

Erlangen

# Symposium „Plastische und thermoplastische Formgebung“

Am 1. und 2. Dezember 2009 fand in der Stadthalle zu Erlangen das alljährliche Herbstsymposium des Fachausschusses 3 „Verfahrenstechnik“ der DKG – diesmal zum Themenkreis „Plastische und thermoplastische Formgebung“ – statt, gemeinsam gestaltet mit dem „Expertenkreis Keramikspritzguss“ der DKG. Unter Vorsitz von **Prof. A. Roosen** (FA 3) und **Dr. R. Lenk** (Expertenkreis) wurden folgende Schwerpunkte in Einzelbeiträgen präsentiert:

Im Sinne eines Plenarvortrags behandelte **R. Lenk, Fraunhofer IKTS, Dresden**, die produkt- und prozessorientierte Formgebung technischer Keramik am Beispiel von Extrusion und Spritzguss. Beide sind Fertigungsverfahren von hoher Produktivität und hohen Automatisierungspotenzialen, auch bei vor- und nachgelagerten Prozessschritten. Ob plastische oder thermoplastische Formgebung, für beide Verfahren stehen übergreifende Fragestellungen, beginnend bei der Auswahl geeigneter Binder für eine homogene Plastifizierung und Einstellung definierter rheologischer Parameter über eine Modellierung und Simulation der Formgebungsprozesse bis hin zur Zustandscharakterisierung mittels zerstörungsfreier Prüfmethoden. Nach beiden Verfahren werden hohe Umformgrade zur Abformung keramischer Massen in Kavitäten komplexer Geometrie genutzt, um eine endformnahe oder -gerechte Fertigung auch bei sehr filigran gestalteten Strukturen mit hoher Präzision zu ermöglichen. Damit besteht ein hohes Potenzial als Treiber für Produktinnovationen, wie z. B. zur Integration unterschiedlicher Werkstoffe bereits in der Formgebung zur Realisierung von Werkstoffverbunden, Werkstoffpaarungen oder Gestaltung graduierter Werkstoffübergänge (Bild 1).

## Masseaufbereitung und Charakterisierung

**R. Bartusch, KI Keramik-Institut GmbH, Meißen**, und **F. Händle, ECT GmbH, Mühlacker**, charakterisierten die masseseitigen Voraussetzungen für die Extrudierbarkeit keramischer Versätze wie folgt:

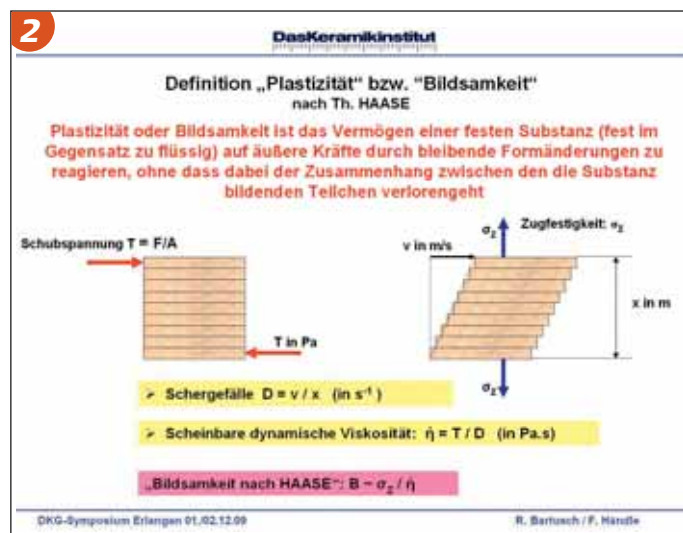
- Homogenität, hoher Dispersionsgrad und ausreichende Plastizität/Bildsamkeit (Bild 2)
- Maximaler Partikeldurchmesser  $\leq 10\%$  der kleinsten Spaltweite von Extruder, Presskopf und Mundstück



**Bild 1** • Spritzgegossener Werkstoffverbund  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZTA}$  (EU-STREP-Projekt „CarCIM“, FKZ TST 5-CT-2006-031462)

- Gute Entlüftbarkeit in der Vakuumkammer
- Vermeidung von Entmischungen und Bildung trockener Partikel bzw. Agglomerate während der Extrusion
- Gutes Gleitvermögen auf den die Masse berührenden Oberflächen der Maschinenkomponenten und Vermeidung jeglicher chemischer Reaktionen mit diesen.

