

FIBRE based solutions

🍠 🏹 in

C. Wüstner, M. Thomas, G. Puchas, F. Lindner, R. Trân, E. Galiev

Formstabile Werkzeugisolation im Kraftfluss mit verbes-serten thermischen Kennwerten aufgrund eines hybriden Aufbaus (ForWerk)

Kontakt

Dr. Cornell Wüstner Telefon: 03529-551 640 E-Mail: cornell.wuestner@ptspaper.de

www.ptspaper.de

Formstabile Werkzeugisolation im Kraftfluss mit verbesserten thermischen Kennwerten aufgrund eines hybriden Aufbaus (ForWerk)

Papiertechnische Stiftung (PTS) Pirnaer Str. 37 01809 Heidenau www.ptspaper.de Download-Information:

Diese Studie steht auf der Homepage der PTS zum Download bereit: <u>Exakte Suche | PTS Website (ptspaper.de)</u>

Ansprechpartner:

Dr. Cornell Wüstner Tel. (03529) 551-640 cornell.wuestner@ptspaper.de

Papiertechnische Stiftung (PTS) Pirnaer Str. 37 01809 Heidenau Dipl.-Ing. Georg Puchas Tel. (0921) 55-6506 <u>Georg.Puchas@uni-</u> <u>bayreuth.de</u>

Lehrstuhl Keramische Werkstoffe, Universität Bayreuth Prof.-Rüdiger-Bormann-Str. 1 95447 Bayreuth Ricardo Trân, M. Sc Tel. (0371) 371 5397-1180 <u>Ricardo.Tran@iwu.fraunhofer.de</u>

Fraunhofer-Institut für Werkzeugmaschinen und Umformtechnik (IWU) Reichenhainer Straße 88 09126 Chemnitz

Gefördert durch:



Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages



Das Forschungsvorhaben IGF 20646 BG der kooperierenden Forschungseinrichtungen CME, IWU und PTS wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Klimaschutz aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert. Dafür sei an dieser Stelle herzlich gedankt.

Unser Dank gilt außerdem den im PA beteiligten Firmen der Papierund Zulieferindustrie, den Lieferanten und Anwendern von keramischen Pulvern und Faserstoffen, den Firmen aus den Bereichen Isolationswerkstoffe und Umformtechnik sowie der Materialbearbeitung für die Unterstützung der Arbeiten.

Inhaltsverzeichnis

1	Zusammenfassung	4
2	Wissenschaftlich- technische und wirtschaftliche Problemstellung	7
3	Forschungsziel	. 14
4	Material und Methoden	. 15
5	Anforderungsdefinition für die Hybridisolation	. 26
5.1	Vorgehen	. 26
5.2	Ergebnisse	. 27
6	Pulverbeschaffung, Charakterisierung und Modifikation (für OFC)	. 28
6.1	Vorgehen	. 28
6.2	Ergebnisse	. 29
7	Optimierung des OFC	. 32
7.1	Vorgehen	. 32
7.2	Ergebnisse	. 32
8	Kennwertermittlung und Charakterisierung des OFC	. 36
8.1	Vorgehen	. 36
8.2	Ergebnisse	. 38
9	Rohstoffauswahl und Grundcharakterisierung (für PBC)	. 45
9.1	Vorgehen	. 45
9.2	Ergebnisse	. 46
10	Grünkörper im Labormaßstab (für PBC)	. 47
10.1	Vorgehen	. 47
10.2	Ergebnisse	. 49
11	Anwendungsorientierte Optimierung des Grünkörpers	. 56
11.1	Vorgehen	. 56
11.2	Ergebnisse	. 57
12	Übertragung der Grünkörperherstellung in den Technikumsmaßstab	. 62
12.1	Vorgehen	. 62
12.2	Ergebnisse	. 64
13	Konstruktive Gestaltung, Fertigung sowie Charakterisierung der Hybridisolation	ı 67
13.1	Vorgehen	. 67
13.2	Ergebnisse	. 69

14	Belastungstests an der Hybridisolation	71
14.1	Vorgehen	71
14.2	Ergebnisse	72
15	FEM-Simulation der Belastungstests	76
15.1	Vorgehen	76
15.2	Ergebnisse	77
16	FEM-Simulation des Demonstratorwerkzeugs	79
16.1	Vorgehen	79
16.2	Ergebnisse	80
17	Test der Hybridisolation unter Realbedingungen	81
17.1	Vorgehen	81
17.2	Ergebnisse	81
18	Wirtschaftlichkeitsbetrachtung	86
18.1	Vorgehen	86
18.2	Ergebnisse	87
19	Anwenderrichtlinie	91
19.1	Vorgehen	91
19.2	Ergebnisse	91
20	Schlussfolgerungen	92
21	Durchführende Forschungsstellen	93

1 Zusammenfassung

Zielstellung Das Ziel des Forschungsvorhabens war die Entwicklung einer formstabilen Werkzeugisolation mit verbesserten thermischen Kennwerten für den Einsatz im Kraftfluss bei Temperaturen bis 1000 °C. Hierzu wurde eine neuartige Hybridisolation entwickelt, welche sich aus einer oxidfaserverstärkten Keramik (*engl.* Oxid Fiber Composite, OFC) und einer papierabgeleiteten Keramik (*engl.* Paper-Based Ceramics, PBC) zusammensetzt. Zu Beginn des Projektes bestand die Notwendigkeit, ein Anforderungsprofil zu erstellen, um geeignete Materialien für die Hybridisolation zu identifizieren. Anschließend wurden geeignete Verfahren inklusive der dafür notwendigen Parameter erarbeitet und festgelegt, welche es ermöglichten, die notwendigen Werkstoffe (OFC, PBC) mit den vorhandenen Fertigungseinrichtungen herzustellen. Übergeordnetes Ziel des Forschungsprojektes war die Verbesserung der Ressourceneffizienz um hierdurch ökonomische und ökologische Vorteile zu erreichen.

Überblick wesentlicher Ergebnisse

Herstellung der papierabgeleiteten Keramik (PBC)

An der PTS erfolgte die Entwicklung der optimierten PBC. Dazu wurden zunächst geeignete Papierrezepturen und Ausgangsstoffe (Zellstoff, keramische Füllstoffe, Additive) für keramisch hochgefüllte Spezialpapiere entwickelt, welche als Grünkörper für die porösen, keramischen Schichten aus PBC dienten. In einem Sinterofen wurden die Grünpapiere in hochporöse PBC überführt. Es erfolgte eine Optimierung des Füllstoffgehalts sowie des Sinterprogramms. Bei letztgenanntem spielte vor allem der Einfluss der Sinterendtemperatur eine entscheidende Rolle. Die Laborergebnisse wurden schließlich auf die Versuchspapiermaschine der PTS übertragen, wodurch eine kleintechnische Umsetzbarkeit gezeigt werden konnte. Die besten Ergebnisse wurden mit PBC erzielt, die aus Mischungen von Aluminiumoxid und Zirkoniumoxid aufgebaut waren. Es konnten hochporöse Materialien erzeugt werden, welche neben einer ausreichenden mechanischen Stabilität eine offene Porosität von über 60 % und eine Wärmeleitfähigkeit von unter 0,4 W/mK aufwiesen.

Herstellung der oxidfaserverstärkten Keramik (OFC)

Die Entwicklung der oxidfaserverstärkten Keramik (OFC) am Lehrstuhl Keramische Werkstoffe der Universität Bayreuth umfasste die Evaluation einer neuen Faser-Matrix-Kombination sowie die Charakterisierung und Optimierung deren mechanischer und thermischer Eigenschaften. Aufgrund der Anforderungen an das Bauteil wurde die Verwendung von Nextel™720-Fasern (3M Corporation, USA) und einer teilmullitischen Matrix angestrebt. Hierfür wurden zunächst verschiedene Mullitpulver hinsichtlich deren Verarbeitbarkeit im Schlicker und der sich bildenden Matrixmorphologie nach dem Sintern des OFC evaluiert. Hierbei wurden auch die Ergebnisse der mechanischen Untersuchung der hergestellten OFC-Bauteile im 3-Punkt-Biegeversuche und im Druckversuch berücksichtigt. Zusammen mit der Anpassung der organischen Bestandteile des Schlickers konnte so eine optimierte Rezeptur abgeleitet werden.

Aufbau, Test und Simulation der Hybridkeramik

Mit Hilfe der optimierten Keramiken (OFC und PBC) konnte eine Hybridstruktur entwickelt werden, welche aus einem Rahmen aus OFC und Inlays aus PBC besteht (siehe Abbildung 1-1). Zur Herstellung der PBC-Inlays wurden im Sinterofen eine größere Zahl an Grünpapieren übereinandergelegt und unter Beschwerung versintert, um die für die Hybridstruktur geforderte Dicke zu erreichen.

Der Aufbau des Rahmens erfolgte ebenfalls durch Stapelung mehrerer OFC-Platten, welche mit keramischem Kleber verbunden wurden. Die zur Aufnahme der PBC-Inlays notwendigen Kavitäten wurde durch die Herstellung von Gitterstrukturen bereits vorgesehen und führte so nur zu geringem Materialverlust. Im Zuge des Rahmenaufbaus wurden des Weiteren Kavitäten zur Aufnahme von Thermoelementen zur Bestimmung des Temperaturverlaufs in das Bauteil eingebracht.

FEM-Simulation und Belastungstests der Hybridisolation

Anhand der für OFC- und PBC ermittelten thermomechanischen Werte wurde in der Software LS DYNA ein Simulationsmodell erstellt. Dieses Modell wurde verwendet, um die Probengeometrie für die Belastungstests zu bestimmen. Die resultierende Hybridisolation wurde unter industrienahen Bedingungen getestet, wobei die Temperatur an den wichtigsten Stellen mit Thermoelementen gemessen wurde. Die anschließende Validierung der Versuchs- und Simulationsergebnisse ermöglichte es, ein Materialmodell zu erstellen, das gut mit den realen Daten übereinstimmte. Dadurch kann das Materialmodell in Zukunft für die Auslegung einer Hybridisolation verwendet werden, entsprechend der Größe des zu isolierenden, beheizten Werkzeugs.

Demonstrator

Im Laufe des Projekts wurde ein Demonstrator entwickelt, welcher in Abbildung 1-1 dargestellt ist. Mit Hilfe des Demonstrators konnten anwendungstechnische Untersuchungen durchgeführt werden, die einen guten Ausgangspunkt für weitere industrielle Entwicklungen darstellen.



Abb. 1-1: a) Demonstrator aus OFC und PBC; b) Demonstrator im Anwendungstest im beheizten Presswerkzeug (bezeichnet als Probekörper in der Bildmitte)

ResümeeEs wurde im Laufe des Projekts erfolgreich eine Hybridisolation entwickelt und
charakterisiert werden, welche sich aus optimierter Keramik (OFC und PBC)
zusammensetzt. Diese Hybridisolation kann als guter Startpunkt für eine Indust-
rialisierung des Verfahrens dienen.

Für das Hybridbauteil wurden getrennt voneinander eine kostengünstige PBC mit äußerst geringer Wärmeleitfähigkeit und eine mechanisch stabile OFC mit ebenfalls geringer Wärmeleitfähigkeit entwickelt.

Das Hybridbauteil wurde zudem simulativ nachgestellt, was ebenfalls eine industrielle Verwertung vereinfacht.

2 Wissenschaftlich- technische und wirtschaftliche Problemstellung

Warmumformung Die Warmumformung von Blech- und Rohrwerkstoffen spielt im modernen Automobilbau eine immer größere Rolle. Dazu zählen Stähle, die durch Presshärten zu Bauteilen mit höchsten Festigkeiten oder mit maßgeschneiderten mechanischen Eigenschaften verarbeitet werden [1]. Auch für Titan (z. B. α-Titan für Abgasanlagen) und Aluminium (z. B. superplastische Umformung von EN AW-5083) bietet die Warmumformung Vorteile hinsichtlich des Umformvermögens, da der Umformschritt oberhalb der Rekristallisationstemperatur des Metalls stattfindet [2].

> Die Werkzeugtemperaturen bei der Warmumformung von Blechen und Rohren betragen bis zu 900 °C (superplastische Umformung von Titan) oder höher. Aufgrund der hohen Werkzeugtemperaturen ist eine Wärmeisolation für die Werkzeuge/Maschinen der genannten Umformprozesse unerlässlich. Die folgenden Effekte werden damit erzielt:

> • Energie- und Kosteneinsparung durch den Einsatz kleiner dimensionierter Heizelemente oder eine Erhöhung der Lebensdauer der Heizelemente durch eine geringere Belastung [3]

• Einfachere und schnellere Aufheizung der Werkzeuge

• Erhöhung der Maschinen-/Werkzeug-Lebensdauer und -genauigkeit durch Vermeidung unzulässiger Erwärmung von Pressenkomponenten (Gestell, Führungen, Hydraulik) und Werkzeugführungen [4].

Den Kern des Forschungsvorhabens stellten thermische Isolationsbauteile dar, welche bei Warmumformverfahren im Kraftfluss eingebracht worden sind. Konventionelle Isolationswerkstoffe, wie z. B. Laminate aus silikatharzgetränktem Glimmerpapier, kamen aufgrund ihrer niedrigen Druckfestigkeit und -steifigkeit sowie Temperaturbeständigkeit nicht für diesen Einsatzfall in Betracht.

Wärmedämmung bei der Warmumformung mittels keramischer Materialien

Oxidkeramische Verbundwerkstoffe (OFC) sind für diesen Anwendungsfall aufgrund Ihrer hohen Druckfestigkeit, hohen zulässigen Einsatztemperatur und Schadenstoleranz hinsichtlich des Bruchs besonders geeignet. Nachteile der OFC sind jedoch der gegenüber monolithischen Keramiken höhere Preis und die im Vergleich zu konventionellen Isolationsmaterialien höhere Wärmeleitfähigkeit. Im Projekt sollten diese Einschränkungen durch einen Hybridverbund von OFC und einer PBC umgangen werden. Die Kombination beider Werkstoffe sollte einerseits zu einer Reduktion des erforderlichen OFC-Materialbedarfs und damit zu einer deutlichen Kostensenkung gegenüber einer reinen OFC-Isolation führen. Zum anderen sollte mit Hilfe der PBC als Ergänzung die Wärmeleitfähigkeit des Verbundes weiter herabgesetzt werden. Bei der Herstellung keramisch gefüllter, sinterfähiger Papiere handelt es sich um ein kostengünstiges Verfahren, mit dem sich die Wärmeleitfähigkeit auf einfachem Wege variieren lässt. Zu diesem Zweck werden keramische Pulver, Zellstofffasern und synthetische Fasern in einem papiertechnischen Verfahren zu so genannten Grünkörpern verarbeitet, getrocknet und anschließend gesintert, wobei die enthaltenen zellulosebasierten Fasern herausgebrannt werden und dadurch eine definierte und gleichmäßige Porosität und somit niedrige Wärmeleitfähigkeit eingestellt werden kann [3,4]. Zudem kann der Grünkörper noch nachverdichtet werden.

Isolationstypen für Warmumformung

Bei der Werkzeugisolation für die Warmumformung von Blechen oder Rohren muss zwischen den Isolationswerkstoffen im Kraftfluss (Abb. 2-1 II) und den Isolationswerkstoffen ohne Kraftaufnahme (Abb. 2-1 I) unterschieden werden.



1-Pressenstößel; 2-Pressentisch; 3-Rohr; 4-Dichtstempel

Abb. 2-1: Schematischer Aufbau eines beheizten Werkzeuges mit Wärmeisolation

Bei Letzteren liegt die Funktion ausschließlich in der Wärmeisolation (nachfolgend bezeichnet als "konventionelle Isolationswerkstoffe"), wohingegen die Isolationsbauteile im Kraftfluss Strukturbauteile sind.

Isolationsmaterialien und Kennwerte

Für die Einhausung von Werkzeugen können z. B. Laminate aus silikatharzgetränktem Glimmerpapier und Glasgewebe sowie Vakuumformteile (Hochtemperaturwolle und Bindemittel) eingesetzt werden (Tabelle 2-1), welche sich durch sehr geringe Wärmeleitfähigkeiten (<<0,3 W/mK) auszeichnen. Aufgrund der hohen Elastizität (E-Modul unter Druck) ist ein Einsatz dieser konventionellen Isolationswerkstoffe im Kraftfluss jedoch nicht möglich. Dieser Anforderung genügen hingegen die schadenstoleranten oxidkeramischen Verbundwerkstoffe. Die thermische Leitfähigkeit λ dieser Werkstoffklasse ist jedoch mit 2-6 W/mK im Bereich von Raumtemperatur bis 1000 °C zu hoch für den Einsatz als Isolationswerkstoff [5, 6]. Die maximale Dauereinsatztemperatur in Abhängigkeit der verwendeten Faser liegt bei etwa 1100 °C. Darüber hinaus ist mit dem dann zunehmenden Kornwachstum mit einem deutlichen Festigkeitsabfall und einem Verlust des schadenstoleranten Bruchverhaltens zu rechnen [5].

Anforderung	Konventionelle Isola- tionswerkstoffe [7, 8]	Isolation im Kraft- fluss [9, 10]
Geeignete Werkstoffe	Laminate aus silika- tharzgetränktem Glim- merpapier und Glasge- webe sowie Vakuum- formteile	faserverstärkte Oxidkeramiken (OFC)
Wärmeleitfähigkeit λ	<< 0,3 W/mK	> 2 W/mK
Druckfestigkeit σ_D (RT)	<< 400 MPa	200 MPa
Druckfestigkeit σ_D (200 °C)	< 250 MPa	200 MPa
Einsatztemperatur T	max. 750 °C	max. 1100 °C
E-Modul Druck (RT)	6 GPa	93 GPa

Tab. 2-1: Spezifische Kennwerte für Isolationswerkstoffe

Werkzeugaufbau für Innenhochdruck-Umformung

In Abb. 1-2 ist der prinzipielle Aufbau eines beheizten Werkzeugs für die Innenhochdruck-Umformung gezeigt. Die wichtigsten Komponenten sind die Gravur, die Werkzeugbeheizung, die Wärmedämmung im Kraftfluss sowie eine Kühlplatte. Als formstabile und schadenstolerante Isolation wurde Stahl mit geringer Wärmeleitfähigkeit eingesetzt. Im Betrieb des Werkzeugs stellte es sich aufgrund zu großer Wärmeverluste mit dieser Isolationsart als Schwierigkeit heraus, die notwendige Werkzeugzieltemperatur zu erreichen. Alternativ dazu können Komponenten aus gestapelten OFC-Platten zur Wärmedämmung im Kraftfluss verwendet werden (Abb. 1.2 rechts). Über die Plattenanzahl kann die Isolationswirkung variiert werden, wie bereits in Vorversuchen demonstriert werden konnte.



Abb. 1-2: Aufbau eines beheizten Werkzeuges für Innenhochdruck-Umformung und Isolationsplatten aus OFC von InovaCeram (rechts)

Vorarbeiten des Fraunhofer IWU

In Vorarbeiten wurde am Fraunhofer IWU ein temperiertes Werkzeug entwickelt, welches an der Aktivteiloberfläche mit Hilfe von integrierten Heizelementen auf 800 °C beheizt wurde. Das beheizte Werkzeugsegment wurde durch eine 10 mm dicke OFC-Platte (Wärmeleitfähigkeit von 2,5 W/mK), bestehend aus mehreren dünnen Plattenschichten, und eine wassergekühlte Platte von der Presse thermisch entkoppelt (siehe *Abb. 2-2* links). Das thermische Verhalten des Aufbaus wurde in einer 2D-Simulation mit LS DYNA nachgebildet. Dabei ergab sich eine Temperaturverteilung im stationären Zustand, wie sie in Abbildung 2-3 (rechts) zu erkennen ist. Innerhalb des OFC ergab sich ein Temperaturabfall von ca. 214 K. Aus thermischer Sicht wäre eine größere Dicke sinnvoll, um eine noch größere Temperaturspreizung zu erreichen. Dies konnte jedoch konstruktionsbedingt nicht umgesetzt werden. Mit einer Reduzierung der Wärmeleitfähigkeit des OFC besteht jedoch ein hohes Potenzial, bei gleichem Bauraum eine größere Isolationswirkung zu erzielen.



Abb. 2-2: Schematischer Aufbau eines Werkzeugoberteils in der Seitenansicht (links) mit dazugehörigem simuliertem Temperaturverlauf für die Punkte 1 bis 5 (rechts)

Im Betrieb wurde die Isolation durch den Stößel mit einer Flächenpressung von 4 N/mm² (120 kN auf 30.000 mm²) beaufschlagt. Aufgrund des verwendeten Schichtaufbaus des Werkstoffs konnten die thermischen Spannungen über die Bauteildicke und die auftretenden Biegespannungen soweit reduziert werden,

dass es zu keinem Versagen kam. Im Vergleich zu einer monolithischen Keramik, welche bei ähnlicher Belastung zerbrach, erwies sich die OFC als signifikant schadenstoleranter und bruchzäher so dass kein Versagen auftrat.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass insbesondere die zu hohe Wärmeleitfähigkeit im Kraftfluss ein großer Nachteil des Stands der Technik ist. Diese sollte zum einen durch neuartige OFC-Werkstoffe verringert werden. Zum anderen sollte ein hybrider Isolationsaufbau entwickelt werden, der sich aus OFC-Komponenten und PBC-Inlays mit einer definierten Porosität zusammensetzt, um die herausragenden mechanischen Eigenschaften der OFC und die Dämmwirkung der PBC zu kombinieren. Gleichzeitig sollte durch den neuartigen Hybridverbund das relativ teure OFC-Material durch eine kostengünstigere PBC substituiert werden.

Eigenschaften oxidkeramischer Verbundwerkstoffe

Monolithische Keramiken aus Al₂O₃ oder Si₃N₄ zeichnen sich durch ihre Hochtemperaturfestigkeit aus; nachteilig ist jedoch ihre geringe Schadenstoleranz. Punktuelle Krafteinleitungen können bereits bei relativ geringen mechanischen Lasten zum Versagen dieser monolithischen Keramiken führen. Diesem Problem versucht man durch das Einbringen von keramischen Fasern in eine keramische Matrix entgegenzuwirken [11, 12, 13]. Beide Komponenten sind zwar inhärent spröde, jedoch werden im Verbund durch eine angepasste Faser-Matrix-Bindung energiedissipierende Effekte wie Rissumlenkung, Debonding oder Faser-Pull-Out erzeugt, wodurch letztlich das quasiduktile Bruchverhalten realisiert wird. Risse in der Verbundkeramik führen somit nicht zum sofortigen Versagen des Werkstoffs, da Spannungsüberhöhungen abgebaut werden können. Im Falle der oxidkeramischen Werkstoffe wird im Allgemeinen das Prinzip der porösen Matrix verfolgt. Die hochporöse keramische Matrix aus Al₂O₃, ZrO₂ oder Mullit (Porosität bis 60 Vol.%) umgibt die keramischen Hochleistungsfasern aus Al₂O₃ und Mullit. Die Matrix sorgt für eine mechanische Entkopplung der Faserfilamente und baut Spannungsüberhöhungen durch die Ausbreitung von Rissen ab. Einzelfilamente, bzw., bei fortschreitender Belastung, Faserbündel versagen unkorreliert, sodass die benachbarten Filamente/Bündel immer noch Last tragen können. Mit der hohen Porosität der Matrix geht ihre relativ niedrige Wärmeleitfähigkeit einher, welche zusätzlich durch die eingesetzten Matrixmaterialien eingestellt werden kann (Wärmeleitfähigkeit dichter monolithischer Keramiken: ZrO₂: 1,5 W/mK bei 20 °C, Al₂O₃: 26 W/mK [13], Mullit: 5 W/mK [14]). Derzeitige Einsatzgebiete der oxidkeramischen Faserverbundwerkstoffe finden sich vor allem in der Metallurgie zur Schmelzedosierung oder als Chargiergestell in Härtereien. In Brennern oder Industrieöfen können die OFC unter korrosiven, oxidischen Atmosphären bei extremen thermischen Bedingungen von über 1000 °C verwendet werden. Ein weiteres potenzielles Anwendungsgebiet sind Komponenten in stationären Turbinen und Fluggasturbinen [5, 15].

Herstellung oxidkeramischer Werkstoffe

Die Herstellung der oxidfaserverstärkten Keramik erfolgt nach der am Lehrstuhl Keramische Werkstoffe der Universität Bayreuth entwickelten und patentierten Prepreg-Methode (WO2016016388A1 (2016), WO2017220727A1 (2017)). Der Verfahrensablauf ist in Abbildung 2-4 dargestellt. Faserpreformen (z.B. Gewebe) werden mit einem oxidkeramischen Schlicker infiltriert, welcher neben Wasser auch Glycerin als Dispergiermedium enthält. Das Glycerin dient hierbei als Hygroskopiermedium, um über Konditionierung bei definierter Luftfeuchte eine für die Verarbeitung notwendige Klebrigkeit (tack) im Prepreg einzustellen. Des Weiteren ist durch das Glycerin die Möglichkeit der Wiederbefeuchtbarkeit auch nach wasserfreier Trocknung (z.B. zur Lagerung) gegeben. Die "klebrigen" Prepregs werden in einem Laminationsschritt gestapelt und in einer Rollenpresse (Laminator) komprimiert, wobei überschüssiger Schlicker aus dem Laminat gepresst werden muss. Bei der anschließenden Trocknung werden dem Schlicker Wasser und Glycerin entzogen. Den Abschluss des Verfahrens bildet das Sintern.



