

**Möglichkeiten der Vibrationsverdichtung zur Herstellung von
keramischen Werkstoffen mit gezielten Gefügemerkmalen**

Von der Fakultät für Maschinenbau, Verfahrens- und Energietechnik

der Technischen Universität Bergakademie Freiberg

genehmigte

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor – Ingenieur

Dr. – Ing.

vorgelegt

von Dipl. – Ing. Floriana-Dana Börner

geboren am 05. 04. 1969 in Timisoara (Rumänien)

Gutachter: Prof. Dr. Wolfgang Schulle, Freiberg

Prof. Dr. Jürgen Bast, Freiberg

Prof. Dr. Helmut Rasch, Höhr-Grenzhausen

Tag der Verleihung: 25 April 2001

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG UND AUFGABENSTELLUNG	3
2	STAND DER TECHNIK	4
2.1	VERDICHTUNG UNTER VIBRATIONSANREGUNG	4
2.1.1	<i>Das Einsatzgebiet</i>	<i>4</i>
2.1.2	<i>Der Verdichtungsprozeß</i>	<i>5</i>
2.1.3	<i>Die Vibrationsparameter</i>	<i>6</i>
2.1.4	<i>Einfluß der Pulvereigenschaften</i>	<i>12</i>
2.1.5	<i>Oberflächenrauigkeit und Elastizität</i>	<i>19</i>
2.2	ALLGEMEINES ÜBER DIE FILTRATIONSTECHNIK	20
2.3	ALLGEMEINES ÜBER DIE ENTMISCHUNG	22
3	VERSUCHSDURCHFÜHRUNG VIBRATIONSVERDICHTUNG	28
3.1	ROHSTOFFSYSTEME	28
3.2	BINDERSYSTEME	29
3.3	VIBRATIONSVERSUCHE MIT LOSEN SCHÜTTUNGEN	30
3.3.1	<i>Technische Ausrüstung</i>	<i>30</i>
3.3.2	<i>Ermittlung der optimalen Vibrationsbedingungen</i>	<i>30</i>
3.3.3	<i>Zusammenfassende Auswertung der Ergebnisse</i>	<i>32</i>
3.4	VIBRATIONSVERSUCHE MIT ROHSTOFF-WASSER-BINDER-GEMISCHE	45
3.4.1	<i>Herstellung der vibrationsverdichteten Proben</i>	<i>45</i>
3.4.2	<i>Optimierung durch Versuchsplanung</i>	<i>45</i>
3.4.3	<i>Zusammenfassende Auswertung der Ergebnisse</i>	<i>56</i>
4	GEFÜGEMERKMALE DER VIBRATIONSVERDICHTETEN STRUKTUREN	62
4.1	DIE PORENVOLUMENSTRUKTUR	62
4.1.1	<i>Zusammenfassende Auswertung der Ergebnisse</i>	<i>63</i>
4.2	PORENGRÖßE UND PORENGRÖßENVERTEILUNG	64
4.2.1	<i>Praktische Ergebnisse zur Porengröße und Porengrößenverteilung</i>	<i>67</i>
4.2.2	<i>Zusammenfassende Diskussion der Ergebnisse</i>	<i>72</i>
4.3	GASDURCHLÄSSIGKEIT	74
4.3.1	<i>Zusammenfassende Auswertung der Ergebnisse</i>	<i>76</i>
4.4	FESTIGKEIT	78
4.4.1	<i>Die Festigkeit nach der Vibration</i>	<i>79</i>
4.4.2	<i>Die Festigkeit nach der Sinterung</i>	<i>80</i>
4.4.3	<i>Hochtemperaturverhalten</i>	<i>81</i>
4.4.4	<i>Zusammenfassende Diskussion der Ergebnisse</i>	<i>84</i>
4.5	ALLGEMEINE SCHLUBFOLGERUNGEN	86

5	VERSUCHSDURCHFÜHRUNG EINFILTRATION	88
5.1	DAS GROBKORNGERÜST	88
5.2	DAS FEINKORNSYSTEM.....	89
5.2.1	<i>Untersuchungen zum Fließverhalten der Feinkornfraktion</i>	<i>90</i>
5.2.2	<i>Untersuchungen zum Verdichtungsverhalten der Feinkornfraktion</i>	<i>92</i>
5.2.3	<i>Auswertung und Diskussion der Ergebnisse</i>	<i>93</i>
5.3	VERSUCHSAUFBAU UND VERSUCHSDURCHFÜHRUNG	94
5.4	AUSWERTENDE DISKUSSION DER ERGEBNISSE	96
6	VERSUCHSDURCHFÜHRUNG ENTMISCHUNG	103
6.1	AUSGEWÄHLTES ROHSTOFFSYSTEM	104
6.2	VERSUCHSAUFBAU UND VERSUCHSDURCHFÜHRUNG	104
6.2.1	<i>Optimierung des Entmischungsprozesses</i>	<i>105</i>
6.2.2	<i>Untersuchungen zur Entformung entmischter Fraktionen</i>	<i>106</i>
6.3	AUSWERTENDE DISKUSSION DER ERGEBNISSE	109
7	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	111
	LITERATURVERZEICHNIS	113
	ABBILDUNGS- UND BILDERVERZEICHNIS	121
	TABELLENVERZEICHNIS	126
	VERZEICHNIS DER VERWENDETEN SYMBOLE UND ABKÜRZUNGEN	128
	ANHANG	129

1 EINLEITUNG UND AUFGABENSTELLUNG

Im verfahrenstechnischen Bereich erfolgt die Nutzung von kontrollierten Schwingungen auf unterschiedliche Schüttgüter vorrangig beim Fördern und Verdichten.

Unter dem Einfluß der Schwerkraft und den dynamischen Bedingungen einer Vibrationsanregung können sich auf Grund der erhöhten Pulverbeweglichkeit die Körner zu optimalen Packungen mit definierten Porenvolumenstrukturen umlagern. Beim Einstellen des Schwingungszustandes vermindern sich die Reibungskoeffizienten zwischen den Körnern. Das bewirkt, daß die Hohlräume, die während eines Füllvorganges bilden, zerstört werden und eine Anordnung der Körner in stabilen Packungen stattfinden kann.

Ausgehend von diesen Voraussetzungen ergibt sich damit die Möglichkeit der Entwicklung neuartiger Werkstoffvarianten mit gezielten Gefügestrukturen.

In Rahmen der vorliegenden Thematik sollen darin folgende Themenkomplexe bearbeitet werden:

- ◆ Durch die Vibrationsverdichtung unterschiedlicher und eng begrenzter Korngrößenbereiche sollen Packungen mit definierter offener Porenvolumenstruktur und unterschiedlicher Porengrößenverteilung erhalten werden. Daraus ableitend ergibt sich die Möglichkeit der Entwicklung und Herstellung von definierten keramischen Filterwerkstoffen, die eventuell für Einsatztemperaturen oberhalb von 1100°C geeignet sind.
- ◆ In ein durch die Vibrationsverdichtung gebildetes Gerüst (Hohlraumstruktur) soll eine feine Fraktion gleicher oder andersartiger stofflicher Beschaffenheit einvibriert werden. Dadurch soll untersucht werden, inwieweit eine gradierte stofflich-mineralogische Ausgangszusammensetzung erreicht werden kann, die zur Entwicklung von Gradienten- und/oder Verbundwerkstoffen genutzt werden kann.
- ◆ Durch eine spezielle Vibrationsanregung von unterschiedlichen Körnungen eines keramischen Stoffsystems (gleiche Dichte) sollen gezielt Entmischungen im Packungsaufbau erhalten werden, die zu einem definierten Gradienten der Porengröße im Werkstoff führen.

2 STAND DER TECHNIK

2.1 VERDICHUNG UNTER VIBRATIONSANREGUNG

2.1.1 Das Einsatzgebiet

"Unter Vibrieren wird das Verdichten von Verarbeitungsgut mittels oszillierend wirkender Kräfte verstanden. Von einem Erreger werden periodische Schwingungen erzeugt, durch Übertrager in das Verarbeitungsgut eingeleitet und dieses selbst in Schwingungen versetzt. Dabei werden die Fließbedingungen verändert, unter Umständen die Viskosität vorhandener Bindemittel herabgesetzt und eine weitgehende Verschiebung der Feststoffteilchen in die Hohlräume bewirkt"[1].

Das Verdichten von Stoffen durch Vibration ist nicht nur in der Verarbeitungstechnik [1], sondern auch in der Bauindustrie [2] schon lange bekannt. Hier handelt es sich ausdrücklich um eine Rüttelverdichtung, wobei ein Frequenzbereich bis 50 Hz zur Anwendung kommt.

"Erst durch die *Rütteltechnik* wurde es möglich, steifen und grobkörnigen Beton ohne viel Aufwand zu verdichten und damit die mit einem niederen Wasserzementwert verbundenen Vorteile auch für Konstruktionsbeton sowie grobkörnigen Massenbeton voll zu nutzen und Betone hoher Festigkeit, Undurchlässigkeit und Beständigkeit besonderes wirtschaftlich herzustellen", schrieb Walz [2] vor vierzig Jahren.

Grundlegende Untersuchungen in Verbindung mit der Vibrationsverdichtung wurden im Bereich der Kerntechnik durchgeführt [3 - 14; 25 - 27]. Dabei kam ein viel breiteres Frequenzspektrum (bis 1000 Hz) zur Anwendung.

Positive Eigenschaften werden der Vibration auch im Bereich der Schüttguttechnik zuerkannt. Durch eine Vibrationsanregung werden dabei Prozesse wie Fördern oder Transportieren erleichtert [40, 41].

Auf dem Gebiet der Gießereitechnik hat die Nutzung einer Schwingungsanregung (Rüttelverdichtung, Formkastenklopfer, usw.) bei der Verdichtung von Formsanden zur Herstellung von Kernformen bereits seit Jahrzehnten industrielle Bedeutung erlangt [23, 28, 42 - 44]. Hierbei wird die Vibration als ein wirkungsvolles Verfahren

zum Verdichten auch von zähen Kernsandgemischen angesehen, die mit anderen Verdichtungsverfahren nur schwierig oder unwirtschaftlich verdichtet werden können [43].

Auch über eine Kombination zwischen der Vibration und dem Pressen zur Erzielung einer besseren Verdichtung wird seitens der Gießereitechnik berichtet [21, 22].

2.1.2 Der Verdichtungsprozeß

Die reinen Schüttgüter nehmen beim Einfüllen in einen Behälter eine Zufallspackung an, wobei davon auszugehen ist, daß es sich bei diesem Ordnungszustand der Körner nicht um die dichteste Packung handelt. Verantwortlich dafür sind die Brückenbildungen (von Thomas [14] erklärt als "Verkeilen der Kugeln derart, daß in der Packung Hohlräume auftreten, die einer oder mehreren Kugeln Platz böten"), die in einem Haufwerk während des Schüttvorganges entstehen.

Die Verdichtung während der Vibrationsanregung kann durch zwei Haupteffekte erklärt werden. Wird das Haufwerk einer kontrollierten Schwingung in Form einer Vibration ausgesetzt, geht das statische Gleichgewicht des Systems in einen dynamischen Zustand über. Auf Grund dessen geht auch die Haftreibung, die durch die wirkenden kohäsiven Kräfte zwischen den Teilchen entstehen, in eine Gleitreibung, spezifisch dem dynamischen Zustand der Vibration, über. Der zweite Effekt ergibt sich durch die Aufhebung der adhäsiven Kräfte zwischen den einzelnen Körnern einer Schüttung und den Behälterwänden, die unter Einwirkung einer Vibrationsanregung nicht mehr zu äußeren Reibungskräften führen.

Die Effizienz eines Vibrationsverdichtungsprozesses wird hauptsächlich dadurch bestimmt, inwieweit eine stabile Packung mit definierten Porenvolumenstrukturen entstanden ist. Die Ausbildung der genannten optimalen Packungen wird dabei sowohl von den Eigenschaften des zu verdichtenden Pulvers, als auch von den verfahrenstechnischen Parametern beeinflusst.

Trotz dieser Erkenntnisse existieren keine verallgemeinerungsfähigen Prozeßgleichungen, die sowohl die Parameter der Schwingungsanregung als auch die Charakteristika der Kornsysteme mathematisch beschreiben.

Literaturquellen enthalten relativ wenig konkrete Angaben über die Größe der Vibrationsparameter, die zu einer optimalen Verdichtung führen können. Sie werden empirisch / experimentell ermittelt und sind individuell für jedes untersuchte System zu betrachten.

An dieser Stelle soll darauf hingewiesen werden, daß durch die Vibration die Ordnungsvorgänge in einem Pulverhaufwerk gezielt beeinflußt werden sollen. Der Verdichtungseffekt wird durch die Erhöhung des Packungszustandes erreicht. Die dadurch erzielten Festigkeiten liegen weit unter den Festigkeitswerten, die durch andere Verdichtungsverfahren (z. B. Pressen, Stampfen u.a.) erzielt werden können. Unter diesem Gesichtspunkt ist die Zugabe von Bindern zur Ausbildung von Binderbrücken und der damit einher gehenden Festigkeitssteigerung im allgemeinen notwendig.

2.1.3 Die Vibrationsparameter

Die Einflußgrößen einer harmonischen Sinusschwingung werden durch die Gleichung (1) beschrieben:

$$a = k \times f^2 \times A \quad (1)$$

wobei: a = Beschleunigung (g, $g = 9,81 \text{ m/s}^2$)

f = Frequenz (s^{-1})

A = Amplitude (m)

$$k = \frac{4 \times \pi^2}{9,81}$$

Als kurze Interpretation dieser Abhängigkeit kann formuliert werden, daß die Schwingung durch die Frequenz und Beschleunigung definiert wird. Die Amplitude nimmt mit steigender Frequenz quadratisch ab, während sie mit Steigung der Beschleunigung proportional zunimmt.

Die Frequenz

Es wird allgemein davon ausgegangen, daß durch die Schwingungsanregung eine Verdichtung des Schüttgutes eintritt und ein Bereich optimaler Schwingfrequenzen für die Vibrationsverdichtung existiert [14].

Die Literaturangaben über eine optimale Schwingfrequenz sind sehr breit gefächert. Eine optimale Frequenz kann daher nur in Verbindung mit dem Einsatzgebiet bei einer entsprechenden Beschleunigung ermittelt werden. Zum Beispiel in der Gießereitechnik kommen Frequenzen im niederen Bereich (< 100 Hz) [25] zur Anwendung, bei der Brennelementherstellung in der Kerntechnik sind auch Angaben über Arbeitsfrequenzen ≥ 1000 Hz keine Seltenheit [4, 5].

Experimentell wurde mehrmals nachgewiesen, daß bei entsprechender Beschleunigung tatsächlich eine für die Vibrationsverdichtung optimale Schwingfrequenz existiert.

Die Untersuchungen an einem Al_2O_3 -Pulver mit $d_{50} \leq 10 \mu\text{m}$ hinsichtlich dessen Verdichtungsverhalten zeigten, daß ein Anstieg der Dichte im Bereich bis 100 Hz zu verzeichnen ist. Eine weitere Erhöhung der Frequenz führt nicht zu einer Zunahme der Verdichtbarkeit. Im Gegenteil, bei höheren Frequenzen wird die durch die Vibrationsverdichtung erreichbare Dichte unabhängig von der Beschleunigung wieder verringert. Auch eine Wechselwirkung zwischen Frequenz und Beschleunigung kann aus der graphischen Darstellung abgeleitet werden.

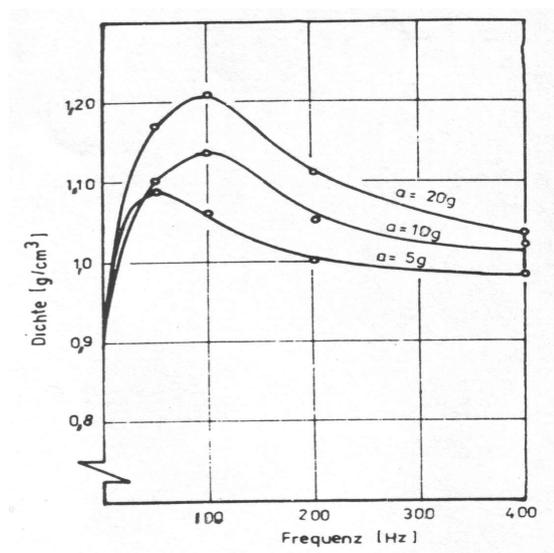


Abb. 1: Einfluß der Frequenz und Beschleunigung auf die Dichte von $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{SiC}$ (95 % / 5 %) nach einer Vibrationszeit von 30 s [7].

Wie bereits erwähnt, konnte bisher eine mathematische Abhängigkeit Vibrationsverdichtungsverhalten / Frequenz nicht definiert werden. Allgemeingültige Aussagen für Granulatgemische über die Wirkung von Frequenzbereichen wurden von S. Ferrari u.a. [24] getroffen:

- Niedrige Frequenzen (200 - 500 Hz) bewirken eine Schwingungsanregung aller Korngrößenbereiche eines Granulatgemisches. In Verbindung mit hoher Beschleunigung (30 - 40 g) können Frequenzen in diesem Bereich bei längerer Vibrationszeit zu Segregationserscheinungen bzw. zur Verschlechterung der Dichteverteilung führen (inkl. Verminderung der Dichte).
- Hohe Frequenzen (1000 - 1500 Hz) beeinflussen die Verteilung der feinen Körner ($< 40 \mu\text{m}$).
- Die mittleren Frequenzen (500 - 800 Hz) haben keine selektive Wirkung auf spezielle Fraktionen.

Beschleunigung

Die Ausbildung optimaler Packungen ist möglich, wenn durch Anwendung einer bestimmten Beschleunigung Bewegungsvorgänge in einem Pulverhaufwerk hervorgerufen werden, die zum Ausfüllen der durch geometrische Bedingungen entstandenen Lücken führen.

Von Rudolph [25] wird berichtet, daß bei der Vibrationsverdichtung verschiedener Gießereiformsande die Verdichtbarkeit mit der Beschleunigung ansteigt.

Außerdem, kann übereinstimmend mit der Frequenz festgestellt werden, daß bei einer bestimmten Beschleunigung die erreichbare Dichte mit der Abnahme der Frequenz zunimmt. Diese Ergebnisse werden in der Abbildung 2 dargestellt.

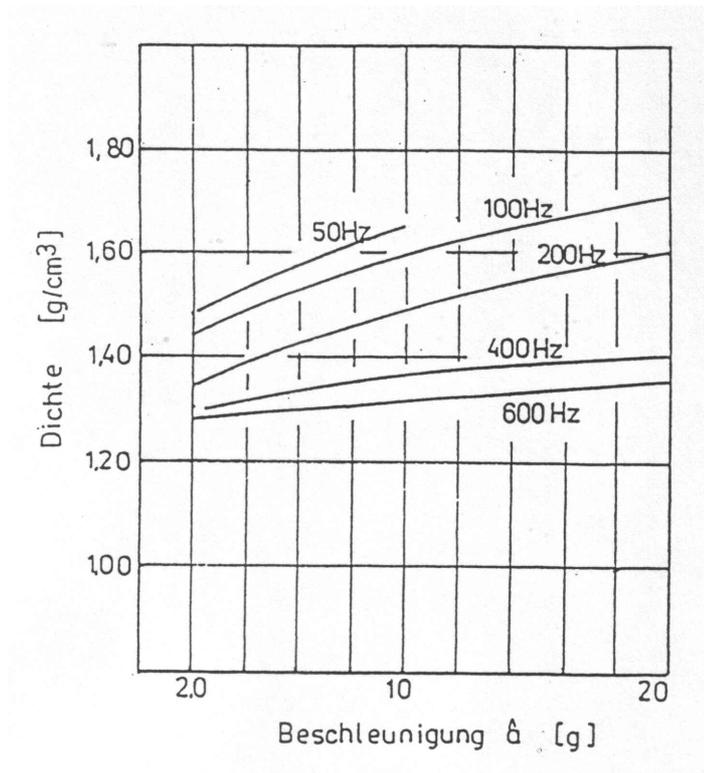


Abb. 2: Einfluß der Beschleunigung auf die Dichte von Naturformsand bei verschiedenen Frequenzen und einer konstanten statischen Belastung (160 kPa) nach 6 s Vibrationszeit [25].

Bei den selben Untersuchungen wurde festgestellt, daß Wechselwirkungen zwischen den Parametern der Schwingungsanregung (Frequenz, Beschleunigung, Belastung) und der Verdichtbarkeit bestehen.

Untersuchungen zur Vibrationsverdichtung enger Teilchenfraktionen aus verdüstem Cu-Basis-Pulver [26] zeigten, daß zum Erreichen der maximalen Dichte Beschleunigungen von ≥ 20 g für das feinkörnigere Pulver ($D < 32 \mu\text{m}$) und Beschleunigungen von ≤ 10 g für das grobkörnigere Pulver ($D < 60 \mu\text{m}$) notwendig sind. Als Erklärung dafür wird die sehr unterschiedliche Anzahl von sphärischen Körnern pro Volumeneinheit für beide Pulverqualitäten angeführt. Daraus ergeben sich Unterschiede bezüglich der Anzahl von Berührungspunkten bzw. der inneren Reibung im Pulverhaufwerk.

Belastung

Die Aufbringung einer Belastung auf die zu verdichtende Pulversäule wird grundsätzlich erklärt, erstens durch die Notwendigkeit eine Ausdehnung der Säule zu

vermeiden, zweitens eine mögliche Entmischung der enthaltenen Fraktionen zu unterbieten.

Untersuchungen zur Beweglichkeit von Granulaten unterschiedlicher Korngrößen während des Vibrationsverdichtungsvorganges ergaben, daß in bestimmten Frequenzbereichen feinkörnige Fraktionen eine erhöhte Ausdehnung der Pulversäule, im Gegensatz zu grobkörnigen Fraktionen, aufweisen [27]. Dieses unterschiedliche Verhalten ist auf eine erhöhte Anregung des Grobkornes gegenüber dem Feinkorn zurückzuführen. Zur Erklärung dieses Verhaltens können zwei verschiedene Mechanismen herangezogen werden:

- Die Anzahl der Körner sowie deren Berührungsstellen untereinander sind in einer Volumeneinheit Feinkorn höher als in einer vergleichbaren Volumeneinheit Grobkorn. Dies bewirkt die Entstehung eines höheren Reibungskoeffizienten innerhalb des Feinkornsystems und führt bei einer bestimmten Anregung zu einer geringeren Ausdehnung der Pulversäule Feinkorn im Vergleich zu einer analogen Pulversäule Grobkorn.
- Durch die Vibrationsanregung wird den zu verdichteten Granulatkörnern eine Kraft in Abhängigkeit von der Masse des Granulat Kornes und der Schwingbeschleunigung übertragen. Ist der Schwingungsimpuls nach oben gerichtet, wird das einzelne Korn eine proportionale Bewegungskraft mit der eigenen Masse entwickeln. Da die Beschleunigung aller Körner einer Mischung gleich ist, ergibt sich durch die verschiedenen Massen eine unterschiedliche Kraft für die einzelnen Korngrößen und kann dadurch zu einem Entmischungsprozeß führen.

Unter diesen Voraussetzungen erweist sich eine Belastung der zu verdichtenden Säulen als notwendig. Bei der Auswahl der Belastungshöhe müssen zwei Kriterien erfüllt werden [13]:

- Die Belastung einer Schüttgutsäule während der Vibrationsverdichtung muß so hoch sein, daß eine Entmischung der einzelnen Fraktionen verhindert werden kann.
- Die Höhe der Belastung muß so niedrig gehalten werden, daß eine optimale Beweglichkeit der einzelnen Körner zur Ausbildung stabiler Packungen erhalten bleibt.

Untersuchungen von Sr-Ferritpulver [6] zeigten, daß die Vibrationsdichte bei einer bestimmten Frequenz und Beschleunigung mit der Erhöhung der Belastung zunimmt.

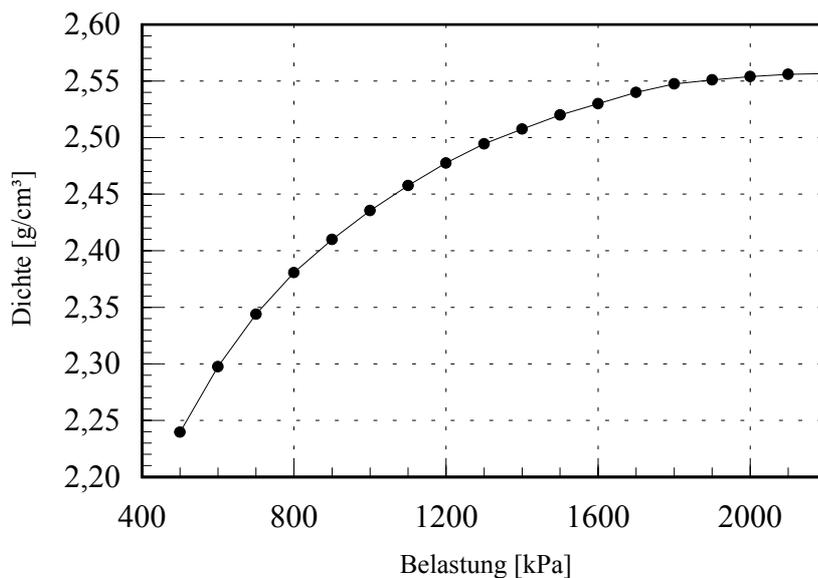


Abb. 3: Einfluß der Belastung auf die Gründichte von Sr-Ferritpulver bei 200 Hz, 12,5 g und 15 s Vibrationsdauer [6].

Andere Untersuchungen [25] bestätigten eine Abnahme der Vibrationsdichte mit der Überschreitung eines bestimmten Belastungswertes. Aus [13] ergibt sich die Erkenntnis, daß für Zusammensetzungen mit großen Korngrößenunterschieden höhere Belastungen zur Verbesserung der Homogenität der Dichteverteilung notwendig sind.

Zusammenfassend kann zum Einfluß der Belastung gesagt werden, daß deren Wert entsprechend den Vibrationsbedingungen und der granulometrischen Zusammensetzung für jedes System angepaßt werden muß.

Vibrationsdauer

Die erforderliche Vibrationsdauer oder Vibrationszeit zur Erzielung optimaler und stabiler Packungen ist von den Eigenschaften des zu verdichtenden Pulvers und von den Vibrationsparametern abhängig.

Für Kugel- und Granulatsysteme mit einer sehr engen Korngrößenverteilung ist die Verdichtungszeit zum Erreichen eines stabilen Zustandes relativ kurz. Untersuchungen zur Vibrationsverdichtung enger Teilchenfraktionen aus verdüstem Cu-Basis Pulver [26] ergaben eine Beendigung des Verdichtungsvorganges in weniger als 10 s. Gemische aus unterschiedlichen Korngrößenbereichen benötigen längere Vibrationszeiten als Kugeln und Granulate mit einer eng begrenzten

Korngröße. Untersuchungen zu dieser Problematik [4, 23] ergeben optimale Verdichtungszeiten zwischen 30 s und 120 s.

2.1.4 Einfluß der Pulvereigenschaften

Der Verdichtungsprozeß während der Vibration wird sowohl durch die Vibrationsparameter (Frequenz, Beschleunigung, Belastung und Dauer der Vibration), als auch durch die Eigenschaften des zu verdichtenden Pulvers charakterisiert.

Zu den Pulvereigenschaften, deren eine große Bedeutung im Hinblick des Verdichtungsprozesses zugesprochen werden kann, gehören die Kornform und Kornspektrum, die Oberflächenrauigkeit und die Elastizität des Pulvers. In diesem Zusammenhang wird auch dem Einfluß der Wände eine kurze Betrachtung geschenkt.

Auf eine ausführliche Darstellung der Packungstheorie bezüglich der idealen sowie der realen Kugelpackungen wird an dieser Stelle verzichtet. Eine sachliche Betrachtung dieser Problematik wird von Thomas [14] abgegeben. Es werden Aspekte dieser Theorie angeführt, soweit sich dies zum Verständnis der Arbeit notwendig macht.

Die Kornform und Kornbreite

Zur Realisierung optimaler, stabiler und reproduzierbarer Packungen besitzt die Kugel als Kornform die optimalen Voraussetzungen.

Eine allgemeine Literaturrecherche über Kugelpackungen ergab eine bereits vorhandene intensive und grundlegende Auseinandersetzung mit dieser Thematik [14 - 19; 34 - 39].

Die aus diesen Arbeiten gewonnenen Ergebnisse (Modellenentwicklung, Berechnungsalgorithmen, Prozeßsimulationen) haben eine wesentliche Rolle zur Entstehung der Packungstheorien beigetragen.

Reale Einkornsysteme besitzen im allgemeinen keine Kugelform, so daß die idealen Kugelpackungen nur als Modell anzusehen sind.

Die Packungsdichte ist ein wichtiger Parameter für die Charakterisierung des Packungszustandes. Sie wird definiert als Volumen aller Kugeln bezogen auf das gesamte Volumen, welches für die Packung zur Verfügung steht. Eine weitere Kenngröße eines Packungszustandes ist die Porosität, die als Verhältnis vom Hohlraumvolumen zum gesamten Volumen zu ermitteln ist. Wenn die Packungsdichte P und die Porosität W sind, gilt:

$$P + W = 1 \quad (2)$$

Versuchsergebnisse zum Einfluß der Kornform monodisperser Kornsysteme auf die erreichbare Packungsdichte unter Einwirkung der Vibration werden von Ayer und Soppet [17,18] sowie später von Randall [62] angegeben.

Die von Ayer und Soppet untersuchten Kornformen können aus der Abb. 4 entnommen werden.

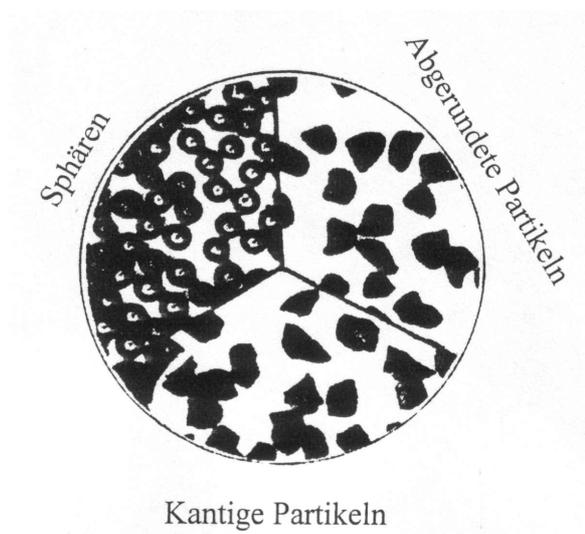


Abb. 4: Untersuchte Kornformen [17, 18].

Die Ergebnisse ihrer Untersuchungen bezüglich den erhaltenen Packungsdichten in Abhängigkeit vom Partikeldurchmesser verschiedener Kornformsysteme werden von Ayer und Soppet wie folgt graphisch dargestellt:

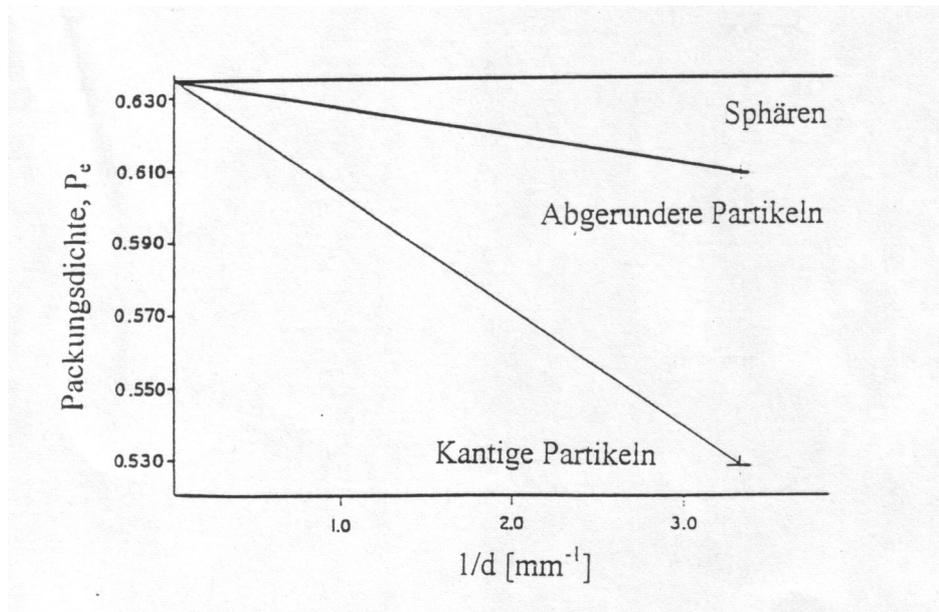


Abb. 5: Packungsdichten verschiedener Kornformsysteme in Abhängigkeit ihrer Durchmesser[18].