Zur Bewertung der der Extrusion vorausgehenden Aufbereitungsprozesse wurde an Produktionsmassen auf  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -,  $\text{TiO}_2$ - und  $\text{SiC}$ -Basis eine Messmethode zur objektiven Ermittlung der erforderlichen Mindest-Knetdauer mittels Kapillarrheometer („Capillar Check“) entwickelt, da die in der Praxis dafür oft verwendeten Penetrometer zur Kontrolle der Massekonsistenz in vielen Fällen nicht ausreichen. Erfahrungsgemäß ist der beste Extruder nicht in der Lage, Unzulänglichkeiten oder Fehler aus vorgelagerten Verfahrensschritten in der Aufbereitung von Arbeitsmassen zu kompensieren. Die Qualität stranggepresster Erzeugnisse hängt entscheidend vom Geschwindigkeitsfeld und der Druckverteilung in der Strömung der Pressmasse ab. Das Geschwindigkeitsfeld kann durch eine Optimierung der Presswerkzeugegeometrie, Pressmasseeigenschaften und den durch die Druck erzeugende Presse aufgeprägten Randbedingungen gesteuert werden.



**Bild 2** • Definition der Begriffe „Plastizität“ bzw. „Bildsamkeit“ nach Prof. Th. Haase

Nach **H. Berger, Ziegelmundstückbau Braun GmbH, Friedrichshafen**, und **W. Hoffmann, SiCo-Solutions, Stuttgart**, ist dafür die Simulation ein Hauptinstrument. Der numerischen Simulation wird als rheologisches Modell das Bingham'sche Materialgesetz zugrunde gelegt. Wichtig dabei ist, die Deformationsprozesse nicht nur als reine Schervorgänge zu beschreiben, sondern das Wandgleiten der keramischen Masse mit einer von Feuchte, Wandschubspannung und Wandstruktur (z. B. Oberflächengüte) abhängigen Wandgleitgeschwindigkeit zu betrachten. Erst die Einbeziehung des Wandgleitens in die Beschreibung des Fließverhaltens beschreibt die Realität hinreichend genau. An praktischen Beispielen wird demonstriert, wie sich Simulationsrechnungen bei Verifikation der

## KERAMISCHER RUNDBLICK



**Bild 3 • Modular aufgebaute Vorformen und deren coextrudierte PZT-Monofilament-Komposite**

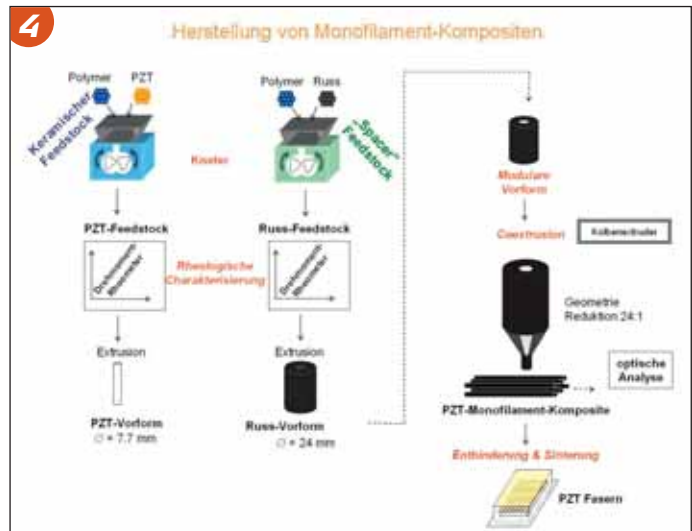
Masseparameter zur Beschleunigung von Neuentwicklungen und deren fertigungsseitigen Umsetzung ausgewirkt haben.

Aus der Erfahrung eines Produzenten, der jährlich bis zu 150 t Feedstock für den Keramikspritzguss aufbereitet, berichtete **K. Hajek, Inmatec Technologies GmbH**, Rheinbach, über Anforderungen an Keramikpulver und Binder unter Beachtung nachfolgender thermischer Prozessschritte. Veranschaulicht wurde, wie mit einer optimalen Kombination von Pulver- und Binderkomponenten den Anforderungen und der Qualität zu fertigender Bauteile entsprochen werden kann.

