschung, Würzburg und für Werkstoffmechanik, Freiburg und 16 bayerische Industrieunternehmen



FORKERAM

Bayerischer Forschungsverbund für keramische Materialentwicklung und Prozesstechnik

1. Statusbericht 1999

Berichtszeitraum: 1. Oktober 1998 – 30. Septemeber 1999

Gefördert von der Bayerischen Forschungstiftung (BFS)

Herausgeber	FORKERAM
Redaktion und Satz	Dr. Norbert H. Menzler (August 1999) FORKERAM Geschäftsstelle Universität Erlangen-Nürnberg, Glas und Keramik, Martensstr. 5, 91058 Erlangen

Inhalt

1	Vorwort	7
2	Situationsbericht.....	9
2.1	Aufgaben und Ziele von FORKERAM	9
2.2	Ergebnisse der Begutachtung des FORKERAM Langantrages.....	9
2.3	Organisation des Forschungsverbundes.....	10
3	Gutachtergremium	13
4	Bereich I : Prozessinnovation Gebrauchskeramik	15
5	Bereich II : Prozessinnovation Technische Keramik.....	57
6	Bereich III : Neue keramische Produkte und Anwendungen.....	103
7	Kleiner Pressespiegel	135

1 VORWORT

Der vorliegende Bericht gibt einen Überblick über die Ergebnisse, die im ersten Jahr der Förderphase des Bayerischen Forschungsverbundes für keramische Materialentwicklung und Prozesstechnik (FORKERAM) erarbeitet wurden. Er dient den Gutachtern als Grundlage für ihre Beurteilung. Er soll einen Einblick in die Leistungsfähigkeit des Verbundes vermitteln und erste wichtige Ergebnisse herausstellen.

Der Verbund FORKERAM ist nach einer kurzen Verzögerung zum 1. Oktober 1998 in der erste Förderphase gestartet. Geprägt von der starken industriellen Beteiligung sowohl hinsichtlich der Finanzierung (50% der Projektkosten werden von der Industrie getragen) als auch der strategischen Ausrichtung auf die wesentlichen industriellen Problembereiche ist festzustellen, dass sich die Verbundprojekte gut etabliert haben und eine intensive Kommunikation sowohl zwischen den Einzelprojekten als auch den drei Verbundschwerpunkten begonnen hat.

Dies wurde im Rahmen der ersten am 15. Dezember 1998 durchgeführten Arbeitssitzung sämtlicher Verbundteilnehmer in Erlangen deutlich. Diese Arbeitssitzungen werden auch in den Folgejahren durchgeführt (2000 in Nürnberg, 2001 in Bayreuth).

Trotz der Anlaufphase präsentierte die Geschäftsstelle den Verbund auf dem 4. Symposium und Ausstellung der abayfor (Arbeitsgemeinschaft der Bayerischen Forschungsverbände) am 27./28. Oktober 1998 in München sowie im Internet (2-fach in deutsch, 1-fach in englisch) und wird auf der vom 27. bis 30. September 1999 stattfindenden Messe **Materialica** in München mit einem eigenen Stand vertreten sein. Darüber hinaus wird sich der Verbund über die abayfor an den Millenniumsfeierlichkeiten des Freistaats Bayern beteiligen.

Am Ende des Berichtheftes ist ein kleiner Pressespiegel angehängt, der darstellt, dass eine erste Präsentation des Verbundes, auch für die Allgemeinheit, stattgefunden hat. Diese wird ebenfalls durch einen Besuch des forschungspolitischen Sprechers der CSU-Landtagsfraktion am 19.3.1999 in der Geschäftsstelle dokumentiert.

Wir hoffen, dass nach der erfolgreichen Startphase die gemeinsame Arbeit in FORKERAM im nächsten Jahr genauso nutzbringend fortgesetzt wird.

Erlangen, 31.07.1999

Prof. Dr. Peter Greil
1. Sprecher FORKERAM

Dr. Norbert H. Menzler
Geschäftsführer FORKERAM

2 SITUATIONSBERICHT

2.1 Aufgaben und Ziele von FORKERAM

Ziel des Forschungsverbunds ist die **Steigerung der Wettbewerbsfähigkeit der bayerischen keramischen Industrie durch Prozess- und Produktinnovationen**. Dieses Ziel soll durch die enge Verzahnung der universitären und außeruniversitären Forschungseinrichtungen mit den beteiligten Industriepartnern, welche vorwiegend klein- und mittelständisch strukturiert sind, erreicht werden. Folgende Teilziele stehen dabei im Vordergrund:

- Schnellerer **Technologietransfer** und gemeinsames Nutzen vorhandener **Kompetenzen**
- Verzahnung der Bereiche Feinkeramik und technische Keramik und dadurch Erlangung **synergetischer Effekte**
- **Kostensenkung** und Beschleunigung der **Innovationszyklen**

2.2 Ergebnisse der Begutachtung des FORKERAM Langantrages

Die Begutachtung des FORKERAM Langantrages fand am 9. März 1998 in Erlangen statt. Von dem unter Punkt 3 genannten Gutachtergremium waren alle Personen mit Ausnahme von Prof. Gauckler anwesend. Letzterer übermittelte seine Anmerkungen zu den Einzelprojekten schriftlich an die Bayerische Forschungsstiftung (BFS).

Von den ursprünglich 13 eingereichten Vorhaben wurden neun zur prinzipiellen Förderung durch die BFS empfohlen (z. T. mit Nacharbeiten bzw. Detaillierungen). Ein Projekt wurde als zwar förderfähig befunden, aber als nicht zum Verbund passend eingestuft, und drei Projekte wurden in der damals vorliegenden Form als nicht förderwürdig abgelehnt. Diesen drei Projekten wurde jedoch die Überarbeitung ihres Antrages anempfohlen. Aus den Überarbeitungen ergab sich, dass weitere zwei Projekte bei einer Nachbegutachtung im Umlaufverfahren als förderwürdig eingestuft wurden. Ein Projekt wurde im Frühjahr 1999 letztendlich von der BFS nicht gefördert. Somit besteht der Verbund derzeit aus insgesamt elf Projekten in drei Teilbereichen.



Die finanzielle Unterstützung des Verbundes durch die BFS beläuft sich auf insgesamt 11.001.400 DM, worin 460.000 DM für die Geschäftsstelle enthalten sind. Die Industriepartner investieren zusätzlich 10.613.300 DM, so dass sich ein Gesamtvolumen von ca. 22 Mio. DM ergibt.

2.3 Organisation des Forschungsverbundes

Dem Forschungsverbund stehen zwei Sprecher vor. Das laufende Geschäft wird durch einen Geschäftsführer erledigt, welcher von einer Sekretärin unterstützt wird.

1. Sprecher

Prof. Dr. Peter Greil

Tel.: 09131-8527543

Universität Erlangen-Nürnberg

Fax: 09131-8528311

Institut für Werkstoffwissenschaften

Email: greil@ww.uni-erlangen.de

Lehrstuhl für Glas und Keramik

Martensstr. 5

91058 Erlangen

2. Sprecher (1.10.1998 bis 31.3.1999)

Dr. Wolfgang Weber

Tel.: 07153-611380

Firma CeramTec Innovative Ceramic Engineering

Fax: 07153-611600

Fabrikstr. 23-29

73207 Plochingen

2. Sprecher (kommissarisch seit 1.6.1999)

Dipl.-Ing. Guido Rösler

Tel.: 09269-7814

Firma Rösler Porzellan und Kunststoffe

Fax: 09269-7890

96355 Tettau-Schauberg

Geschäftsführer

Dr. Norbert H. Menzler

Tel.: 09131-8527560

Universität Erlangen-Nürnberg

Fax: 09131-8528311

Institut für Werkstoffwissenschaften

Email: menzler@ww.uni-erlangen.de

Lehrstuhl für Glas und Keramik

Email: forkeram@ww.uni-erlangen.de

Martensstr. 5

91058 Erlangen

Sekretariat

Brigitte Saigge

Tel.: 09131-8527542

Universität Erlangen-Nürnberg

Fax: 09131-8528311

Institut für Werkstoffwissenschaften

Email: forkeram@ww.uni-erlangen.de

Lehrstuhl für Glas und Keramik

Martensstr. 5

91058 Erlangen

FORKERAM im Internet

<http://www.glass-ceramics.uni-erlangen.de> (Deutsch/Englisch)

<http://www.abayfor.de/forkeram> (Deutsch)



3 GUTACHTERGREMIUM

H. Burghardt

Geschäftsführer Cera System
Verschleißschutz GmbH
Robert-Friese-Str. 2
07629 Hermsdorf
Tel.: 036601-64466

Prof. Dr. L. Gauckler

Eidgenössische Technische
Hochschule Zürich
Nichtmetallische Werkstoffe
Sonneggstr. 5
8092 Zürich, Schweiz
Tel.: 0041-1-632-5646

Prof. Dr. J. Heinrich

Technische Universität Clausthal
Institut für Nichtmetallische Werkstoffe
Zehntnerstr. 2a
38678 Clausthal-Zellerfeld
Tel.: 05323-722354, Fax: -723119

Prof. Dr. M. J. Hoffmann

Universität Karlsruhe
Institut für Keramik im Maschinenbau
Haid-und-Neu-Str. 7
76131 Karlsruhe
Tel.: 0721-6084246, Fax: -608174263

Dr. W. Lanitz

Porzellanfabrik Friesland GmbH & Co. KG
Postfach 15 60,
26305 Varel
Tel.: 04451-170, Fax: -17265

Dr. R. Probst

Beratender Ingenieur
Hollandstr. 14
66663 Merzig
Tel.: 06861-4178, Fax: -4179

Prof. Dr. G. Tomandl

Technische Universität
Bergakademie Freiberg
Institut für Keramische Werkstoffe
Gustav-Zeuner-Str. 3
09596 Freiberg
Tel.: 03731-392983



4 BEREICH I : PROZESSINNOVATION GEBRAUCHSKERAMIK

Projekt I-1: Alternative Verfahren zur Herstellung von Spritzgusswerkzeugen für Gebrauchskeramiken

Projekt I-2: Geschirr- und Zierkeramik auf der Basis von Recyclingglas zu erheblich reduzierten Produktionskosten

Projekt I-4: Hoch abriebfeste und spülmaschinenbeständige Glasuren für den Hartporzellan-Schnellbrand

Projekt I-5: Produktoptimierte Brenntechnik mit hoher Flexibilität für unterschiedliche Scherbenstärken und Produktgeometrien



Projekt I-1

Alternative Verfahren zur Herstellung von Spritzgusswerkzeugen für Gebrauchskeramiken

Projektleitung

Prof. Dr. Hans-Wilhelm Bergmann
Universität Bayreuth
Lehrstuhl Metallische Werkstoffe
Ludwig-Thoma-Str. 36b
95440 Bayreuth

Tel.: 0921-555551
Fax: 0921-555561
Email: Hans.Bergmann@uni-bayreuth.de

Projektpartner

Dipl.-Ing. Guido Rösler
Rösler Porzellan und Kunststoffe GmbH
Langenauerstr. 2
96355 Tettau-Schauberg

Tel.: 09269-7814
Fax: 09269-7890



1 Ziel

Ziel des Vorhabens ist es, Grundlagen für die Auslegung und den wirtschaftlichen Betrieb einer Pulverspritzgussanlage für komplexe geschirrkeramische Teile (z. B. Tasse m. Henkel) zu erarbeiten. Dies umfasst nicht nur die Herstellung von Spritzgusswerkzeugen nach Rapid-Prototyping bzw. -Tooling-Verfahren, sondern auch die Einbeziehung der gesamten Fertigungskette. Als Schwerpunkte werden die Aufgaben Werkzeugbau, Compoundierung und Entbinderung bearbeitet, die an den Nahtstellen zu folgenden Fertigungsschritten stehen. Unter Berücksichtigung des gesamten Fertigungsablaufs sind Prozessstabilität und Reproduzierbarkeit wichtige Teilaspekte.

2 Ausgangssituation

Verkürzte Modellzyklen bei gleichzeitig gestiegener Modellvielfalt stellen die heutigen Anforderungen an die Porzellanindustrie dar (sinkende Stückzahlen in der Serie). Die Einführung des keramischen Spritzgusses für geschirrkeramische Teile bietet ein erhebliches Potential für diesen Industriezweig, um im internationalen Wettbewerb bestehen zu können. Die umgelegten Stückkosten für den Bau teurer Spritzgusswerkzeuge drohen das Verfahren wirtschaftlich uninteressant werden zu lassen. Eine kostengünstige Werkzeugherstellung ist deshalb erforderlich. Defizite bestehen derzeit auch bei einer umweltfreundlichen Entbinderung.

3 Durchführung der Arbeiten

3.1 Compoundierung

Für die Compoundierversuche wurde die isostatische Pressmasse R5B ausgewählt. Zusammen mit Ausschusspressteilen wurde sie im Tunnelofen bei einer Temperatur von ca. 800°C calciniert (verglüht). Anschließend erfolgte das Aufmahlen zu einem Pulver von < 45 µm bei der Fa. Kreutz. Als Binder diente Hostamont EK 583 der Fa. Clariant GmbH, welcher das Keramikpulver spritzgussfähig macht. Mit diesem Binder und dem Keramikpulver R5B fertigte die Fa. IMT zwei Muster-Compounds mit 20 (PorRös20A1) bzw. 22% (PorRös22A1) Binderanteil. Beide Muster-Compounds wurden in verschiedenen Spritzgusswerkzeugen verspritzt.

3.2 Entbinderung

Vor dem Sintern muss das temporäre Hilfsmittel Binder aus dem Formteil wieder entfernt werden (Entbinderung). Das thermische Entbindern muss bei sehr gleichmäßigen Temperaturen und mit Hilfe von Temperaturprogrammen erfolgen, die dem jeweiligen keramischen Formteil angepasst sind. Neue Erkenntnisse zum Entbinderungsprozess eröffneten die Vorträge im Rahmen des FA III „Verfahrenstechnik“ der DKG am 04.05.99 in Erlangen. Die dort vorgestellte Methode der Entbinderung in Wasser soll nun näher untersucht werden.

3.3 Spritzgusswerkzeug

Über die Fertigungsfolge Geometriedatenerfassung, Herstellung eines Positiv-Modells (Rapid-Prototyping), Thermisches Spritzen und Hinterfütterung erfolgt die Entwicklung eines alternativen Spritzgusswerkzeuges. Das thermische Spritzen einfacher Modelle aus verschiedenen Kunststoffen soll eine schnelle Beurteilung der Abbildegenauigkeit der aufgetragenen Spritzschicht und die Auswahl eines geeigneten Kunststoffs für die Modellherstellung erlauben. Mit Hilfe des Lichtbogenspritzverfahrens wurden die Kunststoffmodelle mit einer Aluminium-Mehrstoffbronze (Ampco Trode 150) beschichtet. Die schnelle Herstellung von Positivmodellen erfolgt über die Rapid-Prototyping-Verfahren Laminated Object Manufacturing (LOM) und High Speed Cutting (HSC). Nach der elektronischen Datenerfassung und -verarbeitung eines Tassenmodells werden Positivmodelle über LOM und HSC gefertigt und anschließend mit Ampco Trode 150 gespritzt. An die Entformung der Modelle schließt sich die Hinterfütterung der Spritzschicht mit einem Harz-Härter-Gemisch an.

4 Zusammenarbeit mit Partnern

Das keramische Spritzpulver der Fa. Rösler wurde bei der Fa. Kreuz auf eine Korngröße $< 45 \mu\text{m}$ aufgemahlen. Der verwendete Binder Hostamont EK 583 der Fa. Clariant GmbH wurde zusammen mit dem Keramikpulver bei der Fa. IMT zu Muster-Compounds verarbeitet. Für die Spritzversuche kamen vorhandene Spritzgussmaschinen der Fa. Arburg zum Einsatz, mit denen thermoplastische Formteile aus PP bzw. PS hergestellt wurden. Keramikspezifische Werkzeugänderungen wurden nicht vorgenommen. Versuche, Compounds mit calcinierter Pressmasse R5P (ungemahlen) im Labor der Fa. Rösler Gleitschlifftechnik mit dem Binder

Siloplast 6000 bzw. anderen Wachsen herzustellen, sind bisher noch nicht abgeschlossen. Die Herstellung der einfachen Kunststoffmodelle (Untertasse) zur Beurteilung der Abbildgenauigkeit der Spritzschichten übernahm die Fa. Rösler. Um die konstruktiven und technologischen Fertigungsbedingungen für ein alternatives Spritzgusswerkzeug fixieren zu können. Diese stellte auch ein konventionelles Spritzgusswerkzeug zur Verfügung. Die elektronische Datenerfassung und -verarbeitung zur Modellherstellung, am Beispiel eines einfachen Bechers mit Henkel, und die Erstellung zweier LOM-modelle erfolgte durch die Fa. Invenio GmbH. Die Fertigung der gleichen Modelle über das HSC-Verfahren übernahm die Fa. Wächter & Möller. Diese Positivmodelle wurden am ATZ-EVUS thermisch gespritzt und hinterfütert.

5 Ergebnisse

An verschiedenen Spritzgusswerkzeugen wurden die Compounds PorRös20A1 und PorRös22A1 Spritzversuchen unterzogen.

5.1 Spritzgusswerkzeug „Becher mit Henkel“

Es handelt sich um ein 1-fach Werkzeug mit Abstreifplatte, Schiebern und beheizter Düse, welches bei dem Spritzversuch nicht temperiert war. Das Aufschmelzen und Einspritzen der Pulvermasse funktionierte problemlos. Alle Grünlinge wiesen nach den Spritzversuchen Risse in Längsrichtung auf, wobei die Risse beim Compound PorRös20A1 etwas deutlicher ausgeprägt waren. Das Auftreten von Rissen im Henkel ist auf das in diesem Bereich stattfindende Zusammenfließen der kalten Spritzgussmassen zurückzuführen (Abb. 1). Dunklere und hellere Stellen am Grünling lassen auf Entmischungserscheinungen der Spritzgussmasse schließen. Offensichtlich ist der Ringspaltquerschnitt der Einspritzdüse für keramische Spritzgussmassen zu klein bemessen, so dass diese



Abb.1: gerissener Grünling

einer starken Scherbeanspruchung ausgesetzt sind, was zu Entmischungen und somit zu Spannungen im Grünling beiträgt. Durch eine Erhöhung der Werkzeugtemperatur und die Verwendung einer „offenen Einspritzdüse“ wird in den nächsten Versuchen eine Verbesserung der Formteileigenschaften angestrebt. Die Schwindung bei keramischen

Spritzgussmassen ist zwar im Verhältnis zu thermoplastischen Spritzgussmassen bedeutend höher (ca. 12%), sie findet im wesentlichen aber erst beim Sintervorgang statt. Damit kann die geringe Erstarrungskontraktion im Werk-zeug nicht die Hauptursache für das Reißen des Grünlings sein. Der Riss entsteht meist an der gleichen Stelle im Henkelbereich, so dass es sich vermutlich um „Kaltschweißstellen“ beim Aufeinandertreffen von Fließfronten handelt. Die Verwendung einer offenen Düse wird sich hier ebenfalls positiv auswirken.

5.2 Spritzgusswerkzeug „Serviettenhalter“

An diesem 2-fach Werkzeug wurden ebenfalls die beiden Spritzgussmassen PorRös20A1 und ProRös22A1 mit Hostamont als Binder getestet. Das Aufschmelzen und Einspritzen der Spritzgussmassen erfolgte problemlos, lediglich das Einzugs-verhalten des Scherwalzen-Granulats war aufgrund von Brückenbildung im relativ kleinen Einzugschacht nicht optimal. Durch den Einsatz eines anderen Maschinentyps, durch Änderung der Granulatform oder durch den Einsatz von Quirlen im Ein-zugsschacht wird dieser Störfaktor im späteren Fertigungsprozess vermieden. Eine automatische Fertigungsfolge war aufgrund von Angussabrissen im Tunnel nicht gewährleistet, da somit die Angüsse für den nächsten Spritzgussvorgang verstopft waren. Diese wirtschaftliche Angussform für Mehrfachwerkzeuge steht somit für den Keramikspritzguss nicht zur Verfügung. Künftig ist der Einsatz von Heißkanalsystemen möglich, wenn diese weitgehend gegen Abrasion geschützt sind. Bei Mehrfachwerkzeugen ohne erstarrenden Anguss sind dann bei diesen verhältnismäßig dünnwandigen Formteilen jeweils spezielle Handlinggeräte bzw. Mehrfachgreifer erforderlich, da ansonsten die Grünlinge beim freien Fall aus dem Werk-zeug Beschädigungen erfahren würden.

Beide keramische Spritzgussmassen weisen nach dem Spritzguss an der Spitze der Serviettenhalter Risse auf, beim Einsatz von PorRös20A1 auch an der Zusammenflussstelle gegenüber des Anschnittes (Abb. 2). Das bessere Fließverhalten von PorRös22A1 bewirkt einen Verbund der Fließfronten. Spitzwinklige Durchbrüche sind bei keramischen Spritzgussteilen zu vermeiden bzw. besonders gut abzurunden.



Abb. 2: geometriebedingte Rissbildung

5.3 Spritzgusswerkzeug „Verschlussknopf“

Bei diesem 12-fach Werkzeug wurden wiederum PorRös20A1 und PorRös22A1 verspritzt. Auch hier zeigte sich ein problematisches Einzugsverhalten des Granulats (Brückenbildung). Alle 12 Formteile zeigten bei einer Massetemperatur von 120 °C und moderaten Spritzdrücken ein gutes Fließverhalten und ein optimales Formfüllungsvermögen. Die kompakten Formteile fielen ohne Beschädigungen aus dem Werkzeug auf eine gepolsterte Rutsche.

5.4 Entbinderung

In einem Tunnelofen wurde versucht, Grünlinge bei 1280 °C gleichzeitig zu entbindern und zu sintern. Die behandelten Formteile wiesen Blasen und Risse auf, die auf einen zu schnellen Entbinderungs-vorgang schließen lassen (Abb.3). In den nächsten Versuchen werden deshalb die Grünlinge in Wasser entbindert. Ein entsprechendes Compound mit dem Binder Siliplast HS und Keramik-Pulver ist in Vorbereitung.



Abb. 3: therm. Entbinderungsrisse

5.5 Spritzgusswerkzeug

Ausgehend von den spezifischen Anforderungen an Spritzgusswerkzeuge wurde nach einer Literaturrecherche und aufbauend auf lehrstuhlinterne Erfahrungen eine Vorauswahl an möglichen Spritz- und Hinterfütterungswerkstoffen und Spritzverfahren getroffen und anhand von Versuchen die geeignetsten Werkstoffe bzw. Verfahren herausgearbeitet. Als Spritzverfahren wurde wegen seiner sehr guten Auftragsleistung und Schichtqualität bei gleichzeitig geringer Wärmeeinbringung dem Lichtbogenspritzen der Vorzug gegeben. Die Aluminium-Mehrstoffbronze (Ampco Trode 150) empfiehlt sich aufgrund ihrer hervorragenden Verschleißbeständigkeit und Reparaturfähigkeit. Die sehr gute Druckfestigkeit und Bearbeitbarkeit gab den Ausschlag, ein Harz/Härter (Megithan-Harz) als Hinterfütterungswerkstoff zu verwenden. Optimierungsversuche zum Füllstoff stehen aus. Das thermische Spritzen verschiedener Kunststoffe mit einfacher Geometrie gestaltete sich aufgrund einer zu glatten Oberfläche und evtl. kohäsiver chemischer Bestandteile in den Kunststoffen relativ schwierig. Eine verbesserte Schichthftung wurde tw. durch eine höhere Oberflächenrauheit (Kugelstrahlen) erreicht, eine Zwischenschicht aus Zink blieb dagegen wirkungslos. Nach

Erhöhung der Oberflächenrauheit konnte einzig bei dem Kunststoff Araldit 51556 in Verbindung mit dem Härter 5158 eine akzeptable Spritzschicht mit einer guten Abbildegenuauigkeit erzeugt werden (Abb. 4). Ausgangspunkt für die Erstellung von R-P-Modellen (LOM/ HSC) war die Datenerfassung und –verarbeitung eines Bechers mit Henkel. Anhand dieser Daten wurden über LOM (Papier) bzw. HSC (Cerrotru) jeweils 2 halbierte Tassenmodelle (entsprechend den Werkzeughälften) gefertigt (siehe Abb. 5 und 6).



Abb. 4: gute Schichtabbildung

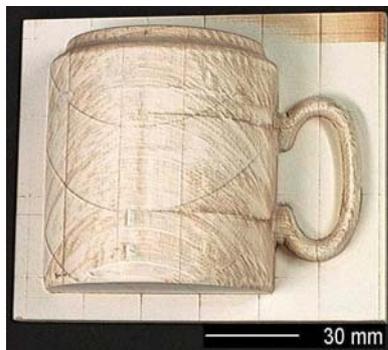


Abb. 5: LOM u. HSC-modelle



Abb. 6: Modell hinterfütert

Es ist gut erkennbar, dass über das HSC-Verfahren eine bedeutend bessere Oberflächenrauheit erreicht wurde ($R_{Z(LOM)} = 36,2$ und $R_{Z(HSC)} = 8,4$). Das eine bestimmte Oberflächenrauheit aufgrund günstigerer Verzahnung von Schichtwerkstoff mit dem Grundwerkstoff vorteilhaft ist, wurde bereits bei den Spritzversuchen an Kunststoffen festgestellt. Jedoch beeinflusst eine zu hohe Oberflächenrauheit den nachfolgenden Anteil an Nacharbeit (Schleifen und Polieren der Spritzschicht) beträchtlich. Nach dem Spritzvorgang wird dann das Positivmodell entfernt (Ausbrennen, Schmelzen). Die Spritzschicht wird anschließend hinterfütert (Abb. 6). Durch Schleifen bzw. Polieren wird die gewünschte Oberflächenrauheit eingestellt und die Hinterfüterung werkzeugspezifisch bearbeitet.

6 Ausblick / weitere Vorgehensweise

Weiterführende Untersuchungen konzentrieren sich auf Spritzversuche mit einem neuen Feedstock aus dem calcinierten Porzellanpulver R5B und dem Binder „Siliplast HS“. Die Versuche werden zunächst nur mit dem 1-fach Spritzgusswerkzeug „Becher mit Henkel“ mit offener Einspritzdüse fortgesetzt, da das Angussproblem bei Mehrfachwerkzeugen z. Z. noch nicht gelöst ist. Durch den Einsatz der Entbinderung im Wasserbad und anschließender Trocknung soll die vorhandene Ofentechnik gemeinsam mit Gieß-, Press- und Drehteilen genutzt werden. Als zusätzlichen Aspekt ist die Herstellung von Werkzeughälften aus Stahl über das HSC-verfahren vorgesehen, um einen umfassenden Vergleich der Rapid-Prototyping-Verfahren sowohl in fertigungstechnischer als auch in wirtschaftlicher Hinsicht vornehmen zu können. Die Übertragung von optimalen Werkstoffeigenschaften und Rapid-Tooling-Verfahren auf die Fertigung eines komplexen Spritzgusswerkzeuges stellt das weitere Vorgehen dar.



Projekt I-2

Geschirr- und Zierkeramik auf der Basis von Recyclingglas zu erheblich reduzierten Produktionskosten

Projektleitung

Akad. Dir. Dr. Henning Dannheim
Universität Erlangen-Nürnberg
Lehrstuhl für Glas und Keramik
Martensstr. 5
91058 Erlangen

Tel.: 09131-8527546

Fax: 09131-8528311

Projektpartner

Dipl.-Ing. Guido Rösler
Rösler Porzellan und Kunststoffe GmbH
Langenauerstr. 2
96355 Tettau-Schauberg

Tel.: 09269-7814

Fax: 09269-7890

Dr. Jochen Langguth
Dipl.-Ing. Horst Philipps
Sintertechnik GmbH
Altreuthstr. 18
91362 Pretzfeld

Tel.: 09194-9550

Fax: 09194-4251

Email: dr-langguth@dr-langguth.de



Werkstoffwissenschaften
Glas und Keramik



Sintertechnik GmbH
Motor-EMC-Solutions

1 Ziel

Es soll eine hochfeste Geschirrkernik entwickelt werden, die bei Temperaturen um 1100°C gebrannt werden kann, wodurch eine erhebliche Reduzierung der Herstellungskosten erreicht wird. Da der Anteil an Glasphase sehr hoch gewählt wird, können zur weiteren Festigkeitssteigerung Druckspannungen in der Oberfläche erzeugt werden. So kann die Scherbenstärke gesenkt werden, dies ergibt eine weitere Kostensenkung.

2 Ausgangssituation

Es sollen mit neuen Produkten, die wesentlich kostengünstiger produziert werden können, neue Märkte eröffnet werden. Eine Möglichkeit ist die Verwendung von einem hohen Anteil von Recyclingglas in der keramischen Masse. Diese wirkt als Flussmittel, dadurch wird die Brenntemperatur gesenkt und so Energiekosten gespart. Der gegenüber konventionellem Hartporzellan erhöhte Glasanteil kann gezielt zur Erzeugung von Druckspannungen in der Oberfläche eingesetzt werden. Durch diese Druckspannungen, die die Rissausbreitung verhindern, kann die Festigkeit gesteigert werden. Bei einer erhöhten Scherbenfestigkeit kann die Scherbenstärke reduziert werden, ohne dass es zu verstärktem Bruch des Porzellanes kommt. Hierdurch werden die Massekosten reduziert, einerseits weil das Recyclingglas preiswerter ist als die verwendeten Sande und Feldspäte, andererseits bei verringerter Scherbenstärke weniger Masse benötigt wird.

Zum Sintern von glashaltigen keramischen Massen wurden bereits Arbeiten am Institut für Festkörperphysik und Elektronenmikroskopie der Universität Halle durchgeführt. Dabei zeigte es sich, dass aus glashaltigen Gemengen mit den üblichen Methoden der Keramotechnik keramische Formkörper mit verbesserten mechanischen Eigenschaften hergestellt werden können. Für eine ausreichende Grünlingsfestigkeit und Formgenauigkeit der Sinterkörper sind Glasgehalte größer 60% nicht anzustreben. Im allgemeinen führt eine Erhöhung des Tonmineralanteils zu einer Verschiebung des Sinterbereichs zu höheren Temperaturen und zu einer flacheren Ausprägung der Maxima. Die Festigkeitswerte sind noch nicht ausreichend hoch. Eine irgendwie beabsichtigte Umsetzung in konkrete Anwendung wird nicht beschrieben.

Für die Festigkeitssteigerung von Porzellan wurden vor allem in den sechziger Jahren ein Reihe von Untersuchungen durchgeführt. Hier ging es im wesentlichen um die Rolle des Quarzes zur Steigerung der Festigkeit. Wegen der Erzeugung von Rissen beim Quarzsprung

ist es nach unseren Untersuchungen nötig, den Quarz fein aufzumahlen oder teilweise durch Tonerde zu ersetzen. Die Festigkeit von klassischem Porzellan wurde weiterhin nicht als Problem gesehen und keine großen Forschungsaktivitäten darauf verwendet.

In den letzten Jahren gibt es vom indischen Central Glass & Creamic Research Institute in Calcutta einige Arbeiten über hochfestes Porzellan. Dabei wurde Quarz durch Sillimanit-Sand sowie Feldspat durch abgeschrecktes Cordieritglas ersetzt. Dadurch können aufgrund von Phasenumwandlungen erhebliche Eigenschaftsverbesserungen erreicht werden. Mischungen von TiO_2 und ZrO_2 unterstützen als Keime die Kristallisierung. Das mechanische Verhalten des Porzellans wurde durch die erzielte Scherbenporosität, die Morphologie der Kristalle und die Viskosität der Glasphase bestimmt. Die Biegefestigkeiten lagen zwischen 96 und 150 MPa, wobei die besten Werte gefunden wurden bei niedriger Porosität und ausreichend hohem Anteil an Kristallphase. Die Sintertemperaturen liegen jedoch weiterhin hoch zwischen 1300° und 1500°C .

Das Einbringen von Druckspannungen in die Oberfläche von Gläsern sowohl mit thermischen als auch mit chemischen Verfahren ist gut bekannt. Durch das thermische Abschrecken von Gläsern können die Festigkeiten von Gläsern etwa um den Faktor 3, durch das chemische Verfahren mit Ionenaustausch etwa um den Faktor 10 gesteigert werden. Eine Festigkeitssteigerung von Porzellan mit hohem Anteil an Glasphase durch Vorspannen ist nicht bekannt. Da die Bruchflächen von Porzellan relativ glatt sind, ist die Bestimmung der Bruchsprünge durch Fraktographie möglich.

3 Durchführung der Arbeiten

3.1 Dichtbrand bei 1100°C

Es wurden drei Recyclinggläser ausgewählt, Hauptbestandteile:

1. Typisches Flaschenglas: SiO_2 -Gehalt 71%, Alkali-Gehalt 13%, Erdalkali 12%
2. Barium-Silikatglas für Fernsehkolben: SiO_2 -Gehalt 72%, BaO 4,6, Alkali 15%
3. Bor-Silikatglas für chemische Anwendungen: SiO_2 -Gehalt 63%, B_2O_3 6%, Alkali 15%

Die Gläser wurden genau nasschemisch analysiert und die Kornverteilung mit Lasergranulometer Cilas bestimmt. Dabei zeigte sich, dass die Korngröße gegenüber den anderen eingesetzten Rohstoffen zu groß war, dementsprechend wurde nachgemahlen. Bild 1 zeigt beispielhaft die Korngröße des eingesetzten Flaschenglases, die mittlere Korngröße von $12,5\ \mu\text{m}$ entspricht den Korngrößen der verwendeten Kaoline und Feldspäte.

Weiter wurden von den beteiligten Industriepartnern eine große Zahl von verschiedenen Masseversätzen mit den angeführten Recyclinggläsern gemischt, teilweise nachgemahlen und zunächst Gießmassen hergestellt. Die Tabelle 1 zeigt eine Auswahl der hergestellten Masseversätze, vor allem bei der Firma Rösler sind die nicht erfolgreichen Versätze nicht aufgeführt. Es wurden verschiedene Formen schlickergegossen, getrocknet und bei dem Partner Sintertechnik im Elektroofen bei 1100°C und verschiedenen Haltezeiten sowie bei dem Partner Rösler im Schlittenofen bei 1110°C und etwa 30 Minuten Haltezeit gebrannt. Anschließend wurden die Probestücke zersägt und die Wasseraufnahme und die Porosität bestimmt.