Ayer und Soppet [17,18] entwickeln Gleichungen zur Beschreibung der Abhängigkeit erreichbarer Packungsdichten (P_e) von der Partikelgröße (d_1) und dem Verhältnis Behälterdurchmesser : Partikelgröße (D / d_1) für Ein- und Mehrkornsysteme verschiedener Kornformen. Die Gleichungen (2) und (3) geben diese Abhängigkeit für ein kugeliges , bzw. für ein von der Kugelform abweichendes Einkornsystem wieder:

$$P_e = 0,635 - 0,216 \times e^{-0,313 \times D/d_1} \quad (3)$$

$$P_{e1} = 0,635 - 0,032/d_1 - 0,072 \times e^{-0,207 \times D/d_1} \quad (4)$$

Diese Abhängigkeit der Packungsdichte vom Partikeldurchmesser bei dem von der Kugelform abweichendem Kornsystem kann zu der Vermutung führen, daß das Verhältnis von Fläche : Volumen des Kornes dabei eine wichtige Rolle spielt.

Untersuchungen über den Einfluß der Kornform auf die erreichbare Packungsdichte wurden auch von Randall [62] durchgeführt. Von ihm wird schematisch dargestellt (Abb. 6), daß die erreichbare Packungsdichte, ausgehend von einer unregelmäßigen Kornform, zur Kugel zunimmt.

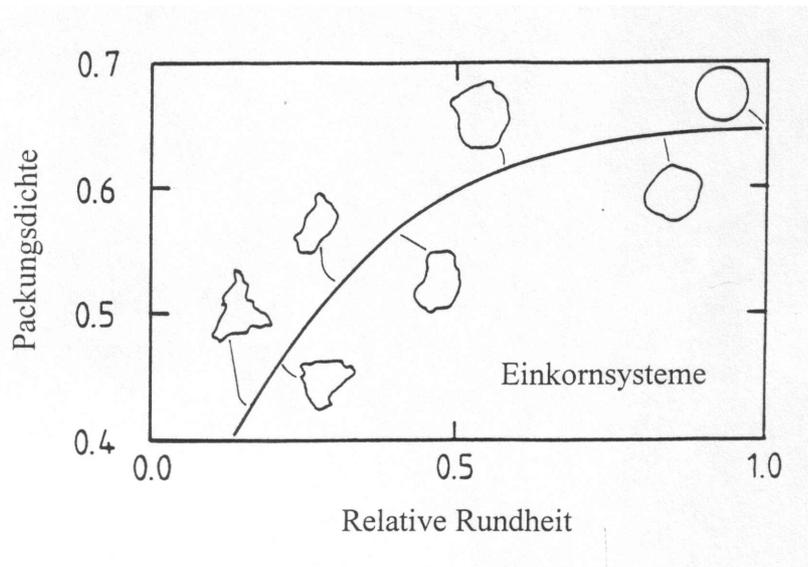


Abb. 6: Dichte über der relativen Rundheit für eine Zufallspackung monodimensioneller Partikel [62].

Die Theorie der Kugelpackungen basiert auf Modellbetrachtungen von Kugeln gleicher Größe (Einkornsysteme). Aussagen über die Berechnung der erreichbaren Packungsdichten in Abhängigkeit von den entsprechenden Koordinationszahlen werden von McGeary [15] und Manegold u.a. [19] gemacht und sind in der Tabelle 1 zusammengefasst. Unter der Koordinationszahl einer Kugelpackung versteht man die Anzahl aller Kugeln, die mit einer bestimmten Kugel in direkten Kontakt kommen.

PACKUNGSART	KOORDINATIONSZAHL	PACKUNGSDICHTE [%T.D.]
Kubisch	6	53,36
Orthorhombisch	8	60,46
doppelt-rhombisch	10	69,81
Tetraedrisch	12	74,05

Tabelle 1: Berechnete Packungsdichten von idealen Kugelpackungen [15,19].

Neben diesen o.g. idealen Packungsarten werden darüberhinaus von verschiedenen Autoren [19, 14] in Abhängigkeit weiterer Koordinationszahlen zu erwartende Packungsdichten berechnet (Tabelle 2):

Packungsdichte [%T.D.]	23,0	34,0	40,3	56,1	68	71,8
Koordinationszahl	3	4	5	7	9	11

Tabelle 2: Systematische Anordnungen von Kugeln [19, 14] in Abhängigkeit von der Koordinationszahl und ihre berechneten Packungsdichten.

Obwohl diese Korrelationen eine Verbindung zwischen der Packungsdichte und der Koordinationszahl darstellen, sollen keine Rückschlüsse bezüglich der Koordinationszahl aufgrund einer bestimmten Packungsdichte gezogen werden.

Aus den Tabellen 1 und 2 ist zu entnehmen, daß die aufgeführten Dichten theoretisch die idealdichteste Packung darstellen. Sie gehen davon aus, daß das ganze untersuchte Packungsvolumen nur aus einer Packungsart besteht.

McGeary [15] untersuchte eng klassierte Kornverteilungen verschiedener kugelförmiger Materialien und stellte fest, daß mit abnehmender absoluter Partikelgröße auch die durch die Vibrationsverdichtung erreichbare Packungsdichte abnimmt. Eine Erklärung dafür wäre ein Anstieg des schon erwähnten Verhältnisses von Partikeloberfläche : Partikelvolumen, das zu steigenden Agglomerations- und anderen Oberflächenkräften führt und damit die Ausbildung optimaler Packungen behindert. Seine Untersuchungsergebnisse sind in der Tabelle 3 dargestellt:

Material	Größe [Mesh]	Größe [mm]	Dichte [g/cm ³]	[%]T.D.
Stahl	- 6 + 7	2,820 - 3,353	7,52	62,5
Stahl	- 18 + 20	0,840 - 0,990	7,52	62,5
Stahl	- 50 + 60	0,254 - 0,305	7,58	62,5
Wolfram	- 325 + 400	0,038 - 0,043	19,30	59,5
Aluminium	- 325 + 400	0,038 - 0,043	2,70	61,0

Tabelle 3: Packungen klassierter kugelförmiger Partikel [15].

Aus seinen Ergebnissen ist festzustellen, daß die maximale erreichbare Packungsdichte von Einkornsystemen 62,5 % T.D. betrug und damit sich von den kalkulierten Werten (Tabelle 1) unterschied. Die Erklärung dafür liegt einfach daran, daß auch bei Einkornsystemen keine einzige Packungsart vorhanden ist, sondern eine Mischung verschiedener Packungsarten.

Ähnliche Ergebnisse bezüglich der maximalen erreichten Packungsdichte für die Einkornsysteme wurden von Ayer und Soppet, wie aus der Gleichung (1) abzuleiten ist, registriert.

Trotz Ausbildung einer optimalen Packung kann die Packungsdichte von 62,5 % (nach McGeary) oder 63,5 % T.D. (bei Ayer und Soppet) für die idealen kugeligen Einkornsystemen nicht überschritten werden. Für eine weitere Dichtesteigerung ergibt sich die Möglichkeit ein Zwei-, Drei- bzw. Mehrkomponentensystem einzusetzen.

Eine erste mögliche Variante zur Steigerung der Packungsdichte ist der Einsatz von Gemischen, bestehend aus mehrerer Korngrößen bzw. Fraktionen einschließlich unterschiedlicher Mengenanteile [3, 5, 7]. Diese Variante setzt eine gute Homogenisierung und entmischungsfreies Füllen der Matrize voraus. Unter dem Gesichtspunkt der Vermeidung von Segregationserscheinungen, wurde die synchrone Dosierung der verschiedenen Fraktionen in die Matrize vorgeschlagen [12]. Diese Methode konnte sich aber nicht durchsetzen.

Eine zweite Möglichkeit der Dichtesteigerung ergibt sich beim Verdichten nach der Filtrationstechnik. In diesem Fall wird eine einzelne grobe Fraktion vibrationsverdichtet und dadurch ein Grobkorngerüst gebildet. Daran schließt sich das Einfüllen einer oder mehrerer feiner Fraktionen an, die unter geeigneten Vibrationsregime dessen Lücken ausfüllen. Untersuchungen zur Erhöhung der erreichbaren Vibrationsdichte für Systeme mit bis zu vier Komponenten wurden von verschiedenen Autoren durchgeführt [15 - 19]. Eine ausführlichere Behandlung dieser Problematik wird im Abschnitt 2.2 vorgestellt.

Die realen Kornsysteme weichen bezüglich ihrer Charakteristika grundsätzlich von den idealen Kugelpackungen ab. Wie bereits erwähnt, werden in der Praxis sehr selten Kugel-Einkornsysteme verwendet. Gewöhnlich kommen von der Kugelform abweichende Kornsysteme zur Anwendung, die auch ein anderes Verdichtungsverhalten mit sich bringen. Außerdem handelt sich um Kornbereiche, die manchmal sehr breit ausgelegt sind. Um eine gewisse Annäherung zu einem bestimmten Modell zu erleichtern, können diskrete Kornverteilungen hergestellt werden, indem ein Kornspektrum durch Trennverfahren (z.B. Sieben) in verschiedenen benachbarten Kornklassen selektiert wird.

Bo, Freshwater und Scarlett [33] untersuchten den Einfluß der Kornverteilung verschiedener Glaskugelfraktionen auf die Porosität der damit hergestellten Filter. Sie stellten fest, daß die Ergebnisse dieser Untersuchungen auf zwei verschiedene Verhalten hinweisen:

- Die Packungsdichte eines Pulvers, bestehend aus Körnern gleicher Kornklasse, steigt, wenn die Kornverteilung sich der Linearität nähert.
- Die Packungsdichte eines Pulvers mit einer breiten Korngrößenverteilung steigt, wenn die Verteilung einzelner Klassen gleich ist.

Der Wandeinfluß

Die Kornform, die Partikelgrößenverteilung und die Koordinationszahl zur Stabilisierung einer Packungsstruktur scheinen nicht die einzigen Einflußfaktoren zu sein. Maßgebend für stabile und optimale Packungen ist auch das Verhältnis von Partikeldurchmesser : Behälterdurchmesser in dem die Verdichtung stattfindet [17, 18, 15].

Durch die begrenzende Wirkung der Matrizeninnenwand ergeben sich Störungen auf die Ausbildung einer idealen bzw. hohen Packung. Dies äußert sich darin [30], daß unmittelbar an der Innenoberfläche der Matrize die Porosität einer vibrationsverdichteten Schüttgutsäule am höchsten ist und mit der Entfernung von der Behälterwand abnimmt. Die Einflußweite der angrenzenden Packungswandung wird über die Porositätsänderung in Abhängigkeit vom Wandabstand als Mittelwert über die gesamte Packungshöhe in der Abb. 7 wiedergegeben:

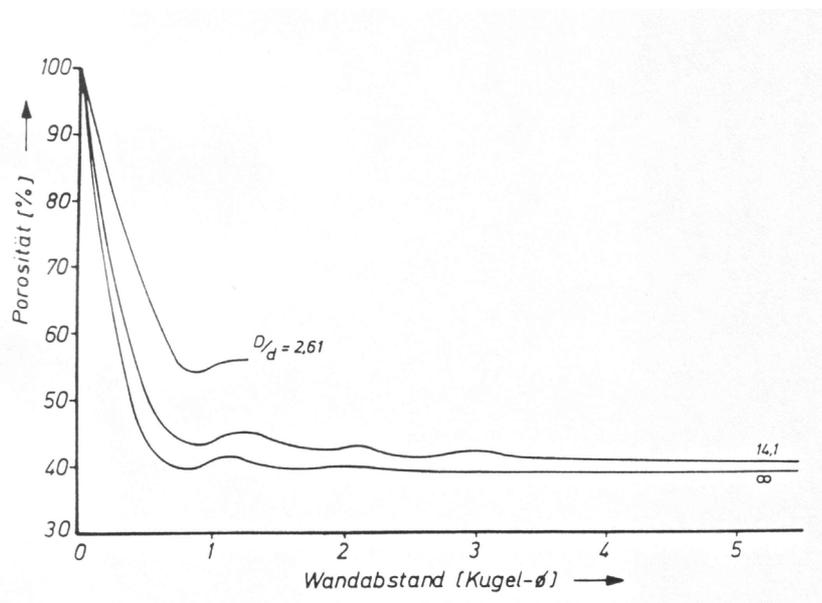


Abb. 7: Integriertes Leerstellenvolumen in Packungen gleich großer Kugeln [30].

Untersuchungen zur Minimierung des Wandeinflusses wurden durchgeführt. Von Ayer und Soppet [17, 18] wird angegeben, daß für reale Kornsysteme mit einer

diskreten Kornverteilung ein Verhältnis $D : d \geq 12$ zur Eliminierung des Wandeinflusses notwendig ist.

McGeary [15] untersuchte ein ideales kugeliges Einkornsystem und stellte, entsprechend der maximal erreichbaren Dichte, ein Verhältnis $D : d \geq 20$ als notwendig heraus.

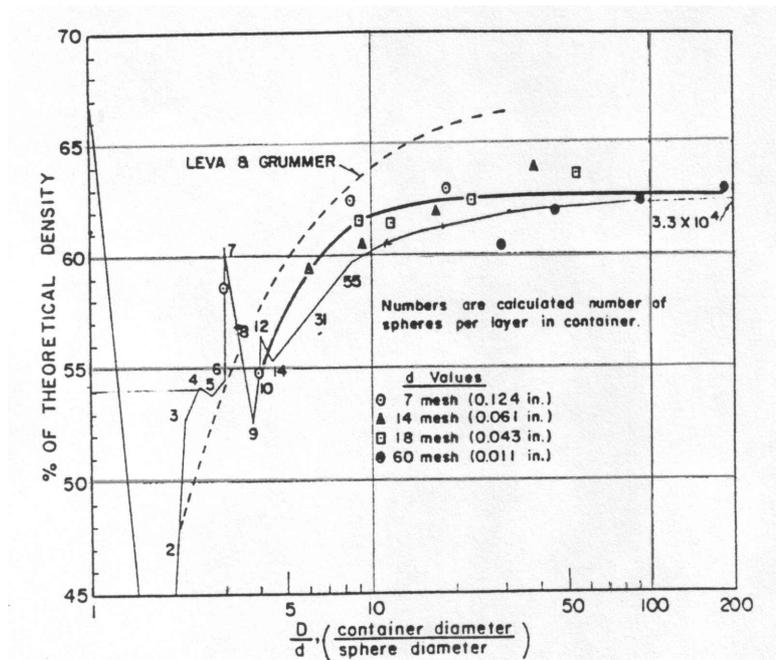


Abb. 8: Einfluß vom Behälterdurchmesser auf die erreichbare Packungsdichte eines sphärischen Einkornsystems [15].

2.1.5 Oberflächenrauigkeit und Elastizität

Durch Vibration wird eine Bewegung der Körner hervorgerufen, die zu einer stabilen und optimalen Anordnung führen soll. Die gleitende Bewegung der Körner untereinander wird erschwert, wenn die Kohäsionskräfte auf Grund einer rauhen Oberfläche zunehmen. Crosby [31] gelangte durch seine Untersuchungen an Packungen nichtsphärischer Partikel zu der Erkenntnis, daß die Porosität mit der Oberflächenrauigkeit bedeutend ansteigt.

Die elastischen Eigenschaften eines sphärischen Kornsystems wurde u.a. von Gray [32] untersucht. Er hat verschiedene Materialien, die er unter gleichen Bedingungen

in einen Behälter fallen ließ, vibrationsverdichtet und die Packungsverbesserung in Abhängigkeit mit dem Rückprallkoeffizient graphisch dargestellt (Abb. 9). Unter der Packungsverbesserung wird von ihm die Differenz zwischen der Packungsdichte nach der Verdichtung und der Packungsdichte nach dem Einfüllen verstanden.

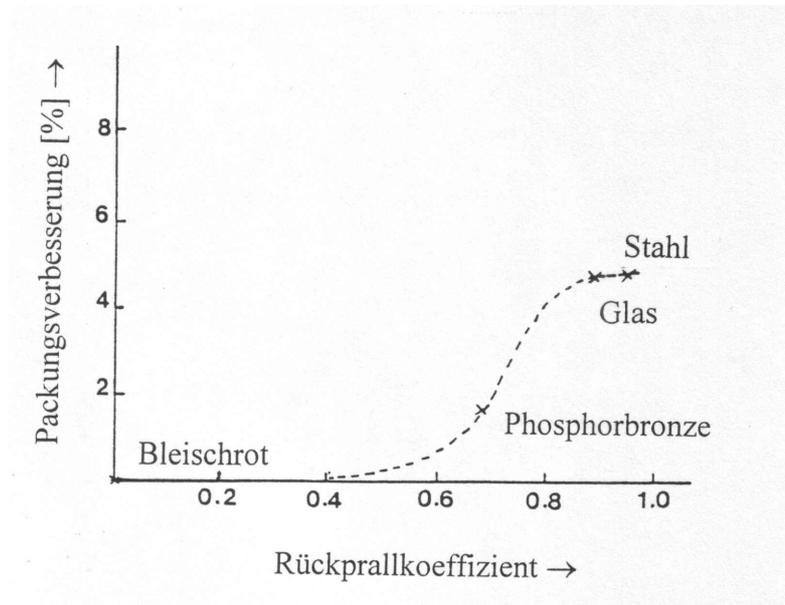


Abb. 9: Einfluß der Elastizität auf die Packungsdichte [32].

Es kann abschließend formuliert werden, daß ein hoher Rückprallkoeffizient zu einem besseren Verdichtungsverhalten führt.

2.2 ALLGEMEINES ÜBER DIE FILTRATIONSTECHNIK

Eine weitere Variante für die Anwendung der Schwingunganregung zur Werkstoffentwicklung kann in der Einfiltrationstechnik gesehen werden.

Die Einfiltrationstechnik wird dadurch charakterisiert, daß in eine durch die Vibrationsverdichtung gebildeten Hohlraumstruktur einer definierten Packung eine feinere Fraktion gleicher oder andersartiger stofflicher Beschaffenheit einvibriert wird.

McGeary [15] stellt in der folgenden Tabelle die Erhöhung der Packungsdichte einer Packung ausgewählter Korngrößen mit bis zu vier Komponenten dar. Von ihm wird

für eine erreichbare real-dichte Packung eine 5- bis 7-fache Differenz zwischen den einzelnen Komponentengrößen als notwendig angegeben.

Komponente	D [μm]	P _{exp} [%]	P _{berechnet max} [%]
1	12827	58,0	60,5
2	1549	80,0	85,9
3	279	89,9	94,2
4	40	95,1	97,5

Tabelle 4: Dichte einer quaternären Packung sphärischer Teilchen [15].

Ayer und Soppet [18] untersuchten die Einvibration weiterer Fraktionen in ein durch Vibration hergestelltes Grobkorngerüst für sphärische als auch für nicht sphärische Systeme. Die Ergebnisse ihrer Arbeiten betreffend die maximale Packungsdichten bei den Systemen (sphärisch und nicht sphärisch) mit drei Komponenten werden in der folgenden Tabelle dargestellt:

Komponente	P _{sphärisch} [%]	P _{nichtsphärisch} [%]
1	0,635	0,635
2	0,867	0,812
3	0,951	0,903

Tabelle 5: Maximale Packungsdichte sphärischer und nichtsphärischer ternärer Systeme [18].

Die Technik des Infiltrierens feinerer Kornfraktionen in ein Grobkorngerüst wurde weiterhin im Rahmen der Entwicklungsarbeiten zur Brennstabherstellung für Kernreaktoren untersucht [82, 85, 81, 63, 64, 65].

Voraussetzung dafür war die Vervollkommnung der SOL-GEL-Technik zur Herstellung definierter und in ihrem Durchmesser eng tolerierter sphärischer UO₂-Granulate (bzw. U-Nitrid und U-Carbid).

Die Technik des Einvibrierens einer zweiten Werkstoffkomponente - auch als Filtrations- bzw. Füllertechnik bezeichnet - setzt eine definierte Porenvolumenstruktur voraus. Dabei muß gewährleistet sein, daß die zweite Komponente durch die Poren und Hohlräume der ersten Komponente unter Schwingungsanregung hindurchfiltrieren kann. Untersuchungen an kugelförmigen Ausgangsmaterialien [14] zur möglichen Anwendung der Filtrations- bzw.

Füllertechnik zur Herstellung von Brennstäben für Kernreaktoren führten zu dem Ergebnis, daß das Durchmesser Verhältnis Grob- zu Feinkorn mindestens größer als 4 sein muß, um die Packungsdichte eines Einkornsystems durch Auffüllen der Hohlräume zu erhöhen. Bei Durchmesser Verhältnissen > 10 sind bei binären Systemen keine wesentlichen Dichtesteigerungen ($> 80\%$ T.D.) mehr zu erwarten.

Besteht die einfiltrierende Komponente aus zwei oder mehreren Durchmesserfraktionen, existieren grundsätzlich zwei verschiedene Filtrationsverfahren:

- Das Mischverfahren: Vermischen der verschiedenen Fraktionen in geeigneten Mengenverhältnissen, sodann Einfüllen und Vibrieren dieser Mischung. Die Bedingung zur Anwendung dieser Variante ist die vorgängige Bestimmung des geeigneten Mischverhältnisses. Der Nachteil dieser Verfahren besteht in der möglichen Entmischung der Komponenten beim Füllen und Vibrieren aufgrund des für die Filtrertechnik notwendigen Durchmesser Verhältnisses d_1 / d_x verschiedener Fraktionen. Der praktische Einsatz dieses Verfahrens hat sich daher nicht durchsetzen können.
- Das Infiltrierverfahren: Fraktionsweises Füllen und Vibrieren, beginnend mit der größten Fraktion. Dies bedeutet, daß die nächstfeinere Fraktion in das bereits verdichtete und blockierte Bett der gröberen Fraktion einfiltriert wird. Bei dieser Variante besteht die Gefahr der Blockierung von Kanälen durch Brückenbildung oder – bei sehr feinem Material – durch Adhäsionskräfte.

2.3 ALLGEMEINES ÜBER DIE ENTMISCHUNG

Der Entmischungsprozeß stellt ein großes Problem für verschiedene Industriezweige (Keramik, Pharmazeutische Erzeugnisse, Herstellung magnetischer Medien, Batterien, Treibstoffen sowie Sprengstoffen), insbesondere während der Lagerungs- und Fördervorgängen [45 - 53], dar.

Es gibt verschiedene Einflußfaktoren, die die Entmischung qualitativ als auch quantitativ beeinflussen; dazu können das Durchmesser Verhältnis, das Dichteverhältnis, der Formunterschied und die Elastizität Differenz der Komponenten benannt werden. Es wurde mehrmals bekräftigt, daß von allen Einflußgrößen dem

Durchmesserverhältnis die entscheidende Rolle zugesprochen werden kann [46, 47, 56 - 58, 60, 61]. Es ist festzustellen, je mehr sich die beteiligten Komponenten in ihrem Durchmesser unterscheiden, um so ausgeprägter das Entmischungsphänomen erscheint.

Dieses Verhalten ist durch die Entmischungstrajektorie einer Partikel innerhalb eines Mixers zu erklären. Wenn eine Partikel von Diameter D und Dichte ρ_s in einem Medium der Viskosität η senkrecht mit einer Geschwindigkeit v_0 projiziert wird, wird sie in einer unendlichen Zeit die folgende Trajektorie X zurücklegen:

$$X = \frac{v_0 \rho_s D^2}{18\eta} \quad (5)$$

Eine Partikel mit einem doppelten Umfang $2D$ wird entsprechend der Gleichung (5) in der selben Zeit eine vierfache Trajektorie zurücklegen können [51]. Mit dieser einfachen geometrischen Betrachtung kann die Segregationserscheinung von Gemischen verschiedener Korngrößendurchmesser gedeutet werden. Sollte die gröbere Fraktion der Mischung auch die höhere Dichte besitzen, so wird bei den selben Bedingungen der Segregationsprozeß beschleunigt [45, 46, 57]. Form- und Dichteunterschied der an die Entmischung beteiligten Fraktionen haben keinen signifikanten Einfluß auf den Entmischungsprozeß [49].

Williams und Schield [47], Ahmad und Smalley [57], Muecklich u. a. [61] untersuchten den Segregationsprozeß eines Zweikomponentensystems unter Vibrationsanregung und machten Angaben über den Einfluß verschiedener Vibrationsparameter auf die Segregation.

Williams und Schield [47] stellten fest, daß die Vibrationsrichtung einen wichtigen Einfluß auf die Entmischung ausübt. Sie untersuchten eine Düngemittelmischung verschiedener Korngrößen (Durchmesserverhältnis 2,87 : 1) und gaben für die optimale Entmischung einen Winkel der Schwingung von 25 - 30° abweichend von der waagerechten Richtung an. Der maximale Segregationskoeffizient wurde für eine Abweichung von der waagerechten Vibrationsrichtung von 30° (bei einer maximalen Amplitude von 6,6 g und einer senkrechten Amplitudenkomponente von 4,5 g) erreicht.

Ahmad und Smalley [57] variierten in ihren Experimenten die Frequenz von 50 bis 150 Hz und die Beschleunigung zwischen 1 und 10 g ($g = 9,81 \text{ m/s}^2$). Niedrigere

Beschleunigungen und höhere Frequenzen führen zu einer reduzierten Entmischungserscheinung. Für eine konstante Vibrationsfrequenz, nimmt die Entmischung zu, wenn die Beschleunigung auch zunimmt und die Entmischungszeit ist umgekehrt proportional mit der Beschleunigung. Diese Aussagen sind auch aus der Abb. 10 zu entnehmen.

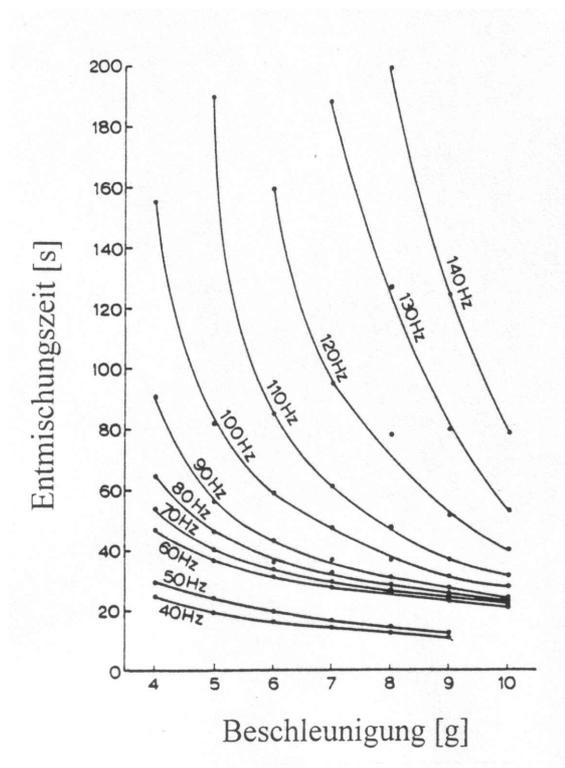


Abb. 10: Einfluß der Vibrationsbeschleunigung auf die Entmischung [57].

Die Meinung, daß der Entmischungsprozeß über zwei verschiedene Mechanismen entsteht, wird einheitlich von vielen Autoren [47, 50, 51, 56, 58] vertreten:

- Der erste Mechanismus betrifft die feine Fraktion und ist als „Durchsickern“ bekannt. Wenn zwei Pulver unterschiedliche Durchmesser haben (Abb. 11), ist es unter bestimmten Voraussetzungen (geeignetes Durchmesser Verhältnis oder fluidisierter Zustand aufgrund einer Gaseinwirkung oder Vibrationsanregung) möglich, daß die feinere Fraktion zwischen der gröberen Fraktion durchsickert. Die Bewegung der feinen Fraktion ist dabei zu den unteren Schichten (Boden) gerichtet.
- Der zweite Mechanismus, der nur die grobe Fraktion betrifft und nur unter Vibrationseinwirkung vorhanden ist, veranlaßt, daß die größeren Partikel sich zur

Oberfläche der Mischung bewegen. Je höher die Dichte dieser Fraktion ist, um so schneller erfolgt ihre Aufwärtsbewegung [51].

Rosatto und Prinz [58] verwenden das Monte Carlo Algorithm zur Simulation und Erklärung des Entmischungsprozesses einer Zweikomponentenmischung unterschiedlicher Durchmesserhältnisse.

Um die Segregation als meßbare Größe erfassen zu können, wurde der Begriff „Segregationskoeffizient“ oder „Entmischungskoeffizient“ C_S eingeführt. Um C_S zu definieren, wurde der Mischungsinhalt eines Behälters waagrecht in zwei Hälften geteilt und diese als „obere“ und „untere“ Hälfte bezeichnet.

$$C_S = \frac{W_{CT} - W_{CB}}{W_{CT} + W_{CB}} \times 100\% \quad (6)$$

wobei: W_{CT} - der Grobanteil in der oberen Hälfte

W_{CB} - der Grobanteil in der unteren Hälfte

Ein Segregationskoeffizient von 100 % definiert einen Zustand vollständiger Entmischung und umgekehrt, 0% für einen Segregationskoeffizient weist auf keine Entmischung hin.

Der Einfluß des Durchmesserhältnisses auf die Segregation wird in der Abb. 11 dargestellt.

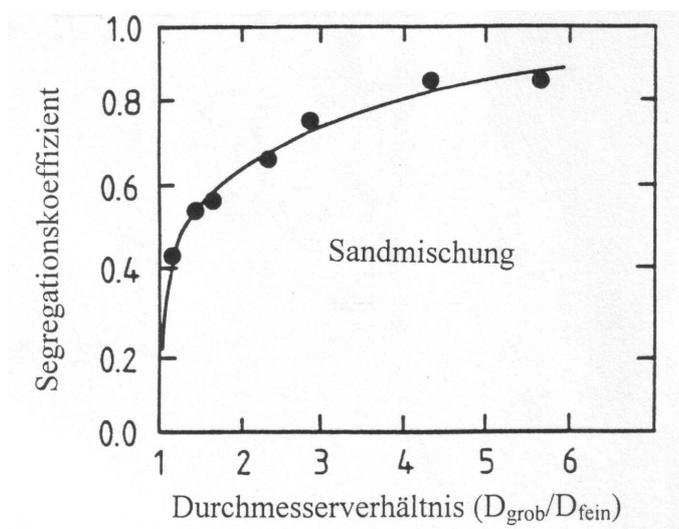


Abb. 11: Entmischungskoeffizient als Funktion des Durchmesserhältnisses von Sandmischungen verschiedener Komponenten [62].

Fiske u. a. [55] untersuchten den Einfluß der Entmischung auf eine Packung sphärischer (Stahl und Glas) und nichtsphärischer (Melamin) Partikel. Es wird demonstriert, daß bei den Glaskugeln sowie bei den Melaminpartikeln, die in einem Zylinder einer axialen Vibration unterworfen wurden, eine signifikante Variation der Volumenanteile feiner und grober Fraktionen über die Säulenlänge registriert wird. Für beide untersuchten Systeme, sphärisch und nichtsphärisch, enthält die obere Schicht der Säule eine signifikante Menge gröbere Fraktion, aber auch einen bestimmten Anteil feinere Fraktion. Für das System Melamin wird die Entwicklung der Volumenanteile von Fein- und Grobfraktion über die Pulverhöhe in der Abb. 12 dargestellt.