Zur Verifizierung einer Formfüllsimulation stellte **T. Moritz, Fraunhofer IKTS**, Dresden/Expertenkreis Keramikspritzguss, Ergebnisse des im Mai 2008 gegründeten Expertenkreises Keramikspritzguss (CIM) vor. Dieser stellt ein Netzwerk aus derzeit 13 Unternehmen und 2 Forschungseinrichtungen dar, die sich des Keramikspritzgießens als innovativem, großserientauglichem keramischem Formgebungsverfahren bedienen. Eine der gemeinsam zu bearbeitenden Problemstellungen ist die Fähigkeit kommerziell verfügbarer Simulationstools, kritische Bereiche der Formfüllung und den Einfluss verschiedener Material- und Prozessparameter auf das Formfüllverhalten exakt widerzuspiegeln. An einem zu diesem Zweck realisierten Testwerkzeug wird in einem Ringversuch das Formfüllverhalten zweier kommerzieller  $Al_2O_3$ -Feedstocks mit unterschiedlichen Simulationstools simuliert und mit dem realen Füllverhalten verglichen. Dazu dienen lichtmikroskopische Aufnahmen der Füllfronten der Testteile und Röntgen-CT-Aufnahmen an Grünkörpern sowie Messwerte interner Drucksensoren. Die Wahl des der Simulation zugrunde liegenden Modells ist von entscheidendem Einfluss auf den Realitätsbezug der Simulation. Besonders wertvolle Ergebnisse brachte die Nutzung so genannter Markierungs-Feedstocks zum Nachstellen von Tracerlinien im Vergleich mit Geschwindigkeitsvektoren und Untersuchung von dabei gespritzten Teilen mittels Röntgen-CT.

### Formgebung

In einem Übersichtsbeitrag zum Extrudieren keramischer Massen konzentrierte sich **F. Händle, ECT GmbH**, Mühlacker, auf folgende Grundsatzfragen: wichtigste Determinanten für Extruder in der Keramik; Einsatz und Grenzen der Extrusion im Vergleich zu anderen Formgebungsverfahren; Plastizität in der Keramik; die Bedeutung von Verschleiß und Bewertung von Problemlösungen. Mittels thermoplastischem Coextrusionsprozess demonstrierten **F. Clemens, M. Rojas Ismael** und **T. Graule, EMPA**, Dübendorf,



**Bild 4 • Schema des experimentellen Setups zur Herstellung von PZT-Fasern über das Coextrusionsverfahren**

Schweiz, die Erzeugung unidirektionaler Monofilament-Komposite auf Basis von  $Pb(Zr_xTi_{1-x})O_3$  und Russ unter Einbeziehung verschiedener Bindersysteme (Polyethylen, Polystyrol, Ethylen-Ethylacrylat und Isobutyl-Metacrylate). Es wurde dargestellt wie sich die Wechselwirkung zwischen den Polymeren und Keramikpartikeln durch die eingesetzten Bindersysteme ändert. Da es sich um ein gleichzeitiges Extrudieren verschiedener Stoffe und nicht um eine Ummantelung handelt, müssen Fließverhalten und Wandgleiteigenschaften beider Stoffsysteme aufeinander abgestimmt sein. Bei allen Prozessschritten muss die Grenzfläche zwischen den unterschiedlichen Werkstoffen erhalten bleiben. Die entwickelten Feedstocks zeigen ein unterschiedliches strukturviskoses Fließverhalten, weshalb nur in einem bestimmten Scherratenbereich erfolgreich coextrudiert werden kann. Für die Coextrusion können komplexe Mundstückgeometrien oder Preformen eingesetzt werden und damit feine PZT-Fasern von 300  $\mu m$  und auch PZT-Hohlfasern erzeugt werden (Bilder 3–4).

Die Spritzgießmaschinen und Werkzeuge für den Keramikspritzguss der Fa. **ARBURG GmbH + Co. KG**, Loßburg, sind nach **H. Walcher** speziell für CIM und MIM ausgelegt bis hin zu vollautomatischen Lösungen für die CIM-Produktion. Je nach zu verarbeitendem Feedstock und Bauteilgestaltung sind Schneckengeometrie und Werkzeug ausgelegt. Mit einer Werkzeug-Evakuierung können zahlreiche Probleme wie Lufteinschlüsse, Bindermigration oder Zuschmieren von Entlüftungen vermieden werden; ebenso durch Werkzeugtemperierung mit  $\pm 1$  K Temperaturkonstanz kann einem Bauteil-Verzug und Kleben des Feedstocks begegnet werden.

**M. von Witzleben, Inmatec Technologies GmbH**, Rheinbach, und **T. Moritz, Fraunhofer IKTS**, Dresden, analysierten Anforderungen an die Feedstockentwicklung für das 2K-Spritzgießen. Der Bedarf an multifunktionalen keramischen Mehrkomponenten-Bauteilen bedingte die Entwicklung eines rationellen Formgebungsverfahrens, das in den 1990er Jahren zu ersten Entwicklungen eines 2K-Spritzgusses führte mit ersten Bauteilserien um das Jahr 2000. Um gleichzeitig verschiedene Werkstoffkombinationen (Funktions- und Konstruktionswerkstoffe, leitende/nichtleitende; harte/duktile; Farbvariationen) zu einem Bauteil verarbeiten zu können, müssen die Feedstocks bezüglich Fließ-, Schwindungs- und Sinterverhalten so aufeinander abgestimmt sein, dass es über die gesamte technologische Kette zu keinerlei Werkstofftrennungen oder wechselseitigen Beeinflussungen kommt. Die Beherrschung dieser Technologie, die noch am Anfang ihrer potenziellen Möglichkeiten zur