Abb. 2-3: Verfahrensweg zur Herstellung von OFC-Prepregs

Der Vorteil gegenüber konventionellen Herstellverfahren liegt in der hydrothermalen Konditionierung und damit der reproduzierbaren Verarbeitung der Prepregs sowie der Lagerfähigkeit über mehrere Wochen ohne die spezifischen Eigenschaften der Prepregs und der daraus hergestellten OFC zu verändern.

Herstellung von Sinterpapieren Konventionelle Papiere enthalten neben zellulosebasierten Faserstoffen einen Anteil an anorganischen Füllstoffen, um die spezifischen Eigenschaften zu verbessern. Wird der Füllstoffgehalt auf mindestens 70 Gew.% gesteigert, wird das Papier in seinen spezifischen Eigenschaften von der durch den Füllstoff vorgegebenen Funktionalität geprägt. Als Beispiel können hier präkeramische Papiere als Halbzeug / Grünkörper für die Keramisierung genannt werden [16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 31]. Die papierabgeleiteten Werkstoffe werden in einem Nassverfahren auf Papiermaschinen großtechnisch hergestellt. Diese Halbzeuge lassen sich papiertechnologisch in anwendungsrelevante, z. T. mehrlagige oder -schichtige Strukturen überführen (z. B. Wabenplatten mit vier- und sechseckigen Strukturen). Durch eine anschließende thermische Behandlung wird die Zellulosematrix entfernt und der papierabgeleitete, keramische Werkstoff gebildet. Papiertechnologisch stellt die Herstellung hochgefüllter Spezialpapiere (bis über 80 Gew.%) eine große Herausforderung dar. Parameter wie Retention, Entwässerung, Formation der Papiere und Abrasivität der Füllstoffe haben dabei einen sehr großen Einfluss auf die Papierqualität und den Papierherstellungsprozess und müssen im Vorfeld (z. B. auf einer Versuchspapiermaschine) untersucht werden.

Die anfangs schwierige Verarbeitung der hochgefüllten Papiere wurde durch eine systematische Untersuchung von Struktur-Eigenschaftsbeziehungen in verschiedenen Projekten der PTS vereinfacht. Für eine Verarbeitung der Grünkörper (Halbzeuge) ist eine geeignete Zusammensetzung von Lang- und Kurzfasern sowie des Retentionssystems in Abhängigkeit des verwendeten Füllstoffs notwendig. Einfluss hat dabei nicht nur die Art des Füllstoffes, sondern auch die Partikelgröße, die Partikelform, eine multimodale Partikelgrößenverteilung und die Oberflächenladung der Partikel.

Die bisher entwickelten Rezepturen für präkeramische Sinterpapiere beschränken sich überwiegend auf den Bereich der bei hohen Temperaturen sinternden Füllstoffe Aluminiumoxid und Siliciumcarbid [23, 24, 25]. Es bedarf einer weiteren Entwicklung der hochgefüllten Papiere zur Erweiterung auf preiswerte Füllstofftypen (z. B. Kieselgur, Perlit) und den Einsatz von synthetischen Faserstoffen zur Steigerung der Festigkeiten der Grünkörper und der gesinterten Strukturen sowie einer Reduzierung der Schwindung.

Für die Herstellung von Werkzeugisolationen wurden OFC-Werkstoffe bisher Forschungsnoch nicht hinsichtlich geringer Wärmeleitfähigkeit optimiert. Des Weiteren wabedarf ren Erfahrungen in Bezug auf die Herstellung von präkeramischen Papieren vorhanden, jedoch lag der Fokus der Entwicklungen auf der Machbarkeit zur Erzielung eines hohen Feststoffgehaltes, der Vermeidung von Gradienten, der Verarbeitbarkeit und dem Sintern. Es blieb also im Forschungsvorhaben zu klären, ob sich die keramischen Pulver mit niedriger Wärmeleitfähigkeit für die Herstellung hochgefüllter Papiere und den anschließenden Sinterprozess eignen, sowie ob die Porosität im OFC erhöht werden kann, um die Wärmeleitfähigkeit abzusenken, ohne jedoch die Druckfestigkeit soweit verringern, dass der Werkstoff nicht mehr für die Anwendung geeignet ist. Des Weiteren mussten neue Verfahrenswege zur Bearbeitung der Werkstoffe, bspw. zum dimensionsstabilen Fügen des OFC-Werkstoffes mit dem papierabgeleiteten Isolationswerkstoff zur Hybridstruktur entwickelt werden. Dafür war zudem eine Weiterentwicklung im Bereich der Entbinderungs- und Sinterverfahren notwendig und für das genannte Forschungsziel anzupassen. Ein konventioneller OFC-Werkstoff ist teuer in der Herstellung und weist zu hohe Wärmeleitfähigkeiten $(\lambda = 2.6 \text{ W/mK})$ auf. Im Projekt wurde die prinzipielle Eignung einer Hybridstruktur, bestehend aus einem OFC-Werkstoff und papierabgeleitetem Isolationsmaterial, als druckstabile Isolation geprüft. Dazu wurden die Einflüsse von Porosität, Art der keramischen Pulver und Porengröße auf wesentliche spezifische Eigenschaften der Hybridstruktur wie Druckfestigkeit und Wärmeleitfähigkeit erforscht.

3 Forschungsziel

Forschungsziel und Arbeitshypothesen

Das Ziel des Forschungsvorhabens war die Entwicklung einer formstabilen Werkzeugisolation mit verbesserten thermischen Kennwerten für den Einsatz im Kraftfluss bei Temperaturen bis 1000 °C. Hierzu wurde eine neuartige Hybridisolation entwickelt, welche sich aus OFC und einem papierabgeleiteten Werkstoff zusammensetzt. Zu Beginn des Projektes bestand die Notwendigkeit, ein Anforderungsprofil zu erstellen, um geeignete Materialien für die Hybridisolation zu identifizieren. Anschließend wurden geeignete Verfahren inklusive der dafür notwendigen Parameter erarbeitet und festgelegt, welche es ermöglichten, die notwendigen Materialien mit den vorhandenen Fertigungseinrichtungen herzustellen. Übergeordnetes Ziel des Forschungsprojektes stellt die Möglichkeit dar, die Ressourceneffizienz zu verbessern, um hierdurch ökonomische und ökologische Vorteile zu erreichen. Hierzu sollten folgende Thesen überprüft werden:

• Für papiertechnologisch abgeleitete Keramiken gilt, dass eine gezielte Adaption der Rezepturbestandteile, eine Teilsubstitution des Faserstoffes durch mineralische Fasern und die Anpassung der Prozessbedingungen eine Herstellung von reproduzierbaren, homogenen Halbzeugen mit einer sehr niedrigen Wärmeleitfähigkeit zulässt, da hierdurch maßgeblich die Porosität zur Erzielung der geforderten Wärmeleitfähigkeit (<1,0 W/mK) sowie die notwendigen Festig-keiten und die Schwindung während des Sinterprozesses gesteuert werden.

• Oxidische Verbundwerkstoffe weisen aufgrund der Faserverstärkung und ihrer porösen Struktur hohe Festigkeiten in Verbindung mit einem schadenstoleranten Bruchverhalten auf. Zudem weisen sie aufgrund ihrer Porosität eine geringe Wärmeleitfähigkeit auf. Eine erhöhte Matrixporosität und Druckfestigkeit des oxidischen Faserverbundwerkstoffes kann durch eine geeignete Auswahl keramischer Pulver und Sinterparameter eingestellt werden.

• Die beim Einsatz von Stahl bzw. OFC auftretenden zu hohen Wärmeleitfähigkeiten können durch den Einsatz einer Hybridisolation reduziert werden, wenn die Hybridisolation aus einem oxidischen Verbundwerkstoff, welcher die Druckbelastung aufnimmt und einer PBC, welche für die nötige geringe Wärmeleitfähigkeit sorgt, aufgebaut ist. Gleichzeitig sind die Kosten einer solchen Hybridisolation geringer als die der reinen OFC-Lösung.

• Durch spezifische prozesstechnische und simulative Maßnahmen hinsichtlich der Bauteilauslegung, des Fügens und der Dimensionsstabilität der Einzelkomponenten, ist es möglich, eine stoffschlüssige Verbindung zwischen OFC und PBC zu generieren. Dadurch kann neben wirtschaftlichen Gesichtspunkten, wie bspw. einer niedrigeren Wärmeleitfähigkeit, auch die Widerstandsfähigkeit gegen mechanische Belastungen erhöht werden.

Anhand der aufgeführten Arbeitshypothesen ergab sich der nachfolgend formulierte und vorgeschlagene Lösungsweg.

Nach dem einleitenden AP1 zur Festlegung und Spezifizierung der Anforderung Vorgehen der Hybridisolation gliederte sich das Projekt in 4 Hauptphasen. Zentrale Aufgabe der Universität Bayreuth war die Weiterentwicklung des OFC-Materials hinsichtlich hoher mechanischer Stabilität und geringer Wärmeleitfähigkeit, welches als Rahmenmaterial für die Hybridisolation gedacht war (AP2 -AP4). Zur gleichen Zeit beschäftigte sich die PTS mit der Entwicklung eines speziellen PBC-Materials mit akzeptablen mechanischen und guten thermisch isolierenden Eigenschaften (AP5 – AP8). Die Ergebnisse der beiden genannten Forschungsstellen liefen in AP9 zusammen, welches das Verbindungsstück aller Arbeiten darstellt. Darin wurden Hybridisolationen aus den beiden Teilkomponenten entwickelt und gefertigt. In der 3. Hauptphase beschäftigte sich das Fraunhofer IWU mit der simulativen und realen Betrachtung hinsichtlich des Wärmeübergangs der entwickelten Hybridisolationen (AP10 - AP12). Die abschließenden Arbeitspakete (AP13 - AP16) dienten in erster Linie der weiteren Übertragung der Ergebnisse in Richtung der industriellen Anwender, wobei realitätsnahe Tests durchgeführt, die Wirtschaftlichkeit analysiert sowie die erzielten Ergebnisse im Rahmen einer leicht verständlichen Anwenderrichtlinie zusammengefasst wurden.

4 Material und Methoden

4.1 Aufbereitung der Rohstoffe und Stoffanalytik

Vorbehandlung
der Pulver für dieDa die verwendeten Pulver teilweise in Form von Sprühgranulat (as-received
Zustand; d50=100 μm) vorlagen, wurde das Granulat vor der Verwendung in ei-
ner Rührwerkskugelmühle (Netzsch MiniCer) auf eine Partikelgröße <5 μm auf-
gemahlen. Ferner wurden die Pulver für eine gesonderte Versuchsreihe vor
dem Aufmahlen bei einer Temperatur von 900 °C bzw. 1500 °C (Haltezeit 2 h)
in einem Sinterofen (Nabertherm LH60/14) thermisch ausgelagert.

Schlickerherstellung Die im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Schlicker bestanden aus den Bestandteilen vollentsalztes Wasser, Glycerin, Dispergator und Entschäumungsmittel, sowie verschiedenen oxidkeramischen Pulvern. Das Verhältnis zwischen Flüssigphase und Pulveranteil wird als Feststoffgehalt (Angabe in Gew.%) ausgedrückt. Die Zugabemenge der einzelnen Schlickerbestandteile wurde durch Festlegen der Gesamtansatzmenge, des Feststoff- und Glyceringehalts sowie des Mengenverhältnisses der Pulver berechnet, auf einer Feinwaage (Sartorius ED6202S) eingewogen und in eine PE-Flasche gefüllt. Abschließend wurden Mahlkugeln (SiLibeads Typ ZY-P, Ø=3,0-3,3 mm) zugegeben und die Schlicker zur Aufbereitung auf einen Walzenstuhl gelegt.

Aufbereitung der Rohstoffe für die Papierherstel- lung	Der Zellstoff (Sulfatzellstoff, 50 % Langfaser, 50 % Kurzfaser) wurde im Techni- kum der PTS aufgeschlagen und mit dem einem Technikums-Refiner der Fa. Andritz gemahlen. Anschließend wurden aus den Zellstoffmischungen über die VPM Bogenware hergestellt, die über die Projektlaufzeit gut lagerbar war und damit gleichbleibende Rohstoffeigenschaften garantiert werden konnten. Diese Zellstoffvarianten wurden über Nacht in Wasser eingeweicht und im Labor- Desintegrator für 20 min bei 3000 rpm desintegriert.
	Die kationischen Stärken wurden für die Laborversuche in der Mikrowelle min- destens 10 min gekocht. Von den Retentionsmitteln wurden Stammlösungen nach Herstellervorgaben hergestellt und verwendet.
Herstellung von Partikelsuspen- sionen für hoch- gefüllte Papiere	Zur Aufbereitung der keramischen Pulver wurde ein Labordissolver Disperlux der Pendraulik GmbH mit unterschiedlichen Dispergierscheiben verwendet. Die Füllstoffdispersionen wurden standardmäßig ohne Dispergierhilfsmittel bei Drehzahlen zwischen 3000 und 4000 rpm (abhängig vom Dispergierscheiben-

durchmesser) für 30 min in entionisiertem Wasser dispergiert.

4.2 Schlickeranalytik

Partikelgrößen-
verteilungIm Rahmen der Aufbereitung auf dem Walzenstuhl wurden die Schlickerbe-
standteile vollständig durchmischt und die Pulverpartikel durch die Zugabe von
Mahlkugeln zerkleinert. Die Partikelgrößenverteilung des Schlickers wurde nach
etwa 24 h mit einem Lasergranulometer (Anton Paar PSA 1190 L/D) gemessen.
Um eine homogene Infiltration der Faserbündel sicherzustellen, hatte sich in
vorherigen Arbeiten eine Partikel- bzw. Agglomeratgröße von d₉₉<10 μm als er-
forderlich gezeigt. Konnte die Partikelgröße nicht erreicht werden, wurde der
Schlicker auf dem Walzenstuhl bzw. mit einem Turbula[®]-Intensivmischer
(Clauss T 2C) weiter aufgemahlen.

Viskositätsmes-Zum Vergleich des Fließverhaltens bzw. des zeitlichen Rückstellverhaltens der Viskosität der Schlicker im konditionierten Zustand in Abhängigkeit deren Zusung sammensetzung wurden Viskositätsmessungen an einem Rheometer (Anton Paar MCR 702 MultiDrive) unter Verwendung eines koaxialen Zylindermesssystems (Ø=27 mm) bzw. einer Kegel-Platte-Messgeometrie (Steigungswinkel α = 2°, Ø=25 mm) durchgeführt. Für die Fließkurve wurde ein Scherratenbereich von 0,1-600 1/s vorgegeben. Dieser wurde nach einheitlicher Vorbelastung mit aufsteigender und abfallender Scherrate gemessen. Die Thixotropie der Schlicker wurde über einen Schersprungversuch untersucht. Dieser bestand aus drei Abschnitten konstanter Scherbelastung, wobei Abschnitt 1 und 3 die Ruhebelastung (0,1 1/s) und Abschnitt 2 den Bereich der Scherbelastung darstellte. Für Abschnitt 2 wurde eine Scherrate analog der des, aus der Fließkurve ermittelten, Viskositätsminimums gewählt. Die Messdauer für die Abschnitte 1-3 betrug 120 s, 40 s und 180 s.

Partikelgrößenverteilung mittels ESA-Messung (electrokinetic sonic amplitude)

Um die Stabilität in Lösung sowie die Kompatibilität mit verschiedenen Dispergatoren zu untersuchen, wurden die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Mullit-Pulver einer ESA-Messung (ESA: electrokinetic sonic amplitude) unterzogen. Durchgeführt wurden die Messungen an einem Field ESA der Firma Partikel-Analytik Messgeräte GmbH mit einer Suspension aus dem zu untersuchenden Pulver und vollentsalztem Wasser (20 Gew.% Feststoffgehalt). Angewendet wurde eine "Konzentrationsmessung", bei der der Dispergatorgehalt schrittweise erhöht (0,02 ml in Zeitintervallen von 20 s) und das korrespondierende ESA-Potential aufgenommen wurde. Die Messungen wurden abgebrochen, wenn eine Verschlechterung des Signals eintrat.

4.3 Papieranalytik

Prüfung der Pa- piermuster	Für die bei der Blattbildung gebildeten Papiere wurde die Zugfestigkeit nach DIN EN ISO 1924-2 gemessen. Die für die Berechnung benötigte flächenbezo- gene Masse und die Dicke wurden nach DIN EN ISO 536 und DIN EN ISO 534 bestimmt. Es wurden jeweils zwei 15 mm breite Streifen von drei Laborblättern pro Sorte geschnitten und mit einem Abstand von 10 cm zwischen zwei Spann- klammern der Universalprüfmaschine TIRA test 2705 der Fa. TIRA eingespannt und mit 20 mm/min auseinandergezogen bis zu einem Kraftabfall von 40 %. Die Bestimmung der Biegesteifigkeit erfolgte nach DIN 53121 im Zweipunktverfah- ren.
Dickenmessung	An Grünpapieren und den daraus erzeugten PBC wurden Dickenmessungen durchgeführt. Dies geschah mittels eines L&W Micrometer der Firma Lorentzen & Wettre GmbH. Hier wird für jedes Laborblatt die Dicke an 5 Punkten bestimmt und anschließend der Mittelwert gebildet. Diese Dicke wurde insbesondere zur Ermittlung des Schwunds beim Sintern benötigt.
Rasterelektro- nenmikroskopie (REM)	Mit dem Rasterelektronenmikroskop JSM-6510 der Fa. JEOL wurden Oberflä- chen- und Querschnittsaufnahmen von hochgefüllten, präkeramischen Papie- ren sowie vom PBC-Material aufgenommen. Für die Aufnahmen wurden repräsentative Stellen präpariert, auf dem Proben- träger fixiert und anschließend mit Gold besputtert, um eine möglichst gleich- mäßige Oberfläche, und damit verbunden, eine hohe Auflösung zu erhalten. Die Aufnahmen erfolgten im Sekundärelektronen-Modus. Die Vergrößerungen wur- den jeweils entsprechend der Aufgabenstellung gewählt.
Glührückstand	Die Bestimmung von Glührückständen wurde nach ISO 1762 am Gerät "pre- pASH 340 Series" der Fa. Precisa Gravimetrics AG durchgeführt. Dieses er- laubt repräsentative Einwaagen von ca. 1,5 g für Faserstoffe, welche für die Analyse verwendet werden. Zudem werden die Analysen in Doppelbestimmung durchgeführt. Die aufgelisteten Werte zeigen deren Mittelwert.

4.4 Laborblattbildung

Herstellung der Laborblätter (hochgefülltes, präkeramisches Papier) Laborblätter wurden nach dem Rapid-Köthen Verfahren in Anlehnung an DIN ISO 5269-2 an einem Blattbildner der Firma HAAGE gebildet (siehe Abbildung 5-1). Die Aufbereitung des Faserstoffs erfolgte nach ISO 5263. Laborblätter wurden mit flächenbezogenen Massen von 500-1000 g/m² gebildet. Die so erzeugten runden Laborblätter haben einen Durchmesser von 20 cm.



Abb. 5-1: HAAGE Blattbildner BB mit drei Vakuumtrocknern

Die Dosierreihenfolge für das Screening der Füllstoffe wurde wie folgt umgesetzt:

Schritt	Aktion
1	Vorlegen der Zellstoffsuspension im Verteilgerät
2	Zugabe der kationischen Stärke (5 min Einwirkzeit unter Rühren)
3	Zugabe der abgewogenen Füllstoff-Slurry zur vorgelegten Zell- stoffsuspension unter Rühren (Rührplatte)
4	Zugabe des Styrol-Butadien-Latex unter Rühren (Rührplatte; Ein- wirkzeit 2 min)
5	Zugabe des Retentionsmittels unter manuellem Rühren und so- fortige Laborblattbildung

Tab. 5-1: Dosierreihenfolge bei der Herstellung hochgefüllter Papiere

Die Herstellung der hochgefüllten Laborblätter ist in Abbildung 5-2 gezeigt. Zunächst wird die Suspension durch Einströmen von Leitungswasser verdünnt (Abb. 5-2a) und darauffolgend durch Einblasen von Druckluft über Verwirbelung homogenisiert. Anschließend wird die Suspension durch Unterdruck entwässert und abgesaugt (Abb. 5-2b). Die Entwässerung hochgefüllter Papiere ist deutlich schlechter als bei herkömmlichen Papieren und erfordert deshalb mehr Zeit. Das feuchte Blatt wird mit einem definierten Karton bedeckt und abgegautscht (Abb. 5-2c). Das feuchte Blatt und der Karton werden anschließend vom Sieb abgeschlagen (Abb. 5-2d). Die Trocknung der Papiere erfolgte bei 94 °C für ca. 20 min (abhängig vom Füllstoff und der Flächenbezogenen Masse) unter Vakuum in den Trocknern des Laborblattbildners. Standardmäßig wird ein Papier mit einer Flächenmasse von 80 g/m² für 7 min bei dieser Temperatur getrocknet.



Abb. 5-2: Schrittweise Herstellung von Laborblättern am Blattbildner

4.5 Herstellung hochgefüllter Papiere an der Versuchspapiermaschine

Allgemeine Informationen Die Versuchspapiermaschine (VPM) der PTS wurde von der Firma PAMA paper machinery GmbH hergestellt und besitzt eine Arbeitsbreite von 0,42 m und kann sowohl mit einem Langsieb als auch Schrägsieb betrieben werden. Die Arbeitsgeschwindigkeit kann zwischen 1 und 10 m/min variiert werden. Es sind Flächenmassen bei herkömmlichen Papieren zwischen 30 und 200 g/m² möglich. Bei hochgefüllten Papieren wurden auch deutlich höhere Flächenmassen erzielt.

Mit Hilfe der Maschine ist es möglich eine industrienahe Papierherstellung zu simulieren und gleichzeitig kleinere Mengen an (Spezial-)Papier zu erzeugen. Die Umsetzung von Versuchen an der VPM erleichtert deutlich die Übertragbarkeit in den Industriemaßstab.

Aufbau

Die folgenden Abbildungen (5-3 und 5-4) geben einen Eindruck von der VPM.



Abb. 5-3: VPM im Technikum der PTS



Abb. 5-4: Schematischer Aufbau der VPM

Die einzelnen Bestandteile der Maschine sind in Abbildung 5-4 dargestellt. Die Vorbereitung der Faser- und Füllstoffe erfolgt in den Mischbütten. Die Suspensionen werden anschließend über eine Stoffpumpe und einen Rundverteiler auf das Langsieb übertragen, auf dem die Entwässerung stattfindet. Anschließend wird das feuchte Papier mittels einer Pick-up-Saugpresse aufgenommen und zur Trockenpartie weiter transportiert, welche aus acht ölbeheizten Trockenzy-

lindern besteht (aufheizbar bis 140 °C). Nach der Trockenpartie werden Temperatur und Feuchte des Papiers bestimmt. Die flächenbezogene Masse wird vor der Aufrollung durch einen Sensor mittels β -Strahlung gemessen. Signifikante Messwertunterschiede liegen bei 5 % der Gesamt- und Ascheretention. Die Online-Formationsmessung erfolgt durch eine stationäre Version des Formationsmessystems direkt vor der Aufrollung.

Sinterung der Grünpapiere

Die Sinterung der hochgefüllten präkeramischen Spezialpapiere erfolgt im Labor-Hochtemperaturofen der Firma ThermConcept GmbH (siehe Abbildung 5-5). Es wird bei oxidierender Atmosphäre gefahren.



Abb. 5-5 Sinterofen im Technikum der PTS sowie verschiedene PBC-Muster

Bei der Sinterung ist zu beachten, dass im Bereich von 200 bis 500 °C die Entbinderung stattfindet. Dabei werden alle organischen Bestandteile wie der Zellstoff und Papieradditive kontrolliert verbrannt. Die Heizrate wird dafür im besagten Bereich bei geringen Werten (1-2 K/min) gehalten. Zudem werden Haltestufen eingebaut, die eine allmähliche Degradation der Zellulose gewährleisten. Im Anschluss wird bis zur Maximaltemperatur mit einer hohen Heizrate von 5 K/min aufgeheizt. Die finale Sinterung der Keramik findet bei einer Sinterendtemperatur von ca. 1400 bis 1600 °C (im Falle von Aluminiumoxid) statt, wobei nochmals eine Haltstufe von 1-2 Stunden vorgegeben wird.