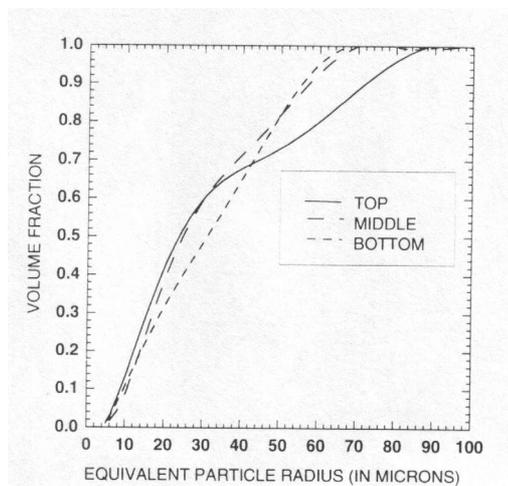


Abb. 12: Verteilung Volumenfraktionen verschiedener Komponenten einer Mischung über die Säulenhöhe des Behälters [55].

Hsiau und Yu [59, 60] untersuchten die Säulenausdehnung mehrerer Zweikomponentenmischungen unterschiedlicher Durchmesserhältnisse von Glaskugeln bei verschiedenen Vibrationsbeschleunigungen. Durch eine Bildverarbeitung wurde die Ausdehnungshöhe gemessen und mit deren Hilfe der Anteil fester Bestandteile der Säule berechnet.

Sie erreichten für die Kombinationen Grob : Fein, 4 : 1 bzw. 3 : 1, bei Beschleunigungen zwischen 1 und 2,7 g eine komplette Entmischung (Amplitude 5 mm, untersuchte Mischungsmenge 0,16 kg).

Für eine Mischung aus 1 und 2 mm Glaskugeln bei einer Vibrationsamplitude von 5mm wurde die maximale Entmischung bei einer Beschleunigung von 1,7 g erreicht. Über diesen Wert der Beschleunigung findet eine starke Ausbildung neuer

Leerräume statt, die zu einer Abnahme des Entmischungskoeffizienten führten (Abb. 13):

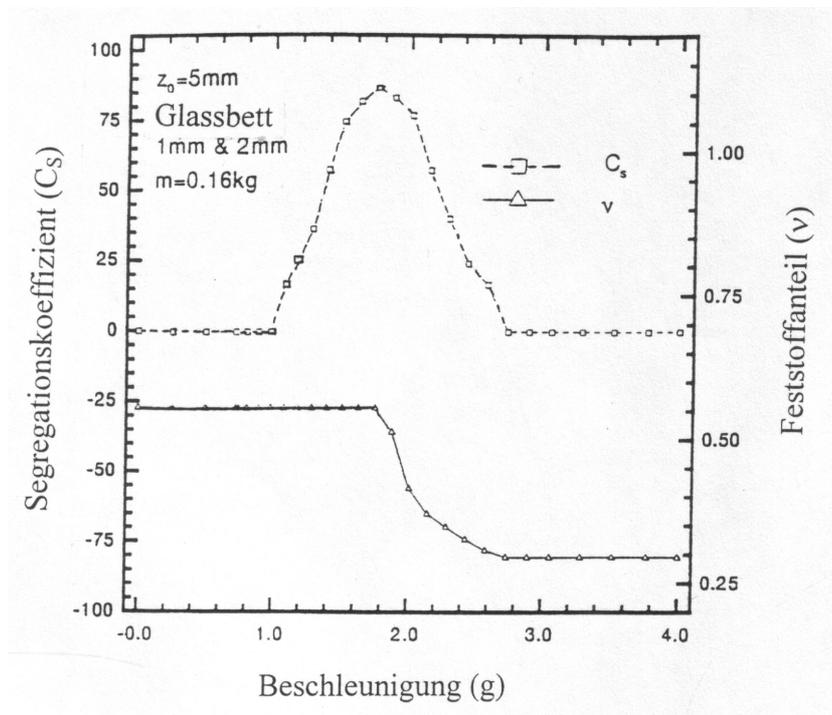


Abb. 13: Der Entmischungskoeffizient sowie der Feststoffanteil als Funktion der Beschleunigung für eine Glaskugelmischung von 1 und 2 mm Durchmesser [60].

Ein Hinweis der Autoren bezieht sich auf den möglichen Einfluß der während der Vibration entwickelten Partikeltemperatur auf den Entmischungsprozeß.

3 VERSUCHSDURCHFÜHRUNG VIBRATIONSVERDICHTUNG

3.1 ROHSTOFFSYSTEME

Unter Berücksichtigung, daß die Rohstoffeigenschaften unter anderem das Verdichtungsverhalten der Rohstoffe bestimmen, wurden für die Durchführung der Arbeiten folgende Rohstoffsysteme ausgewählt:

- Mullit-Hohlkugeln (Fa. Keith Ceramic Materials LTD)
- Tabular Tonerde T60 (Fa. Alcoa)
- Aluminiumoxid Vollkugeln (Fa. Mühlmeier)

Eine Darstellung der Rohstoffeigenschaften ausgewählter Systeme kann aus dem Anhang A entnommen werden. Die Form der eingesetzten Rohstoffe sind im Anhang B dargestellt.

Weitere allgemeine Hinweise sollen an dieser Stelle noch gemacht werden, da diese für spätere Auswertungen und Interpretationen sich als notwendig erwiesen haben:

- Das Rohstoffsystem Mullit wird durch ein Sprühgranulatverfahren hergestellt und das Granulat hat eine von einer Sphäre leicht abweichende Form. Die mikroskopischen Untersuchungen weisen auf Formdefekte (Halb- und Viertelschalen) hin, die die Körnung qualitativ herabsetzen. Zu vermerken ist eine Zunahme dieser Erscheinung im Bereich niedrigerer Korndurchmesser.
- Zur Herstellung der Tabular Tonerde T60 wird mehlartige Tonerde granuliert, bei 1900°C im Schachtofen gesintert und anschließend gebrochen und klassiert. Die allgemein kubisch-kantige Körnung zeigt einen leichten Übergang zur splittrigen Form im Bereich kleinerer Korndurchmesser.
- Beim Rohstoffsystem Korund-Vollkugel ist von einer idealen sphärischen Form auszugehen.

Aus den vorhandenen Kornfraktionen wurden durch Siebverfahren mehrere diskrete Kornsysteme erzeugt (Tab. 6), die weiterhin als Ausgangsstoffe für Untersuchungen eingesetzt wurden:

Rohstoff	Korngrößenbereich	Klassierte Fraktionen
Mullit-Hohlkugeln	0,500 - 1,500	0,630 / 0,800 / 1,000 / 1,250 / 1,400
Tabular Tonerde T60	0,075 - 0,300	0,100 / 0,125 / 0,180 / 0,250 / 0,315
	0,425 - 1,180	0,500 / 0,630 / 0,800 / 1,000 / 1,250
Korund-Vollkugeln	0,500 - 1,000	0,500 / 0,630 / 0,800 / 1,000
	1,000 - 1,500	1,000 / 1,250 / 1,400

Tabelle 6: Gewonnene Rohstofffraktionen mittels Siebverfahren.

3.2 BINDERSYSTEME

Durch die Vibration werden in einem Haufwerk Ordnungsvorgänge hervorgerufen, die zu einer optimalen Packung der Körner führen. Um die verdichteten losen Schüttungen für die Entformung aus einer Matrize auch eine entsprechende Festigkeit zu verleihen, ist die Zugabe von Binder zwingend notwendig. Dies führt zur Bildung von Binderbrücken zwischen den einzelnen Körner. Damit ist eine Konservierung der durch Vibrationsverdichtung entstandenen Porositätsstruktur verbunden. Das bedeutet, daß so viel Binder zugegeben wird, um einerseits eine notwendige Grünfestigkeit zu erreichen, andererseits eine Verstopfung der Zwischenleerräume zu unterbinden.

Die Verbindung zwischen den Körnern in Form von Binderbrücken kann über eine kristalline bzw. eine glasige Phase erreicht werden. Nach der Erprobung verschiedener Bindungsvarianten sind folgende zwei Binder ausgewählt worden:

- Budapur 4 Spezial (Fa. Zschimmer und Schwarz), eine Natriumphosphatpräparat, ergibt eine glasige Bindung. Diese Bindung wird für die Rohstoffsysteme Mullit-Hohlkugeln sowie Korund-Vollkugeln eingesetzt.
- Monoaluminiumphosphat (Fa. Fluka) gemischt mit reaktivem Al_2O_3 fein gemahlen (Fa. Nabaltec) ergibt nach der Sinterung eine kristalline Bindung des Rohstoffsystems Tabular Tonerde T60.

Die Datenblätter dieser Binder, zusammen mit deren Sinterkurven, können aus dem Anhang C entnommen werden.

Die dargestellten Sintertemperaturen wurden anhand der Dichte-, Festigkeits- und Porositätsentwicklung einer Binder-Rohstoff-Mischung festgelegt.

3.3 VIBRATIONSVERSUCHE MIT LOSEN SCHÜTTUNGEN

3.3.1 Technische Ausrüstung

Für die Durchführung der Vibrationsversuche wurde ein elektrodynamischer Vibrator Typ ST 5000/300/1 (Rauenstein) mit einem Schwebungsgenerator SG 401 Typ 03001 eingesetzt.

Der vom Schwebungsgenerator SG 401 gesteuerte Leistungsverstärker erregt den elektrodynamischen Schwingtisch und den darauf befestigten Probekörper zu Schwingungen. Der Beschleunigungsaufnehmer liefert dem Schwingungsmeßgerät eine dem Beschleunigungszeitverlauf entsprechende Spannung. Im Schwingungsmeßgerät wird dieses Signal verstärkt und durch doppelte Integration zusätzlich eine dem Schwingweg proportionale Leistung gebildet. Entsprechend dem eingestellten Prüfprogramm wird das Beschleunigungssignal als Regelspannung dem Schwebungsgenerator zugeführt. Der Spitzenwert des Signals wird am Schwingungsmeßgerät angezeigt. Der Schwebungsgenerator steuert über den Regelverstärker den Leistungsverstärker an. Da die Regelspannung die Verstärkung des Regelverstärkers bestimmt, wird mit der Stellung des Potentiometers die Ausgangsspannung des Schwebungsgenerators und damit die Anregung auf dem Schwingtisch eingestellt [66].

Die Frequenz dieses Gerätes kann bis zu 5000 Hz und die Beschleunigung bis zu 30 g ($g = 9,81 \text{ m/s}^2$) variiert werden. Die Belastung der Pulversäule wird über eine Pneumatikvorrichtung mittels eines Druckluftventils eingestellt. Die Vibrationszeit wird manuell über eine Schaltuhr gesteuert.

3.3.2 Ermittlung der optimalen Vibrationsbedingungen

Zur Untersuchung der Vibrationsbedingungen auf die Verdichtbarkeit wurden diskrete Kornverteilungen ausgewählter Rohstoffsysteme untersucht (Tab. 6). Die untersuchte Probenmenge wurde so ausgewählt, daß bei allen drei Rohstoffsystemen

von einer Schüttgutsäule von 30 mm ausgegangen werden konnte. Der Zweck dieser Annahme ist die angestrebte Vergleichbarkeit zwischen den Ergebnissen verschiedener Rohstoffsysteme.

Für alle Vibrationsversuche mit losen Schüttungen wurden Aluminiumrohre mit einem Innendurchmesser von 30 mm verwendet. Die Rohre sind einseitig mit einer Aluminiumscheibe verschlossen und die dadurch entstandene Matrize in eine Halterung eingebracht und festgeschraubt. Der Halter, der mit einer Bohrung versehen ist, wird über ein Gestänge mit dem Vibrator gekoppelt. Während der Vibrationsverdichtung wurde die zu verdichtende Pulversäule mittels einem Stempel in Verbindung mit einem Pneumatikzylinder belastet.

Die zu untersuchende Schüttung wird über einen Trichter freifallend in die Matrize eingefüllt. Durch Längenmessungen wird die Säulenhöhe vor und nach der Verdichtung ermittelt und die Schüttdichte bzw. die Vibrationsdichte berechnet (unter Vibrationsdichte wird hier die Dichte der Schüttung nach der Vibrationseinwirkung verstanden). Für verschiedene Diskussionen wird die Packungsdichte als % T.D. angegeben, wobei unter der theoretischen Dichte als Bezugsgröße hier die Dichte (Rohdichte) des Kornes verstanden wird (siehe Anhang A).

An dieser Stelle soll nochmals hingewiesen werden, daß die erreichbare Vibrationsdichte als ein Maß für die Reproduzierbarkeit und Stabilität des Packungszustandes gesehen werden soll. Es wird hiermit keine Erhöhung der Dichte aufgrund einer Reibung und Zerstörung der Körner gegeneinander verfolgt, im Gegenteil, derartige Phänomene dürfen nicht eintreten.

Zur Ermittlung optimaler Vibrationsbedingungen wurden unabhängig voneinander variiert:

Variationsparameter	Variationsbereich	Variationsschritt
Frequenz	75 – 425 Hz	75 / 125 / 225 / 425 Hz
Beschleunigung	5 – 20 g ($g=9,81 \text{ m/s}^2$)	5 / 10 / 20 g
Belastung	0 – 104 kPa	0 / 28 / 49 / 104 kPa
Dauer der Vibration	15 – 240 s	15 / 30 / 60 / 120 / 240 s

Tabelle 7: Variationsbereiche der Vibrationsparameter

Ermittlung der Vibrationszeit

Für die Ermittlung der optimalen Vibrationszeit wurde das Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln (Fa. Mühlmeier) des Korngrößenbereiches 0,80-1,00 mm ausgewählt.

Für eine Säulenhöhe von 120 mm wird bei einer Frequenz von 75 Hz und ohne Belastung die Beschleunigung in drei Stufen (5 g, 10 g und 20 g) variiert.

Ermittlung der Frequenz, Beschleunigung und Belastung

Bei der Ermittlung dieser Parameter wurden alle drei Rohstoffsysteme mit insgesamt 15 diskreten Korngrößenbereichen einbezogen.

Die Vibrationsparameter wurden bei einer Vibrationsdauer von 60 Sekunden und einer Säulenhöhe von ca. 30 mm unabhängig voneinander variiert.

3.3.3 Zusammenfassende Auswertung der Ergebnisse

Die Vibrationsversuche mit losen Schüttungen erwiesen sich als notwendige Vorversuche für weitere Arbeiten mit Rohstoff-Wasser-Binder-Gemischen. Aus der Literatur ist bekannt, daß jedes Rohstoffsystem durch seine charakteristischen Eigenschaften das Verdichtungsverhalten beeinflussen kann. Die optimalen Vibrationsparameter sind experimentell / empirisch zu ermitteln, bevor andere Untersuchungen (Rohstoff-Binder-Wasser-Gemische) mittels Vibrationsverdichtung erfolgen.

Bei der Ermittlung der optimalen Vibrationszeit, ergab sich für alle vier Belastungswerte (0, 28, 49 und 104 kPa) die gleiche Entwicklungstendenz der Vibrationsdichte (Abb. 14) wie, z.B. für eine Beschleunigung von 20g, die Tab. 8 darstellt:

Vibrationsdauer [s]	Vibrationsdichte [g/cm ³]	Streuung s
---------------------	---------------------------------------	------------

15	2,206	0,007
30	2,204	0,004
60	2,203	0,003
120	2,203	0,002
240	2,208	0,008

Tabelle 8: Ermittlung der optimalen Vibrationsdauer für das Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln bei 75 Hz, 20g und ohne Belastung (Schüttdichte 2,084; $s = 0,006$)

Eine graphische Darstellung der erhaltenen Werte wird in der Abb. 14 präsentiert:

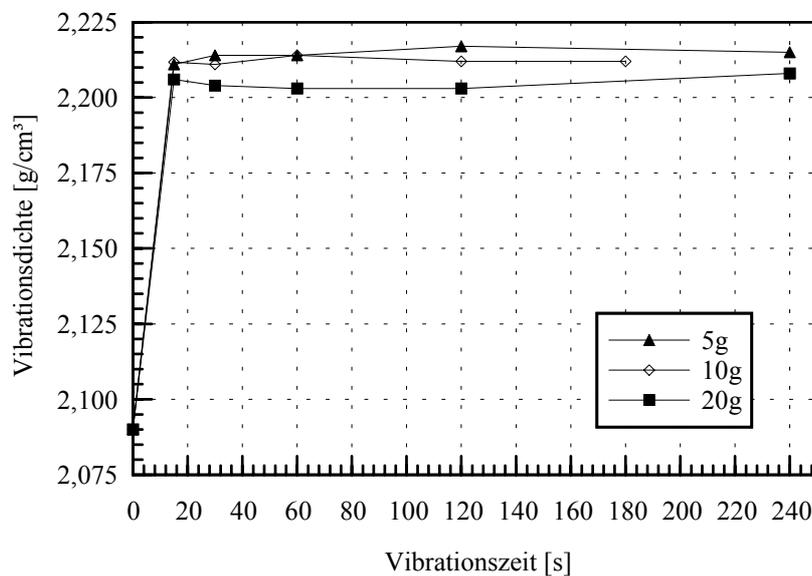


Abb. 14: Einfluß der Vibrationsdauer auf die erreichbare Dichte bei dem Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln des Korngrößenbereiches 0,80 - 1,00 mm bei 75 Hz und verschiedenen Beschleunigungen.

Aus dem Verlauf der Dichtesteigerung mit der Vibrationszeit ist es zu erkennen, daß nach etwa 15 s kaum noch eine Veränderung der Vibrationsdichte stattfindet. Aufgrund der relativ hohen Streuung bei dieser Vibrationsdauer und ausgehend von der Tatsache, daß verschiedene Kornformen die optimale Vibrationszeit beeinflussen, wird eine konstante Vibrationszeit von **60 Sekunden** auf der Basis einer geringen Streuung (Tab. 8) für alle drei Rohstoffsysteme festgelegt.

Weiterhin werden für eine konstante Vibrationszeit die anderen Vibrationsparameter ermittelt. Auf den folgenden Seiten werden die wichtigsten Versuchsergebnisse in graphischer Form wiedergegeben.

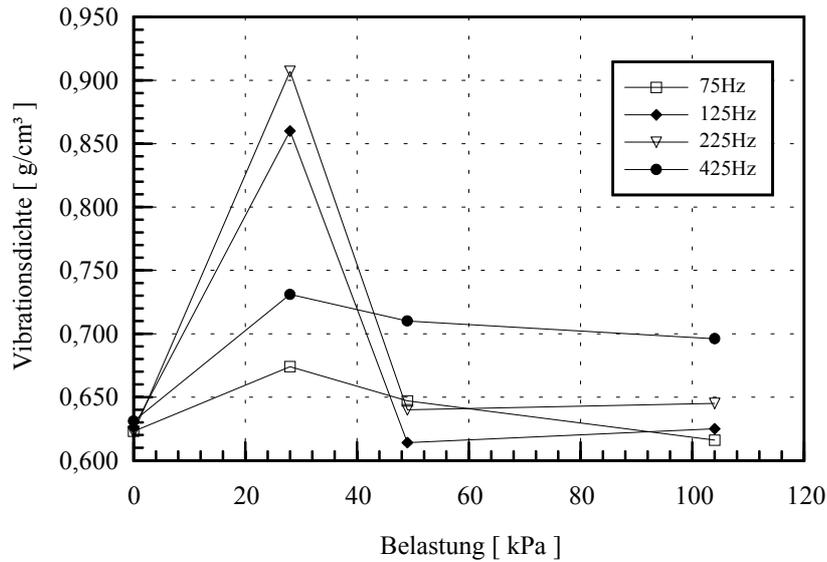


Abb. 15: Einfluß der Belastung auf die erreichbare Vibrationsdichte von Mullit-Hohlkugeln ($D = 0,80 - 1,00$ mm) bei einer Beschleunigung von 20 g und verschiedenen Frequenzen.

In der Abb. 15 ist die Vibrationsdichte als Funktion der Belastung aufgetragen. Für alle untersuchte Frequenzen ist ein Maximum der Dichte bei einer Belastung von 28 kPa und einer Beschleunigung von 20 g festzustellen. Die gleiche Belastung erwies sich auch als optimal für eine Beschleunigung von 5 g (Abb. 16).

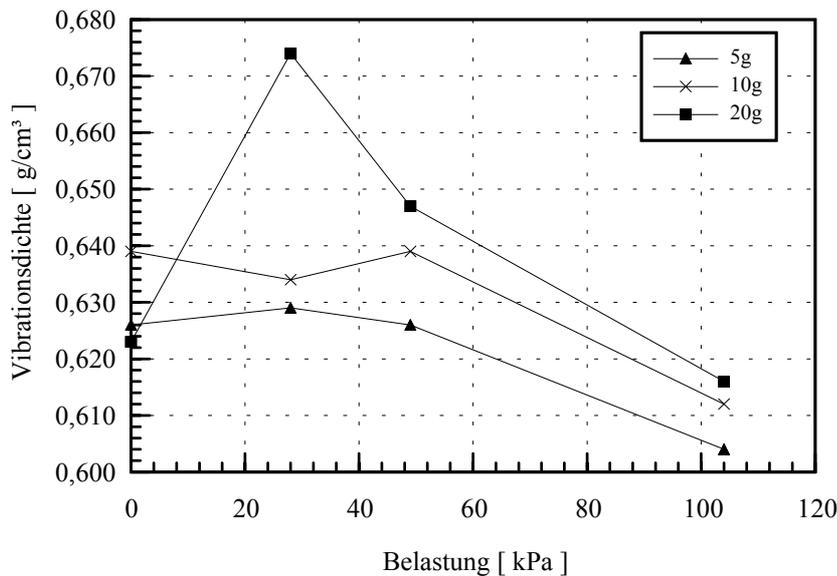


Abb. 16: Einfluß der Belastung auf die erreichbare Vibrationsdichte von Mullit-Hohlkugeln ($D = 0,80 - 1,00$ mm) bei einer Frequenz von 75 Hz und verschiedenen Beschleunigungen.

Aus der Abb. 15 und 16 kann festgestellt werden, daß bei einer Belastung von ca. **28 kPa** die Körner in Packungen mit maximal erreichbarer Dichte sich umlagern können. Bei höheren Belastungswerten (49 bzw. 104 kPa) tritt der Effekt ein, daß die Körner in ihrer Beweglichkeit behindert werden und dadurch die Umlagerung in optimale Packungen erschwert wird. Ausnahme von dieser Tendenz zeigen die Körner bei einer Beschleunigung von 10 g, eine Erklärung für dieses Verhalten konnte allerdings nicht gefunden werden.

Betrachtet man die Abb.15 hinsichtlich der Wirkung unterschiedlicher Frequenzen, so kann eine Frequenz um **225 Hz** als optimal für eine maximale Verdichtung festgestellt werden. Analoge Tendenzen konnten auch für die anderen zwei untersuchten Fraktionen des Rohstoffes Mullit nachgewiesen werden. Ein Beispiel dafür ist die Dichteentwicklung unter der im Abb. 17 dargestellten Vibrationsanregungen für den Korngrößenbereich 1,00 - 1,25 mm.

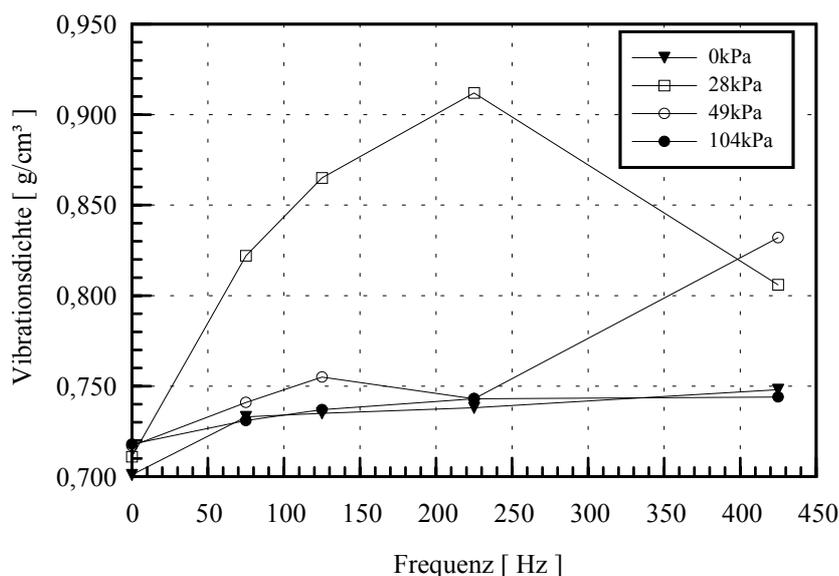


Abb. 17: Einfluß der Frequenz auf die erreichbare Vibrationsdichte von Mullit (D=1,00 - 1,25 mm) bei unterschiedlichen Belastungen und einer Beschleunigung von 20 g.

Zur Einfluß der Vibrationsparameter Beschleunigung wird in der Abb. 18 die Entwicklung der erreichten Vibrationsdichte für das Rohstoffsystem Mullit des Korngrößenbereiches 1,00-1,25 mm bei einer Frequenz von 75 Hz und verschiedenen Belastungen dargestellt. Eine maximale Vibrationsdichte wird für eine

Beschleunigung von **20g** festgestellt, sowie die optimale Belastung, wie oben schon dargestellt, bei 28 kPa bestätigt.

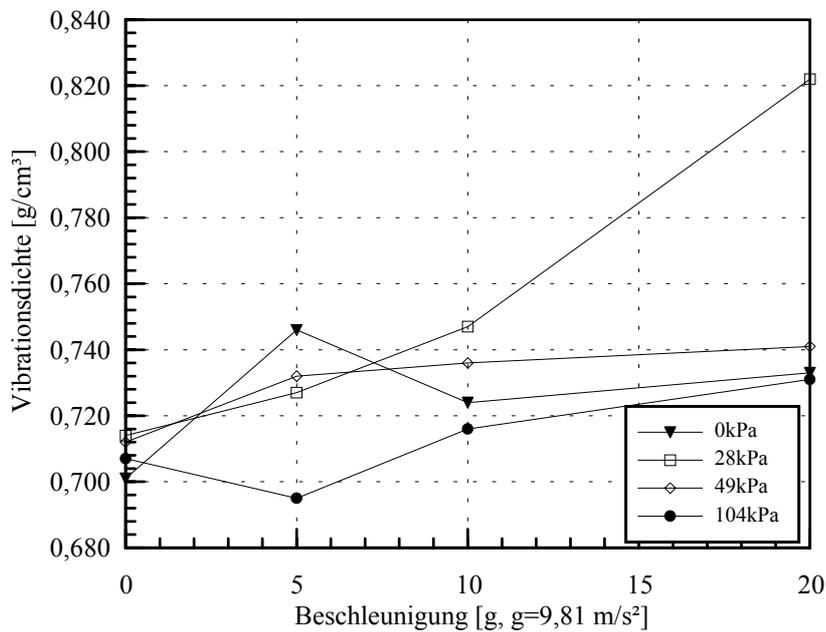


Abb. 18: Einfluß der Beschleunigung auf die erreichbare Vibrationsdichte von Mullit Hohlkugeln ($D=1,00 - 1,25 \text{ mm}$) bei einer Frequenz von 75 Hz und verschiedenen Belastungen.

Ähnliche Entwicklungstendenzen zur Dichtesteigerung unter Vibrationsanregung wie beim Rohstoffsystem Mullit-Hohlkugeln lassen sich auch für die Rohstoffsysteme Tabular Tonerde T60 und Korund-Hohlkugeln verschiedener Korngrößenbereiche feststellen. Die optimalen Vibrationsbedingungen, die für weitere Untersuchungen eingesetzt werden und aus den graphisch dargestellten Ergebnissen zu entnehmen sind, wurden experimentell wie folgt ermittelt: Vibrationsdauer 60 sec (Abb.14), Frequenz 225 Hz (Abb.15 und 17), Beschleunigung 20g (Abb. 16 und 18) und Belastung 28 kPa (Abb. 15, 16, 17).

Eine Zusammenfassung der Ergebnisse zum Einfluß der Belastung der Schüttgutsäule für das Rohstoffsystem Mullit bei einer Frequenz von 225 Hz, einer Beschleunigung von 20g und einer Vibrationszeit von 60 sec wird in der Abb. 19 graphisch dargestellt:

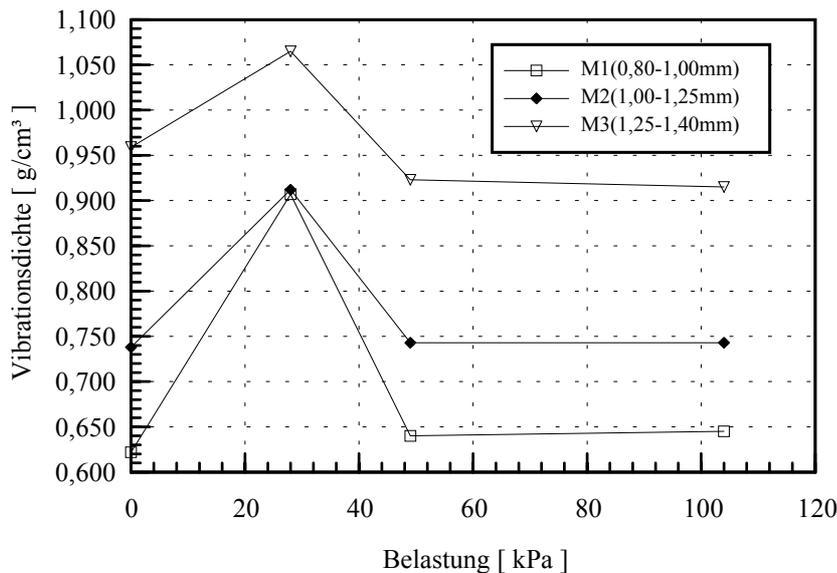


Abb. 19: Einfluß der Belastung auf die erreichbare Vibrationsdichte von Mullit (Frequenz 225 Hz, Beschleunigung 20 g).

Aus der Abb. 19 ist weiterhin ersichtlich, daß die untersuchten Korngrößenbereiche auch zu einer unterschiedlichen Dichtesteigerung führen. Für die Fraktion 0,80-1,00 mm wurde eine maximale Steigerung von 0,605 g/cm³ (Schüttdichte) auf 0,907 g/cm³ (Vibrationsdichte), für die Fraktion 1,00-1,25 mm von 0,710 g/cm³ (Schüttdichte) auf 0,912 g/cm³ (Vibrationsdichte) und für die Fraktion 1,25-1,40 mm von 0,904 g/cm³ (Schüttdichte) auf 1,065 g/cm³ (Vibrationsdichte) festgestellt. Umgerechnet, entspricht diese Dichtesteigerung einer Verbesserung der Vibrationsdichte gegenüber der Schüttdichte um 49,92 %, 28,45 %, bzw. 17,81 %. Eine Analyse der Dichte-steigerung bezogen auf die Packungsdichte verschiedener Fraktionen ist an dieser Stelle nicht möglich, da es sich bei dem Rohstoffsystem Mullit um Hohlkugeln handelt. Trotz aller Versuche die Dichte der Hohlkugel als Bezugsgröße zu ermitteln, konnten kaum verwendbare Ergebnisse erzielt werden. Es konnte während dieser Untersuchungen nachgewiesen werden, daß durch das Sprühgranulat-Herstellungsverfahren unterschiedliche Wanddicken entstanden sind und diese zu große Schwankungen der Dichte der Hohlkugeln innerhalb der ausgewählten Korngrößenklassen führten.

Betrachtet man die Dichtesteigerung unter vorgegebenen Vibrationsbedingungen (20g, 225 Hz, 28 kPa und 60 s) für alle drei untersuchten Korngrößenbereiche, so kann leicht festgestellt werden, daß eine Erhöhung der Dichte über Ordnungsprozesse erreicht wurde. Unter Vibrationsanregung bewegen sich die

Körner gegeneinander und versuchen dabei eine stabile Lage zu erreichen. Ist diese stabile Lage erreicht, wird die Bewegung immer schwerer und unwahrscheinlicher, wobei die Dichte nicht mehr gesteigert werden kann. Der Ordnungsvorgang ist um so intensiver, desto kleiner die Anzahl der Körner pro Volumeneinheit ist.