Kreierung einer neuen Generation keramischer Bauteile steht und noch viel Entwicklungsaufwand erfordert, ermöglicht die Einsparung zusätzlicher Verfahrensschritte wie Garnieren, Fügen oder Kleben. Derzeitige Beschränkungen liegen in der Verfügbarkeit kostengünstiger Pulver, den Aufbereitungsmöglichkeiten für Nanopulver mit entsprechenden Bindern und in Simulationstools für das Fließverhalten. Ebenfalls mittels 2K-Spritzguss und Grünfolien-Hinterspritzen realisieren **A. Baumann, TU Dresden**, sowie **T. Moritz** und **R. Lenk, Fraunhofer IKTS**, Dresden, Keramik-Metall-Werkstoffverbunde. Besondere Herausforderungen bestehen dabei in der Realisierung eines mechanisch belastbaren, stoffschlüssigen Verbundes zwischen Metall- und Keramik-Komponente. Zwischen beiden ist ausgehend vom Pulver über Feedstockherstellung, Formgebung, Entbindern und Sintern eine durchgängige Kompatibilität zu gewährleisten. Das wurde demonstriert an der Kombination Edeldstahlpulver/ $ZrO_2$ , wo entsprechende Verbundkörper, hergestellt im 2K-Spritzguss mit nachfolgender Co-Sinterung bei  $1350\text{ }^\circ\text{C}$  unter Wasserstoff, eine signifikant hohe Verbundfestigkeit zeigten (Bild 5). Am Metall-Keramik-Interface wiesen bestimmte Elementanreicherungen auf erfolgte Diffusionsprozesse hin. Die Prozessfähigkeit der realisierten Werkstoffkombination wurde im Rahmen von Bauteilstudien (Fadenführer, bipolarer Greifer, Verbundzahnrad) demonstriert.

Mit dem Ziel hochkomplexe Bauteile aus Hochleistungskeramik durch endkonturnahe Formgebung herzustellen behandelte **R. Schreiber, Technische Keramik GmbH & MicroCeram GmbH (TKC)**, Meißen, das Heißgießen – ein Spritzgießen von Keramik im Niederdruckbereich. Entsprechende Anforderungen an den thermoplastischen Feedstock sind eine möglichst niedrige Viskosität zur Gewährleistung einer optimalen Werkzeugfüllung und geringer Wandstärken sowie Wahrung der Bauteilgeometrie beim Entbindern. Derzeit realisierbare Möglichkeiten beim Heißgießen liegen für  $Al_2O_3$  (Feedstock mit bis zu 67 Vol.-% Feststoff) bei maximalen bzw. minimalen Wandstärken von 6–8 bzw. 0,2 mm und für TZ-3YS bei 4 bzw. 0,15 mm. Die Spritzparameter bewegen sich zwischen  $60\text{--}100\text{ }^\circ\text{C}$  und 0,2–5 MPa. Vorteile des Niederdruck-Spritzgusses für Klein- und Mittelserien liegen u. a. in der Einsatzmöglichkeit ungehärteter Metalle und Kunststoffe als Formwerkstoff und in einfachen, Material sparenden Werkzeugkonstruktionen. Als Praxisbeispiele wurden demonstriert: Lampenfassung komplexen Aufbaus mit unterschiedlichen Wandstärken,  $ZrO_2$ -Microsonde für die Chirurgie und eine Nebeldüse. Wünschenswertere Weiterentwicklungen werden gesehen in Bindersystemen für Nanopulver bzw. mit geringerer Eigenerstarrung und in Feedstocks, die eine höhere Grünfestigkeit gewährleisten.

### Modellierung und Simulation

Die rheologischen Voraussetzungen zur Simulation der keramischen Extrusion sind nach **F. Laenger, cpe Mühlacker**, dahingehend erfassbar, als plastische keramische Extrusionsmassen rheologisch hinreichend genau durch das Bingham-Stoffgesetz mit Wandgleiten charakterisiert werden. Dafür sind die Binghamparameter Fließgrenze und Viskosität relativ einfach mittels Laborextruder erfassbar. Da die Wandgleitfunktion, d. h. die Wandgleitgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Schubspannung, bisher nur aufwändig über ein modifiziertes Mooney-Verfahren gemessen werden kann und sich zudem nur geometrieabhängig darstellen lässt, ist sie für Simulationsmodelle unbrauchbar. Mit einem dem Binghamgesetz formal ähnlichen Ansatz leitet F. Laenger den Parameter  $a_0$  als Gleitfähigkeit für Simulationen ab, die nach **S. Lang, CADFEM**, Grafing, die Chance bietet, allgemein das Fließverhalten der Masse während der Extrusion zu analysieren und bei Änderung von Geometrie-