4.6 OFC-Herstellung

Infiltration der GewebelagenDie für die OFC-Herstellung verwendeten Nextel[™]720-Gewebe (Typ EF19) wurden zunächst im Ofen (Nabertherm LH60/14) für 2 h bei 700 °C entschlichtet. Nach dem Zuschnitt wurden die Gewebe in eine mit Schlicker gefüllte Schale gelegt und beidseitig unter Verwendung eines Pinsels mit Schlicker eingestrichen. Danach wurden sie aus dem Schlickerbad auf einen PE-Vlies (Tyvek® 1443R) gelegt, mit einer weiteren Lage PE-Vlies bedeckt und mit einem Rakel der Höhe 800 μm bzw. 900 μm abgestrichen, wodurch erster überschüssiger Schlicker verdrängt wurde. Die infiltrierten Gewebelagen kamen gemeinsam mit dem wasserdampfdurchlässigen PE-Vlies bei 25 °C und einer definierten Feuchte für mindestens 24 h zur Konditionierung in einen Klimaschrank (Weiss 305SB/10+10 JU). Die Konditionierungsfeuchte musste auf das Schlickersystem angepasst werden und betrug 45 - 73 % r.F. (relative Feuchte).

Im Anschluss an die Konditionierung folgte der Laminationsschritt. Hierfür wur-Lamination der den die Gewebelagen aus dem PE-Vlies geschnitten und auf einem weiteren Gewebelagen PE-Vlies (Tyvek® 1057D) gestapelt. Dabei wurde darauf geachtet, dass die aufeinanderliegenden Lagen jeweils die gegengleiche Orientierung aufwiesen. Anschließend wurde das Gewebepaket mit einem weiteren PE-Vlies abgedeckt und auf bzw. zwischen zwei Hartfaserplatten bei kleiner werdenden Arbeitsabständen durch eine Rollenpresse gewalkt (Abb. 5-6). Zur Vermeidung von Verschmutzung wurde das Laminat zwischen zwei PET-Folien gelegt. Nach dem letzten Arbeitsabstand wurden die Hartfaserplatten und die PET-Folien entfernt und das Laminat zusammen mit dem PE-Vlies für ca. 30 min bei Laboratmosphäre belassen. Anschließend folgte die Trocknung in einem Trockenschrank (Binder FDL 115) in zwei Stufen. Der erste Schritt erfolgte bei 60 °C und einer Lüftergeschwindigkeit (Fanspeed, kurz: FS) von 90 für eine Dauer von 2 h wobei dem Schlicker zunächst Wasser entzogen wurde. Bei einer Temperatur von 100 °C und FS 90 wurde das Laminat dann für ca. 24 h weiter getrocknet. Neben Wasser sollte bei den eingestellten Bedingungen auch ein Teil des Glycerins aus dem Schlicker entfernt werden, um eine Wiederbefeuchtung an Laboratmosphäre aufgrund der hygroskopischen Eigenschaft des Glycerins zu vermeiden.



Abb. 5-6: Schematische Darstellung des Laminats in der Rollenpresse

Sinterung der OFC Nach Abschluss der Trocknung wurden die Laminate aus den PE-Vliesen entnommen und in eine Pulverschüttung aus Aluminiumoxid (T60, Almatis) gebettet. In dieser erfolgte der für die Herstellung abschließende Schritt des Sinterns im Sinterofen (Nabertherm NH60/14). Das Sinterprogramm (Tab. 5-2) sah während des Aufheizens bis 400 °C niedrige Aufheizraten sowie Haltestufen vor, um die noch im Schlicker befindliche Organik schonend zu entfernen. Der Sintervorgang selbst fand bei 1225 °C bzw. 1275 °C für 2 h statt. Anschließend erfolgte der Abkühlvorgang, wobei dieser ab Temperaturen unter 1000 °C regellos ablief.

Temperaturintervall [°C]	Aufheiz-/Abkühlrate [K/h]	Haltezeit [h]
20 – 120	20	
120		1
120 – 400	50	
400		2
400 – 1225 (1275)	100	
1225 (1275)		2
1225 (1275) – 1000	100	

Tab. 5-2: Sinterprogramm der OFC

4.7 Mechanische Charakterisierung der OFC

Im Rahmen der mechanischen Prüfung wurde die 3-Punkt-Biegefestigkeit nach 3-Punkt-DIN EN 658-3 an einer Universalprüfmaschine (Hegewald & Peschke Inspekt 5 Biegeprüfung table blue) gemessen. Die dafür notwendigen Probekörper (65 mm x 10 mm x d_{Platte}) wurden aus den gesinterten Platten mit einer Diamantdrahtsäge (Well 6234) herausgesägt. Zur Begradigung der Biegeflanken wurden diese auf einer Teller-Schleifmaschine (Struers Rotopol) plan geschliffen. Die Untersuchung erfolgte mit einem Auflagerabstand von 50 mm und einer Traversengeschwindigkeit von 1 mm/min. Gemessen wurden die Kraft-Weg-Daten über eine 1 kN-Kraftmessdose und den Verfahrweg der Traverse. Durch die Eingabe der Probengeometrie, welche mit einem Messschieber ermittelt wurde, wurden die Daten programmintern in Spannung und Dehnung umgerechnet und als solche ausgegeben. Die Bestimmung des E-Moduls erfolgte als Steigung der Sekante im linear-elastischen Bereich der Messkurve. Wurde ein Kraftabfall von >80 % der maximal erreichten Kraft oder eine Randfaserdehnung von 0,8 % erreicht, endete die Messung. Pro Platte wurden mindestens fünf Biegestäbchen untersucht und ein Mittelwert der Festigkeit aus diesen gebildet.

Druckprüfung bei Raumtemperatur	Die Druckfestigkeit in Anlehnung an DIN EN 658-2 wurde an Universalprüfma- schinen der Fa. Zwick (Z1485, Z050) gemessen. Entgegen der Norm wurde die Belastungsrichtung senkrecht zur Faserrichtung gewählt, da dies der geplanten Belastungsrichtung in der Anwendung entsprach. Die Probekörper (10 mm x 10 mm x d _{Platte}) wurden analog zu denen der 3-Punkt-Biegeversuche präpariert. Als Traversengeschwindigkeit wurde 2 mm/min vorgegeben. Die Messdaten wurden über eine 250 kN Kraftmessdose und den Verfahrweg der Traverse (Z1485) bzw. eine 50 kN-Kraftmessdose und ein Videoextensometer (Z050). Für die Festigkeitsuntersuchung wurde ein Kraftabfall von >80 % der maximal erreichten Kraft als Abbruchkriterium vorgegeben. Zur Bestimmung der zykli- schen Druckfestigkeit wurde eine Druckspannungsobergrenze gewählt, nach deren Erreichen der Test beendet wurde.
Druckprüfung bei Hochtemperatur	Analog zur Druckprüfung bei Raumtemperatur wurde auch bei den Hochtempe- raturversuchen (Zieltemperatur 900 °C) verfahren. Gerätebedingt konnte hier keine weggesteuerte, sondern nur eine kraftgesteuerte Verfahrgeschwindigkeit vorgegeben werden. Über Ergebnisse aus Vorversuchen konnte ein geeigneter Wert ermittelt werden, der eine Belastungscharakteristik analog der Versuche bei Raumtemperatur ermöglichte. Nach dem Einlegen in das Messgerät wurde eine Wartezeit zur homogenen Erwärmung der Probe vorgesehen.

4.8 Untersuchung der thermischen und physikalischen Eigenschaften des OFC

Dichte und Porosität wurden über das Archimedes-Verfahren nach DIN EN Dichte und Poro-993-1 bestimmt. Vor der Messung mussten die Probekörper zunächst im Trosität ckenschrank getrocknet werden, um die Restfeuchte aus der Probe zu entfernen. Danach wurde mit einer Feinwaage (Sartorius ED4202S) zunächst die Masse der Proben an Atmosphäre (mLuft) bestimmt. Anschließend wurden die Proben in einem Exsikkator für 30 min evakuiert (p < 25 mbar), mit Wasser geflutet, für weitere 30 min evakuiert (p < 25 mbar) und anschließend für weitere 30 min bei Umgebungsdruck belassen. Zur Reduzierung der Oberflächenspannung war das verwendete Wasser mit zwei Tropfen 2-Octanol versetzt. Über eine Feinwaage wurde anschließend die Auftriebsmasse (m_{Wasser}) sowie die Masse der "nassen" Proben an Luft (m_{Nass}) gemessen. Für letztere wurde das oberflächlich anhaftende Wasser zuvor mit einem feuchten Tuch entfernt. Mit den dadurch ermittelten Werten konnten die Werte für Dichte p und Porosität e` nach Formel 13 bzw. Formel 14 berechnet werden.

$\rho =$	$\rho_{Wasser} \times \frac{m_{Luft}}{m_{Nass} - m_{Wasser}}$	Formel (13)
	$e^{`} = \frac{m_{Nass} - m_{Luft}}{m_{Nass} - m_{Wasser}} \qquad Form$	nel (14)
$ \rho_{Wasser} $:	Dichte des Wassers	
m _{Wasser} :	Masse der Probe in Wasser	
m _{Luft} :	Masse der Probe an Luft	
m _{Nass} :	Masse der nassen Probe an I	Luft

Mikrostrukturuntersuchung mittels Rasterelektronenmikroskop (REM)

Zur Untersuchung der Mikrostruktur des gesinterten Gefüges wurden aus den hergestellten OFC-Platten Proben mit einer Kantenlänge von ca. 10 mm herausgesägt. Diese wurden in Epoxid-Harz (Struers EpoFix Resin) eingegossen und nach dem Aushärten auf einer vollautomatischen Schleif- und Poliermaschine (Struers Abramin) für die REM-Untersuchung präpariert. Das Polieren erfolgte mit einer schrittweisen Reduzierung der Partikelgröße der Diamantsuspension von 9 µm über 3 µm bis auf 1 µm. Nach dem Polieren wurden die Proben im Ultraschallbad (Bandelin Sonoplus HD 2000) gereinigt und anschließend getrocknet. Da Mullit eine zu geringe elektrische Leitfähigkeit aufweist, mussten die Proben vor der Untersuchung im REM mit einer leitfähigen Schicht beschichtet werden. Dafür wurden die Proben in einem Sputtercoater (Cressington 108 auto) mit einer Goldschicht besputtert. Bei der Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop (REM; Zeiss Sigma 300 VP) wurde insbesondere die Homogenität der Faserbündel-Infiltration sowie ebenfalls der Versinterungsgrad der Matrix genauer untersucht. Gearbeitet wurde mit Beschleunigungsspannungen von 5-10 kV unter Verwendung des Sekundär-Elektronen-Detektors (SE-Detektor). Die Aufnahmen wurden bei Vergrößerungen von 250x, 500x, 1.000x, 2.500x sowie teilweise 10.000x und 25.000x angefertigt.

Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität mittels Differential scanning calroimetry (DSC-Analyse) Die spezifische Wärmekapazität wurde mit einem Wärmestrom-Differenz-Kalorimeter NETZSCH DSC 404 F1 Pegasus[®] gemessen. Die spezifische Wärme wurde dadurch bestimmt, dass zunächst die Basislinie des Gerätes und eine Standardreferenzprobe gemessen wurden. Danach wurde die unbekannte Probe gemessen und deren spezifische Wärme mittels der "Ratio-Methode" berechnet. Die DSC-Messungen der spezifischen Wärmekapazität wurden in Platintiegeln und Aluminiumoxidliner mit gelochten Deckeln in Argon-Atmosphäre durchgeführt. Für die Tests wurde ein scheibenförmiger Probenkörper mit einem Durchmesser von ≈5 mm verwendet. Die Massen der Proben betrugen 90-110 mg. Während der Messung wurde die Proben von Raumtemperatur auf ca. 1000 °C mit einer Heizrate von 20 K/min aufgeheizt.

Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit - Laser Flash Analyse (LFA) Die Temperaturleitfähigkeit wurde mit der Flash-Apparatur NETZSCH LFA 467 HT HyperFlash[®] gemessen. Das Aufheizen der Probenvorderseite erfolgt mit einer Xenon-Blitzlampe, der resultierende Temperaturanstieg auf der Rückseite der Probe wurde mit einem Infrarotdetektor (InSb) gemessen. Die LFA Messungen wurden in einem Standardprobenhalter (10 mm x 10 mm) zwischen 25 °C und 1000 °C in Schrittweiten von 200 K bei dynamischer Argon-Atmosphäre (100 ml/min) vorgenommen. Die Proben wiesen eine Dicke von ca. 2-2,5 mm auf. An jeder Probe wurden drei Einzelmessungen durchgeführt. Vor der Messung wurden die Proben mit Grafit beschichtet, um ein optimales Absorptions-/Emissionsvermögen zu gewährleisten.

Rasterelektro- nenmikroskopie (REM)	Siehe Abschnitt 5.2.3
Messung der Biegefestigkeit (Doppelring- Biegefestigkeit)	Der Doppelring-Biegeversuch wurde an einer Universalprüfmaschine (TIRAtest Typ TT 2805 der Firma TIRA GmbH mit eingebauter 500 N Messdose) durch- geführt und ist an die Norm DIN 51105, die den Doppelring-Test behandelt, an- gelehnt. Anders als nach Norm wurde für die vorliegenden Proben ein verklei- nerter Versuchsaufbau genutzt, da der Probendurchmesser in dieser Arbeit bei ca. 20 – 30 mm liegt.
Porositätsmes- sung (Hg- Porosimetrie)	Für die Untersuchungen wurde das Quecksilberporosimeter PoreMaster 60 GT der Fa. Anton Paar eingesetzt. Die Kapillare mit der enthaltenen Probe wurde im Gerät evakuiert und mit elementarem Quecksilber beaufschlagt. Dabei wer- den kleine Hohlräume und Poren durch die hohe Oberflächenspannung des Quecksilbers nicht gefüllt (Kapillardepression). Erst bei Anlegen eines äußeren Drucks füllen sich zunächst große und mit steigendem Druck immer kleinere Poren. Diese Prozedur wird zunächst in einer Niederdruck- und anschließend in einer Hochdruckkammer umgesetzt.
	Das in die Probe intrudierte Quecksilbervolumen wird kontinuierlich gemessen und man erhält typische Intrusionskurven. Unter der Annahme zylindrischer Po- ren wird der hydrostatische Druck direkt in einen äquivalenten Porenradius bzw. -durchmesser umgerechnet. Für jede Probe wurde eine Doppelbestimmung durchgeführt. Die finalen Ergebnisse und Verteilungskurven entsprechen dem Mittelwert von zwei Einzelmessungen.

4.9 Untersuchung der Eigenschaften der PBC

5 Anforderungsdefinition für die Hybridisolation

5.1 Vorgehen

Ziel

Im AP1 sollten als Grundlage für alle weiteren Arbeitspakete in Zusammenarbeit mit den Industriepartnern Anforderungsprofile definiert, präzisiert und ergänzt werden, welche die in der Praxis relevanten Warmumformprozesse an Wärmeisolationen im Kraftfluss darstellen.

Durchführung Zur Diskussion, Präzisierung und Finalisierung der Anforderungen an das zu entwickelnde Hybridmaterial wurden zu Projektbeginn Gespräche im Rahmen von Treffen des PA bzw. direkte Gespräche zwischen den Forschungsstellen und Industrievertretern geführt.

Dabei wurden die vorher ausgearbeiteten Parameter bezüglich der Anforderungsprofile besprochen, insbesondere charakteristische Beanspruchungen wie Umform-/Schließkräfte, Querkräfte, Krafteinwirkungsdauer, erforderliche Werkzeugtemperaturen und Taktzeiten. Es wurde ebenfalls über die Einbaubedingungen der Isolationswerkstoffe in den verschiedenen Anwendungsgebieten der PA-Unternehmen gesprochen. Des Weiteren wurden mit dem PA ein geeigneter, kommerziell erhältlicher Isolationswerkstoff definiert, für welchen in AP4 Kennwerte ermittelt wurden und der für vergleichende Untersuchungen als Füllstoff gegenüber einer Papierkeramik in der Hybridisolation zum Einsatz kam (AP10). Auch über die Bestimmung geeigneter Füllstoffe für die Herstellung von PBC bzw. OFC wurden mit Industrievertretern mehrere Gespräche geführt.

5.2 Ergebnisse

Festlegung der Werkzeugtempe- ratur	Es wurden zwei Anwendungsszenarien für die Werkzeugisolation in Zusam- menarbeit mit den Projektpartnern und in Absprache mit dem projektbegleiten- den Ausschuss festgelegt. Zum einen sollte die Isolation für die superplastische Titanumformung bei Werkzeugtemperaturen von 850 – 900 °C / 930 °C geeig- net sein. Die Hybridisolation muss für diesen Anwendungsfall bis 1200 °C Be- ständigkeit zeigen. Als zweites Anwendungsszenario wurde der Ersatz von Glimmerpapieren als Isolationsmaterial festgelegt. Die Werkzeugtemperatur liegt bei Warmumformungen, bei denen Glimmerpapier eingesetzt wird bei et- wa 800 °C.
	Die thermischen und mechanischen Eigenschaften bei 800 – 900 °C standen somit im Mittelpunkt des Interesses bei der Untersuchung des im Projekt entwickelten PBC- und OFC-Materials.
Festlegung Füll- stoffe für OFC und PBC	In Abstimmung der Projektpartner und der PA-Mitglieder wurden zielführende Pulver diskutiert und ausgewählt. Als aussichtsreiche Materialien, welche die Anforderungen an die Werkzeugisolation ermöglichen können, wurden Alumi- niumoxid, Yttrium-Aluminium-Granat (YAG), ZTA (Zirkoniumoxid-Aluminium- oxid-Mischungen) und Mullit festgelegt. Aluminiumtitanat weist zwar eine sehr geringe Wärmeleitfähigkeit auf, war jedoch aufgrund der verminderten Druckstabilität ausschließlich für eine Anwendung als PBC denkbar.
	Für die Herstellung von PBC wurden darüber hinaus anorganische Fasern (Aluminiumoxid bzw. Kieselgel) ausgewählt um damit eine Verstärkung des PBC zu bewirken. Für die Verstärkung von OFC wurden Aluminiumoxid- und Mullit-Fasern festgelegt.
Festlegung der mechanischen Beanspruchung	Im Rahmen von Vorarbeiten am Fraunhofer IWU wurde bereits eine konventio- nelle Isolation aus Oxidfaserkeramik mit einer Flächenpressung von 4 MPa ge- testet. Die zu entwickelnde Hybridisolation sollte jedoch auch deutlich höheren Flächenpressungen standhalten, um das mögliche Einsatzspektrum zu erwei- tern. In Absprache mit den Mitgliedern des PA wurde eine im Realversuch zu testende Flächenpressung von dem Vierfachen, also 16 MPa, festgelegt. Dieser Druck liegt bei der Hybridisolation nur auf dem OFC-Anteil an, sodass der Wert für die Flächenpressung je nach OFC-Anteil deutlich darüber liegen kann.
Festlegung der kommerziellen Referenzmateria- lien	Als Referenz für PBC wurde ein keramisches Isolationsmaterial ausgewählt, welches aus keramischen Fasern und passenden Bindern aufgebaut ist (Inlay-V1).
	Als kommerzielle OFC-Referenzmaterialien wurden zwei unterschiedliche Vari-

anten festgelegt, die nachfolgend als OFC-V1 und OFC-V2 bezeichnet werden.

FazitDie vorher festgelegten Materialien und Anwendungsbedingungen konnten in
den Gesprächen mit den beteiligten Firmen weitestgehend bestätigt und an ei-
nigen Stellen noch verfeinert bzw. erweitert werden. Somit wurde eine gute
Grundlage für die weiteren Arbeitsschritte gelegt.

6 Pulverbeschaffung, Charakterisierung und Modifikation (für OFC)

6.1 Vorgehen

Ziel	Inhalt dieses Arbeitspakets war die Beschaffung und ggf. Modifikation von Pul- vern zur Herstellung einer keramischen Matrix für die Oxidfaserverstärkten Ke- ramiken (OFC). Die Pulver mussten dabei den Anforderungen der Herstellung über die Schlickerroute und den thermomechanischen und -chemischen An- sprüchen zur Kompatibilität mit den verwendeten Verstärkungsfasern genügen. Des Weiteren musste eine gute thermische Performance des Gesamtbauteils gewährleistet werden.
Auswahl Mat-	Die Auswahl der Materialien erfolgte primär anhand der Kennwerte Wärmeleit-

rixpulver
fähigkeit λ und Wärmeausdehnungskoeffizient α, wobei erst genannter zur Erreichung des Projektziels und zweit genannter für die Kompatibilität mit den verwendeten Nextel[™]720-Fasern (α = 6x10⁻⁶ 1/K [26]; 3M, USA) erforderlich waren. Des Weiteren musste es sich bei den Materialien um Oxide handeln, um die hohen Anwendungstemperaturen von bis zu 900 °C an Luft realisieren zu können, ohne dass eine Oxidation des Materials auftritt.

Dispergierbar-Zur Untersuchung der Dispergierbarkeit wurden ESA-Messungen (*engl.*keitelectrokinetic sonic amplitude) durchgeführt.

6.2 Ergebnisse

Matrixpulver Als grundlegend geeignet wurden die in Tabelle 7-1 beschriebenen Pulver eingestuft.

	Mullit	Zirkoniumoxid	Aluminium-	Yttrium-Aluminium-
		(ZrO ₂)	titanat (Al ₂ TiO ₅)	Granat (YAG)
Wärmeleitfähig-	3,5-6 [27]	2-3 [28]	1,5 [29]	3-8 [30]
keit [W/mK]				
Wärmeausdeh-	4-5 [22]	10-11 [31]	0,5-3 [32]	8-9 [33]
nungskoeffizient				
[10 ⁻⁶ 1/K]				

Wenngleich Al₂TiO₅ die niedrigste Wärmeleitfähigkeit aufweist, kam dessen Einsatz aufgrund fehlender mechanischer Beständigkeit, speziell im Bereich der Anwendungstemperatur, nicht in Frage. Aufgrund der thermochemischen und -mechanischen Kompatibilität zum Fasermaterial wurde der Fokus auf Mullit als (Haupt-)Matrixmaterial gelegt. Verwendet wurden die bereits am Institut vorhandenen Mullit-Pulver M672 (Symulox® M 672, Nabaltec AG) und M01 (KM101, KCM Corporation). Die Partikelgröße des M672-Granulats wurde durch Aufmahlen in einer Rührwerkkugelmühle (RWKM) auf d99 < 10 µm eingestellt. Als weitere Pulverkomponente wurde nach Beratung durch die Firma Nabaltec (Mitglied im projektbegleitenden Ausschuss) das Mullit-Pulver M72 (Symulox® M 72, Nabaltec AG) als Muster beschafft und ebenfalls vor dem Einsatz aufgemahlen. Mittels Rasterelektronenmikroskop (REM) wurde die Mikrostruktur von OFC, hergestellt aus Schlickern mit verschiedenen Pulverfraktionen und Nextel™720-Geweben, untersucht und bewertet (Abb. 7-1). Dabei zeigte sich eine identische Schliffebene für Fasern und Matrix, erkennbar am Vorliegen angeschliffener Matrixkörner, wohingegen für ein bewährtes Faser-Matrix-System (Al2O3-ZrO2-Schlicker mit Nextel™610-Geweben, fortlaufend als Standardsystem bezeichnet) unterschiedliche Ebenen für Fasern und Matrix und damit optisch "herausstehende Fasern" festgestellt werden konnten. Dies lies auf einen höheren Versinterungsgrad der Mullit-Matrix schließen, welcher sich negativ auf die Schadenstoleranz auswirken sollte.



Abb. 7-1: Gefüge der hergestellten OFC-Platten bei 1000-facher Vergrößerung (Pulveranteil M672/M01: 80/20 (a), 90/10 (b), 100/0 (c); Al₂O₃-ZrO₂-Schlicker (d))

Üblicherweise wird die Matrix für OFC nach dem "weak matrix composite"-Ansatz (WMC) durch eine sinteraktive Feinfraktion und eine sinterträge Grobfraktion gebildet, die sowohl eine mechanisch feste Verbindung zwischen den Partikeln bei gleichzeitigem Erhalt der Mikroporosität als auch eine definierte Faser-Matrix-Anbindung erzeugt (Abb. 7-2). Dies führt dazu, dass die Energie eines auftretenden Risses durch Verästelung dissipiert, und ein Einleiten in die Faser verhindert wird [34].



Abb. 7-2: Anbindung der Matrix an die Faser in einem porösen CMC

Herabsetzung Sinteraktivität

(OFC-Pulver)

Um die Sinteraktivität zu senken, wurde die thermische Auslagerung (1500 °C, 5 h) des M672 in Betracht gezogen, um den reaktiven Anteil des Pulvers (Reaktivmullit) bereits vor dem Sintern des Bauteils abreagieren zu lassen. Dabei konnten jedoch nur geringe Einflüsse auf den Versinterungsgrad (visuell) festgestellt werden. Auch der Vergleich der Phasenzusammensetzung mittels Röntgendiffraktometrie (XRD) mit jener des Ausgangspulvers zeigte keine Unterschiede. Da sich eine hohe Sinteraktivität als vorteilhaft für die Druckfestigkeit im Rahmen der Anwendung herausstellte und mit der thermischen Auslagerung eine Verschlechterung der rheologischen Eigenschaften beobachtet werden konnte, wurde diese Strategie nicht weiterverfolgt.