In der Abb. 20 wird eine Zusammenstellung der Ergebnisse zum Verdichtungsverhalten verschiedener Fraktionen des Rohstoffsystems Tabular Tonerde T60 präsentiert.

Die Fraktion T1 ($D < 0,100$ mm) stellt keine diskrete Korngrößenverteilung dar, sondern besteht aus einer Mischung verschiedener Korngrößenbereiche. Ihr Verdichtungsverhalten bestätigt die Literaturangaben [3, 5, 7], in den über eine besondere Erhöhung der Dichte unter Vibrationsanregung einer Mischung verschiedener Fraktionen berichtet wird.

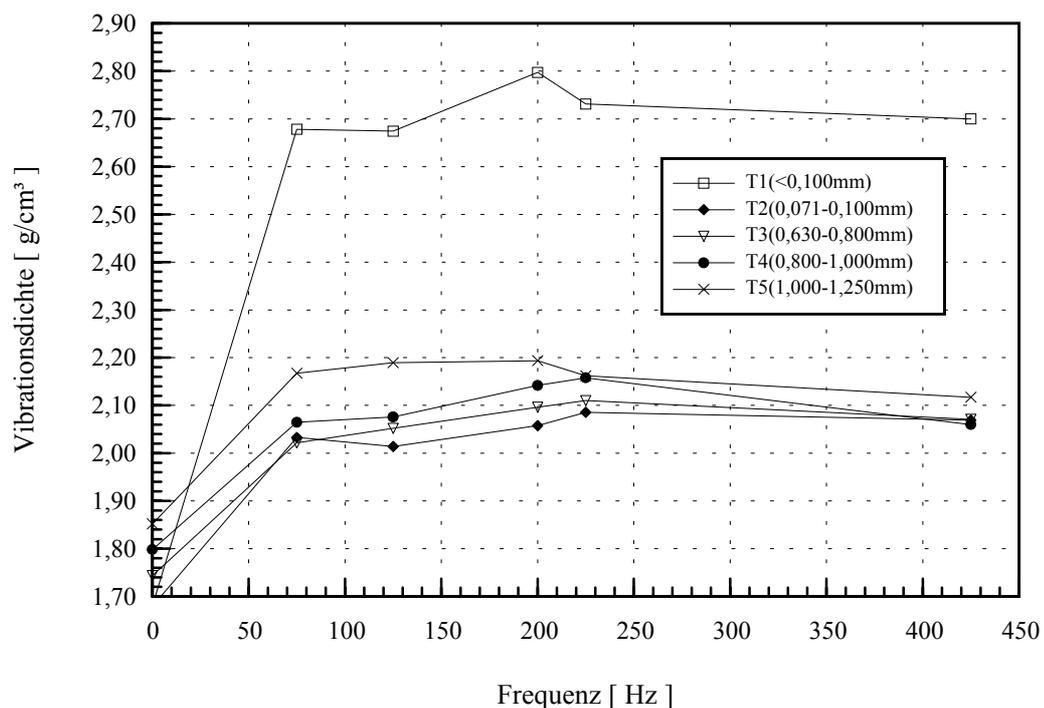


Abb. 20: Einfluß der Frequenz auf die erreichbare Vibrationsdichte verschiedener Fraktionen des Rohstoffsystems Tabular Tonerde T60 bei einer Beschleunigung von 20 g und einer Belastung von 28 kPa.

In dieser Abbildung ist deutlich zu erkennen, daß das Verdichtungsverhalten eines breiteren Korngrößenbereiches ($D < 0,100$ mm) sich stark vom Verhalten eines diskreten Spektrums (z.B. $T2 = 0,071 - 0,0100$ mm) unterscheidet. Wenn bei der Fraktion T1 eine maximale Packungsdichte von 77,92 % T.D. registriert wird, so

wird unter den gleichen Vibrationsbedingungen für die Fraktion T2 lediglich eine Packungsdichte von 58,09 % T.D. erreicht.

Bei einer Vibration mit 20g / 225 Hz / 28 kPa / 60 s wird eine maximale Vibrationsdichte für diskrete Korngrößenbereiche < 1 mm bei 225 Hz erreicht. Eine leichte Verschiebung des Dichtemaximums für Korngrößen über 1 mm zu kleineren Frequenzen (200 Hz) ist zu verzeichnen. Eine Erklärung dafür ist aus der Gleichung (1) abzuleiten: niedrigere Frequenzen bei derselben Beschleunigung bewirken eine Erhöhung der Bewegungsamplitude einzelner Körner. Durch die Amplitudenerhöhung wird den gröberen Fraktionen eine leichte Umlagerung ermöglicht und die Ordnungsprozesse werden hiermit unterstützt.

Für alle untersuchten Korngrößenbereiche (ausgenommen die Fraktion < 0,1 mm) ist festzustellen, daß mit der Zunahme des mittleren Korndurchmessers den untersuchten Bereichen auch eine Zunahme der erreichten Verdichtung festzustellen ist (Abb. 20).

Einen Überblick über das Verdichtungsverhalten verschiedener Rohstoffsysteme gleicher Korngrößenbereiche soll die Abb. 21 wiedergeben:

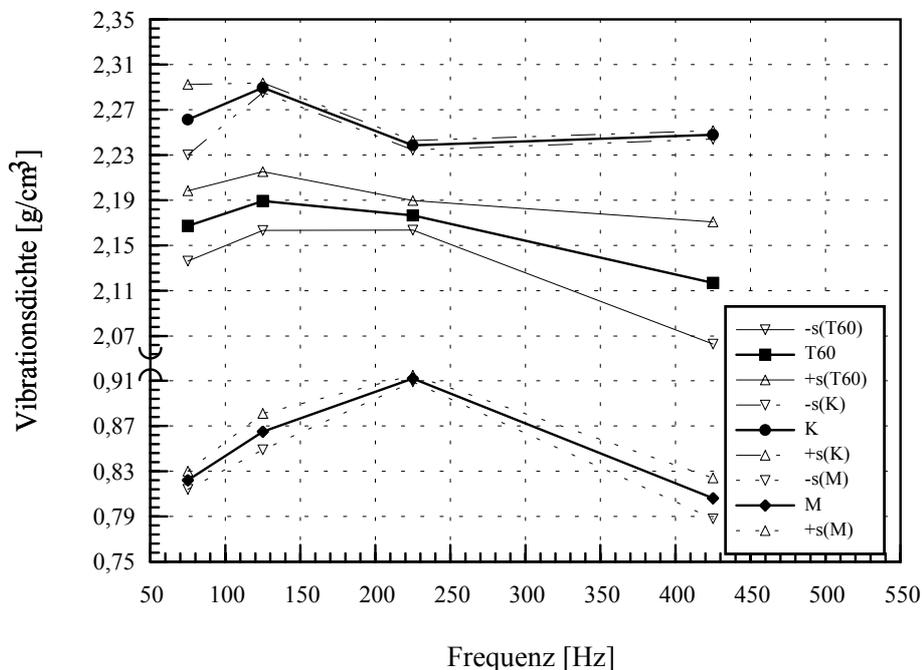


Abb. 21: Einfluß der Frequenz auf die erreichbare Vibrationsdichte und deren Standardabweichung für Tabular Tonerde T60, für Mullit und für Korund-Vollkugeln der Korngröße 1,00 - 1,25 mm bei einer Belastung von 28 kPa und einer Beschleunigung von 20 g.

Es wird davon ausgegangen, daß eine niedrige Standardabweichung der Vibrationsdichte ein Hinweis zur Ausbildung stabiler Packungen darstellt. Eine Packung gilt als stabil, wenn die Anordnung der Körner untereinander bei den selben Vibrationsbedingungen in einem hohen Maß reproduzierbar ist.

Betrachtet man die Standardabweichung der erreichten Vibrationsdichte für alle drei Rohstoffsysteme, kann eine ähnliche Entwicklung festgestellt werden. Von einem relativ hohem Wert im niedrigeren Frequenzbereich nimmt die Standardabweichung zuerst ab, registriert (im mittleren Bereich) ein Minimum, um danach bei höheren Frequenzen wieder zuzunehmen. Es wird dadurch nochmals bestätigt, daß eine Frequenz von 225 Hz in Verbindung mit einer Beschleunigung von 20g und einer Belastung von 28 kPa zu einer optimalen dichten Packung mit der höchsten Reproduzierbarkeit führt. Die niedrigen Werte der Standardabweichung für die erreichten Vibrationsdichten bei den ausgewählten Arbeitsbedingungen weisen auf stabile und reproduzierbare Packungen hin.

Ausgehend von dieser Betrachtung, wird analog in der Abb. 22 die Standardabweichung der Vibrationsdichte für das System Tabular Tonerde T60 verschiedener Korngrößenbereiche dargestellt:

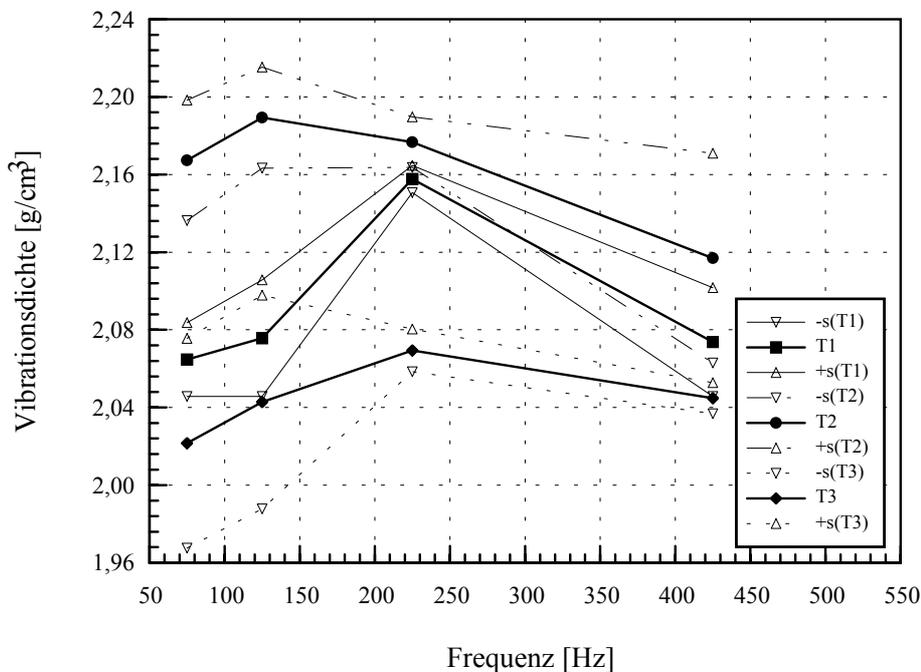


Abb. 22: Einfluß der Frequenz auf die erreichbare Vibrationsdichte und deren Standardabweichung von Tabular Tonerde T60 verschiedener Fraktionen (T1 = 0,80

- 1,00 mm, T2 = 1,00 - 1,25 mm, T3 = 1,25 - 1,40 mm) bei einer Belastung von 28 kPa und einer Beschleunigung von 20 g.

Ein Minimumwert der Standardabweichung ist auch im mittleren Frequenzbereich zu registrieren. Der Mittelwert der Standardabweichung nimmt von 0,017 für den Korngrößenbereich 0,80 - 1,00 mm auf 0,026 für den Korngrößenbereich 1,00 - 1,25 mm und bis zu 0,035 für den Bereich 1,25 - 1,40 mm zu. Es ist daraus zu schließen, daß die Standardabweichung der erzielten Vibrationsdichte proportional mit dem mittleren Durchmesser des untersuchten Korngrößenbereiches zunimmt. Diese Aussage wird ihre Gültigkeit behalten können, solange die untersuchten Korngrößenbereiche eine vergleichbare Korngrößenverteilung aufweisen.

An dieser Stelle soll auf die relativ niedrige erreichbare Vibrationsdichte des Korngrößenbereiches 1,25 – 1,40 mm für das Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60 hingewiesen werden. Der Grund dafür kann in der unterschiedlichen Kornform (splittrig - kantig) dieser Fraktion zu der anderen Kornfraktionen (kubisch - kantig) des Systemes gesehen werden.

Bezugnehmend auf die Untersuchungen über die Abhängigkeit der Packungsdichte mit der Kornform von Ayer und Soppet [17, 18] sowie Randall [62], können deren Ergebnisse an dieser Stelle durchaus bestätigt werden. Berechnet man einen Mittelwert der Standardabweichung für die verschiedenen Rohstoffsysteme (Abb. 21), so ergibt sich eine Standardabweichung von 0,031 für das System Tabular Tonerde T 60, von 0,0113 für das System Mullit-Hohlkugeln und von 0,0108 für das System Korund-Vollkugeln. Es resultiert daraus eine Abhängigkeit der Standardabweichung der Vibrationsdichte von der Partikelform. Sie nimmt zu, um so mehr die Partikelform von einer Sphäre abweicht.

Um eine bessere Veranschaulichung aufgrund der vorhandenen Dichteunterschieden zu ermitteln, sind in Tabelle 9 auch die entsprechenden Variationskoeffizienten für die untersuchten Systeme des Korngrößenbereiches 0,80 - 1,00 mm tabellarisch dargestellt:

	Tab. Ton. T60	Mullit-Hohlkugeln	Korund-Vollkugeln
Stabw [g/cm ³]	0,0310	0,0113	0,0108
MW _{Vibdichte} [g/cm ³]	2,16255	0,85125	2,25930
v [%]	1,43	1,33	0,48

Tabelle 9: Standardabweichung und Variationskoeffizienten der erhaltenen Vibrationsdichten verschiedener Systeme des Korngrößenbereiches 0,80 - 1,00 mm.

Eine Erklärung der Abhängigkeit Packungsdichte – Kornform kann durch die zu erwartende Packungsform gegeben werden. Die niedrigere Standardabweichung bei den aus sphärischer Kornform bestehenden Rohstoffsystemen kann als Resultat der Ausbildung einer Struktur mit einer konstanteren Koordinationszahl als bei der kantigen Körnung angesehen werden. Bei der kantigen Kornform des Systems Tabular Tonerde T60 ist eine größere Schwankung der Koordinationszahl verschiedener Bereiche zu erwarten und somit eine höhere Schwankung der Standardabweichung zu erklären.

Schlußfolgerungen:

- Das Verdichtungsverhalten eines Rohstoffsystems ist experimentell / empirisch zu ermitteln, wobei eine Berücksichtigung der Randbedingungen zu beachten ist.
- Alle Vibrationsparameter haben einen signifikanten Einfluß auf das Verdichtungsverhalten der untersuchten Rohstoffsysteme. Hiermit wird die Aussage von Kurtenbach [67], daß eine Veränderung der Beschleunigung keinen signifikanten Einfluß auf die Vibrationsdichte hat, widersprochen (Abb. 18).
- Im unbelasteten Zustand nimmt die Vibrationsdichte bei einer konstanten Beschleunigung mit der Erhöhung der Vibrationsfrequenz erst zu (Abb. 17). Bei höheren Frequenzen wird die Schwingungsamplitude der Körner nur zur Umlagerung und Ausbildung optimaler Packungen genutzt, sie ist niedrig genug um dadurch keine Entmischungen hervorzurufen.
- Eine Belastung der Schüttgutsäule führt zu einer Dichtesteigerung. Wird ein bestimmter bzw. optimaler Belastungswert überschritten, so ist aufgrund einer Einschränkung der Körnerbewegung innerhalb des Haufwerkes die Verdichtung behindert bzw. eingeschränkt (Abb. 15, 16, 19).

- Ausgehend von 75 Hz führt eine Erhöhung der Frequenz zunächst zu einer starken Dichtesteigerung (Abb. 21, 22). Obwohl die Packungsdichte bei Frequenzen um 100 Hz relativ hoch ist, werden in diesem Bereich hohe Streuungen der erzielten Vibrationsdichten nachgewiesen. Eine Erklärung dafür wären die hohen Schwingungsamplituden, die teilweise zu einer Auflockerung der Struktur führen können. Eine weitere Erhöhung der Schwingungsfrequenz bis 225 Hz führt zu keinen weiteren wesentlichen Dichtesteigerungen. Sehr positiv wirkt aber der mittlere Frequenzbereich auf die Standardabweichung der erzielten Vibrationsdichten, wobei ein Minimum zu verzeichnen ist. Es wird deshalb abgeleitet, daß bei dieser Frequenz sich eine optimale und stabile Packung bilden kann und daß die niedrige Standardabweichung ein Maß für die Reproduzierbarkeit des Packungszustandes ist. Hohe Frequenzen (über 300 Hz) wirken wieder negativ auf die erreichte Vibrationsdichte, insbesondere für größere Korngrößenbereiche. Hier wird vermutet, daß durch die niedrigen Schwingungsamplituden den größeren Körner eine ungenügende Bewegungsenergie übertragen wird und damit diese keine stabile Lage erreichen können.
- Aufgrund dieser Festlegungen werden die Vibrationsparameter für weitere Versuche wie folgt festgelegt:
 - Frequenz f: 225 Hz
 - Beschleunigung a: 20 g ($g = 9,81 \text{ m/s}^2$)
 - Belastung p: 28 kPa
 - Vibrationsdauer t: 60 s
- Bei den oben genannten optimalen Vibrationsbedingungen wurden mit den losen Schüttungen folgende Packungsdichten erzielt:

Rohstoff	Korngröße	T. D. [g/cm ³]	Schüttdichte		Vibrationsdichte	
	[mm]		[g/cm ³]	% T.D.	[g/cm ³]	% T.D.
Mullit	0,80-1,00	—	0,607	—	0,907	—
Mullit	1,00-1,25	—	0,711	—	0,912	—
Mullit	1,25-1,40	—	0,904	—	1,065	—
T60	0,80-1,00	3,77	1,7981	47,69	2,1577	57,23
T60	1,00-1,25	3,77	1,8519	49,12	2,1767	57,74

T60	1,25-1,40	3,77	1,7338	45,99	2,0694	54,89
Korund	0,80-1,00	3,67	2,1016	57,26	2,2535	61,40
Korund	1,00-1,25	3,67	2,0867	56,86	2,2526	61,38
Korund	1,25-1,40	3,67	2,0798	56,67	2,2515	61,35

Tabelle 10: Packungsdichte verschiedener Rohstoffsysteme.

Die maximale Packungsdichte von etwa 61,5 % T.D. wird bei dem Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln erreicht, eine niedrigere Packungsdichte von etwa 57,5 % wird mit dem System Tabular Tonerde T60 erzielt. Der Unterschied ist durch die unterschiedliche Kornform bedingt. Die bessere Annäherung an die kugelige Form (Korund - Vollkugeln) führt zu besseren Packungsdichten. Eine Ermittlung der Packungsdichte für das Rohstoffsystem Mullit-Hohlkugeln ist ohne Erfolg geblieben, da sich Schwierigkeiten, wie schon erwähnt, bei der Dichtebestimmung der Hohlkugeln ergeben haben.

- Die maximale erreichbare Packungsdichte von 62,5 bzw. 63,5 % T.D. die für Einkornsysteme von McGeary [15] bzw. von Ayer und Soppet [17, 18] nachgewiesen worden sind, konnten mit den untersuchten Rohstoffsystemen nicht erreicht werden. Der Grund dafür ist darin zu sehen, daß die o.g. Autoren in ihren Arbeiten von idealen Einkornsystemen ausgegangen sind, während der Gegenstand dieser Arbeit diskrete Kornverteilungen darstellt. Eindeutige Unterschiede in den Packungsdichten sind in der Tendenz zwischen einzelnen Fraktionen nicht festzustellen.
- Die Werte der erzielten Vibrations- und Packungsdichten unter Vibrationseinwirkung nähern sich den von McGeary [15] und Ayer und Soppet [17, 18] angegebenen Ergebnissen. Mit Sicherheit kann festgestellt werden, daß durch Vibrationsverdichtung bei den verwendeten Rohstoffsystemen bei optimalen Vibrationsparametern stabile und reproduzierbare Packungsstrukturen hergestellt werden können.

3.4 VIBRATIONSVERSUCHE MIT ROHSTOFF-WASSER-BINDER-GEMISCHEN

3.4.1 Herstellung der vibrationsverdichteten Proben

Für die Probenherstellung wurde zunächst dem Ausgangswerkstoff (Mullit-Hohlkugeln, Tabular Tonerde T60, Korund-Vollkugeln) die der jeweiligen Versuchsreihe des Versuchsplanes entsprechende Menge an Binder zugegeben und mit einem Taumlermischer (System Turbula, Fa. Bachofen–Basel) trocken homogenisiert. Nach diesem Schritt erfolgte die Zugabe von Wasser in Form von Eis. Wie schon von Kurtenbach [67] angegeben, soll diese Art der Zugabe die Ausbildung klebriger Agglomerate verhindern, sowie einen schonenden und gleichmäßigen Aufbau des Binderfilms um das Granulat unterstützen.

Anschließend erfolgte eine nochmalige Homogenisierung mit dem o.g. Mischer. Nach Portionierung der Mischung in Teilmengen für eine Probenhöhe von ca. 30 mm wurden diese in eine Matrize (Al - Rohrstück) eingefüllt und mit dem bereits genannten Parametern vibrationsverdichtet.

Nach der Trocknung (16 h bei 80°C) werden die Grünlinge entformt und, entsprechend der Sinterkurve des ausgewählten Binders (Anhang C), gesintert.

3.4.2 Optimierung durch Versuchsplanung

Überlegungen zur Durchführung der experimentellen Untersuchungen zeigten, daß selbst bei Vorgabe bestimmter Grenzen der Komponentenanteile (z.B. Ausgangsgranulat, Binder- und Wasseranteile) die Variationsmöglichkeit bzw. die Anzahl der Zusammensetzungen groß ist.

Frühere Untersuchungen zur Vibrationsverdichtung von Mischungen aus ZrO_2 – PVA - H_2O [8] haben auch gezeigt, daß die Verdichtbarkeit durch die Binder- und Wasseranteile in bestimmten Bereichen nicht linear beeinflußt wird. Unter diesem Gesichtspunkt wurde davon ausgegangen, daß durch die Nutzung eines mathematisch-statistischen Versuchsplanes 2. Ordnung (zentral zusammengesetzter Versuchsplan) der mögliche experimentelle Aufwand in vertretbaren Grenzen

gehalten wird, die Mengenanteile der Kombination keramischer Ausgangswerkstoff (A) / Binder (B) / Wasser (W) durch die Konstruktion des Versuchsplanes (Abb. 23) logisch festgelegt werden und daß die Auswertung eine Regressionsgleichung 2. Ordnung zur mathematischen Beschreibung und Optimierung liefern kann [72, 71].

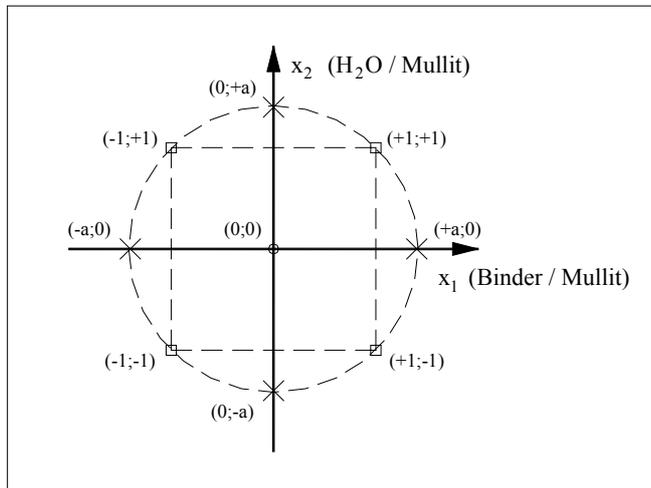


Abb. 23: Schematische Darstellung eines Versuchsplanes [72].

Unter Optimierung soll das Vorgehen verstanden werden, mit dem bei möglichst geringem Aufwand und ausreichender Genauigkeit die optimale Faktorenkombination zur Erzielung des gewünschten Ergebnisses ermittelt wird [73]. Paetsch [73] erkennt in seinem Beitrag die Vorteile eines Versuchsplanes, indem man dadurch ein zwangsläufig statistisch abgesichertes Ergebnis vorliegen hat und durch die Versuchsanordnung auch kleine Unterschiede sicher erkannt werden können.

Ausgehend von den erforderlichen Randbedingungen ($A + B + W = 100\%$ und $0 < A, B, W < 100\%$) werden durch die Bildung von Mengenverhältnissen und deren Nutzung als Faktoren im Versuchsplan die Voraussetzungen geschaffen, daß diese als Einflußgrößen unabhängig voneinander variiert werden können. Dabei muß ein Bestandteil in allen zu bildenden Faktoren enthalten sein. Im vorliegenden Fall wurde der Ausgangswerkstoff A als Bezugsgröße gewählt. Damit ergeben sich als neue Einflußgrößen die Faktoren $X_1 = B / A$ und $X_2 = W / A$. Die Versuchsplanmatrix des gewählten Versuchsplanes erfordert die Variation der Einflußgrößen X_1 und X_2 durch Sternpunktversuche ($-\alpha$ und $+\alpha$ Niveau), Würfelpunktversuche (-1 und $+1$ Niveau) und den Zentralpunktversuch (0 Punkt

Niveau). Der Versuchsplan sieht somit vor, daß die Einflußgrößen in den o.g. Stufen $(-\alpha, -1, 0, +1, +\alpha)$ variiert werden ($-\alpha, +\alpha$ entsprechen dem niedrigsten bzw. dem höchsten Niveau).

Zur Aufstellung des Versuchsplanes werden die Faktoren der jeweiligen Versuchspunkte berechnet z.B. $X1(+\alpha) = B_{\max}/A_{\min}$; $X1(-\alpha) = B_{\min}/A_{\max}$ und entsprechend der Versuchsplanmatrix zugeordnet. Auf die Berechnung weiterer Versuchspunkte wird an dieser Stelle verzichtet und auf ausführliche Literaturdarstellungen zu dieser Problematik [68, 72, 73] hingewiesen.

Für die Versuchsdurchführung und –auswertung werden die der jeweiligen Faktorenkombination des Versuchsplanes entsprechenden Zusammensetzungen berechnet [$A = 100/(1+X1+X2)$, $B = 100-A(1+X2)$ und $W = 100-A(1+X1)$]. Die Zahl der Versuchswiederholungen für jeden Versuchspunkt betrug ≥ 3 .

Für die vibrationsverdichteten und gesinterten keramischen Formkörper wurden für die Auswertung zunächst als Zielgröße die Kaltdruckfestigkeit (ermittelt nach DIN EN 1094-5) und die Dichte definiert. Für das Rohstoffsystem Mullit-Hohlkugeln konnte kein signifikanten Einfluß der Dichte festgestellt werden. Die Ursache dafür ist in der sehr geringen Granulatdichte zu suchen (siehe Anhang A), so daß Schwankungen im Verdichtungsverhalten nicht zu entsprechenden und auswertbaren Unterschieden führten. Unter diesem Gesichtspunkt wurde im weiteren Verlauf dieser Arbeiten primär die Kaltdruckfestigkeit σ (weiterhin „Druckfestigkeit“ genannt) in Abhängigkeit von der Zusammensetzung (A = Ausgangskörnung, B = Binder, C = Wasser) untersucht. Damit wird die Diskussion hinsichtlich der Ergebnisse an verschiedenen Rohstoffsystemen vergleichbar gestaltet.

Die Ergebnisse zu jedem Versuchspunkt wurden statistisch mittels Ausreißertest (nach Thompson–Regel [69]) überprüft und Ausreißer von weiteren Auswertungen ausgeschlossen. Die Auswertung der experimentellen Ergebnisse entsprechend dem gewählten Versuchsplan wurde mittels einer rechnergestützten Regressionsanalyse von Statgraphics Plus für Windows (Version 4.0) durchgeführt.

Bei der durchgeführten Regressionsanalyse wurden die Einflußfaktoren und deren Kombination auf ihre Signifikanz geprüft. Mit dieser Auswertung erfolgte zugleich eine Adäquatheitsprüfung der vorgegebenen Modellgleichung.

Mit Hilfe der Signifikanztests kann man entscheiden, ob ein Regressionskoeffizient in der Modellgleichung signifikant ist oder nicht. Das Ergebnis ist allerdings nicht ohne subjektive Einflüsse. Es ist abhängig vom willkürlich gewählten Risiko (in

diesem Fall ist die Irrtumswahrscheinlichkeit $\alpha = 0,05$), vom Umfang der Versuchswiederholung (die Anzahl der Versuche beeinflusst die Varianz) und von der Qualität der Experimente (Versuchsstreuung).

Für die Zielgröße Festigkeit wird diese Abhängigkeit von der Zusammensetzung durch eine Regressionsgleichung 2. Ordnung als Modellgleichung beschrieben (72):

$$\sigma = b_0 + b_1 \times X_1 + b_2 \times X_2 + b_{12} \times X_1 \times X_2 + b_{11} \times X_1^2 + b_{22} \times X_2^2 \quad (7)$$

Rohstoffsystem Mullit-Hohlkugeln

Für die Durchführung der experimentellen Arbeiten wurde ein Versuchsplan entsprechend der obigen Darstellung verwendet. Für die Variation der Komponenten wurden die Quotienten als Einflußfaktoren bei der Planung und Auswertung des Experimentes genutzt. Dabei mußte eine Komponente als Bezugsgröße in allen zu bildenden Quotienten ($X_1 = B/A$ bzw. $X_2 = C/A$ mit $B = \text{Binderanteil}$, $A = \text{Mullitanteil}$, $C = \text{Wasseranteil}$) auftreten. Als Binder wurde ein Natriumphosphat verwendet, die daraus gebildeten Binder- und Sinterbrücken bestanden somit aus einer Glasphase. Der Variationsbereich der Komponenten für das Rohstoffsystem Mullit kann aus der Tabelle 11 entnommen werden.

Rohstoff	Korngröße [mm]	Variationsbereich					
		Mullit [%]		Binder [%]		Wasser [%]	
		max.	min.	max.	min.	max.	min.
Mullit	0,80-1,00	84,66	87,81	3,93	6,38	7,42	9,79
Mullit	1,00-1,25	84,66	87,81	3,93	6,38	7,42	9,79
Mullit	1,25-1,40	84,20	86,78	5,17	6,78	7,36	9,70

Tabelle 11: Variationsbereich für den Versuchsplan Mullit verschiedener Korngrößen.

Es soll an dieser Stelle speziell auf die Untersuchungen und Ergebnisse an Hohlkugelmullit mit dem Korngrößenbereich 0,80-1,00 mm eingegangen werden. Das Ziel der Untersuchungen bestand darin, einerseits formstabile Körper für weitere Untersuchungen (Festigkeit, Porengröße, Porengrößenverteilung, Gasdurchlässigkeit) herzustellen und andererseits die Zielgröße „Druckfestigkeit“ in Abhängigkeit von der Zusammensetzung durch eine Regressionsgleichung 2.

Ordnung zu beschreiben. Die Erstellung des Versuchsplanes 2. Ordnung zur Untersuchung des Einflusses von Binder (B)- und Wasser (W)-Anteilen am keramischen Ausgangswerkstoff (A) des Korngrößenbereiches 0,80 - 1,00 mm auf die Zielgröße Druckfestigkeit (σ) wird in der Tabelle 12 wiedergegeben.

lfd. Nr.	kodierte Variable		Faktorenplan		Zusammensetzung			σ [MPa]
	X1	X2	X1	X2	A [%]	B[%]	W[%]	
1.	-1	-1	0,049390	0,089392	87,81	4,34	7,85	1,481
2.	+1	-1	0,070608	0,089392	86,21	6,09	7,70	2,048
3.	-1	+1	0,049390	0,110608	86,21	4,26	9,53	1,295
4.	+1	+1	0,070608	0,110608	84,66	5,98	9,36	2,998
5.	-1,414	0	0,045000	0,100000	87,34	3,93	8,73	0,771
6.	+1,414	0	0,075000	0,100000	85,11	6,38	8,51	2,686
7.	0	-1,414	0,060000	0,085000	87,34	5,24	7,42	2,550
8.	0	+1,414	0,060000	0,115000	85,11	5,11	9,79	2,393
9.	0	0	0,060000	0,100000	86,21	5,17	8,62	1,553

Tabelle 12: Versuchsplan des Rohstoffsystems Mullit (0,80 - 1,00 mm) mit der Zielgröße Festigkeit.