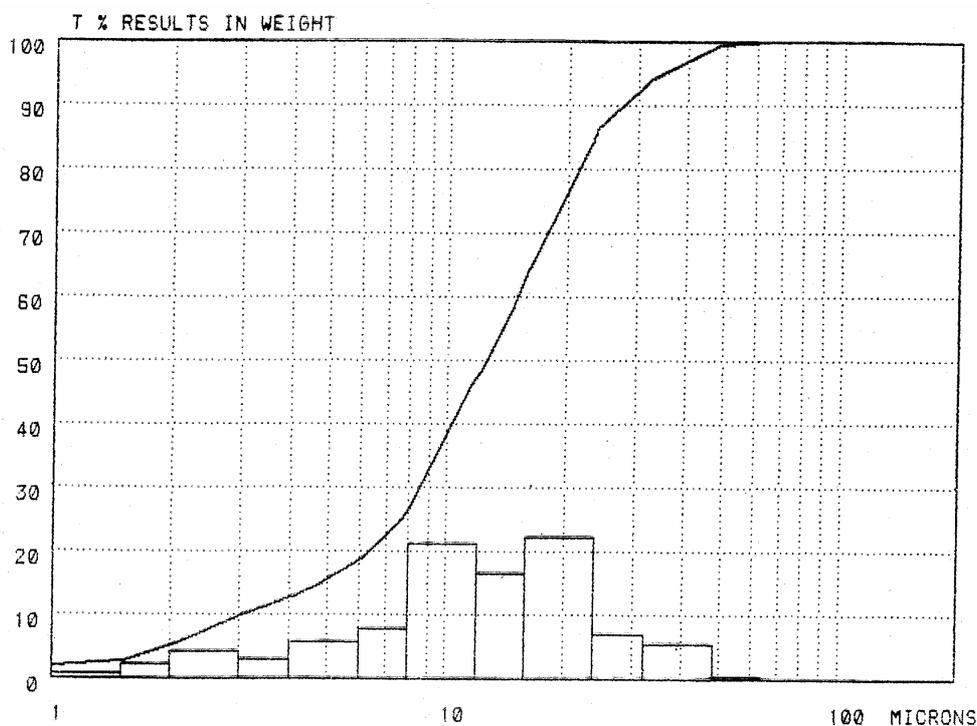


Bild 1: Korngrößenverteilung des 24 h gemahlenem Flaschenglases

Tabelle 1: Zusammensetzung und Haltezeit beim Brand ausgewählter Masseversätze

Zusammensetzungen in [Masse%]					
	Glasart	Glas- menge	Kaolin	Pegmatit	Haltezeit [min]
Rösler					
11	Borglas	40	48	12	
12	Borglas	20	48	32	
14	Borglas	25	48	27	
Sintertechnik					
V	Borglas	48	52		90
VI	Borglas	50	50		90
VII	Ba-Glas	50	50		90
VIII	Ba-Glas	55	40	5	90
IX	Borglas	45	45	10	90
X	Borglas	40	50	10	90
XI	Borglas	40	50	10	90
XII	Borglas	40	45	15	90
XIII	Borglas	20	50	30	90
XIV	Borglas	30	50	20	90
XIV/2	Borglas	30	50	20	30
XV	Borglas	40	50	10	30
I	Flaschenglas	20	55	25	90
II	Flaschenglas	32	55	13	90
III	Flaschenglas	45	55	0	90
IV	Flaschenglas	50	33	17	90

3.2 Festigkeit des Porzellanscherbens

Wie die Ergebnisse der Wasseraufnahme zeigen, konnte ein Dichtbrand bei so niedrigen Temperaturen nur mit dem Boratglas und dem Barium-Silikatglas erreicht werden. Wegen der Schwermetallproblematik wurde dann nach Diskussion das Ba-Glas ausgenommen. Daher wurden die Untersuchungen der Festigkeit auf Masseversätze mit Borglas und mindestens 30% Glaszugabe beschränkt. Zur Messung der Festigkeit wurden bei den beteiligten Partnern größere Platten gegossen und gebrannt, dann in Stäbe der Dimension 3×4×50 mm³ zersägt und in 4-Punkt Biegung gebrochen. Die Ergebnisse der Festigkeitsmessungen zunächst ohne Druckspannungen in der Oberfläche wurden mit herangezogen um die bevorzugte Zusammensetzung auszuwählen. Ein wichtiger Punkt ist weiterhin die Kantenschlagfestigkeit. Gerade beim Einsatz im Hotel-gewerbe ist neben der hohen Grundfestigkeit des Porzellanscherben aufgrund der Belastungs-art eine hohe Kantenschlagfestigkeit erwünscht. Hier wird in Zusammenarbeit mit dem FORKERAM-Projekt: „Hoch abriebfeste und spülmaschinenbeständige Glasuren für den Hartporzellan-Schnellbrand“ eine Aparatur zur

Messung der Kantenschlagfestigkeit gebaut. Diese baut auf den DIN-Entwurf EN 12980: Verfahren zur Bestimmung des Schlagwiderstandes auf. Vorgesehen ist auch hier eine Platte als Probenform. Das Verfahren verwendet ein Pendelschlagwerk, in dem der zu prüfende Gegenstand einem Schlag von einem Schlagkopf mit bekannter Masse m ausgesetzt wird. Messgröße ist die Schlagenergie, bei der der Prüfkörper Risse oder Abplatzungen zeigt.

3.3 Thermische Spannungen im Porzellanscherben

Ein wesentliches Ziel dieses Projektes ist die Erhöhung der Festigkeit durch Einbringen von Druckspannungen in die Oberfläche. Um die Größenordnung der Spannungen in Abhängigkeit von der Gefügezusammensetzung und den Abkühlbedingungen abzuschätzen werden Modellrechnungen mit einem Finite-Element-Programm durchgeführt. Zunächst wird bei einem reinen Glaskörper, über den ein entsprechendes Netz gelegt ist, die Spannungen der Glasphase simuliert. Dann wird nach und nach die Mullitphase erhöht, um zu einem Porzellangefüge zu gelangen.

3.4 Glasentwicklung

Um eine angepasste Glasur zu entwickeln, wurde zunächst der Wärmeausdehnungskoeffizient in einem Dilatometer bestimmt. Auch hier wurden nur die Serien durchgemessen, die dichtgebrannt waren und von der Zusammensetzung her noch genügend Saugfähigkeit erwarten ließen. Nach den Ergebnissen wurde dann eine auf dem Markt erhältliche Glasur mit einem AK von im Mittel $6,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ausgewählt. Diese Glasur wurde bei dem Partner Rösler auf die Masse Nr. 12 und 14 aufgebracht und eingebrannt (siehe Bild 2).



Bild 2: Glasierte Tasse mit 25 Masse% Borglas

4 Zusammenarbeit mit den Partnern

Zur Abstimmung wurden etwa alle 3 Monate Sitzungen abgehalten und dabei das weitere Vorgehen besprochen. Wie im Arbeitsplan vorgesehen, wurden von den beiden Industriepartnern bisher im Wesentlichen die Masseentwicklungen vorangetrieben, die Massen aufbereitet und die Brände durchgeführt. Dabei wurden die Gießmassen in den Vordergrund gestellt. Die Firma Rösler hat dafür die Gipsformen zur Verfügung gestellt. Zusätzlich wurden neue Gipsformen zur Herstellung von Platten der Größe 90*90*8 mm³ hergestellt, mit diesen Platten sollen die Experimente zur Einbringung von Druckspannungen in die Oberfläche durchgeführt werden.

Die Dreh- und Pressmassen sind in Vorbereitung, hier ist vor allem die Auswahl eines geeigneten Verflüssigers schwierig, entsprechende Kontakte zu Herstellern von Verflüssigern wurden geknüpft.

Weiter wurden von den Partnern die Glasentwicklung vorangetrieben, wie erläutert, wurde eine brauchbare Glasur bereits eingebrannt.

Bei der Forschungseinrichtung wurden die Messungen der Wasseraufnahme und der Porosität durchgeführt, sowie Gefügebildungen im REM angefertigt. Weiter wurden die Festigkeiten gemessen, sowie die Modellrechnungen zur Spannungsentstehung mit dem FEM-Programm durchgeführt.

Die Messung des WAK wurde mit einem Dilatometer ausgeführt und ausgewertet.

5 Ergebnisse

Bild 4 und 5 zeigen die Ergebnisse der Wasseraufnahme und der Porosität ausgewählter Serien. Bei dem Flaschenglas (Serie I bis IV) wurde auch bei Zugabe von 50% kein Dichtbrand bei 1100°C erreicht. Das Ba-Glas wurde aus Gründen der Schwermetallabgabe ausgeschlossen, obwohl bei 50% Zugabe ein Dichtbrand erreicht wurde, hier aus Platzgründen nicht gezeigt.

Ab der Zugabe von 25% Borglas konnte ein Dichtbrand erreicht werden, die Wasseraufnahme liegt unter 0,5% (Serie 11 und 14, XII und XIV). Obwohl die Serie Nr. 12 nur 20% Glaszusatz enthält, ist sie auch dicht. Dies wurde durch eine extreme Mahlfineinheit erreicht, die Kosten für diese Mahldauer wurden als zu hoch angesehen. Außerdem sollte der Glaszusatz für die Spannungsentstehung möglichst hoch sein. Die Serien XIII und XIV/2 sind nicht dicht. Die Serie XIV/2 hat nur eine Haltezeit von 30 min im Elektroofen, offensichtlich

genügt dies nicht zum Dichtbrand. Die Serie XV ist dicht, da der Glaszusatz 40% beträgt, obwohl auch hier nur 30 min gehalten wurde.

Damit wurde der erste Meilenstein bereits erfüllt.



Bild 3: Unglasierte Flasche mit 30 Masse% Borglas

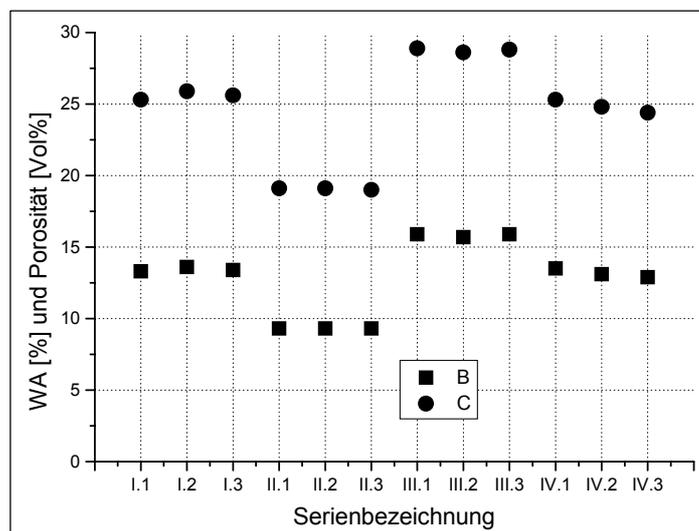


Bild 4: WA und Porosität der Massen mit Flaschenglaszugabe

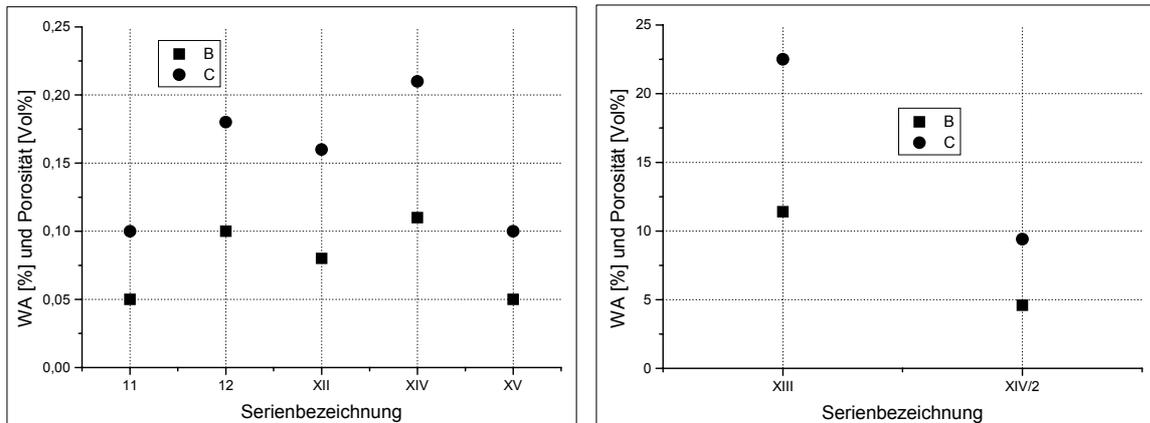


Bild 5: WA und Porosität der Massen mit Boratglaszugabe

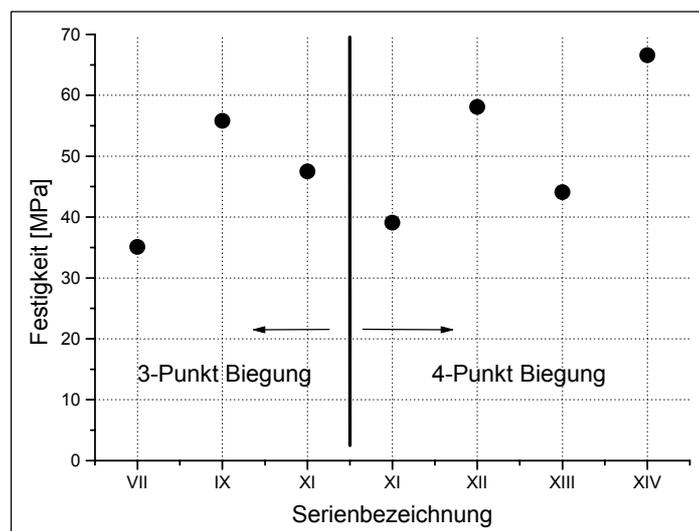


Bild 6: Festigkeit der Serien VII, IX, XI bis XIV in MPa

Das Bild 6 zeigt die Festigkeiten der Serien VII, IX und XI in 3-Punkt Biegung, die Serien XI bis XIV in 4-Punkt Biegung. Es wurde zunächst aus Gründen der Probengröße mit 3-Punkt Biegung begonnen, dann aber bei den höheren Serien auf die wissenschaftlich relevantere 4-Punkt Biegung übergegangen. Interessant ist der direkte Vergleich der Serie XI in beiden Belastungsarten. Wie erwartet liegt der Wert für 3-Punktbiegung höher als für 4-Punkt, die Differenz ist ungefähr 20%. Der höchste Wert der Festigkeit wird mit der Serie XIV erreicht, deswegen wurde auch diese Zusammensetzung für die weiteren Untersuchungen als Standardzusammensetzung gewählt. Die Serien XIII und XIV/2 sind nicht dicht, daher wurde die Festigkeit nicht gemessen.

Der Wärmeausdehnungskoeffizient der Serie XIV wurde im Dilatometer gemessen von 20°–800°C. Als Mittelwert ergab sich $6,87 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, dies passt sehr gut zu dem oben angeführten Wert der ausgewählten Glasur. Durch den höheren Wert des Scherbens kommt die Glasur gut unter Druckspannungen.

Die durchgeführten Modellrechnungen zur Spannungsentstehung sind bisher nur für reine Glasphasenkörper durchgeführt worden, hier stimmen die Druckspannungen an der Oberfläche gut mit den bekannten experimentellen Werten überein. Porzellangefüge sind im REM aufgenommen worden und diese Gefüge in den Rechner übertragen. Das kompliziertere Gefüge erhöht wesentlich die Zahl der Elemente bei den FEM Rechnungen, so dass sich wesentlich längere Rechenzeiten ergeben. Hier sind weitere Modellrechnungen in Angriff genommen worden.

6 Ausblick / weitere Vorgehensweise

Aus den genannten Ergebnissen wurde als Glasmehlzusatz Boratglas ausgewählt, die Zusammensetzung entspricht der Serie XIV:

- 30% Boratglasmehl
- 50% Kaolin, je 1/3 Dorfner, Premier und Meka
- 20% Pegmatit

Mit dieser Zusammensetzung wird eine Press- und Drehmasse entwickelt. Diese wird bei den Industriepartnern bereits in Schlittenofen gebrannt und mit der angepassten Glasur glasiert. Die Festigkeit wird sowohl im unglasierten wie im glasierten Zustand gemessen. Parallel dazu werden im Rastermikroskop die Bruchursprünge analysiert, um eventuelle Fehler bei der Aufbereitung zu erkennen.

An den gegossenen Platten werden Abschreckversuche durchgeführt, um Druckspannungen in die Oberfläche zu bringen. Die Höhe der Druckspannungen soll spannungsoptisch gemessen werden, die Steigerung der Festigkeit bestimmt werden. Diese Ergebnisse werden dann mit den Modellrechnungen verglichen.

Im weiteren Verlauf muss die Anpassung der Glasur verbessert werden, eventuell der Übergang Glasur-Scherben genauer untersucht werden.

Schließlich sollen die entwickelten Massen in der laufenden Produktion eingesetzt werden.

Projekt I-4

Hoch abriebfeste und spülmaschinenbeständige Glasuren für den Hartporzellan-Schnellbrand

Projektleitung

Dipl.-Ing. (FH) Karl Voit

Tel.: 0961-204126

Porzellanfabrik Christian Seltmann GmbH

Fax: 0961-204116

Postfach 20 40

92610 Weiden

Projektpartner

Dipl.-Ing. Gerhard Kolb

Tel.: 09287-797144

Netzsch Feinmahltechnik GmbH

Fax: 09287-79749

Sedanstr. 70

Email: nft@netzsch.com

95100 Selb

Dr. Heinrich Mörtel

Tel.: 09131-8527551

Universität Erlangen-Nürnberg

Fax: 09131-8528311

Lehrstuhl für Glas und Keramik

Email: moertel@ww.uni-erlangen.de

Martensstr. 5

91058 Erlangen



Werkstoffwissenschaften
Glas und Keramik




*Seltmann
Weiden*

NETZSCH


1 Problemstellung

Im Rahmen dieses Forschungsprojektes sollen Glasuren für Schnellbrand-Porzellan mit verbesserter mechanischer und chemischer Verschleißbeständigkeit entwickelt werden. Bei der Entwicklung solcher hoch abriebfester und spülmaschinenbeständiger Hartporzellan-Glasuren sind zuverlässige, praxisrelevante Prüf- und Bewertungsverfahren zu entwickeln und zu verifizieren. Bis jetzt sind keine einheitlichen und zuverlässigen Testmethoden zur Erfassung sich überlagernder chemischer und mechanischer Degradationsprozesse in den Glasuren vorhanden, so dass eine deutliche Differenzierung einzelner Hartporzellan-Glasuren gegenwärtig nicht möglich ist.

2 Lösungsansatz

2.1 Messmethode

2.1.1 Bestimmung der Abriebfestigkeit der Hartporzellan-Glasuren

Zur Charakterisierung der Abriebfestigkeit der glasartigen Überzüge existieren z.Z. verschiedene Prüfverfahren, die direkte oder indirekte, hauseigene oder aber auch genormte Prüfmethoden sind. Von den genormten Prüfmethoden sind leider keine speziellen, geeigneten Prüfmethoden für Hartporzellan-Glasuren, sondern nur für andere Produktpaletten mit anderen Eigenschaften wie Glas (Härteprüfung nach Vickers oder nach Knoop nach DIN ISO 9385, Verschleißprüfung mit Sandrieselverfahren nach DIN 52 348, siehe Bild 1a), Emails oder Bodenfliesenglasuren (Bestimmung des Widerstandes gegen Verschleiß nach DIN ISO 6370, siehe Bild 1b) vorhanden. Von den nicht genormten Prüfmethoden, die jedoch speziell für Porzellan Glasuren entwickelt sind, werden Schlingertische oder Vibratoren (simultane Prüfung von Tellerpaaren oder auch ganzer Stapel) sowie Ritzhärteprüfer und Glasurabraisier (mikroskopische und visuelle Auswertung der Ritzspur bzw. Verschleißfläche) genannt.

Ein häufig auftretendes Problem bei der Anwendung o.g. Prüfmethoden liegt in der fehlenden Differenzierung einzelner Hartporzellan-Glasuren. Dies konnte hierbei z.B. durch eine Vickershärteprüfung an Hartporzellan-Glasuren, die aufgrund der chemischen Zusammensetzung unterschiedliche Abriebfestigkeiten aufweisen müssten, nachgewiesen werden (Tabelle 1).

Tabelle 1: Vickershärte in [Hv] von Hartporzellan-Glasuren unterschiedlicher chemischer Zusammensetzungen

Belastung	Glasur 1 Hartporzellan- glasur	Glasur 2 Pegmatitglasur	Glasur 3 Glasur 1 + 6 % ZrSiO₄
Prüfgewicht = 500 g	590,9 + 25,3	604,0 + 16,6	632,0 + 36,4
Prüfgewicht = 25 g	820,8 + 16,9	825,1 + 23,2	822,9 + 31,2
Prüfgewicht = 1,25 g	880,7 + 15,2	899,9 + 52,8	852,4 + 57,9

Im Rahmen dieses Projektes wurde zur Bestimmung der Abriebfestigkeit der Hartporzellan-Glasuren ein umgebautes Vibrationsschleifgerät verwendet (siehe Bild 1c). Die Proben (Kreisscheiben mit dem Durchmesser = 45 mm) wurden auf einem Zirkon-Korund-gebundenem Schleifpapier (Korn 180 my) 15 min. unter einer Belastung von 1,3 kPa vibriert. Die Oberflächen der Proben, vor und nach der Verschleissprüfung, wurden mit einem Laser-Scanning-Mikroskop der Firma UBM topographisch abgetastet und deren Rauheitsparameter wie Mittelrauhwert Ra, gemittelte Rauhtiefe Rz und maximale Einzelrauhtiefe Rmax (DIN 4768) bestimmt. Als Maß für die hohe Abriebfestigkeit der Glasur ist eine geringe Differenz der Rauheitsparameter der Glasuroberfläche vor und nach dem Abriebtest festgelegt.

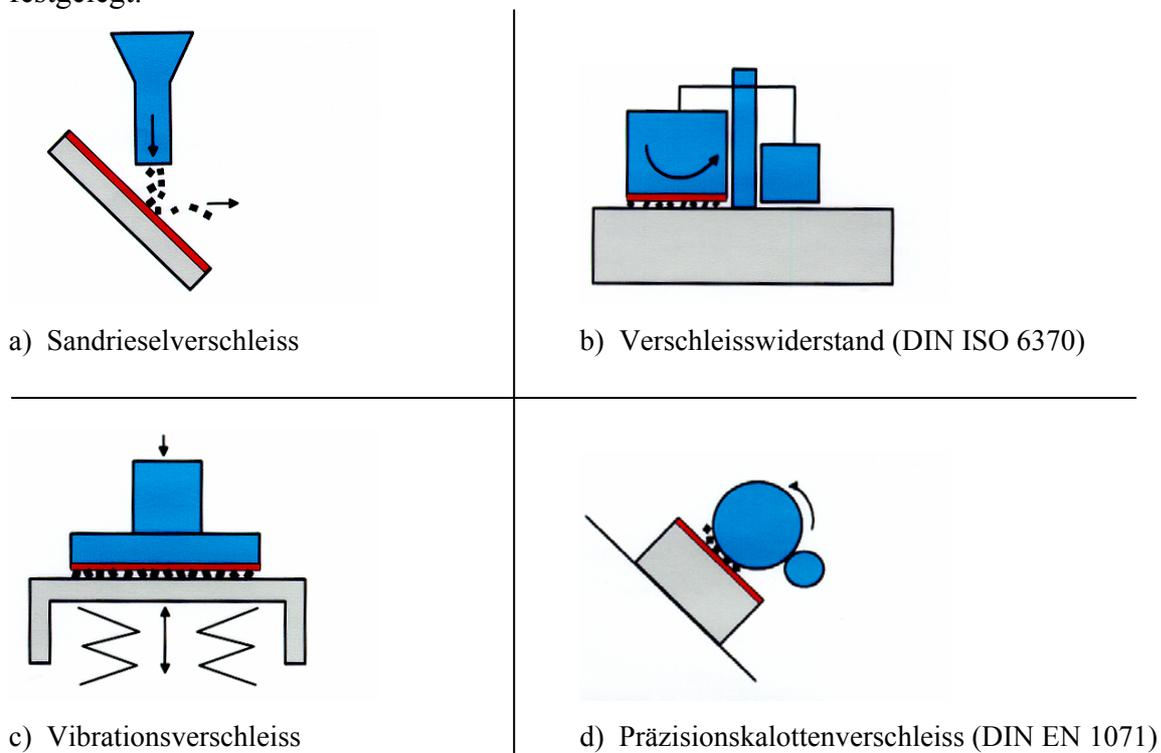


Bild 1: Glasurabrieb-Prüfverfahren

2.1.2 Spülmaschinenbeständigkeit der Hartporzellan-Glasuren

Die Spülmaschinenbeständigkeit der Hartporzellan-Glasuren wurde nach dem Referenzprüfverfahren des Europäischen Normentwurfs ENV 12875 (DIN 50275 -Teil 1 als Vornorm) bestimmt, wobei eine Modifizierung des Normentwurfes bei der Auswertung vorgenommen wurde. Beim Europäischen Normentwurf basiert die Begutachtung der Spülmaschinenbeständigkeit auf eine visuelle Bewertung von Glasuroberflächen vor und nach bestimmten Spülgängen in Haushaltspülmaschinen. In diesem Projekt werden außer der visuellen Betrachtung die Unterschiede zwischen Rauheitsparametern ungeprüfter und geprüfter Glasuroberflächen nach bestimmten Spülgängen als ein weiteres Maß zur Beurteilung der Spülmaschinenbeständigkeit der Glasuren herangezogen.

2.1.3 Versuchskonzept zur Verbesserung der Abriebfestigkeit und Spülmaschinenbeständigkeit der Hartporzellan-Glasuren

Zur Verbesserung der mechanischen und chemischen Beständigkeit der Porzellanglasuren werden folgende Lösungswege vorgeschlagen:

- **Geringe Anzahl von festigkeitsmindernden Glasurfehlern** (Blasen, Rissen, Nadelstiche, Stippen und Inhomogenitäten) und **ebene Glasuroberfläche** (Vermeidung überhöhter Beanspruchung auf einer winzigen Stelle an der Glasuroberfläche)
- Aufbau einer **Druckspannung in der Glasurschicht** durch einen geringeren Wärmeausdehnungskoeffizienten der Glasur im Vergleich zum Scherben, die bei der Anwesenheit von äußeren Belastungen überwunden werden muss, bevor es zum Verschleiß der Glasurschicht kommt
- **Erhöhung des Vernetzungsgrades** der Glasur durch einen höheren Anteil an Netzwerkbildnern (SiO_2 , Al_2O_3), wobei das Glasurgemenge aufgrund der eventuell höheren Schmelztemperatur feinzerkleinert werden sollte
- **Gesteuerte Kristallisation in der Glasurschicht** durch den Zusatz von Keimbildnern wie $\text{ZrO}_2/\text{ZrSiO}_4$, wobei eine Optimierung der Zugabe von Keimbildnern (Massenanteil, Feinheit) sowie der Abkühlkurve (langsam / schnell / differenziert) notwendig ist.

3 Projektdurchführung und Ergebnisse

Von den 60 Porzellan glasuren, die von der Firma Seltmann geliefert wurden, wurden 16 Glasuren ausgewählt. Die Vorauswahl basierte darauf, dass die Abriebfestigkeit und Spülmaschinenbeständigkeit der Glasur durch eine geeignete Veränderung des Glasurversatzes erhöht werden können. Gute Wirkungen haben theoretisch höhere Anteile an Al_2O_3 – SiO_2 – ZrO_2 – MgO sowie geringe Anteile an Li_2O – K_2O – Na_2O – ZnO – CaO . Die 16 ausgewählten Glasuren wurden einen Abriebtest mit dem Vibrationsschleifgerät unterzogen. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 2 angegeben. Außerdem werden als Beispiel die Oberflächen einer abriebfesteren und einer weniger abriebfesten Glasur nach dem Abriebtest miteinander verglichen (siehe Bilder 2a und 2b)

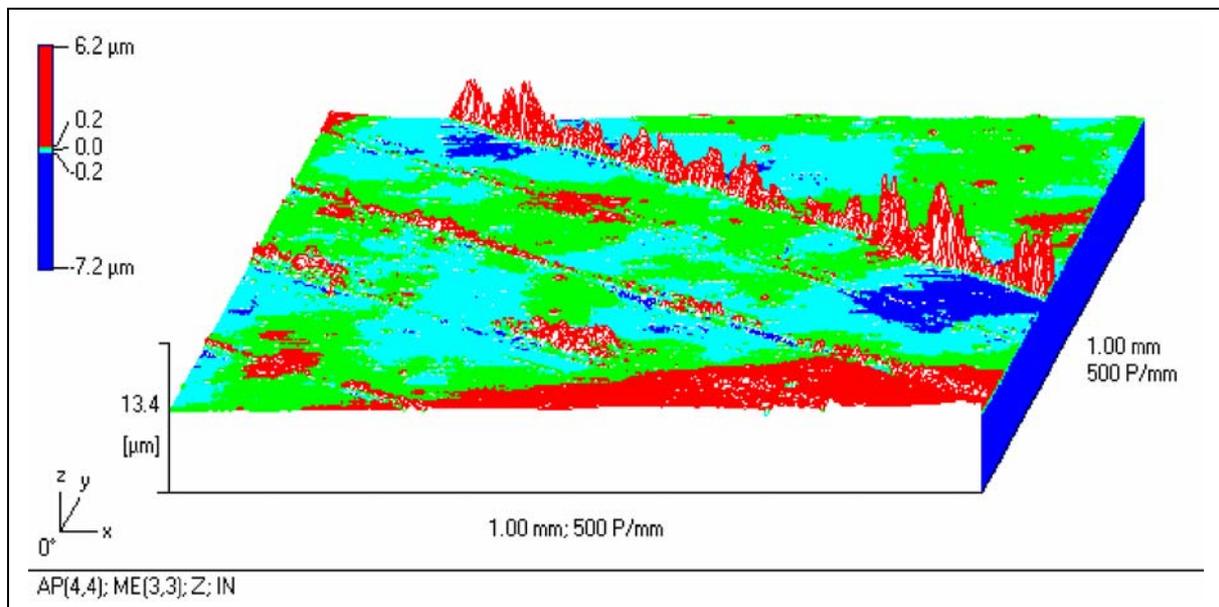


Bild 2a: Oberfläche einer abriebfesteren Glasur (Glasur 1 in der Tabelle 2, Betriebsglasur) nach der Verschleißprüfung ($\Delta R_a = 0,04 \mu\text{m}$)

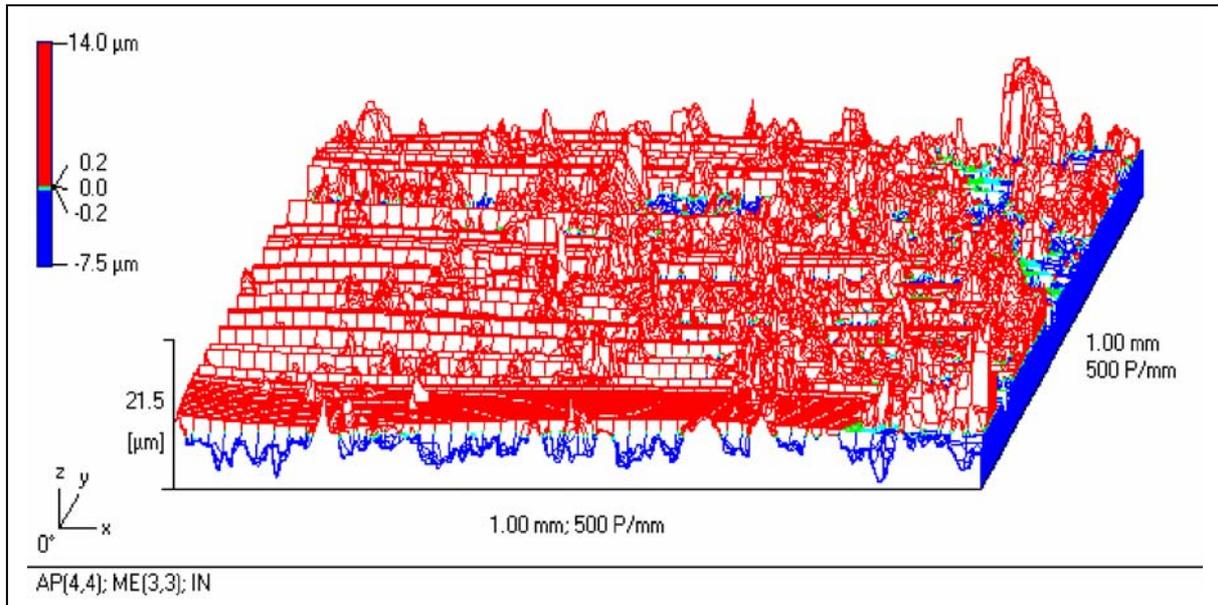


Bild 2b: Oberfläche einer weniger abriebfesten Glasur (Glasur 14 in der Tabelle 2, Pegmatitglasur) nach der Verschleißprüfung ($\Delta Ra = 1,07 \mu m$)

Tabelle 2: Rauigkeitsunterschied der Glasuroberflächen nach dem Abriebtest

Glasur-Nr.	Differenz der Oberflächenrauheit [μm]			Visuelle Betrachtung
	ΔRa	ΔRz	$\Delta Rmax$	
1	0,04	2,96	5,45	wenig beschädigt
2	0,08	5,53	12,56	wenig beschädigt
3	0,19	6,75	8,70	wenig beschädigt
4	0,18	9,59	18,35	mäßig beschädigt
5	0,33	10,37	11,44	mäßig beschädigt
6	0,71	11,50	14,63	mäßig beschädigt
7	1,38	14,16	18,01	mäßig beschädigt
8	0,61	12,09	14,32	stark beschädigt
9	0,72	13,00	15,49	stark beschädigt
10	0,73	12,45	13,91	stark beschädigt
11	0,82	8,71	7,05	stark beschädigt
12	1,05	14,30	17,20	stark beschädigt
13	1,05	14,78	18,30	stark beschädigt
14	1,07	12,56	14,91	stark beschädigt
15	1,12	13,88	16,54	stark beschädigt
16	1,17	16,83	19,52	stark beschädigt

Die Ergebnisse zeigen, dass eine Differenzierung zwischen einzelnen Hartporzellan-Glasuren hinsichtlich der Abriebfestigkeit mit der angewandten Prüfmethode möglich ist. Für eine richtige Bewertung der Abriebfestigkeit der Glasuren sollen die Proben nach dem Abriebtest

zuerst visuell begutachtet werden, wobei eine grobe Einteilung je nach dem Beschädigungsgrad in „wenig beschädigt“, „mäßig beschädigt“ und „stark beschädigt“ anhand der Anzahl und Abmessungen der Kratzen bzw. Verschleißflächen erfolgt. Danach werden Proben vom gleichen Beschädigungsgrad direkt miteinander verglichen, wobei als Kriterium die Ra-Differenz festgelegt wurde. Es hat sich gezeigt, dass Rz- und Rmax-Differenz zur Beurteilung nicht sehr geeignet sind, da diese Rauheitsparameter stark von einzelnen Ausreißern abhängen.

Anhand der Versuchsergebnisse wurden für weitere Untersuchungen Glasurversätze mit der besten Abriebfestigkeit (Glasuren 1 und 3) ausgewählt. Die Spülmaschinen-beständigkeit dieser Glasuren wurde geprüft. Die zum Teil vorliegenden Ergebnisse (siehe Bilder 3a und 3b und Tabelle 3) zeigen, dass nach bislang 250 Spülgängen eine geringfügige Veränderung der Oberflächenrauheit zu erkennen ist. Diese geringfügige Veränderung der Oberflächenrauheit führt zu einem schwachen Farbverlust der dekorierten Glasurflächen.