**Bild 5 • Folienhinterspritzen von Stahl- $ZrO_2$ -Verbunden (BMW-Projekt „GreenTaPIM“, FKZ 16IN0319)**

und Masseparametern deren Einfluss auf die Homogenität der Strömung zu bewerten. Zur physikalischen Modellierung des Fließens keramischer Massen im Mundstück werden die Navier-Stokes-Gleichungen für inkompressible Medien angewandt mit der Zusatzbedingung, dass deren Viskosität ein Bingham-Verhalten mit Wandgleiten ausweist. Eine numerische Verifikation des gewählten Ansatzes wurde an Testmodellen mit einem kommerziellen Programm durchgeführt.

Zur Spritzgieß-Simulation kleinster keramischer Bauteile prüften **K. Plewa, R. Heldele, T. Müller, A. Ruh** und **H. Walter, FZ Karlsruhe GmbH**, deren Übertragbarkeit in die Praxis. Bei der Herstellung einer Welle-Nabe-Verbindung durch 2K-Spritzguss auf einer Ferrostatik K50 S2F mit 2 eingebauten Fließbremsen zeigte ein Vergleich der Simulationsdaten mit den Spritzparametern, dass die Simulation (noch) keine in die Praxis übertragbaren Ergebnisse liefert, aber zumindest Optimierungsmöglichkeiten sichtbar mache.

**T. Hanemann, R. Heldele** und **J. Haußelt, FZ Karlsruhe GmbH**, untersuchten im Stile einer modernen Alchemie Struktur-Eigenschaftsbeziehungen von Dispergatoren bei der Feedstockentwicklung für das Mikropulverspritzgießen ( $\mu\text{PIM}$ ). An einem Modellsystem, bestehend aus einem Polyethylen-Wachs-Binder und 50 Vol.-%  $ZrO_2$ , wurde der Einfluss der chemischen Struktur und des Anteils von Monocarbonsäuren mit unterschiedlicher Kettenlänge (Behen-, Stearin-, Öl- und Laurinsäure) auf das Fließverhalten der resultierenden Feedstocksysteme untersucht. Die in einem Messknetter ermittelten Enddrehmomente zeigen bei konstanter Dispergatorkonzentration nach 1 h Compoundierzeit eine eindeutige Abhängigkeit vom Pulverfüllgrad: sind bei Füllgraden  $<30\text{ Vol.-%}$  für die verschiedenen Monocarbonsäuren die Enddrehmomente nahezu identisch, so bewirken mit zunehmendem Füllgrad die Dispergatoren mit längerer aliphatischer Kette ein höheres Drehmoment. Das zeigt Möglichkeiten auf für eine signifikante Vereinfachung der Compoundierung und Verarbeitbarkeit höherer Füllgrade.

Um den Einfluss des Substitutionsgrades des Celluloseether-Binders auf die Nass-Grünfestigkeit extrudierter Cordierit-Wabenkörper erfassen zu können, entwickelte **R. Bayer, Dow Wolff Cellulosics GmbH**, Bomlitz, ein Verfahren, das den Nassgrün-Modul und die Nassgrün-Festigkeit unabhängig von einer bestimmten Wabenkörper-Geometrie, d. h. mundstücksunabhängig, bestimmbar macht. Dazu wird ein Vollprofil unmittelbar nach dem Extrudieren auf Biegezug belastet. Im entsprechenden Kraft-Dehnungs-Diagramm gibt es für frisch extrudierte Keramik im Anfangsbereich einen ersten linear-elastischen Abschnitt, aus dessen Geradenanstieg sich der Nassgrün-Modul ergibt, während sich aus einem zweiten linear-

## KERAMISCHER RUNDBLICK

elastischen Verhalten im Scheitelpunkt die Nassgrün-Festigkeit ableiten lässt. Da Celluloseether wesentlich durch ihren Umsetzungsgrad definiert sind, ist zu dessen Quantifizierung zu unterscheiden zwischen dem Degree of Substitution DS (ein Maß für die Umsetzung der OH-Gruppen des Cellulosemoleküls mit Methylchlorid) und der Molaren Substitution MS, die den molaren Umsetzungsgrad der OH-Gruppen mit Propylenoxid oder Ethylenoxid darstellt. Beide Substitutionsparameter sind von erheblichem Einfluss auf Nassgrün-Modul und -Festigkeit, woraus sich für die Rezeptur keramischer Extrusionsmassen ein bislang wenig beachtetes Feld für Optimierungen eröffnet. Entsprechend optimierte Produkte sind bereits kommerziell erhältlich.