Die gemessenen Werte für die Druckfestigkeit σ (Tabelle 12) wurden benutzt, um die Regressionskoeffizienten, die für ein vorgegebenes Modell gelten zu ermitteln. Für die Berechnung der erreichbaren Festigkeit für das System Mullit-Hohlkugeln (0,80 - 1,00 mm) konnte folgende Regressionsgleichung gefunden werden:

$$\sigma = 35,7893 - 725,571 \times X_2 + 597,458 \times X_1 \times X_2 + 3481,05 \times X_2^2 \quad (8)$$

Die Berechnung von Zielgrößenwerten und die entsprechenden Granulatzusammensetzungen sind nur in folgenden Bereichen zulässig:

$$X_1: 0,045 - 0,075$$

$$X_2: 0,085 - 0,115$$

Diesbezügliche Ergebnisse für den gewählten Variationsbereich sind in der Abb. 24 graphisch dargestellt:

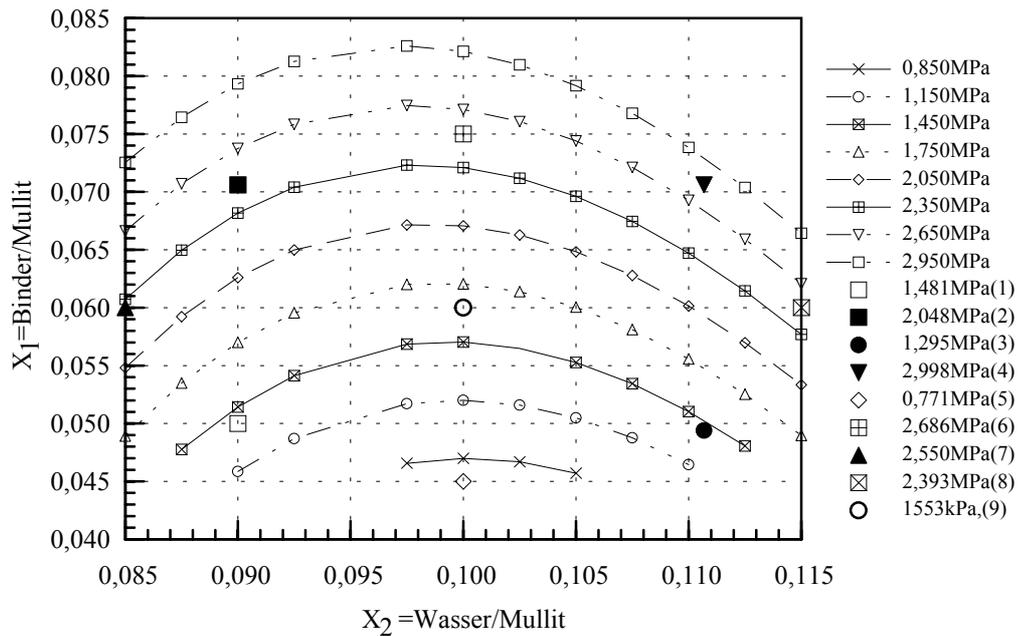


Abb. 24: Einfluß von Binder- (X1) und Wasseranteilen (X2) auf die Druckfestigkeit von vibrationsverdichteten und gesinterten Mullitproben des Korngrößenbereiches 0,80 - 1,00 mm.

Nach derselben Vorgehensweise wurden auch die anderen Fraktionen des Rohstoffsystems Mullit Hohlkugeln behandelt. Deswegen wird an dieser Stelle nur eine kurze Darstellung der Ergebnisse vorgenommen.

Die Tabelle 13 beinhaltet die ermittelte Regressionskoeffiziente zur Beschreibung des Modells mittels einer Gleichung 2. Ordnung für die Kornfraktionen 1,00 - 1,25 mm und 1,25 - 1,40 mm.

Koeffizienten	Mullit (1,00 - 1,25 mm)	Mullit (1,25 - 1,40 mm)
b0	57,107	21,8926
b1	-386,168	-487,812
b2	-856,428	-114,034
b11	0	3037,850
b22	2732,340	0
b12	4385,160	1683,810

Tabelle 13: Regressionskoeffizienten zur Modellbeschreibung für das Rohstoffsystem Mullit.

Der gültige Variationsbereich für die Fraktion 1,00 - 1,25 mm, in dem die Regressionskoeffizienten zur Anwendung kommen stimmt mit dem von der Fraktion

0,80 - 1,00 mm überein. Für die Fraktion 1,25 - 1,40 mm ist der Bereich durch folgenden Interval definiert:

$$X_1: 0,060 - 0,080$$

$$X_2: 0,085 - 0,115$$

Durch Interpolierung im zulässigen Bereich wird die Abhängigkeit der Festigkeit von den Faktoren X_1 und X_2 ermittelt und in der Abb. 25 (Fraktion 1,00 - 1,25 mm) und Abb. 26 (Fraktion 1,25 - 1,40 mm) graphisch dargestellt. Es soll an dieser Stelle darauf hingewiesen werden, daß Extrapolierungen außerhalb des Gültigkeitsbereiches der gebildeten Quotienten statistisch nicht gesichert sind.

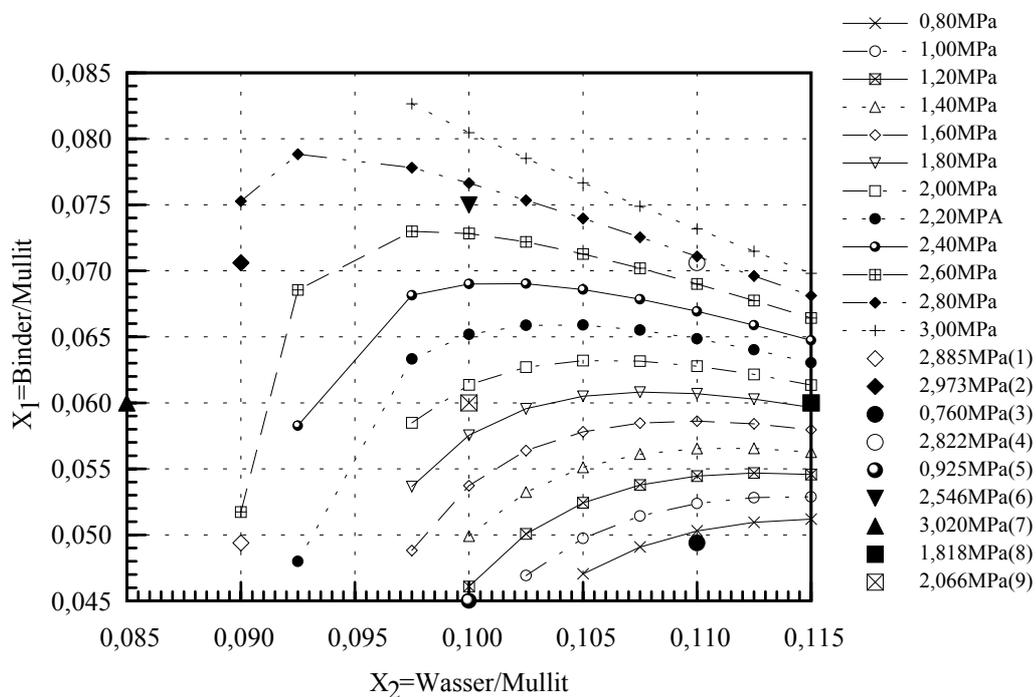


Abb. 25: Einfluß von Binder- (X_1) und Wasseranteilen (X_2) auf die Druckfestigkeit von vibrationsverdichteten und gesinterten Mullitproben des Korngrößenbereiches 1,00 - 1,25 mm.

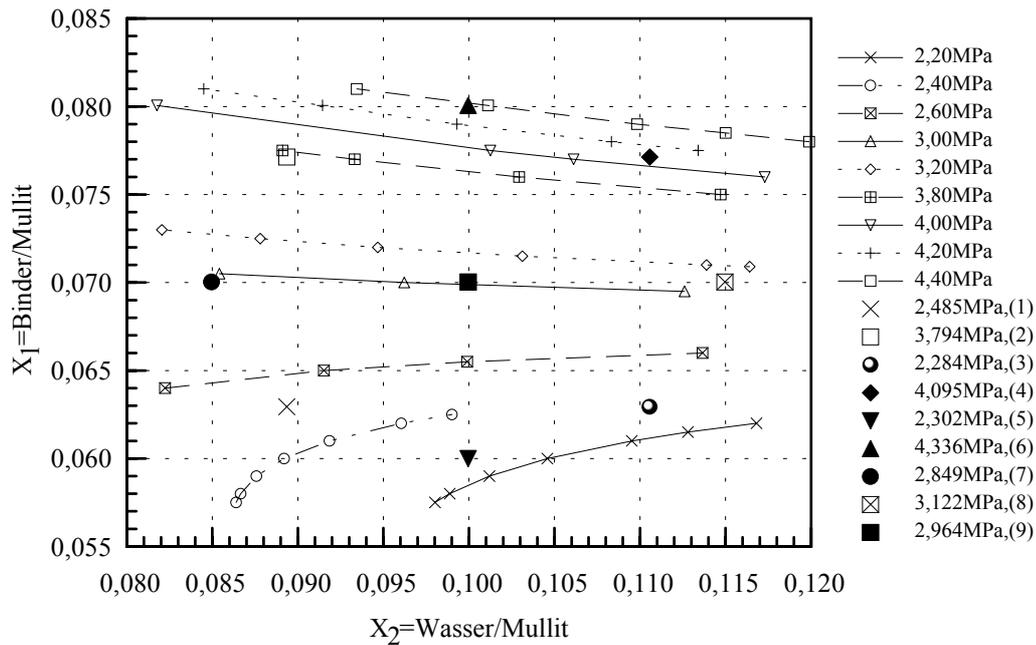


Abb. 26: Einfluß von Binder- (X_1) und Wasseranteilen (X_2) auf die Druckfestigkeit von vibrationsverdichteten und gesinterten Mullitproben des Korngrößenbereiches 1,25 - 1,40 mm.

Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60

Eine Optimierung durch Versuchsplanung wurde für die Fraktion 0,80 - 1,00 mm durchgeführt.

Bei diesem Stoffsystem wurde davon ausgegangen, daß die Bindung über Sinterbrücken und über eine kristalline Phase erfolgen sollte. Als Binder wurde ein Gemisch aus AlH_2PO_4 und fein gemahlener reaktiver Tonerde gewählt. Der Versuchsplan hatte in diesem Fall vier Komponenten (T60, AlH_2PO_4 , Al_2O_3 , H_2O). Damit ergaben sich drei Einflußgrößen ($X_1 = \text{AlH}_2\text{PO}_4/\text{T60}$, $X_2 = \text{Al}_2\text{O}_3/\text{T60}$, $X_3 = \text{H}_2\text{O}/\text{T60}$), wobei als Bezugsgröße Tabular Tonerde T60 verwendet wurde.

In Rahmen der mathematischen Auswertung der Ergebnisse konnte wiederum eine entsprechende Modellgleichung aufgestellt werden. Unter Nutzung dieser Ergebnisse und unter Zugrundelegen einer möglichst hohen Druckfestigkeit der vibrationsverdichteten Proben wurden die Anteile an AlH_2PO_4 und Al_2O_3 einer näheren Betrachtung unterzogen. Dabei erwies sich ein Verhältnis für die Komponenten von $\text{AlH}_2\text{PO}_4 / \text{Al}_2\text{O}_3 = 1,51$ als optimal (maximale Druckfestigkeit, keine Verstopfung der Poren).

Durch die Ermittlung einer optimalen Zusammensetzung des Binders wurde die Voraussetzung geschaffen, das Vierkomponenten-System in ein Dreikomponenten-System zu überführen. Der Aufwand zur Durchführung des Versuchsplanes wurde dadurch von 15 auf 9 Versuchspunkte erheblich reduziert. Die Einflußgrößen sind $X_1 = B/A$ und $X_2 = W/A$, wobei A der Anteil Tabular Tonerde T60, B der Anteil Binder (Mischung aus Monoaluminiumphosphat und Aluminiumoxid mit dem Verhältnis $AlH_2PO_4/Al_2O_3 = 1,51$) und W der Wasseranteil sind.

Die vereinfachte Form des Versuchsplanes als Einfluß der Zusammensetzung auf die erreichte Festigkeit wird in der Tabelle 14 wiedergegeben:

Ifd. Nr.	kodierte Variable		Faktorenplan		Zusammensetzung			σ [MPa]
	X1	X2	X1	X2	A [%]	B[%]	W[%]	
1.	-1	-1	0,032984	0,019829	94,984	3,133	1,883	1,521
2.	+1	-1	0,053586	0,019829	93,161	4,992	1,847	3,98
3.	-1	+1	0,032984	0,039921	93,205	3,074	3,721	1,973
4.	+1	+1	0,053586	0,039921	91,449	4,900	3,651	1,350
5.	-1,414	0	0,028720	0,029875	94,465	2,713	2,822	1,371
6.	+1,414	0	0,057850	0,029875	91,935	5,318	2,747	3,265
7.	0	-1,414	0,043285	0,015670	94,433	4,088	1,480	2,453
8.	0	+1,414	0,043285	0,044080	91,965	3,981	4,054	2,800
9.	0	0	0,043285	0,029875	93,183	4,033	2,784	2,410

Tabelle 14: Versuchsplan des Rohstoffsystems Tabular Tonerde T60 (D = 0,80 - 1,00 mm) mit der Zielgröße Festigkeit.

Die Regressionsgleichung zur Beschreibung der Festigkeit als Funktion der Zusammensetzung für das Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60 wurde wie folgt ermittelt:

$$\sigma = -8,82768 + 273,367 \times X_1 + 300,148 \times X_2 - 7435,94 \times X_1 \times X_2 \quad (9)$$

Der gültige Variationsbereich für die Einflußgrößen X_1 (0,02872 – 0,05785) und X_2 (0,01567 – 0,04408) erlaubt durch Interpolation eine graphische Darstellung der Ergebnisse (Abb. 27).

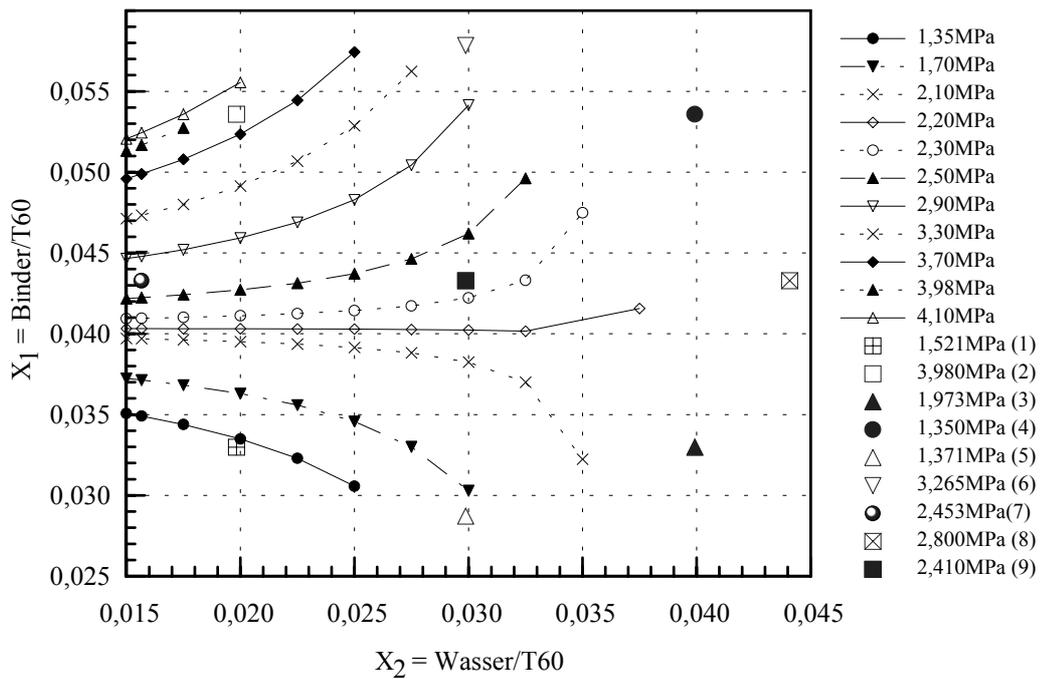


Abb. 27: Einfluß von Binder- (X1) und Wasseranteilen (X2) auf die Druckfestigkeit von vibrationsverdichteten und gesinterten Proben des Rohstoffsystems Tabular Tonerde T60 (D = 0,80 - 1,00 mm).

Rohstoffsystem Korund Vollkugeln

Um einen Vergleich mit den anderen untersuchten Rohstoffsystemen zu ermöglichen, wurde die Optimierung durch Versuchsplanung wieder für die Fraktion 0,80 - 1,00 mm durchgeführt. Die notwendige Festigkeit wurde über Binderbrücken bestehend aus einer Glasphase (Binder eine Natriumphosphatzubereitung) wie bei dem Rohstoff Mullit erreicht.

Die Variation der Faktoren X1 (B/A) und X2 (W/A) und der dadurch berechneten Zusammensetzungen sind neben den experimentell registrierten Festigkeitswerten in der Tabelle 15 dargestellt:

Ifd. Nr.	kodierte Variable		Faktorenplan		Zusammensetzung			σ [MPa]
	X1	X2	X1	X2	A [%]	B [%]	W [%]	
1.	-1	-1	0,026152	0,026948	94,958	2,483	2,559	8,904
2.	+1	-1	0,038255	0,026948	93,879	3,591	2,530	11,399
3.	-1	+1	0,026152	0,042895	93,541	2,446	4,012	7,89
4.	+1	+1	0,038255	0,042895	92,494	3,538	3,968	13,468

5.	-1,414	0	0,023647	0,034921	94,467	2,234	3,299	6,250
6.	+1,414	0	0,040761	0,034921	92,964	3,789	3,246	14,026
7.	0	-1,414	0,032204	0,023647	94,710	3,050	2,240	5,497
8.	0	+1,414	0,032204	0,046196	92,730	2,986	4,284	10,009
9.	0	0	0,032204	0,034921	93,710	3,018	3,272	7,111

Tabelle 15: Versuchsplan des Rohstoffsystems Korund Vollkugeln (D = 0,80 - 1,00 mm) mit der Zielgröße Festigkeit.

Nach Durchführung einer multiplen Regressionsanalyse werden die Regressionskoeffizienten ermittelt. Für den gültigen Bereich ($X_1 = 0,023647 - 0,040751$ und $X_2 = 0,023647 - 0,046196$) wird die Zielgröße Festigkeit von einer Gleichung 2. Ordnung beschrieben:

$$\sigma = 45,645 + 48926,8 \times X_1^2 + 3834,43 \times X_1 \times X_2 - 2891,23 \times X_1 \quad (10)$$

Durch Interpolierung im zulässigen Bereich, kann die Entwicklung der Festigkeit als Funktion der Zusammensetzung graphisch dargestellt werden:

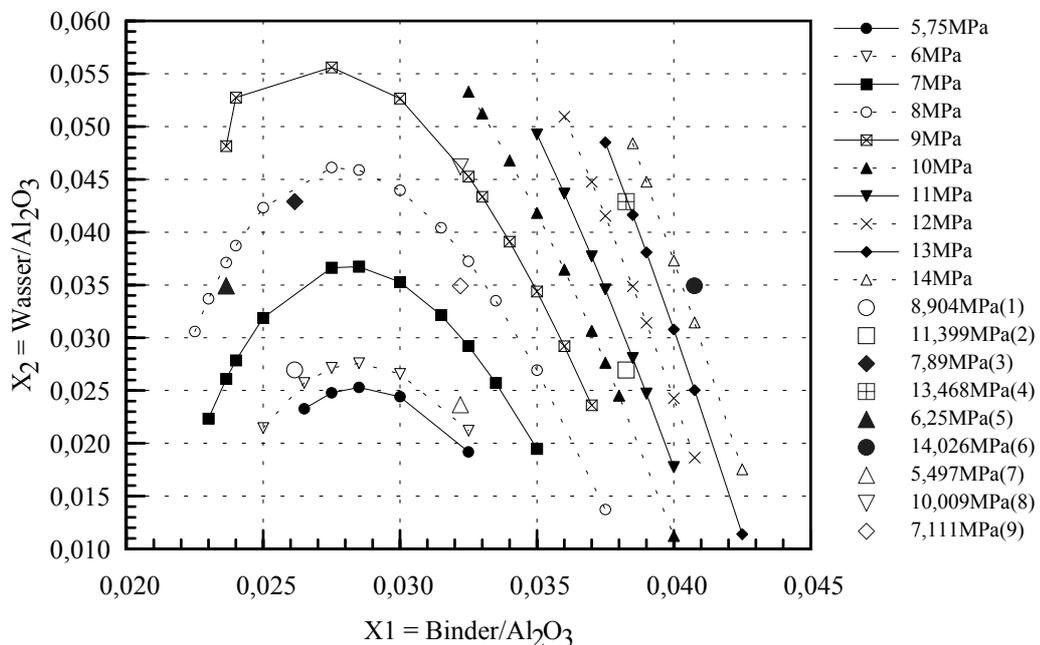


Abb. 28: Einfluß von Binder- (X1) und Wasseranteilen (X2) auf die Druckfestigkeit von vibrationsverdichteten und gesinterten Proben des Rohstoffsystems Korund-Vollkugeln (D = 0,80 - 1,00 mm).

3.4.3 Zusammenfassende Auswertung der Ergebnisse

Die Anwendung eines zentral zusammengesetzten und drehbaren Versuchplanes 2. Ordnung zeigt, daß der experimentelle Aufwand in vertretbaren Grenzen minimiert wird. Es ist für alle untersuchten Rohstoffsysteme gelungen, eine Beschreibung der durch Vibrationsverdichtung erreichten Festigkeit in Abhängigkeit von der Zusammensetzung mittels einer Regressionsgleichung 2. Ordnung zu beschreiben.

Durch Interpolierung der Zielgröße im zulässigen Bereich, lassen sich Zusammensetzungen berechnen und graphisch darstellen, die die Vorgabe bestimmter Zielgrößen erfüllen. Es läßt sich hiermit nochmals bestätigen, wie schon erwähnt wurde [70, 71], daß auf der Basis bereits erhaltener Ergebnisse eine Zusammensetzung berechnet werden kann, die einerseits eine bestimmte bzw. konstante Festigkeit ergibt, andererseits größer oder kleiner als eine vorgegebene Zielgröße ist.

Der Einfluß der Zusammensetzung auf die erreichten Druckfestigkeiten läßt sich für alle drei untersuchten Rohstoffsysteme mittels ternärer Diagramme graphisch darstellen. Zur Veranschaulichung wird der Korngrößenbereich 0,80 – 1,00 mm ausgewählt und diskutiert.

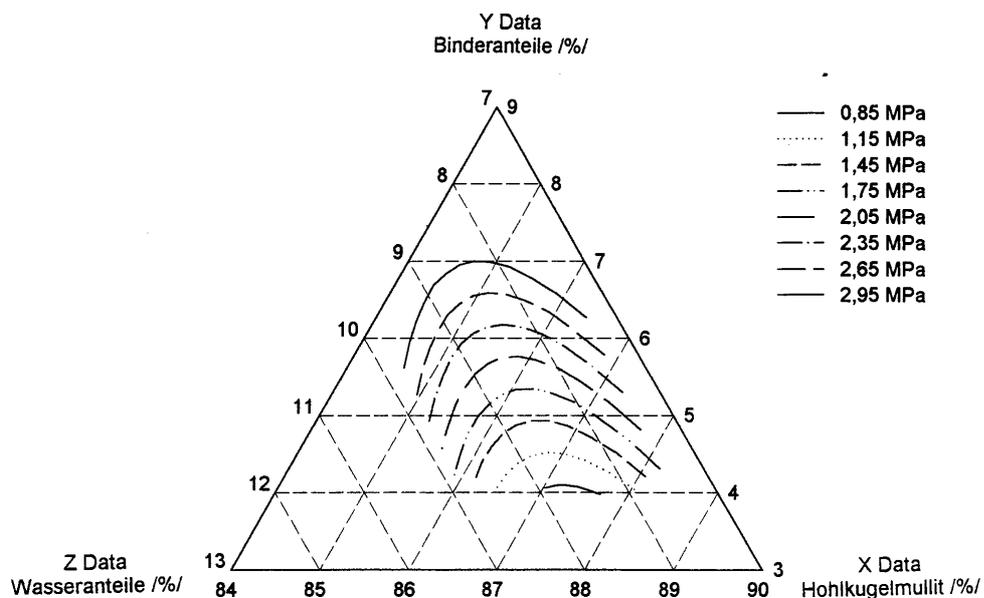


Abb. 29: Einfluß der Zusammensetzung von Hohlkugelmullit (0,80 – 1,00 mm) mit Na-Phosphatbinder sowie mit Wasseranteilen auf die Druckfestigkeit im gesinterten Zustand.

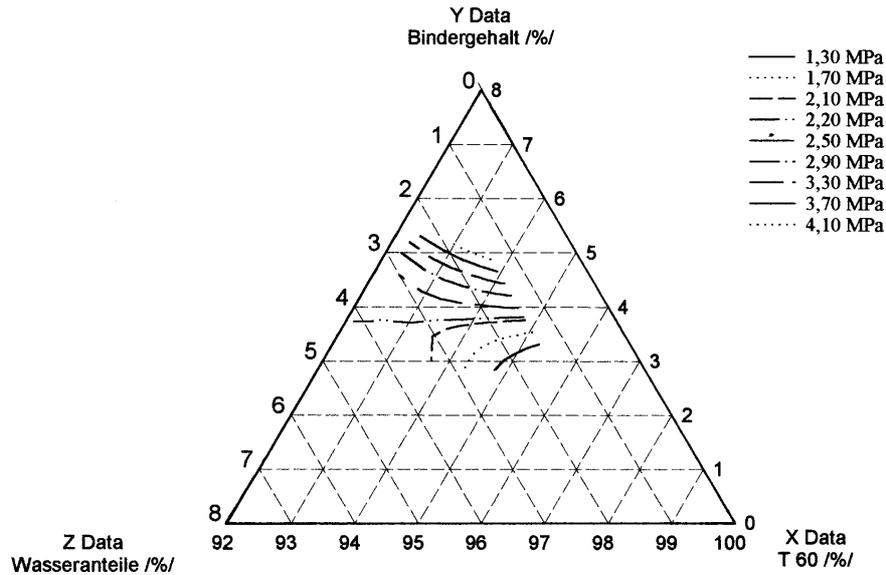


Abb. 30: Einfluß der Zusammensetzung von T60 (0,80 - 1,00 mm) mit Monoaluminiumphosphatbinder sowie mit dem Wassergehalt auf die Druckfestigkeit im gesintertem Zustand.

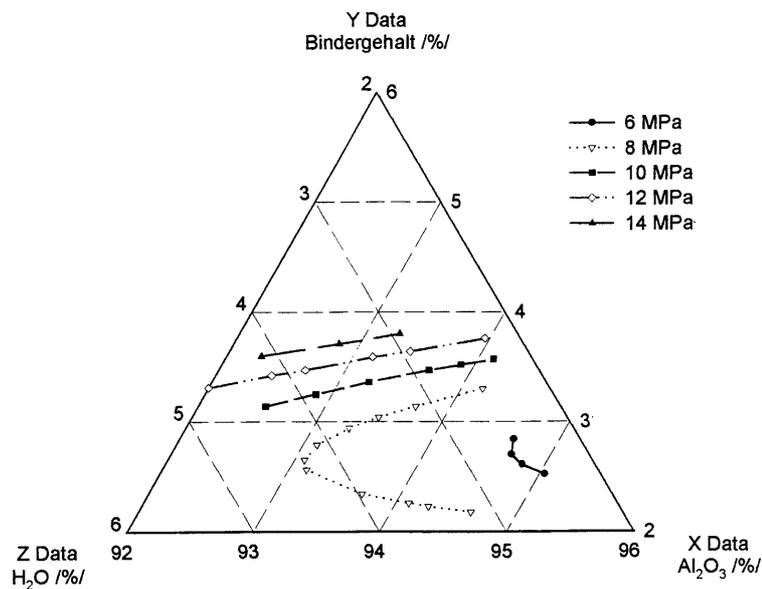


Abb. 31: Einfluß der Zusammensetzung von Korund-Vollkugeln (0,80 - 1,00 mm) mit Na-Phosphatbinder sowie mit dem Wassergehalt auf die Druckfestigkeit im gesintertem Zustand.

Gedanklich kann das Festigkeitsspektrum aus den Abb. 29 bis 31 in drei verschiedene Bereiche unterteilt werden:

- ein erster Bereich, in dem niedrigere Festigkeiten zu verzeichnen sind,

- ein zweiter Bereich mit mittleren Festigkeiten und
- ein Bereich mit hohen Festigkeitswerten.

Mikroskopische Untersuchungen an Bruchstellen hergestellter Probekörper zeigten, daß im ersten Bereich eine schwache Bindung zwischen den Körnern entstanden ist. Diese Beobachtungen können dadurch erklärt werden, daß entweder die vorhandene Bindermenge ungenügend war oder die zur Lösung des Binders angesetzte Wassermenge nicht zu einem geeigneten Lösungsverhältnis führte (Abb. 32). Die dadurch erzielte ungenügende Festigkeit hat teilweise zu einer schwierigen Handhabung der entstandenen Probekörper geführt. Die gleiche Untersuchung an Proben hoher Festigkeit bestätigten, daß eine starke Bindung zwischen den einzelnen Körnern entstanden ist, aber auch Teilbereiche festgestellt werden konnten, wo eine Verstopfung der Poren mit der Binderphase erfolgte (Abb. 33).

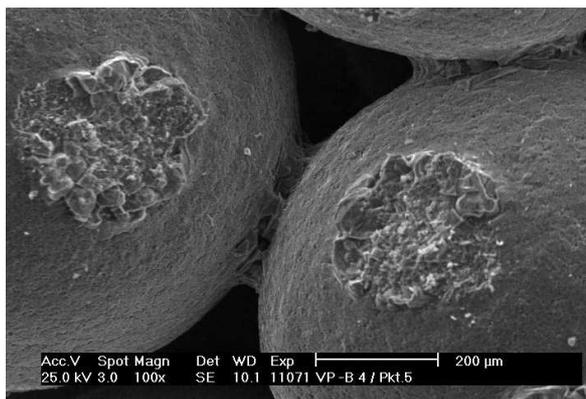


Abb. 32: Brückenbildung zwischen den Korund-Vollkugeln bei einer Zusammensetzung entsprechend des Versuchpunktes 5 aus der Versuchsplanung (S. 55).

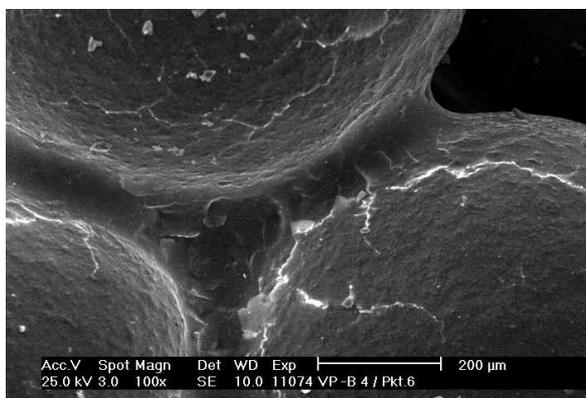


Abb. 33: Brückenbildung zwischen den Korund-Vollkugeln bei einer Zusammensetzung entsprechend des Versuchpunktes 6 aus der Versuchsplanung (S. 55).

Durch den Einsatz einer Versuchsplanung werden die Voraussetzungen geschaffen, verschiedene Festigkeiten der hergestellten Probekörper aufgrund einer logischen Variation der Zusammensetzung zu erhalten. Es konnten hiermit stabile und homogene Strukturen, die auch eine zweckmäßig genügende Festigkeit erhielten, für weitere Untersuchungen ausgewählt werden. Die Auswahlkriterien richteten sich nach den Randbedingungen einer einwandfreien Bestimmung der Gasdurchlässigkeit, der Porengröße und Porengrößenverteilung, entstandener Sinterbrücken sowie zur Durchführung von Hochtemperaturuntersuchungen.