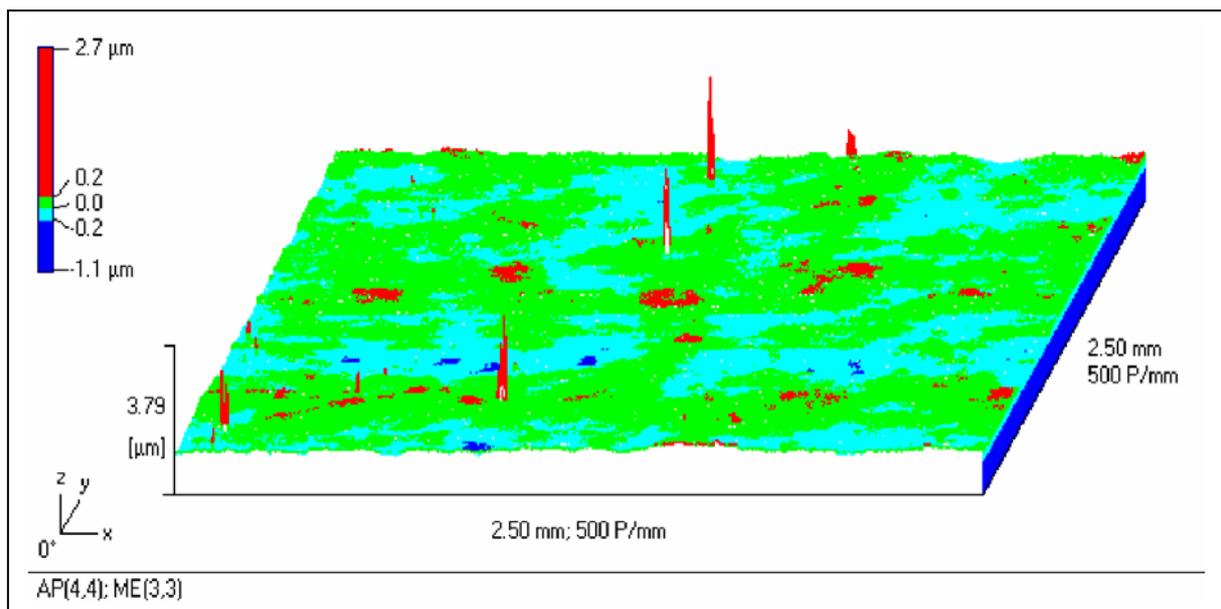


Bild 3a: Glasuroberfläche vor dem Spülmaschinentest ($R_a = 0,04 \mu\text{m}$)

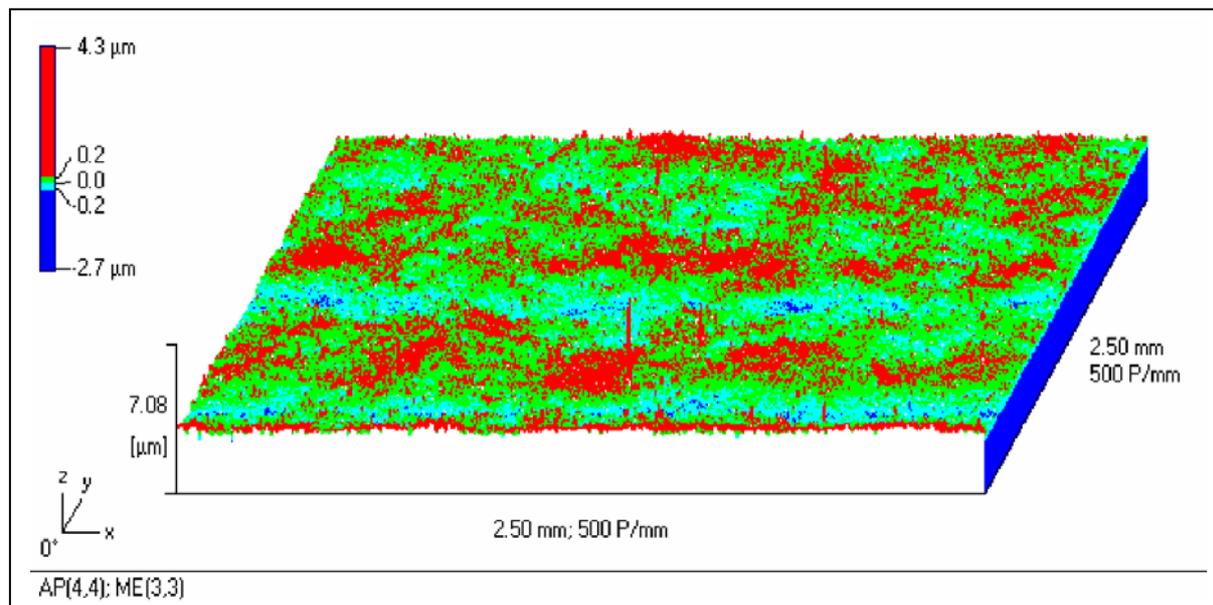


Bild 3b: Glasuroberfläche nach 250 Spülgängen ($R_a = 0,08 \mu\text{m}$)

Tabelle 3: Änderung der Oberflächenrauheit der Glasuren beim Spülmaschinentest

Anzahl der Spülgänge	Mittelrauhwert R_a [μm]	
	Glasurfläche ohne Dekor	Dekorierte Glasurfläche
0	0,04	0,09
50	0,04	0,10
100	0,04	0,12
150	0,05	0,10
250	0,06	0,11

4 Ausblick

Die Meilensteine, praxisrelevante Prüfverfahren zur Charakterisierung der Abriebfestigkeit und Spülmaschinenbeständigkeit der Hartporzellan-Glasuren und Labormuster abriebfester und spülmaschinenfester Glasuren nach 1 Jahr zu entwickeln, wurden erreicht.

Für weitere Versuche wurde anhand der chemischen Zusammensetzung der Glasurversätze 1 und 3 ein statistischer Versuchsplan nach Taguchi (L8 Layout) entwickelt, wobei Einflüsse von den Massen-Anteilen an $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2 - \text{ZrO}_2 - \text{MgO}$ im Glasurversatz und der Brenndauer (konventioneller Tunnelofenbrand und Schnellbrand) sowie deren Wechselwirkungen auf die Abriebfestigkeit und Spülmaschinenbeständigkeit der Glasuren effizient

festgestellt werden könnten (siehe Tabelle 4). Der Anteil an Flussmittel Feldspat wird bei allen Versuchen konstant gehalten. Die Probenherstellung wird unter industriellen Bedingungen erfolgen, wobei fein vorgemahlene Rohstoffe anhand der Mahlversuchsergebnisse der Firma NETZSCH Feinmahltechnik GmbH angewandt werden sollten. Die Abriebfestigkeit und Spülmaschinenbeständigkeit dieser 8 entwickelten Glasuren werden bestimmt und miteinander verglichen, um ein Optimum herauszufinden.

Tabelle 4: Statistischer Versuchsplan nach Taguchi (L8 Layout)

Versuchs-Nr.	SiO ₂ –Anteil [Masse-%]	Al ₂ O ₃ –Anteil [Masse-%]	MgO - Anteil [Masse-%]	ZrO ₂ – Anteil [Masse-%]	Gesamt-brenndauer [h]
1	72,6	16,2	2,3	2,7	40
2	72,6	16,2	1,0	1,5	4,5
3	72,6	14,7	1,0	1,5	40
4	72,6	14,7	2,3	2,7	4,5
5	70,6	16,2	2,3	1,5	40
6	70,6	16,2	1,0	2,7	4,5
7	70,6	14,7	1,0	2,7	40
8	70,6	14,7	2,3	1,5	4,5

Da beim Abriebtest mit dem Vibrationsschleifgerät wegen besserer Messgenauigkeit nur ebene Proben (Tellerabschnitt) verwendet werden sollten, was in der Praxis Schwierigkeiten bereitet, wird der Abriebtest künftig auch mittels Sandstrahlens durchgeführt. Die Sandstrahl-anlage wurde bereits fertig gebaut und die ersten Ergebnisse liegen vor.

Inzwischen wurde ein erfolgsversprechendes Verschleißprüfverfahren mit dem Kalottenschliff gemäß DIN EN 1071-2 (siehe Bild 1d) in Zusammenarbeit mit Fraunhoferinstitut für Schicht- und Oberflächentechnik in Braunschweig an Glasuren getestet. Dies soll weiter verfolgt werden.



Projekt I-5

Produktoptimierte Brenntechnik mit hoher Flexibilität für unterschiedliche Scherbenstärken und Produktgeometrien

Projektleitung

Dipl.-Ing. Friedherz Becker

Tel.: 0911-5218292

Riedhammer Industrieofenanlagen für Keramik

Fax: 0911-5218231

Klingenhofstr. 72

90411 Nürnberg

Projektpartner

Dr. Friedrich Raether

Tel.: 0931-4100200

Fraunhofer-Institut für Silicatforschung

Fax: 0931-4100199

Neunerplatz 2

Email: raether@isc.fhg.de

97082 Würzburg

Prof. Dr. Rolf Ebert

Tel.: 0911-58801172

Fachhochschule Nürnberg

Fax: 0911-58805177

Fachbereich Werkstofftechnik

Email: rolf.ebert@wt.fh-nuernberg.de

Wassertorstr. 8

90489 Nürnberg



1 Projektziel

Im ersten Jahr des Projektes sollen Beurteilungsverfahren entwickelt werden, die es ermöglichen, brennzeitbeeinflussende Faktoren zu erkennen und zu beschreiben. Es sind der Einfluss der Masse und deren Aufbereitung, die Form und die Art der Formgebung, sowie die Ofenart und die Betriebsweise festzustellen.

2 Untersuchte Massen

Nach Voruntersuchungen an Handelsware aus dem Hause Seltmann GmbH wurden Tellergeometrien aus vier verschiedenen Massentypen ausgewählt, die unterschiedlich gebrannt wurden.

3 Verwendete Methoden der Untersuchung

3.1 Festlegung der Übertragungsbedingungen eines industriellen Porzellanofens auf einen Laborofen

3.2 Ermittlung der Kantenschlagfestigkeit

Auf den Tellerrand wird mittels einer Pendelkonstruktion definiert eine Schlagbelastung aufgebracht und an der gleichen Stelle schrittweise bis zur sichtbaren Beschädigung des Tellers erhöht (in Anlehnung an die Europäische Norm CEN/TC 194/WG 3N 137 von 1994). Die Methode orientiert sich an auftretenden Belastungen bei der täglichen Handhabung von Geschirr. Da die Kantenschlagfestigkeit außerdem stark von der Geometrie der untersuchten Teller abhängt, wurde auch die Bodenwölbung sowie die Fahnenneigung gemessen.

3.3 Messungen des K_{IC} -Wertes

In Zusammenhang mit der Kantenschlagfestigkeit ist auch die Messung des K_{IC} -Wertes zu sehen. Für das Projekt wurde eine Apparatur zur Erzeugung einer definierten Kerbe zur Messung des K_{IC} -Wertes installiert. Derzeit werden Versuche an Materialien mit bekanntem K_{IC} -Wert durchgeführt, um zu überprüfen, ob die Ergebnisse den Literaturwerten entsprechen.

3.4 Farb- und Glanzmessungen

Im Rahmen des Projektes wurde ein Spektrophotometer des Herstellers Minolta erworben und in Betrieb genommen. Erste Messungen wurden nach CIE L*a*b* ausgewertet. Zusätzlich wurde ein transportables Glanzmessgerät gekauft, um die Ergebnisse mit denen des Spektrometers zu vergleichen.

3.5 Ermittlung der Bauteilfestigkeit

Die Bauteilfestigkeit der Teller wurde als nicht praxisnahe Größe verworfen und wird im Rahmen dieses Projektes nicht geprüft werden.

3.6 Oberflächenmessungen

3.7 Einfluss der Pressdrücke auf das Verdichtungsverhalten

Für mehrere Granulate wurde das Verdichtungsverhalten bestimmt.

3.8 Messungen des Reibkoeffizienten, um einen Einfluss des Reibwertes auf den Verzug der Tellerform zu bestimmen

3.9 Voruntersuchung zur Optimierung der Brennbedingungen

D.h. Feststellung der Temperaturleitfähigkeit der Porzellanprobe in Abhängigkeit von der Temperatur, Feststellung der Phasenumwandlung und Schmelzphasenbildung, und Bestimmung des Ausbrandes von Bindemitteln

3.10 Dokumentation der Phasenumwandlungen während des Porzellanbrandes mit Hilfe der Hochtemperatur-Röntgendiffraktometrie (HT-XRD)

3.11 Aufnahme des Ist-Zustandes im industriellen Ofen; d.h. des Atmosphären-Temperatur-Zeit-Profiles eines industriellen Porzellan-Glattbrandes

4 Ergebnisse

Zu 3.1

Im Mittelpunkt steht die Umstellung des Glühbrandes in ca. 24 h auf ca. 1,5 h im Laborbetrieb. Es konnte festgestellt werden, dass der Scherben nach einem Schnell-Glühbrand eine geringere Temperaturleitfähigkeit und geringere mechanische Festigkeit als konventionell verglühte Scherben aufweist. Dies deutet auf eine geringere Sinterung im Schnell-Glühbrand hin. Die Phasenzusammensetzung der langsam und der schnell geglühten Scherben ist im Rahmen der Genauigkeit der Untersuchungsmethode identisch und ohne jede Ausbildung von Mullit. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen zeigen ebenfalls keine augenfälligen Unterschiede.

Die Temperaturleitfähigkeit und die Schwindung des Scherbens sind also ein Maß für den Grad der Sinterung und der mechanischen Festigkeit des glühgebrannten Gefüges und werden als Zielwerte für die Optimierung dienen.

Zu 3.2 und 3.3

Die Untersuchungen der Kantenschlagfestigkeit ergaben eine starke Abhängigkeit vom Ofentyp und der Deformation der Teller. Diese wird auf ein leichtes Überbrennen der Teller zurückgeführt; damit ist auch eine Absenkung der Fahnen und somit eine Änderung der Geometrie verbunden. Die höchsten Kantenschlagfestigkeiten treten somit bei Tellern auf, bei denen sowohl der Glüh- als auch der Glattbrand im Schnellbrandverfahren durchgeführt wurden.

Zu 3.4

Die Farbmessungen zeigen eine Abhängigkeit der Farbe vom Massetyp. Generell liegen alle Massen im Gelb-Grün-Quadranten, allerdings weisen zwei der vier Grundmassen eine deutlich intensivere Färbung auf. Im glasierten Zustand macht sich bei diesen beiden Massen eine Farbverlagerung nach Grün-Blau bemerkbar. Die weniger stark gefärbten Massen verlieren beim Glasurbrand vom Gelbanteil und verlagern ihren Farbort in die unmittelbare Nähe der Grünachse.

Die Helligkeit L^* scheint in erster Linie vom Ofentyp abzuhängen. Teller aus dem konventionellen Glattbrandofen sind stets heller als diejenigen aus dem Schnellbrand. Zwischen den verschiedenen Glühbränden und den Messungen im Spektrophotometer konnte

kein Zusammenhang festgestellt werden. (Pkt. 3.5 wird nicht durchgeführt - siehe „3 Verwendete Methoden der Untersuchung“)

Zu 3.6

Der Industriepartner Seltmann GmbH steht im Rahmen des FORKERAM-Projektes I-4 in Kontakt mit der Universität Erlangen, und das vorhandene Oberflächenmessgerät wird auch für dieses Projekt verwendet.

Zu 3.7

Bild 1 zeigt die aufgenommenen Presskurven. Hieraus ist zu ersehen, dass feine Granulate deutlich niedrigere Pressdrücke als das Betriebsgranulat für gleiche Pressdichten erfordern.

Zu 3.8

Der Reibkoeffizient wurde zunächst bei Raumtemperatur bestimmt. Nach einer Einlaufphase auf den ersten 5 mm des Zugweges ergibt sich ein relativ konstanter Verlauf des Reibkoeffizienten von etwa 0,6. Bei längeren Wegen fällt der Reibwert ab. Der Einfluss des Reibwertes auf die Deformation eines gepressten Tellers wurde nach der Methode der FE-Netze simuliert (Bild 2).

Zu 3.9

Die Temperaturleitfähigkeit-Temperatur-Kurve einer an Luft gebrannten Porzellanprobe zeigt, dass die Temperaturabhängigkeit der Temperaturleitfähigkeit die Effekte von Phasenumwandlungen und Schmelzphasenbildung überdeckt. Es ist ein Rückgang der Temperaturleitfähigkeit bis 500°C festzustellen, der auf den Ausbrand des Bindemittels zurückzuführen ist. Ab etwa 1000°C beobachtet man die Bildung einer benetzenden Schmelzphase, ab etwa 1200°C den deutlichen Anstieg der Temperaturleitfähigkeit durch die Verdichtung des Gefüges infolge Flüssigphasensinterung.

Zu 3.10

Bild 3 zeigt eine Hochtemperatur-Röntgendiffraktometrie-Aufnahme, aus der deutlich die Phasenumwandlungen während des Porzellan-Glattbrandes zu erkennen sind.

Zu 3.11

Die Aufnahme des Atmosphären-Temperatur-Zeit-Profiles wurde mit einer Festelektrolyt-Sonde zur Sauerstoffpartialdruckbestimmung durchgeführt. Hiermit lassen sich im reduzierenden Brennbereich auch die Partialdrücke von CO, CO₂, H₂ und H₂O berechnen. Die Atmosphärenbedingungen im Glühbrandofen sind oxidierend und können aus den zugeführten Gas-Luft-Verhältnissen berechnet werden.

5 Folgerungen aus den bisherigen Untersuchungsergebnissen und Ausblick

Auch zukünftig wird bei großen Produktionskapazitäten Hartporzellan in kontinuierlichen Ofenanlagen gebrannt. Die Brennzeit wird verkürzt. Aus den bisher vorliegenden Ergebnissen ist zu erkennen, dass es einzelne Temperaturintervalle gibt, in denen keine Reaktionen im Scherben stattfinden. Diese Bereiche müssen in der kürzesten Zeit durchfahren werden, so dass zukünftig eine optimale Temperatur-Zeit-Kurve angenäherte Stufenfunktionen enthält. Für eine derartige Temperaturkurve ist jedoch das herkömmliche Tunnelofenprinzip nicht geeignet. Es ist gedanklich von einer Hintereinanderschaltung von Herdwagenöfen auszugehen, deren Kammern sich nicht gegenseitig beeinflussen.

Zu Realisierung eines derartigen Konzeptes muss eine neue Brennertechnik entwickelt werden, bei der beispielsweise die heißen Verbrennungsgase nicht - wie bisher - im Gegenstrom zur Ware und damit in einem bestimmten Temperaturprofil ihre Wärme abgeben, sondern sie sollten aus jeder einzelnen Kammer direkt abgeführt werden. Aus energetischen Gründen müssen diese Verbrennungsgase aber zur Vorwärmung z.B. der Verbrennungsluft herangezogen werden. Eine Lösung dieser Aufgabenstellung ist ein besonderer Rekuperatorbrenner - siehe Bild 4. Dieser Brenner soll folgende Voraussetzungen erfüllen:

- Der Rekuperator ist an der Ofenaußenwand direkt vor dem Brenner zu installieren, um im Wartungsfall eine einfache Zugangsmöglichkeit zu schaffen.
- Der Rekuperator soll in variabler Größe eingesetzt werden können, um einen bestimmten Luftvorwärmungsgrad einstellen zu können.
- Der Rekuperatoraufbau muss einfach sein, damit er auch aus keramischen Materialien gefertigt werden kann, um metallischen Befall auf dem Brenngut zu vermeiden.
- Die Regelung der Verbrennungsluft- und Gasmengen muss vor dem Rekuperator - also auf der kalten Seite - erfolgen, um preisgünstige Regelgeräte und Armaturen einsetzen zu können.

- Die Strömungswiderstände müssen gering sein, um bei neuen Anlagen Niederdruckventilatoren einsetzen zu können. Bei vorhandenen Ofenanlagen sollen keine Änderungen in den Druckverhältnissen der Ventilatoren auftreten.
- Die Wärmeübertragungsflächen bei kleiner Baugröße sollen groß sein, um eine hohe Wärmerückgewinnung zu erzielen.

Die in Bild 4 gezeigte -Anordnung wurde in metallischer Ausführung als Versuchsbrenner aufgebaut. Erste Messungen zeigen, dass trotz der kleinen Baugröße Wärmerückgewinnungen in Höhe von ca. 50% erzielt wurden.

6 Zusammenarbeit mit Partnern

Untersuchungsmethoden wurden festgelegt und die zugehörigen Ergebnisse dargestellt nach folgender Zuordnung:

- 3.1 ISC Würzburg und den Firmen Seltmann und Riedhammer
- 3.2 - 3.4 Fachhochschule Nürnberg
- 3.6 Fachhochschule Nürnberg, Universität Erlangen, Firma Seltmann
- 3.7, 3.8 IWM (Fraunhofer Institut) Freiberg
- 3.9, 3.10 ISC (Fraunhofer Institut) Würzburg
- 3.11 ISC in Zusammenarbeit mit den Firmen Seltmann und Riedhammer
- 5. Firma Riedhammer

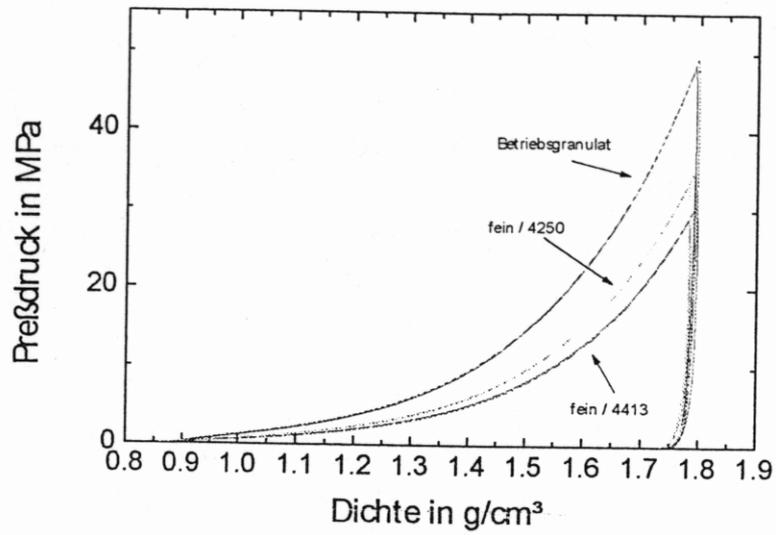


Bild 1: Presskurven dreier Granulate

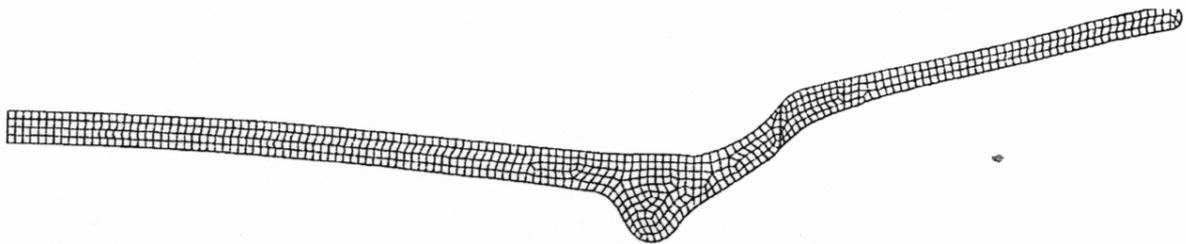


Bild 2: FE-Netz eines gepressten Tellers

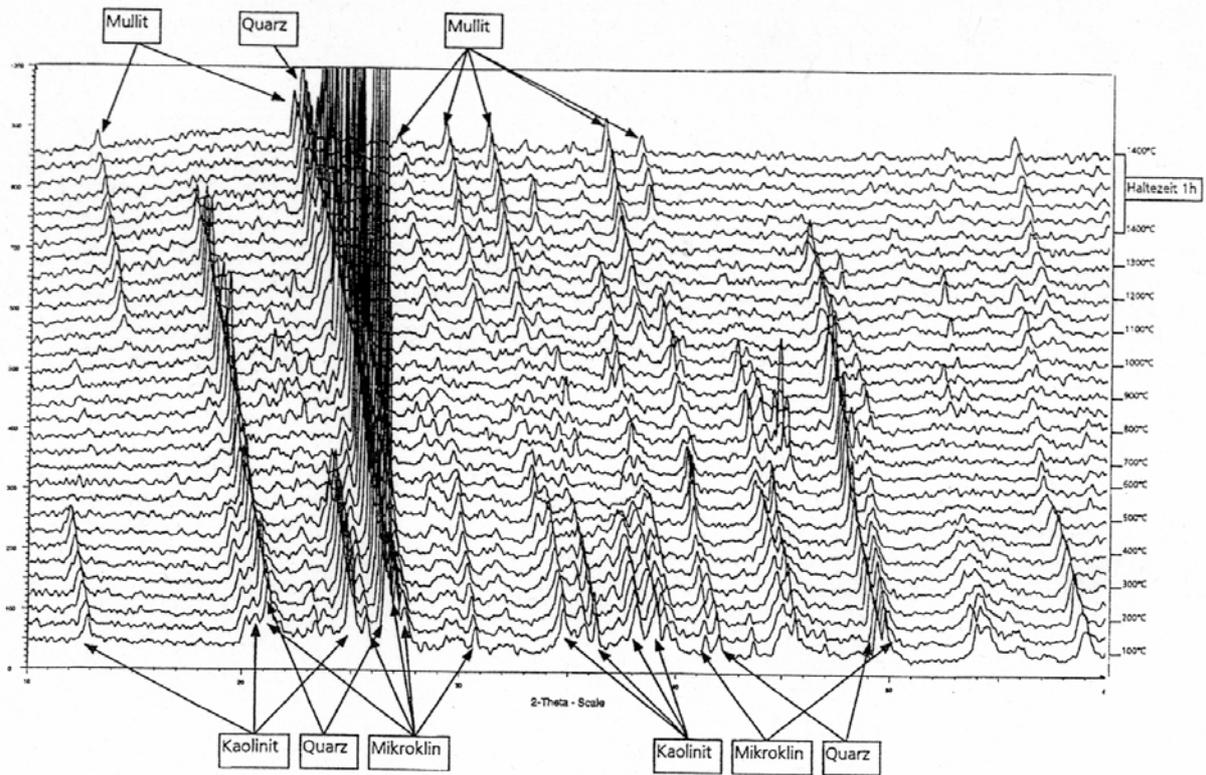


Bild 3: HT-XRD an Luft (Aufheizrate: 5 K/min)

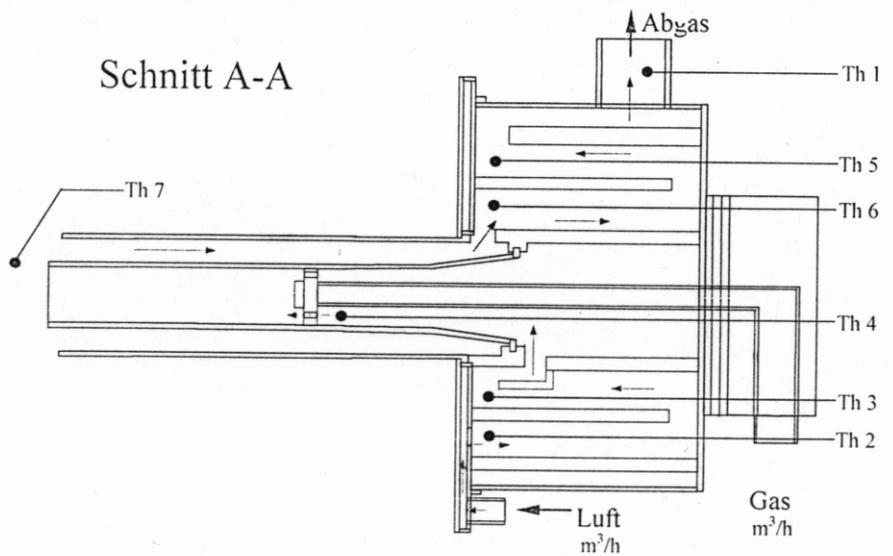


Bild 4: Schematischer Aufbau des Rekuperatorbrenners



5 BEREICH II : PROZESSINNOVATION TECHNISCHE KERAMIK

Projekt II-1: Kostenoptimierte und prozesssichere Herstellung von Bauteilen aus Keramik durch neuartige Bindersysteme und Numerische Simulation

Projekt II-2: Rheologische und strömungsmechanische Untersuchungen an Schlickern zur Herstellung großer Keramiksubstrate mit geringer Dickentoleranz über das Folien-gießverfahren

Projekt II-3: Verbesserung der Prozesssicherheit bei der Formgebung mittels Schnecken-extrudern bei Massen für keramische Hochleistungswerkstoffe

Projekt II-4: Neue Wege zur Erhöhung von Integrationsdichte und Mehrfachnutzen hoch-integrierter keramischer Mehrlagenschaltungen



Projekt II-1

Kostenoptimierte und prozesssichere Herstellung von Bauteilen aus Keramik durch neuartige Bindersysteme und Numerische Simulation

Projektleitung

Dr. Peter Stingl

Tel.: 09123-77252

CeramTec AG

Fax: 09123-77465

91192 Lauf

Email: stingl.ceramtec@t-online.de

Projektpartner

Dr. Dieter Brunner

Tel.: 09208-65910

ANCeram GmbH & Co. KG

Fax: 09208-659144

Esbachgraben 21

Email: brunner@anceram.de

95463 Bindlach

Rudolf Kraus

Tel.: 08851-188203

Dorst Maschinen- und Anlagenbau GmbH

Fax: 08851-188468

82431 Kochel am See

Dr. Hans-Jürgen Pohlmann

Tel.: 09287-80751

TeCe Technical Ceramics GmbH & Co. KG

Fax: 09287-80783

Lorenz-Hutschenreuther-Str. 81

Email: pohlmann@tece-selb.de

95100 Selb

Prof. Dr. Günter Ziegler

Tel.: 0921-555500

Universität Bayreuth

Fax: 0921-555502

Lehrstuhl Keramik und Verbundwerkstoffe

95440 Bayreuth

Email: Guentler.Ziegler@uni-bayreuth.de



1 Ziel

Der internationale Wettbewerb und der damit verbundene zunehmende Kostendruck zwingen die Unternehmen zu einer starken Flexibilisierung und möglichst weitgehenden Automatisierung des gesamten Herstellprozesses von Bauteilen aus keramischen Hochleistungswerkstoffen. Grundvoraussetzung hierfür sind beherrschte Prozesse vom Rohstoff bis zum Fertigteil.

Unter dem Gesamtaspekt der Verbesserung der Prozesssicherheit und Kostenoptimierung der Produktion keramischer Bauteile wurden in dem Verbundprojekt zwischen den Partnern ANCeram, CeramTec (Projektleitung), Dorst, TeCe, Universität Bayreuth (IMA) und dem im Unterauftrag eingebundenen FhG-Institut IWM folgende Ziele formuliert:

- Entwicklung alternativer organischer Hilfssysteme für die presstechnische Formgebung zur Verbesserung des Verdichtungsprozesses sowie Reduzierung der Umweltbelastung beim Entfernen der organischen Substanzen,
- Verbesserung des Verständnisses der Verdichtungsvorgänge beim axial- bzw. isostatischen Pressen von keramischen Werkstoffen durch die Weiterentwicklung und den Einsatz numerischer Simulationsverfahren und damit Optimierung der Werkzeugauslegung und Reduzierung des Bauteilverzugs,
- Verbesserung der Nassisostatpresstechnik unter Erprobung der near-net-shape- Presstechnik komplexer Maschinenbauteile,
- Reduzierung des Zeitraums vom Erhalt der Kundenzeichnung bis zur Erstausslieferung durch Entwicklung und Einsatz eines neuen Pressenkonzepts.

2 Zusammenarbeit mit den Partnern

Die Komplexität des Projektes erfordert eine starke Strukturierung der Aktivitäten und Zusammenarbeit. Der Verbundcharakter des Projekts und der Know-how-Transfer werden dadurch gewährleistet, dass zweimal jährlich Gesamtprojekttreffen durchgeführt werden, in denen über den aktuellen Stand der Entwicklungen in den Teilprojekten berichtet und die weitere Vorgehensweise abgestimmt werden. Neben den Gesamtprojekttreffen erfolgen eine Vielzahl von Teilprojekttreffen und bilateralen Aktivitäten auf der Arbeitsebene. Außerdem wird durch die Inanspruchnahme der selben Forschungsinstitute IMA und IWM durch die Industriepartner der Verbundcharakter des Projekts deutlich unterstützt.

3 Berichte der Projektpartner

3.1 Fa. CeramTec, Lauf:

3.1.1 Ausgangssituation

Beim Pressen von keramischen Trockenpressmassen, vor allem von „nichtplastischen“ Rohstoffen wie z. B. Aluminiumoxid, aus dem u. a. Dichtscheiben für Sanitärarmaturen hergestellt werden, muss die Verpressbarkeit über organische Presshilfsmittel verbessert werden. Der notwendige Druckbedarf und der sich einstellende Druckdurchgang bestimmen hierbei maßgeblich die Qualität und die Fertigungskosten. Deswegen wird angestrebt, über geeignete Organikzusätze den Pressdruck entscheidend zu senken und eine möglichst homogene Dichteverteilung zu erhalten. Dabei wäre es aus Kosten- und Umweltaspekten zusätzlich von Vorteil, die Organik-mengen auf ihre tatsächlichen Wirksubstanzen reduzieren zu können.

3.1.2 Durchführung der Arbeiten

Alternative Organiksysteme:

Zu Beginn der praktischen Arbeiten wurde CT-intern ein Anforderungsprofil an eine Al_2O_3 -Trockenpressmasse für Dichtscheiben erstellt. Die Hauptanforderungen sind in Tabelle 1 aufgelistet. Den Messgrößen wurden Zielbereiche zugeordnet.

Zur Charakterisierung des bestehenden Organiksystems wurden die Einzelkomponenten, Mischungen daraus und aufbereitete Schlickerversätze an den Projektpartner weitergegeben, um den Status quo definieren zu können.

Für die vom IMA vorgeschlagenen Organikversätze wurde ein Al_2O_3 -Schlicker aufbereitet, der für die verschiedenen Versätze aufgeteilt wurde. Bei jeder Sprühaktion wurde zum Vergleich das bestehende Organiksystem als Referenz mit aufbereitet. Die Granulate wurden unter Standardbedingungen verpresst und gesintert. Bisher wurden 15 Organikversätze abgeprüft.