Unter Nutzung der Computertomographie zur zerstörungsfreien Untersuchung spritzgegossener Grünkörper entwickelten **A. Mannschatz, T. Moritz** und **R. Lenk, Fraunhofer IKTS**, Dresden, eine Methode zur Visualisierung von Fließlinien im Realbauteil, um damit Ergebnisse einer Fließsimulation zu verifizieren. In die Fließsimulation gehen Stoffparameter ein wie die Viskosität, das Druck-Volumen-Temperatur-Diagramm sowie thermische und elastische Kennwerte unter Berücksichtigung von Werkzeugdesign und Spritzparametern. Anhand der Fließwege lassen sich die Lage von Bindenähten, Totwassergebieten oder kritischen Stellen für Lufteinschlüsse bestimmen. Ein Vergleich experimentell bestimmter Fließlinien mit denen der Simulation zeigt, dass Verlauf und Ausbildung von Bindenähten und Totwasserbereichen zuverlässig prognostiziert werden können.

**J. ter Maat, BASF SE**, Ludwigshafen, analysierte die Möglichkeiten einer Entbinderung spritzgegossener Keramiken. Abhängig vom eingesetzten Plastifikator kommen dafür zum Einsatz: Ausschmelzen im Pulverbett; Abdampfen in einem sehr langsamen thermischen Zyklus; Extraktion im Lösemittel (Wasser, Aceton,  $\text{CO}_2$ ) und katalytische Zersetzung. Konkret am Beispiel des Binders Polyacetal, der den Grünkörpern eine hohe Festigkeit und Steifigkeit verleiht, was deren Entformbarkeit und Handling sehr erleichtert, wird gezeigt, dass Polyacetale in saurer Atmosphäre bereits ab  $100^\circ\text{C}$  zu depolymerisieren beginnen unter Freisetzung gasförmigen Formaldehyds. Da das Polyacetal auf Grund seines Schmelzpunktes von ca.  $165^\circ\text{C}$  während der Entbinderung im festen Zustand vorliegt, ist seine Entfernung ein direkter Feststoff-Gas-Übergang, frei von Kapillarkräften, Deformationen und Gasblasenbildung. Das wird realisiert in einem gasdichten Umwälzofen mit zweistufiger Nachverbrennung bis zu einem Entbinderungsgrad von ca. 90 %. Der relativ geringe Restbindergehalt kann problemlos, auch bei dickeren Grünkörpern, im unteren Temperaturbereich des Sinterprogramms ausgetrieben werden.

Überkritische Fluide bieten einige Vorteile für die Extraktion von Bindern aus Grünkörpern: zersetzungsfreie selektive Extraktion der Binderkomponenten bei geringer thermischer Belastung derselben und beschleunigte Diffusion im porösen Grünling. **E. Marioth** und **H. Kröber, Fraunhofer-Institut für Chemische Technologie ICT**, Pfinztal, realisieren die Entbinderung von 2K-Spritzgussteilen am Objekt einer Glühkerze mit überkritischem  $\text{CO}_2$  in Verbindung mit Aceton als Extraktionszusatz. Obwohl mit in relativ kurzer Zeit realisierbaren Extraktionsraten die Zweikomponenten-Fähigkeit der Methode nachgewiesen wurde, erfordert sie doch relativ aufwändige Anlagen und aufgetretene Rissbildungen bedürfen noch einer eindeutigen Zuordnung, offenbar in Verbindung mit weiterführenden Untersuchungen zur Kinetik des Entbinderns innerhalb der Matrix. Zum Entbindern poröser Funktionskeramiken, insbesondere Dieselpartikelfiltern, hat sich nach **H. Weber** und **A. Hajduk, Riedhammer GmbH**, Nürnberg, die thermische Entbinderung durchgesetzt. Die im Bereich  $150\text{--}500^\circ\text{C}$  ablaufenden Reaktionen hängen stark

vom Sauerstoffgehalt der Ofenatmosphäre ab. Eine aus diesen Erkenntnissen resultierende „Low- $\text{O}_2$ -Technologie von Riedhammer“ beinhaltet die gezielte Steuerung des  $\text{O}_2$ -Gehalts in der Ofenatmosphäre und damit insgesamt eine Atmosphären- und Temperaturregelung in Kombination mit kontinuierlicher, rezirkulierender Umwälzung der Atmosphäre. Die derzeit noch verbreitete zweistufige Prozessführung mit getrenntem Entbinderungs- und Sinterofen kann durch diesen sehr energieeffizienten einstufigen, mittlerweile praxiserprobten Prozess ersetzt werden, der für periodische wie auch kontinuierliche Öfen anwendbar ist und eine erhebliche Verkürzung der Entbinderungszeit ermöglicht.