(OFC-Pulver) Im Rahmen der ESA-Messungen konnte eine gute Dispergierbarkeit aller Pulver in Wasser nachgewiesen werden, sodass die Herstellung wasserbasierter Schlicker ohne weiteres möglich war. Dabei wurde auch die Wirkung verschiedener Dispergatoren auf das Messsignal der Pulver untersucht. Es zeigte sich, dass bei M01 und dem thermisch ausgelagerten M672 durch die Zugabe von bis zu 1 Gew.% eines elektrostatischen Dispergators ein erhöhtes ESA-Signal erzielt werden konnte (Abb. 7-3). Da die Messungen lediglich die Dispergierbarkeit in Wasser belegten, im Schlicker jedoch eine Wasser-Glycerin-Mischung als Dispergiermedium zum Einsatz kam, wurde eine Vergleichsmessung in einer solchen Mischung für das M672-Pulver durchgeführt. Es zeigte sich, dass das ESA-Signal deutlich niedrigere Werte aufwies, der prinzipielle Verlauf aber vergleichbar war (Abb. 7-4).



Abb. 7-3: Auswirkung des ESA-Signals von M672 (links) bzw. M01 (rechts) durch Zugabe von Dispergator (Messung in Wasser)





Weitere Pulver für OFC Im Rahmen des AP3 wurden des Weiteren ZrO₂ und Kohlenstoff (C) als Pulverkomponenten im Schlicker in Betracht gezogen. Auch diese wurden gemäß den bereits beschriebenen Verfahren untersucht und zeigten gute Dispergierbarkeit. Lediglich für das C-Pulver musste ein gesonderter Dispergator verwendet und dementsprechend eine separate Vordispergierung durchgeführt werden. Da deren Einsatz nicht über Vorversuche hinaus reichte, wird auf eine detailliertere Darstellung der Ergebnisse verzichtet. FazitEs konnten Oxidpulver zum Aufbau der OFC-Matrix entsprechend der Zielstel-
lung identifiziert und mit passender Aufbereitung sowie Wahl des Dispergators
für die Verarbeitung angepasst werden.

7 Optimierung des OFC

7.1 Vorgehen

Ziel Durch die Optimierung der Schlickerzusammensetzung und der damit verbundenen Eigenschaften sollte das OFC zunächst hinsichtlich verarbeitungsrelevanter Gesichtspunkte verbessert werden.

Plattenherstel-
lungDie Herstellung der OFC-Platten erfolgte nach dem in Kapitel 2 beschriebenen
Prepreg-Verfahren (siehe auch Abbildung 2-4).

Schlickeroptimierung Die Schlickeroptimierung wurde anhand rheologischer Aspekte durchgeführt und durch mechanische Untersuchungen unterstützt. Rheologische Messungen wurden mit einer konzentrischen Zylindermessgeometrie (CC27) bzw. einem Kegel-Platte-Messsystem (CP25-2) an einem Rheometer der Fa. Anton Paar GmbH (MCR702 MultiDrive) durchgeführt. Zur Beurteilung der OFC-Qualität im Rahmen dieser ersten Optimierungsphase wurde der 3-Punkt-Biegeversuch (DIN EN 658-3) gewählt.

7.2 Ergebnisse

Rheologische Untersuchungen Die rheologischen Messungen ergaben, dass der konditionierte Schlicker ein stark dilatantes Fließverhalten aufwies und damit die Verarbeitung der Prepregs negativ beeinflusste. So konnte im Rahmen des Prozessschritts der Lamination keine ausreichende Verdichtung des Laminats erreicht werden, was den Faservolumengehalt der hergestellten OFC-Platten auf max. 30 % limitierte (gewünschter Zielwert: 40 %).

> Zur Verbesserung der Verarbeitbarkeit wurden rheologische Messreihen durchgeführt, um im Speziellen das Fließverhalten des Schlickers im konditionierten Zustand (Prepreg-Zustand) an die Verarbeitungsanforderungen anzupassen. Als Vorbild wurde hier stets der Schlicker des bewährten Standardsystems (Al₂O₃-ZrO₂-Schlicker) herangezogen. Im Rahmen einer Parameterstudie wurden die verschiedenen Einflussfaktoren (Partikelgrößenverteilung, Glyceringehalt, Dispergatorzugabe, Konditionierungsfeuchte) auf das Fließverhalten genauer untersucht. Aus den daraus gewonnenen Erkenntnissen wurden erste Änderungen an der Schlickerrezeptur vorgenommen, welche zu einer Annäherung des Viskositätsverlaufs an den Al₂O₃-ZrO₂-Schlicker führten. Insbesondere das stark dilatante Verhalten bei Scherraten >10 1/s konnte abgeschwächt und die Viskosität im Bereich niedriger Scherraten leicht erhöht werden (Abb. 8-1).



Abb. 8-1: Vergleich der Viskositätsverläufe in Abhängigkeit der Scherrate zwischen dem Mullit-Schlicker vor und nach der Optimierung und dem Al₂O₃-ZrO₂-Standardschlicker

Eine deutlichere Veränderung der Viskositätskurve konnte durch die Zugabe nicht-mullitischer Pulver erzielt werden, was auf die veränderte Oberflächenchemie sowie die Partikelgröße und -form zurückgeführt werden kann. So konnte durch die Zugabe von C-Pulver die Viskosität im Bereich niedriger Scherraten stark erhöht und damit der Kurvenverlauf gut an den Al₂O₃-ZrO₂-Schlicker angenähert werden (Abb. 8-2). Mit ZrO₂ konnte der gleiche Effekt in abgeschwächter Form erzielt werden.



Abb. 8-2: Vergleich der Viskositätsverläufe in Abhängigkeit der Scherrate zwischen den Mullit-Schlickern mit Zugabe nicht-mullitischer Pulver und dem optimierten Mullit-Schlicker bzw. Al₂O₃-ZrO₂-Schlicker

Da die Korrelation zwischen Viskositätsverlauf und Plattenqualität unzureichende Ergebnisse lieferte, wurde die scherrehologische Messung des Viskositätsverlaufs um die Thixotropie-Messung als transiente Kenngröße ergänzt. Diese stellt das zeitliche Rückstellverhalten eines scherverdünnenden Schlickers im "Low-shear"-Bereich ("Ruheviskosität") nach vorheriger "High-shear"-Belastung (Bereich der Scherverdünnung) dar und wurde über einen Schersprung-Versuch ermittelt. Für die Messabschnitte wurde eine rotatorische Belastung mit einer Scherrate von 0,1 1/s (low-shear) bzw. der Scherrate des Viskositätsminimums aus der zuvor ermittelten Fließkurve (high-shear) vorgegeben. Es konnte festgestellt werden, dass die untersuchten Mullit-Schlicker (mit und ohne Zugabe nicht-mullitischer Pulver) einen, im Vergleich zum Al₂O₃-ZrO₂-Schlicker, deutlich langsameren Wiederanstieg der Viskosität, bei gleichzeitig allgemein niedrigerem Viskositätsniveau, aufwiesen (Abb. 8-3).



Abb. 8-3: Vergleich des Rückstellverhaltens der Viskosität über die Zeit zwischen dem optimierten Mullit-Schlicker und dem Al₂O₃-ZrO₂-Schlicker

Es wird vermutet, dass dies einen entscheidenden Beitrag zum Laminationsverhalten des Schlickers liefert, da damit der Rückstellkraft der im Rahmen der Herstellung komprimierten Gewebelagen weniger stark entgegengewirkt werden kann. Ein niedrigerer Faservolumengehalt, ggf. mit erhöhtem Anteil an Makroporosität, bei gleichem Laminationsabstand sind die Folge. Der unzureichenden Schlickerrheologie konnte zum Teil durch verfahrenstechnische Anpassungen im Laminationsschritt begegnet werden. Durch feinere Unterteilung des Arbeitsabstands der Laminatorrollen und allgemeiner Reduktion des Kompressionsgrads konnte der Schlicker gleichmäßiger verdrängt und gleichzeitig die Schwankungen innerhalb einer Platte bzw. zwischen verschiedenen Platten reduziert werden. Damit konnten eine hohe Homogenität (Dicke, Oberfläche, Porenfreiheit) mit hoher Reproduzierbarkeit aber weiterhin begrenztem Faservolumengehalt (ca. 33 %) erzielt werden. Letzteres stellte für die Anwendung jedoch keinen Nachteil dar, wie durch Folgeuntersuchungen gezeigt werden konnte (siehe 9.2).

Mechanische Eigenschaften Bedingt durch die anfänglich schlechten Verarbeitungseigenschaften des Schlickers und dem damit verbundenen niedrigen Faservolumengehalt von 30 % sowie dem hohen Versinterungsgrad der Matrix lagen die ermittelten Kennwerte für 3-Punkt-Biegefestigkeit, E-Modul und Bruchdehnung für die ersten hergestellten OFC-Platten niedrig (Tabelle 8-1).

Tab. 8-1: Kennwerte hergestellter OFC-Platten mit verschiedenen Pulverzusammensetzungen (M672/M01)

	80/20	90/10	100/0
3-Punkt-Biegefestigkeit [MPa]	105 ± 3	106 ± 8	98 ± 2
E-Modul [GPa]	32 ± 1	34 ± 1	36 ± 0
Bruchdehnung [%]	0,33 ± 0,01	$0,32 \pm 0,03$	0,23 ± 0,01
Faservolumengehalt [%]	28	28	34
Offene Porosität [%]	31	31	31
Dichte [g/cm ³]	2,2	2,3	2,3

Nach Optimierung des rheologischen Schlickerverhaltens konnte eine optimierte OFC-Platte mit bereits verbesserten Eigenschaften aufgrund erhöhtem Faservolumengehalt hergestellt werden (Abb. 8-4, Tab. 8-2).



Abb. 8-4: Exemplarisches Spannungs-Dehnungs-Verhalten der hergestellten OFC-Platten aus optimiertem und nicht-optimiertem Schlicker im 3-Punkt-Biegeversuch
	OFC "Vorversuch"	OFC "optimiert"
3-Punkt-Biegefestigkeit [MPa]	106 ± 8	144 ± 6
E-Modul [GPa]	34 ± 1	61 ± 2
Bruchdehnung [%]	$0,32 \pm 0,03$	0,24 ± 0,01
Faservolumengehalt [%]	28	42,5
Offene Porosität [%]	31	32
Dichte [g/cm ³]	2,3	2,3

Tab. 8-2: Vergleich der Kennwerte zwischen optimierter und nicht-optimierter OFC-Platte

Aufgrund geringer Reproduzierbarkeit der Platten mit hohem Faservolumengehalt (>40 %), wurde dieser für die weitere Herstellung, wie oben bereits beschrieben, auf ein niedrigeres Niveau eingestellt (ca. 33 %).

FazitDurch Verbesserung der Verarbeitungseigenschaften des Schlickers konnte der
anfänglich niedrige Faservolumengehalt erhöht werden, jedoch nur unter
gleichzeitiger Verschlechterung der Plattenqualität. Durch verfahrenstechnische
Anpassungen konnte dieser Zusammenhang entkräftet werden. Basierend da-
rauf fand die Optimierung hinsichtlich der Bauteilanforderungen statt (AP 4).

8 Kennwertermittlung und Charakterisierung des OFC

8.1 Vorgehen

Ziel In diesem Arbeitspaket sollten die anwendungsrelevanten Kennwerte der hergestellten OFC (im weiteren Verlauf als "ForWerk" bezeichnet) ermittelt werden. Diese lassen sich unterteilen in mechanische Kennwerte, zur Beurteilung der mechanischen Stabilität im Rahmen der Anwendung, und thermische Kennwerte, zur Wahrung der im Projektziel formulierten Isolationseigenschaft. Des Weiteren wurden Vergleichsmessungen mit zwei unterschiedlichen kommerziellen OFC-Materialien durchgeführt (im weiteren Verlauf als OFC-V1 und OFC-V2 bezeichnet).

DruckversucheFür den Druckversuch (in Anlehnung an ISO 20504) wurden Platten mit den be-
reits optimierten Schlickereigenschaften untersucht. Dabei wurde die Belastung
entgegen der Vorgaben aus der Norm nicht in Faserrichtung, sondern senk-
recht dazu gewählt, da dies der geplanten Belastungsrichtung der Anwendung
entsprach. Da die Druckfestigkeitsbestimmung nach ISO-Norm einer Belastung
der Probe bis zum Versagen entspricht, wurden weitere Anpassungen vorge-

nommen, um den Fokus auf die für die Anwendung relevante Dauerdruckfestigkeit bei zyklischer Belastung zu legen. Über die Schließkraft der Presse und den Flächenanteil an OFC der Hybridisolation (Rahmenbauteil) für den ersten Belastungstest (AP 10) konnte eine maximale Druckspannung auf das OFC von 70 MPa ermittelt werden. Für die Druckversuche wurde ein entsprechend erhöhter Wert von 100 MPa als Obergrenze vorgegeben, bis zu welchem die Proben (10x10xd mm³) mehrfach (zyklisch) belastet wurden.

Druckversuche HT Um die Druckfestigkeit und vor allem die zyklische Stabilität im Bereich der Anwendungstemperatur von >800 °C zu untersuchen, wurden Hochtemperatur-Druckversuche an der Materialprüfungsanstalt (MPA) Stuttgart in Auftrag gegeben. Hierfür wurden Probekörpergeometrien analog der Raumtemperatur-Versuche verwendet und bei einer Zieltemperatur von 900 °C mechanisch untersucht. Aufgrund Gerätespezifika konnten die Proben nicht vollständig entlastet werden, sodass die Untersuchung einer zyklischen Belastung zwischen 100 MPa (Obergrenze) und 10 MPa (Untergrenze) entsprach. Die Deformation konnte im Rahmen des Experiments lediglich über den Traversenweg bestimmt werden.

Thermische
KennwerteZur Bestimmung der thermischen Kennwerte wurden Messungen im Messlabor
der Fa. Netzsch in Auftrag gegeben. Ermittelt wurde die spezifische Wärmeka-
pazität über die DSC-Analyse (Differential Scanning Calorimetry) und die Wär-
meleitfähigkeit über Laser-Flash-Analyse (LFA). Beide Messmethoden wurden
in einem Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 1000 °C durchgeführt.
Wenngleich die untersuchten OFC-Werkstoffe aufgrund ihrer hohen Porosität
und ihrer anisotropen Eigenschaften für die LFA nicht ideal geeignet sind, stellt
dieses Messverfahren die einzige Möglichkeit dar, die Temperaturleitfähigkeit
auch bei hohen Temperaturen zu bestimmen.

Dichte und Poro-
sitätDichte und Porosität der untersuchten OFC wurden über das Archimedes-
Verfahren (DIN EN 993-1) bestimmt.

8.2 Ergebnisse

Druckfestigkeit bei Raumtemperatur

Die Belastung der Probe bis zum Versagen (Abb. 9-1) liefert eine Festigkeit von 152 ± 8 MPa, einen Druckmodul von $1,3 \pm 1$ GPa und eine Bruchdehnung von 13 %.



Abb. 9-1: Probe zwischen den Druckplatten vor dem Test (links); versagte Probe nach Ermittlung der maximalen Druckfestigkeit nach ISO-Norm (rechts)

Die Untersuchung bei zyklischer Belastung bis 100 MPa (Probengröße 10x10x3 mm³) ergab, dass selbst nach 200 Belastungszyklen kein Versagen der Probe zu erkennen war (Abb. 9-2). Zwischen der "Erstbelastung" und den folgenden Zyklen konnte jedoch ein stark veränderter Verlauf der Druckspannung über der Stauchung beobachtet werden. Zurückgeführt werden konnte dies auf die nicht perfekte Planparallelität der Probe und die daraus resultierende lokale Überbelastung einzelner Bereiche. Da Abweichungen der Dicke im Rahmen der Herstellung nicht ausgeschlossen werden können, muss generell von einem Versagen "schwacher" Matrixbereiche im Rahmen der Erstbelastung ausgegangen werden. Die hohe Reproduzierbarkeit der Kurven (Zyklus 2-200) suggerierte jedoch, dass anschließend nur noch in geringem Umfang irreversible Schädigungen auftraten.





Im Rahmen weiterer Versuche wurde der Einfluss der Matrixzusammensetzung, der Sintertemperatur, des Faservolumengehalts und der Anzahl der gestapelten OFC-Lagen untersucht. Versuche zum Einfluss der Matrixzusammensetzung zeigten, dass das M01 durch ein feinkörniges Al₂O₃-Pulver (A11; TM-DAR, Taimicron, Taimei Chemicals) ersetzt werden konnte, welches aufgrund der besseren Verfügbarkeit und des niedrigeren Preises bei gleichzeitig geringfügig besseren mechanischen Eigenschaften zu favorisieren war (Abb. 9-3). Der Vergleich zwischen Sintertemperaturen von 1225 °C und 1275 °C ergab, dass durch die höhere Sintertemperatur eine geringfügig verbesserte Druckfestigkeit und eine verminderte Zunahme der Dehnung mit steigender Zyklenzahl erreicht werden konnte (Abb. 9-3). Des Weiteren konnte gezeigt werden, dass die Stauchung der Probe mit steigendem Faservolumengehalt abnahm, gleiches war mit zunehmender Lagenanzahl (OFC-Proben) festzustellen (Abb. 9-4). Vorteile hinsichtlich des Versagensverhaltens bzw. der Reproduzierbarkeit des Belastungsverhaltens ergaben sich aufgrund des Faservolumengehalts allerdings nicht, daher nahm dieser im Rahmen der OFC-Herstellung innerhalb dieses Projekts keinen hohen Stellenwert ein und konnte zu Gunsten der Homogenität der Platten niedrig gehalten werden (<<40 Vol.%). Als Resultat dieser Versuche wurde die Schlickerzusammensetzung auf 90 Gew.% M672 und 10 Gew.% A11 bezogen auf die Masse Feststoff sowie eine Sintertemperatur von 1275 °C festgelegt.







Abb. 9-4: Spannungs-Stauchungs-Diagramm für OFC-Proben mit unterschiedlichem Faservolumengehalt und Stapelhöhe nach verschiedener Anzahl an Lastzyklen

Vergleich mit kommerziellen OFC bei Raumtemperatur Für die im Folgenden dargestellten Diagramme wurde die Dehnung absolut ausgedrückt, um einen von der Probendicke unabhängigen Vergleichswert zu erhalten.

Ein Vergleich zwischen dem im Rahmen dieses Projekts entwickelten Materials (ForWerk) und kommerziell erhältlichen Materialien OFC-V1 und OFC-V2 (Abb. 9-5, Abb. 9-6) zeigte, dass lediglich das Material OFC-V2 im Belastungstest vor Erreichen der angestrebten Zyklenzahl (100) versagte (Abb. 9-6). Dies kann jedoch auf die kleine Probengröße (10x10 mm²) und den damit verbundenen hohen Einfluss von Fehlstellen auf das Ergebnis zurückgeführt werden. Des Weiteren konnte festgestellt werden, dass sich mit zunehmender Lastzyklenzahl die Stauchung der kommerziellen Materialien stärker erhöhte als für das im Projekt entwickelte Material. Da die Zunahme nach 100 Zyklen weniger als 100 µm betrug, ist jedoch von keinem negativen Einfluss auf die Anwendung auszugehen.







Abb. 9-6: Spannungs-Stauchungs-Diagramm (RT) von OFC ForWerk und OFC-V2 nach verschiedener Anzahl an Lastzyklen im Vergleich (links); Proben nach dem Test (rechts)

Einfluss Fügestelle bei Raumtemperatur Ein weiterer Einfluss wird durch das Fügen der OFC-Lagen erwartet. Die durchgeführte Untersuchung zeigte, dass die Fügeschicht auch nach 100 Lastzyklen noch intakt war, die Probe jedoch deutlichere Abplatzungen aufwies als im ungefügten Zustand (Abb. 9-7). Gleiches konnte für die lediglich mit Klebstoff bestrichene und thermisch ausgelagerte Probe (1000 °C, 3 h) beobachtet werden, welche sogar vorzeitiges Versagen aufgrund großflächigerer Ausbrüche verzeichnete (Abb. 9-8). Dies kann auf die Infiltration der Poren mit dem verwendeten Kleber (Wasserglas) und der damit verbundenen Versprödung nach Aushärtung des Klebers zurückgeführt werden. Folglich muss die zyklische Stabilität der Fügestelle und des vom Fügemedium infiltrierten Materials als kritisch betrachtet werden. Ggf. kann durch vorherige Infiltration des OFC mit einem niedrigviskosen Medium die Eindringtiefe des Klebers begrenzt werden. Während der thermischen Auslagerung zur Härtung des Klebers würde die Flüssigkeit zersetzt und die Porosität des OFC erhalten bleiben. Dies muss durch Versuche noch bestätigt werden. Ein Verzicht auf Fügestellen erscheint in Anbetracht der zyklischen Stabilität jedoch sinnvoll.







Abb. 9-8: Spannungs-Stauchungs-Diagramm von OFC ForWerk unbehandelt und kleberinfiltriert nach verschiedener Anzahl an Lastzyklen im Vergleich (links); Proben nach dem Test (rechts)

Vergleich mit kommerziellen OFC bei Hochtemperatur Im Hochtemperatur-Druckversuch (T = 900°C) zeigte sich, dass sowohl die Proben des OFC ForWerk als auch die der kommerziellen Hersteller (OFC-V1, OFC-V2) nach 100 Lastzyklen kein Versagen aufwiesen (Abb. 9-9, Abb. 9-10). Der direkte Vergleich zwischen den Proben OFC-V1 und OFC ForWerk zeigte einen geringfügig stärker ausgeprägten Deformationsweg der erstgenannten Probe zusammen mit einem initial stärkeren Setzungsverhalten im Rahmen der Erstbelastung (Abb. 9-9). Die Proben von OFC-V2 wiesen über die Lastzyklen hinweg ein stärkeres Setzungsverhalten auf, zeigten anders als im RT-Versuch aber kein Versagen (Abb. 9-10). Folglich sind alle drei untersuchten OFC für die Anwendung im Rahmen des Projekts als geeignet anzusehen, die besten Eigenschaften konnten mit dem im Projekt entwickelten Material (ForWerk) erzielt werden.



Abb. 9-9: Spannungs-Stauchungs-Diagramm (HT) von OFC ForWerk und OFC-V1 nach verschiedener Anzahl an Lastzyklen im Vergleich (links); Proben nach dem Test (rechts)



Abb. 9-10: Spannungs-Stauchungs-Diagramm (HT) von OFC ForWerk und OFC-V2 nach verschiedener Anzahl an Lastzyklen im Vergleich (links); Proben nach dem Test (rechts)

Spezifische Wärmekapazität

Die mittels DSC-Analyse bestimmte spezifische Wärmekapazität zeigte vergleichbare Werte für die drei untersuchten OFC-Werkstoffe (Abb. 9-11). Dabei stieg der Wert von anfänglich 0,8 J/gK bei Raumtemperatur auf ca. 1,2 J/gK bei 1000 °C.





Wärmeleitfähigkeit Zusammen mit der über die LFA ermittelten Temperaturleitfähigkeit (TLF) und der über Archimedes-Verfahren bestimmten Dichte (ρ) der Materialien konnte die temperaturabhängige Wärmeleitfähigkeit (WLF) über folgende Formel errechnet werden.

 $WLF(T) = TLF(T) * \rho * c_p(T)$

In der nachfolgenden Abbildung sind die errechneten Werte in Abhängigkeit der Temperatur aufgetragen.



Abb. 9-12: Ermittelte Werte für die Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit der Temperatur der drei untersuchten OFC

Speziell bei Raumtemperatur konnten hier große Unterschiede zwischen den Materialien ausgemacht werden. So lag die Wärmeleitfähigkeit der Probe OFC-V1 mit 5 W/mK mehr als 3-mal so hoch im Vergleich zu OFC ForWerk und OFC-V2. Mit steigender Temperatur sank die Wärmeleitfähigkeit aller Materialien, wobei der Abfall der Probe OFC-V1 aufgrund des hohen Werts bei RT am deutlichsten ausgeprägt war. Vergleicht man die für die Anwendung relevante Wärmeleitfähigkeit bei T>800 °C, so lag der Wert der Proben ForWerk mit <1,3 W/mK am niedrigsten, gefolgt von OFC-V2 (<1,5 W/mK) und OFC-V1 (<2,3 W/mK). Dies ist primär auf das verwendete Faser-Matrix-System zurückzuführen, welches im Falle von OFC-V1 aus einer Al₂O₃-ZrO₂-Matrix und Al₂O₃-Fasern bestand und damit eine intrinsisch höhere Wärmeleitfähigkeit im Vergleich zu den Mullit-Mullit-Systemen OFC ForWerk und OFC-V2 aufwies. Die zu Beginn des Projekts ausgesprochene Zielsetzung von <2 W/mK für das OFC konnte somit erfüllt werden.

Dichte und Porosität Die über das Archimedes-Verfahren bestimmten Werte für Porosität und Dichte der drei zu vergleichenden OFC-Werkstoffe sind in der folgenden Tabelle (Tab. 9-1) aufgeführt. Wie sich zeigte, lag die Dichte der Probe OFC ForWerk aufgrund höherer Porosität niedriger im Vergleich zur Probe OFC-V2, was die im direkten Vergleich geringere Wärmeleitfähigkeit erklärt.