Für alle untersuchten Korngrößenbereiche bzw. Rohstoffsysteme lassen sich Festigkeitsbereiche definieren, die durch eine homogene Struktur charakterisiert sind. In Tabelle 16 werden die Festigkeitsbereiche homogener Strukturen (ohne Verstopfung der Poren und gute Handhabbarkeit), die für weitere Untersuchungen geeignet sind, dargestellt.

Rohstoffsystem	Korngröße [mm]	Festigkeitsbereich [MPa]
Mullit-Hohlkugeln	0,80 – 1,00	2,35 – 2,65
	1,00 – 1,25	2,40 – 2,80
	1,25 – 1,40	2,60 – 3,20
Tabular Tonerde T60	0,80 – 1,00	2,00 – 2,80
Korund-Vollkugeln	0,80 – 1,00	8,00 – 11,00

Tabelle 16: Optimale Festigkeitsbereiche der untersuchten Rohstoffsysteme nach der Sinterung.

Bezugnehmend auf die Abb. 29 bis 31 sowie auf die Tabelle 16 bieten sich folgende Zusammensetzungen aus den dargestellten Versuchsplänen als angemessen für Untersuchungen der erhaltenen Strukturen an.

Rohstoffsystem	Korngröße [mm]	Versuchspunkt	Zusammensetzung [%]
Mullit-Hohlkugeln	0,80 – 1,00	Pkt. 4	84,66M / 5,98B / 9,36W
Tabular Tonerde T60	0,80 – 1,00	Pkt. 0	93,18TT / 4,03B / 2,78W
Korund-Vollkugeln	0,80 – 1,00	Pkt. 8	92,73K / 2,99B / 4,28W

Tabelle 17: Ausgewählte Zusammensetzungen für Untersuchungen an den erhaltenen Strukturen.

Zur Überprüfung des Modellansatzes kann die sogenannte Zuverlässigkeit des Modells geprüft werden. Dafür wird die von Schlittgen [75] erstellte Tabelle, wonach die Zuverlässigkeit des Modells durch den empirischen Koeffizienten r analysiert werden kann, einbezogen:

Emp. Korrelationskoeffizient $ r $	Interpretation
0	„keine Korrelation“
0 – 0,5	„schwache Korrelation“
0,5 – 0,8	„mittlere Korrelation“
0,8 – 1	„starke Korrelation“
1	„perfekte Korrelation“

Tabelle 18: Tabelle zur Interpretation des empirischen Korrelationskoeffizienten nach Schlittgen [75].

Für die untersuchten Rohstoffsysteme konnten folgenden Werte zur Charakterisierung des Modells registriert werden:

Rohstoff / Korngrößenbereich	emp. Korrelationskoeffizient $ r $
Mullit / 0,80 - 1,00 mm	0,913
Mullit / 1,00 - 1,25 mm	0,962
Mullit / 1,25 - 1,40 mm	0,918
Tabular Tonerde T60 / 0,80 - 1,00 mm	0,747
Korund-Vollkugeln / 0,80 - 1,00mm	0,838

Tabelle 19: Empirischer Korrelationskoeffizient untersuchter Rohstoffsysteme.

Schlußfolgerungen:

- Durch den Einsatz eines Versuchsplanes wurde die Variation der Zusammensetzungen in einem vorgegebenen Untersuchungsbereich logisch festgelegt und die Anzahl der Versuche minimal gehalten.
- Die Abhängigkeit der Festigkeit als Funktion der Zusammensetzung kann mittels einer Regressionsgleichung 2. Ordnung für alle untersuchten Rohstoffsysteme beschrieben werden.

- Mittlere Festigkeitsbereiche (Abb. 29 bis 31) charakterisieren eine homogene Struktur mit optimalen Eigenschaften zur Untersuchung der Porengröße und Porengrößenverteilung, der Gasdurchlässigkeit sowie des Hochtemperaturverhaltens. Die entsprechenden notwendigen Zusammensetzungen können mittels ternärer Diagramme leicht ermittelt werden.
- Für die Berechnung der Zusammensetzungen, die eine stabile und homogene Struktur aufweisen, stellte sich der Versuchsplan als geeignetes Hilfsmittel heraus.

4 GEFÜGEMERKMALE DER VIBRATIONSVERDICHNETEN STRUKTUREN

Ein Ziel dieser Arbeit bestand darin, die durch Vibrationsverdichtung hergestellten Strukturen zu analysieren und zu bewerten. Dafür bieten sich Untersuchungen bezüglich der Porenvolumenstruktur, der Porengröße und Porengrößenverteilung, der Gasdurchlässigkeit sowie der Festigkeit an.

An dieser Stelle soll darauf hingewiesen werden, daß für das Rohstoffsystem Mullit kein direkter Vergleich der Gefügemerkmale mit den Systemen Tabular Tonerde T60 und Korund-Vollkugeln als sinnvoll sich erwiesen hat. Der Grund dafür kann in der teilweisen defektreichen Ausgangskörnung der Mullit-Hohlkugel gesehen werden (siehe auch Abschnitt 3.1). Die dadurch erhaltenen erhöhten Packungsdichten sind auf den Mehr-Feststoffanteil pro Volumeneinheit zurückzuführen und sind nicht nur als Resultat der Vibrationsverdichtung zu sehen.

4.1 DIE PORENVOLUMENSTRUKTUR

Zur Untersuchung der Porosität bzw. der Packungsdichte wurden verschiedene Rohstoffsysteme unterschiedlicher Korngrößen zur Herstellung der Probekörper eingesetzt (Tabelle 19). Die Zusammensetzung der Probekörper, deren Optimierung nicht die Aufgabe dieser Arbeit war, können aus dem Anhang D entnommen werden.

	Korund-Vollkugel	Tabular Tonerde T60
0,80 - 1,00 mm	x (Pkt. 8 / VP)	x (Pkt. 0 / VP)
1,40 - 1,60 mm	x	
1,60 - 2,00 mm		x
2,00 - 2,50 mm	x	

Tabelle 20: Ausgangskörnung verschiedener Rohstoffsysteme zur Untersuchung der Porenvolumenstruktur hergestellter Gefüge.

Die Ermittlung der Packungsdichten sowie der Porengröße und Porengrößenverteilung wurde mittels der Sehnenlängenmethode durchgeführt. Eine

Darstellung der angewandten Methode wird ausführlich im Abschnitt 4.2 dieser Arbeit vorgestellt.

Die Gegenüberstellung der Ergebnisse bezüglich der erreichten Packungsdichten P.D. (hier als Differenz $1-\varepsilon$, wobei ε die ermittelte Porosität ist) sowie die entsprechenden Variationskoeffizienten für die unterschiedlichen Rohstoffsysteme verschiedener Korngrößenbereiche kann aus der Tabelle 21 entnommen werden:

Rohstoff	Korngröße [mm]	P.D. [%]	V _{%P.D.}
Korund	0,80 - 1,00	59,41	1,21
Korund	1,40 – 1,60	60,19	1,09
Korund	2,00 – 2,50	60,34	1,14
Tab. Ton. T60	0,80 - 1,00	55,26	3,69
Tab. Ton. T60	1,60 - 2,00	60,18	1,24

Tabelle 21: Gemessene Packungsdichten mittels Sehnenlängenmethode.

4.1.1 Zusammenfassende Auswertung der Ergebnisse

Um allgemein gültige Erkenntnisse gewinnen zu können, wurden Gefüge von relativ weit auseinander liegenden Körnungen untersucht (Tabelle 20).

Wie bereits aus den Versuchen mit losen Schüttungen geschlußfolgert wurde, ist innerhalb eines Rohstoffsystems eine Erhöhung der Packungsdichte mit einer Zunahme des mittleren Korndurchmessers festzustellen (Tabelle 21).

Die unterschiedlichen Packungsdichten verschiedener Rohstoffsysteme für den gleichen untersuchten Korngrößenbereich (0,80 – 1,00 mm) ist auf die Form der Ausgangskörnung zurückzuführen. Die erreichte Packungsdichte mittels Vibrationsverdichtung nimmt ab, je mehr die Kornform von einer Sphäre abweicht. In diesem Zusammenhang wird die Erkenntnis bestätigt, daß die Anordnungswahrscheinlichkeit kugeligter Körnung maximal ist.

Anhand von Untersuchungen der Packungsdichten durch Verdichtung unter ausgewählten Vibrationsbedingungen hergestellter Strukturen konnte ein hohes Maß an Reproduzierbarkeit nachgewiesen werden. Standardabweichungen kleiner 5 % für das Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60, sowie kleiner 3 % für das System Korund-

Vollkugeln (0,80 - 1,00 mm) sprechen für die Stabilität hergestellter Packungen unter Einsatz der Vibrationsverdichtung

Aus den dargestellten Ergebnissen ist ersichtlich, daß durch die Vibrationsverdichtung definierter Ausgangskörnungen (Kornbereich, Kornform) poröse Strukturen mit einer Porosität zwischen 40 – 45 % zu erhalten sind.

4.2 PORENGRÖÖE UND PORENGRÖÖSENVERTEILUNG

Porengröße und Porengrößenverteilung sind als quantitative Größen neben der Porosität von Bedeutung, um Aussagen über die erhaltene Struktur treffen zu können.

Nach ihrer Größe können die Poren in drei Klassen unterteilt werden [79]:

- Makroporen mit Durchmesser > 50 nm,
- Mesoporen mit Durchmesser von 2 bis 50 nm,
- Mikroporen mit Durchmesser < 2 nm.

Im Mikroporenbereich werden Messungen auf der Grundlage von Adsorptionsprozessen durchgeführt, wobei eine Kapillarkondensation auftritt.

Zur Bestimmung der Mesoporen können sowohl optische als auch auf dem Penetrationsprinzip basierende Methoden angewandt werden. Im zweiten Fall ersetzt man das reale Porensystem gedanklich durch ein Modellbild aus Kapillaren verschiedener Durchmesser mit kreisförmigem Querschnitt. Die Bestimmung der Porengröße und Porengrößenverteilung mit dem Penetrationsverfahren kann wiederum in zwei Kategorien unterteilt werden [80]:

- Der Probekörper wird mit einer benetzenden Flüssigkeit (meist Wasser) getränkt. Danach wird diese Flüssigkeit durch eine andere (mit ihr nicht mischbare) oder durch ein Gas (Luft) aus den Poren wieder verdrängt. Der hierbei aufzuwendende Druck ist umgekehrt proportional dem äquivalenten hydraulischen Porenradius. Aus der Zunahme der durchströmenden Menge je Zeiteinheit mit wachsendem Druck läßt sich der Anteil an Poren verschiedener Klassen ermitteln.
- Eine nichtbenetzende Flüssigkeit (Quecksilber) wird durch stufenweise Druckerhöhung in die Poren des Probekörpers hineingedrückt. Gemessen wird

außer dem Druck die Menge des jeweils eingedrungenen Quecksilbers als Maß für das Volumen der dem herrschenden Druck entsprechenden Porenklasse.

Für Makroporen kann eine Bestimmung der Porengröße und Porengrößenverteilung anhand optischer und Penetrationsmethoden erfolgen. Dazu wird der poröse Probekörper mit einem aushärtenden Kunstharz getränkt, angeschliffen und die Porenverteilung mittels Licht- oder Elektronenmikroskop analysiert.

Zur Erfassung der Makroporen größer 100 µm ist die Quecksilberporosimetrie nicht mehr anwendbar. Hier stehen allein die optischen Methoden zur Verfügung.

Zur Gruppe der optischen Methoden, mit dem Ziel einer quantitativen Gefügeanalyse gehört auch die Methode der Sehnenlängen und Sehnenlängenverteilung. Sie wird speziell in dieser Arbeit zur Messung und zur Analyse der Porengröße und Porengrößenverteilung angewendet.

Die Bestimmung der Sehnenlängenverteilung ist eine klassische Methode der quantitativen Gefügeanalyse, die in der Vergangenheit eng mit der Entwicklung sogenannter Linearanalytoren verbunden war. Die theoretischen Grundlagen und die Anwendung dieser Methode werden von verschiedenen Autoren beschrieben [76, 77]. Bei der Anwendung der Sehnenmethode wird von einem linearen Schnitt durch den Teil eines isometrischen Gefüges ausgegangen. "Die Sehnenlängenverteilung ist die Verteilung der zufälligen Länge der dabei entstehenden Sehnen" [76]. Diese Definition ist speziell an das Linienschnittverfahren (Linearanalyse) gebunden.

Die Gefügeuntersuchung mittels Linearanalyse wurde mit dem Programm ImageC der Firma Imtronic GmbH durchgeführt. Das Programm gewährleistet die Akkumulation der Daten mehrerer Meßfelder und beinhaltet eine leistungsfähige Statistik. Außerdem ist für die Auswertung eine weitere Verarbeitung der Daten mit Tabellenkalkulationsprogrammen (z.B. Microsoft Excel) leicht möglich.

Die Parameter des Gefüges, wie bereits erwähnt, werden in der quantitativen Gefügeanalyse nicht direkt an räumlichen Gefügen, sondern meistens an ebenen Anschliffen ermittelt. Bei der Linearanalyse wird das Bild vom ebenen Anschliff des Gefüges durch ein Linienraster mit einem definierten Abstand überlagert. Weil die entstandenen Poren oder Leerräume keine regelmäßige Form (z.B. Kreis) besitzen, wird an dieser Stelle auf eine automatische Auswertung (basierend auf einem Farbunterschied der Phasen - Pore und Feststoff) verzichtet und ein interaktiver Modus (manuelle Markierung jeder Pore) ausgewählt.

Zur Auswertung der Porengröße und Porengrößenverteilung durch Vibration verdichteter Strukturen wurden Probekörper verschiedener Rohstoffsysteme aus Ausgangskörnungen 0,80 - 1,00 mm und einer Zusammensetzung entsprechend dem 0-Punktversuch aus der Versuchsplanung ausgewählt. Außerdem wurden auch aus gröberen Ausgangskörnungen hergestellte Probekörper einbezogen, deren Optimierung durch Versuchsplanung jedoch nicht die Aufgabe dieser Arbeit darstellte. An dieser Stelle soll darauf hingewiesen werden, daß auch "Stichproben" anderer Körnungen einer vorhergehenden Betrachtung unter dem Mikroskop unterzogen wurden. Eine Festigkeit über Binderbrücken ohne Verstopfung der Poren konnte festgestellt werden.

Für jede untersuchte Korngröße und Zusammensetzung wurden zwei Probekörper hergestellt, um Aussagen über die Reproduzierbarkeit des Gefüges bei der selben Zusammensetzung machen zu können. Aus jeder Probe wurden drei über die Höhe unterschiedliche Anschliffflächen präpariert und gesondert untersucht. Jede Fläche wurde wiederum in 8 bis 12 über die Schlifffläche verteilte Meßfelder ausgemessen und somit die ganze Anschlifffläche abgetastet. In Abhängigkeit der untersuchten Korngröße wurden 700 bis 1200 Messungen pro Fläche durchgeführt. Innerhalb jedes Meßfeldes wurden alle Poren ohne Ausnahme gemessen.

Bei der Klassierung der Poren nach ihren Sehnenlängen teilt man die Poren in Klassen ein. Zwischen 5 und 15 Klassen gibt eine Literaturquelle [75] an, je mehr verwendet werden, um so genauer und zuverlässiger wird die ermittelte Porengrößenverteilung sowohl für das in der Ebene sichtbare als auch für das räumliche Gefüge. Die metallographische Praxis zeigt, daß wenigstens 7 - 8 Klassen verwendet werden sollten. Andererseits treten bei mehr als 12 Klassen Schwierigkeiten auf, so daß man gewöhnlich in 7 bis 12 Klassen unterteilt.

Nach Festlegung der Klassen, wird die Porenanzahl jeder Klasse ermittelt. Anschließend erfolgt die Berechnung der prozentualen Anteile jeder Porenklasse, zuerst für eine Fläche, danach für die untersuchte Probe.

4.2.1 Praktische Ergebnisse zur Porengröße und Porengrößenverteilung

Es wurden verschiedene Rohstoffsysteme unterschiedlicher Korngrößen zur Herstellung der Probekörper eingesetzt (Tabelle 21). Die Zusammensetzungen, die auf ihre Porenvolumenstruktur sowie auf ihre Porengröße und Porengrößenverteilung untersucht worden sind, wurden bereits in dem Abschnitt 4.1 vorgestellt (Tabelle 20 und Anhang D).

Um die Reproduzierbarkeit der hergestellten Strukturen mittels Vibrationsverdichtung zu untersuchen, wurden Proben gleicher Zusammensetzung und Korngrößenbereich auf ihre Packungscharakteristika untersucht. An dieser Stelle werden die Ergebnisse für das Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60 (0,80 - 1,00 mm) dargestellt, da dieses System durch seine kantige Körnung die ungünstigsten Ergebnisse bezüglich der Körneranordnung ergeben kann.

	Probe 1	Probe 2	MW	Stabw [%]
Porenanteil [%]	44,47	46,28	45,38	2,821
Feststoffanteil [%]	55,26	53,72	54,49	1,100
mittl. Sehnenlänge Poren [mm]	0,53744	0,50936	0,52090	4,491

Tabelle 22: Strukturcharakteristika und zugehörige Standardabweichungen für die vibrationsverdichteten Proben aus Tabular Tonerde T60 des Korngrößenbereiches 0,80 - 1,00 mm.

Eine Ergänzung der Ergebnisse der erreichten Packungsdichten P.D. (hier als Differenz $1-\varepsilon$, wobei ε die ermittelte Porosität ist) (Tabelle 21) aus Sicht der mittleren Porengröße D_p , sowie die entsprechenden Variationskoeffizienten für die unterschiedlichen Rohstoffsysteme verschiedener Korngrößenbereiche werden in Tabelle 23 zusammengefaßt:

Rohstoff	Korngröße [mm]	P.D.[%TD]	v _{%P.D.} [%]	D _P [mm]	v _{DP} [%]
Korund	0,80 - 1,00	59,41	1,21	0,38100	1,01528
Korund	1,40 - 1,60	60,19	1,09	0,59002	1,43876
Korund	2,00 - 2,50	60,34	1,14	0,83850	0,58578
Tab. Ton. T60	0,80 - 1,00	55,26	3,69	0,53744	2,25435
Tab. Ton. T60	1,60 - 2,00	60,18	1,24	0,77250	2,48220

Tabelle 23: Gemessene Strukturcharakteristika mittels Sehnenlängenmethode.

Die Ergebnisse der Porengrößenanalyse und die Porenteilung in Klassen lassen sich in Verteilungssummen-Diagrammen (linear oder logarithmisch) graphisch darstellen (Abb. 34, 35, 37, 39). Die Beteiligung verschiedener Porenklassen an der durch die Sehnenlängenmethode gemessenen Porosität kann mittels Balkendiagrammen (Abb. 36, 38, 40) übersichtlich dargestellt werden.

Für das Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln verschiedener Ausgangskorngrößen wurden folgende Ergebnisse bezüglich der entstandenen Porenklassen und ihrer Häufigkeit erhalten:

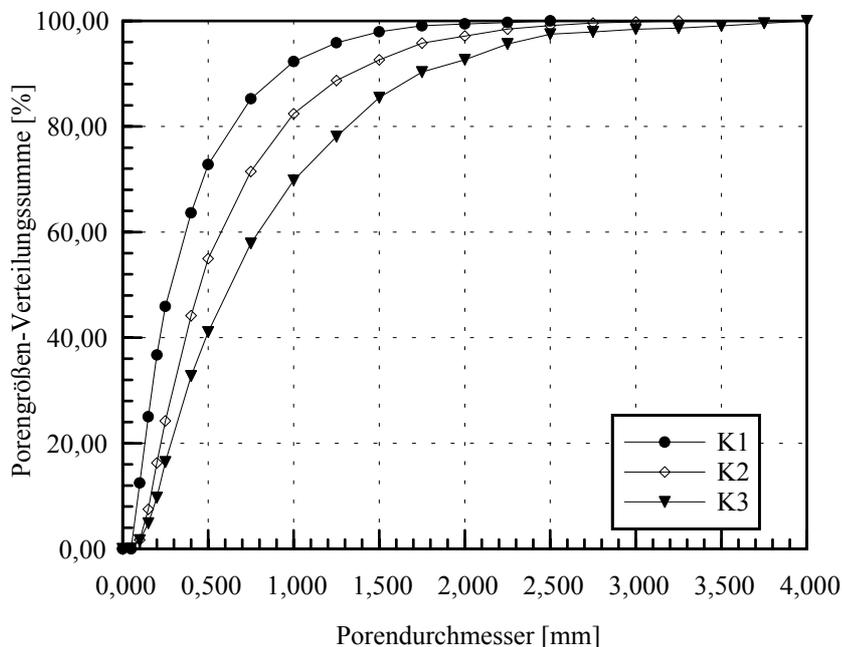


Abb. 34: Verteilungssumme der entstandenen Poren für das Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln verschiedener Ausgangskorngrößen (K1 = 0,80 - 1,00 mm, K2 = 1,40 - 1,60 mm; K3 = 2,00 - 2,50 mm).

Zur Interpretation der erhaltenen Ergebnisse bietet sich auch die logarithmische Darstellung an. Die Abb. 35 gibt diese gleichwertige Auswertung wieder:

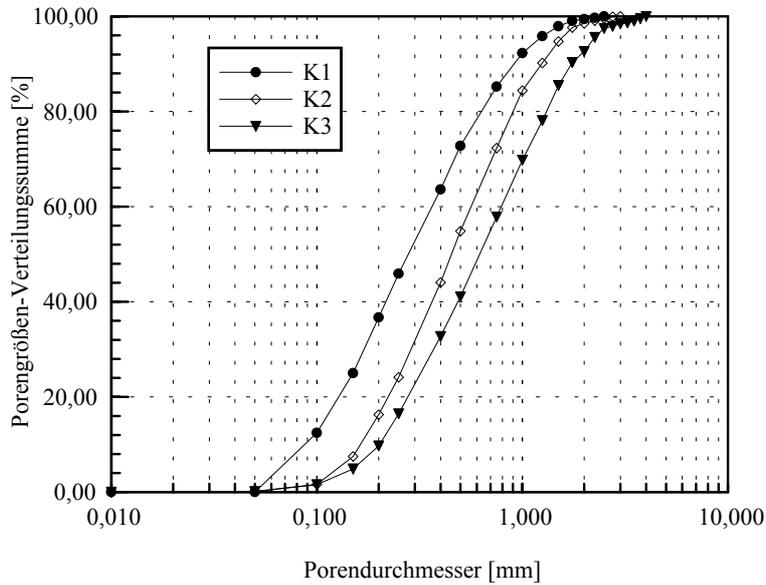


Abb. 35: Verteilungssumme der entstandenen Poren für das Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln verschiedener Ausgangskörnungen (K1 = 0,80 - 1,00mm, K2 = 1,40 - 1,60 mm; K3 = 2,00 - 2,50 mm) (logarithmische Darstellung).

Mit Hilfe eines Balkendiagrammes können die durch Vibrationsverdichtung entstandenen Porengrößenklassen für die unterschiedlichen verwendeten Ausgangskörnungen verglichen werden.

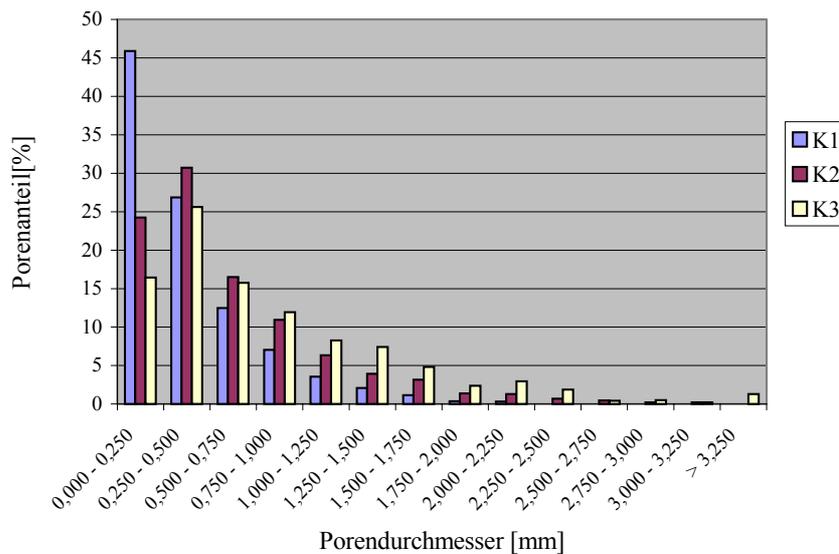


Abb. 36: Anteil verschiedener Porenklassen für das System Korund-Vollkugeln (K1 = 0,80 - 1,00 mm; K2 = 1,40 - 1,60 mm; K3 = 2,00 - 2,50 mm).

Vergleichend können auch die Ergebnisse für das Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60 graphisch dargestellt werden:

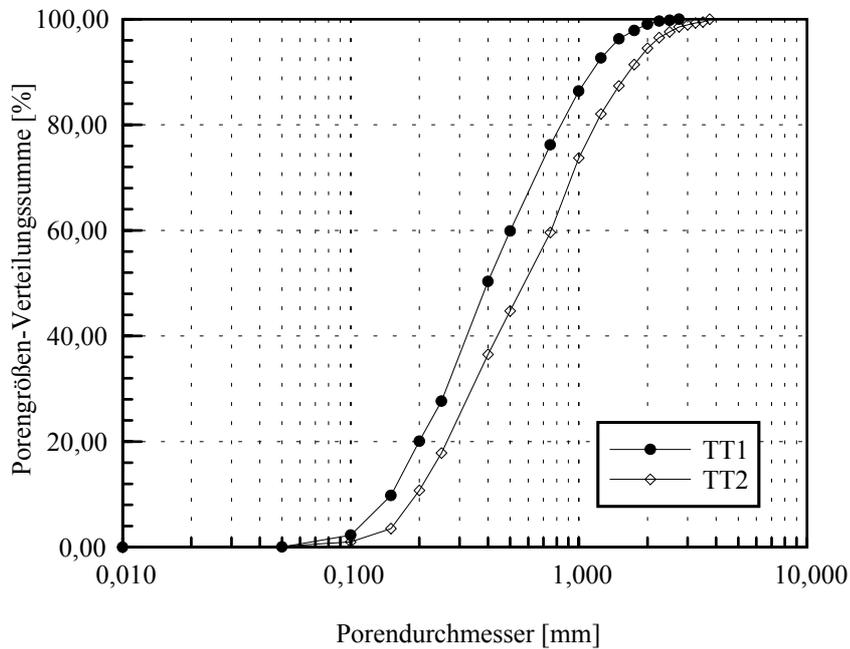


Abb. 37: Verteilungssumme der entstandenen Poren für das Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60 verschiedener Ausgangskörnungen (TT1 = 0,80 - 1,00 mm, TT2 = 1,60 - 2,00 mm) (logarithmische Darstellung).

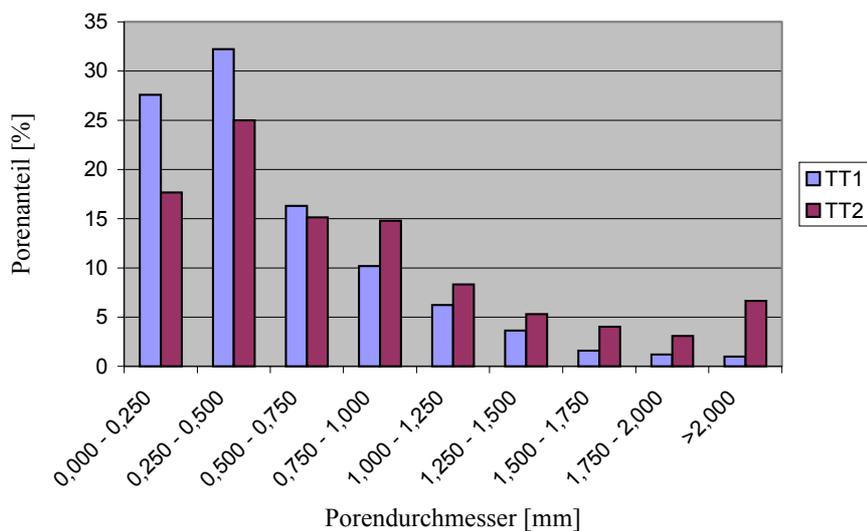


Abb. 38: Anteil verschiedener Porenklassen für das System Tabular Tonerde T60 (TT1 = 0,80 - 1,00 mm; TT2 = 1,60 - 2,00 mm).

Um Aussagen über den Einfluß der Kornform auf die Porengrößenverteilungen gleicher Durchmesserbereiche (0,80 – 1,00 mm) für die Rohstoffsysteme Korund-Vollkugeln und Tabular Tonerde machen zu können, werden diesbezügliche Ergebnisse vergleichend dargestellt:

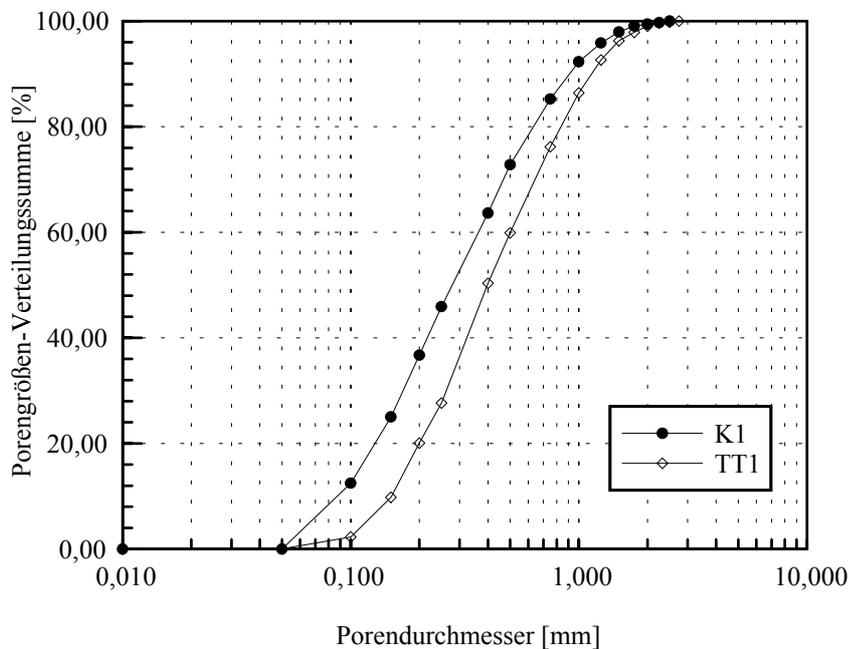


Abb. 39: Verteilungssumme der entstandenen Poren für die Rohstoffsysteme Korund-Vollkugeln und Tabular Tonerde T60 gleicher Ausgangskörnungen (D = 0,80 - 1,00 mm) (logarithmische Darstellung).

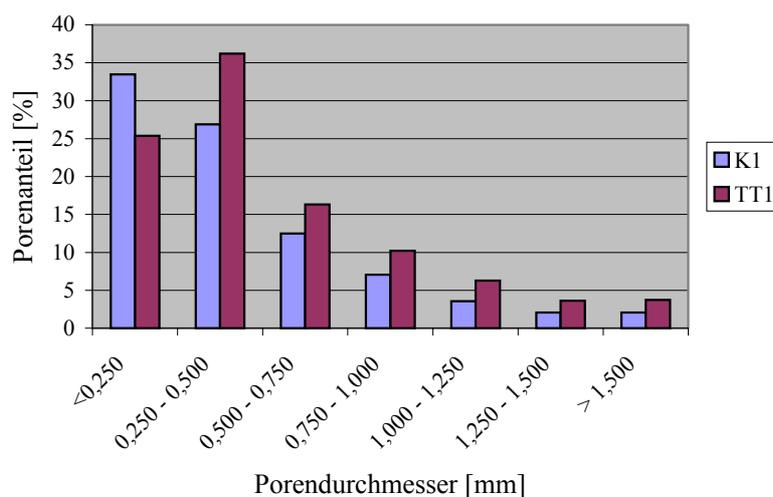


Abb. 40: Anteil verschiedener Porenklassen für die Rohstoffsysteme Korund (K1) und Tabular Tonerde T60 (TT1) für die Ausgangskörnung 0,80 - 1,00 mm.