Tabelle 1: Hauptanforderungen an eine Trockenpressmasse

Prozessschritte	Anforderung
Mahlen und Plastifizieren	Schlickerstabilität, Viskosität, Feststoffgehalt, Ablagerung
Sprühen und Lagerung	Wandbelag, Abluftqualität, statische Aufladung, Granulatfestigkeit, Lagerfähigkeit
Pressen	Druckbedarf, Rissanfälligkeit, Werkzeugverschleiß, Grünfestigkeit, Kantenbruchfestigkeit, Kleben
Sintern	Enddichte, Porosität, Ausbrennverhalten, Rissverhalten

Numerische Simulation:

Die Werkzeugzeichnungen für die zu simulierende Grundscheibe aus Al_2O_3 wurden zur Generierung der entsprechenden FE-Netze an das IWM übergeben. Ebenso die Daten für die Füll- und Pressstellung (Standardpressparameter).

Das Werkzeug für die Grundscheibe wurde in eine Produktionspresse eingebaut. Für die Grundeinstellung der Presse wurden Bauteile mit unterschiedlichen Pressabläufen hergestellt und ausgewertet. Der daraus resultierende Pressablauf wurde an der Presse abgenommen. Dazugehörige Presslinge wurden zum Vergleich mit der späteren Simulation zurückgehalten und gesintert.

Alternatives Pressenkonzept:

Es wurde ein Werkzeugkonzept für die Dacs-Presse mit Zusatzbewegungen an der Maschine erarbeitet. Das Maschinenkonzept sieht vor, dass Bewegungen, die bisher auf sehr komplizierte Bauweise im Werkzeug mit Pneumatikzylindern verwirklicht werden mussten, jetzt von der Presse übernommen werden. Die Werkzeuge werden hierdurch kostengünstiger, und man erreicht eine hohe Wiederholgenauigkeit. Die Arbeiten sind im Plan.

3.1.3 Ergebnisse

In Tabelle 2 sind für die versprühten Versuche die Pressdrücke und Grünfestigkeiten angegeben. Die an den bisher versprühten Ansätze erzielten Ergebnisse geben noch keinen Hinweis auf eine Verbesserung der Zieleigenschaften.

Tabelle 2: Pressdruck und Grünfestigkeit für die versprühten Versuche

Versatz	Pressdruck in MPa	Grünfestigkeit in MPa
V1	107	1,0
V2	94	0,7
V3 (Referenz)	118	2,2
V5	186	0,7
V6	188	0,7
V7	125	1,3
V9 (Referenz)	93	2,0
V11	236	1,7
V13	216	1,5
V14	230	1,8
V15 (Referenz)	100	2,2

3.1.4 Ausblick / weitere Vorgehensweise

Zur Identifizierung der Wirkkomponenten und Kombination derselben für die erforderlichen Granulat- und Presseigenschaften werden noch weitere Sprühungen notwendig sein. Für eine Vorauswahl geeigneter Versätze sollen am IMA geeignete Prüfmethoden für die Schlicker eingesetzt werden.

3.2 Universität Bayreuth, IMA

3.2.1 Ausgangssituation

Am Lehrstuhl wurden die Aktivitäten im FORKERAM II-1-Projekt mit dem Einstellungstermin von Herrn Dr. Richter am 01.02.99 bzw. Herrn Dipl.-Ing. Groß am 01.03.99 aufgenommen. Zu Beginn wurden die Verknüpfungspunkte der Zusammenarbeit im Detail aktualisiert und die einzelnen Aufgaben für die ersten Sprühkampagnen auf die Projektpartner verteilt. Es folgten die Abstimmung von Messverfahren in der Industrie bzw. am Lehrstuhl und die Festlegung der Sprühparameter. Nach diesen wichtigen Vorarbeiten wurde in der Anfangsphase die Auswirkung verschiedener polymerer Bindersysteme auf die Verarbeitbarkeit der Grünkörper untersucht.

3.2.2 Ergebnisse

Zunächst sollte der von der Fa. TeCe eingesetzte Binder für den Werkstoff Si_3N_4 durch Wachse ersetzt werden. Der Binder aus dem Standardversatz der Fa. TeCe liegt als wässrige Dispersion vor. Er wurde in den folgenden Versuchen vollständig durch die gleiche Menge PE-Wachs ersetzt. Sechs verschiedene PE-Wachse, die alle als wässrige Dispersion kommerziell verfügbar sind, wurden verwendet. Sie unterscheiden sich bzgl. Schmelzpunkt, Tröpfchengrößenverteilung und pH-Wert der Dispersion. Verschiedene PE-Wachse enthaltende Versätze wurden mit folgenden Methoden untersucht:

- Rheologische Messungen ⇒ Auswirkung der Wachse auf die Viskosität
- ESA-Messungen ⇒ Auswirkung der Wachse auf die Oberflächenladung der Si_3N_4 -Partikel in Suspension
- Trocknungsversuche mit saugenden kapillaraktiven Unterlagen ⇒ Subjektive Beurteilung von Grünkörpern bezüglich ihrer mechanischen Eigenschaften

Die rheologischen Messungen ergaben sowohl bei den verschiedenen PE-Wachsen untereinander als auch im Vergleich mit dem Originalbinder nahezu die gleichen Ergebnisse. Auch bei den ESA-Untersuchungen war zu beobachten, dass sich die Messungen mit den verschiedenen PE-Wachsen untereinander sowie im Vergleich mit dem Originalbinder nicht wesentlich unterscheiden.

Dies ist wahrscheinlich darin begründet, dass sowohl der Originalbinder als auch die PE-Wachse innerhalb des Sprühschlickers eine stabile Emulsion bilden. Durch potentiometrische ESA-Messungen konnte weiterhin gezeigt werden, dass diese Stabilität der Binderemulsionen über einen großen pH-Bereich vorhanden ist.

Die durch Gießen auf eine Gipsplatte und anschließendes Trocknen erhaltenen Grünkörper wurden subjektiv auf Elastizität und Schmiereigenschaften beurteilt. Bei den sechs hier untersuchten Wachsen wiesen die resultierenden Grünkörper eine deutlich reduzierte Elastizität auf. Die Formkörper waren spröde und brachen leicht. Dafür zeigten sie im Vergleich zu dem Standardversatz eine stark erhöhte Schmierwirkung.

Zusammenfassend ergaben die Rheologie- und ESA-Messungen, dass die Wachsemulsionen keinen negativen Einfluss auf die Sprühschlicker ausüben, d.h. Wachsemulsionen sind prinzipiell geeignet, um Schmierfunktionen innerhalb eines Grünkörpers zu übernehmen.

Die erhöhte Sprödigkeit von PE-Wachse enthaltenden Grünkörpern zeigten, dass keines der hier verwendeten Wachse als vollständiger Ersatz des Originalbinders eingesetzt werden

kann. Vielmehr muss eine Kombination aus Wachs (→ Schmiereigenschaften) und Binder (→ Festigkeit) verwendet werden. Basierend auf dieser Erkenntnis konnten durch Kombination unterschiedlicher Wachse mit dem Originalbinder bereits auf der Grundlage der ersten Sprühversuche bei der Fa. TeCe vielversprechende Ergebnisse bzgl. der mechanischen Bearbeitbarkeit von Si_3N_4 -Grünkörpern und der Werkzeugstandzeit erreicht werden.

Es ist nicht ohne weiteres möglich, anhand der subjektiven Grünkörperbeurteilung (Trocknungsversuche) eine Tendenz in bezug auf die Verwendbarkeit der unterschiedlichen PE-Wachse zu erhalten. Daher muss in der nächsten Projektphase eine Labor-Messmethode etabliert werden, die eine objektive und praxisnahe Beurteilung der Grünkörper und eine Präzisierung der Auswahlkriterien für die organischen Additive erlaubt.

Eine derartige Messmethode wurde bereits ansatzweise für den bei der Fa. CeramTec verwendeten Aluminiumoxidschlicker ermittelt. Ziel war hier, im Labormaßstab die Schlicker in trockene und verpressbare Pulver (oder besser Granulate) zu überführen. Dabei wurden verschiedene Methoden getestet:

- a) Abziehen des Wassers im Vakuum bei geringer Erwärmung und Rotation des Schlickers,
- b) Gefriertrocknung,
- c) Eindampfen des Schlickers bei 160°C .

Durch die Methoden a) bis c) wurde ein Material erhalten, das nach dem Verpressen Grünkörper lieferte, die generell eine deutlich niedrigere Biegefestigkeit aufzeigten als Grünkörper aus dem sprühgetrockneten Granulat. Dies ist darauf zurückzuführen, dass durch die Techniken a) bis c) nur statistisch geformte Agglomerate erhalten werden. Tendenziell lassen sich jedoch trotz des insgesamt niedrigen Festigkeitsniveaus Relativaussagen zur Verwendbarkeit und damit auch zur Bewertung der verschiedenen organischen Komponenten gewinnen.

Das Eindampfen des Schlickers bei 160°C zeichnet sich gegenüber der Gefriertrocknung bzw. Abziehen des Wassers im Vakuum durch eine Reihe von Vorteilen aus. So wird hiermit ein Material erhalten, das im Gegensatz zu den Methoden a) und b) eine höhere Biegefestigkeit der Grünkörper aufzeigt. Werden Grünkörper mit unterschiedlicher Biegefestigkeit betrachtet, so ist deren relative Änderung von Weg und Festigkeit bei der Methode des Eindampfens am ehesten mit denen der Sprühtrocknung vergleichbar. Zusätzlich ist Methode c) ein einfach und schnell durchführbares Verfahren. Sie soll daher als Relativmethode für zukünftige Vortests verwendet werden, um bei unterschiedlichen Stoffgruppen bzw. quasi homologen Reihen eines Bindersystems die besten Verbindungen zu identifizieren. Dadurch ist es möglich, die

aufwendigen, kostenintensiven Sprühversuche bei den Industriepartnern auf eine sinnvolle Anzahl zu begrenzen und trotzdem eine größere Zahl von Bindersystemen zu testen. Eine subjektive Beurteilung von gegossenen Grünkörpern wird somit überflüssig.

3.2.3 Ausblick

In der nächsten Projektphase sollen die Wirkkomponenten der bei den Firmen CeramTec bzw. TeCe verwendeten, kommerziell erhältlichen Binder analysiert und vor allem systematisch eingeordnet werden. Ausgehend von diesen Erkenntnissen sind chemisch modifizierte Derivate dieser Binder auf ihre Wirkung im Grünkörper hin zu untersuchen und mit anderen Stoffgruppen zu vergleichen.

Gleichzeitig sollen alternative Verbindungen auf ihre Verwendbarkeit als Binder getestet werden.

Die Untersuchungen zur Verwendung von Wachsen als Schmiermittel im Grünkörper sollen durch Festlegung geeigneter Stoffgruppen ausgebaut werden.

In weiteren Versuchen ist zu prüfen, ob zusätzliche Anpassungen der Trocknungsmethode im Labormaßstab möglich sind. Dabei ist zu berücksichtigen, dass insbesondere bei der Auswahl von Bindersystemen Klebeffekte beim Sprühprozess und Absetzeffekte in den Sprühdüsenkanälen kaum simuliert werden können.

3.3 FhG-Institut IWM, Freiburg

3.3.1 Experimentelle Ergebnisse

Für die beiden Projektpartner ANCeram und TeCe wurden je zwei Pulver (zwei AlN; SSiC und SSN) charakterisiert, um die simulationsrelevanten Werkstoffkennwerte zu bestimmen. Für CeramTec wurde im Berichtszeitraum kein Pulver charakterisiert, da die entsprechenden Kennwerte aus einem früheren Projekt vorlagen. Um das Verdichtungsverhalten zu bestimmen, wurden zuerst Pressversuche durchgeführt. Bild 1 zeigt zwei aufgenommene Presskurven für AlN. Das untersuchte SSN Pulver zeigte ein deutliches zeitabhängiges Verhalten: Bei festgehaltenem Stempel sinkt der Druck deutlich ab. Bei dem SSiC Pulver ist dieses Absinken der Kraft bei konstanter Dehnung weniger ausgeprägt.

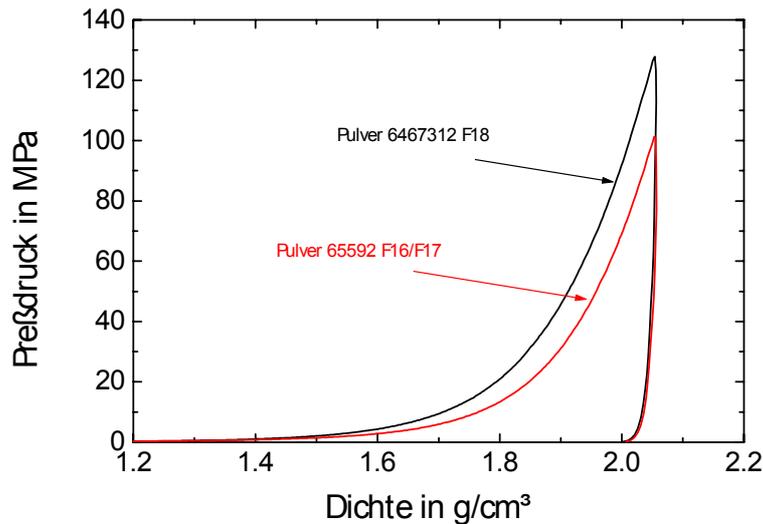


Bild 1: Presskurven von AlN

3.3.2 Simulation

Im Simulationsteil wurden verschiedenartige Berechnungen durchgeführt und mehrere Hilfsprogramme entwickelt. So wurde ein kleines Programm geschrieben, das aus dem Pressnetz in Pressendstellung das Netz für die Sintersimulation erzeugt. Bisher war dazu die eigenständige Erstellung eines Sinternetzes notwendig. Weiterhin wurden Routinen entwickelt, welche die Abweichung der gesinterten Form von der Idealform bestimmen und automatisch Vorschläge für eine Konturierung von Ober- und Unterstempel machen. Auch die Pulverschüttung wird entsprechend der Kontur des Unterstempels korrigiert. Die Ergebnisse eines Demobeispiels zeigen, dass durch eine Konturierung von Ober- und Unterstempel die Ebenheit der Oberflächen deutlich verbessert werden kann.

Für die keramische Dichtscheibe wurden verschiedene Presspläne simuliert. Der Verzug lässt sich zwar etwas minimieren, eine deutliche Verbesserung ist aber wohl nur mittels Konturierung der Stempel möglich. Für ein zweites, noch komplexeres Bauteil wurden der Pulverkörper und die Werkzeuge vernetzt.

Das Pressen einer Kühldose aus AlN wurde ebenfalls simuliert, um die notwendigen Federkräfte im Falle einer proportionalen Pressung mit geteiltem Unterstempel zu bestimmen. Hier ergaben sich numerische Probleme. Deshalb wurde zum Vergleich eine Abschätzung der notwendigen Kraft im Falle eines proportionalen Pressplans durchgeführt.

Erste Untersuchungen zum Kaltisostatpressen wurden durchgeführt. Bild 2 zeigt die berechnete Dichteverteilung eines rotationssymmetrischen Presslings. Diese Rechnung wurde mit einem Reibwert von 0.25 zwischen Pulver und Stahlkern durchgeführt.

Der Pressdruck betrug 1800 bar. Die Einbeziehung des Gummisacks in die Berechnung hat auf die Simulationsergebnisse, wenn überhaupt, nur einen untergeordneten Einfluss, erhöht jedoch die Rechenzeiten deutlich. Deshalb wurde der Gummisack in Bild 2 weggelassen. Aus Symmetriegründen braucht nur eine Hälfte simuliert zu werden. Die berechnete inhomogene Dichteverteilung stimmt mit experimentellen Befunden gut überein. Weiterhin wurde festgestellt, dass schon allein die Reibung zwischen Pulver und Stahlkern nach jetzigem Kenntnisstand zu »Elefantenfüßen« führt.

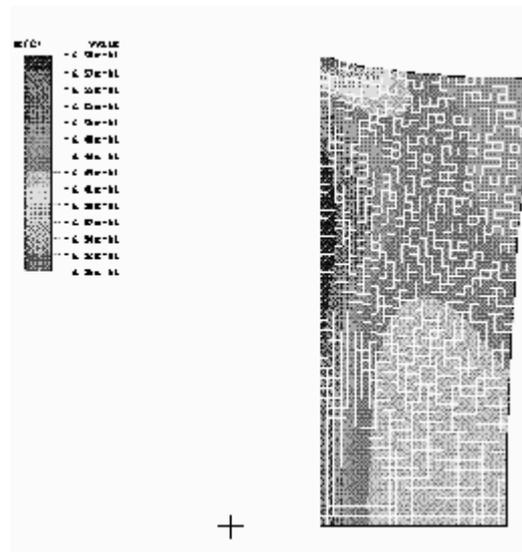


Bild 2: Dichteverteilung im Grünling $\rho = \rho_0 \exp(-PEQC4)$

3.4 Fa. TeCe, Selb

3.4.1 Ziel

TeCe ist Hersteller von keramischen Maschinenbauteilen aus Siliciumcarbid- und Siliciumnitridkeramik in kleinen und mittleren Stückzahlen. Die Bauteile werden im ungebrannten, grünen Zustand durch mechanisches Drehen, Fräsen und Bohren von isostatisch gepressten Vorkörpern hergestellt. Im Rahmen der Projektarbeit sollen Werkstoffvarianten entwickelt werden, die bei verringertem Bindergehalt der Rohmasse beim Isostatpressen weniger Pressfehler aufweisen, deren Binder unter Entwicklung von weniger Schadstoffen ausbrennt und die bei der Grünbearbeitung eine höhere Standfestigkeit und einen geringeren Werkzeugverschleiß zeigen.

3.4.2 Ausgangssituation

Beim isostatischen Pressen sind häufig Pressfehler wie Abplatzer, zu hohe Verformung, schlechte Entformbarkeit der Presskerne oder erhebliche Dichteunterschiede über den Querschnitt der Presslinge zu beobachten. Alle diese Fehler führen zu Materialverlusten oder Lieferverzögerungen, die der Markt nicht mehr akzeptiert. Die eingesetzten temporären Binder enthalten häufig nur einen geringen Anteil an Wirksubstanz und belasten beim Ausheizen unnötig die Umwelt. Schlechte Bearbeitungseigenschaften im grünen Zustand führen zu Fehlern am Werkstück, bis hin zum Totalausfall, und erhöhen dadurch die Herstellkosten und verlängern die Lieferzeit durch einen zweiten Fertigungsdurchlauf.

3.4.3 Durchführung der Arbeiten

Die Entwicklungsarbeiten wurden bei TeCe in enger Zusammenarbeit mit den Projektpartnern durchgeführt. Im Rahmen der Entwicklung von innovativen Bindersystemen wurden gemeinsam mit der Universität Bayreuth verschiedene Rezepturen für Siliciumnitridkeramik entwickelt und in einem Laborsprühturm von TeCe granuliert. Insgesamt 6 Werkstoffvarianten wurden hinsichtlich Werkstoff- und Bearbeitungseigenschaften untersucht und die Prüfergebnisse ausgewertet.

Im Bereich Isostatpressen erfolgten erste numerische Simulationsberechnungen und experimentelle Untersuchungen der Pressvorgänge durch den Projektpartner Fraunhofer IWM in Freiburg auf der Basis einer gezielten Aufgabenstellung durch TeCe. Besondere Schwerpunkte bilden hier die Untersuchung der Kraftübertragung beim Pressvorgang und die Vermeidung von Dichteinhomogenitäten sowie der Prozess des Auffederns des Presslings nach Druckentlastung, der häufig zu Entformungsproblemen bei nicht-symmetrischen Presskernen führt.

3.4.4 Zusammenarbeit mit den Partnern

Die Partner aus den Instituten tragen aufgrund klarer Aufgabenstellung durch TeCe auf wissenschaftlicher und experimenteller Basis schnell zu ersten, positiven Entwicklungsergebnissen bei. Mit den Projektpartnern aus der Industrie besteht ein wertvoller Erfahrungsaustausch, der durch die gemeinsame, vorwettbewerbliche Entwicklungsarbeit gefördert wird.

3.4.5 Ergebnisse

Bei den in IWM durchgeführten Pressversuchen wurden deutliche Unterschiede bei den beiden Werkstoffgruppen SiC- und Si₃N₄-Keramik hinsichtlich der Verpressbarkeit experimentell nachgewiesen. Einen überraschend großen Einfluss hat danach die Reibung zwischen dem keramischen Pulver und dem Metallpresskern. In der Simulation des Pressvorgangs wurden sowohl die Verformung der Presslingsgeometrie als auch die beobachteten Dichteinhomogenitäten bestätigt.

Der Einsatz von alternativen Bindern im bisher untersuchten Siliciumnitridwerkstoff zeigte erste Hinweise auf zukünftige Entwicklungsrichtungen. Hier wird ein erheblicher experimenteller Aufwand für die Darstellung der zu erprobenden Werkstoffvarianten erwartet, da die benötigten Pulvermengen relativ groß sind.

3.4.6 Weitere Vorgehensweise

Es wird erwartet, dass nach zeitlichen und experimentell bedingten Anlaufproblemen die Arbeiten im zweiten Projektjahr bei noch konkreterer Aufgabenstellung durch den Industriepartner schnell zu umsetzbaren Ergebnissen führen werden.

3.5 Fa. ANCeram, Bindlach

3.5.1 Ziel

Durch die Simulation der Pressvorgänge bei der Verdichtung des AlN-Sprühgranulates soll die Werkzeugauslegung optimiert werden, um den Verzug der Bauteile während des Sintervorganges zu verringern und damit zu geringeren Aufmaßen für die Diamantbearbeitung zu gelangen.

- I.1 Verständnis der Wechselwirkungen zwischen Granulat und Werkzeugwandung (nach 12 Monaten sollen alle prozessrelevanten Parameter zur Simulation vorliegen).
- I.2 Verbesserung der Werkzeugkonstruktion
- I.3 Verbesserung der Werkzeugfunktion
- I.4 Minimierung des Bauteilverzugs

3.5.2 Ausgangssituation

Der AlN-Markt, vor allem im Bereich der Leistungselektronik, fordert zunehmend kompliziert geformte Bauteile mit immer engeren Maßtoleranzen bei steigenden Stückzahlen und fallenden Preisen.

Um diesen Anforderungen gerecht zu werden, muss der durch Dichteunterschiede im Grünteil bedingte Sinterverzug der Bauteile minimiert werden. Zum Projektbeginn liegt das Aufmaß für ein ausgewähltes Bauteil (DT4-Kühldose) bei beidseitig 0,6 mm, bei einer Isolierscheibe \varnothing 88 mm bei 0,4 mm.

3.5.3 Durchführung der Arbeiten

In mehreren Gesprächen mit dem Projektpartner IWM im Hause ANCeram wurden die für das aktuelle Processing feststehenden Parameter definiert.

Im Betrieb wurden die entsprechenden Daten und Größen incl. der betriebsüblichen Schwankungsbreiten des Sprühgranulates, der Presseneinstellungen und der definierten Scheibe und der DT4-Kühldose ermittelt und an das IWM weitergeleitet.

3.5.4 Zusammenarbeit mit den Partnern

Zum besseren Erkennen der Einflüsse auf das Pressverhalten wurden einige abgestimmte Parameter sehr stark variiert. Erste Simulationsrechnungen an der DT4-Kühldose mit einem einteiligen Unterstempel wurden beim Partner IWM ausgeführt (vgl. IWM-Bericht).

3.5.5 Ergebnisse

Die Ergebnisse der ersten Simulation sind noch nicht befriedigend, allerdings sind die Arbeiten dem Zeitplan bisher voraus!

3.5.6 Ausblick

Durch eine Verkleinerung der Elemente wird erwartet, dass die nächsten Simulationsergebnisse bereits zu signifikanten Aussagen führen.

Parallel dazu werden weitere Prozessparameter, angefangen bei den Rohstoffen über Sprühparameter, Presseneinstellungen bis hin zum Sintern erfasst und versucht, diese mit den Ergebnissen bzgl. Verzug, Rissanfälligkeit, Biegefestigkeit, Weibull-Modul und Porenstruktur zu korrelieren.

4 Ausblick / weiteres Vorgehen

Das nächste Gesamtprojekttreffen findet am 05. Oktober 1999 beim Projektpartner IWM in Freiburg statt.

Projekt II-2

Rheologische und strömungsmechanische Untersuchungen an Schlickern zur Herstellung großer Keramiksubstrate mit geringer Dickentoleranz über das Foliengießverfahren

Projektleitung

Dipl.-Ing. Franz Koppe

Tel.: 09645-8812

Kerafol GmbH

Fax: 09645-8840

92676 Eschenbach i.d.Opf.

Email: kerafol.com@t-online.de

Projektpartner

Prof. Dr. Andreas Roosen

Tel.: 09131-8527547

Universität Erlangen-Nürnberg

Fax: 09131-8528311

Lehrstuhl für Glas und Keramik

Email: roosen@ww.uni-erlangen.de

Martensstr. 5

91058 Erlangen

Prof. Dr. Helmut Münstedt

Tel.: 09131-8528593

Universität Erlangen-Nürnberg

Fax: 09131-8528321

Lehrstuhl Polymerwerkstoffe

Email: polymer@ww.uni-erlangen.de

Martensstr. 7

91058 Erlangen



1 Ziel

Das Fließverhalten des Schlickers, das durch stoffliche Größen und durch die Temperatur beeinflusst wird, ist für die Formgebung von größter Bedeutung. Zur Beschreibung des Verarbeitungsverhaltens der Schlickersysteme muss die Viskosität in Abhängigkeit von der Scherrate oder der Schubspannung bestimmt werden. Dazu wurde vom Lehrstuhl für Glas und Keramik das vorgesehene Rotationsviskosimeter der Fa. PHYSICA angeschafft.

2 Universal Dynamic Spectrometer Physica UDS 200

Das modulare Rheometersystem PHYSICA UDS 200 ermöglicht die Messung der Viskosität newtonscher und nicht-newtonscher Flüssigkeiten bei stationärer Scherströmung sowie bei instationärer Scherströmung und damit die Messung viskoelastischer Stoffgrößen bei Oszillations-, Kriech-, Spann- und Relaxationsvorgängen sowie die Überlagerung von Oszillationsversuchen mit einer konstanten Scherung. Als Messsystem dient ein konzentrischer Zylinder (Z3 DIN) oder ein Kegel-Platte-System (MK 23). Der Messantrieb ohne Getriebe und ohne mechanischen Kraftaufnehmer unter Verwendung einer weglosen Drehmomentmessung und eines optischen Drehgebers. Das Messmotor-Drehgebersystem ist luftgelagert und erlaubt damit Messungen in den untersten Drehmoment- bzw. Schubspannungsbereichen, die insbesondere für Foliengießschlicker interessant sind.

Zur Bestimmung des Fließverhaltens plastischer Substanzen können mit dem PHYSICA UDS 200 Schubspannungsversuche durchgeführt werden, die eine exakte Messung der Fließgrenze ohne Scherung der Schlicker ermöglichen. Eine Kalibrierung durch Eichflüssigkeiten ist erforderlich.

3 Einarbeitung des Rheometers PHYSICA UDS 200

Zur Eichung des Rheometers wurden verschiedene AK Siliconöle der Fa. Wacker mit newtonschem Verhalten verwendet. Es wurden Versuche mit unterschiedlichen Parametern (Schergeschwindigkeits-, Schersprung-, Schubspannungs-, Kriech-, Normalkraft- und Oszillationsversuche) durchgeführt und die Daten ausgewertet. Das Gerät erfasst Viskositäten im Bereich von 10^{-4} bis $15 \cdot 10^6$ Pa s.

Weiterhin wurden Viskositätskurven eines Schlickers der Fa. Kerafol auf ZrO_2 -Basis aufgenommen. Die hierbei ermittelten Daten dienen als Basis für die Entwicklung eines eigenen keramischen Testschlickers mit gleichem Fließverhalten. Der entwickelte Schlicker basiert auf Y_2O_3 -stabilisiertem Zirkondioxid, einem azeotropen Lösemittelgemisch MEK/Ethanol, dem Binder Polyvinylbutyral. Als Dispergiermittel wurde eine polykondensierte Fettsäure verwendet. Nach Variation der Feststoff-, Dispergiermittel- und Weichmachervolumenanteile konnte eine Viskositätskurve erreicht werden, die der des Kerafol-Schlickers weitestgehend entspricht (Abbildung 1). Eine weitere Anpassung ist vorgesehen.

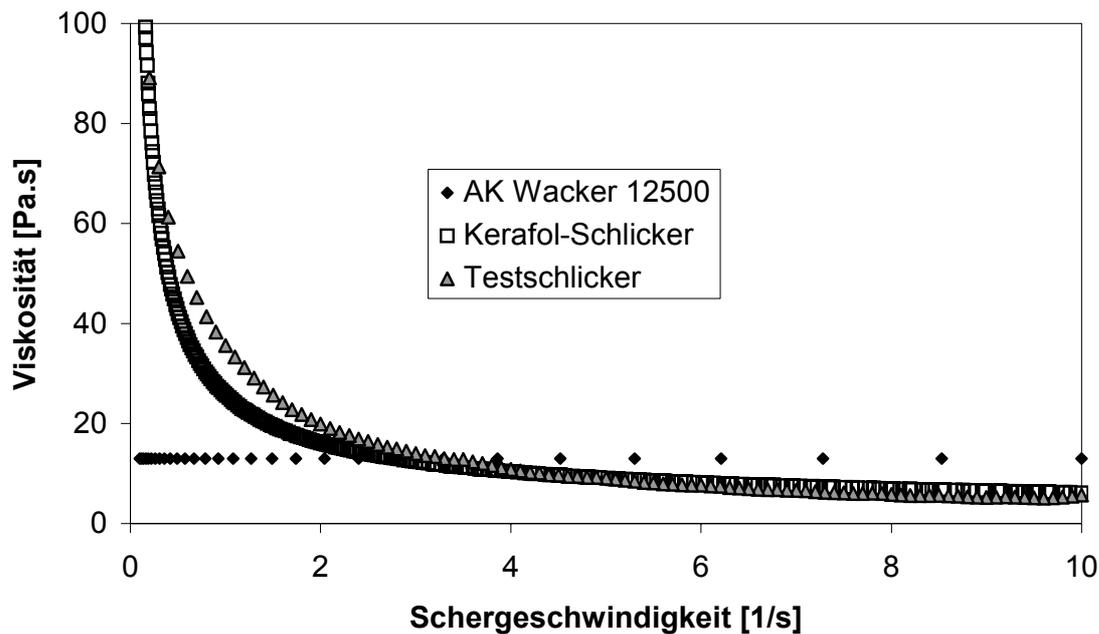


Abbildung 1: Vergleich der Viskositätskurven von Kerafol-Schlicker, Testschlicker und Siliconöl AK Wacker 12500

4 Vorbereitung der LDA-Messungen am Gießschuh

Zur Vorbereitung der vorgesehenen Messungen der Strömungsverhältnisse im Gießschuh wurde ein Gießschuh gefertigt, dessen Seitenwände aus Glas sind. Nach Vorgaben des Lehrstuhls Polymerwerkstoffe wurde das Gießband umgebaut, um den Zugang für die Messgeräte optimal zu gestalten.

Am Lehrstuhl für Polymerwerkstoffe (LSP) sollen im vorliegenden Projekt erstmals die Strömungsverhältnisse von hochviskosen Modellfluiden in Größe und Richtung mittels Laser-Doppler-Anemometrie (LDA) direkt am Gießschuh gemessen werden. Dadurch bietet sich die Möglichkeit, unterschiedliche Gießschneidegeometrien zu untersuchen und diese anhand

quantitativer Messungen zu optimieren. Eine Optimierung der Gießschneidengeometrien wiederum soll zu einer Verringerung der erzielbaren Dickenschwankung keramischer Substrate führen.

5 Laser-Doppler-Anemometers und Anpassung an den Gießschuh

Zu diesem Zweck wurde das am Lehrstuhl für Polymerwerkstoffe (LSP) vorhandene Laser-Doppler-Anemometer (LDA) wieder in Betrieb genommen und rekali­briert.

In Zusammenarbeit mit dem Lehrstuhl Glas und Keramik wurde die Konstruktion einer Gießschuhkammer durchgeführt, die einen laseroptischen Zugang zu den Strömungsverhältnissen während des Gießprozesses ermöglicht. Eine schematische Anordnung ist in Abb. 2 zu sehen, bei der die vordere Begrenzungswand durch eine transparente Glasscheibe ersetzt wurde.

Von der Firma Dantec/Invent wurde eine optische Linse mit einer erweiterten Brennweite von $f=200$ mm angefordert. Somit kann durch geeigneten optischen Zugang ein Nachweis der sich im Gießschuh ausbildenden Geschwindigkeitsfelder bei verschiedenen y -Positionen (siehe Abb. 2) erfolgen.

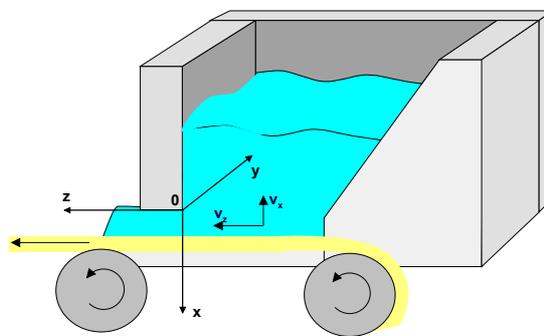


Abbildung 2: Schematische Darstellung des modifizierten Gießschuhs

6 Auswahl geeigneter ungefüllter Modellfluide auf der Grundlage des rheologischen Verhaltens eines eingesetzten Gießschlickers

In Zusammenarbeit mit der Firma Kerafol und dem Lehrstuhl Glas- und Keramik wurde ein klassischer Gießschlicker auf ZrO_2 -Basis rheologisch bei Raumtemperatur charakterisiert. Die resultierende, über einfache Rotation ermittelte Viskositätsfunktion $\eta(\dot{\gamma})$ ist in Abb. 3 dargestellt.

Durch geometrische Abschätzung kann der für die Verarbeitung relevante Schergeschwindigkeitsbereich im Gießschuh ermittelt werden. Unter der Vorgabe, dass die verarbeitungsrelevanten Schergeschwindigkeiten im Bereich von 4 s^{-1} liegen, wurden transparente ungefüllte Modellfluide ausgewählt, deren Viskositätswerte in etwa denen des ZrO_2 -Schlickers (im relevanten Schergeschwindigkeitsbereich) entsprechen.

Als vorteilhaft stellten sich transparente Silikonöle (Polydimethylsiloxane) heraus. Diese Silikonöle (AK 5000 bzw. AK 10000) zeigen über den gesamten Messbereich Newtonsches Verhalten (konstante Viskosität η_0). Diese beträgt für AK 10000 ca. $\eta_0 = 10 \text{ Pas}$, für AK 5000 ergibt sie sich zu $\eta_0 = 5 \text{ Pas}$ (siehe Abb.2). Im verarbeitungsrelevanten Schergeschwindigkeitsbereich zeigen die Viskositäten beider ungefüllter Modellfluide eine zufriedenstellende Übereinstimmung mit dem Verhalten des eingesetzten ZrO_2 -Schlickers. Als interessantes zusätzliches Matrixfluid erwies sich auf Grund seines Brechungsindex das ebenfalls in Abb. 3 enthaltene System Triton X-100.