Tab. 9-1: Ermittelte Werte für Dichte und Porosität der drei untersuchten OFC

	OFC ForWerk	OFC-V1	OFC-V2
Dichte [g/cm ³]	2,3	2,8	2,5
Porosität [%]	29,9	31,5	24,3

Fazit Durch die vorgenommenen Optimierungsschritte konnte das OFC sowohl auf die mechanische Belastung als auch die thermische Performance hin verbessert werden. So konnte die zyklische Stabilität bis zu 200 Lastzyklen nachgewiesen werden, ohne dass Anzeichen für ein Versagen der Probe zu erkennen waren. Die Wärmeleitfähigkeit konnte durch passende Wahl des Matrixmaterials auf <1,3 W/mK bei 800 °C eingestellt und damit deutlich unterhalb des angezielten Werts von 2 W/mK gesenkt werden. Im Vergleich zu kommerziellen OFC zeigte das im Projekt entwickelte Material die beste Kombination aus mechanischer Stabilität und thermischer Performance.

9 Rohstoffauswahl und Grundcharakterisierung (für PBC)

9.1 Vorgehen

- Ziel Im Arbeitspaket 5 sollten geeignete Materialien gefunden werden, welche die Herstellung von präkeramischen Grünpapieren im Rahmen von Arbeitspaket 6 ermöglichen sollten. Dazu wurden Faserstoffe (Zellulose), Additive (Stärke, Retentionsmittel, Bindemittel), synthetische anorganische Kurzfasern und keramische Füllstoffe evaluiert, beschafft und charakterisiert.
- Für die Auswahl des geeigneten Füllstoffes für die PBC ist neben der Wärme-Auswahl von Füllstoffen leitfähigkeit λ , die Partikelgröße und -verteilung ausschlaggebend. Sehr geringe Wärmeleitfähigkeiten zeigen Mullit, Zirkoniumoxid und Aluminiumtitanat. Etwas höhere Wärmeleitfähigkeiten zeigen Mischkeramiken aus Aluminiumoxid und Zirkoniumoxid sowie reine Aluminiumoxidkeramiken. Synthetische, anorganische Kurzfasern sollten zur Verstärkung der PBC die-Auswahl von nen. Es sollten Fasern ausgesucht und beschafft werden, welche sich gut versynthetischen Kurzfasern einzeln und suspendieren lassen, um sie leicht in die PBC-Matrix zu integrieren. Das Material sollte dabei zur besseren Versinterung möglichst ähnlich zum übrigen Füllstoff sein und ebenso eine geringe Wärmeleitfähigkeit aufweisen. Zur Herstellung hochgefüllter präkeramischer Papiere wurden eine Reihe von Auswahl von Faserstoffen und Additiven ausgewählt und beschafft. Zum einen kationische Stärken, die nötig Additiven sind die Faseroberfläche umzuladen, sodass sich negativ geladene Füllstoffpartikel an die Fasern anlagern können. Zur Einbindung des Füllstoffes haben Vorgängerprojekte der PTS gezeigt, dass der Einsatz eines Binders (Latex) die

Einbindung und Festigkeit der hochgefüllten Papiere verbessert.

9.2 Ergebnisse

Auswahl von Füllstoffen In nachfolgender Tabelle 10-1 ist eine Übersicht über die eingesetzten Füllstoffe zu sehen. Die ausgewählten keramischen Partikel kommen bereits in anderen Spezialkeramikanwendungen zum Einsatz und besitzen relativ geringe Wärmeleitfähigkeiten. Es wurden verschiedene Aluminiumoxide, Mullite, Zirkoniumoxide, Aluminiumtitanate sowie Kieselgur ausgewählt und beschafft.

		Partikelgröße				
Bezeich- nung	Modifikation	Partikel- größe D50	Partikel- größe D90	Partikelgrö-ße- Durch-schnitt		
Alay 1	a. Al2O2	[μm]	[μm] 1.0	[μm]		
AIOX_1	α-AI2O3	0,4	1,9			
Alox_2	α-Al2O3			0,1-0,3		
Zircox_1	ZrO ₂	0,6				
Zircox_2	ZrO ₂	0,6				
Zircox_3	ZrO ₂	0,6				
Mul_1	Mullit	2 (disp.)	8,5 (disp.)			
Alutit_1	Al ₂ TiO ₅	k.A.				
Alutit_2	Al ₂ TiO ₅	k.A.				
Alutit_3	Al ₂ TiO ₅	k.A.				
KiG_1	SiO ₂ (amorph)	k.A.				

Tab. 10-1: Übersicht über die ausgewählten Füllstoffpartikel

Die Füllstoffe wurden mit einem Labordissolver von Disperlux in entionisiertem Wasser für 30 min mit entsprechender Drehzahl dispergiert.

Auswahl von synthetischen Kurzfasern Als synthetische anorganische Fasern wurden Keramikfasern aus Aluminiumoxid, Mullit sowie Kieselgel identifiziert und beschafft. Die Faserlängen betrugen zwischen 3 und 26 mm. Auswahl von Zellstoffen und Additiven Im Technikum der PTS steht eine große Anzahl verschiedener Faserstoffe zur Verfügung, welche üblicherweise aufbereitet, gemahlen und anschließend auf der Papiermaschine (PM) zur dauerhaften Lagerung entwässert und getrocknet werden, sodass sie über die gesamte Projektlaufzeit verfügbar sind. Als Faserstoff wurde eine Mischung aus 50 % Langfasern (für die gute Papierfestigkeit) und 50 % Kurzfasern (für die optimierte Füllstoffretention) gewählt. Zur Charakterisierung des Mahlgrades der hergestellten Zellstoffe wurde die Entwässerungsgeschwindigkeit nach Schopper-Riegler in SR und die Fasermorphologie mittels Valmet bestimmt. In Tabelle 10-2 sind die Ergebnisse der Zellstoffcharakterisierung für den ausgewählten Faserstoff dargestellt.

Tab. 10-2: Charakterisierung des ausgewählten Faserstoffs

Kurz- form	Anteil Kurzfa- serzellstoff [%]	Anteil Langfa- serzellstoff [%]	Spezifische Mahlenergie [kWh/t]	SR- Wert	Faserlänge Lc (l) [mm]
PMM5	50	50	200	36	1,10

Als Stärkekomponente wurde eine kationische Kartoffelstärke mit einem Substitutionsgrad von 0,046 ausgewählt.

Es wurden zudem Latex-Binder auf Basis von Styrol-Butadien beschafft. Zur besseren Retention durch Flockung der einzelnen Komponenten wurden kationische Retentionsmittel der Gruppe der Polyacrylamide (hochmolekulare c-PAM) ausgewählt und besorgt.

Fazit Im Ergebnis konnten geeignete Ausgangsstoffe (Faserstoffe, Füllstoffe, synthetische Kurzfasern und Additive identifiziert werden, mit deren Hilfe in AP 6 erfolgreich präkeramische Papiere erzeugt wurden. Basierend auf der in AP1 erarbeiteten Anforderungsdefinition wurden für die PBC Füllstoffe mit niedriger Wärmeleitfähigkeit und hinsichtlich der Sinterfähigkeit aussichtsreichen Partikeleigenschaften beschafft.

10 Grünkörper im Labormaßstab (für PBC)

10.1 Vorgehen

Ziel Ziel dieses Arbeitspaketes war die labortechnische Entwicklung eines an die Anforderungen der papiertechnischen Herstellung angepassten Materials (Grünkörper) für die Anwendung als unbelastetes Isolationsmaterial unter Nutzung des Papierherstellungsprozesses.

Erzeugung ver-
schiedenerZur Herstellung der Laborblätter wurden das Rapid-Köthen (RK)-Blattbildungs-
verfahren eingesetzt. Das RK-Verfahren dient zur Herstellung runder Papier-
blätter mit einem Durchmesser von 20 cm.

Im Vordergrund standen die Untersuchung der füllstoffbezogenen Einflussfaktoren und hier insbesondere der Füllstoffanteil, die Partikelgrößenverteilung (zur Beeinflussung der Porosität, Eingrenzung des Versuchsraumes durch Einsatz minimal und maximal verarbeitbarer Partikelgrößen, Sinterverhalten) und die Materialzusammensetzung. Dabei erfolgte gegebenenfalls eine Anpassung der Prozessbedingungen (z.B. Stoffdichte, Entwässerungsgeschwindigkeit). Als Fasermatrix kamen Zellstoffe (Lang- und Kurzfasern) unterschiedlicher Mahlgrade zur Steuerung der Porosität des Grünmediums und synthetische Fasern mit verschiedenen Längen zur Festigkeitssteigerung der papierabgeleiteten Isolationsmaterialien zum Einsatz.

Charakterisierung der Grünpapiere Grüngapiere Grüngapiere Grüngapiere Grüngapiere Grünschaften (Anforderungsprofil) Modifikationen an der Grünkörperzusammensetzung vorgenommen. In Tab. *11-1* sind die durchgeführten Prüfungen der Grünkörper aufgeführt.

Parameter	Messmethode
Flächenbezogene Masse	DIN EN ISO 2286-2
Glührückstand (Asche)	DIN 54370
Dicke	DIN EN ISO 534
Bruchkraft	DIN EN ISO 1924-2
2-PktBiegesteifigkeit	DIN 53121

Zur weiteren Charakterisierung der Grünkörper wurden rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen angefertigt.

- Kalandrierung Zur Verdichtung der Grünkörper wurde das unbeheizte Maschinenglättwerk der VPM genutzt. Mit 2 m/min und 28 kN/m Liniendruck wurden die Laborblätter manuell in 2 Durchgängen kalandriert.
- Sinterprozess Die ersten Proben wurden vom Projektpartner CME bei einer Sinterendtemperatur von 1500 °C mit einer Haltezeit von 2 h gesintert. Das verwendete Sinterprogramm für die hochgefüllten Laborblätter ist ähnlich in Tabelle 5-1 dargestellt. Im Unterschied zum Sintern des OFC-Materials wurde die Sintertemperatur auf 1500 °C festgelegt. Ende 2019 wurde von der PTS ein eigener Sinter-

ofen angeschafft. Der Entbinderungsbereich und die Endtemperatur des Sinterprogramms wurde daraufhin von der PTS an die hochgefüllten Papiere angepasst und modifiziert.

Charakterisierung der PBC Die PBC wurden hinsichtlich Schwindung charakterisiert und makroskopisch anhand der Erscheinung und offensichtlicher Defekte bewertet (Schulnote 1 -6). Die Mikrostruktur der PBC wurde rasterelektronenmikroskopisch (REM) analysiert. Die Gesamtporosität und Porengrößenverteilung der Keramikproben wurde mittels Quecksilberporosimetrie bestimmt und ausgewertet. Zur Beurteilung der mechanischen Stabilität wurde die Doppelringprüfung als spezielle Biegevorrichtung an der PTS etabliert. Dazu wurden runde Grünkörperstanzlinge als Einzellagen gesintert.

10.2 Ergebnisse

Erzeugung verschiedener Grünpapiere Für die Papiere wurden folgende Parameter konstant gehalten:

- Faseranteil: 20 %
- Füllgrad: 80 %
- Latexzugabe: 1,5 %
- Retentionsmittelzugabe: 0,1 %
- Flächenmasse: 500 1000 g/m²

Die Menge der kationischen Stärke musste an den jeweiligen Füllstoff angepasst werden. Als Faserstoff kam eine Mischung von Sulfatzellstoff (50% Kiefer/Fichte (Langfaser), 50% Eukalyptus (Kurzfaser)) zum Einsatz. Die Flächenmassen konnten erfolgreich zwischen 500 und 1000 g/m² variiert werden. Bei 1000 g/m² war jedoch eine sehr langsame Entwässerung festzustellen, sodass Flächenmassen zwischen 500 und 750 g/m² bevorzugt wurden.

Als Füllstoffe wurden folgende sinterfähige Materialien untersucht:

- Mullit
- Mischungen von Kieselgur und Mullit
- Verschiedene Aluminiumtitanate
- Aluminiumoxid
- Mischungen von Aluminiumoxid und Zirkoniumoxid

Daneben wurden Versuche mit Aluminiumoxid und verschiedenen synthetischen, anorganischen Fasern (aus Kieselgel, Aluminiumoxid bzw. Mullit) durchgeführt um dadurch eine Verstärkung der entstehenden PBC zu erhalten. Charakterisierung Es war möglich, alle ausgewählten Füllstoffe erfolgreich in die Zellulosematrix der Grünpapiere einzubetten, sodass von allen Varianten stabile, gelichmäßige, hochgefüllte Laborblätter erhalten wurden. Die Blätter wurden mechanisch anhand des Bruchkraft-Index (Tensile-Index) bewertet. Die erhaltenen Werte lagen dabei zwischen 3 und 5 kNm/kg, was auf eine ausreichende Stabilität hindeutet, jedoch erwartungsgemäß wesentlich geringer als bei herkömmlichen Papieren ist, die von 20 - 180 kNm/kg reichen (Holzstoffhaltige Papiere bis hin zu Kraftlinern). Bei der Blattbildung wurden zudem Messungen des Zeta-Potentials durchgeführt. Dabei wurde zunächst beim reinen Zellstoff ein Wert von -41,1 mV erhalten. Durch Zugabe der kationischen Stärke erfolgte eine Umladung hin zu positiven Werten (5 – 13 mV). Nach Zugabe des Füllstoffs sank der Wert wieder deutlich ab. Nach Zugabe der weiteren Additive (Latex, Retentionsmittel) war üblicherweise ein weiteres Absinken die Folge. Wichtig war das am Ende des Prozesses Werte erzielt werden konnte, die deutlich von 0 mV entfernt lagen (mind. 10 mV Differenz nach oben und unten), um eine Überflockung zu vermeiden. Mittels DFS-Messungen wurde die Entwässerung der hochgefüllten Papiere bewertet. Wie zu erwarten, waren die Werte aufgrund des hohen Füllstoffanteils und der hohen Flächenmasse sehr gering.

der entstandenen PBC

Charakterisierung Die Überführung der Grünpapiere bei 1500 °C brachte je nach Füllstoff recht unterschiedliche Ergebnisse zutage. Aufnahmen der entstandenen gesinterten Strukturen sind in Abbildung 11-1 zu sehen. Das Sintern von Mullit und Mullit/ Kieselgur-Mischungen führte nicht zu flächigen, stabilen PBC (Abbildung 11-1a und 11-1b). Aluminiumtitanat schien prinzipiell sinterfähig zu sein, zeigte jedoch eine mäßige mechanische Belastbarkeit (Abbildung 11-1c). Die PBC aus Aluminiumoxid bzw. Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid- Mischungen zeigten eine gute mechanische Stabilität; es wurden gleichmäßige, keramische Schichten erhalten (Abbildung 11-1d und 11-1e). Somit wurden letztgenannte verstärkt für weitere Untersuchungen genutzt.



Abb. 11-1: Fotografische Aufnahmen von PBC, hergestellt aus hochgefüllten Grünpapieren, gesintert bei 1500 °C. Füllstoffe: a) Mullit, b) Mullit/Kieselgur (je 50%), c) Aluminiumtitanat, d) Aluminiumoxid, e) Mischungen von Aluminiumoxid und Zirkoniumoxid

Die Mikrostruktur der Grünpapiere und der PBC sollen beispielhaft von zwei verschiedenen Füllstoffen gezeigt werden (Abbildung 11-2). Die abgebildeten Querschnitte zeigen zunächst die Struktur der hochgefüllten Grünpapiere (linke Seite). Nach dem Sintern waren deutliche Unterschiede in der erhaltenen Struktur erkennbar. Während die PBC aus Aluminiumoxid eine gleichmäßige Schicht und Porenstruktur zeigt, ist im Falle von Mullit eine sehr unebene, ungleichmäßige Struktur erkennbar. Die Beobachtungen korrespondieren gut mit den makroskopischen Eindrücken in Abbildung 11-1.



Abb. 11-2: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Querschnitte von Grünpapieren und den daraus gebildeten PBC, a) Aluminiumoxid, b) Mullit

Um einen noch genaueren Eindruck der Mikrostruktur zu geben, ist in Abbildung 11-3 eine weitere Vergrößerung dargestellt. Erkennbar sind dabei größere Poren, die vermutlich von den Fasern im Grünpapier verursacht wurden. Daneben ist noch eine gewisse Feinporosität zwischen den Füllstoffpartikeln erkennbar.



Abb. 11-3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des Querschnitts von PBC aus Aluminiumoxid inkl. Vergrößerung eines ausgewählten Bildbereichs

Nachfolgend sind Querschnitte von PBC aus Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid-Mischungen bzw. Aluminiumtitanat in unterschiedlichen Vergrößerungen gezeigt (Abbildung 11-4). Die PBC aus der Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid-Mischung weisen eine ähnliche Mikrostruktur wie beim reinen Aluminiumoxid auf. Bei Aluminiumtitanat sind jedoch deutlich Unterschiede sichtbar. Die Keramik scheint in diesem Fall recht dicht versintert worden zu sein und weist nur wenige, recht große Poren auf, die von Zellstofffasern herrühren.



Abb. 11-4: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Querschnitte von gebildeten PBC aus a) Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid-Mischung und b) Aluminiumtitanat

Der Einsatz der anorganischen, synthetischen Fasern (aus Zirkoniumoxid, Mullit, Aluminiumoxid sowie Kieselgel) stellte sich als schwierig heraus. Es konnten zwar einige Keramiken erhalten werden, die jedoch eine sehr geringe mechanische Stabilität aufwiesen und nicht als Material für die angestrebte Hybridisolation infrage kamen. Daneben war die Vereinzelung der Fasern im Labor nur mit großem Aufwand möglich.

Beispielhaft sollen dennoch in Abbildung 11-5 Aufnahmen der Mikrostruktur einer Variante mit Aluminiumoxid und Aluminiumoxidfasern gezeigt werden. Die erhaltenen, vergleichsweise instabilen PBC weisen eine Porosität von 64 % bei einem mittleren Porendurchmesser von 5,7 μ m auf. Insbesondere in der Vergrößerung (rechte Bildhälfte) sind die anorganischen Fasern deutlich in der keramischen Matrix zu erkennen.



Abb. 11-5: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des Querschnitts einer PBC aus Aluminiumoxid und Aluminiumoxidfasern

Um die erhaltenen, stabilen PBC weiter zu charakterisieren, wurden mittels der Quecksilberporosimetrie die Porosität und die mittleren Porendurchmesser der mechanisch stabilen Varianten bestimmt (Abbildung 11-6). Im Falle der Varianten aus der Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid-Mischung und Aluminiumoxid wurde dabei ebenfalls der Einfluss des Kalandrierens auf die Eigenschaften der PBC untersucht.

Die höchste Porosität wurde mit der Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid-Mischung erzielt, wobei das Kalandrieren zu einer Verringerung der Porosität führt. Bei PBC aus Aluminiumoxid wurden etwas geringere Porositätswerte sowohl im kalandrierten als auch im unkalandrierten Zustand festgestellt. Aluminiumtitanat wies eine sehr geringe Porosität auf. Der Porendurchmesser ist bei Aluminiumtitanat am größten, was sich durch eine besonders geringe Feinporosität erklären lässt. Es sind lediglich die großen Poren sichtbar, welche von den Zellstofffasern verursacht wurden. PBC aus Aluminiumoxid weisen ebenfalls einen recht hohen Porendurchmesser auf, während er bei der Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid-Mischung mit 2,6 µm eher niedrig ausfällt. Das Kalandrieren bewirkt in beiden Fällen eine leichte Verkleinerung des mittleren Porendurchmessers. Diese Beobachtungen decken sich mit den Resultaten der elektronenmikroskopischen Aufnahmen.



Abb. 11-6: Porosität und mittlerer Porendurchmesser der stabilen PBC, ermittelt über die Quecksilberporosimetrie

Des Weiteren wurde die Schwindung der stabilen Keramiken untersucht. In Abbildung 11-7 ist der Schwund in der Dicke sowie von Länge und Breite ("Schwund Maße") dargestellt. Im unkalandrierten Zustand zeigt die PBC aus der Mischung einen starken Dickenschwund, der bei Aluminiumoxid geringer ausfällt. Der Schwund von Länge/Breite ist wiederum im Fall von Aluminiumoxid wesentlich stärker ausgeprägt.

Im kalandrierten Zustand fällt der Dickenschwund bei Aluminiumoxid auf nahezu 0 ab und bei der Mischung ebenfalls deutlich geringere Werte von ca. 10 %. Der Der Schwund von Länge/Breite nimmt im kalandrierten Zustand bei beiden Varianten leicht zu.



Abb. 11-7: Schwund während des Sintervorgangs bei unkalandrierten und kalandrierten Grünpapieren

Die geeignetsten PBC-Varianten wurden schließlich auf ihre Wärmeleitfähigkeit untersucht. Dazu wurden beim CME Wärmeleitfähigkeitsmessungen mittels Laser-Flash-Analyse (LFA) an ausgewählten Laborproben durchgeführt und mit den Werten für die die optimierte OFC verglichen. Die Ergebnisse sind im Diagramm in Abbildung 11-8 gezeigt.



Abb. 11-8: Gemessene Wärmeleitfähigkeiten (LFA-Methode) für ausgewählte PBC im Vergleich mit OFC

Das Diagramm zeigt, dass die Werte für PBC aus Aluminiumoxid etwas über bzw. unter den Werten für OFC liegen. Deutlich geringer sind die Werte für PBC aus der Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid-Mischung, die bei allen gewählten Temperaturen unter 0,4 W/mK liegen. Somit stellt dieses Material hinsichtlich der Wärmeisolationseigenschaft die am besten geeignete Variante für die weiteren Versuche dar.

FazitDie Herstellung von Grünkörpern und deren Sinterung wurden im Rahmen des
Arbeitspakets ausführlich untersucht. Hinsichtlich der verschiedenen Füllstoffe
kristallisierten sich zwei, Aluminiumoxid CT3000 sowie die Sintermischung
Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid, als gut geeignet für weitere Versuche heraus.
Der Einsatz synthetischer, anorganischer Fasern führte nicht zur erhofften Ver-
stärkungswirkung und wurde nicht weiterverfolgt.

11 Anwendungsorientierte Optimierung des Grünkörpers

11.1 Vorgehen

Ziel In diesem Arbeitsschritt wurden im Anschluss an die Rezepturentwicklung im vorherigen Abschnitt verschiedene Optimierungen durchgeführt, die das entstehende PBC-Material näher an die praktische Anwendung bringen sollte. Dabei wurde insbesondere Wert auf eine Füllgradvariation der beiden Vorzugsvarianten aus AP 6 sowie die Optimierung des Sinterprogramms gelegt.

Optimierung des Füllgrads In AP 6 wurde zunächst mit einem festgelegten Füllgrad von 80 % gearbeitet. Um den Einfluss des Füllgrads auf die Eigenschaften der resultierenden PBC aus den Vorzugsvarianten der Grünpapiere (CT3000, Sintermischung Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid) besser zu verstehen, wurde der Füllgrad für beide kontinuierlich in Schritten von 2,5 % variiert. Es erfolgte sowohl eine optische Auswertung anhand der Probeköper als auch eine Bestimmung der Biegefestigkeit.

Optimierung des Im nächsten Schritt wurde das Sinterprogramm mit dem Ziel einer Verbessesinterprogramms Im nächsten Schritt wurde das Sinterprogramm mit dem Ziel einer Verbesserung der resultierenden PBC näher betrachtet. Dafür wurden mit Hilfe eines DoE-Programms (Cornerstone®, Fa. camLine GmbH) von beiden Vorzugsvarianten je 12 unterschiedliche Temperaturprogramme genutzt und anschließend die Eigenschaften der resultierenden PBC verglichen. Für die Wahl der Parameter war zu beachten, dass die Zersetzung der Zellulose zweistufig bei ca. 300 °C bzw. 410 °C verläuft. Diese Werte wurden vorab aus TGA-Untersuchungen ermittelt.

> Als Eingangsparameter (Ofeneinstellungen) wurden die Heizrate im Entbinderungsbereich (200 - 500 °C), zwei unterschiedliche Haltestufen, die Heizrate zwischen Entbinderungsbereich und Sinterendtemperatur, die Sinterendtemperatur sowie die Haltezeit bei der Sinterendtemperatur verwendet. Als Ausgangsparameter (Messwerte an den PBC-Prüfkörpern) wurden die Biegefestigkeit, die Porosität sowie der Schwund (jeweils in Dicke und Durchmesser) bestimmt.

> Die Auswertung wurde mit Hilfe des zuvor beschriebenen DoE-Programms

durchgeführt, wobei Werte abgeleitet wurden, die in der Praxis die besten anwendungsrelevanten Eigenschaften bezüglich Porosität und Festigkeit liefern sollten. Diese Werte wurde anschließend in Validierungsversuchen mit der Realität verglichen.

11.2 Ergebnisse

Optimierung des Füllgrads Die Ergebnisse der Füllstoffoptimierung für die PBC aus Aluminiumoxid CT3000 sind in Abbildung 12-1 fotografisch dargestellt. Es konnten Grünpapiere mit allen Füllgraden zu PBC überführt werden. Man erkennt jedoch einige Unterschiede bezüglich der makroskopischen Erscheinung. Bei Füllgraden unter 80 % zeigt sich die entstehende PBC als sehr brüchig. Zudem kommt es in diesem Fall zu einem starken Schrumpfen der Probe in der Fläche im Vergleich zum Grünpapier. In der Dicke expandieren diese Keramiken jedoch im Vergleich zum Grünpapier. Durch die äußerst geringe Festigkeit sind diese nicht als Isolationsmaterial zu gebrauchen. Ab Füllgraden von über 80 % sind die entstehenden PBC optisch nicht mehr zu unterscheiden. Eine Bestätigung dafür sind auch die Werte für den Schwund, welche sich in diesem Bereich kaum noch ändern.