**N. Schlechtriemen, J. Binder** und **J. Haußelt, FZ Karlsruhe GmbH**, untersuchten die Einflussfaktoren auf die form- und dimensions-treue Replikation niederdruck-spritzgegossener Mikrostrukturen aus reaktionsgebundenen Net-Shape Oxidkeramiken. Realisiert wird die Reaktionsbindung im Unterschied zum bekannten RBSN- und RBAO-Verfahren auf Basis intermetallischer Verbindungen ( $\text{Zr}_2\text{Si}$ ,  $\text{ZrSi}_2$ ,  $\text{ZrAl}_3$ ), die eine relativ große Volumenänderung bewirken und die Sinterschwindung vollständig kompensieren. Ermittelt wurde der Einfluss des  $\text{Zr/Si}$ -Verhältnisses auf die form- und dimensionstreue Sinterung. Die thermoplastische Formgebung reaktionsgebundener Net-Shape Keramiken ermöglicht eine einfache und effektive Herstellung keramischer Mikrobauteile mit hohen Aspektverhältnissen und komplex geformten Geometrien im Sinne einer isotropen Replikation der mikrostrukturierten Urform.

### Produkte und Anwendungen

**C. Aneziris, Chr. Weigelt** und **H. Biermann, TU Bergakademie Freiberg**, zeigten den Einsatz der Extrusion zur Herstellung von Wabenkörpern aus einem Verbundwerkstoff, basierend auf austenitischem TRIP-Stahl-Pulver (TRIP = Transformation-Induced Plasticity) und  $\text{MgO}$ -teilstabilisiertem  $\text{ZrO}_2$ . Die resultierenden TRIP-Matrix-Compositwerkstoffe verfügen über hervorragende Energie-Absorptionseigenschaften und sind folglich potenziell geeignet für Applikationen als Crash-Absorber.

**M. Schumann, Saint-Gobain CREE**, Cavailon, Frankreich, **R. Neufert** und **C. Augier, Saint-Gobain Industrie Keramik Rödental GmbH**, Rödental, gaben einen Überblick zu Stand der Technik und Perspektiven der Extrusion keramischer Dieselpartikel-Filter. An praktischen Beispielen wurde veranschaulicht, wie Temperatur, Extrusionsdruck, Extrudertyp, Ausbrennstoff, Binder- und Werkstofftyp Einfluss auf den Extrusionsprozess haben und welche Korrekturmaßnahmen daraus resultieren können, wodurch auch das Scale-up erschwert werden kann. Möglichkeiten zur Kostenreduzierung zeigen sich besonders in Werkstoffauswahl und Filterdesign. Extrudieren komplexer Strukturen im industriellen Maßstab bedeutet nach **U. Werr, Rauschert Heinersdorf-Pressig GmbH**, Pressig, ein komplexes Anforderungsfeld mit durch Werkstoff und Prozesstechnik bestimmten Randbedingungen in Einklang zu bringen. Am Beispiel von Brechkeramiken für die Elektrowärmetechnik (Hochleistungs-Heizpatronen, Wendelrohrpatronen, Mantelthermoelemente), vorwiegend auf  $\text{MgO}$ -Basis, anhand von den im Produktbereich Inopor® produzierten porösen Filtrationsrohren auf  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - und  $\text{TiO}_2$ -Basis und an Kleinserien rotationssymmetrischer Bauteile wurde die ganze Anwendungsbreite der Extrudiertechnik demonstriert.

Ausgehend vom Zusammenhang zwischen Porigkeit und Dichte bei  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Keramik (Bild 6) zeigte **E. Sonntag, E. Bröll GmbH & Co., Dornbirn, Österreich**, die Schwierigkeiten in der Herstellung mittels CIM hochdichter Keramikbauteile ( $>99,5\%$  theoretischer Dichte) für tribologische Anwendungen auf, die bei jedem Prozessschritt verschärfte technologische Vorkehrungen erfordern in dem Sinne,

**6**

**Zusammenhang Porigkeit und Dichte**

Annahme: reines  $Al_2O_3$ ; 20  $\mu m$  Porendurchmesser (Luft) gleichmässig verteilt

Dichte	Massen-%	Porigkeit in Volumen-%	Poren im Volumen $1/mm^3$	Poren an der Oberfläche $1/mm^2$
3,9865	100	0	0	0
3,950	99,1	3	7300	45
3,920	98,3	5,6	13000	143

**Bild 6 • Zusammenhang zwischen Porigkeit und Dichte bei  $Al_2O_3$ -Keramik unter Bezug auf die von A. Krell 1996 ermittelte theoretische Dichte des  $Al_2O_3$  von 3,9865  $g/cm^3$**

dass „nur eine produktspezifische, optimale Prozessgestaltung aus einem guten Pulver auch ein gutes Bauteil macht“. Je geeigneter ein Pulver für hochdichte Bauteile ist, desto sensibler ist es bezüglich Kontamination, desto anspruchsvoller wird die Feedstock-Aufbereitung, desto höher ist der Volumenanteil des Binders und umso schwieriger dessen Austreibung ohne Poren- und Rissbildung und umso früher finden katalytische Abbauprozesse bei der thermischen Prozessführung statt.