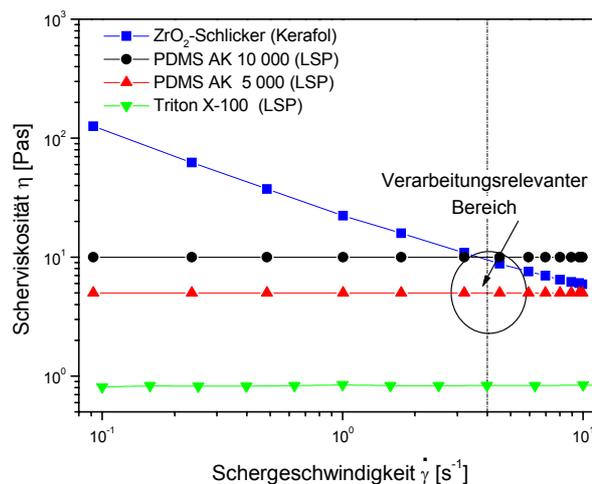


Abbildung 3: Rheologische Charakterisierung des ZrO_2 -Schlickers und ungefüllter Modellfluide ($T=23^\circ\text{C}$)

⇒ In einem ersten richtungsweisenden Schritt kann somit unter Zuhilfenahme der transparenten Silikonöle eine Visualisierung der Strömungsverhältnisse im Gießschuh mittels Laser-Doppler-Anemometrie erfolgen, wobei sichergestellt wurde, dass der eingesetzte Schlicker und die transparenten Modellfluide im verarbeitungsrelevanten Bereich ähnliche Viskositätswerte besitzen.

⇒ In einem weiteren Schritt soll versucht werden, das rheologische Verhalten von hoch gefüllten Schlickern durch Auswahl geeigneter Füllstoffe und Matrixfluide zu simulieren.

Durch eine hohe Füllstoffbeladung ergibt sich im Bereich kleiner Schergeschwindigkeiten ein starker Viskositätsanstieg (siehe Abb. 3). Um das Phänomen des Anstiegs im Bereich kleiner Schergeschwindigkeiten zu simulieren ist angedacht, PMMA-Partikel unterschiedlicher Partikelgröße in das entsprechende Matrixfluid einzumischen. Allerdings muss nach dem Einmischen nach wie vor eine optische Transparenz des gefüllten Modellfluids gewährleistet sein, da an einem nicht transparenten Fluid keine LDA-Messung mehr durchzuführen ist. Dies wiederum setzt voraus, dass der Füllstoff (PMMA-Partikel) und die Matrix des Modellfluids den gleichen Brechungsindex n_s aufweisen.

Die Bestimmung der Brechungsindices n_s von geeigneten Füllstoffen und Fluiden erfolgen derzeit an einem Abbé-Refraktometer (Zeiss). Dabei gilt es zu beachten, dass der Brechungsindex n_s sowohl wellenlängenabhängig (Dispersion) als auch temperaturabhängig ist, d.h. $n_s = n_s(\lambda, T)$.

Die Bestimmung des Brechungsindex ist ebenfalls noch von essentieller Bedeutung für die Ermittlung der absoluten y-Position des LDA-Messvolumens im Fluid.

Die Ergebnisse der am Lehrstuhl für Polymerwerkstoffe (LSP) und Lehrstuhl für Glas und Keramik als optimal gefundenen Gießgeometrien und Schlickerparameter sollen in die Serienfertigung umgesetzt werden. Dazu ist es nötig die erzielten Verbesserungen zu quantifizieren.

Aus diesem Grund sollte ein Messverfahren am Gießband installiert werden, das die Bestimmung der Dickenverteilung der gegossenen Folie möglichst online ermöglicht.

Dazu wurde von der Fa. KERA-FOL GmbH eine Messapparatur aufgebaut, die eine Dickenbestimmung der Grünfolie am Gießband sowohl in x- als auch in y-Richtung des gegossenen Folienbandes ermöglicht.

Eine eigens dafür geschriebene Software ermöglicht die optische Darstellung der Dickenverteilung online am Bildschirm.

Die Messwerte werden als Excel-Tabelle gespeichert und können von einer Auswertungsroutine in eine Grafik umgesetzt werden, welche die Dickenverteilung der gesamten Grünfolie ermöglicht.

7 Dickenmessung

Zur Messung der Grünfoliendicke wurden verschiedene kommerzielle Messverfahren wie induktive, laseroptische, kapazitive oder auch radioaktive Systeme getestet. Nach Abschluss der Versuchsphase fiel die Entscheidung zu Gunsten einer Lasermessmethode.

Entscheidende Kriterien waren:

- Messabstand
- Robustheit der Messeinrichtung
- Materialunabhängigkeit

Es kamen Messsensoren der Fa. Keyence Typ LB 041W zum Einsatz, die eine Auflösung von $1\mu\text{m}$ erreichen und in einem Messabstand von ca. 40mm von der Folienoberseite installiert wurden.

Das Messprinzip basiert auf einer Triangulation welches schematisch in Abbildung 4 dargestellt wird.

Ein vom Sensor ausgehender Laserstrahl projiziert auf der Folie einen winzigen Lichtfleck. Dieser wird über die Optik des Sensors auf einen Lineardetektor reflektiert. Die unterschiedlich große Reflexionsabstand - bedingt durch die unterschiedliche Dicke der gegossenen Folie - verschiebt den Winkel der rückgestreuten Lichtes und damit die Lage des auf den Lineardetektor auftreffenden Reflexionsstrahls.

Dadurch kann die Oberfläche der gegossenen Grünfolie berührungsfrei abgetastet werden und die relative Dicke zur eingestellten Solldicke ermittelt werden.

Durch die Messung erhält man ein exaktes Bild der Dickenverteilung sowohl längs der Grünfolie als auch durch die Anzahl der Lasersensoren quer zur Folie.

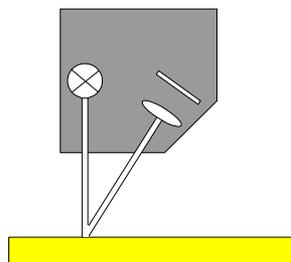


Abbildung 4: Systematische Darstellung der laseroptischen Triangulationsmessmethode

Die Auswertung der Messwerte ergibt eine Grafik, die einen schnellen Überblick der Dickenverteilung der kompletten Gießcharge ermöglicht (siehe Abb. 5).

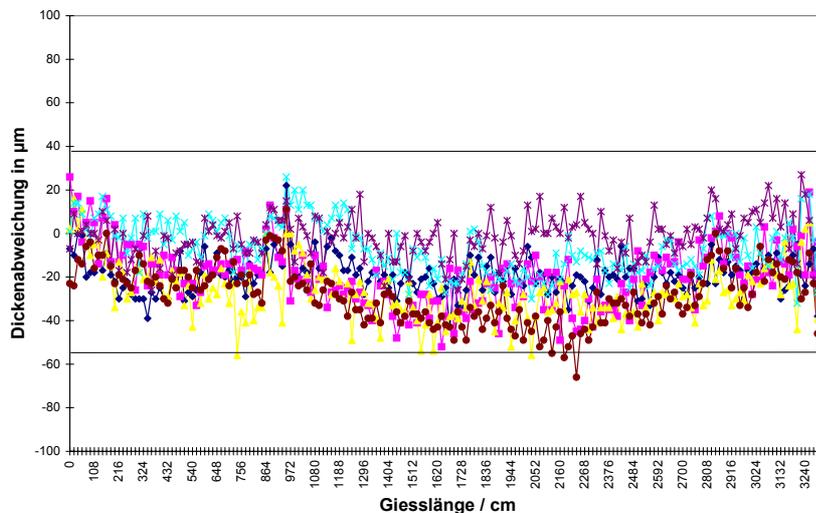


Abbildung 5: Grafik der Dickenverteilung einer 500µm dicken Grünfolie

8 Weitere geplante Vorgehensweise

Am Lehrstuhl für Glas und Keramik sollen die rheologischen Eigenschaften des Testschlickers weiter an den vorgegebenen Schlicker angepasst und Abhängigkeiten von der Zusammensetzung des Schlickers hinsichtlich des Feststoff-, Lösemittel- und Organikgehaltes sowie von den Mengenverhältnissen untersucht werden. Am optimierten Testschlicker werden anschließend temperaturabhängige rheologische Untersuchungen unter verschiedenen Versuchsbedingungen durchgeführt, um eine Aussage über stabile Arbeitsbereiche des Schlickers zu treffen.

Am Lehrstuhl für Polymerwerkstoffe werden orientierende Geschwindigkeitsmessungen im Gießschuh mittels LDA an transparenten ungefüllten Modellfluiden (Silikonöle AK 5000 / AK 10000 sowie Triton X-100) durchgeführt.

Außerdem erfolgt die Überprüfung der Einsatzfähigkeit des entwickelten gefüllten Modellsystems (Triton X-100 / PMMA) sowohl im Hinblick auf Einhaltung der Transparenz als auch in Bezug auf die Stabilität des ausgewählten gefüllten Systems (Einfluss durch Sedimentation der Partikel).

Bei der Fa. KERAFOL werden die Ergebnisse des Lehrstuhls für Polymerforschung in die Konstruktion eines neuen Gießkastens einfließen. Durch die Anschaffung eines Gießkastens

sollen die Verbesserungen in die Produktion umgesetzt werden, um eine Optimierung der Dickenverteilung der gegossenen Folie zu erreichen. Der Vergleich der gemessenen Dickenverteilungen soll die Effektivität der geänderten Gießkastengeometrien und Schlickereigenschaften verifizieren.



Projekt II-3

Verbesserung der Prozesssicherheit bei der Formgebung mittels Schnecken-extrudern bei Massen für keramische Hochleistungswerkstoffe

Projektleitung

Dr. Peter Stingl

Tel.: 09123-77252

CeramTec AG

Fax: 09123-77465

91192 Lauf

Email: stingl.ceramtec@t-online.de

Projektpartner

Dr. Hermann Riedel

Tel.: 0761-5142103

Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik

Fax: 0761-5142110

Wöhlerstr. 11

79108 Freiburg

Prof. Dr. Carl-Otto Pels Leusden

Tel.: 0911-58801128

Fachhochschule Nürnberg

Fax: 0911-58805177

Fachbereich Werkstofftechnik

Email: co.pelsleusden@wt.fh-nuernberg.de

Wassertorstr. 8

90489 Nürnberg



Fachbereich
Werkstofftechnik

CeramTec
THE CERAMIC EXPERTS



1 Ziel

Für eine wirtschaftliche Großserienfertigung von extrudierten Bauteilen aus keramischen Hochleistungswerkstoffen sind robuste und beherrschte Technologien über die gesamte Prozesskette vom Rohstoff bis zum Fertigprodukt Voraussetzung. Gleichzeitig steigen die Kundenforderungen an Maßtoleranzen und Reproduzierbarkeit kontinuierlich an.

Unter dem Gesamtaspekt der Verbesserung der Prozesssicherheit und Kosten-optimierung der Fertigung von keramischen Komponenten über das Formgebungs-verfahren Extrudieren mittels Schneckenextrudern wurden in dem Verbundprojekt zwischen den Partnern CeramTec AG (Projektleitung), Fachhochschule Nürnberg Fachbereich Werkstofftechnik, Fraunhofer-Institut IWM sowie der im Unterauftrag eingebundenen Fa. DORST-Maschinen und Anlagenbau folgende Ziele formuliert:

- Entwicklung produktionsrelevanter Prüf- und Charakterisierungsverfahren für steifplastische Massen auf dem Gebiet der Hochleistungskeramik
- Verbesserung des Verständnisses der Verdichtungs Vorgänge bei der Extrudierformgebung steifplastischer keramischer Massen
- Entwicklung eines numerischen Simulationsverfahrens zur schnelleren und besseren Extrudierwerkzeugauslegung und Validierung der Simulationsmethode

2 Ausgangssituation

Im Rahmen der Konkretisierung des Projektes wurde festgelegt, die Entwicklung der Charakterisierungsverfahren für steifplastische Extrusionsmassen an 3 Werkstoffmassen mit unterschiedlichen Verformungsverhalten durchzuführen. Aus diesen Massen werden derzeit u. a. Serienbauteile (Sicherungskomponenten und Rohre) in großen Stückzahlen hergestellt.

Zu Beginn des Projektes wurde der aktuelle Kenntnisstand zu existierenden Charakterisierungsmethoden von keramischen Extrusionsmassen zusammengestellt und anhand dessen eine Reihe von potentiellen Charakterisierungsverfahren ausgewählt, deren Eignung für die gesteckten Ziele im Rahmen des Projektes überprüft werden sollen. Außerdem wurde festgelegt, an welchen Bauteilen die numerische Simulation des Extrudiervorgangs mittels der FEM-Methodik entwickelt werden soll.

3 Zusammenarbeit mit Partnern

Um die Zusammenarbeit besser aufeinander abzustimmen und die Koordination des Projektes zu vereinfachen wurden konkrete Arbeits- und Zeitpläne erarbeitet. Das Projekt wurde in zwei Teilprojekte "Charakterisierungsverfahren steifplastischer keramischer Extrusionsmassen" (Schwerpunkt der FHN) und "Entwicklung eines numerischen Simulationsverfahrens für die Beschreibung der Extrusionsformgebung steifplastischer keramischer Massen" (Schwerpunkt IWM) aufgliedert. Die Aufgabe des Industriepartners CeramTec besteht schwerpunktmäßig in der Vorgabe der Ziele und Anforderungsprofile, der Masseaufbereitung und -lieferung sowie im Test, der Bewertung und ggf. in der Umsetzung der Teilergebnisse der Institute im Technikum bzw. in der Produktion. Durch regelmäßige Gesamt- und Teilprojekttreffen und einem ständigen Kontakt auf der Arbeitsebene wird der Know-how-Aufbau und -Transfer zwischen den Partnern sichergestellt.

Ergänzend zur internen Zusammenarbeit erfolgte im Berichtszeitraum ein gemeinsamer Besuch der Projektpartner bei der Fa. Braun in Friedrichshafen. Die Fa. Braun ist Hersteller von Mundstücken für Extruder. Im Rahmen ihrer Aktivitäten beschäftigt man sich ebenfalls mit der Charakterisierung von Extrusionsmassen und der Simulation des Extrusionsprozesses zur Werkzeugauslegung. Ziel dieses Treffens war zum einen ein Informationsaustausch und zum anderen eine Diskussion über die unterschiedlichen Ansätze, die auf dem Gebiet der Massecharakterisierung wie auch bei der Simulation begangen werden.

4 Berichte von den Projektpartnern

4.1 CeramTec AG, Lauf

4.1.1 Ausgangssituation

In einem ersten Treffen wurden die Projektziele und Aufgabenverteilungen zwischen den Partnern sowie die Werkstoffe, an denen die Untersuchungen durchgeführt werden sollen, festgelegt. Außerdem wurden konkrete Bauteile unter Benennung der Geometrie- und Toleranzanforderungen definiert, anhand derer die numerische Simulation des Extrudiervorgangs beispielhaft entwickelt werden soll. Ein Ishikawa-Diagramm für den Extrudierprozess wurde erstellt.

4.1.2 Durchführung der Arbeiten

Von den drei ausgewählten Versuchsmassen wurden in Laboraufbereitungen Massen mit unterschiedliche Feuchten sowohl in krümeliger Form, wie sie üblicherweise in der Produktion eingesetzt werden, und als vorextrudierte Vollstäbe hergestellt und den Projektpartnern FHN und IWM für Charakterisierungsuntersuchungen zur Verfügung gestellt.

4.1.3 Ergebnisse

Mit einem am Standort vorhandenen Parallelplattenplastometer wurden im Zusammenhang mit einem Werkstoffentwicklungsprogramm PPP-Charakterisierungsuntersuchungen durchgeführt. Variiert wurden der Feuchtegehalt und die Zugabemenge der Organik. Die Messergebnisse (Kurvenverläufe) lassen sich in 3 unterschiedliche Typen einteilen. Eine Zuordnung oder Auswertung der gemessenen Verläufe auf produktionstechnisch relevante Eigenschaften ist bisher jedoch nicht ersichtlich.

4.1.4 Ausblick / weitere Vorgehensweise

In einem Meilensteingespräch wurden einige Charakterisierungsmethoden für die weiteren Untersuchungen ausgewählt.

Die Daten aus den Parallelplattenmessungen unserer Versuchsmassen wurden der FHN zur Verfügung gestellt, um mit anderen Auswertemethoden evtl. Zusammenhänge zu Verarbeitungs- oder Produkteigenschaften zu erkennen.

4.2 Fachhochschule FHN, Nürnberg

Schwerpunkt „Entwicklung produktionsrelevanter Prüf- und Charakterisierungsverfahren für steifplastische Massen auf dem Gebiet der Hochleistungskeramik“

4.2.1 Ausgangssituation

Für die Ermittlung von rheologischen Stoffdaten zur Entwicklung eines produktionsrelevanten Prüfverfahrens bzw. eines Messverfahrens zur Masseentwicklung wurden bisher folgende Messmethoden herangezogen:

Tabelle 1: Verwendete Methoden

Apparat	Bestimmte Größe
Pfefferkorngerät	Fließgrenze (Schnelltest)
Linseis	Fließgrenze, Bildsamkeit als Funktion des Druckes, Zuges
Parallelplattenplastometer	Fließgrenze als Funktion sehr hoher Drücke
Barelattograph	Gewichtsverlust, Trockenschwindung

Untersucht wurden Mischungen aus Polymeren und keramischen Hochleistungspulvern mit verschiedenen, auf nass bezogenen Feuchten:

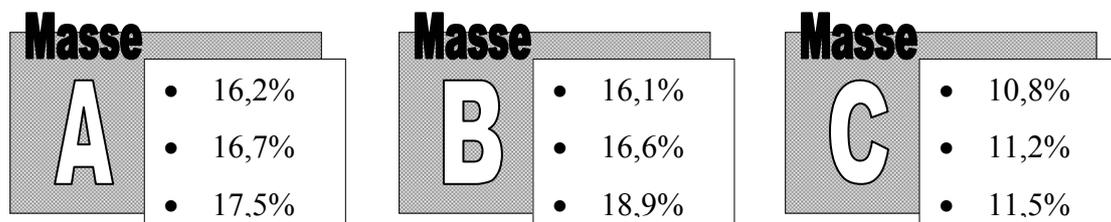


Bild 1: Untersuchte Massen und Feuchten

4.2.2 Ergebnisse

Im Laufe der Untersuchungen traten deutliche Unterschiede zwischen den einzelnen Massen auf. Besonders anschaulich kann dies anhand der Auswertung des Parallelplattenplastometers gezeigt werden.

Masse A, die sich als die weichste, plastischste erwies, zeigt nach einem Maximum einen starken Rückgang der Fließgrenze und somit eine wesentliche Druckabhängigkeit. Das ist vermutlich auf Texturbildung innerhalb der Masse im Laufe der Messung zurückzuführen. Masse B zeigt eine weitgehend druckunabhängige Fließgrenze, die fast doppelt so hoch liegt wie die der Masse A. Masse C zeigt eine überaus starke Abhängigkeit der Fließgrenze vom hydrostatischen Druck, was darauf schließen lässt, dass während der Verformung die trockene Reibung zwischen den einzelnen Massekörnern eine beachtliche Rolle spielt. Dadurch lässt sich auch der deutlich höhere hydrostatische Druck bei der Formgebung solcher Massen erklären.

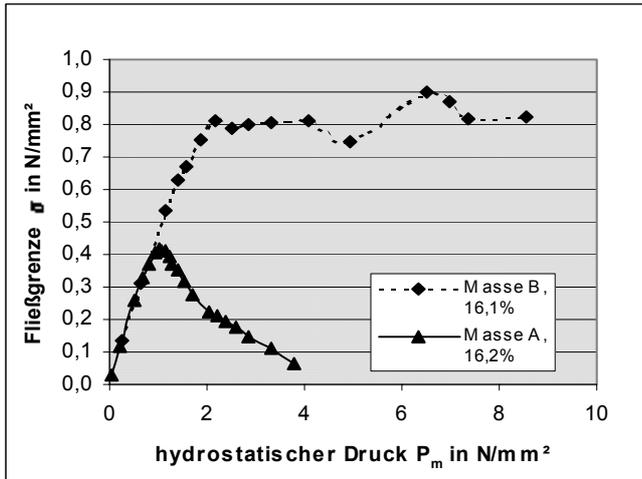


Bild 2: Diagramm Massen A und B

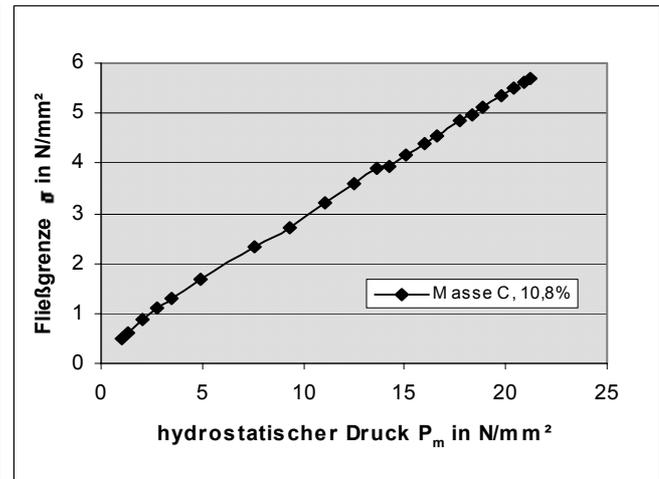


Bild 3: Diagramm Masse C

4.2.3 Ausblick

Da sich besonders beim Pfefferkornapparat, aber auch beim Parallelplattenplastometer die Probenpräparation als wichtige Einflussgröße erwiesen hat, soll in Zukunft die Herstellung der Probekörper nicht mehr von Hand, sondern maschinell erfolgen. Davon wird sich eine Verringerung der Standardabweichung versprochen. Zusätzlich zu den bisher eingesetzten Charakterisierungsverfahren sollen weitere Methoden (verschiedene Kapillar-Rheometer) auf ihre Eignung für die festgelegten Ziele bewertet werden.

Die detaillierte Analyse einiger ausgewählten Verfahren in bezug auf deren Messgenauigkeit, Messungsstreuverhalten und Messempfindlichkeit wird sich anschließen, um darauf aufbauend ein Messverfahren zur Produktionskontrolle sowie ein Verfahren zur Masseentwicklung auszuwählen, die sowohl technologisch wie auch bzgl. des Messablaufs weiter optimiert werden.

4.3 IWM, Freiburg

Schwerpunkt: „Entwicklung der numerischen Simulation des Extrusionsprozesses für steifplastische Keramikmassen“

4.3.1 Experimentelle Ergebnisse

Im experimentellen Teil wurden Druckversuche und Reibwertuntersuchungen für drei Extrusionsmassen mit unterschiedlichen Feuchten durchgeführt. Bild 4 zeigt eine aufgenommene Spannungs-Dehnungskurve für die Extrusionsmasse B. Die Druckversuche zeigen einen geringen Geschwindigkeitseinfluss der Fließgrenze.

Wie erwartet, hängt die Fließgrenze deutlich von der Feuchte der Masse ab. Kriechversuche wurden bisher nur für Masse C durchgeführt.

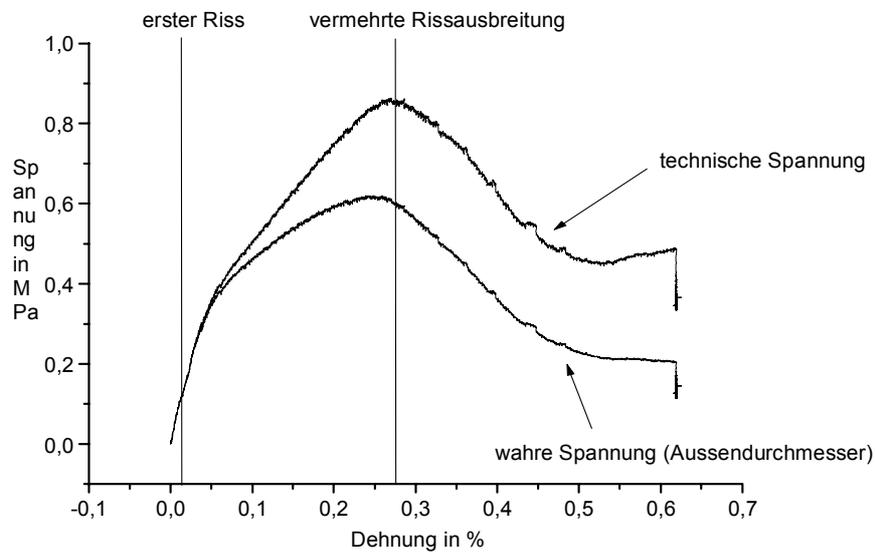


Bild 4: Nominelle und wahre Spannung für die Masse B mit 17,5% Feuchte und einer Belastungsgeschwindigkeit von 0,04 mm/s

Die Ergebnisse sowohl für einfache Druckversuche wie auch für Versuche in einer Triaxialanlage (Bild 5) zeigen ein geringes Kriechen des Materials bei Belastungen nahe der Fließgrenze.

Ob dies in der Simulation berücksichtigt werden muss, ist noch zu klären. Auch der gemessene Reibwert ist feuchteabhängig. Daneben nimmt der Reibwert mit zunehmender Normalkraft leicht zu. Der Einfluss des Extrudermaterials auf den Reibwert ist dagegen nur gering.

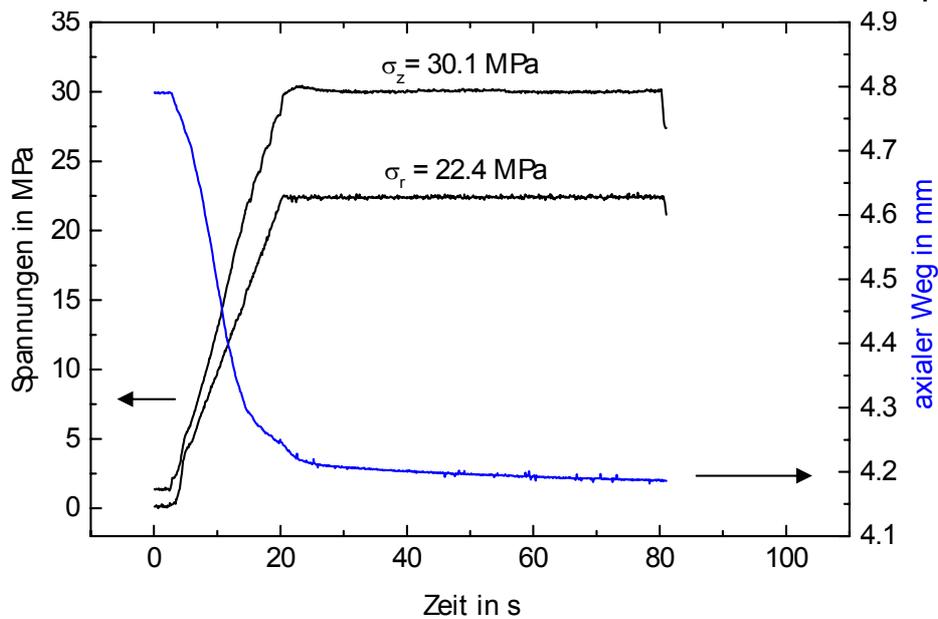


Bild 5: Aufgebrachte Spannung und axialer Weg für die Masse C mit 11,0% Feuchte

4.3.2 Simulation

Im Simulationsteil wurde ein FE-Netz für ein Sicherungsröhrchen erstellt (Bild 6). Weiterhin wurden erste Demorechnungen für eine einfache Testgeometrie durchgeführt. Die ersten Ergebnisse zeigen, dass die Simulation des Extrusionsvorgangs mit ABAQUS/Explicit prinzipiell möglich ist. Allerdings ist die notwendige Rechenzeit bis zum Erreichen eines Gleichgewichtszustandes schon für die einfache Testgeometrie mit relativ wenigen Elementen sehr lang.

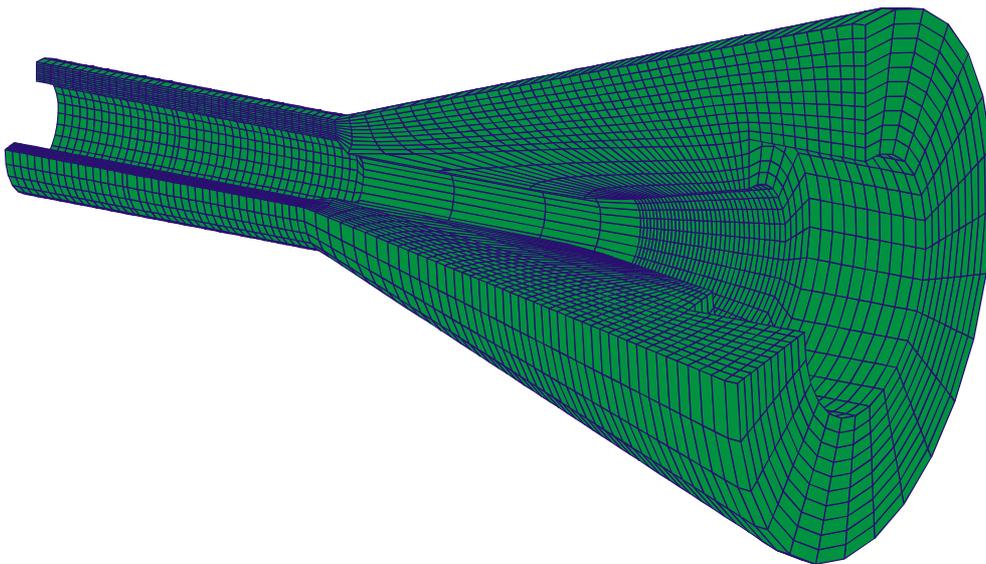


Bild 6: FE-Netz im Mundstück für das Sicherungsröhrchen

5 Ausblick

Aus den bisherigen Arbeiten hat sich klar herauskristallisiert, dass die in der Literatur beschriebenen und in der Praxis an plastischen Massen durchgeführten Vorgehensweisen zur Probenpräparation für die Charakterisierung von krümeligen, steifplastischen Massen bei weitem nicht ausreicht, um eine ausreichend hohe Charakterisierungsempfindlichkeit und -trennschärfe zu erzielen.

Deshalb werden die weiteren Arbeiten zur Entwicklung aussagefähiger Massecharakterisierungsverfahren schwerpunktmäßig auf die Optimierung der Probenpräparation und die detaillierte Analyse der Empfindlichkeit und Reproduzierbarkeit der Messverfahren ausgerichtet sein.

Parallel hierzu werden sich am IWM die weiteren Aktivitäten auf die Erarbeitung eines Materialgesetzes für die numerische Simulation des Extrudiervorganges für die verschiedenen Massen sowie auf die hierfür notwendigen speziellen Masse-untersuchungen konzentrieren.



Projekt II-4

Neue Wege zur Erhöhung von Integrationsdichte und Mehrfachnutzen hoch-integrierter keramischer Mehrlagenschaltungen

Projektleitung

Dr. Dieter Schwanke
Micro Systems Engineering
Schlegelweg 17
95180 Berg/Ofr.

Tel.: 09293-78174
Fax: 09293-7841
Email: Dr.Dieter.Schwanke@mse.biotronik-erlangen.de

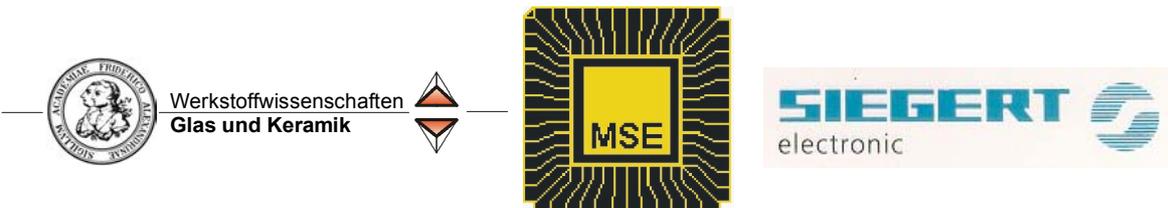
Projektpartner

Dipl.-Ing. Christa Schmaus
Siegert electronic GmbH
Pfannenstielstr. 10
90556 Cadolzburg

Tel.: 09103-50742
Fax: 09103-1789

Prof. Dr. Andreas Roosen
Universität Erlangen-Nürnberg
Lehrstuhl für Glas und Keramik
Martensstr. 5
91058 Erlangen

Tel.: 09131-8527547
Fax: 09131-8528311
Email: roosen@ww.uni-erlangen.de



1 Ziel

LTCC als Technologie für mehrlagige Verdrahtungsträger alternativ zur Leiterplatte sowie zur Hochtemperatur-Al₂O₃-Keramik bietet eine Reihe von Vorteilen gegenüber diesen Technologien. Sie erlaubt den Einsatz von lötbaren und/oder bondbaren Außenmetallisierungen, es lassen sich hohe Packungsdichten aufgrund einer hohen Strukturauflösung realisieren, sie bietet eine hohe Widerstandsfähigkeit gegen extreme Umwelteinflüsse und sie lässt aufgrund der niedrigen Sinter Temperatur die Verwendung hochleitfähiger Metalle (Ag, Au, Cu) als Metallisierung zu. Um sowohl die Produktivität als auch die technologische Performance der LTCC-Technologie gegenüber konkurrierenden Technologien zu erhöhen, wird zum einen angestrebt, die Anzahl der Nutzen je Substrat und damit die Substratgröße zu erhöhen und zum anderen Fine Pitch- und Fine Line-Strukturen zu generieren, die eine Alternative zu z. B. Dycorate- oder Dünnfilm-Strukturen darstellen.

2 Ausgangssituation

Inhomogenitäten im Tapematerial, in der Pastenverteilung im Mehrlagenkeramiksubstrat, im Laminierdruck als Funktion des Ortes und/oder im Sinterbrand haben während des Cofirings eine lokal inhomogene Schrumpfung zur Folge.

Dies führt zu einer zufälligen Verzerrung der Cofirestrukturen auf der Oberfläche (Distortion), die eine Anbindung von Postfirestrukturen, eine kontinuierliche Bauteilbestückung und Drahtbonden bei Standardpitches sehr erschwert und bei Fine Line-Strukturen nahezu unmöglich macht. Ein weiterer Effekt inhomogener Schrumpfung ist eine Substratdurchbiegung, die bei sehr großen Substraten (>6"x6") in der Weiterverarbeitung im Mehrfachnutzen ebenfalls bei Druck und Bestückung zu Problemen führt. Eine Verringerung der aktuellen Distortion von ca. $\pm 100\mu\text{m}$ (4"x4") sowie einer Durchbiegung von 0,3% ist deshalb unbedingt erforderlich.