Abb. 12-1: Probekörper aus PBC (Aluminiumoxid, Almatis CT3000 SG) aus Papieren mit unterschiedlichem Füllgrad (75 - 97,5 % Füllstoffgehalt)

Ähnlich zu den oben vorgestellten Resultaten für den Füllstoff CT3000 zeigen sich auch die Resultate für die Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid-Mischung (Abbildung 12-2). Ab ca. 82,5 % Füllgrad der Grünpapiere lassen sich PBC erhalten, welche sich hin zu höheren Werten optisch kaum noch unterscheiden lassen. Auch hier ist der Trend zu instabilen, stark geschrumpften PBC bei einem



Füllgrad von kleiner bzw. gleich 80 % bei den Grünpapieren zu erkennen.

Abb. 12-2: Probekörper aus PBC (Sintermischung Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid) aus Papieren mit unterschiedlichem Füllgrad (75 - 92,5 % Füllstoffgehalt)

Die gezeigten PBC-Probekörper für beide Füllstoffvarianten wurden zudem hinsichtlich ihrer Biegefestigkeit untersucht. In Abbildung 12-3 ist der Zusammenhang zwischen Füllgrad und zugehöriger Festigkeit dargestellt. Dabei zeigt sich mit abnehmenden Füllgrad der Grünpapiere ein Trend zu immer geringerer Biegefestigkeit der PBC. Ab einem bestimmten Wert sind dann Biegefestigkeitsmessungen nicht mehr durchführbar und gleichzeitig sind die PBC in diesem Fall nicht mehr als Isolationsmaterial brauchbar.



Biegefestigkeit in Abhängigkeit des Füllgrades

Abb. 12-3: Darstellung der mechanischen Festigkeit von PBC-Material in Abhängigkeit des Füllstoffgehalts der hochgefüllten Grünpapiere

Die gezeigten Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass PBC aus Grünkörpern mit Füllgraden nahe 80 % die besten Ergebnisse hinsichtlich recht hoher Porosität bei brauchbarer Festigkeit zeigen.

Optimierung des Sinterprogramms Tabelle 12-1 zeigt sowohl die Eingangs- als auch die Ausgangsparameter, welche bereits in Abschnitt 12.1 beschrieben wurden. Aus den ermittleten Werten konnte anschließend bestimmt werden, welche Abhängigkeit die jeweiligen Eingangsparameter auf die bestimmten Werte für die PBC haben (Abbildung 12-4). Den einzigen deutlich sichtbaren Einfluss hatte die Sinterendtemperatur, insbesondere auf die Biegefestigkeit, die Porosität und Schwund des Durchmessers. Alle anderen Faktoren wie Heizraten und Haltetemperaturen zeigen keinen signifikanten Einfluss. Die Variationen im Entbinderungsbereich sind somit vernachlässigbar. Tabelle 12-2 bestätigt diese Bewertung nochmals. Darin sind die klaren mathematischen Abhängigkeiten grün eingefärbt.

> Es muss jedoch festgehalten werden, dass in diesem Bereich bei allen Varianten eine recht geringe Aufheizgeschwindigkeit mit Haltestufen gewählt wurde, welche sich positiv auf die Stabilität der resultierenden PBC auswirkte.

Tabelle 12-1: Übersicht über die verschiedenen Varianten der Sinterprogram-
me mit den Eingangsparametern [links] sowie den erhaltenen Messwerten der
gesinterten PBC [rechts]

Eingangsparameter				Messw	verte									
									Porosität	Porosität	Schwund	Schwund	Schwund	Schwund
Variante	HR1	HT1	HT2	HR2	Tmax	HZmax	BGF CT3000	BGF Sint4	CT3000	Sint4	Dicke CT3000	Dicke Sint4	DM CT3000	DM Sint4
Einheit	K/min	°C	°C	K/min	°C	h	MPa	MPa	%	%	%	%	%	%
1	1	220	400	5	1250	1	8,64	6,96	63,6	76,8	0,87	9,21	7,13	4,95
2	1	250	340	2	1550	2	54,15	54,14	36,3	34,8	13,97	1,41	19,44	22,06
3	1	280	370	5	1450	1	40,18	26	44,5	43,7	10,08	12,68	16,92	16,88
4	1	220	400	5	1350	2	18,22	13,24	49,4	60,7	5,67	3,82	12,34	11,42
5	1	280	400	2	1550	1	51,06	69,26	34,5	34,1	15,65	19,97	19,08	20,79
6	1	280	340	2	1350	2	16,8	11,58	50,3	61	7,42	6,84	12,29	10,75
7	2	280	400	5	1550	2	55,38	60,16	31,1	32,6	16,76	21,94	19,67	21,71
8	2	220	400	2	1450	2	41,08	34,98	42,9	42	14,25	15,37	17,06	17,21
9	2	280	340	5	1250	2	9,9	7,17	53,8	72,6	9,96	13,13	6,60	5,07
10	2	220	340	5	1450	1	39,93	35,54	42,4	47,7	0,35	12,62	16,07	16,79
11	2	250	340	2	1250	1	8,92	4,29	56,9	76,5	10,78	17,72	6,28	5,00
12	2	280	370	2	1350	1	16.6	11.64	55.3	61.6	6.51	10.06	11.08	9.88



Abb. 12-4: Ergebnisse des DoE: Abhängigkeit der Zielgrößen der PBC von Eingangsparametern beim Sintervorgang, grafische Darstellung (beispielhaft für CT3000)

Tab. 1	12-2:	Ergebniss	se des	DoE:	Abhäng	igkeit i	der .	Zielgro	ößen	der P	BC	von
Eingar	ngspa	rametern	beim	Sinter	/organg,	mathe	emat	ische	Besci	hreibu	ng (l	bei-
spielha	aft für	CT3000)										

Term Significance							
Term	Biege-	Porosität	Schwund	Schwund			
Term	festigkeit	1	DM	Dicke			
Constant	6e-04	2e-04	8e-04	0,072			
Heizrate in K/min	0,373	0,318	0,662	0,475			
Temperatur 1 in °C	0,518	0,512	0,503	0,156			
Temperatur 2 in °C	0,679	0,679	0,856	0,334			
Heizrate 2 in K/min	0,34	0,393	0,724	0,247			
Tmax in °C	3e-05	2e-04	3e-05	0,211			
Haltezeit Tmax in h	0,879	0,157	0,565	0,224			
R-Square	0,979	0,96	0,981	0,727			
Adj R-Square	0,953	0,911	0,957	0,399			
RMS Error	4,04	2,94	1,048	4,188			
Pure Error	Missin	Missin	Missin	Missin			
Residual df	5	5	5	5			

Anhand der Resultate aus dem DoE wurden nun für beide Füllstoffvarianten Sinterbedingungen simuliert, bei denen eine stabile PBC (Ziel: 20 MPa Biegefestigkeit) und hohe Porosität resultieren sollte. Die simulierten Werte sind in Tabelle 12-3 für die beiden Varianten jeweils unter "Theoretisch (DoE)" angegeben. Für die Variante mit CT3000 als Füllstoff wurde eine Temperatur von 1338 °C berechnet, während für die Al₂O₃/ZrO₂-Mischung (hier "Sintermischung 4") eine Temperatur von 1414 °C von der DoE-Software ausgegeben wurde. Die zugehörigen Erwartungswerte für die PBC-Eigenschaften sind ebenfalls in der Tabelle aufgeführt. Die Biegefestigkeit sollte jeweils rund 20 MPa betragen, wobei Porositäten von über 50 % erwartet wurden.

terprogramms

 CT3000
 Sintermischung 4

 Theoretisch (DoE)
 Real
 Theoretisch (DoE)
 Real

Tab. 12-3: Simulierte und reale Werte zur Validierung der Optimierung des Sin-

	CT3000)	Sintermischung 4		
		Theoretisch (DoE)	Real	Theoretisch (DoE)	Real
Füllgrad	[%]	80	80,46	80	79,84
Tmax	[°C]	1338	1338	1414	1414
Biegefestigkeit	[MPa]	20,01	13,89	20,14	6,49
Porosität	[%]	51,79	56,7	54,21	86,3
Schwund Durchmesser	[%]	11,00	10,3	14,58	15,97
Schwund Dicke	[%]	8,30	14,29	3,70	7,55

Die realen erzielten Werte sind in der Tabelle in den Spalten "Real" aufgeführt. Im Falle von CT3000 als Füllstoff war eine gute Annäherung an die simulierten Werte zu erkennen, während bei der Al2O3/ZrO₂-Mischung große Abweichungen auftraten. Es wurde eine sehr instabile PBC erzeugt (Biegefestigkeit von 6,49 MPa), die eine extrem hohe Porosität (86,3 %) aufwies. Fotografische Aufnahmen der Keramiken sind in Abbildung 12-5 dargestellt.



Abb. 12-5: Fotografische Aufnahme der PBC im Validierungsversuch: a) Füllstoff CT3000, b) Füllstoff Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid-Mischung

Im Arbeitspaket 7 wurde erfolgreich der Sintervorgang untersucht und mittels DoE-Methoden optimiert. Aufgrund der großen Abweichung bei der Al₂O₃/ZrO₂-Mischung wurde im weiteren Projektverlauf bei leicht höherer Temperatur (1450 °C) gesintert, wodurch stabile PBC aus Grünpapieren, die im folgenden Arbeitspaket an der Papiermaschine hergestellt wurden, erhalten werden konnten. Die erwähnte Mischung wurde aufgrund ihrer deutlich besseren Wärmeisolationseigenschaften im Vergleich zum reinen Aluminiumoxid für die Übertragung auf die Papiermaschine ausgewählt.

Die Variation des Füllstoffgehalts zeigte klare Trends hinsichtlich der erhaltenen Porositäten sowie der korrespondierenden Biegefestigkeiten. Dabei wird klar, dass ein Kompromiss zwischen brauchbarer Biegefestigkeit und hoher Porosität gefunden werden muss. Der Füllgrad für geeignete Grünpapiere liegt im Bereich von rund 80%. Bei geringerem Füllgrad (unter 80 %) kommt es unabhängig vom Füllstoff zu hohem Schwund und instabilen Keramiken.

12 Übertragung der Grünkörperherstellung in den Technikumsmaßstab

12.1 Vorgehen

Ziel In diesem Arbeitsschritt sollte die Validierung der Übertragbarkeit der Laborergebnisse auf die kontinuierliche Papierherstellung erfolgen, um die die industrielle Umsetzbarkeit zu demonstrieren. Dafür mussten passende Maschineneinstellungen evaluiert und zudem herausgefunden werden, welche Füllgrade möglich sind. Darüber hinaus sollte die Sinterfähigkeit der Papiere untersucht werden. Schließlich sollten von Vorzugsvarianten größere Materialmengen zur weiteren Nutzung im Projekt produziert werden.

Vorbereitung der
Technikumsver-
sucheZur Vorbereitung der eigentlichen Maschinenversuche mussten die beiden op-
timierten Laborrezepturen auf eine maschinelle Umsetzbarkeit geprüft werden.
Die ausgewählte Vorzugsvariante wies 80 Gew.% Füllgrad auf, wobei der Füll-

Fazit

stoff aus einer Mischung von Aluminiumoxid CT3000, Aluminiumoxid TM-DAR und Zirkoniumoxid 3YS-E bestand.

Die erwähnten Füllstoffe und der Faserstoff (50 % Kurzfaser, 50 % Langfaser) wurden zusammen mit den Additiven (Stärke, Retentionsmittel, Latex) in eine Suspension überführt und der Papiermaschine zugeführt.

Durchführung der Versuche Die Herstellung der Papiere konnte durch die Erfahrung aus vorhergehenden Projekten erfolgreich auf die hier vorliegenden Rezepturen übertragen werden. Abbildung 13-1 zeigt drei wichtige Abschnitte des Herstellungsprozesses. In Abb. 13-1a ist der Stoffauflauf auf dem Langsieb zu erkennen. Das feuchte Papier wurde anschließend über Umlenkrollen in die Trockenpartie überführt. Diese Überführung stellt einen kritischen Punkt, insbesondere bei Erzeugung hochgefüllter Papiere dar. Sollte die mechanische Tragfähigkeit zu gering sein, können die Papiere hier abreißen. In der Trockenpartie (Abb. 13-1b) wurden die Papiere kontinuierlich getrocknet, sodass schließlich am Ende der Maschine das fertige Papier erhalten wurde (Abb.13-1c), welches schließlich in Form großer Bögen konfektioniert wurde.



Abb. 13-1: Aufnahmen der Herstellung hochgefüllter, präkeramischer Papiere an der VPM: a) Stoffauflauf, b) Trockenpartie, c) fertiges Papier nach dem Trocknen

Wiederholung des Maschinenversuchs Zur Fertigung weiteren Materials insbesondere für die Herstellung von Demonstratoren wurden weitere Maschinenversuche durchgeführt. Dabei wurde zudem die Reproduzierbarkeit des Prozesses betrachtet, indem die am besten geeigneten Varianten des ersten Versuchs erneut produziert wurden. Es wurden Papiere mit einem Füllgrad von 80 % angestrebt.

Charakterisierung der Papiere und Keramiken

Die Maschinenpapiere wurden einem Testprogramm bezüglich ihrer physikalischen Grund- bzw. mechanischen Eigenschaften unterzogen. Zur Bestimmung des Feststoffgehalts wurde der Glührückstand bei 525 °C bestimmt. Daneben wurden Dicke und Flächenmasse gemessen. Die mechanische Festigkeit wurde mittels der breitenbezogenen Bruchkraft bestimmt.

12.2 Ergebnisse

Durchführung der Der Füllstoffgehalt wurde an der Papiermaschine so variiert, dass schließlich vier Varianten des Füllgrads zwischen 78,8 und 86,7 % vorlagen (siehe Tabelle 13-1). Damit wurde eine gewisse Bandbreite an Papieren erhalten, welche sich nach dem Sintern in Keramiken mit unterschiedlichen Eigenschaften umwandeln ließen. Alle Papiere wiesen eine gute mechanische Stabilität auf, womit ein gewisses Spektrum der Füllgradvariation aufgezeigt werden konnte.

Bei der mechanischen Charakterisierung der Papiere ist darauf zu achten, ob man die jeweilige Eigenschaft in Maschinenrichtung (*engl.* machine direction, MD) oder in Querrichtung (*engl.* cross direction, CD) bestimmt, da durch die Ausrichtung der Fasern signifikante Unterschiede gemessen werden. Sofern die Eigenschaft richtungsabhängig ist, wird diese in den weiteren Ausführungen mit MD bzw. CD gekennzeichnet.

Charakterisierung der Maschinenpapiere Zunächst wurden die vier hergestellten Varianten hinsichtlich des realen Füllstoffgehalts (über die Messung des Glührückstands) sowie der jeweiligen Dicke und Flächenmasse charakterisiert. Die Werte sind in Tabelle 13-1 angegeben. Die Papiere lag bei allen Papieren bei nahe 600 g/m² bei einer Dicke um 365 µm.

Probe	Glührückstand (525°C) [%]	Flächenmasse [g/m²]	Dicke [µm]
V3	86,7	640	377
V4	83,2	602	373
V5	80,2	566	356
V5_2	78,8	589	367

Tab. 13-1: Grundeigenschaften der Papiere der Maschinenversuche

Wie im vorherigen Abschnitt beschrieben, konnten alle Varianten ohne Probleme auf der VPM produziert werden. Die breitenbezogenen Bruchkräften (siehe Abbildung 13-2) zeigten dabei einen abnehmenden Trend hin zu höheren Füllgraden (Variante 3, Füllgrad 86,7 %). Zum Vergleich ist in der Abbildung auch das Rohpapier ohne Füllstoff dargestellt, welches erwartungsgemäß die höchsten Werte im Vergleich zu den hochgefüllten Varianten aufweist. Durch die Ausrichtung der Fasern, weisen alle hochgefüllten Varianten eine rund doppelt so hohe Bruchkraft in MD im Vergleich zu CD auf.



Abb. 13-2: Mechanische Festigkeit der Maschinenpapiere, bestimmt anhand der breitenbezogenen Bruchkraft in MD und CD

Nachfolgend werden zwei Varianten anhand rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen vorgestellt. Dabei handelt es sich um die Varianten mit dem höchsten (Variante 3, Füllgrad: 86,7 %) bzw. niedrigsten Füllgrad (Variante 5-2, Füllgrad: 78,8 %).

Abbildung 13-3 zeigt einen Vergleich der Varianten in CD. Man erkennt dabei deutlich den geringeren Faseranteil im Teilbild a im Vergleich zum Teilbild b. Bei beiden Varianten liegen erwartungsgemäß wenige Fasern von links nach rechts ausgerichtet (in CD).



Abb. 13-3: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen zweier Maschinenpapiere in CD: a) Füllgrad: 86,7 %, b) Füllgrad: 78,8 %

Sinterung und Charakterisierung der Keramiken

Die Sinterung der Maschinenpapiere erfolgte bei 1450 °C inkl. des üblichen Entbinderungsbereichs zwischen 200 und 500 °C. Dabei wurden stabile Keramiken erhalten, welche anschließend hinsichtlich der Festigkeit (Doppelring-Biegefestigkeit) und Porosität (Hg-Porosimetrie) charakterisiert wurden. In Abbildung 13-4 ist zu erkennen, dass Biegefestigkeit und Porosität gegenläufige Trends aufweisen. Während die Festigkeit der Keramiken bei Grünkörpern mit höherem Füllgrad stetig zunimmt, nimmt die Porosität in ähnlichem Maße ab. Die Werte für PBC aus Grünkörpern mit 78,8 % Füllgrad (Biegefestigkeit: 20,22 MPa, Porosität: 50,3 %) sind als am besten geeignet für die Herstellung von papierabgeleitetem Isolationsmaterial zu betrachten. Eine möglichst hohe Porosität wirkt sich immer positiv auf die Wärmeisolationseigenschaften aus. Die Festigkeit von rund 20 MPa ist zudem ausreichend für stabile, keramische Körper.

Aus den Versuchen kann die Erkenntnis abgeleitet werden, dass bei PBC ein Minimum für die Festigkeit festgelegt werden sollten, bei welchem eine vergleichsweise hohe Porosität erzielt werden kann. Dieser Wert sollte bei rund 20 MPa liegen.



Abb. 13-4: Charakterisierung verschiedener PBC aus Grünpapieren mit unterschiedlichem Füllstoffgehalt anhand der jeweiligen Biegefestigkeit (Doppelringmethode) und Porosität (Hg-Porosimetrie)

Die erhaltenen PBC wurden zudem optisch anhand von rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen bewertet. Abbildung 13-5 zeigt Porositätsunterschiede zwischen zwei Papieren mit deutlich unterschiedlichem Füllgrad. Dabei ist das Material aus Teilbild b zu bevorzugen, da dieses aufgrund der hohen Porosität die wesentlich höhere thermische Isolationswirkung besitzt.



Abb. 13-5: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen zweier PBC in CD: a) aus Papier V3 (Füllgrad: 86,7 %), b) aus Papier V5_2 (Füllgrad: 78,8 %)

Die Wiederholung der Maschinenversuche konnte erfolgreich durchgeführt und Wiederholung des Maschinensomit die Reproduzierbarkeit nachgewiesen werden. Dabei wurde neues Mateversuchs rial erhalten, welches insbesondere für die Erzeugung von PBC-Inlays für Demonstratoren der Hybridisolation genutzt wurde. Fazit Die Fertigung der präkeramischen Grünpapiere auf der Versuchspapiermaschine war erfolgreich, wodurch die prinzipielle Herstellbarkeit im industriellen Maßstab nachgewiesen werden konnte. Die Grünpapiere konnten zudem erfolgreich über den Sinterprozess in PBC überführt werden und wurden zur Herstellung der Inlays in AP9 (vgl. Abschnitt 14) verwendet. Bezüglich einer Optimierung und Anpassung der Maschineneinstellung bei der weiteren Überführung in die Industrie sind entsprechend den Ergebnissen der ideale Füllgrad (knapp unter 80 %) zu finden, bei dem Grünpapiere von der Maschine dauerhaft reproduzierbar hochporöse, mechanisch stabile PBC liefern. Die hier gewonnenen Erkenntnisse bilden einen hervorragenden Ausgangspunkt für weitere Schritte auf dem Weg in die industrielle Umsetzung.

13 Konstruktive Gestaltung, Fertigung sowie Charakterisierung der Hybridisolation

13.1 Vorgehen

Ziel

Angestrebt wurde ein möglichst verschnittarmer Aufbau der simulierten OFC-Rahmengeometrie aus Prepregs zur Reduzierung der Herstellungskosten. Des Weiteren sollte eine geeignete stoffschlüssige Verbindung für die Materialkombinationen OFC-OFC und OFC-PBC-Keramik evaluiert werden.

RahmenaufbauZum verschnittarmen Aufbau des OFC-Rahmens wurden Prepreg-Streifen ge-
zielt abgelegt, um die für die Isolationsmaterialien (PBC-Keramik, kommerzieller
Isolationswerkstoff) vorgesehenen Kavitäten ("Fenster") auszusparen.



Abb. 14-1: Aufbau der Rahmengeometrie aus Prepreg-Streifen unter Zuhilfenahme einer 3D-gedruckten "Schablone"

FügenDa die Gesamtbauteildicke größer war als die über die Stapelung von Prepregs
erreichbare OFC-Dicke, mussten mehrere OFC-Rahmenlagen gestapelt wer-
den. Zur stoffschlüssigen Verbindung dieser Lagen sowie zwischen den Lagen
und dem Füllstoff wurden verschiedene Klebersysteme von Aremco (bezogen
über die Firma Kager Industrieprodukte GmbH) untersucht. Die Evaluation fand
anhand der Applizierbarkeit und der mechanischen Eigenschaften der gefügten
OFC-Lagen nach thermischer Auslagerung für 3 h bei 1000 °C statt. Letztere
beschränkte sich auf die händische Durchbiegung der Proben, bei der kein Ver-
sagen in der Fügeschicht auftreten durfte. Variiert wurde das Mischungsver-
hältnis von Kleber zu Füllstoff (M672-Pulver, d₉₀<2 μm) und die Vorbehandlung
der Oberfläche (keine, Wasser, Kleber) sowie der Kleber selbst (3 verschiedene
Varianten).

Herstellung der Inlays aus PBC

Zur Herstellung der PBC-Inlays wurden Grünpapier von der Versuchspapiermaschine verwendet. Dieses wies einen Füllstoffgehalt von rund 80 Gew.% bei einer Flächenmasse von ca. 500 g/m² auf. Die Papiere wurden mittles einer Schneidvorrichtung auf geeignete Maße gebracht und rund 50 Lagen übereinandergestapelt. Die zugeschnittenen Grünkörperstapel waren dabei in allen Raumrichtungen rund 20 % größer als die angestrebten Maße für die PBC-Inlays, da ein gewisser Schwund von rund 20 % im Ofen beobachtet wurde.

Die Grünkörperstapel wurden schließlich unter Last im Sinterofen thermisch behandelt. Dabei wurde das Material nach dem Entbinderungsschritt bei 1450 °C für 2 Stunden versintert.

Aufbau des Hyb-
ridbauteilsAls erste Testgeometrie wurde ein Bauteil entwickelt, welches die Abmaße 100
x 60 x 20 mm aufwies (siehe Abbildung 14-2). Der Rahmen wies dabei eine Di-
cke von 10 mm auf, während die PBC-Inlays annähernd 35 x 40 x 20 mm (Län-
ge/Breite/Höhe) groß waren.



Abb. 14-2: Skizze des Aufbaus einer Hybridisolation aus papierabgeleiteter Keramik (PBC-Inlays in ocker) und OFC-Keramik (Rahmen in grau)

Anhand dieser Geometrie konnten die Messungen am Fraunhofer IWU in den nachfolgenden Arbeitspaketen durchgeführt werden.

13.2 Ergebnisse

Rahmenaufbau Um die geometrisch korrekte Ausrichtung der Streifen sicherzustellen, wurde für das Ablegen der Streifen eine 3D-gedruckte Schablone (Abb. 14-1) verwendet. Diese wurde hinsichtlich der "Fenstergröße" mit Untermaß konstruiert (Übermaß Stegbreite), um nach der Sinterung des Komposits eine Nachbearbeitung auf das finale Maß zu ermöglichen. Eine exakt endkonturnahe Herstellung ist aufgrund der zum Rand abnehmenden Dicke des OFC nicht möglich. Die mittlere Dicke der Stege nach der Sinterung betrug ca. 2 mm (Faservolumengehalt ca. 35 %), wobei diese über den gesamten Rahmen tolerierbare Abweichungen aufwies (Abb. 14-3). Durch die Nachbearbeitung der Rahmen mittels Diamantdrahtsäge, Multifunktionswerkzeug mit Diamanttrennscheibe und Schleifpapier konnten die erforderlichen Maße eingestellt und herstellungsbedingte Fehlstellen korrigiert werden. Eine Erhöhung der OFC-Dicke ist durch Erhöhung der Prepreglagenanzahl möglich, wurde im Rahmen des Projekts aber nicht durchgeführt.