4.2.2 Zusammenfassende Diskussion der Ergebnisse

Bezüglich der Porengröße und Porengrößenverteilung wurden, wie in Tabelle 20 wiedergegeben, möglichst weit auseinander liegende Korngrößenbereiche untersucht, um dadurch Entwicklungstendenzen des erhaltenen Gefüges bezüglich ihrer mittleren Porengröße sowie ihrer Porengrößenverteilung feststellen zu können. An dieser Stelle sei auf die in den Tabellen 10 und 21 dargestellten unterschiedlichen Packungsdichten gleicher Kornsysteme hingewiesen (Korund-Vollkugel und Tabular Tonerde T60 für den Korngrößenbereich 0,80 - 1,00 mm). Diese Abweichungen können damit erklärt werden, daß verschiedene Methoden zur Ermittlung der Packungsdichten zur Anwendung kamen. In Tabelle 10 sind die Packungsdichten der vibrationsverdichteten Körnungen anhand geometrischer Abmessungen dargestellt. Die Tabelle 21 zeigt hingegen die Packungsdichten, die durch Bildverarbeitungsmethoden in einem mit Binder gebundenen Gerüst gemessen wurden.

Unter diesen Gesichtspunkten sind die festgestellten relativ kleinen Unterschiede der Packungsdichten nicht nur erklärbar, sondern auch zu erwarten.

Betrachtet man die Porengrößenentwicklung vibrationsverdichteter Strukturen von unterschiedlichen Ausgangskörnungen innerhalb eines Rohstoffsystems, kann festgestellt werden, daß auch der mittlere Porendurchmesser mit der Zunahme des mittleren Korndurchmessers ansteigt. Für den gleichen Korngrößenbereich der Ausgangskörnung nimmt der mittlere Porendurchmesser zu, um so mehr die Kornform von einer Sphäre abweicht (Tabelle 23). Die gleiche Tendenz zeigten auch die berechneten Variationskoeffizienten.

Aus den Abbildungen 34 sowie 35 und 37 ist zu entnehmen, daß weit auseinander liegende Korngrößenbereiche vergleichbarer Kornbreite zu einer unterschiedlichen Porengrößenverteilung führen. So ruft ein größerer mittlerer Ausgangskorndurchmesser eine breitere Porengrößenverteilung für alle untersuchten Rohstoffsysteme hervor. Um diese Aussage verallgemeinern zu können, wären Angaben zur Korngrößenverteilung der Ausgangssysteme notwendig.

Durch die graphische Darstellung der Porengrößenverteilung als Funktion der Porendurchmesser (logarithmische Darstellung, Abb. 35 und 37) ist ersichtlich, daß eine Betrachtung der Porengröße in dem Bereich 5 - 95 % bezüglich der Achse Y sinnvoll ist. Die nicht berücksichtigten Bereiche (0 - 5 % und 95 - 100 %) stellen Porengrößen dar, die sehr klein oder sehr groß und deswegen als Ausreißer einzustufen sind. In diesem Sinn ist für die untersuchten Korngrößenbereiche des gleichen Rohstoffsystems auch eine definierte Anfangsporengröße festzustellen.

Eine flachere Verteilungssumme für die grobe Fraktion bei allen untersuchten Rohstoffsystemen weisen eindeutig auf eine breitere Porengrößenverteilung hin. Aus der graphischen Darstellung des Porenklassenanteiles mittels Balkendiagrammen (Abb. 36 und 38) ist zu erkennen, daß z.B für die feine Fraktion (0,80 – 1,00 mm) des Rohstoffsystems Korund-Vollkugeln zwei Porenklassen besonderes stark repräsentiert sind (73 % Poren < 0,500 mm), während für die gröberen Fraktionen drei bzw. vier Klassen im Gleichgewicht eine Mehrheit bilden (für die Fraktion 1,40-1,60 mm 71 % Poren < 0,750 mm und für die Fraktion 2,00 - 2,50 mm 68 % Poren < 1,00 mm).

Analysiert man die Entwicklungstendenzen der mittleren Porengröße für den gleichen Korngrößenbereich (0,80 - 1,00 mm) verschiedener Rohstoffsysteme, ist eine Zunahme des mittleren Porendurchmessers zu erkennen je größer die Abweichung der Ausgangskornform von einer Sphäre ist. Aus der Abb. 39 und 40 ist eine engere Porengrößenverteilung des Systems Korund-Vollkugeln sichtbar. Indirekt werden dadurch die Erkenntnisse von Ayer und Soppet [17, 18] nochmals bestätigt: die optimale (maximale) Packungsdichte wird bei einem Sphärenkornsystem erreicht. Die Entstehung einer maximalen Anordnung ruft die Ausbildung minimaler Leerräume mit einer engen Größenverteilung hervor.

Es kann an dieser Stelle formuliert werden, daß die Ausgangskorngröße und –form als auch die eingesetzte Kornbreite die Porenstruktur der vibrationsverdichteten Proben beeinflusst. Eine enge Korngrößenverteilung bedingt auch eine enge Porengrößenverteilung. Ausgehend von den dargestellten Ergebnissen ist die Herstellung vibrationsverdichteter Strukturen mit einer engen Porengrößenverteilung beim Einsatz kleiner Korndurchmesser leicht denkbar. Zufriedenstellende Ergebnisse betreffend einer engen Porengrößenverteilung auch für gröbere Ausgangskörnungen werden bei einer zweckmäßigen Reduzierung der Kornbreite erwartet.

4.3 GASDURCHLÄSSIGKEIT

Die Durchlässigkeit ist eine reine Stoffkonstante und charakterisiert die Durchströmbarkeit eines Materials. Maßgebend für die Durchströmbarkeit eines Stoffes ist seine offene Porosität bzw. der Anteil an durchströmbareren Poren.

Die Durchlässigkeit hat die Maßeinheit einer Fläche und ist unabhängig von dem jeweiligen Strömungsmedium und den Versuchsbedingungen, wenn keine Wechselwirkungen (chemischer oder physikalischer Natur) zwischen Porenwandung und Strömungsmedium auftreten.

Bei der Ermittlung der Durchlässigkeit eines Stoffes findet das Gesetz von Darcy Anwendung. Die Grundvoraussetzung zur Gültigkeit des Gesetzes ist eine laminare Strömung, sowie ein homogenes Strömungsmedium (konstante Dichte und dynamische Zähigkeit).

Auch bei der Erfüllung aller Bedingungen, die bei der Formulierung des Darcy-Gesetzes gestellt werden, können Abweichungen aufgrund folgender physikalischer Ursachen auftreten [75]:

- Gleiteffekt (Klinkenberg-Effekt): Tritt bei Gasströmung auf, wenn die mittlere freie Weglänge in der Größenordnung der Porendurchmesser liegt. Die Klinkenberg-Abweichung wird erst bei sehr kleinen Durchlässigkeiten ($< 1 \text{ nPm}$) von Bedeutung. (Für praktische Anwendung wird oft das Nanoperm nPm gebraucht, wobei $1 \text{ nPm} = 10^{-12} \text{ m}^2$)
- Turbulenzeffekt: Wächst mit dem Porendurchmesser und der Geschwindigkeit des Strömungsmediums. In diesem Fall werden Korrekturen vorgenommen, wodurch der wahre Durchlässigkeitswert ermittelt wird.
- Reaktionen des Strömungsmediums mit den Porenwandungen können unterbunden werden, indem eine geeignete Wahl des Mediums stattfindet.

Praktische Durchführung

Zur Messung der Durchlässigkeit wurde als Strömungsmedium Stickstoff verwendet und somit waren keine Wechselwirkung zwischen der Porenwandung und dem Medium zu erwarten. Die verwendeten Probekörper entsprachen der Zusammensetzung des 0 - Punktes der Versuchspläne für das entsprechende

Rohstoffsystem. Der Versuchsstand zur Messung der Gasdurchlässigkeit (Abb. 41) kann schematisch wie folgt dargestellt werden:

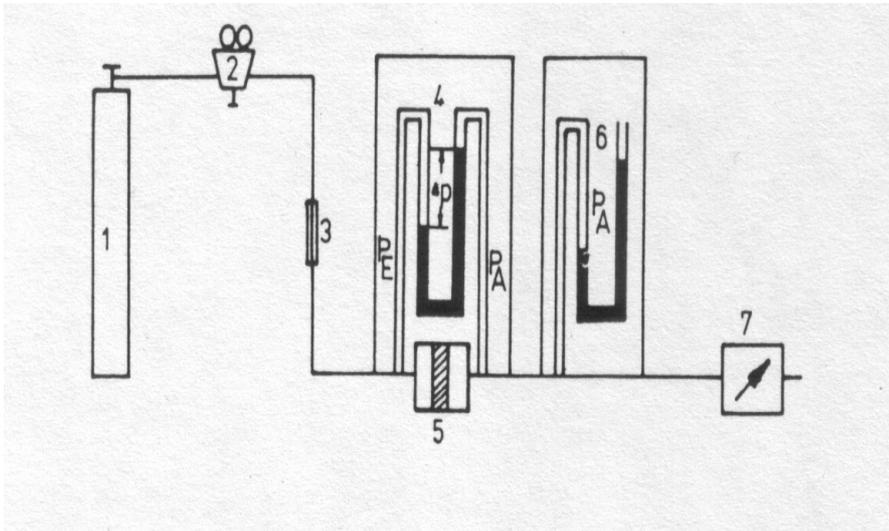


Abb. 41: Versuchsaufbau für Gasströmung [75] (1 Luftbehälter, 2 Drosselventil, 3 Gastrocknung, 4 H₂O-Manometer, 5 Behälter mit Probe, 6 Hg-Manometer, 7. Mengemesser).

Für jede untersuchte Zusammensetzung wurden drei Proben hergestellt und hinsichtlich ihrer Gasdrucklässigkeit untersucht. Es wurden für jede Probe vier bis sieben Druckdifferenzen (Δp) über ein H₂O-Manometer eingestellt und jeweils zehn Messungen durchgeführt. Mittels eines Strömungsmessers nach dem Seifenblasenprinzip wurde der eingestellte konstante Stickstoffvolumenstrom erfasst. Weiterhin kann die Gasdurchlässigkeit nach der Gleichung (11) ermittelt werden:

$$k = \frac{\eta \times p_0 \times l \times V_0}{A \times p_m \times \Delta p} \quad (11)$$

wobei: η = dynamische Viskosität des Stickstoffes bei 20°C, [mPa/s]

p_0 = barometrischer Luftdruck, [MPa]

l = Länge der durchströmten Probe, [m]

V_0 = Stickstoffvolumenstrom im Anfangszustand (p_0, T_0), [m³/s]

A = Querschnitt der durchströmten Probe, [m²]

p_m = arithmetisches Mittel zwischen Eingangsdruck p_e und Ausgangsdruck p_a , [Pa]

$\Delta p =$ Differenz zwischen Eingangs- und Ausgangsdruck, [Pa]

Die vollständige Berechnung der Gasdurchlässigkeit wird an dieser Stelle nicht durchgeführt. Die Vorgehensweise und Auswertung stimmt mit den Angaben von Häfner und Heeg [75] überein.

Die Messungen der Durchlässigkeitswerte, die durchweg weit über 1 nPm lagen, ergaben keine Notwendigkeit für eine Korrektur des Klängenbergs-Effektes. Die Extrapolation zur Korrektur des Turbulenzfehlers wurde mittels einer Regressionsrechnung überprüft. Die Entwicklung der Durchlässigkeit als Funktion des registrierten Volumenstromes ergab eine Regressionsgerade, deren Korrelationskoeffizient für alle untersuchten Rohstoffsysteme über 0,98 lag.

Die erhaltenen Gasdurchlässigkeitswerte können aus der Tab. 24 entnommen werden:

Rohstoffsystem	Korngröße [mm]	Durchlässigkeit [m ²]
Tabular Tonerde T60	0,80 - 1,00	$17,961 \cdot 10^{-12}$
Korund-Vollkugeln	0,80 - 1,00	$23,267 \cdot 10^{-12}$
Mullit-Hohlkugeln	0,80 - 1,00	$41,662 \cdot 10^{-12}$

Tabelle 24: Gasdurchlässigkeiten verschiedener Rohstoffsysteme.

4.3.1 Zusammenfassende Auswertung der Ergebnisse

Zur Strukturcharakterisierung der vibrationsverdichteten und gesinterten Proben wurde die Permeabilität als wichtige Kenngröße ermittelt. Diese wurde unter Verwendung von Stickstoff als Strömungsmedium an den untersuchten Stoffsystemen gemessen. Die experimentellen Ergebnisse können aus der Tab. 24 entnommen werden.

Betrachtet man die Permeabilität der unterschiedlichen Korund-Stoffsysteme, so ist eine Differenz von annähernd 30 % vorhanden, die auf die Kornform der Ausgangskörnung zurückzuführen ist. Keramographische Untersuchungen der Porengröße und Porenform zeigten, daß die vibrationsverdichteten Proben aus

Korund-Vollkugeln eine höhere Homogenität aufweisen. Obwohl die Proben aus Tabular Tonerde T60 eine höhere offene Porosität von etwa 4 % gegenüber den Korund - Vollkugel - Proben der selben Ausgangskorngröße aufwiesen (Tab. 21), führte eine engere Porengrößenverteilung der Korund–Vollkugel-Proben zur Erhöhung der Permeabilität.

Auf eine Ermittlung der Gasdurchlässigkeit für Ausgangskorngrößen > 1,25 mm mußte verzichtet werden, da sich laminare Strömungsverhältnisse mit der vorhandenen Apparatur nicht erzeugen lassen. Somit wären mit hoher Wahrscheinlichkeit nicht gesicherte Aussagen möglich.

Ein sehr hoher Gasdurchlässigkeitswert wurde für das Rohstoffsystem Mullit-Hohlkugeln der Fraktion 0,80 – 1,00 mm festgestellt. An dieser Stelle soll darauf hingewiesen werden, daß ein direkter Vergleich der Gasdurchlässigkeiten für die Rohstoffsysteme Mullit - Hohlkugel und Korund - Vollkugel nicht gemacht werden kann. Eine Erklärung für diese Erkenntnis wäre, daß ein großer Anteil der Hohlkugeln dieser Fraktion zerstört ist. Wie bereits erwähnt, konnten „Halb- und Viertelschalen“ durch mikroskopische Untersuchungen nachgewiesen werden. Das bedeutet, daß bei der Durchlässigkeitsprüfung nicht nur die Oberfläche der Körnung mit Stickstoff „gespült“ wird, sondern auch die innere Oberfläche der zerstörten Körnung. Somit tritt eine Verfälschung der Ergebnisse ein, die vermutlich proportional mit dem Anteil zerstörter Körnung ist.

In der Literatur sind kaum Angaben über die Gasdurchlässigkeiten poröser Systemen zu finden. Im Bereich der Pulvermetallurgie gibt Schatt [29] einen Überblick erhaltener Filterwerkstoffe aus Legierungen bezüglich ihrer Durchlässigkeit. Beispiele dazu können aus Tabelle 25 entnommen werden, wobei auch die in dieser Arbeit erhaltenen Werte eingefügt sind.

Material	Form der	Filterfeinheit	Porosität	Gasdurchlässigkeit
----------	----------	----------------	-----------	--------------------

	Ausgangskörnung	[mm]	[%]	10^{-12} [m ²]
Bronze Cu-Sn 90/10	Sphärisch	0,10	15 - 30	200
rostfreier Stahl Cr-Ni-Mo 18/12/2	nicht sphärisch	0,12	30 - 50	110
Korund- Vollkugel	Sphärisch	0,381	40,59	23
Tab. Ton. T60	nicht sphärisch	0,537	44,74	18

Tabelle 25: Gasdurchlässigkeiten einiger poröser Systeme nach Schatt [29] neben den Ergebnissen dieser Arbeit.

In Tabelle 25 ist ersichtlich, daß eine einheitliche Tendenz der dargestellten Ergebnisse vorhanden ist. Eine Erhöhung der Filterfeinheit (mittlerer Porendurchmesser) führt bei einer gleichzeitigen Zunahme der Porosität zu einer Abnahme der Gasdurchlässigkeit. Der Einfluß der Ausgangskornform auf die Gasdurchlässigkeit wird an dieser Stelle nochmals bestätigt: eine sphärische Kornform führt zu einer maximalen Packungsanordnung (niedrigere Porosität), die auch eine Erhöhung der Gasdurchlässigkeit bewirkt.

4.4 FESTIGKEIT

Für die Einsatzbeurteilung und technische Bewertung von Werkstoffen ist ihr Festigkeitsverhalten von großer Bedeutung.

Die Bindung zwischen einzelnen Körnern von den durch Vibrationsverdichtung entstandenen Strukturen verkörpert den Träger der Festigkeit. Erst durch Einsatz eines Binders wird es möglich den vibrationsverdichteten Strukturen eine ausreichende Festigkeit zu verleihen und somit eine Handhabung für weitere Untersuchungen zu realisieren. Unter dem Gesichtspunkt, daß der Binder einen bestimmenden Festigkeitscharakter der Struktur darstellt, soll an dieser Stelle auf eine nähere Betrachtung der Bindung eingegangen werden.

4.4.1 Die Festigkeit nach der Vibration

Für die Rohstoffsysteme Mullit-Hohlkugeln und Korund-Vollkugeln wird die Bindung zwischen den einzelnen Körnern durch Einsatz eines Natriumphosphatpräparates als Binder entstehen.

Für das Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60 wurde als Binder eine Mischung aus AlH_2PO_4 und Al_2O_3 verwendet.

Durch die Versuchsplanungsoptimierung wird das Ziel erreicht, die Binderzugabe so zu dosieren, daß einerseits eine genügende Festigkeit für die Handhabung gegeben ist, andererseits die gebildete Porosität erhalten bleibt bzw. eine Verstopfung der Poren durch den Binder ausgeschlossen wird. Es ist davon auszugehen, daß ein Kompromiß zwischen der Festigkeit für die Handhabung und der erhaltenen Porenvolumenstruktur existieren muß.

Für die untersuchten Rohstoffsysteme der Fraktion 0,80 – 1,0 mm sind die Festigkeiten sowie die entsprechenden Variationskoeffizienten v der vibrationsverdichteten Proben nach dem Trocknungsprozeß in Tabelle 26 dargestellt. Die verwendeten Zusammensetzungen entsprechen den angegebenen Versuchspunkten aus den im Abschnitt 3.4.2 dargestellten Versuchsplänen.

Rohstoffsystem	Zusammensetzung	Festigkeit nach Trocknen [MPa] / [N]	v [%]
Tab. Ton. T60	VP / Pkt.0	1,321 / 927,863	18,82
Korund-Vollkugeln	VP / Pkt. 8	0,935 / 656,37	4,64
Mullit-Hohlkugeln	VP / Pkt. 4	0,372 / 261,16	12,91

Tabelle 26: Festigkeiten vibrationsverdichteter Strukturen nach dem Trocknen.

Zur Beurteilung der entstandenen Bindung wurden auch einzelne Körner auf ihre Festigkeit geprüft (Tabelle 27).

Rohstoffsystem	D_m [mm]	F_m [N]	v [%]
Tab. Ton 60	0,908	23,635	30,16
Korund-Vollkugel	0,932	225,193	6,43

Mullit-Hohlkugel	0,938	10,04	33,75
------------------	-------	-------	-------

Tabelle 27: Granalienfestigkeiten untersuchter Rohstoffsysteme für den Korngrößenbereich 0,80 – 1,00 mm mit ihren Variationskoeffizienten.

4.4.2 Die Festigkeit nach der Sinterung

Zur Entstehung stabiler Strukturen werden die vibrationsverdichteten und getrockneten Körper gesintert. Die charakteristischen Sinterregime für die eingesetzten Binder sind im Anhang C graphisch dargestellt.

Rasterelektronische Mikroskopuntersuchungen zeigen die Ausbildung einer Glasphase an den Kontaktpunkten zwischen den Körnern für die Rohstoffsysteme Mullit - Hohlkugeln und Korund - Vollkugeln.

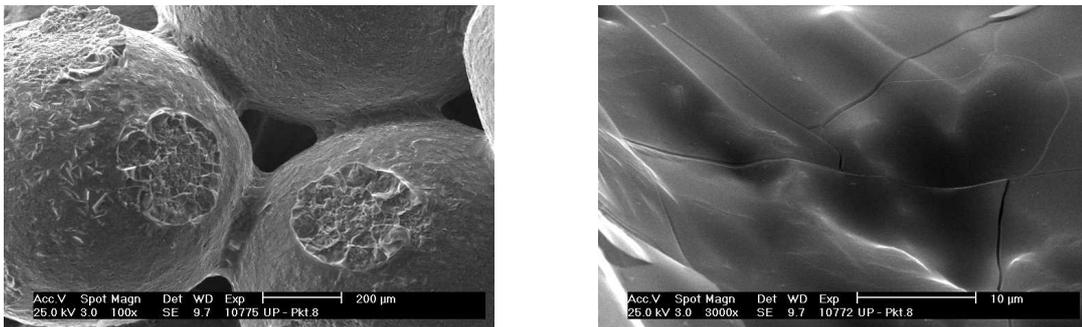


Abb. 42: REM-Aufnahmen einer Glasbinderbrücke (Rohstoff: Korund-Vollkugel, Zusammensetzung entsprechend dem VP / Pkt. 8).

Für das Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60 können mikroskopische Untersuchungen die Ausbildung einer kristallinen Phase zwischen den Körnern sicherstellen. Die Abbildung 43 gibt diesen Zustand wieder:

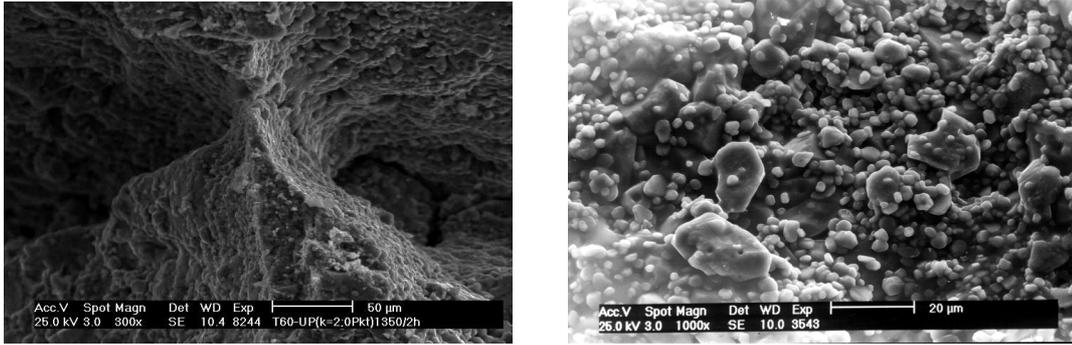


Abb. 43: REM-Aufnahme einer kristallinen Binderbrücke (Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60, Zusammensetzung entsprechend dem VP / Pkt. 0).

Durch pulverdifraktometrische Untersuchungen konnte in der Bindung nach der Sinterung bei 1350°C eine Mischung aus AlPO_4 – Kristallen (Tridymit- und Cristobalit Form) [96] und Al_2O_3 (α) nachgewiesen werden.

Die erhaltenen Festigkeitswerte bei Raumtemperatur wurden im Rahmen der Vibrationsversuche mit Rohstoff-Wasser-Binder-Gemischen (Pkt. 3.4) bereits vorgestellt. Speziell für die in diesem Abschnitt untersuchten Zusammensetzungen werden die Festigkeitswerte nach der Sinterung sowie ihre Variationskoeffizienten in der Tabelle 28 nochmals zusammengefaßt:

Rohstoffsystem	Zusammensetzung	Festigkeit nach Sintern [MPa] / [N]	v [%]
Tab. Ton. T60	VP / Pkt.0	2,410 / 1692,33	8,19
Korund-Vollkugeln	VP / Pkt. 8	10,009 / 7028,44	2,83
Mullit-Hohlkugeln	VP / Pkt. 4	2,998 / 2105,23	7,59

Tabelle 28: Festigkeiten vibrationsverdichteter Strukturen nach der Sinterung.

4.4.3 Hochtemperaturverhalten

Für die durch Vibrationsverdichtung hergestellten Strukturen interessiert bevorzugt das Festigkeitsverhalten bei erhöhten Temperaturen, d.h. unter den möglichen Einsatzbedingungen in wärmetechnischen Anlagen.

Zur prüftechnischen Beurteilung der hergestellten Strukturen wurden zwei Prüfmethoden unter Druckbelastung verwendet:

1. Druckfeuerbeständigkeit (Erweichungsverhalten), die nach DIN EN 993-8 bestimmt wurde (dabei wird das Verhalten eines Prüfkörpers mit festgelegten Abmessungen bei gleichbleibender Belastung und stetig steigender Temperatur aufgenommen).
2. Druckfließen, das nach DIN EN 993-9 geprüft wurde (dabei wird das Verhalten eines Prüfkörpers mit festgelegten Abmessungen, der bei ausgewählter Temperatur und unter konstanter Druckbelastung für 24 h gehalten wird, untersucht).

Die Untersuchung bezüglich des Erweichungsverhaltens vibrationsverdichteter Korund-Vollkugeln-Strukturen (mit glasiger Bindung) ergab folgende Längenänderung in Abhängigkeit von der Temperatur:

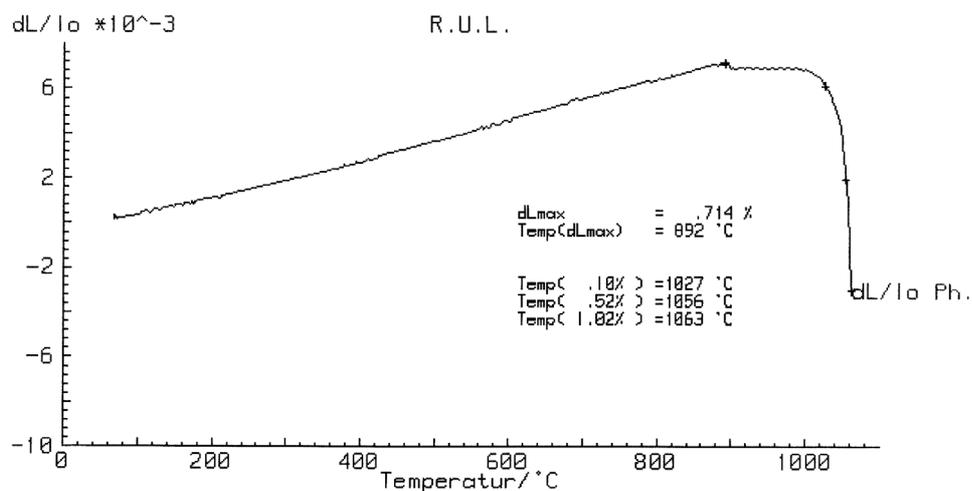


Abb. 44: Erweichungsverhalten der Korund-Vollkugel-Struktur (Binder Budapur 4, Zusammensetzung entsprechend VP / Pkt. 8) bei einer konstanten Belastung von 0,05 N/mm².

Das gleiche untersuchte System wurde auf sein Druckfließverhalten bei einer Temperatur von 900°C und einer Belastung von 0,05 N/mm² (Abb. 45) geprüft (nach einer Haltezeit von 25 Stunden unter den genannten Bedingungen) und zeigte folgenden Verlauf.

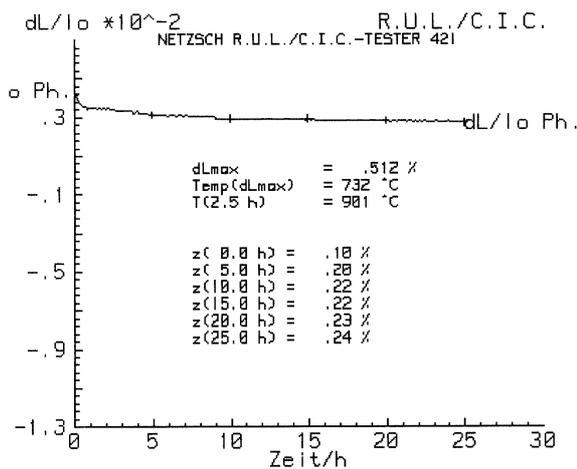


Abb. 45: Fließverhalten der Korund-Vollkugel-Struktur (Binder Budapur 4, Zusammensetzung entsprechend VP / Pkt. 8) bei einer konstanten Belastung von $0,05 \text{ N/mm}^2$, einer Temperatur von 900°C und einer Prüfdauer von 25 h.

Das Ergebnis der Untersuchung der Tabular - Tonerde - T60 - Struktur auf ihr Erweichungsverhalten wird in Abb.46 dargestellt:

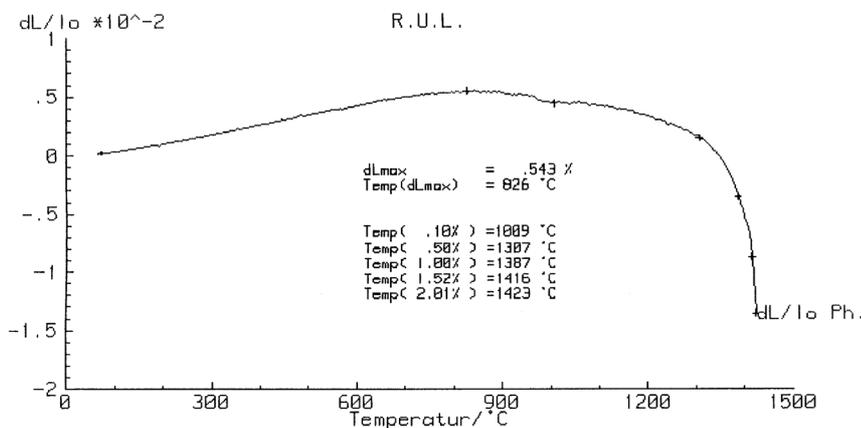


Abb. 46: Erweichungsverhalten der Tabular - Tonerde - T60 - Struktur (Binder MAP - Al_2O_3 - Gemisch, Zusammensetzung entsprechend VP / Pkt. 0) bei einer konstanten Belastung von $0,05 \text{ N/mm}^2$.

Das Druckfließen für die Tabular - Tonerde - T60 - Struktur wurde bei einer Temperatur von 950°C und einer Belastung von $0,05 \text{ N/mm}^2$ geprüft (nach einer Haltezeit von 25 Stunden unter den genannten Bedingungen). Das Ergebnis wird in Abb. 47 wiedergegeben:

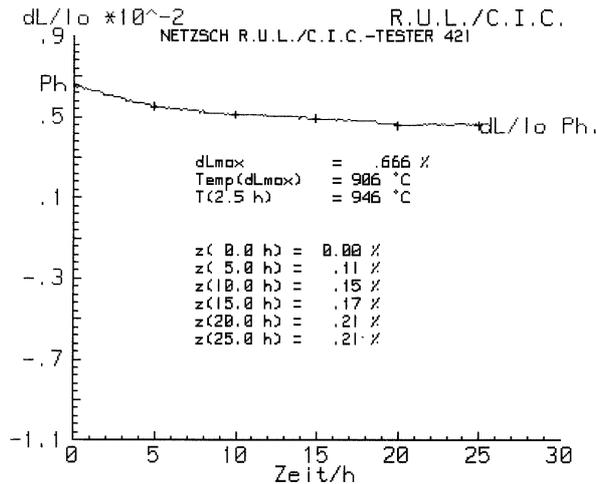


Abb. 47: Fließverhalten der Tabular Tonerde T60 Struktur (Binder MAP –Al₂O₃ - Gemisch, Zusammensetzung entsprechend VP / Pkt. 0) bei einer konstanten Belastung von 0,05 N/mm², einer Temperatur von 950°C und einer Prüfdauer von 25 h.