3 Charakterisierung verschiedener LTCC-Systeme

3.1 Vorgehensweise und Aufgabenzuordnung

Zur Bearbeitung der oben genannten Problematik wurden der Universität Erlangen-Nürnberg Muster der von den Firmen MSE und Siegert verwendeten Grünfolien zur Charakterisierung übergeben. Am Lehrstuhl Glas und Keramik wurde ein optische Dilatometer zur Untersuchung der Schwindungs- und Verzugsproblematik beschafft und aufgebaut. Es wurden bereits erste Tests durchgeführt. MSE konzentrierte sich auf die Untersuchung der Schrumpfung als Funktion des Metallisierungsgrades sowie die Bestimmung der kritischen Prozessparameter, die für eine nichthomogene Schrumpfung verantwortlich sind und die Basis der Arbeiten an der Universität darstellen. Die Fa. Siegert / Via electronic befasste sich zunächst mit der mikroskopischen Untersuchung metallisierter Substrate.

Die Abstimmung der gemeinsamen Aktivitäten erfolgte bisher in drei Projekttreffen.

3.2 Erste Ergebnisse

3.2.1 Grüne Folien

Am Greentape 951AX und 951A2 der Fa. DuPont, der LTCC Folie A6 der Fa. Ferro und am Heratape CT700 der Fa. Heraeus wurden zunächst die **Dicke und Dichte** durch Ausmessen und Wiegen, die **Oberflächenrauigkeit** berührungsfrei mit einem Laserprofilometer und die **mechanische Festigkeit** im Zugversuch bestimmt.

Die **chemische Zusammensetzung** wurde nasschemisch und der **Phasenbestand** röntgenographisch ermittelt. In einem Hochtemperaturröntgendiffraktometer wurde die **Änderung des Phasenbestandes** als Funktion der Temperatur, mit TGA (Thermogravimetrische Analyse) und DSC (Differential-Scanning-Calorimetry) der **Ausbrand der Organik** verfolgt.

Zur Untersuchung des **Erweichungsverhaltens der Glasphase** wurde versuchsweise die TMA (Thermo-Mechanische Analyse) eingesetzt. Die ersten Versuche waren vielversprechend. Ob mit diesem Verfahren auch das Erweichungsverhalten der Organik erfasst werden kann, erfordert entsprechende Experimente.

3.2.2 Gesinterte Keramik

Es wurden Grünfolien unlaminiert entsprechend dem Temperaturprofil der Fa. MSE und Siegert gesintert. An diesen gesinterten Tapes wurde die **Oberflächenrauigkeit** sowohl berührungsfrei (Laserprofilometer) als auch mit einem mechanischen Profilometer der Fa. Perthen bestimmt.



Der **Phasenbestand nach Sintern** wurde mit dem Röntgendiffraktometer und die **thermische Leitfähigkeit** mit einer Xenonblitzapparatur gemessen. Desweiteren wurde der **spezifische Durchgangswiderstand** bestimmt. Auf die Hochtemperatur-diffraktometrie wurde wegen der Schwierigkeiten bei der Phasenanalyse im grünen Zustand zunächst verzichtet.

Die Greentapes 951AX und 951A2 sind in der chemischen Zusammensetzung, Art und Gehalt an Organik und im Phasenbestand identisch. Dies bestätigt sich auch bei den thermischen Charakterisierung mittels TGA und DSC. Der Glühverlust beider Folien liegt um 11%. Auch die Bruchspannung (2.1 bzw. 2.6 MPa) und Zugdehnung (22 bzw. 23%) unterscheiden sich nicht signifikant. Das eigentliche Unterscheidungsmerkmal der Tapes ist die Dicke (AX 250µm, A2 165 µm). Die Folien enthalten einen relativ hohen Anteil an Aluminiumoxid in Form von Korund und bestehen aus einer Glasfritte mit den Hauptbestandteilen PbO, CaO, SiO₂ und B₂O₃. Der Ausbrand der Organik ist zweistufig und exotherm mit Maxima in der DSC bzw. DTG (Differential-Thermogravimetrie) bei 190-210°C bzw. 340-360°C und ist bei ca. 500°C abgeschlossen. Die Zuordnung zum Bindertyp steht noch aus. Die Glasphase beginnt bei 650°C zu erweichen und zeigt eine starke Erniedrigung der Viskosität ab 760°C. Ab 840°C beginnt aus der Glasphase Anorthit auszukristallisieren. Temperaturen über 870°C führen zu keiner Erhöhung des Anorthitgehalts. Die Tapes enthalten nach dem Sintern deutliche Anteile an Glasphase.

Das Heratape der Fa. Heraeus unterscheidet sich erheblich von den DuPont-Folien. Die Dichte ist mit 1.75 g/cm³ im Vergleich zu DuPont (2.15 g/cm³) deutlich niedriger. Der Gehalt an Organik liegt bei nur 8%, die Zugdehnung ist damit erwartungsgemäß mit 12% deutlich niedriger. Die maximale Zugspannung ist allerdings um mehr als den Faktor 2 höher, nämlich 5.8 MPa. Dies deutet ebenso wie der Ausbrand der Organik (dreistufig und exotherm mit Maxima in der DSC- bzw. DTG-Kurve bei 220-230°C, 295-315°C und 400°C, abgeschlossen bei ca. 460°C) auf die Verwendung einer anderen Organik hin. Die Dicke des Tapes liegt in dem Bereich der DuPont-Produkte. Als kristalline Bestandteile enthält die Grünfolie Korund und Willemit (Zinksilikat). Der Al₂O₃-Gehalt ist mit 18% deutlich niedriger. Das Tape enthält nur 0.66% PbO. Die Erniedrigung der Viskosität wird über die Zugabe von ZnO erreicht. Weitere Hauptkomponenten sind SiO₂, BaO und SrO. Die Glasphase beginnt bei 750°C zu erweichen. Ab 870°C beginnt aus der Glasphase Celsian und ein anderes BaAl-Silikat auszukristallisieren, wohingegen das Zinksilikat mit zunehmender Temperatur unter Bildung von Glasphase verschwindet. Die Ausgangsphasen Korund und Willemit verschwinden beim Sintern nicht vollständig.

Die Tapes der Fa. Ferro waren im Vergleich zu DuPont und Heraeus wegen ihrer geringen mechanischen Festigkeit nur schwer zu handhaben. Dies äußert sich in geringen Werten für Bruchspannung und max. Dehnung (1.7 MPa, 6%). Die Dicke des Tapes liegt mit ca. 125µm deutlich unter der Dicke der anderen Produkte. Die Dichte ließ sich durch Ausmessen und Wiegen mit ca. 1.5 g/cm³ nur sehr ungenau bestimmen. Der Gehalt an Organik ist mit 18% sehr hoch. Das Tape ist bleifrei und enthält als Hauptkomponenten SiO₂, CaO, B₂O₃ und SnO₂. Die Phasenanalyse im grünen Zustand ist wegen der schlechten Kristallinität des Materials sehr schwierig. Wahrscheinlich wird als kristalliner Rohstoff Wollastonit eingebracht. Der Ausbrand der Organik ist ähnlich wie beim Heratape (dreistufig und exotherm mit Maxima in der DSC- bzw. DTG-Kurve bei 210-230°C, 290-320°C und 440°C, abgeschlossen bei ca. 490°C). Die Glasphase erweicht ab ca.700°C unter deutlicher Verringerung der Viskosität.

3.2.3 Aufbau und erste Erfahrungen mit dem optischen Dilatometer

Mit dem Einsatz dieses neuen Verfahrens soll das Verformungsverhalten der Grünfolien beim Ausheizen und Sintern in Abhängigkeit von den Prozessparametern in allen drei Raumrichtungen als Funktion der Temperatur untersucht werden. Das im Juni 1999 gelieferte Gerät ist ein Prototyp, an dem z. Z. notwendige Anpassungen und Nachbesserungen vorgenommen werden. Der ursprünglich vorgesehene geschlitzte feuerfeste Probenträger erlaubt eine Beobachtung der Dimensionsänderung im Durchlicht nur im Bereich der Sägeschnitte. Durch die Verwendung einer Unterlage aus Kieselglas hingegen wird die Beobachtung des Schattenrisses der ganzen Probe bei gleichmäßiger Bildausleuchtung möglich. Reaktionen zwischen Folie und Kieselglasunterlage oder ein Festkleben sind bei den ersten Versuchen nicht aufgetreten. In die Probenauflagefläche der Kieselglasplatte wurden zusätzlich drei durchgehende, parallellaufende Sägeschnitte mit einer Tiefe von ca. 1mm eingebracht, um die Dickenänderung der Folien während der thermischen Behandlung an 3 Stellen ungestört beobachten zu können. Zum Schutz der Probe gegen die thermische Strahlung der Heizelemente wird ein kurzes, beidseitig offenes Aluminiumoxidrohr verwendet. Um eine seitliche Beobachtung der Folie auf der ganzen Länge zu ermöglichen, wurden noch Teile des Rohrmantels beidseitig entfernt. Damit lässt sich die Dickenänderung sowie mögliche Verwölbungen der Folien seitlich beobachten. Zu dem werksseitig eingebauten Proben-thermoelement, das der direkten Strahlung der Heizelemente ausgesetzt und zu weit von der Probe entfernt ist, wurde ein zusätzliches Thermoelement für die Messung der Proben-

temperatur eingebaut, das die Temperatur direkt auf der Probenunterlage in Probennähe erfasst.

3.2.4 Untersuchungen zur Minimierung der Distortionwerte anhand der Schrumpfung

Funktion des Metallisierungsgrades

Einer der wichtigsten Faktoren für eine erfolgreiche Schaltungsrealisation ist die exakte Kenntnis der Sinterschrumpfung und ihre Einflussfaktoren. Ein entscheidender Faktor neben dem Laminierdruck ist der Metallisierungsgrad, der bei zwei verschiedenen Tapedicken ($A_2 \cong 165 \mu\text{m}$, $A_X \cong 254 \mu\text{m}$) in einer Variation von 0%, 15%, 35%, und 55% anhand von 4- resp. 6-lagigen, ca. 0,81mm dicken Testsubstraten (Abb.1 und 2) unter Einhalten konstanter Laminierbedingungen untersucht wurde.

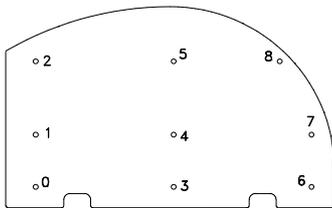


Abb.1: Messraster auf dem Toplayer

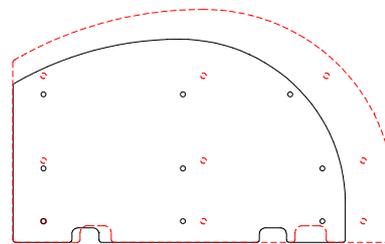


Abb.2: D-Shape Substrat vor und nach Sintern

Das Raster auf den D-Shape Substraten (typische Substratform für spezielles Produkt) besteht aus 8 Messpunkten und einem mit 0/0 gekennzeichneten Bezugspunkt.

Die Verschiebung der Messpunkte zum Bezugspunkt, charakterisiert durch x/y-Koordinaten, wurde als Schrumpfung des Materials an dieser Stelle definiert.

Zur Bestimmung des Schrumpfungsfaktors wurden die Strecken 0-2; 3-5; 6-8; 0-6; 1-7; 2-8; 2-6 nach folgender Formel berechnet:

$$L_{02} = \sqrt{(x_1 - x_0)^2 + (y_1 - y_0)^2}$$

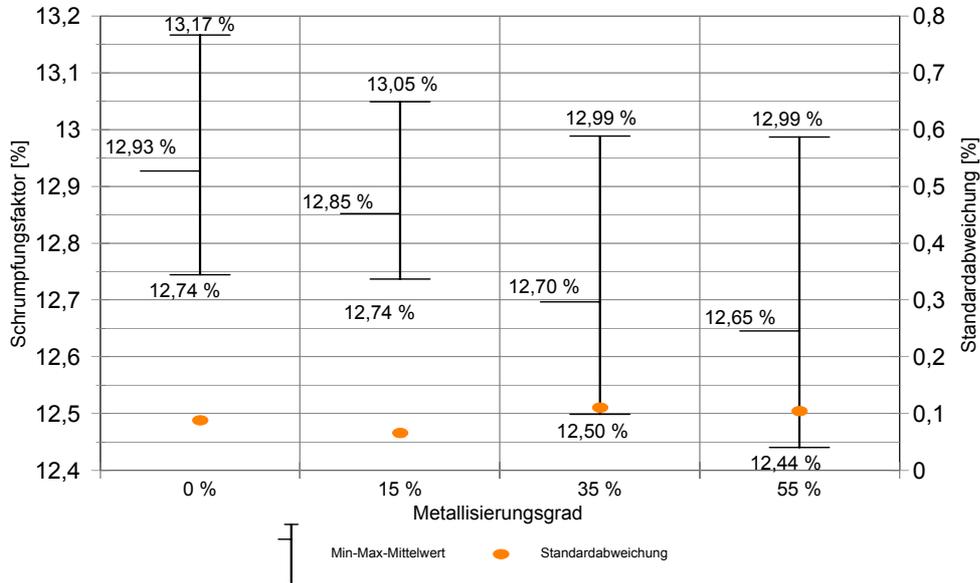
(für z.B. Abstand der Messpunkte 0 und 2)

Für die Berechnung der Schrumpfung einer Strecke gilt:

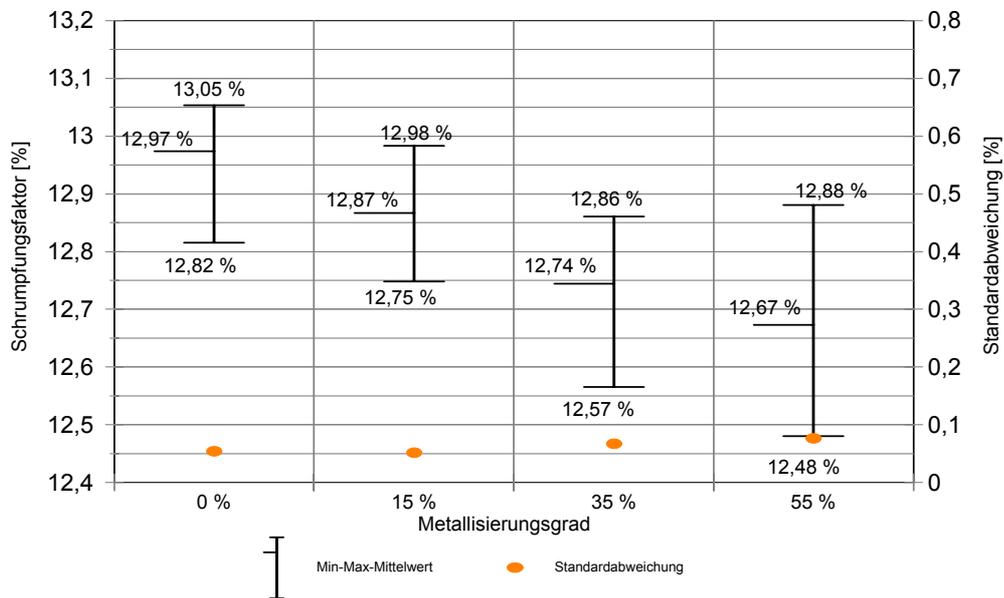
$$S_{02} = \left(1 - \frac{L_{02}}{L_{02 \text{ Designwert}}} \right) \cdot 100\%$$

Die beiden folgenden Diagramme zeigen den Einfluss des Metallisierungsgrades bei zwei unterschiedlich dicken Tapes der Firma DuPont bedruckt mit DuPont-Pasten.

Einfluß des Metallisierungsgrades auf den Schrumpfungsfaktor (DP 951 A2)



Einfluß des Metallisierungsgrades auf den Schrumpfungsfaktor (DP 951 AX)



Die Untersuchung zeigt folgende Einflussgrößen:

Bei einer Erhöhung des Metallisierungsgrades um 10% verringert sich die Schrumpfung des Substrates um 0,05 %. Dies gilt für beide untersuchten Tapedicken (AX, A2). Auffällig war allerdings, dass die Streuung beim dünneren Tape A2 deutlich höher war. Die Ursache hierfür liegt in der relativ geringen Kompressibilität dieses Tapematerials, die sich bei der geringeren Tapedicke stärker auswirkt.



Neben diesem Metallisierungseffekt als einer Ursache beeinflussen eine Reihe weiterer Faktoren, deren Untersuchung in Vorbereitung ist, die Schrumpfung bzw. deren Inhomogenität.

3.2.4 Arbeiten zur Minimierung von Welligkeit und Durchbiegung an großformatigen Schaltungen oder Mehrfachnutzen (> 4"x4")

1. Prozesscharakterisierung Sintern

Es wurden Untersuchungen zum Verhalten der gebrannten Keramik in Abhängigkeit der Sinterprofile im Kammerofen an Heratape CT 700 und DuPont LTCC 951 durchgeführt sowie der Einfluss unterschiedlicher Settermaterialien auf die Oberflächenqualität der Substrate nach dem Sintern bestimmt. Untersucht wurden die Parameter: Durchbiegung, Oberflächenrauigkeit, Welligkeit, Postfiringstabilität. Einbezogen in die Untersuchungen wurden die Vorprozesse isostatisches Laminieren und die Nachfolgeprozesse Postfiring und Laserscribing.

2. Ermittlung des Schrumpfungsverhaltens

Das Schrumpfungsverhalten ist die wesentliche Kenngröße für die gesamte Prozessführung und wird bei allen Untersuchungen mit einbezogen. Gemessen wurde die Schrumpfung in x, y und z-Richtung.

3. Topologieeffekte

Untersucht wurde der Einfluss der innenliegenden Metallisierung auf die Topologie der Substratoberfläche. Dazu wurden die Höhenunterschiede an der Substratoberfläche über den Metallisierungen gemessen.

4. Analytische Untersuchungen

Mikroskopische Untersuchungen von Querschliffen wurden an besonders exponierten oder auffälligen Stellen durchgeführt wobei Übergängen zwischen den unterschiedlichen Materialsystemen bezüglich Homogenität und Fehlstellen besondere Aufmerksamkeit geschenkt wurde.

5. Bisherige Ergebnisse

Die Herstellungen von Mehrlagensubstraten von bis zu 6 Zoll konnte durchgeführt werden. Für die Weiterverarbeitung zu elektrischen Schaltkreisen sind noch wesentliche Verbesserungen bezüglich Oberflächenqualität, Topologie und der Schrumpfungskonstanz zu erarbeiten.

4 Darstellung der Ergebnisse

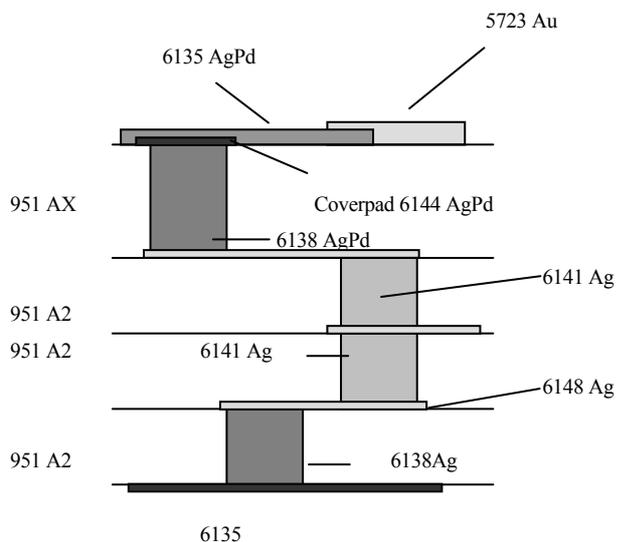
Tabelle 1: Durchbiegung und Welligkeit in Abhängigkeit der Substratgröße

Substratgröße gebrannt:	6x6 Zoll	4,5x4,5 Zoll	3x3 Zoll
Durchbiegung in μm	380	90	50
Welligkeit in μm	110	30	20

Tabelle 2: Schrumpfung in Abhängigkeit des Laminierdrucks (Einstellwert):

DuPont 951 3AX/1AT							
Laminierdruck in kPa	250	300	325	350	380	400	430
Schrumpfung X in %	12,950	12,854	12,840	12,821	12,783	12,624	12,599
Schrumpfung y in %	13,035	12,924	12,789	12,771	12,733	12,644	12,602
Heraeus CT 700-12 3Lagen							
Laminierdruck in kPa	245					400	450
Schrumpfung X in %	14,198					14,592	14,299
Schrumpfung y in %	13,850					14,244	14,212

Analytische Untersuchungen: Fehleranalyse an thermischen Vias



Cofire:

- Viafill 6138, 6141
- Leiterbahn 6148
- Coverpad 6144

Postfire:

- Leiterbahn 6135
- Bondgold 5723

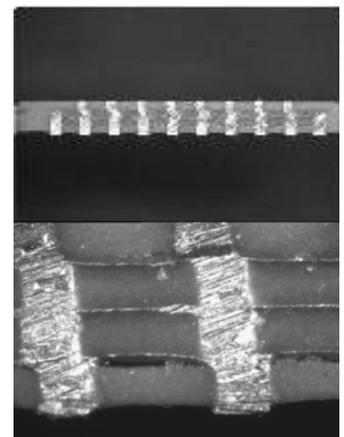


Abb.3: Delaminationserscheinungen an AgPd-Vias hoher Konzentrationsdichte

5 Ausblick und weitere Vorgehensweise

Neben der weiteren Einarbeitung und Optimierung der beschafften Geräte werden im weiteren Verlauf verstärkt Zwischenprodukte aus den jeweiligen Fertigungen der Firmen MSE und Siegert entnommen bez. Teststrukturen nach fertigungsrelevanten Methoden zur Bestimmung des Schwindungsverhaltens hergestellt und in die Untersuchungen in Erlangen einbezogen. Daraus werden Erkenntnisse über den Einfluss von Prozessparametern auf das Schwindungsverhalten abgeleitet. Im weiteren Verlauf des Projektes werden aus diesen Daten und den Charakterisierungsdaten der Folien Prozessvarianten entwickelt und ihr Einfluss untersucht, um die angestrebten verbesserten Positionsgenauigkeiten und geringeren Durchbiegungen zu realisieren. Am Ende steht die Überführung der Erkenntnisse in die Fertigung.

6 BEREICH III : NEUE KERAMISCHE PRODUKTE UND ANWENDUNGEN

Projekt III-2: Herstellung mehrlagiger keramischer Flachmembranen für die Querstromfiltration durch Co-firing

Projekt III-3: Optimierung der Lebensdauer an dynamisch belasteten piezo-keramischen Biegewandlern

Projekt III-4: Konstruktionsteile aus Zirkonoxid für die Textilmaschinenindustrie



Projekt III-2

Herstellung mehrlagiger keramischer Flachmembranen für die Querstrom-filtration durch Co-firing

Projektleitung

Dipl.-Ing. Franz Koppe

Tel.: 09645-8812

Kerafol GmbH

Fax: 09645-8840

92676 Eschenbach i.d.Opf.

Email: kerafol.com@t-online.de

Projektpartner

Prof. Dr. Günter Ziegler

Tel.: 0921-555500

Universität Bayreuth

Fax: 0921-555502

Lehrstuhl Keramik und Verbundwerkstoffe

95440 Bayreuth

Email: Guentel.Ziegler@uni-bayreuth.de



1 Einleitung

Zu Beginn des Projekts wurden die Verknüpfungspunkte der Zusammenarbeit zwischen den Projektpartnern aktualisiert. Ziel in der Anfangsphase war die Integration von neuartigen Bindern in den Aufbereitungsprozess von Beschichtungssuspensionen. Dazu wurden Untersuchungen mit Al_2O_3 -Suspensionen zur Herstellung von Mikrofiltrationsmembranen (Porengröße $0,2 \mu\text{m}$) und mit ZrO_2 -Suspensionen zur Herstellung von Ultrafiltrationsmembranen (Porengröße 60 nm) durchgeführt. Mittels dieser Beschichtungssuspensionen wurden erste Proben über ein Co-firing-Verfahren, d. h. über eine einstufige Sinterung mehrerer Membranschichten, angefertigt.

2 Experimenteller Teil

- Herstellung von Al_2O_3 -Suspensionen mit neuen Bindern für Mikrofiltrationsmembranen (Porengröße von $0,2 \mu\text{m}$).
- Herstellung von ZrO_2 -Suspensionen aus Nanopulver für Ultrafiltrationsmembranen (Porengröße von 60 nm).
- Herstellung der Membranen durch Co-firing: Dabei wurden die Substratkörper über ein Spin-coating-Verfahren mehrfach beschichtet und einem einstufigen Sinterprozess unterzogen.

Charakterisierungsmethoden für die Beschichtungssuspensionen und Membranen:

Lasergranulometrie	→ Partikelgrößenverteilung
ESA	→ Bestimmung des isoelektrischen Punkts der Suspensionen Bestimmung des Einflusses organischer Additive auf die Oberflächenladungen der Pulver
REM	→ Qualität der Beschichtungen, Haftung und Schichtdicke
Testfiltrationen	→ Bestimmung der Permeabilität (Wasserwert) Bestimmung des Rückhaltevermögens (cut-off)

3 Ergebnisse

3.1 Mikrofiltrations-Membranen

3.1.1 Herstellung der Beschichtungssuspensionen mit neuen Bindern

Bei den Untersuchungen zur Herstellung einer stabilen und für den Beschichtungsprozess geeigneten Suspension kamen fünf unterschiedliche Binder zum Einsatz. Zunächst ergaben sich Schwierigkeiten durch eine verstärkt auftretende Sedimentation der Al_2O_3 -Partikel nach Zugabe der jeweiligen Binder. Mit Hilfe der ESA-Messungen konnte eine Optimierung der Charakterisierung der Suspensionen erreicht werden. Die Ausfällungen konnten durch die Zugabe der Binder und Dispergatoren in einer definierten Reihenfolge reduziert werden. Konzentrationsabhängige ESA-Messungen lieferten Aussagen über die optimalen Anteile der zugegebenen organischen Additive. Außerdem konnte die Menge an organischem Lösungsmittel auf ein Drittel reduziert werden.

Bei der Fa. Kerafol wurden Beschichtungsversuche mit den modifizierten Suspensionen durchgeführt. Dabei zeigte sich, dass

- die Suspensionen stabil sind.
- die Viskosität der Suspensionen und das Benetzungsverhalten auf dem Substrat für das Beschichtungsverfahren (Spin-coating) gut geeignet sind.

3.1.2 Co-firing

Als Einstieg in die Co-firing-Versuche wurden bei der Fa. Kerafol 2-lagige Lamine durch das Spin-coating-Verfahren direkt auf die Trägermembran aufgebracht und nach einem Standardprogramm gesintert. Eingesetzt wurden die oben beschriebenen Mikrofiltrations-Beschichtungssuspensionen (Porengröße $0,2 \mu\text{m}$).

REM-Untersuchungen zeigten, dass die Membranschichten auf dem Substrat homogen aufgebracht wurden und keine Risse in den Oberflächen auftreten. Die Bruchflächen-Untersuchungen ergaben, dass die Beschichtungen auf der Substratfolie gut haften und keine Delamination zwischen den einzelnen Schichten stattfindet. In den Abbildungen 1 und 2 sind als Beispiel die REM-Aufnahmen der Oberfläche und Bruchfläche einer Co-firing-Beschichtung mit Binder 1 gezeigt (Mikrofiltrationsmembran / Porengröße $0,2 \mu\text{m}$).

Die Co-firing-Proben wurden mit konventionell hergestellten Mikrofiltrations-Membranen der Fa. Kerafol verglichen (zweimalige Sinterung, Standardbinder). Die REM-Aufnahme in Abbildung 3 zeigt eine derartige Membran. Tabelle 1 zeigt einen Vergleich verschiedener Charakteristika zwischen den Co-firing-Proben und der Standardmembran der Fa. Kerafol.

Aufgelistet sind das Gewicht der Beschichtung, die Schichtdicke (ermittelt aus den REM-Aufnahmen) und der gemessene Wasserwert.

Tabelle1: Charakteristika der Co-firing-Beschichtungen mit verschiedenen Bindern

Binder in Suspension	B1	B2	B3	B5	B6	Binder (Fa. Kerafol)
Gewicht der Beschichtung [g]	0,43	0,43	0,57	0,53	0,43	0,18
Schichtdicke [µm]	23	20	33	28	22	8
Wasserwert nach 10 min [l/m ² h bar]	339	386	377	311	264	1055

Es zeigte sich, dass die Co-firing-Membranen ein deutlich höheres Gewicht und eine größere Schichtdicke aufweisen als die konventionell hergestellte Membran. Die Permeabilitätswerte (Wasserwerte) der neuen Membranen liegen generell niedriger als die der Standardmembran. Dies ist wahrscheinlich nicht auf eine veränderte Porenmorphologie, sondern auf die erhöhte Schichtdicke zurückzuführen. Die Schichtdicken müssen deshalb optimiert werden, um die Permeabilität zu erhöhen.

Zusammenfassend ergaben die REM-Untersuchungen, dass mit Hilfe der neuen Binder die Rissbildung und Delamination mehrerer Schichten vermieden werden können und dadurch die Herstellung der Membranen durch einen einstufigen Sinterzyklus (Co-firing) ermöglicht wird.

3.2 Ultrafiltrations-Membranen

3.2.1 Herstellung der Ausgangssuspension aus ZrO₂-Nanopulver

Für die Herstellung von Ultrafiltrations-Membranen wurden ZrO₂-Nanopulver verwendet. Das Pulver liegt im Anlieferungszustand stark agglomeriert vor. Die Aggregate bestehen aus ca. 40 nm großen Primärpartikeln und sind teilweise bis zu 20 µm groß. Um einen maximalen Dispergierungsgrad zu erreichen, wurden unterschiedliche mechanische Dispergiervverfahren und die Wirkung verschiedener organischer Additive untersucht.

a. Mechanische Dispergiervverfahren:

Die ZrO_2 -Suspensionen wurden mittels Ultraschallsonotrode, Planetenkugelmühle und Rollenbock dispergiert.

Die Lasergranulometrie-Messungen ergaben, dass allein mit mechanischen Verfahren keine vollständige Dispergierung zu Nanopartikeln möglich ist.

b. Dispergatoren:

Im Rahmen dieser Arbeit wurde eine breite Palette verschiedener Substanzklassen (Polyacrylsäuren, Polymethacrylsäuren und kurzkettige Säuren) als Dispergatoren ausgewählt und deren Einfluss auf den Grad der Dispergierung mittels konzentrationsabhängiger ESA-Messungen und Lasergranulometrie-Messungen untersucht.

Abbildung 4 stellt das Ergebnis einer typische ESA-Messung dar. Generell zeigte sich, dass mit Zugabe des Dispergators eine Umkehrung der Ladung an der Oberfläche der ZrO_2 -Partikel erfolgt. Lasergranulometrie-Messungen während der Zugabe des Dispergators zeigten keine wesentliche Änderung der Partikelgröße bzw. deren Verteilung. Deshalb ist die Dispergierungswirkung der eingesetzten Stoffe gering.

Die deutliche Änderung der Oberflächenladung einerseits und die schlechte Dispergierungswirkung andererseits scheinen sich zu widersprechen. Zur Aufklärung dieses Sachverhalts ist eine engere Zusammenarbeit mit dem Pulverhersteller geplant. Dadurch sollte es möglich sein, Informationen über die Oberflächenbeschaffenheit der ZrO_2 -Partikel und deren Stabilität in Wasser zu erhalten.

3.2.2 Co-firing-Versuch für Ultrafiltrations-Membranen

Mit den neuen Bindern wurde eine ZrO_2 -Schicht direkt auf die ungesinterte Al_2O_3 -Mikrofiltrations-Schicht im grünen Zustand mit dem Spin-coat-Verfahren aufgebracht und mit dem Co-firing Prozess weiter verarbeitet. Abbildung 5 zeigt beispielhaft die REM-Aufnahme der Bruchfläche einer solchen Membran. Es zeigte sich, dass durch die neuen Binder zwei unterschiedliche Schichten aufeinander und auf dem Substrat gut haften. Damit ist die grundsätzliche Eignung dieser Binder für den Co-firing Prozess verschiedener keramischer Beschichtungsmaterialien nachgewiesen.

4 Ausblick

Die Charakterisierung der hergestellten Proben, insbesondere der Ultrafiltrations-Membranen ist bis zum jetzigen Zeitpunkt noch nicht abgeschlossen. Hierzu werden in weiteren Schritten u. a. Untersuchungen zur Porosität (Porengrößenverteilung, Porenmorphologie) und zum Rückhaltevermögen (cut-off) durchgeführt.

Bei der Mikrofiltrationsschicht muss eine Optimierung der Schichtdicke erfolgen. Hierbei spielen sowohl die Zusammensetzung der Suspension als auch die Parameter des Spin-coating-Verfahrens eine Rolle. In Abhängigkeit von den verwendeten Lösemittelanteilen ergeben sich darüber hinaus Unterschiede im Benetzungsverhalten bei der Aufbringung mehrerer Schichten.

Zur Herstellung einer optimierten Ultrafiltrationsschicht müssen die Auswirkungen der verschiedenen Dispergiermethoden näher untersucht werden. Auf diese Weise soll die Reproduzierbarkeit der Aufbereitung der Beschichtungssuspensionen erhöht werden.

Schwerpunkte im zweiten Projektjahr werden die Erarbeitung von speziellen Sinterzyklen und die Optimierung von Beschichtungstechniken sein. Bei der Sinterung der Co-firing-Membranen muss sowohl die hohe Sinteraktivität der Nanopulver als auch der Einfluss der Endtemperatur auf die Festigkeit der Mikrofiltrationszwischen-schichten beachtet werden. Für die Zwischenschichten sollen u. a. Mischungen aus verschiedenen Pulverqualitäten erprobt werden. Eine weiterentwickelte Beschichtungstechnik soll die Herstellung von Co-firing-Membranen im industriellen Maßstab ermöglichen. Hierzu muss eine Anpassung an die Geometrie der kommerziellen Membranen der Fa. Keramol erfolgen.