Abb. 14-3: Maßhaltigkeit der Rahmengeometrie nach der Herstellung

Inlays aus PBC In folgender Abbildung 14-4 ist auf der linken Seite zu erkennen, wie die Grünkörperstapel im Sinterofen angeordnet und mit einem Stück Keramik beschwert wurden. Nach dem Sintervorgang wurde mechanisch stabiler, rechteckiger Körper in den gewünschten Abmaßen (annähernd 35 x 40 x 20 mm (Länge/Breite/Höhe)) erhalten, welcher mit dem OFC-Rahmen verbunden werden konnte. Durch die Belastung der Grünpapiere kam es zu einer festen Verbindung der Einzelschichten.



Abb. 14-4: Grünkörper (hochgefülltes Spezialpapier) im Sinterofen vor der Temperaturbehandlung unter Beschwerung [links], Inlay aus PBC nach dem Sintern [rechts]

Einbringen von Löchern für Thermoelemente Wenngleich die Nachbearbeitung mit Diamantwerkzeugen prinzipiell möglich war, stellte das Einbringen von Bohrungslöchern für Thermoelemente aufgrund des großen Verhältnisses von Durchmesser zu Tiefe eine Ausnahme dar. Versuche hierzu wurden sowohl mit "klassischem" Bohren als auch mit Laserbohren durchgeführt. Das klassische Bohren wurde in enger Zusammenarbeit mit der Fa. Schott Diamantwerkzeuge GmbH im Rahmen von Technikumsversuchen durchgeführt, wobei lediglich Bohrtiefen von 13 mm bei einem Bohrlochdurchmesser von 1 mm mit Standard-Diamantbohrern erreicht wurden. Für tiefere Bohrtiefen müssten spezielle Bohrköpfe gefertigt werden. Mittels Laserbohren (CO₂-Laser) konnten hingegen nur Eindringtiefen von 2-3 mm bei 1,5 mm Bohrlochdurchmesser erzielt werden. Die Versuche wurden durch die Fa. LaserMicronics (LPKF Laser & Electronics AG) im Technikum durchgeführt.

Um dennoch Thermoelemente zur Überwachung des Temperaturverlaufs über die Bauteildicke einbringen zu können, wurden die hierfür erforderlichen Löcher über eine Opferphase (Ø=0,7 mm) erzeugt (Abb. 14-4). Diese wurde in zuvor mittels Diamanttrennscheiben eingebrachte Kerben positioniert und im Rahmen des Fügeschritts mit Klebstoff umfüllt. Bei der Wahl des Opfermaterials musste beachtet werden, dass dieses während der thermischen Aushärtung des Klebstoffs (max. 150 °C) stabil bleibt und bei der thermischen Auslagerung (1000 °C) rückstandlos zersetzt wird.



Abb. 14-5: Rahmenbauteil für Belastungstests mit Opfermaterial für Thermoelementlöcher

Fazit Es konnte erfolgreich eine Hybridisolation aus OFC und PBC in kleinen Maßstab entwickelt werden, welche aus Ausgangspunkt für thermische Untersuchungen in den folgenden Arbeitspaketen diente. Es wurden in den dafür vorgesehenen Löchern anschließend die Thermoelemente eingeführt.

14 Belastungstests an der Hybridisolation

14.1 Vorgehen

Ziel Ziel des AP waren die Untersuchung der hergestellten Hybridisolation mit papierabgeleitetem Füllstoff und weiteren ausgewählten Isolationsvarianten unter praxisnahen, kombinierten Druck- und Temperaturbelastungen sowie die Untersuchung der Eignung für Warmumformwerkzeuge.
Durchführung Zur Validierung der Simulationsuntersuchungen wurden thermomechanische Belastungstests an monolithischen Isolationskörpern und der Hybridisolation durchgeführt. Zu diesem Zweck wurde ein Testwerkzeug entwickelt, das aus einer beheizten und einer gekühlten Platte besteht, zwischen denen die untersuchte Isolation, wie in Abbildung 15-1 dargestellt, platziert wurde. In der beheizten Platte wurden vier keramische Heizelemente mit maximalen Heizleistungen von bis zu 150 W/cm² eingesetzt. Die Kühlplatte wurde kontinuierlich mit Wasser gekühlt, sodass die Temperatur der Platte 27 °C nicht überstieg.



Abb.15-1: Seitenansicht des Versuchswerkzeugs in der Presse (oben); angeschlossenes Heiz- und Kühlsystem für die Testproben (unten)

Zu Beginn der Prüfung wurde die Isolationsprobe auf eine auf 870 °C vorgewärmte Platte gelegt, woraufhin die obere Kühlplatte bis zum Kontakt mit der Rückseite der Probe abgesenkt wurde. Auf die Oberfläche des zu prüfenden Hybridbauteils wurde ein Druck von 60 N/mm² durch die Gasfedern aufgebracht, wie in Abbildung 15-1 dargestellt. Die Versuchsdauer wurde auf 20 min festgelegt, da die Simulationsdaten zeigten, dass nach dieser Zeit der Temperatursättigungszustand erreicht wird. Die Temperaturänderung während der Versuche wurde mit Thermoelementen vom Typ K gemessen, die in der Heizund Kühlplatte und an verschiedenen Positionen der zu prüfenden Proben installiert waren.

14.2 Ergebnisse

Untersuchte Proben Während der ersten Phase der Belastungstests wurden verschiedene Arten von Hybridisolationen getestet, wie in Tabelle 15-1 dargestellt. Ziel der Untersuchung war es den Einfluss von Positionierung und den Anteil der Kontaktfläche zur Heiz- bzw. Kühlplatte auf die Isolationseigenschaften des jeweiligen Isolationswerkstoffs einzuschätzen.





Hybrid 1

Hybrid 2



Abb. 15-2: Geometrie der untersuchten Formvarianten für Hybridproben

Im Rahmen der Untersuchung der Hybridgeometrie wurden Proben mit unterschiedlichen Kontaktflächen zur Kühl-/Heizplatte sowie der Einfluss der Luftschicht auf die Temperaturverteilung innerhalb der Probe und die Isolationseigenschaften verglichen (Abbildung 15-3).



Abb. 15-3: Temperaturkurven aus dem Versuch für Hybrid 1

Die in die untersuchten Isolationskörper eingebrachten Thermoelemente sind als Punkte P1 bis P6 gekennzeichnet. Beide Werkstoffe in Hybridprobe 2 (Abb. 15-4) hatten im Vergleich zu Hybridprobe 1 (Abb. 15-3) eine größere Kontaktfläche mit der Kühlfläche, da die Luftspalte mit weiteren Schichten aus PBC aufgefüllt wurden. Außerdem gab es keine Luftzwischenlagen, so dass eine andere Art der Wärmeübertragung durch direkten Kontakt und keiner Strahlung vorlag und damit eine bessere Gesamttemperaturverteilung eingestellt werden konnte.



Abb.15-4: Temperaturkurven aus dem Versuch für Hybrid 2

Diese Betrachtung des Einflusses der verschiedenen Möglichkeiten zur Anordnung des Füllmaterials mit dem Außenrahmen sowie der unterschiedlichen Kontaktbedingungen mit der jeweiligen Heiz- und Kühlplatte, führte schließlich zur optimalen Hybridisolationsgeometrie, die in den Tests unter Realbedingungen angewendet wurde.

Als Ergebnis der durchgeführten Belastungstests unter praxisnahen, kombinierten Druck- und Temperaturbelastungen ist deutlich geworden, dass:

- die ausgewählte Hybridisolationsgeometrie für Warmumformwerkzeuge als Isolation im Kraftflussbereich geeignet ist,
- eine Rahmenstruktur aus OFC die aufgebrachte Flächenpressung erträgt, ohne den Füllstoff dem Kraftfluss auszusetzen,
- der Füllstoff aus PBC in Kombination mit dem Außenrahmen für eine homogene Temperaturverteilung innerhalb der Isolation einstellt und insgesamt zu einer ausreichenden Isolationswirkung der Hybridisolation geführt hat sowie
- dass der Abstand zwischen Außenrahmen und Füllstoff minimiert werden sollte, um eine effiziente Wärmeübertragung innerhalb der Hybridisolation erreichen zu können.

Fazit

15 FEM-Simulation der Belastungstests

15.1 Vorgehen

- Ziel Ziel des Arbeitspakets war es ein Simulationsmodell zu erstellen, welches in AP12 verwendet wird, um ein Demonstratorwerkzeug thermisch auszulegen und welches auch zukünftig für die Auslegung von industriell eingesetzten Werkzeugen genutzt werden kann.
- **Durchführung** In Vorbereitung auf den anstehenden Belastungstest in diesem Arbeitspaket wurde die Temperaturverteilung in unterschiedlichen monolithischen OFC-Isolationsgeometrien simuliert. Anhand der durchgeführten Tests wurde eine Vorzugsvariante für den anschließenden Belastungstest ermittelt. Der wichtigste Parameter bei der Bewertung der Isolationswirkung war die Temperatur auf der Oberfläche der Kühlplatte. Unter Verwendung des in Arbeitspaket 9 erstellten Materialmodells wurden 10 mm dicke und 20 mm dicke OFC-Platten verglichen, wie in Abbildung 4 dargestellt. Bei der Auswertung wurde 100 °C als Grenze definiert, oberhalb derer die Gefahr besteht, dass das Wasser in der Kühlplatte bei fehlender Zirkulation überhitzen könnte. Wie aus Abbildung 16-1 ersichtlich ist, betrug die Oberflächentemperatur der Kühlplatte bei Verwendung einer 20 mm dicken OFC-Platte 80 °C im Vergleich zu 130 °C bei einer 10 mm dicken Platte, was bestätigt, dass eine höhere Isolationsdicke erforderlich ist.



Abb. 16-1: Vergleichsanalyse von OFC-Proben mit unterschiedlicher Dicke

Basierend auf den thermischen und mechanischen Eigenschaften der untersuchten Materialien wurde ein Materialmodell erstellt und in eine FE-Simulation implementiert, um die Hybridisolation zu dimensionieren und insbesondere die minimal notwendige Dicke zu bestimmen, die den Wärmefluss vom Warmumformwerkzeug zur Presse ausreichend isoliert. Die FE-Analyse wurde unter Verwendung eines expliziten thermischen und mechanischen Solvers in der kommerziellen Software LS DYNA (DYNAMore GmbH) durchgeführt. Die Simulationen der Temperaturverteilung wurden mit vollintegrierten Volumenelementen (ELFORM 2) mit Kantenlängen von 1x1x1 mm und LS-DYNA R12.0.0 durchgeführt. Als plastisches Materialmodell wurde ein Standard MAT_24 in Kombination mit MAT_THERMAL zur Beschreibung der Temperaturkomponente gewählt. Das erstellte Modell bestand aus einer beheizten Schicht, die die Oberfläche des heißen Werkzeugs darstellte, einer kühlenden Schicht, die die Oberfläche des Pressentischs darstellte, und der untersuchten Isolierung zwischen diesen beiden Schichten, wie in Abbildung 16-2 dargestellt. Der Kontakt zwischen den Teilen des Modells wurde mit "CONTACT_MORTAR_THERMAL" definiert.





15.2 Ergebnisse

Simulationser-Die Simulationsergebnisse sind in Abbildung 16-3 als gestrichelte Linien dargebnisse gestellt. Die Vergleichbarkeit mit den experimentellen Ergebnissen war für beide Materialien an den Punkten P1 gut. Die Abweichung zwischen Experiment und Simulation für OFC-Rahmen an Punkt P2 (Mitte der Probe) betrug etwa 40 K. Für die Punkte in den Kontaktbereichen mit den Kühl- und Heizplatten war die Abweichung dann nicht mehr so signifikant. Die Abweichung lässt sich durch die Porosität und den mehrschichtigen Aufbau des OFC-Rahmens mit einem keramischen Kleber erklären, der im numerischen Modell nicht berücksichtigt wurde. Eine detaillierte Betrachtung der Simulationsergebnisse für die PBC-Inlays zeigte für alle drei Punkte eine gute Vergleichbarkeit mit den experimentellen Werten, was sich durch eine homogenere Struktur der PBC-Inlays erklären lässt. Die Testergebnisse für die Hybridisolierung sind in der Abbildung 16-4 dargestellt. Die endgültige Form der Hybridprobe hatte eine durchgehende OFC-Schicht ohne Aussparungen der Unterseite, um ein Anhaften der PA-Keramik an den Teilen der beheizten Oberfläche zu verhindern und Isolationswirkung von Hybrid zu verbessern.



Abb. 16-3: Vergleich der gemessenen und numerisch simulierten Temperaturkurve über die Zeit für OFC (links) und PBC (rechts)





PTS-Forschungsbericht

Fazit Die aus dem Test gewonnenen Kurven zeigen eine gleichmäßige Temperaturverteilung über die gesamte Probe sowie eine gute Isolierfähigkeit. Die gute Übereinstimmung der resultierenden Temperaturkurven mit den experimentellen Ergebnissen bestätigt die Genauigkeit der verwendeten Materialmodelle. Dies wiederum, zusammen mit der Validierung der experimentellen Ergebnisse, wird es ermöglichen, das Modell zur Simulation des Demonstrationswerkzeugs zu verwenden.

16 **FEM-Simulation des Demonstratorwerkzeugs**

16.1 Vorgehen

Ziel Ziel des Arbeitspaketes war die Auslegung einer Hybridgeometrie (Realbauteil), welche für eine industrielle Anwendung geeignet ist. Dafür zu berücksichtigen sind die Punkte Fertigungstauglichkeit, Einsatztemperatur, Prozesstaktzeiten (zyklische Belastungen) sowie Modularität (für den Einsatz in unterschiedlichsten Werkzeugkonzepten). Für die Auslegung wurde unter Zuhilfenahme des FE-Modells aus AP11 eine Simulation aufgebaut, um die erforderliche Geometrie der Hybridisolation abzuleiten. Ein weiteres Ziel der Simulation war die Ermittlung des energetischen Einsparpotenzials für die Werkzeugbeheizung, welches in die Wirtschaftlichkeitsbetrachtung mit einfließt.



Abb. 17-1: Realbauteil einer Hybridisolation mit einer Gesamtgröße von 400 x 400 x 20 mm, aufgebaut aus einem OFC-Rahmen und Inlays aus PBC

Um die Anwendbarkeit der resultierenden hybriden Isolationsgeometrie unter realitätsnahen Bedingungen zu evaluieren, wurde eine Simulation der in Abbildung 17-1 gezeigten Isolationsdemonstratorgeometrie durchgeführt. Die gewählte Größe der Isolation kann die Anwendbarkeit der resultierenden hybriden Isolation im industriellen Maßstab zeigen und wird in Form von mehreren nebeneinander installierten Segmenten angewendet. Zusätzlich wurde vorgeschlagen, die OFC-Stegbreite von 10 mm auf 5 mm zu reduzieren, um kostenintensive OFC einzusparen. Da das in LS DYNA erstellte Materialmodell eine

Durchführung

gute Übereinstimmung mit dem Experiment zeigte und weiter optimiert wurde, kann dasselbe Materialmodell verwendet werden, um die Anwendbarkeit aller möglichen Geometrien für die Isolierung zu bewerten.

16.2 Ergebnisse



Abb. 17-2: Temperaturverteilung innerhalb der in Abb. 17-1 dargestellten Isolation, ermittelt durch Modellierung der Geometrie des Demonstrators

Basierend auf Simulationsergebnissen in LS DYNA (Abbildung 17-2) und unter Verwendung des Materialmodells, welches während der Belastungstests optimiert wurde, konnte eine optimierte Realbauteilgeometrie abgeleitet werden. Das wiederum ermöglicht die Verwendung eines 5 mm dicken OFC-Rahmen (anstelle von 10 mm), ohne signifikante Verluste bei den Isoliereigenschaften und der Belastbarkeit zu erhalten. Der in Abbildung 17-1 gezeigte Demonstrator mit den Maßen 400 x 400 x 20 mm kann in Form von vielen nebeneinander angeordneten Segmenten verwendet werden, um Werkzeuge aller Größen zu isolieren. Obwohl die Temperatur an den Punkten P2 und P5 in der Mitte der Isolierung deutlich unterschiedlich ist, gleicht sich die Temperatur an den Punkten P1 und P4 in der Nähe der Kühlplatte an. Die Verwendung dieser Rahmenstruktur, die im realen Einsatz aus mehreren nebeneinander angeordneten Platten bestehen oder an die Geometrie des zu beheizenden Werkzeugs angepasst wird, erweitert die Anwendungsmöglichkeiten der entwickelten Hybridisolation. FazitDie für die Simulationen verwendeten, temperaturabhängigen Kennwerte für
beide Materialien zeigten eine gute Kompatibilität für die weitere Validierung mit
dem Belastungstest. Das resultierende Materialmodell kann zur Erstellung von
Isolationsgeometrien für reale industrielle Anwendungen verwendet werden.
Durch die als Ergebnis der analytischen Berechnungen und der Simulation vor-
geschlagene Isolationsgeometrie kann der Anteil an OFC weiter verringert wer-
den, indem die Breite der OFC-Stege zwischen den PBC-Inlays von 10 mm auf
5 mm reduziert wird, ohne dass die Isolationseigenschaften und die mechani-
sche Belastbarkeit dadurch vermindert werden. Mit dieser Geometrie wird es
auch möglich sein, durch die Positionierung nebeneinander ähnlicher Segmen-
te in industriellem Maßstab große Werkzeuge zu isolieren.

17 Test der Hybridisolation unter Realbedingungen

17.1 Vorgehen

Ziel Unter der Voraussetzung, dass die entwickelte Isolationslösung die Belastungsanforderungen eines Warmumformwerkzeugs erfüllt, sollte diese praktisch umgesetzt und in das in AP12 festgelegte Werkzeug eingefügt werden. Die Versuche sollten am Standort eines PA-Unternehmens durchgeführt und seitens IWU sowie CME und PTS begleitet werden. Dabei stehen vor allem die mechanische Belastbarkeit, die Haltbarkeit der Isolationswerkstoffe unter thermischen Wechselbeanspruchungen und das thermische Verhalten des Werkzeugs im Fokus der Betrachtungen.

Durchführung Aufgrund der Covid-19 Pandemie konnte ein Test unter Realbedingungen nicht wie geplant bei einem PA-Mitglied durchgeführt werden. Stattdessen wurde in Rücksprache mit dem PA und unter Beratung der FormTech GmbH (PA-Mitglied; Unternehmen im Bereich der superplastischen Umformung) eine weitere Testreihe auf dem Versuchswerkzeug aus AP 15 durchgeführt. Die Geometrie der Hybridisolation wurde dafür optimiert und eine größere Anzahl an Proben wurde untersucht.

17.2 Ergebnisse

UntersuchteDie entwickelte Hybridgeometrie wurde unter möglichst industrieähnlichenProbenBedingungen hinsichtlich mechanischer Beanspruchung und Isolationseigen-
schaften getestet. Die entwickelte Hybridisolation aus OFC und PBC kann bei
Temperaturen von bis zu 900 °C und einem Druck von bis zu 100 MPa einge-
setzt werden kann.



Abb. 18-1: Temperaturverteilung aus dem Experiment für Vollmaterial (OFC ForWerk)



Abb. 18-2: Temperaturverteilung aus dem Experiment für Vollmaterial (PBC)



Abb. 18-3: Temperaturverteilung aus dem Experiment für Vollmaterial (OFC-V2)



Abb. 18-4: Temperaturverteilung aus dem Experiment für Hybrid "OFC For-Werk + Inlay-V1"



Abb. 18-5: Temperaturverteilung aus dem Experiment für Hybrid "OFC-V1 + PBC-Inlays"



Abb. 18-6: Temperaturverteilung aus dem Experiment für Hybrid "OFC For-Werk + PBC-Inlays"

Die Abbildungen 18-1, 18-2 und 18-3 zeigen die Ergebnisse der Temperaturverteilung für die untersuchten Vollmaterialproben aus OFC ForWerk und PBC sowie für ein Vergleichsmaterial – OFC-V2. Die Temperaturkurven für die Punkte P1 (in der Nähe der Kühlplatte) zeigen deutlich, dass die niedrigste Temperatur von 112 °C für die Probe aus PBC erreicht wurde, was die Eigenschaften dieses Materials als Füllstoff im Hybrid bestätigt.

Die Form der optimierten Hybridisolation ist in Abbildung 16-4 dargestellt; sie berücksichtigt die zuvor ermittelten Kontaktflächenverhältnisse sowie den Abstand zwischen Füllmaterial und Außenrahmen. Die Abbildungen 18-4, 18-5 und 18-6 zeigen die untersuchten Hybridisolationskombinationen "OFC For-Werk + Inlay-V1", "OFC-V1 + PBC-Inlays" sowie "OFC ForWerk + PBC-Inlays". Die beste Kombination von Isolationsmaterialien zeigte sich bei der Variante OFC+PBC-Keramik, was in den Temperaturkurven deutlich zu erkennen ist.

Die Versuchsvarianten "OFC ForWerk + Inlay-V1" und "OFC-V1 + PBC-Inlays" zeigten eine ungleichmäßige Temperaturverteilung zwischen dem Füllmaterial und dem Außenrahmen. Die Temperatur im Kontaktbereich mit der Kühlplatte war beiden diesen Varianten deutlich höher als bei der Kombination "OFC ForWerk + PBC-Inlays".

Eine der Hauptaufgaben bei der numerischen Modellierung von Vollmaterialproben war die Optimierung des Wertes des Wärmeleitkoeffizienten HTC (engl. Heat Transfer Conductivity), der es ermöglicht, den Wärmeübergang durch die Bestimmung dieses Wertes in den Materialkontakten in Abhängigkeit von der Flächenpressung zu regulieren. Anhand der Ergebnisse lässt sich ableiten, dass die entwickelte Hybridisolation die technologischen Anforderungen hinsichtlich Stabilität im Kraftfluss als auch Isolationseigenschaften sehr gut erfüllt. Der Vergleich der Punkte P3 und P6 zeigt einen höheren Wert für die PBC, was durch das Vorhandensein einer unteren Schicht, die vollständig aus OFC besteht, und einer viel größeren Kontaktfläche erklärt wird. Dies erklärt auch die niedrigere Temperatur für den äußeren OFC-Rahmen an Punkt P1 aufgrund der größeren Kontaktfläche und des Drucks von der Oberseite der gekühlten Platte. Die maximale Abweichung für das Füllmaterial betrug 25 K, aber das Fehlen jeglicher Hotspots oder einer ungleichmäßigen Verteilung über die Dicke der gesamten Probe weist nach, dass die Hybridstruktur die gestellten Anforderungen vollumfänglich erfüllt.

Fazit Die entwickelte Hybridgeometrie wurde unter möglichst industrieähnlichen Bedingungen hinsichtlich mechanischer Beanspruchung und Isolationseigenschaften getestet. Die entwickelte Hybridprobe aus OFC und PBC kann bei Temperaturen von bis zu 900 °C und einem Druck von bis zu 100 MPa eingesetzt werden kann.

18 Wirtschaftlichkeitsbetrachtung

18.1 Vorgehen

Ziel Durch die Wirtschaftlichkeitsbetrachtung sollte nachgewiesen werden, dass das Konzept der Hybridisolation aus OFC und PBC trotz der hohen Kosten für OFC wirtschaftlich hergestellt und im Vergleich zu konventionellen Isolationswerkstoffen effektiver eingesetzt werden kann. Sowohl die Investitionskosten als auch die Kostenersparnis durch verbesserte Isolationseigenschaften wurden dabei berücksichtigt.

Durchführung Die Wirtschaftlichkeitsbetrachtung wurde im Kontext eines industriellen Anwendungsszenarios durchgeführt. Dazu wurden folgende Annahmen für die Fertigung und den Betrieb getroffen:

- Isolationskörpergeometrie mit den Maßen 400 x 400 x 20 mm (OFC-Rahmen mit PBC-Inlays)
- angenommene Stückzahl/Losgröße: 100 Stück
- Betriebszeit: 8 h, 200 Tage im Jahr
- Industriestrompreis inkl. Steuern (2021): 18,25 ct/kWh
- Einsatztemperatur: 870 °C

Die Fertigungskosten wurden für entsprechend des Stückzahlszenarios skaliert. Auf Basis der Simulationsdaten wurde der Wärmestrom abgeleitet und daraus der Energieverlust im Betrieb berechnet. Davon ausgehend konnten unterschiedliche Isolationsgeometrien und -werkstoffe (analog zum Antrag) hinsichtlich des von ihnen verursachten Energieverlustes verglichen werden. Anlagenbzw. prozessspezifische Annahmen, wie z.B. Taktzeiten oder Rüstaufwände, wurden zur besseren Vergleichbarkeit nicht berücksichtigt.

18.2 Ergebnisse

Berechnungsergebnisse Die Ergebnisse der Wirtschaftlichkeitsbetrachtung sind in Tabelle 19-1 zu sehen.