„Kein Werkstoff hat eine Dauerkarte, Keramikspritzguss löst Dauerkarten und ermöglicht Innovationstuning für Produkte“, so die Devise von **J. Graf, Kläger Spritzguss GmbH & Co. KG**, Dornstetten. Am Beispiel von Hochdruck-Spritzguss zeigte er Oxidkeramik-Bauteile und wirtschaftliche Baugruppenintegration durch unterschiedliche Fügemethoden. Ermöglicht doch die hohe Formgebungsfreiheit neue Fügeverfahren mit unterschiedlichsten Bauteilpartnern aus unterschiedlichsten Werkstoffen, so dass der keramische Spritzguss für Klein- und Großserien komplexer Bauteilgeometrien technisch und wirtschaftlich gewinnbringend einsetzbar ist.

**K. Minner, LAPP Insulators Redwitz GmbH**, Redwitz, zeigte am Beispiel der Extrusion großformatiger Tonerdeporzellan-Hubel für Hochspannungsisolatoren zahlreiche Einflussfaktoren und Auswirkungen auf Folgeprozesse auf. Im Werk Redwitz werden für große einteilige Hohlisolatoren Hohlhubel mit Außen- $\varnothing$  bis 820 mm und

Längen von ca. 4 m extrudiert. Dabei sind Anteil und Art der plastischen Komponenten und insbesondere Kornaufbau und Feuchte der Masse von entscheidendem Einfluss auf die Extrudier- und Folgeprozesse, ebenso der hohe Anteil von Rücklaufmasse. Eine zwischen den Produktionsstandorten Redwitz und Wunsiedel durchgeführte Versuchsreihe mit Vollkernstützern aus einer hochfesten, sehr fein vermahlenden Sondermasse zeigte, dass eine zu feine Masse bei gleichzeitig starker Hubelverdichtung nicht zum Erfolg führen konnte, wogegen mit einer größeren Masse und geringerer Verdichtung eine durchaus gute Produktqualität erzielbar war.

Gegenüber der Technologie mit Träger-Kats und ihrer katalytisch aktiven Beschichtung („Washcoat“) hat sich mit Einführung der Euro IV-Norm bei Nutzfahrzeugen die Technologie der Vollkatalysatoren zur Stickoxidminderung nach dem SCR-Verfahren etabliert. Nach **H. Schedel, Johnson Matthey Catalysts (Germany) GmbH**, Redwitz, wird bei Herstellung solcher Vollkats von „Vollextrudaten“ ausgegangen, die aus 80 %  $TiO_2$ , 10 %  $WO_3/MoO_3$  sowie Binder und Glasfasern bestehen und vor dem Strangpressen einem speziellen Knetverfahren mit anschließendem 2-stufigem „Aging“-Prozess unterworfen werden. Mittels Einschnuckenextrusion werden Monolithe bis zu 12" bei Zelligkeiten bis 400 cpi und Wandstärken  $< 0,3$  mm hergestellt. Anstelle eines Sinterns erfolgt nach der Trocknungsphase ein Kalzinieren der Rohkörper bei ca. 600 °C zum Ausbrennen des organischen Binders und zum Ansintern. Für den Nachweis der Dauerhaltbarkeit, der am einbaufertigen Kat unter praxisnahen Belastungen (Rüttel- und Thermoschocktests) durchgeführt wird, sind mechanische Bruchfestigkeit und Ermüdungsverhalten von Bedeutung. Dazu wird eine spezifische Methode der „Risswachstumsbestimmung“ angewandt.

### Resümee

Präsentiert wurde ein anspruchsvolles, äußerst umfangreiches und vielseitiges Vortragsprogramm, bereichert durch eine hohe Zahl von Industriebeiträgen. Plastische und thermoplastische Formgebungen zeichnen sich durch viele prozessübergreifende Gemeinsamkeiten aus und signalisieren weiteren Entwicklungsbedarf. Dazu wird auch das Herbstsymposium 2010 am 30.11./1.12. zu Modellierung und Simulation einen weiteren Erkenntnisgewinn bringen.

F. Kerbe

(Bildnachweis: 1, 5: IKTS; 2: Keramik-Institut; 3, 4: EMPA; 6: Bröll GmbH)