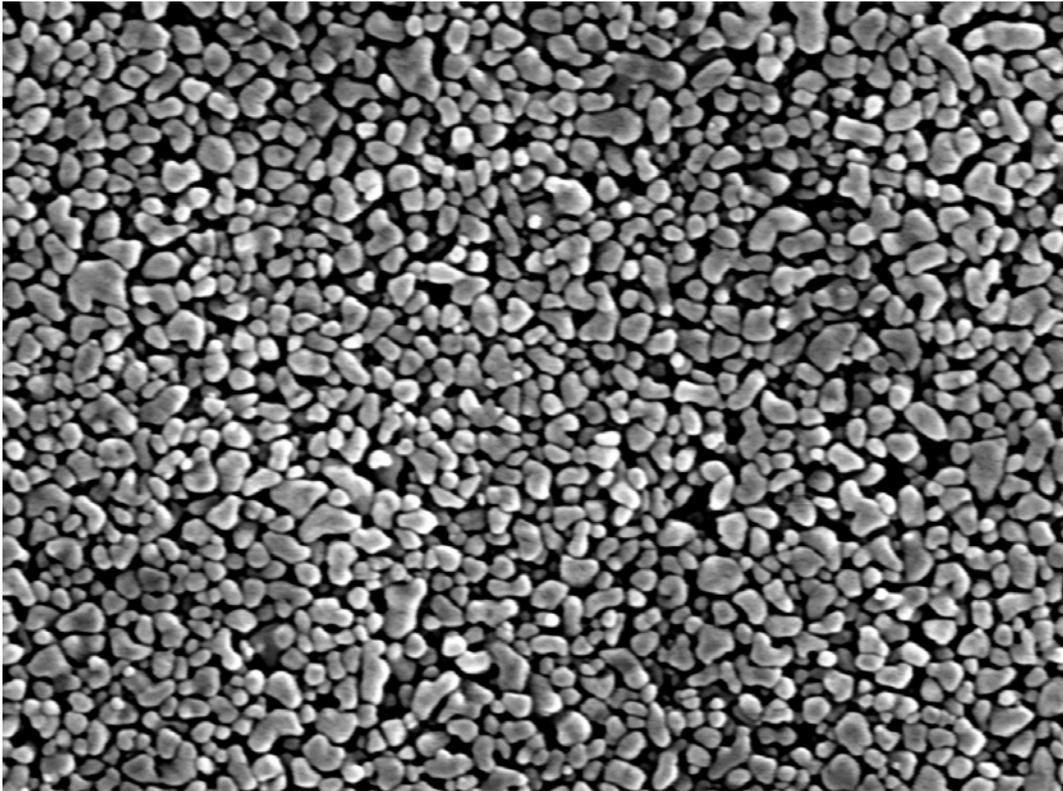


Abb. 1: Oberfläche einer Co-firing Mikrofiltrationsmembran mit Binder B1 (x10000)
(Porengröße 0,2 μm)

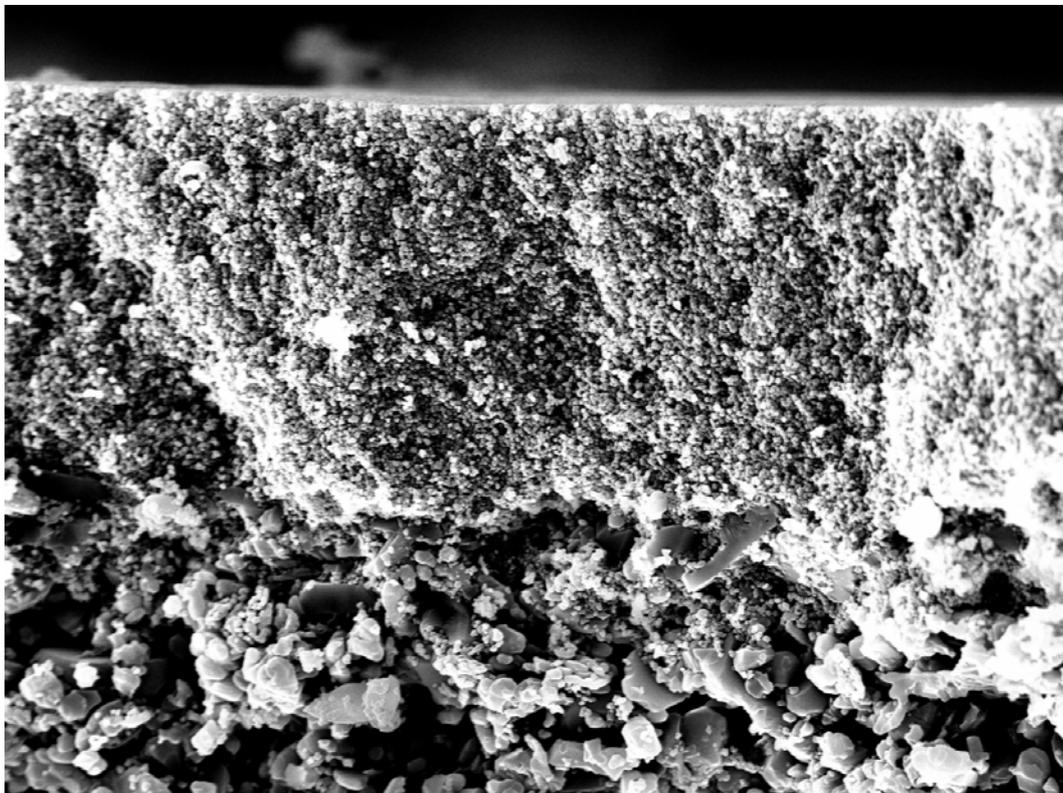


Abb. 2: Bruchfläche einer Co-firing Mikrofiltrationsmembran mit Binder B1 (x2000)
(Porengröße 0,2 μm)

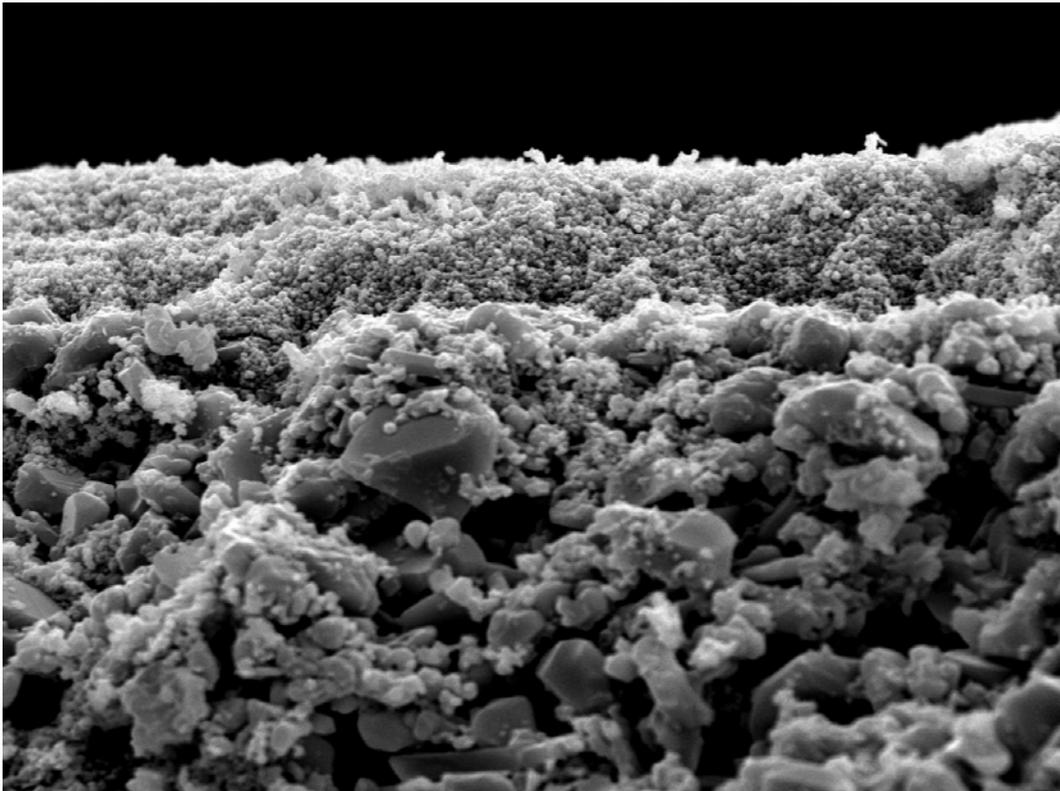


Abb. 3: Konventionell zweimal gesinterte Mikrofiltrationsmembran der Fa. Kerafol mit dem alten Binder (x2000)

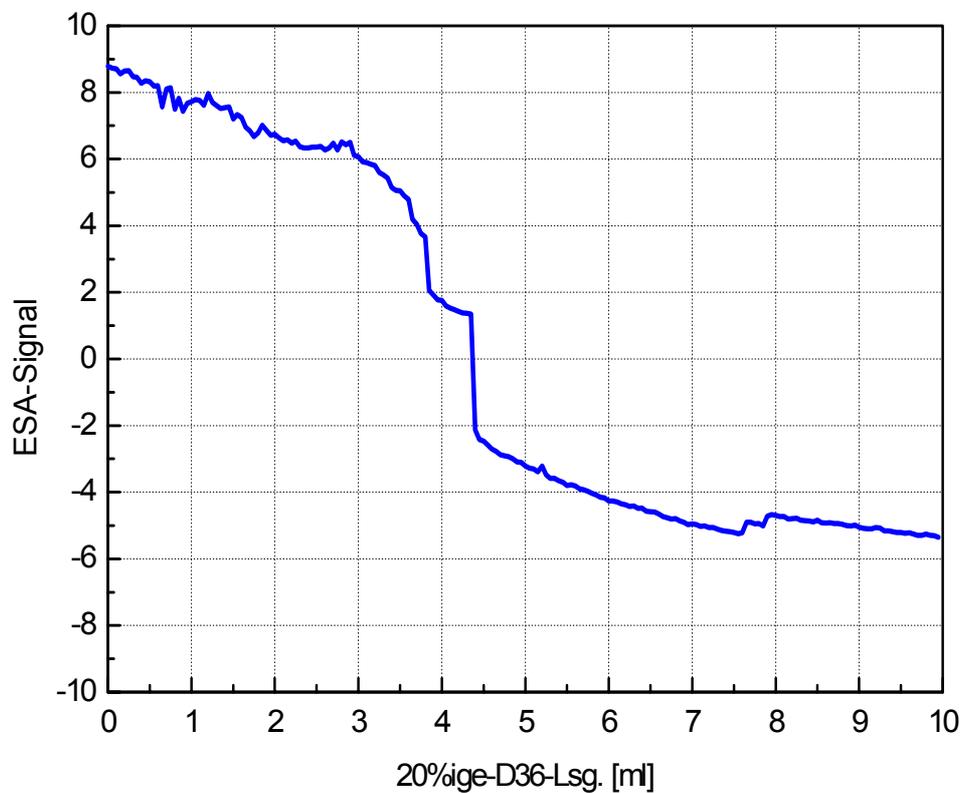


Abb. 4: Konzentrationsabhängige ESA-Messung einer ZrO_2 -Ausgangssuspension mit 20%iger D36-Lösung

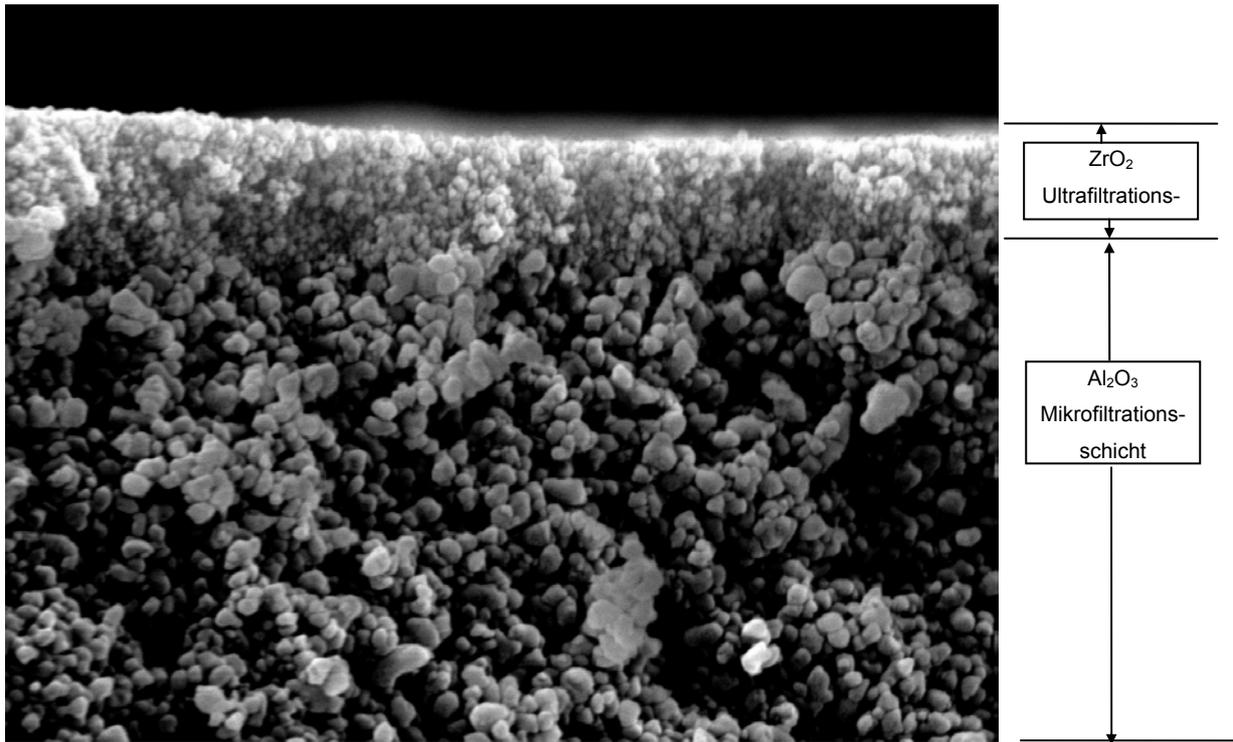


Abb. 5: Bruchfläche einer Co-firing Ultrafiltrationsmembran mit Binder B1 (x10000)
(Porengröße 60 nm)



Projekt III-3

Optimierung der Lebensdauer an dynamisch belasteten piezokeramischen Biegewandlern

Projektleitung

Dipl.-Ing. Bernd Döllgast
Stettner GmbH & Co.
Kanalweg 35
92318 Neumarkt i.d.Opf.

Tel.: 09181-450969
Fax: 09181-43533
Email: Info@stco-stettner.com

Projektpartner

Dipl.-Phys. Michael Riedel
Siemens AG - Energieerzeugung
KPW PP
Postfach 607
96254 Redwitz

Tel.: 09574-81126
Fax: 09574-81618
Email: michael.riedel@red1.siemens.de

Dr. Karl Lubitz
Siemens AG
ZT MF 2
81730 München

Tel.: 089-63652677
Fax: 089-63648131
Email: Karl.Lubitz@mchp.Siemens.de

Prof. Dr. Gerold Schneider
TU Hamburg-Harburg
Arbeitsbereich Technische Keramik
Denickestr. 15
21073 Hamburg

Tel.: 040-77183137
Fax: 040-77182647
Email: G.Schneider@tu-harburg.d400.de



1 Ziele und Ausgangssituation

Das Projekt III-3 hat zum Ziel, die Lebenserwartung und die Ausfallwahrscheinlichkeit von piezokeramischen Biegewandlern unter Einsatzbedingungen quantitativ voraussagen zu können.

Aktoren aus Piezokeramik haben gegenüber konventionellen Systemen eine Reihe von Vorteilen, wie hohe Stellgeschwindigkeiten bei kleiner Bauweise, niedrigem Energieverbrauch und erwärmungsfreiem Betrieb. Die für den industriellen Einsatz notwendige Sicherung der Zuverlässigkeit bei piezokeramischen Biegewandlern stellt eine besondere Herausforderung dar. Biegeaktoren sind in der Regel aus einer passiven Mittellage aus Kunststoff oder Metall und zwei gepolten piezokeramischen Außenschichten aufgebaut. Im Betrieb kann die elektrische und mechanische, zum Teil stark inhomogene Belastung zum sofortigen oder allmählichen Ausfall in Form von unzureichender Auslenkung und/oder Kurzschlüssen zwischen den Elektroden führen.

Bislang existiert kein zusammenhängendes Konzept zur Beschreibung zeitabhängiger mechanischer und elektrischer Schädigungsentwicklung in piezokeramischen Bauteilen. Zum Erreichen des Projektzieles sind im wesentlichen folgende Schritte geplant:

- a) Entwicklung und Einführung einer Prüfung mit einer mechanischen und/oder elektrischen Überlast (vorläufiger Prooftest) aus den Ergebnissen von Langzeitversuchen bei verschiedenen Lasten
- b) Aufklärung der Schadensmechanismen und deren zeitlichen Entwicklung (Schadensanalyse, Aufstellung eines Fehleratlas, FE-Belastungsanalyse)
- c) Gegebenenfalls Optimierung des Wandlerdesigns und der Prozesstechnik
- d) Festlegung und Verifikation eines Prooftests mit keiner oder definierter Vorschädigung, der den geprüften Bauteilen eine Mindestlebensdauer garantiert.

2 Durchgeführte Arbeiten und Zusammenarbeit der Partner

Im ersten Projektjahr wurden vor allem konzeptionelle Vorarbeiten, exemplarische Messungen und erste materialwissenschaftliche Untersuchungen durchgeführt.

2.1 Langzeitversuche und Proofrest

Proofrests werden erfolgreich an Strukturkeramik durchgeführt, um Bauteile mit zu geringer Festigkeit auszusortieren. Nach der Aufbringung einer kurzzeitigen Überlast enthalten die bestandenen Prüflinge einen definierten Fehler. Dadurch kann auch bei unterkritischem Risswachstum eine geforderte Mindestlebensdauer erzielt werden [1].

Um die Art und die Größe der Überlast für die Biegewandler festlegen zu können, ist es notwendig, in Langzeitversuchen die Lebensdauerverteilungen für unterschiedliche Lasten zu bestimmen. Zur Ermittlung einer sinnvollen Überlast wurden zwei Verfahren erarbeitet, deren Prinzipien im folgenden kurz dargestellt sind.

2.1.2 Bestimmung von Prooflasten aus Inertfestigkeiten und Lebensdauerverteilungen (Siemens ZT MF2)

In Anlehnung an die Ausführungen zum unterkritischen Risswachstum in [1] werden die Daten aus Lebensdauerexperimenten bei verschiedenen Lasten im Wöhler-Diagramm aufgetragen (Last gegen Lebensdauer für gleiche Ausfallwahrscheinlichkeit). Die Steigung der Kurve mit der Ausfallwahrscheinlichkeit 63,2% liefert den Risswachstumsexponenten n . Zusätzlich wird die Festigkeitsverteilung, z.B. in schnellen Biegeversuchen gemessen. Nach aufsteigender Ordnung der Inertfestigkeiten und der Lebensdauern aus den Dauerversuchen mit den zugehörigen Lasten werden Wertetripel gebildet. Mit Hilfe dieser Daten kann die Proofspannung σ_p nach folgender Gleichung festgelegt werden (nach [1]):

$$\sigma_p = \left(\frac{g t_{\min} \sigma^n}{B} \right)^{\frac{1}{n-2}}.$$

Dabei bezeichnen t_{\min} die Mindestlebensdauer der Bauteile nach bestandem Proofrest und σ die maximale mechanische Spannung bei zyklischer Belastung. Der Faktor g berücksichtigt die Signalform der Ansteuerung, und die bruchmechanische Größe B wird aus obigen Wertetripeln bestimmt. Die Umrechnung der rein mechanischen in elektrische Größen erfolgt mittels FE-Methoden (vgl. hierzu auch Abschnitt 2.3).

Das beschriebene Verfahren unterliegt diversen Einschränkungen, z.B. bleiben möglicher ansteigender Risswiderstand oder nichtmechanische Schadensphänomene unberücksichtigt.

2.1.3 „Empirische“ Ermittlung von Prooflasten aus Lebensdauervertelungen (TU HH)

Wie der zuvor beschriebenen Methode wird auch diesem Verfahren zugrundegelegt, dass unter Überlast die gleichen Versagensmechanismen wie im normalen Betrieb auftreten. Der entscheidende Vorteil liegt in der Bestimmung der Prooflasten allein aus den Ergebnissen der Langzeitversuche, d.h. es werden zunächst keine Informationen darüber benötigt, welche Schadensmechanismen zum Ausfall der Wandler führen.

Die Prooflast wird graphisch aus den im Wöhler-Diagramm eingetragenen Lebensdauerdaten ermittelt. Wie in Abb. 1 dargestellt, legen die geforderte Zyklenzahl N_{gef} und die Betriebsfeldstärke E_{Betrieb} einen Punkt auf einer Kurve bestimmter Ausfallwahrscheinlichkeit fest. Der Schnittpunkt dieser Wöhlerlinie mit einer Parallelen zur Ordinate durch die festgelegte Proofzyklenzahl N_{Proof} liefert die einzustellende Prooflast L_{Proof} .

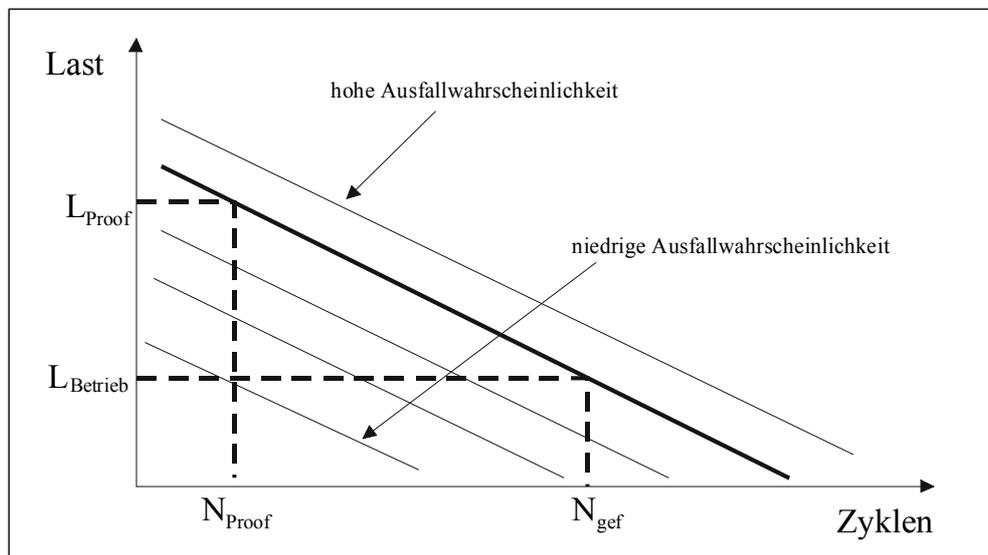


Abbildung 1: Wöhler-Diagramm (Lebensdauerdaten als Kurven konstanter Ausfallwahrscheinlichkeiten); Die Bestimmung der Prooflast L_{Proof} wird im Text beschrieben (N_{proof} : Zyklenzahl im Prooftest, N_{gef} : geforderte Zyklenzahl, L_{Betrieb} : Last im Betrieb).

2.1.4 Konzeption und Aufbau der Prüfplätze

(Stettner GmbH&Co, Siemens KWU KPW PP, Siemens ZT MF 2)

Zur Durchführung der Langzeitversuche und der Prooftests wurden von den Projektpartnern in mehreren Vorbesprechungen (Beginn 11/98) zwei Prüfplätze entworfen, die von der Fa. D*ASS mbH in Saarbrücken realisiert werden. Jede dieser Dauerversuchsanlagen ermöglicht den Betrieb und die Vermessung von 192 Biegewandlern, wobei jeweils 32 Biegewandler mit der gleichen Last angesteuert werden.

Es können Spannungen unterschiedlicher Signalform im Bereich von 0 bis 500 V bei Frequenzen von 0 bis 260 Hz angelegt werden. Als Messgrößen werden Spannung, Lade- und Leckstrom sowie Zyklenzahl jedes einzelnen Wandlers erfasst. Die Abschaltung einzelner Biegewandler nach Über- oder Unterschreiten vorgegebener Grenzen ermöglicht das Auswechseln defekter Bauteile und somit optimale Ausnutzung der Versuchszeiträume. Die Lieferung und Inbetriebnahme der ersten Teilanlage erfolgt am 22.07.99 in München, die Inbetriebnahme der Endanlagen findet voraussichtlich am 24.08.99 statt.

2.1.5 Festlegung des Designs und Fertigung der Probiegewandler

(Siemens KWU KPW PP, Stettner GmbH&Co)

Die Hersteller haben das Design dreier Modell-Biegewandler festgelegt und die notwendigen Bauteile für die ersten Langzeitversuche in ausreichender Stückzahl produziert und bereitgestellt (Siemens: ca. 1200 Biegewandler, Stettner: ca. 200 Biegewandler).

2.2 Einzelmessplatz (Siemens ZT MF2)

Weitergehende Charakterisierungsmöglichkeiten der Modellbiegewandler bietet ein Messplatz, der u.a. die Bestimmung der Auslenkung, der Blockierkraft und des Resonanzverhaltens einzelner Bieger erlaubt. Eine exemplarische Messung ist in Abbildung 2 dargestellt.

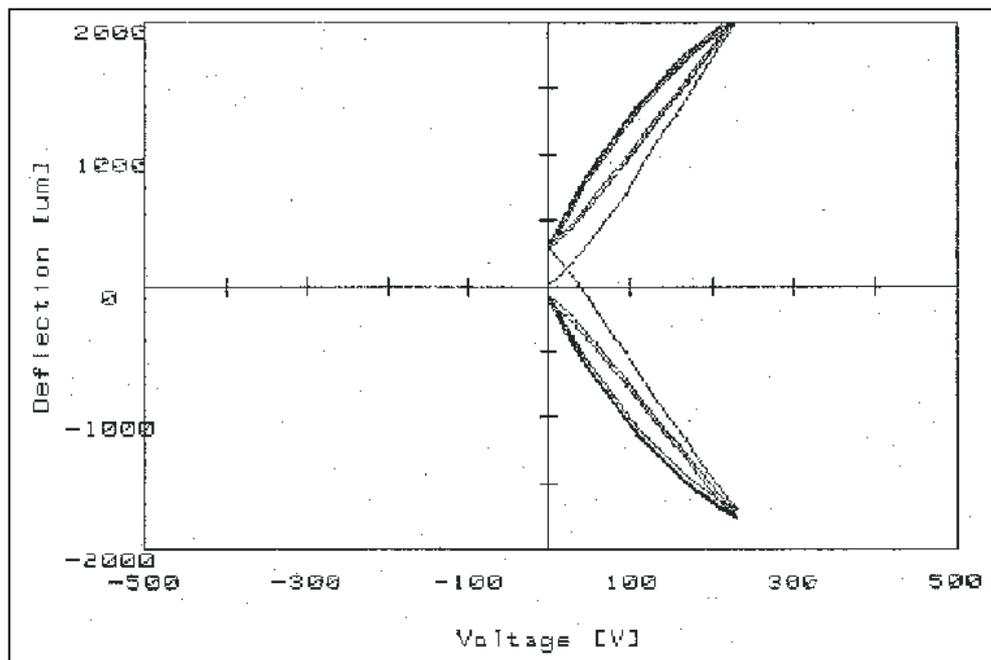


Abbildung 2: Beispiel einer Auslenkungsmessung am Trimorph im bipolaren Betrieb

Zur definierten und den Dauerversuchen analogen Klemmung der Biegewandler wurde eine Probenhalterung nach dem Vorbild der Prüfplätze angefertigt. Gegenwärtig erfolgt die weitere Modifikation des Messplatzes, in deren Verlauf u.a. das bisherige Basic-Messprogramm durch eine Implementation unter Delphi auf einem modernen PC ersetzt wird. Diese Arbeiten werden voraussichtlich bis Anfang September abgeschlossen.

2.3 Lineare FE-Analyse des Trimorphs (Siemens ZT MF2)

Wesentliche Voraussetzung für die Schadensanalyse am Biegewandler ist die Kenntnis der elektrischen und mechanischen Belastungen. Die im allgemeinen inhomogene Bauteilgeometrie sowie inhomogene äußere Lasten und Einspannungen verlangen die Verwendung numerischer Verfahren zur Lösung des Randwertproblems.

Die lineare Finite-Element-Analyse des piezoelektrischen Biegewandlers gibt eine erste Abschätzung über die interessierenden Feldgrößen wie elektrische Feldstärke E und mechanische Spannung T . Abb. 3 zeigt ausgewählte Ergebnisse für einen Trimorph unter Einsatzbedingungen (Keramikschichtdicke: $h=260\mu\text{m}$, Ansteuerspannung: $U=230\text{V}$), berechnet mit der FE-Software ANSYS.

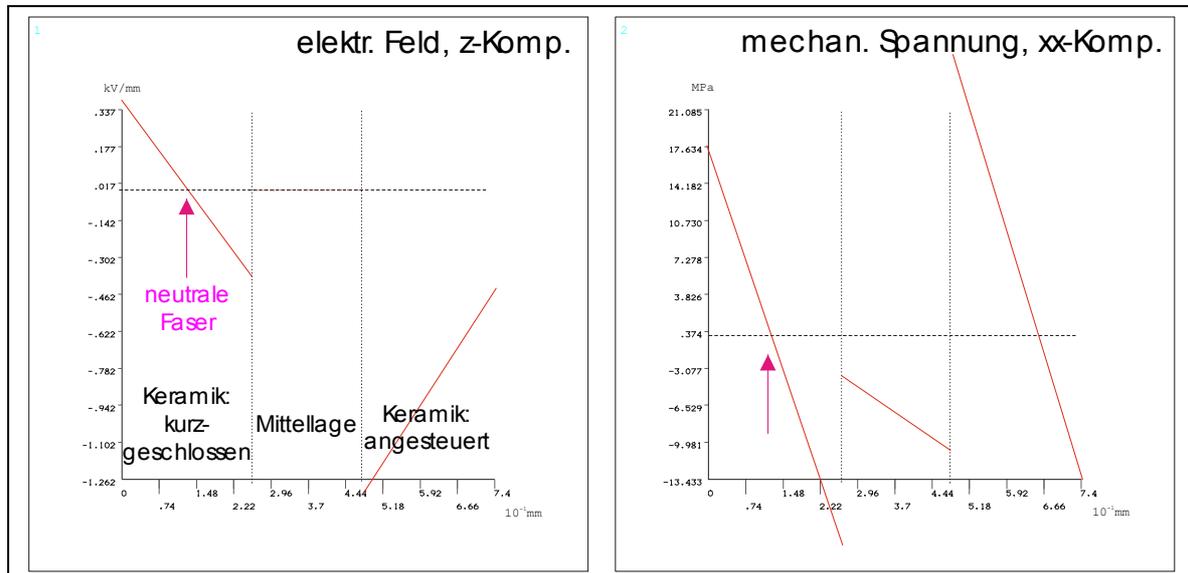


Abbildung 3: Verteilungen elektrischer und mechanischer Belastungen in Stapelrichtung (z) bzw. Längsrichtung (x) des Trimorphs. Die Abszisse gibt die Position in z -Richtung an.

Die stückweise linearen Verläufe von E_z und T_{xx} sind bemerkenswert hinsichtlich

1. der extremen Abweichungen der elektrischen Feldstärke von U/h in der angesteuerten Keramikschicht bzw. vom Wert Null in der kurzgeschlossenen Schicht und
2. der maximalen Zugspannungswerte in beiden Keramikschichten.

Unter diesen Belastungsbedingungen sind aus der Kenntnis der entsprechenden kritischen Materialgrößen (Koerzitivzug/-druck) ferroelastische Prozesse in der Keramik zu erwarten, die eine lokale Spannungsminderung hervorrufen [3]. Insofern kann die lineare Piezoanalyse als konservative Abschätzung für die Belastungen im Bieger gelten. Die Einbeziehung der nichtlinearen Phänomene ist wesentlicher Bestandteil der weiteren Projektarbeit.

2.4 Elektro- und bruchmechanische Untersuchungen an Material und Bauteil (TU HH)

Zur Aufklärung der Schadensphänomene an den Biegewandlern ist ein grundlegendes Verständnis der Rissausbreitung infolge von mechanischen und elektrischen Einflüssen notwendig. Zu diesem Zweck werden an der TU Hamburg-Harburg in Absprache mit Siemens ZT MF2 Experimente durchgeführt.

2.4.1 R-Kurven-Verhalten der Keramik

Die in der FE-Simulation berechneten Zugspannungen in der passiven wie auch teilweise in der aktiven Keramiksicht können im Falle einer Rissinitiierung ein Risswachstum bewirken. Um die Rissausbreitung und den Einfluss des elektrischen Feldes auf diese zu quantifizieren, werden gegenwärtig CT (compact tension)-Proben zur Messung von Risswiderstandskurven vorbereitet. Insbesondere sollen so auch die Auswirkungen der Überlast im Prooftest auf den Risswiderstand untersucht werden.

2.4.2 Untersuchung der Rissausbreitung an Wandlerkeramik und Biegewandlern

Um den Einfluss der Mittellage bzw. des Processings auf die mechanischen Eigenschaften der Biegeaktoren zu quantifizieren, wurden Härte- und Rissausbreitungsuntersuchungen mittels Vickerseindrücken durchgeführt. Diese Messungen wurden an verschiedenen Biegewandler-typen und Piezokeramikplatten in gepoltem und ungepoltem Zustand vorgenommen (vgl. hierzu die Ergebnisse in den Tabellen 1 und 2).

Während bei der Härte der verschiedenen Proben-typen kein signifikanter Unterschied festzustellen ist (um etwa 4 GPa), ergaben sich bei der Betrachtung der Rissausbreitung Auffälligkeiten. So führten die Vickerseindrücke an gepolten Keramiken zu deutlich kürzeren Rissen oder an Bauteilen z.T. zur vollständigen Rissunterdrückung. Die Rissverkürzung im gepolten Zustand lässt sich wahrscheinlich auf Domänenschaltprozesse vor der Riss-spitze

zurückführen (vgl. hierzu [2]). Die Rissunterdrückung sowie eine an Biegewandlern der Firma Siemens beobachtete starke Anisotropie in der Rissausbreitung haben möglicherweise ihre Ursache in Eigenspannungen in der Keramik, welche durch den Verbund mit der Mittellage entstehen. Dabei ergab sich kein nennenswerter Einfluss des Mittellagenmaterials.

Tabelle1: Risslängen und Härtewerte infolge von Vickersindrücken (10 s mit 19,62 N) in Siemens-Keramikplatten unterschiedlicher Geometrien und Polungszustände (Polung senkrecht zur Oberfläche). Die Bedeutung der Längen in der Tabelle sind nebenstehender schematischen Darstellung eines Vickersindrucks zu entnehmen (Die Risslänge $2c$ lag in allen Experimenten parallel zu den langen Kanten der Keramikplatten bzw. der Biegewandler)

Keramikdicke	260 μm	260 μm	240 μm
Polung	Ungepolt	Gepolt	Gepolt
Hv [GPa]	$4,26 \pm 0,38$	$4,84 \pm 0,10$	$4,84 \pm 0$
$2c$ [μm]	364 ± 30	276 ± 27	339 ± 44
$2x$ [μm]	388 ± 52	255 ± 47	274 ± 18

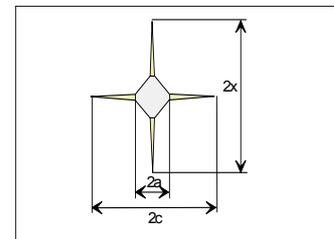


Tabelle 2: Risslängen und Härtewerte infolge von je zwölf Vickersindrücken (10 s mit 19,62 N) in die Keramikoberflächen von Modellwandlern der Firmen Siemens und Stettner.