(tabellarisch)

ForWerk - Wirtschaftlichkeitsbetrachtung				Demonstratorgeometrie in mm ² :			160000
				Werkzeugtemperatur in °C:			870
				Industriestro	mpreis inkl. Steue	r 2021 [ct/kWh]:	18,25
Isolationsmaterial	€/kg	Investitionskosten 400 x 400 mm Isolation im Stückzahlszenario 100 Stk. Bei	Wärmestrom [N*mm/mm²*s]	Verlust [kW]	Verlust in 8 Stunden Betrieb [kWh]	Verlust bei 8 h Betrieb [€]	Verlust in 200 Tagen bei 8 h Betrieb
Spezialstahl , 24 mm Dicke	55,00€	908,16€	158	25,28	202,24	36,91€	7.381,76€
Spezialstahl , 120 mm Dicke	305,00€	25.500,00€	50	8	64	11,68€	2.336,00€
OFC CME Rahmen (23 % Vol. %OFC)	-	3.900,00€	45				
PBC	30,00€	42,00€	25				
Hybridisolation Demonstrator 74,5 % PA	-	4.042,00€	29	4,64	37,12	6,77€	1.354,88€
Hybridisolation 46 % PA	-	6.335,87€	35	5,6	44,8	8,18€	1.635,20€
Hybridisolation 33 % PA	-	7.301,54€	38	6,08	48,64	8,88€	1.775,36€
Hybridisolation 22 % PA	-	8.129,25€	40	6,4	51,2	9,34 €	1.868,80€
OFC PBC Rahmen (23 % Vol. %OFC)	-	2.700,00€	-	-	-	-	-
OFC PBC Rahmen (23 % Vol. %OFC)	-	4.800,00€	-	-	-	-	-

Tab. 19-1: Wirtschaftlichkeitsbetrachtung

Erläuterung zu den Berechnungsergebnissen

Als konventioneller Isolationswerkstoff wurde ein Stahlwerkstoff mit geringer Wärmeleitfähigkeit verwendet (gemäß Antrag). Zum Zeitpunkt der Antragstellung lag ein Angebot über 55 €/kg vor, während dessen ein im Jahr 2021 angefragtes Angebot über 305 €/kg vorlag. Diese Differenz hat erhebliche Unterschiede hinsichtlich der Fertigungskosten zur Folge und sollte in der Interpretation berücksichtigt werden.

Es wird deutlich, dass der Stahlwerkstoff sowohl bei gleicher Dicke wie die Hybridisolation als auch mit 6-facher Dicke signifikant schlechter isoliert als die keramische Hybridisolation. Es lässt sich ableiten, dass die entwickelte Isolation nicht nur erheblich effizienter ist, sondern auch deutlich platzsparender, was für große Umformwerkzeug eine hohe Relevanz hat. Aufgrund der geringen Wärmeleitfähigkeit der Hybridisolation sind auch die Wärmeverluste sehr gering. Der Mehrkostenaufwand für die Fertigung kann demnach über die Ersparnis der reduzierten Energiekosten amortisiert werden.

Berechnung der Kosten von PBC-Inlays

Zur Berechnung der Kosten für PBC wurden folgende Faktoren berücksichtigt:

		1 1
Faktor	Kosten [€/kg]]	Anteil am Grünpapier [%]
Preis Zellstoff (Langfaser)	1,14	17,5
Preis Aluminiumoxid CT 3000	3,50	57,8
Preis Aluminiumoxid TM-DAR	129,00	20,6
Preis Zirkoniumoxid TZ-3YS-E	70,00	4,1

Tab. 19-2: Anteile und Kosten der Hauptbestandteile der Grünpapiere

Papieradditive fallen dabei kaum ins Gewicht und wurden mit 0,025 €/kg Grünpapier berücksichtigt. Unter Zuhilfenahme obiger Werte wurde ein Rohstoffpreis pro kg Grünpapier von rund 23,00 € berechnet.

Da das Sintern mit einem Materialverlust einhergeht (Zellstoff, Additive) wird obiger Preis mit einem Verlustfaktor von 1,25 multipliziert, woraus ein Wert von rund 28,50 €/kg resultiert. Dazu werden noch 6,00 €/kg für das Sintern addiert, wobei dieser Wert je nach Größe des Ofens sicherlich noch deutlich gesenkt werden kann. Die Kosten des Sinterns fallen vor allem für die Heizkosten (Stromverbrauch) des Sinterofens an.

Die Herstellungskosten der PBC belaufen sich somit auf ca. 34,50 €/kg. Damit wurden die im Vorfeld des Projekts angenommenen Kosten von unter 50 €/kg noch ein gutes Stück unterschritten.

Betrachtet man das Realbauteil von 400 x 400 x 20 mm Größe (siehe Abschnitt 17), werden dafür 1,09 kg PBC-Material benötigt, was etwa 37,00 \in entspricht. Dazu wurde noch ein Betrag von 5 \in für Zuschnitt und Bearbeitung der Grünpapiere addiert. Schließlich wurde ein Wert für PBC von 42,00 \in für ein entsprechendes Bauteil ermittelt.

Konzeptionelle Änderungsmöglichkeiten Die im Projekt angenommene maximale Flächenpressung von 100 MPa, die auf die Isolation wirken würde, wenn man den konventionellen Anwendungs-

fall in einem Warmumformwerkzeug betrachtet, kann natürlich entsprechend dem Umformprozess erheblich variieren. So sind auch deutlich geringere Flächenpressungen möglich, wenn die für die Umformung notwendigen Kräfte geringer ausfallen. Geringere Belastungen im Kraftfluss ermöglichen die Reduktion des OFC-Anteils an der Hybridisolation, um dadurch die Fertigungskosten weiter zu reduzieren. In Abb. 19-1 ist eine exemplarische Auswertung des Wärmestroms in Abhängigkeit des Volumenanteils an PBC bzw. OFC zu sehen. Es wird deutlich, dass mit sinkendem OFC-Anteil (und damit steigendem PBC-Anteil) der Wärmestrom deutlich abnimmt, da sich die Isolationseigenschaften mit steigendem PBC-Anteil verbessern.



Volumenanteil PBC zu OFC

Abb. 19-1: Auswertung des Wärmestroms in Abhängigkeit des Volumenanteils an PBC bzw. OFC

Eine Reduzierung des OFC-Anteils kann sowohl über eine angepasste Geometrie mit weniger Stegen und damit größeren Fenstern, als auch über reduzierte Stegbreiten erfolgen. Letztere erfordert zwar eine konzeptionelle Anpassung bei der Herstellung der Rahmenstruktur, erscheint aus mechanischer Sicht jedoch als die sinnvollere Lösung.

Wird die Belastungsrichtung der OFC anstatt senkrecht zu den Fasern (out-ofplane) nun entlang der Fasern (in-plane) zugelassen, könnte der Rahmen durch eine Struktur aus ineinander gesteckten OFC-Plattensegmenten realisiert werden, ähnlich wie dies bereits für Chargiergestelle praktiziert wird. Die hierfür erforderlichen Plattensegmente könnten aus einer Platte (ggf. bereits im Grünzustand) präpariert werden, wobei die Dicke dieser Platte der erforderlichen Stegbreite entsprechen soll. Der im Rechenbeispiel angenommene Wert von 5 mm ist mit den Platten aus OFC-V1 bzw. OFC-V2 ohne Weiteres darstellbar und wäre auch mit dem im Projekt entwickelten Material bei Erhöhung der Prepreglagenanzahl realisierbar. Dabei entfiele der zeit- und arbeitsintensive Schritt des Ablegens der Prepregstreifen zur Rahmenstruktur, welcher vor allem bei großskaligen Bauteilen unverhältnismäßig stark ins Gewicht fallen würde. Für einen homogenen Wärmeübergang an der Kontaktfläche zur Heizplatte wäre weiterhin eine OFC-Platte erforderlich, diese kann jedoch möglichst dünn ausgeführt werden. Ein weiterer Vorteil dieses Konzepts wäre die deutlich geringere Anzahl an Fügestellen, die, wie gezeigt, die mechanische Performance des OFC negativ beeinflussen.

Mechanische Untersuchung inplane-Belastung

Die aus der konzeptionellen Änderung resultierende in-plane-Belastung der OFC wurde für die Vergleichsmaterialien OC-V1 und OFC-V2 im Rahmen von Druckversuchen bereits nachgewiesen. Dabei konnten sowohl für beide Proben Festigkeitswerte >100 MPa erzielt werden. Auch die zyklische Belastbarkeit (6 Zyklen) konnte in dieser Belastungsrichtung für eine Obergrenze 90 MPa bestätigt werden (Abb. 19-2, Abb. 19-3).



Abb. 19-2: Spannungs-Stauchungs-Diagramm für eine Probe von OFC-V1 nach verschiedener Anzahl an Lastzyklen (in-plane)



Abb. 19-3: Spannungs-Stauchungs-Diagramm für eine Probe von OFC-V2 nach verschiedener Anzahl an Lastzyklen (in-plane)

Fazit

Aufgrund des Einsatzes des kostengünstigen PBC-Materials können die Kosten im Vergleich zum OFC-Vollmaterial erwartungsgemäß deutlich gesenkt werden. Es wurde gezeigt, dass die OFC-Rahmenstruktur die Kräfte des Presswerkzeugs auch bei relativ geringeren Flächenanteilen von rund 25 % gut aufnehmen und verteilen kann. Dadurch wurde der Anteil des preisgünstigen PBC-Werkstoffs auf bis zu 74,5 % maximiert.

Auch im Vergleich zu anderen Werkstoffen (Spezialstahl) schneidet die Hybridisolation wirtschaftlich sehr gut ab.

19 Anwenderrichtlinie

19.1 Vorgehen

Ziel	In der Anwenderrichtlinie sollten die relevanten Eigenschaften der bevorzugten
	Hybridisolation aufgelistet sowie konstruktive Gestaltungsmöglichkeiten gezeigt
	werden, wie die Isolation in Werkzeuge integriert werden kann. Die Anwender-
	richtlinie richtet sich an Hersteller von oxidkeramischen Verbundwerkstoffen, an
	Firmen, die im Werkzeugbau tätig sind, sowie an Hersteller von Spezialpapie-
	ren. Sie sollte eine umfassende Hilfestellung zur industriellen Umsetzung geben
	sowie die Möglichkeiten und Grenzen des Isolationswerkstoffs aufzeigen.

Erstellung der Aufgabe der Universität Bayreuth war die Darstellung der Herstellung der optimierten OFC. Die Papiertechnische Stiftung stellte in erster Linie die Herstellung der präkeramischen Grünpapiere sowie deren Sinterung vor. Zudem wurde die Erzeugung spezieller rechteckiger Inlays aus PBC ausgearbeitet. Das Fraunhofer IWU zeigte die Modellierung der thermischen und mechanischen Eigenschaften sowie Hinweise zum realen Belastungstest.

Daneben werden die Herstellung von Hybridisolationsbauteilen (Zuschnitt und Fügen der Komponenten, Einbringen von Thermoelementen) präsentiert. Auch die Herstellung von Hybridisolationen in größerem, industrierelevantem Maßstab wird gezeigt.

19.2 Ergebnisse

Erstellung der
Anwenderrichtli-
nieDie wesentlichen Ergebnisse wurde von den Forschungsstellen zusammenge-
tragen und anwendergerecht aufbereitet. Die Richtline ist als Dokument bei
den Forschungsstellen erhältlich.

Fazit Die im Rahmen des Projekts verfasste Anwenderrichtlinie ist nach Projektabschluss verfügbar und zeigt die wesentlichen Ergebnisse hinsichtlich der OFC-Herstellung, der PBC-Herstellung, der thermisch-mechanischen Simulation der Hybridbauteile sowie zu deren Herstellung in kompakter Form. Sie befördert somit eine zeitnahe, zielgenaue industrielle Umsetzung der Projektergebnisse. gebnisse

20 Schlussfolgerungen

Herstellung der papierabgeleiteten Keramik (PBC) Überblick we-

sentlicher Er-An der PTS erfolgte die Entwicklung der optimierten PBC. Dazu wurden zunächst geeignete Papierrezepturen und Ausgangsstoffe (Zellstoff, keramische Füllstoffe, Additive) für keramisch hochgefüllte Spezialpapiere entwickelt, welche als Grünkörper für die porösen, keramischen Schichten aus PBC dienten. In einem Sinterofen wurden die Grünpapiere in hochporöse PBC überführt. Es erfolgte eine Optimierung des Füllstoffgehalts sowie des Sinterprogramms. Bei letztgenanntem spielte vor allem der Einfluss der Sinterendtemperatur eine entscheidende Rolle. Die Laborergebnisse wurden schließlich auf die Versuchspapiermaschine der PTS übertragen, wodurch eine kleintechnische Umsetzbarkeit gezeigt werden konnte. Die besten Ergebnisse wurden mit PBC erzielt, die aus Mischungen von Aluminiumoxid und Zirkoniumoxid aufgebaut waren. Es konnten hochporöse Materialien erzeugt werden, welche neben einer ausreichenden mechanischen Stabilität eine offene Porosität von über 60 % und eine Wärmeleitfähigkeit von unter 0,4 W/mK aufwiesen.

Herstellung der oxidfaserverstärkten Keramik (OFC)

Die Entwicklung der oxidfaserverstärkten Keramik (OFC) am Lehrstuhl Keramische Werkstoffe der Universität Bayreuth umfasste die Evaluation einer neuen Faser-Matrix-Kombination sowie die Charakterisierung und Optimierung deren mechanischer und thermischer Eigenschaften. Aufgrund der Anforderungen an das Bauteil wurde die Verwendung von Nextel™720-Fasern (3M Corporation, USA) und einer teilmullitischen Matrix angestrebt. Hierfür wurden zunächst verschiedene Mullitpulver hinsichtlich deren Verarbeitbarkeit im Schlicker und der sich bildenden Matrixmorphologie nach dem Sintern des OFC evaluiert. Hierbei wurden auch die Ergebnisse der mechanischen Untersuchung der hergestellten OFC-Bauteile im 3-Punkt-Biegeversuche und im Druckversuch berücksichtigt. Zusammen mit der Anpassung der organischen Bestandteile des Schlickers konnte so eine optimierte Rezeptur abgeleitet werden.

Aufbau, Test und Simulation der Hybridkeramik

Mit Hilfe der optimierten Keramiken (OFC und PBC) konnte eine Hybridstruktur entwickelt werden, welche aus einem Rahmen aus OFC und Inlays aus PBC besteht (siehe Abbildung 1-1). Zur Herstellung der PBC-Inlays wurden im Sinterofen eine größere Zahl an Grünpapieren übereinandergelegt und unter Beschwerung versintert, um die für die Hybridstruktur geforderte Dicke zu erreichen.

Der Aufbau des Rahmens erfolgte ebenfalls durch Stapelung mehrerer OFC-Platten, welche mit keramischem Kleber verbunden wurden. Die zur Aufnahme der PBC-Inlays notwendigen Kavitäten wurden durch die Herstellung von Gitterstrukturen bereits vorgesehen und führte so nur zu geringem Materialverlust. Im Zuge des Rahmenaufbaus wurden des Weiteren Kavitäten zur Aufnahme von Thermoelementen zur Bestimmung des Temperaturverlaufs in das Bauteil eingebracht.

FEM-Simulation und Belastungstests der Hybridisolation

Anhand der für OFC- und PBC ermittelten thermomechanischen Werte wurde in der Software LS DYNA ein Simulationsmodell erstellt. Dieses Modell wurde verwendet, um die Probengeometrie für die Belastungstests zu bestimmen. Die resultierende Hybridisolation wurde unter industrienahen Bedingungen getestet, wobei die Temperatur an den wichtigsten Stellen mit Thermoelementen gemessen wurde. Die anschließende Validierung der Versuchs- und Simulationsergebnisse ermöglichte es, ein Materialmodell zu erstellen, das gut mit den realen Daten übereinstimmte. Dadurch kann das Materialmodell in Zukunft für die Auslegung einer Hybridisolation verwendet werden, entsprechend der Größe des zu isolierenden, beheizten Werkzeugs.

Resümee Es wurde im Laufe des Projekts erfolgreich eine Hybridisolation entwickelt und charakterisiert werden, welche sich aus optimierter Keramik (OFC und PBC) zusammensetzt. Diese Hybridisolation kann als guter Startpunkt für eine Industrialisierung des Verfahrens dienen.

Für das Hybridbauteil wurden getrennt voneinander eine kostengünstige PBC mit äußerst geringer Wärmeleitfähigkeit und eine mechanisch stabile OFC mit ebenfalls geringer Wärmeleitfähigkeit entwickelt.

Das Hybridbauteil wurde zudem simulativ nachgestellt, was ebenfalls eine industrielle Verwertung vereinfacht.

21 Durchführende Forschungsstellen

Forschungsstelle 1:	Papiertechnische Stiftung (PTS) Pirnaer Straße 37 01809 Heidenau		
Leiter der Forschungsstelle	: Dr. Thorsten Voß		
Projektleiter:	Dr. Cornell Wüstner		
Forschungsstelle 2:	stuhl Keramische Werkstoffe (CME), Universität Bayreuth -Rüdiger-Bormann-Str. 1 7 Bayreuth		
Leiter der Forschungsstelle	Prof. DrIng. Stefan Schafföner		
Projektleiter:	DiplIng. Georg Puchas		
Forschungsstelle 3:	Fraunhofer-Institut für Werkzeugmaschinen und Umformtechnik (IWU) Reichenhainer Straße 88 09126 Chemnitz		
Leiter der Forschungsstelle	Prof. DrIng. Welf-Guntram Drossel		
Projektleiter:	Ricardo Trân, M. Sc.		

Literaturverzeichnis

- 1 Verein Deutscher Ingenieure e.V.: Werkstoffinnovationen für nachhaltige Mobilität und Energieversorgung, Studie, 2014
- 2 J. D. Beal, R. Boyer, D. Sanders, Forming of Titanium and Titanium Alloy, In: ASM Handbook, Volume 14B: Metalworking: Sheet Forming, editor S. L. Semiatin, ASM International, (2006)
- 3 C. Merten, Titan auf hydraulischen Heißpressen ressourcenschonend umformen, Maschinenmarkt, (2012)
- 4 AGK Hochleistungswerkstoffe GmbH: Pressenisolierung bzw. Pressenisolation mit druckfesten Platten, URL <u>https://www.agk.de/html/pressenisolation.htm</u>, Überprüfungsdatum 07/2018
- 5 K.A. Keller, G. Jefferson, R.J. Kerans, Oxide–Oxide Composites, in: N.P. Bansal, J. Lamon (eds.) Ceramic Matrix Composites: Materials, Modeling and Technology, John Wiley & Sons, Hoboken, New Jersey (2015236-272)
- 6 Walter E.C. Pritzkow Spezialkeramik, http://wpx-faserkeramik.de, Überprüfungsdatum 08/2018
- 7 Final Advanced Materials Deutschland GmbH, URL <u>http://www.final-materials.com/</u> anwendungsbereiche/produkte/warmeschutzplatte-aus-glimmer-ab-300-c-bis-750-c-58.html, Überprüfungsdatum 07/2018
- 8 https://www.agk.de/pdf/produkte/AGK_Werkstoffkatalog_DE.pdf, Überprüfungsdatum 08/2018
- 9 Datenblatt "Neuentwicklungen" zu FW12 (Pritzkow Spezialkeramik) http://www.keramikblech.com, Überprüfungsdatum 08/2018
- 10 W. Krenkel (Ed.); Ceramic Matrix Composites; Wiley-VCH; Weinheim; S.217 (2008)
- 11 E. Alabort, D. Putman, R. C. Reed, Superplasticity in Ti-6AI-4V: Characterisation, modelling and applications, Acta Materialia 95, S. 428 442, (2015)
- 12 F.W. Zok, Developments in Oxide Fiber Composites, Journal of the American Ceramic Society, 89 (2006) 3309-3324
- 13 H. Schneider, J. Schreuer, B. Hildmann, Structure and properties of mullite A review, Journal of the European Ceramic Society, 28, 329-344, (2008)
- 14 L. Gong, Y. Wang, X. Cheng, R. Zhang, H. Zhang, Thermal conductivity of highly porous mullite materials, Int. J. Heat Mass Transfer, 67 (2013) 253–259
- 15 W.E.C. Pritzkow, Keramikblech, ein Werkstoff für höchste Ansprüche, in W. Krenkel (ed.), cfi Sonderausgabe zum DKG-DGM Symposium Hochleistungskeramik und der DKG-Jahrestagung 2005, Göllner, Baden-Baden, 40-42, (2005)
- 16 R. Kirmeier und O. Rusina, Cellulose abgeleitete SiC-Faserkeramik für Wärmetechnikanwendungen, Forschungsvorhaben AiF 83Z – Abschlussbericht, (2005)

- 17 O. RUSINA, R. KIRMEIER, A. MOLINERO, P. GREIL und H. SIEBER, Manufacturing of highly porous SiC-ceramics from Si-filled cellulose fibre papers, Proceeding C17, 106th Annual Meeting, The American Ceramic Society, (2004)
- 18 E. Polmann, PTS-Forscher mit Otto von Guericke-Preis der AiF ausgezeichnet, PTS-News 11/2006 (ISSN 1434-7172), 12 13, (2006)
- 19 A. Hofenauer, Erfolgreiche Kooperation bei keramischen Sinterpapieren, PTS-News 06/2007 (ISSN 1434-7172), 8, (2007)
- 20 A. Hofenauer, N. Travitzky, H. Windsheimer und P. Greil, Rapid Prototyping von celluloseabgeleiteter SiC-Composit-Keramik mit dem LOM Verfahren, AiF 156Z – Abschlussbericht, (2007)
- 21 O. Rusina, R. Kirmeier, A. Molinero, H. Sieber und P. Greil, "Novel processing route for Manufacturing of porous ceramics from preprocessed cellulose materials"., Proceeding C17, 106th Annual Meeting, The American Ceramic Society, (2004)
- 22 J.-Y. Escabasse, Traumhochzeit: Keramik und Papier, PTS-News 05/2006 (ISSN 1434-7172), 63 65, (2006)
- 23 C. Reynaud, F. Tevenot, T. Chartier und J.L. Besson, Mechanical properties and mechanical behaviour of SiC dense-porous laminates"., Journal of the European Ceramic Society, Vol-ume 25, 5, 589-597, (2005)
- 24 E. Vogli, H. Sieber und P. Greil, Biomorphic SiC-ceramic prepared by Si-vapor phaseinfiltra-tion of wood, J. Europ. Ceram. Soc. 14-15, 2663, (2002)
- 25 N. Travitzky, H. Windsheimer, T. Frey, P. Greil, Preceramic Paper-Derived Ceramics, J. Am. Cer. Soc., 91, 3477, (2008)
- 26 Wilson, D. M.; Visser, L. R.: High performance oxide fibers for metal and ce-ramic composites. In: Composites Part A: Applied Science and Manufactur-ing 32A (2001) 8, S. 1143–53. 10.1016/S1359-835X(00)00176-7
- 27 Schneider et al.: Structure and properties of mullite A review. In: Journal of the European Ceramic Society 28 (2008), S. 329–344. 10.1016/j.jeurceramsoc.2007.03.017
- 28 Schlichting et al.: Thermal conductivity of dense and porous yttria-stabilized zirconia. In: Journal of Material Science 36 (2001), S. 3003–3010. 10.1023/A:1017970924312
- 29 Tsetsekou: A comparison study of tialite ceramics doped with various oxide materials and tialitemullite composites: microstructural, thermal and mechanical properties. In: Journal of the European Ceramic Society 25 (2005), S. 335–348. 10.1016/j.jeurceramsoc.2004.03.024
- 30 Padture, Klemens: Low Thermal Conductivity in Garnets. In: Journal of the American Ceramic Society 80 (1997) 4, S. 1018–20. 10.1111/j.1151-2916.1997.tb02937.x

- 31 Hayashi et al.: Thermal expansion coefficient of yttria stabilized zirconia for various yttria contents. In: Solid State Ionics 176 (2005), S. 613–619. 10.1016/j.ssi.2004.08.021
- 32 Nagano et al.: Sintering behavior of Al₂TiO₅ base ceramics and their thermal properties. In: Ceramics International 25 (1999), S. 681–687. 10.1016/S0272-8842(98)00083-2
- 33 Gupta, Valentich: Thermal Expansion of Yttrium Aluminum Garnet. In: Journal of the American Ceramic Society 54 (1971) 7, S. 355-356. 10.1111/j.1151-2916.1971.tb12315.x
- 34 Levi, C. G.; Yang, J. Y.; Dalgleish, B. J.; Zok, F. W.; Evans, A. G.: Processing and Performance of an All-Oxide Ceramic Composite. In: Journal of the American Ceramic Society 81 (1998) 8, S. 2077–86. 10.1111/j.1151-2916.1998.tb02590.x



Papiertechnische Stiftung (PTS)

Pirnaer Straße 37 01809 Heidenau

Telefon: +49 3529 551 - 60 **E-Mail:** info@ptspaper.de

Veranstaltungsmanagement www.ptspaper.de/veranstaltungen

E-Mail: academy@ptspaper.de

in /papiertechnische-stiftung-pts-

- X /papiertechnischestiftung
- y ∕ptspaper

www.ptspaper.de