Typ	Siemens Typ 1	Siemens Typ 2	Siemens Typ 3	Siemens Typ 4	Siemens Typ 5	Stettner Typ 1
Keramikdicke [μm]	260	260	150	260	260	200
Zentrale Lage	GFK	CFK	GFK	GFK	CFK	Meta II
Hv [GPa]	$4,64 \pm 0,29$	$3,92 \pm 0$	$3,70 \pm 0,34$	$4,35 \pm 0,43$	$3,92 \pm 0$	$3,92 \pm 0,07$
$2c$ [μm]	128 ± 20	128 ± 23	120 ± 0		130 ± 17	154 ± 32
	6* kein Riss	10* kein Riss	11* kein Riss	12* kein Riss	7* kein Riss	2* kein Riss
$2x$ [μm]	143 ± 36	140 ± 32	135 ± 5		220 ± 42	158 ± 35
	7* kein Riss	6* kein Riss	10* kein Riss	12* kein Riss		2* kein Riss

2.4.3 Eigenspannungsanalyse

Um den Verbund mit der Mittellage als Ursache für besondere Spannungsverhältnisse in den Wandlerkeramiken zu identifizieren, ist eine Zusammenarbeit von der TU HH sowie Siemens ZT MF2 mit dem Hahn-Meitner-Institut (Prof. Dr. W. Reimers) initiiert worden. Dort sollen die Eigenspannungszustände der Biegewandler möglichst orts aufgelöst auf der Oberfläche mittels Neutronenbeugung ermittelt werden. Weitergehende Experimente an Biegewandlern im ausgelenkten Zustand sollen auch dazu dienen, die Ergebnisse der FE-Rechnungen zu verifizieren.

3 Ausblick/weiteres Vorgehen

Die bisher dargestellten Arbeiten waren zum großen Teil vorbereitender Natur und mündeten direkt in die Durchführung der eigentlichen Experimente. Im folgenden wird ein zusammenfassender Überblick über die z.T. bereits begonnenen Arbeiten des zweiten Projektjahres gegeben.

3.1 Langzeitexperimente und Proofstest (Siemens ZT MF2, Stettner GmbH&Co)

Mit Inbetriebnahme des ersten Prüfplatzes (Ende Juli 99) beginnen mit 3-monatiger Verzögerung die Langzeitversuche. Für diese Experimente wird ein Zeitraum von etwa einem halben Jahr veranschlagt. Die daraus resultierenden lastabhängigen Lebensdauerverteilungen dienen als Grundlage für die Festlegung eines vorläufigen Proofstests (vgl. Abschnitt 2.1).

3.2 Materialcharakterisierung (TU HH)

3.2.1 R-Kurvenverhalten

An den relevanten Keramiken wird das Risswiderstandsverhalten sowohl ohne als auch mit elektrischem Feld verschiedener Stärke ermittelt. Insbesondere wird untersucht, wie sich der Risswiderstand unter den angestrebten Prooflastbedingungen (Last deutlich größer als unter Einsatzbedingungen) ändert.

3.2.2 Ermüdung

Mit geeigneten Probenanordnungen soll die Rissentstehung und –ausbreitung in der Bulk-Piezokeramik für die Modellbiegewandler infolge von zyklischer Zug- und Druckspannungsbelastung untersucht werden.

3.2.3 Korrosion

Da nicht auszuschließen ist, dass andere Versagensphänomene als (elektro)bruchmechanische für den Biegewandler-Ausfall mitverantwortlich sind, sind Experimente in korrosiven Medien geplant.

3.3 Fehleratlas (Siemens ZT MF2, Stettner GmbH&Co, TU HH)

Sämtliche ausgefallenen Biegewandler werden mittels Fraktographie, Charakterisierung am Einzelmessplatz und Schadensanalyse auf ihre Ausfallursachen und die Einflüsse von äußeren Randbedingungen untersucht. Mit diesen Ergebnissen und den Daten der Dauerversuche wird ein belastungsabhängiger Fehleratlas erstellt.

3.4 Nichtlineare Belastungsanalyse des Trimorphs (Siemens ZT MF2), Spannungsanalyse durch Neutronenbeugung (Hahn-Meitner-Institut in Absprache mit TU HH)

Vornehmliche Aufgabe ist es, durch die Einbeziehung der ferroelastischen Prozesse ein realistischeres Bild des Biegeverhaltens und seiner inhomogenen elektrischen und mechanischen Belastung zu erhalten. Diese Rechnungen sollen durch Ergebnisse von Spannungsanalysen mittels Neutronenbeugung verifiziert werden und zum Verständnis der Schadensmechanismen beitragen.

4 Literatur

- [1] Munz D., Fett T., Mechanisches Verhalten keramischer Werkstoffe, Springer Verlag Berlin, 1989
- [2] Meschke, F., Kolleck, A., Schneider, G. A., R-curve behaviour of BaTiO₃ due to stress-induced ferroelastic domain switching, J. Eur. Ceram. Soc., 1997, **17**, 1143–47
- [3] Schäufele, A. B., Härdtl, K. H., Ferroelastic properties of lead zirconate titanate ceramics, J. Am. Ceram. Soc., 1996, **79**, 2637-40

Projekt III-4

Konstruktionsteile aus Zirkonoxid für die Textilmaschinenindustrie

Projektleitung

Paul Ernst Metzler

Tel.: 09265-7813

Rauschert GmbH & Co. KG

Fax: 09265-653

Bahnhofstr. 1

96332 Pressig

Projektpartner

Prof. Dr. Thomas Frey

Tel.: 0911-58801372

Fachhochschule Nürnberg

Fax: 0911-58805177

Fachbereich Werkstofftechnik

Email: thomas.frey@wt.fh-nuernberg.de

Wassertorstr. 8

90489 Nürnberg



1 Ziel und Ausgangssituation

Zirkonoxidkeramik erfährt derzeit auf Grund zum Teil herausragender Eigenschaften, wie z.B. Sauerstoffionenleitfähigkeit, hoher Verschleiß- und mechanischer Festigkeit, geringer Wärmeleitfähigkeit, sowie der Fähigkeit zur martensitischen Umwandlung unter Begleitung eines 8%igen Volumensprungs eine stürmische Entwicklung. Es kann u.a. durch gezielte Auswahl der Rohstoffe, spezielle Stabilisatoren, Einstellung bestimmter Phasenzusammensetzungen oder Rekristallisierung so ausgelegt werden, dass es verschiedenen Anforderungen genügt.

Dabei wird seine Anwendung in Form von magnesiumstabilisierten Zirkonoxid (ZrO_2 (MgO)) auch als verschleißfester Werkstoff in der Textilmaschinenindustrie immer wichtiger. Die einschlägige Industrie verwendet dafür Rohstoffe, die von einigen wenigen Herstellern in stabilisierter Form angeboten werden. Wegen schwankender Qualitäten und unsicheren Lieferbedingungen ist die Keramikindustrie gezwungen, neue Herstellungsverfahren zu erproben.

Davon ausgehend sind die Ziele des Projektes:

1. Stabilisierung von reinem Zirkonoxid im „Mixed-Oxide-Verfahren“
2. Verbesserung der damit erzielten Werkstoffeigenschaften insbesondere hinsichtlich mechanischer Festigkeit und Alterung
3. Erprobung am Beispiel neu zu entwickelnder spezieller Spinndüsen
4. Übertragung auf Serienanwendung

In der ersten Projektphase, über die hier berichtet wird, wurden zunächst die in Frage kommenden Rohstoffe untersucht und erste Versuche zum „Mixed-Oxide-Verfahren“ durchgeführt.

2 Experimentelles

Zunächst wurden marktgängige Rohstoffe und Prüflinge aus den vorstabilisierten Zirkonoxiden, welche als Standard dienen, untersucht. Ausgehend von handelsüblichen Qualitäten wurden im Labor Versätze (3-3,5% MgO) aufbereitet und daraus Granulate erstellt. Verschiedene Variationen der Aufbereitung, Formgebung und Sinterung wurden anhand von Probekörpern bewertet.

2.1 Zusammenarbeit mit Partnern

Die Vorversuche zur Pulveraufbereitung (Kapitel 2.2; 2.3) und deren Erprobung (Kapitel 2.4; 2.5; 2.6) wurden im Fachbereich Werkstofftechnik der Georg-Simon-Ohm-Fachhochschule durchgeführt. Auf Basis der ersten Erkenntnisse hat die Firma Rauschert industrielle Sprühgranulate hergestellt und erprobt.

2.2 Rohstoffcharakterisierung

Um ein im „Mixed-Oxide-Verfahren“ hergestelltes, magnesiumstabilisiertes Zirkonoxid bewerten zu können, wurden zunächst marktgängige, teilstabilisierte Pulver ($ZrO_2(MgO)$) ausgewählt und hinsichtlich Korngrößenverteilung, Dichte, spezifischer Oberfläche und Phasenzusammensetzung charakterisiert. Danach wurden potentielle Rohstoffe für das „Mixed-Oxide-Verfahren“ untersucht. Hierzu kamen neben unstabilisiertem Zirkonoxid verschiedene Magnesium-Träger in Frage.

2.3 Aufbereitung

Aus den Pulvern wurden verschiedene Kombinationen (unstabilisiertes Zirkonoxid/ Magnesium-Träger) ausgewählt, zusammen mit Wasser und organischen Hilfsmitteln homogenisiert, getrocknet und granuliert.

(Folgende Parameter wurden innerhalb der Versätze variiert: ZrO_2 -Qualität, MgO-Träger, Feststoffgehalt, Binder, Bindergehalt, Dispergiermittel)

2.3.1 Labor

Die Homogenisierung der Schlicker wurde mit verschiedenen Aggregaten durchgeführt: Kugelmühle, Dissolver und Ultraschalldesintegrator.

Die Viskosität der Mischungen musste dabei der jeweiligen Homogenisierungsart angepasst werden. Die Trocknung wurde bei unterschiedlichen Temperaturen im Trockenschrank und auf einer Gipsplatte erprobt. Die besten Ergebnisse wurden durch Homogenisierung mit einer Kugelmühle (2 Stunden bei ca. 35 U/min.) und Trocknung auf einer Gipsplatte (ca. 18 Stunden) erzielt.

2.3.2 Fertigung

Anhand der schrittweise optimierten Herstellungsrezeptur der Laborgranulate wurden bei Firma Rauschert verschiedene Spühgranulate industriell hergestellt. Der MgO-Gehalt der Spühgranulate betrug 3,0 und 3,5 Gew.%. Zur Herstellung der verschiedenen Spühgranulate wurden die Qualität Zirkonoxid 1 und der Mg-Träger 3/b verwendet. Die organischen Additive wurden der Aufbereitung über den Sprühtrocknungsprozess angepasst. Die Pulver wurden zuerst in einer Trommelmühle deagglomeriert. Nach dem Ausgasen erfolgte die Sprühtrocknung. Das Spühgranulat wurde durch Schüttgewicht und Granulatgrößenverteilung charakterisiert.

2.4 Formgebung

Es wurde eine Axialpresse verwendet, um Ringe (Grünmaße: $d_i = 12,0$ mm; $d_a = 17,0$ mm) bei einem Pressdruck von 109 MPa herzustellen.

Die schrittweise Erhöhung des Pressdrucks auf 200 MPa führte zu keinen verbesserten Ergebnissen. Pro Versuch wurden 12 Ringe sowie eine Tablette für die Röntgenbeugung ($d = 32$ mm, Pressdruck 80 kN) hergestellt.

2.5 Sinterung

Die Probekörper wurden in einer abgedeckten, handelsüblichen Brennkapsel aus Al_2O_3 zunächst verglüht (30 Minuten bei $1000^\circ C$) und dann gesintert.

(Endtemperaturen: 1600° , 1640° , 1660° und $1680^\circ C$; Haltezeiten: 1 und 4 Stunden).

2.6 Untersuchung der Eigenschaften

2.6.1 Festigkeit

Zur Ermittlung der Biegebruchfestigkeit σ_{bB} wurde das Brittle-Ring-Testverfahren angewendet.

2.6.2 Dichte

Die Dichte wurde nach der Auftriebsmethode bestimmt.

2.6.3 Rissbildung

Um die Probekörper auf Undichtigkeiten und Risse zu prüfen, wurden die Ringe in eine vorbereitete Farblösung gelegt. Anhand der resultierenden Färbung der Ringe konnten Rückschlüsse auf Homogenität und Rissbildung gezogen werden.

2.6.4 Phasenzusammensetzung

Die Bestimmung der Phasenanteile monoklin und kubisch-tetragonal im Zirkonoxid wurde am gesinterten Material in einem Röntgendiffraktometer durchgeführt.

3 Ergebnisse

3.1 Rohstoffeigenschaften

Die wichtigsten Analysendaten der Rohstoffe sind in den Tabellen 1 bis 3 zusammengefasst.

Tabelle 1: Analyse marktgängiger vorstabilisierter Zirkonoxide

Zirkonoxid	MgO-Gehalt [%]	Mittlerer Korndurchmesser [μm]	Dichte [g/cm^3]	Spezifische Oberfläche [m^2/g]	Anteil monoklines ZrO_2 [%]
A	3,5	0,89	5,884	4,313	39
B	3,0	0,95	6,139	1,919	100
C	3,2	0,79	6,006	4,782	100
D	2,5	3,65	5,856	15,640	79

Tabelle 2: Analyse unstabilisierter Zirkonoxide

Zirkonoxid	Mittlerer Korndurchmesser [μm]	Dichte [g/cm^3]	Spezifische Oberfläche [m^2/g]
1	0,76	5,913	4,590
2	13,82	5,926	2,449
3	11,09	5,904	5,613

Tabelle 3: Analyse verschiedener Mg-Verbindungen

Mg-Träger	Bezeichnung	Mittlerer Korndurchmesser [µm]	Dichte [g/cm ³]	Spezifische Oberfläche [m ² /g]
1	a	10,29	2,30	48,47
	b	4,42	3,39	12,94
	c	1,97	3,11	4,64
	d	1,79	3,37	2,14
	e	5,60	3,47	0,95
2	a	7,82	2,09	30,04
	b	15,42	1,93	16,23
3	a	4,35	2,30	3,96
	b	1,72	2,34	8,49

3.2 Eigenschaften der Probekörper

3.2.1 Prüflinge aus vorstabilisiertem Granulat

Als Standard wurden Probekörper aus zwei ausgewählten handelsüblichen vorstabilisierten Zirkonoxid-Qualitäten hergestellt und untersucht. Sie weisen folgende Eigenschaften auf:

Tabelle 4: Ergebnisse der Probekörper aus vorstabilisierten Zirkonoxiden

¹ (t+k) = Anteil an tetragonaler und kubischer Modifikation; Rest = monoklin

² keine Flecken außer winziger Kantenabplatzungen

³ konische Außenstruktur, porös (vor allem an den Innenseiten)

⁴ keine Prüfung durchgeführt

⁵ aufgrund der Konizität der Proben nicht aussagekräftig

Granulat (Hersteller)	Sinter-temperatur [°C]	Erscheinungs-bild	Röntgenbeugung Anteil (t+k) ¹ [%]	Dichte [g/cm ³]	Biegezug-festigkeit [N/mm ²]
A	1600	² rissfrei, dunkelgelb	98	5,65	304
	1640	² rissfrei, dunkelgelb	99	5,64	301
	1660	² rissfrei, dunkelgelb	99	6,05	306
D	1600	³ rissfrei, weiß	⁴	5,27	162 ⁵
	1640	³ rissfrei, weiß	⁴	5,08	140 ⁵
	1660	³ rissfrei, weiß	⁴	5,11	127 ⁵

3.2.2 Prüflinge aus Laborgranulat

In der folgenden Tabelle sind die Eigenschaften von Probekörpern, die nach dem „Mixed-Oxide-Verfahren“ hergestellt wurden, zusammengefasst. Aufgrund der Vielzahl der durchgeführten Versuche wird die dargestellte Auswahl auf die Variation der Magnesiumverbindung und der Sintertemperatur eingegrenzt.

Tabelle 5: Ergebnisse der Probekörper nach dem „Mixed-Oxide-Verfahren“

¹ auffallend inhomogen² nur punktgroße Inhomogenitäten³ auffallend porös⁴ nur auf einer Seite kleine Flecken an den Kanten

Mg-Zugabe Träger / Bezeichnung	Sinter- temp. [°C]	Erscheinungsbild / Anzahl der kaputten Ringe (v. 12)	Rö.-beugung Anteil (t+k) [%]	Dichte [g/cm ³]	Biegezug- festigkeit [N/mm ²]
1 / a	1600	¹ (0)	38	5,45	200
	1640	¹ (0)	56	5,39	206
	1660	heller als 1600, 1640°C (0)	49	5,42	195
1 / b	1600	¹ (1)	76	5,54	191
	1640	¹ (0)	83	5,50	159
	1660	¹ heller als 1600, 1640°C (4)	85	5,49	157
1 / c	1600	kleine Risse (0)	71	5,56	223
	1640	kleine Risse (0)	75	5,57	185
	1660	weniger rissig als 1600, 1640°C (0)	87	5,54	204
1 / d	1600	kleine Risse (0)	85	5,58	263
	1640	kleine Risse (0)	70	5,60	250
	1660	kleine Risse (0)	75	5,59	221
1 / e	1600	¹ (1)	31	5,54	181
	1640	¹ (0)	74	5,48	161
	1660	¹ dunkler als 1600, 1640°C (0)	52	5,48	140
2 / a	1600	² (0)	56	5,42	249
	1640	² (0)	82	5,44	261
	1660	² (1)	63	5,47	283
2 / b	1600	² (0)	62	5,44	260
	1640	² (0)	63	5,43	233
	1660	² (0)	76	5,43	200
3 / a	1600	³ (2)	73	5,39	162
	1640	³ (1)	80	5,48	160
	1660	³ (1)	72	5,43	158
3 / b	1600	⁴ weniger, größere Flecken (0)	69	5,61	311
	1640	⁴ (0)	66	5,62	301
	1660	⁴ mehr, kleinere Flecken (0)	76	5,62	280

3.2.3 Prüflinge aus Sprühgranulat

Als MgO-Träger wurde für die Sprühgranulate Qualität 3/b gewählt, weil damit die höchsten Dichten und Festigkeiten erzielt wurden (vgl. Tabelle 5). Die Ergebnisse der Probekörper aus Sprühgranulaten mit 3 bzw. 3,5% MgO (hergestellt von Firma Rauschert) sind in der folgenden Tabelle zusammengefasst.

Tabelle 6: Ergebnisse der Probekörper aus Sprühgranulaten

$\Delta\varnothing$ = oberer – unterer Außendurchmesser des Ringes (Maß für Konizität)

Bezeichnung	Sinter-temp. [°C]	Erscheinungsbild/ Anzahl der kaputten Ringe (von jeweils 12)	Röntgen-beugung (t+k) [%]	Dichte [g/cm³]	Festigkeit [N/mm²]
Sprühgranulat 1 3,5 % MgO	1640	weiß, konisch, undicht ($\Delta\varnothing=0,25$) (0)	82	5,58	182
	1640 4 Std.	weiß, konisch, undicht (0)	37	5,56	137
	1680	weiß, konisch, Punkte ($\Delta\varnothing=0,2$) (0)	89	5,55	226
	1680 4 Std.	weiß, konisch, Punkte ($\Delta\varnothing=0,2$) (0)	93	5,54	275
mit Presshilfsmittel	1680 4 Std.	weiß, konisch, Punkte ($\Delta\varnothing=0,1$) (0)	-	5,45	255
Sprühgranulat 2 3,5 % MgO	1640	weiß, konisch, fast keine Punkte ($\Delta\varnothing=0,1$) (0)	96	5,59	308
	1640 4 Std.	weiß, konisch, fast keine Punkte ($\Delta\varnothing=0,1$) (0)	96	5,57	309
	1680	weiß, konisch, fast keine Punkte ($\Delta\varnothing=0,1$) (0)	93	5,51	321
	1680 4 Std.	weiß, konisch, fast keine Punkte ($\Delta\varnothing=0,1$) (0)	94	5,56	272
mit Presshilfsmittel					
Sprühgranulat 3,0 % MgO	1640	rosa, konisch, Punkte ($\Delta\varnothing=0,1$) (0)	56	5,51	200
	1640 4 Std.	rosa, konisch, Punkte ($\Delta\varnothing=0,1$) (0)	95	5,48	153
	1680	leicht rosa, konisch, Punkte ($\Delta\varnothing=0,1$) (0)	93	5,46	245
	1680 4 Std.	leicht rosa, konisch, Punkte ($\Delta\varnothing=0,1$) (0)	95	5,50	248
mit Presshilfsmittel					

4. Diskussion

Mit handelsüblichen stabilisierten Rohstoffen werden bei 99% tetragonalem + kubischen Phasenanteil Festigkeitswerte von ca. 300 N/mm² erzielt. Dieser Wert entspricht in etwa 325 N/mm² ermittelt an 4-Kant-Stäben (as fired) mit der 4-Punkt-Methode. Bei entsprechend geschliffenen und polierten Proben ergeben sich Werte von ca. 410 N/mm². Nach Auswahl und Untersuchung der marktgängigen Rohstoffe ist es mit Hilfe des „Mixed-Oxide-Verfahrens“ gelungen, reines Zirkonoxid mit Magnesiumoxid zu stabilisieren. Durch Variation des Magnesiumgehaltes konnten Probekörper hergestellt werden, deren Festigkeit der der Prüflinge aus kommerziellem Granulat entspricht. Die besten Ergebnisse wurden mit dem Mg-Träger 3/b erzielt.

Mit den analog zu den Laborgranulaten hergestellten Sprühgranulaten wurden vergleichbare Werte erreicht.

Die Optimierung der Laborgranulate und deren Weiterverarbeitung (z.B. Sinterparameter) ist noch nicht abgeschlossen. So gilt es, die Homogenisierung weiter zu verbessern. Ebenso muss das Granulat bezüglich Verarbeitbarkeit optimiert werden, da die axial gepressten Probekörper häufig aufgrund ungleichmäßiger Druckverteilung verzogen sind. Da die Festigkeit, die mit kommerziellem Granulat erreicht wird, für eine Anwendung als z.B. Spinddüsen nicht ausreicht, soll weiterhin versucht werden, höhere Werte zu erzielen.

5 Weiteres Vorgehen

Wie bereits oben erwähnt, müssen die Sinterbedingungen für Zirkonoxide im „Mixed-Oxide-Verfahren“ noch optimiert werden. Nachdem bereits erfolgversprechende Prüflinge mit Festigkeitswerten, die denen handelsüblicher Rohstoffe entsprechen, hergestellt werden konnten, sollen künftig bauteilnähere Probekörper geprüft werden. Dabei ist das vorrangige Ziel, höhere Festigkeitswerte zu erzielen und entsprechende Phasenzusammensetzungen zu entwickeln. Dazu werden bei Firma Rauschert entsprechende Sprühgranulate hergestellt und zu Proben verarbeitet. Daran wird das Eigenschaftsprofil ermittelt und gegebenenfalls an den Prozess angepasst.

Vor der Bauteilherstellung stehen noch Untersuchungen zur Gefügestabilität an.

Lehrstühle der Erlanger Werkstoffwissenschaft sind Partner des „Forkeram“-Verbundes

An zwei Projektbereichen beteiligt

Sprecher des Verbundes für keramische Materialentwicklung und Prozeßtechnik ist Prof. Peter Greil

Der Bayerische Forschungsverbund für keramische Materialentwicklung und Prozeßtechnik (Forkeram), an dem sechs Forschungsinstitutionen und rund 20 Industriebetriebe beteiligt sind, hat die Arbeit aufgenommen. Sprecher des Verbunds ist Prof. Peter Greil, Inhaber des Lehrstuhl für Glas und Keramik am Erlanger Uni-Institut für Werkstoffwissenschaften.

Zwei Lehrstühle des Erlanger Instituts für Werkstoffwissenschaften sind mit Projekten im Forschungsverbund Forkeram vertreten: neben dem Lehrstuhl für Glas und Keramik nimmt auch der Lehrstuhl Polymerwerkstoffe von Prof. Helmut Münstedt teil. Weitere Verbundpartner sind die Georg-Simon-Ohm Fachhochschule Nürnberg, die Universität Bayreuth, die Technische Universität Hamburg-Harburg, das Fraunhofer-Institut für Silicatforschung in Würzburg und das Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik in Freiburg.

Dreijähriges Programm

Die Fördersumme, die die Bayerische Forschungsstiftung gewährt hat, ist für ein Forschungsprogramm von drei Jahren ausgelegt. Dieser Betrag deckt 50 Prozent des erforderlichen Aufwands ab. Wie in der Kooperation von Wissenschaft und industrieller Praxis in Bayerns Forschungsverbün-

den üblich, wird die andere Hälfte der Kosten von den Industriepartnern getragen.

Keramische Materialien können äußerst vielseitig verwendet werden. Als Gebrauchskeramik, zum Beispiel als Porzellan-Service, sind sie im täglichen Leben allgegenwärtig; als Technische Keramik in Technik und Medizin sind sie ebenso weit verbreitet, werden allerdings kaum wahrgenommen. Technische Keramikkomponenten erfüllen jedoch als wichtige, wenn auch von außen nicht sichtbare Schlüsselkomponenten entscheidende Aufgaben in vielen Apparaturen und Maschinen.

Weltweite Schlüsseltechnologie

Sie lösen bei einem Unfall den Airbag im Auto aus, reduzieren Verschleiß und Energieverbrauch im Motor und steuern mit höchster Präzision fertigungstechnische Prozesse. Sie sind im Einsatz, um für klaren Fernseh-, Rundfunk und Telefonempfang zu sorgen, Abgase aus Kraftwerken zu reinigen, eine schmerzfreie Zertrümmerung von Nierensteinen zu ermöglichen oder defekte Zähne und Knochen zu ersetzen.

Die Herstellungs- und Anwendungstechnik moderner keramischer Materialien wird weltweit als Schlüsseltechnologie mit strategischer Be-

deutung vor allem für expansive Technologiefelder wie die Informations- und Kommunikationstechnik, die Energie- und Umwelttechnik, die Verkehrstechnik sowie die Bio- und Medizintechnik angesehen. Der Forschungsverbund Forkeram befaßt sich sowohl mit feinkeramischen Produkten als auch mit technischen Keramik-erzeugnissen und setzt vor allem auf eine enge Verknüpfung von Prozeßinnovationen in beiden Bereichen, um gezielt Synergieeffekte zu nutzen.

Über 11 Millionen Mark investiert die Bayerische Forschungsstiftung in die Errichtung eines neuen Forschungsverbunds, der die Wettbewerbsfähigkeit der keramischen Industrie, die innerhalb Deutschlands vorwiegend in Bayern konzentriert ist, durch Prozeß- und Produktinnovationen steigern soll.

Drei Teilbereiche

Die insgesamt elf Projekte, mit denen der Verbund startet, sind in drei Teilbereiche gegliedert: den Bereich „Prozeßinnovation Gebrauchskeramik“, den Bereich „Prozeßinnovation Technische Keramik“ und den Bereich „Neue keramische Produkte und Anwendungen“. Die Forschungen, an denen die Erlanger Lehrstühle beteiligt sind, sind in den ersten beiden Projektbereichen angesiedelt.

Erlanger Nachrichten 3. September 1998

bergeordneten „AF-Bayerische For- (abayfor)“ vor kurzem. Allein in zehn For- 1, also fast der FAU den offiziellen

die Forschungsver- mit etwa 500 Millio- ert, davon über 100 n laufenden Jahr. Die 1 je einem Drittel aus is dem Etat verschie- und von der Bayeri- sstiftung, die unge- erjährlichen Förder- Forschungsverbünde eht es beispielsweise enbereiche:

gsverbund **Antriebs-** emüht sich um mehr iz und Sicherheit von

orschungsverbundes r**Area**) ist Prof. Horst des Erlanger Lehr- phie I. In diesem ein- senschaftlichen Ver- 1 Kultur- und Sozial- außereuropäische kenntnisse sollen der n, neue Märkte zu

der Gentechnologie beschäftigt sich der Forschungsverbund **ForBiosich**.

● Der Erlanger Virologe Prof. Bernhard Fleckenstein ist stellvertretender Sprecher eines Forschungsverbundes für Grundlagen **gentechnischer Ver- fahren (ForGen)**.

● Der Forschungsverbund **Humange- netik (BFH)** versucht, die Diagnose von Erbkrankheiten für Beratungen zu verbessern. Beteiligt daran ist der Lehrstuhl von Prof. Rudolf Pfeiffer.

● Teil des Forschungsverbundes **Katalyse (ForKat)** ist der Lehrstuhl für Technische Chemie I (Prof. Gerhard Emig). Die Anwendung der Katalyse in der chemischen Produktion führt zu höheren Ausbeuten bei geringerem Energieaufwand.

● Erst im September gegründet wurde der Forschungsverbund für **kerami- sche Materialentwicklung und Prozeß- technik (ForKeram)**. Sprecher ist Prof. Peter Greil (Lehrstuhl für Glas und Keramik).

● Sprecher des Bayerischen For- schungsverbundes für **Lasertechnolo- gie (ForLas)** ist Prof. Manfred Geiger (Fertigungstechnologie). ForLas will vor allem die Laserstrahltechnik im Maschinenbau weiter vorantreiben.

● Nicht um konkrete Projekte, son-

der Forschungsverbund f **sche Bildung und Bild- (ForMed)**. Zu seinem Spr Prof. Willi Kalender (i Physik) gewählt.

● Prof. Dieter Seitzer ist Forschungsverbundes **te- chnik (ForMikrosys)**, Fraunhofer-Institut für Schaltungen sowie vier beteiligt sind. Dabei gel kostengünstige Herstellu Systeme durch Miniatur Integration von Sensor und Elektronik.

● Gleich acht Erlangen sind an dem Forschungsve **flächen-, Schicht- und technik (ForOb)** beteiligt es um das Aufbringen v tungen. Sprecher von Fo Robert Singer.

● Im Forschungsverbur **tronik (ForOpto)** geht es t elemente für die optische technik.

● Im Forschungsverbur **schung und Reststoffver Rest)** trägt eine Arbeitsg Chemieprofessor Rudi Untersuchungen zum Rec dienter Leiterplatten bei.

Nürnberger Nachrichten 10. November 1998

■ Neuer Forschungsverbund der Werkstoffwissenschaften

FORKERAM zur Stärkung der bayerischen keramischen Industrie

Über 11 Millionen Mark hat die Bayerische Forschungsstiftung in den neuen Forschungsverbund FORKERAM investiert, der am 1. September 1998 die Arbeit aufgenommen hat. Der Bayerische Forschungsverbund für keramische Materialentwicklung und Prozeßtechnik soll die Wettbewerbsfähigkeit der keramischen Industrie in Bayern durch Prozeß- und Produktinnovationen steigern. Sprecher ist Prof. Dr. Peter Greil, Inhaber des Lehrstuhls für Glas und Keramik, Geschäftsführer ist Dr. Norbert H. Menzler. Sechs Forschungsinstitutionen und rund 20 Industriebetriebe haben sich dem Verbund angeschlossen.

Neben dem Lehrstuhl für Glas und Keramik nimmt der Lehrstuhl Polymerwerkstoffe von

Prof. Dr. Helmut Münstedt am Forschungsverbund teil. Weitere Partner sind die Georg-Simon-Ohm-Fachhochschule Nürnberg, die Universität Bayreuth, die Technische Universität Hamburg-Harburg, das Fraunhofer-Institut für Silicatforschung in Würzburg und das Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik in Freiburg. Die Fördersumme, die die Bayerische Forschungsstiftung gewährt hat, ist für ein Forschungsprogramm von drei Jahren ausgelegt. Dieser Betrag deckt 50 Prozent des erforderlichen Aufwands ab; die andere Hälfte der Kosten wird von den Industriepartnern getragen.

Keramische Materialien können äußerst vielseitig verwendet werden. Als Gebrauchskeramik sind sie im täglichen Leben allgegenwärtig; als Technische Keramik

in Technik und Medizin sind sie ebenso weit verbreitet, werden allerdings kaum wahrgenommen. Technische Keramikkomponenten erfüllen jedoch als Schlüsselkomponenten entscheidende Aufgaben in vielen Apparaturen und Maschinen. Sie lösen bei einem Unfall den Airbag im Auto aus, reduzieren Verschleiß und Energieverbrauch im Motor und steuern mit höchster Präzision fertigungstechnische Prozesse. Sie sind im Einsatz, um für klaren Fernseh-, Rundfunk- und Telefonempfang zu sorgen, Abgase aus Kraftwerken zu reinigen, eine schmerzfreie Zertrümmerung von Nierensteinen zu ermöglichen oder defekte Zähne und Knochen zu ersetzen.

In elf Projekten befaßt sich der Forschungsverbund sowohl mit feinkeramischen Produkten als

auch mit technischen Keramikerzeugnissen und setzt vor allem auf eine enge Verknüpfung von Prozeßinnovationen in beiden Bereichen, um gezielt Synergieeffekte zu nutzen. Die Herstellungs- und Anwendungstechnik moderner keramischer Materialien wird als Schlüsseltechnologie für die Informations- und Kommunikationstechnik, die Energie- und Umwelttechnik, die Verkehrstechnik sowie die Bio- und Medizintechnik angesehen. FORKERAM unterstützt vor allem kleine und mittlere Unternehmen der Keramikindustrie, die nur über eine begrenzte Forschungskapazität verfügen. Die Erlanger Koordinierungsstelle soll unter anderem dafür sorgen, daß die Projektpartner alle im Verbund vorhandenen Ressourcen und Techniken gemeinsam nutzen können. □

Uni Kurier Nr. 23 November 1998

Neuer Bayerischer Forschungsverbund FORKERAM

Über elf Millionen Mark investiert die Bayerische Forschungsstiftung in die Errichtung eines neuen Forschungsverbunds. Dieser soll die Wettbewerbsfähigkeit der keramischen Industrie, die innerhalb Deutschlands vorwiegend in Bayern konzentriert ist, durch Prozeß- und Produktinnovationen steigern. An dem Bayerischen Forschungsverbund für keramische Materialentwicklung und Prozeßtechnik (kurz FORKERAM) sind sechs Forschungsinstitutionen und rund 20 Industriebetriebe beteiligt. Neben dem Lehrstuhl für Glas und Keramik nimmt auch der Lehrstuhl Polymerwerkstoffe von Prof. Dr. Helmut Münstedt teil. Weitere Verbundpartner sind die Georg-Simon-Ohm Fachhochschule Nürnberg, die Universität Bayreuth, die Technische Universität Hamburg-

Harburg, das Fraunhofer-Institut für Silicatforschung in Würzburg und das Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik in Freiburg. Die Herstellungs- und Anwendungstechnik moderner keramischer Materialien wird weltweit als Schlüsseltechnologie mit strategischer Bedeutung vor allem für expansive Technologiefelder wie die Informations- und Kommunikationstechnik, die Energie- und Umwelttechnik sowie die Bio- und Medizintechnik angesehen. Der Forschungsverbund FORKERAM befaßt sich sowohl mit feinkeramischen Produkten als auch mit technischen Keramikerzeugnissen und setzt vor allem auf eine enge Verknüpfung von Prozeßinnovationen in beiden Bereichen, um gezielt Synergieeffekte zu nutzen.

Weitere Informationen
über Kennziffer **471**

PROCESS Magazin für Chemie + Technik Nr. 12

Dezember 1998