4.4.4 Zusammenfassende Diskussion der Ergebnisse

Die gemessene hohe Festigkeit der kristallinen Bindung auch bei niedrigeren Temperaturen ist eine bekannte Charakteristik der Phosphat-Chemie. Viele Literaturquellen weisen auch auf dieses Verhalten hin [86 - 93]. Der hohe Variationskoeffizient für das System Tabular Tonerde T60 (Tab. 26) ist bedeutend. Obwohl eine Festigkeit für die Handhabung vorhanden ist, zeigt der Variationskoeffizient, daß die Kornform der Ausgangskörnung einen großen Einfluß auf den erzielten Packungszustand hat. Die niedrigere Festigkeit nach dem Trocknen des Systems Korund-Vollkugeln ist auf die unterschiedliche Art des Binders zurückzuführen. Der 4-fach kleinere Wert des Variationskoeffizienten weist auf eine stabile und reproduzierbare Struktur hin, wobei sich pro Volumeneinheit eine vergleichbare Anzahl der Kontaktstellen zwischen den Körnern vermuten lassen. Aufgrund des hohen Anteils zerstörter Körnung vom Rohstoffsystem Mullit - Hohlkugeln wird dieses nicht in einen direkten Vergleich mit den anderen untersuchten Rohstoffsystemen einbezogen.

Die vibrationsverdichteten Strukturen verhalten sich im Raumtemperaturbereich typisch spröde - elastisch. Der Bruch tritt bei Raumtemperatur im elastischen Deformationsbereich ein, und es findet keine bildsame Verformung statt. Bei Brucheintritt wird allgemein die Bindung zwischen den festen Gefügebestandteilen getrennt, und die dazu notwendige Energie ist die Festigkeit als Widerstand gegen diese Energie.

Aus den Tabellen 26 und 28 ist ersichtlich, daß eine Steigerung der Festigkeit der vibrationsverdichteten Strukturen durch die Sinterung stattfindet. Auch eine Stabilisierung der Strukturen (Abnahme der Variationskoeffizienten bei allen untersuchten Rohstoffsystemen) ist deutlich zu erkennen.

Die Entwicklung der Festigkeit (Tab. 26 – 28) sowie die mikroskopischen Aufnahmen bestätigen, daß die Zerstörung der gesinterten Proben auf Versagen der Bindung zurückzuführen ist. Die Entstehung von Rissen in Binderbrücken bei einer mechanischen Beanspruchung kann in der Abb. 42 (Vergrößerung 3000x) deutlich nachgewiesen werden.

Ausnahme bildet hier das Rohstoffsystem Mullit, bei dem sehr niedrige Granalienfestigkeiten gemessen wurden (Tab. 27). Auch eine bedeutend niedrigere Festigkeit (3x) gegenüber dem System Korund-Vollkugeln wurde festgestellt, obwohl es sich um den selben Binder handelt. Auch mikroskopisch wird in diesem Fall die Aussage bestätigt, daß eine allgemeine Zerstörung sowohl über die Bindung als auch über die Körnung stattfindet.

In den Abb. 44 und 46 werden charakteristische Kennwerte untersuchter Strukturen angegeben. Sie kennzeichnen das Deformationsverhalten unter Druckbelastung bei steigender Temperatur. Einen Ausagewert besitzt (in diesem Fall) auch die Temperaturdifferenz $T_1 - T_{01}$ (T_1 , T_{01} sind die Temperaturen, wo die Proben um 1 bzw. 0,1 %, bezogen auf den Punkt größter Ausdehnung, zusammengedrückt sind). Für das System Korund-Vollkugel (Abb. 44) ist eine geringe Temperaturdifferenz festzustellen, so daß ein Überschreiten des Erweichungsbeginns zu Schäden führen kann. Bei dem System Tabular Tonerde T60 (Abb. 46) kann man davon ausgehen, daß ein Überfahren seines Erweichungsbeginns noch nicht zerstörerisch wirkt. Die Ermittlung des üblichen T_{20} -Wertes war nicht möglich, da der Bruch für beide Proben viel zeitiger bei den festgelegten Prüfbedingungen eintrat.

Die Untersuchungen zum Fließverhalten zeigen, daß die registrierten Fließkurven (Abb. 45 und 47) einen annähernd linearen Verlauf zwischen der 14. und 24. Stunde

haben. Für diesen Bereich werden die Fließgeschwindigkeiten als Maßzahl für das Druckfließverhalten ermittelt (0,001 % / h für das System Korund-Vollkugeln und 0,003 % / h für das System Tabular Tonerde T60).

4.5 ALLGEMEINE SCHLUßFOLGERUNGEN

Ausgehend von den erhaltenen Ergebnissen bezüglich untersuchter Gefügemerkmale für die durch Vibrationsverdichtung hergestellten Strukturen können abschließend folgende Schlußfolgerungen formuliert werden:

1. Bezüglich der verwendeten Rohstoffsysteme kann festgestellt werden, daß eine definierte Kornform der Körnung (möglichst kugelig bzw. würflich - kantig) zur Herstellung reproduzierbarer und definierter Strukturen mittels Vibrationsverdichtung notwendig ist.
2. Weiterhin wurde die Verwendung der Hohlkugel mit niedriger Festigkeit, besonders wenn gebrochene Hohlkugelanteile vorhanden sind, für die Ziele dieser Arbeit als ungeeignet befunden.
3. Durch die Vibrationsverdichtung definierter Ausgangskörnungen (Kornbereich, Kornform) konnten poröse Strukturen mit einer Porosität zwischen 40 – 45 % hergestellt werden.
4. Durch Vibrationsverdichtung von definierten Ausgangskörnungen, innerhalb eines Rohstoffsystemes, führt eine Erhöhung des mittleren Korndurchmesser zu einer höheren Verdichtung (geringeres Porenvolumen) und gleichzeitig zu einer Abnahme der dadurch erhaltenen Variationskoeffizienten.
5. Geringeres Porenvolumen bzw. höhere Verdichtung ist bei Annäherung der Ausgangskörnung an die Kugelform festzustellen. Auch eine Zunahme der Variationskoeffizienten, je mehr die Kornform von einer Sphären abweicht, wurde bestätigt.
6. Ein direkter Einfluß der eingesetzten Ausgangskörnung auf die Porengrößenverteilung sowie auf den mittleren Porendurchmesser ist festzustellen. Ein niedriger mittlerer Porendurchmesser sowie eine engere Porengrößenverteilung charakterisieren die aus einer sphärischen Ausgangskornform entstandenen vibrationsverdichteten Strukturen.

7. Durch die Vibrationsverdichtung definierter Ausgangskörnungen (Kornbereich 0,80 – 1,00 mm, Kornform sphärisch und würflich-kantig) konnten poröse Strukturen mit einer Gasdurchlässigkeit zwischen $18 \cdot 10^{-12}$ und $23 \cdot 10^{-12}$ m² erhalten werden.
8. Es wird festgestellt, daß eine engere Porengrößenverteilung aufgrund einer sphärischen Ausgangskornform (0,80 – 1,00 mm) zu einer Erhöhung der Permeabilität bis zu 10 % führt.
9. Durch die Vibrationsverdichtung definierter Ausgangskörnungen (Kornbereich 0,80 – 1,00 mm, Kornform sphärisch und würflich-kantig) konnten poröse Strukturen mit einer Trockenfestigkeit bis 1 MPa sowie einer Sinterfestigkeit bis 10 MPa, die gleichzeitig eine sehr gute Handhabung besaßen, hergestellt werden. Die entstandene Festigkeiten sind von der Bindungsart als auch vom Packungszustand der vibrationsverdichteten Strukturen abhängig.
10. Ein direkter Einfluß der Ausgangskornform auf die entstandenen Festigkeiten kann festgestellt werden. Eine sphärische Kornform führt zur Erhöhung der Festigkeit vibrationsverdichteter Strukturen, wobei auch die kleinsten Variationskoeffizienten erhalten wurden.
11. Die Druckfeuerbeständigkeit sowie die Druckfließgeschwindigkeit werden wesentlich durch den Gefügebau beeinflusst. Anhand des ermittelten Hochtemperaturverhaltens ist einerseits der Einsatz der kristallinen Bindung bis 1200°C theoretisch möglich. Andererseits soll die glasige Bindung eine Einsatztemperatur von 900°C nicht überschreiten.
Genauere Festlegungen können nur in Verbindung mit weiteren Untersuchungen (unter Einsatzbedingungen) getroffen werden.

5 VERSUCHSDURCHFÜHRUNG EINFILTRATION

5.1 DAS GROBKORNGERÜST

Die Einfiltrationstechnik setzt, wie bereits im dem Abschnitt 2.2 erläutert, eine gut ausgebildete homogene Hohlraumstruktur voraus. Dies setzt auch voraus, daß eine Verstopfung der Poren mit der Binderphase ausgeschlossen und eine genügende Festigkeit für eine weitere Bearbeitung vorhanden ist.

Die Auswahl geeigneter Zusammensetzungen wurde entsprechend der durch Versuchsplanung erhaltenen Ergebnisse ausgewählt. Bezüglich der oben genannten Voraussetzungen (Homogenität, offene Porosität) wurden die ausgewählten Strukturen auch unter dem Mikroskop untersucht.

Anwendung für Einfiltrationsarbeiten finden die Zusammensetzungen entsprechend dem Punkt 3 (Tabelle 14) des Versuchsplanes für den Rohstoff Tabular Tonerde T60 sowie dem Punkt 1 (Tabelle 15) des Versuchsplanes für das Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln ($D = 0,80-1,00$ mm). Für die verwendeten Sinterkörper („Grobkorngerüste“ genannt) sind folgende Charakteristika ermittelt worden:

Rohstoffsystem	Zusammensetzung	Verbleibendes Hohlraumvolumen	Gerüstichte
Tabular Tonerde T60 (0,80 – 1,00mm)	Pkt. 3 (VP)	43,59 %	2,127 g/cm ³
Korund-Kugel (0,80 – 1,00mm)	Pkt. 1 (VP)	39,76 %	2,211 g/cm ³

Tabelle 29: Verwendete Gerüststrukturen für die Einfiltration einer zweiten Fraktion.

Die zwei verschiedenen Grobkorngerüste, die eine unterschiedliche Hohlraumstruktur aufgrund einer unterschiedlichen Ausgangskornform mit sich bringen, sollen darüber Auskunft geben, inwieweit die Einfiltration einer zweiten (gleichen) Komponente („Feinkornfraktion“ genannt) unter ausgewählten Anregungsparametern beeinflusst wird.

5.2 DAS FEINKORNSYSTEM

Bei der Auswahl einer geeigneten Feinkomponente für die Einfiltration werden die Erkenntnisse von McGeary [15] und Ayer [30] einbezogen. McGeary [15] stellte fest, daß eine siebenfache Differenz der Kugeldurchmesser der Komponenten für die Erhöhung der Packungsdichte durch Einfiltration notwendig ist. Ayer [30] bemerkte, daß bei einem Verhältnis der Komponenten zueinander kleiner 5 keine Filtration in die Matrix mehr stattfindet.

Für die Untersuchungen zur Filtrationstechnik wurde schwerpunktmäßig die Fraktion 0,071 – 0,100 mm des Rohstoffsystemes Tabular Tonerde T60 ausgewählt. Dabei ergibt sich ein Durchmesser Verhältnis vom Grobkorn (Grobkorngerüst) zu Feinkorn (einzufiltrierende Fraktion) von 10,59. Für diese Feinkornfraktion wurde der Einfluß der Schwingungsparameter (Frequenz, Beschleunigung) auf das Fließverhalten (Abschnitt 5.2.1) und das Verdichtungsverhalten (Abschnitt 5.2.2) untersucht. Eine maximale Erhöhung der Packungsdichte mittels Einfiltrationstechnik findet statt, wenn die feine Fraktion in die Hohlräume des Gerüsts gut fließt und gleichzeitig auch eine Verdichtung unter derselben Vibrationsanregung erfolgt.

Um weitere Aussagen über Einflußfaktoren auf den Filtrationsprozeß zu ermöglichen, wurde das Spektrum der Feinkornkomponenten entsprechend Tabelle 30 erweitert. Damit sollte u. a. gewährleistet sein, Einflüsse auf das Einfiltrationsverhalten durch unterschiedliches spezifisches Gewicht, Korngrößenbereich und Kornform der jeweiligen Komponenten zu ermitteln. Für diese Feinkornsysteme wurde allerdings vorausgesetzt, daß die für die T60-Fraktion (0,071 – 0,100 mm) ermittelten Vibrationsparameter übertragbar sind.

Feinkornsystem	D [mm]	T.D.[g/cm ³]	$\rho_{\text{Schütt.}}$ [g/cm ³]	Kornform
T60	0,071 – 0,100	3,59	1,649	splittrig
T60	0,050 – 0,071	3,59	1,624	splittrig
T6 – MT	0,071 – 0,100	keine Angaben	1,069	sphärisch
T6 – MT	0,050 – 0,071		1,054	sphärisch
Rogal 49	< 0,050	8,620	4,971	sphärisch

Tabelle 30: Verwendete Kornsysteme der einzuvibrierenden Fraktion.

Bei dem Rohstoffsystem T6 - MT handelt es sich um ein Aluminiumoxid der Firma Boart Ceramics GmbH Aoma und das System Rogal 49 ist ein Cu-Verdüsungspulver mit nahezu sphärischer Form.

5.2.1 Untersuchungen zum Fließverhalten der Feinkornfraktion

Ausgangspunkt für die Untersuchungen der Fließeigenschaften war die Überlegung, daß beim Einfiltrieren einer zweiten Komponente in vorhandene Hohlraumstrukturen näherungsweise das Ausfließen dieser Komponente aus Trichtern mit unterschiedlichen Ausflußdurchmessern herangezogen werden kann [95]. Dabei sollen neben der Variation der geometrischen Bedingungen speziell die Schwingungsparameter variiert werden, um die optimalen Vibrationsparameter zum Fließverhalten und zur Verdichtung der zweiten Fraktion festzulegen.

Für die Ermittlung der Fließeigenschaften wurden Trichter (Winkel gegen die Vertikale $2 \times 30^\circ$) unterschiedlicher Öffnungsdurchmesser (1; 1,75 und 2,50 mm) auf dem elektrodynamischen Vibrator (ST 5000/300, Fa. TIRA Rauenstein) befestigt. Diese unterschiedlichen Durchmesser werden als geometrische Einflußgrößen durch das Verhältnis d_i / d_m (d_i = Öffnungsdurchmesser des Trichters; d_m = mittlerer Korngrößendurchmesser des untersuchten Korngrößensbereiches) charakterisiert.

Eine schematische Darstellung des Versuchsaufbaues zur Messung der Ausflußgeschwindigkeit der Feinkornfraktion wird im Anhang E dargestellt.

Die Fließgeschwindigkeit der ausgewählten Feinkornfraktion (T60, $D = 0,071 - 0,100$ mm) wurde bei Beschleunigungen von 1, 2 bzw. 4 g ($g = 9,81 \text{ m/s}^2$) unter Variation der Frequenz zwischen 60 und 500 Hz ermittelt.

Das Fließverhalten wird durch die Ermittlung der Ausflußmenge pro Zeiteinheit bestimmt. Die in der Abbildung 48 dargestellten Ergebnisse wurden aus 5 bzw. auch 3 Einzelversuchen ermittelt.

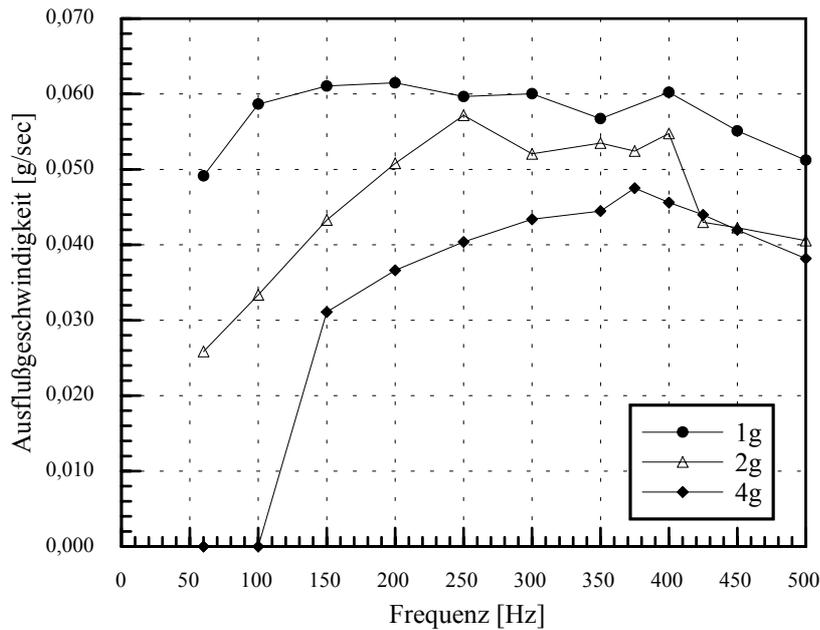


Abb. 48: Ausflußgeschwindigkeit von Tabular Tonerde T60 des Korngrößenbereiches 0,071 - 0,100 mm in Abhängigkeit von der Frequenz und der Beschleunigung ($d_i / d_m = 11,76$).

Der Einfluß des Trichterdurchmessers auf die Ausflußgeschwindigkeit der ausgewählten Feinkornfraktion wird in Abb. 49 wiedergegeben.

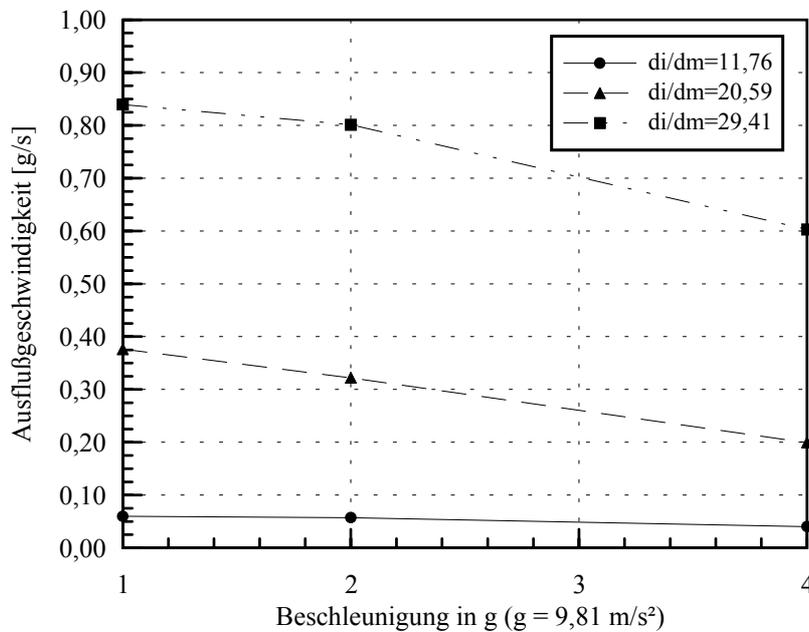


Abb. 49: Ausflußgeschwindigkeit von Tabular Tonerde T60 des Korngrößenbereiches 0,071 - 0,100 mm in Abhängigkeit von der Beschleunigung und dem Durchmesser Verhältnis (d_i / d_m) bei einer Frequenz von 250 Hz.

5.2.2 Untersuchungen zum Verdichtungsverhalten der Feinkornfraktion

Ergänzend zu den angeführten Arbeiten zum Fließverhalten der Feinkornfraktion (T60, $D = 0,071 - 0,100$ mm) wird auch ihr Verdichtungsverhalten untersucht.

Zum Einsatz kommt die im Abschnitt 3.3.1 vorgestellte Vorrichtung sowie die im Abschnitt 3.3.2 beschriebene Vorgehensweise.

Es wurden zur Ermittlung des Verdichtungsverhaltens die Vibrationsparameter Frequenz (zwischen 200 und 425 Hz) und Beschleunigung (1, 2 und 4 g) variiert. Die Auswahl der oben genannten Variationsbereiche erfolgte unter Berücksichtigung der Ergebnisse zum Fließverhalten (Abb. 48). Da der Verdichtungsprozess innerhalb der Hohlräume des Grobkorngerüsts stattfindet, wurden diese Untersuchungen natürlich ohne Belastung der Pulversäule durchgeführt

In Abb. 50 sind diesbezügliche Ergebnisse graphisch dargestellt:

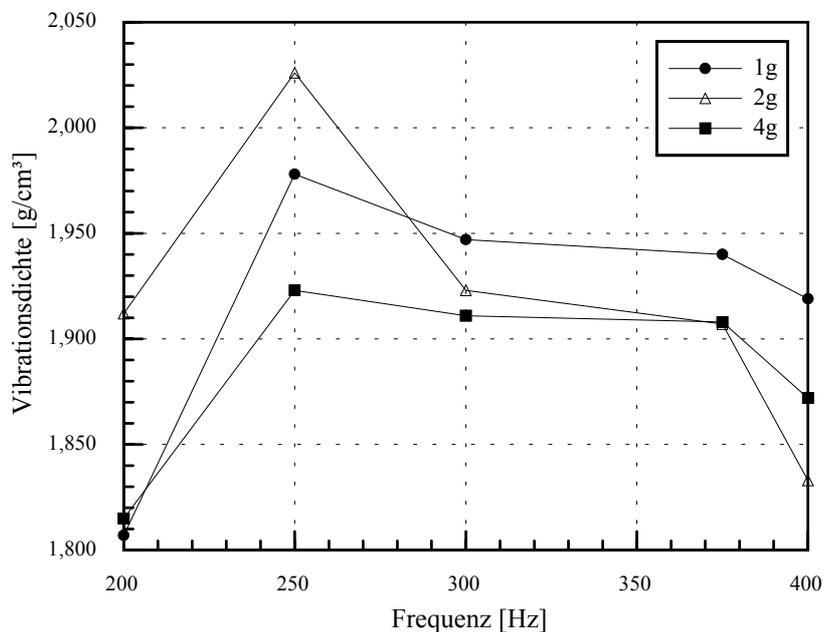


Abb. 50: Einfluß der Frequenz auf die erreichbare Vibrationsdichte von Tabular Tonerde T60 des Korngrößenbereiches 0,071 – 0,100 mm bei verschiedenen Beschleunigungen im unbelasteten Zustand.

5.2.3 Auswertung und Diskussion der Ergebnisse

Für das untersuchte Rohstoffsystem wird allgemein tendenziell eine Erhöhung der Ausflußgeschwindigkeit mit steigender Frequenz (bei einem konstanten Verhältnis d_i/d_m) bei allen untersuchten Belastungen (Abb. 48) festgestellt. Niedrige Ausflußgeschwindigkeiten liegen im Frequenzbereich < 100 Hz vor (für eine Beschleunigung von 4 g war die Geschwindigkeit bei einem Trichterdurchmesser $d_i = 1$ mm gleich Null). Eine Erhöhung der Frequenz auf etwa 400 Hz führt zu einer Zunahme der Ausflußgeschwindigkeit. Wird die Frequenz über diesen Wert weiter erhöht, kann eine Abnahme der Ausflußgeschwindigkeit festgestellt werden. Die dargestellten Ergebnisse führen zu der Aussage, daß für die Fraktion 0,075 – 0,100 mm des Systems Tabular Tonerde T60 ein Frequenzbereich existiert, bei dem sich unter Beachtung der Beschleunigung ein Minimum der inneren Reibung in der vibrationsverdichteten Pulverschüttung einstellt. Zur Bestätigung dieser Aussage wären Messungen an diesem Rohstoffsystem mittels einer Scherzelle unter Schwingungsanregung notwendig.

Es wird weiterhin festgestellt, daß niedrigere Beschleunigungen eine positive Wirkung auf die Ausflußgeschwindigkeit ausüben. Eine Erklärung dafür könnten die bei höheren Beschleunigungen größeren Amplituden (gleiche Frequenz) sein, wobei das Pulver einer Umwälzbewegung unterliegt und somit der Fließvorgang behindert wird.

Die gleiche Aussage kann auch aus Abb. 49 abgeleitet werden. Es kann zusätzlich festgestellt werden, daß bei einer konstanten Frequenz (hier 250 Hz) die Abnahme der Ausflußgeschwindigkeit bei einer Zunahme der Beschleunigung eine Abhängigkeit vom Verhältnis d_i / d_m nachweist. So führt eine 2,5 - fache Erhöhung des Durchmesserhältnisses d_i / d_m (bei 250 Hz und 2 g) zu einer 14- bis 15-fachen Zunahme der Ausflußgeschwindigkeit.

Ausgehend von den Untersuchungen zum Verdichtungsverhalten kann eine maximale erreichbare Packungsdichte von etwa 56 % T.D. bei einer Vibrationsanregung von **2 g, 250 Hz** und ohne Belastung (Abb. 50) vorausgesetzt werden.

Auch ein gutes Fließverhalten der einzufiltrierenden Fraktion, gekennzeichnet durch eine hohe Ausflußgeschwindigkeit sowie deren niedriger Standardabweichung (0,75

%) bei diesen Vibrationsbedingungen (2 g, 250 Hz), berechtigt die Übernahme dieser Parameter für weitere Arbeiten der Einfiltration.

5.3 VERSUCHSAUFBAU UND VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

In den Literaturangaben über alle bis jetzt durchgeführte Arbeiten zur Einfiltration wird das Grobkorngerüst in Form eines vibrationsverdichteten Grobkornbettes eingesetzt. Das Grobkornbett besteht also aus einer losen vibrationsverdichteten Grobkornfraktion. Um eine Auflockerung des Grobkorngerüsts während der Einfiltration der Feinkornfraktion zu unterbinden, wird eine Auflast auf die verdichtete Grobkornsäule in Form eines Siebstempels aufgesetzt. Zugleich erlaubt der Siebstempel eine reduzierte Bewegung der Grobbettkörner untereinander, so daß eine Unterstützung des Fließens der Feinkornfraktion dadurch stattfinden kann. Der Siebstempel hat auch die wichtige Rolle zur Dosierung der einzufiltrierenden Feinkornfraktion.

Das Ziel dieser Arbeit sind Untersuchungen zur Einfiltration einer Feinkornfraktion in ein schon gesintertes und dadurch starres Gerüst.

Die experimentelle Einrichtung zur Untersuchung der Einfiltration einer zweiten Komponente in das gesinterte und durch Vibrationsverdichtung hergestellte Grobkorngerüst ist im Anhang F dargestellt.

Die verwendete Gummischeibe bzw. der Gummiring diente einerseits der Verspannung des Grobkorngerüsts mit dem Vibrator, andererseits erwies sich dies als notwendig, um Beschädigungen des Gerüsts während der Anregung zu vermeiden. Mit dieser Spanneinrichtung wurde eine dämpfungsfreie Übertragung der erzeugten Vibrationsanregung gewährleistet.

Für die Verspannung des Grobkorngerüsts sowie für eine uniforme Verteilung der einzufiltrierenden Fraktion auf die freie Fläche des Grobkorngerüsts wird ein Siebstempel verwendet. Die Maschenweite des Siebgewebes muß so groß gewählt werden, daß der Korndurchmesser der Feinkornfraktion kleiner ist. Von der einzufiltrierenden Fraktion wird gerade so eine Menge angeboten, wie gleichzeitig

einfiltriert werden kann. Somit wird eine Agglomeration der Feinkornfraktion im Inneren des Gerüsts vermieden.

Um ein „Herausrieseln“ der bereits einvibrierten Feinkornkomponenten aus dem Grobkorngerüst zu unterbinden, wird dieses vorher mit einer Schutzschicht so überzogen, daß nur noch die nach oben gerichtete Fläche frei bleibt (über diese freie Fläche wird die einzufiltrierende Fraktion in das Gerüst eingeführt). Für die Schutzschicht wird das Kalteinbettmittel Citofix der Firma Radiometer GmbH (Geschäftsbereich Struers) eingesetzt und sehr dünn aufgetragen. Während der nach Einfiltration anschließenden Sinterung erfolgt ein 100 % - iges Ausbrennen des Kalteinbettmittels, so daß dieses nur als Hilfsstoff anzusehen ist.

An dieser Stelle soll auch darauf hingewiesen werden, daß die Vibrationszeit für den Gesamtvorgang sich aus der Vibrationsdauer für das Einfiltrieren der Feinkornfraktion und dem Zeitaufwand für die Verdichtung der einfiltrierten Fraktion ergibt. Obwohl Einfiltration und Verdichtung der zweiten Fraktion simultan stattfinden, wurde trotzdem die Mindestzeit ermittelt, die nach der Beendigung der Einfiltration allein für die Verdichtung notwendig wäre. Dafür werden für die Fraktion 0,071 – 0,100 mm des Rohstoffsystems Tabular Tonerde T60 die erreichten Vibrationsdichten bei 250 Hz und 2 g für verschiedene Vibrationsdauern ermittelt. Die Ergebnisse sind in der Abb. 51 dargestellt:

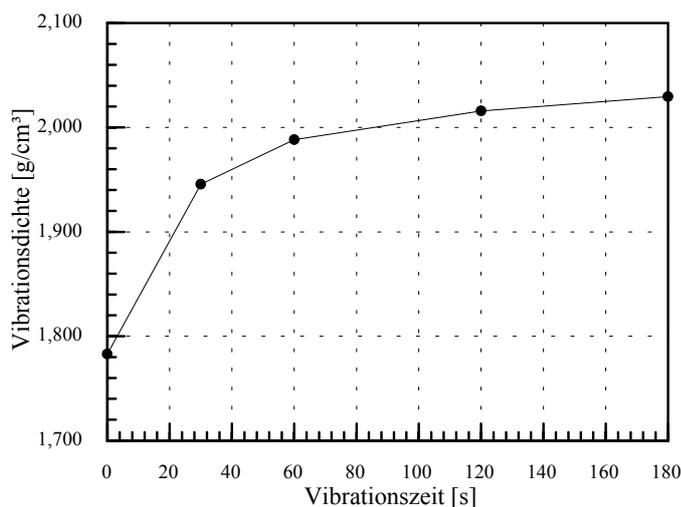


Abb. 51: Einfluß der Vibrationszeit auf die erreichbare Vibrationsdichte von Tabular Tonerde T60 ($D = 0,071 - 0,100$ mm) bei einer Frequenz von 250 Hz und einer Beschleunigung von 2 g (ohne Belastung).

Es ist zu erwarten, daß bei einer Verlängerung der Vibrationszeit von 180 s für die Infiltration über die notwendige Vibrationsdauer hinaus, auch eine Verdichtung der Feinkornfraktion stattgefunden hat, weil Auflockerungen innerhalb der Hohlräume (Poren) nicht mehr möglich sind.

Der Versuchsablauf gliederte sich in folgende Verfahrensschritte:

- 1 Beschichtung des Grobkorngerüsts mit dem Kalteinbettmittel und anschließender Trocknung der Beschichtung
- 2 Einführen des beschichteten Gerüsts in die Aufnahmhülse mit gleichzeitigem Anbau der Gummischeibe bzw. des Gummiringes
- 3 Belastung für die Verspannung (28 kPa) mittels Siebstempel
- 4 Infiltrieren der Feinkornfraktion durch den Siebstempel bei laufendem Vibrator (250 Hz, 2 g)
- 5 Vollendung der Verdichtung der Feinkornfraktion innerhalb des Gerüsts bei laufendem Vibrator (180 s).

Nach dem Entformen wurden die Proben nochmals einem Sinterungsprozeß zur Einbindung der zweiten Fraktion in die Struktur des Gerüsts unterzogen.

5.4 AUSWERTENDE DISKUSSION DER ERGEBNISSE

Die Versuchsauswertung erfolgte einerseits durch die Berechnung zur Verringerung des Hohlraumes innerhalb des Grobkorngerüsts aufgrund der Infiltration einer zweiten Komponente, andererseits durch mikroskopische Untersuchungen an präparierten Schliffen.

Eine Auswertung in Bezug auf die Erhöhung der Packungsdichte wird aus zwei Gründen erschwert:

- Das Rohstoffsystem T6-MT ist ein Sprühgranulat, die Bestimmung der Korndichte bereitet die gleichen Schwierigkeiten wie für das Rohstoffsystem Mullit-Hohlkugel (siehe Abschnitt 3.1). Für die Berechnung zur Erhöhung der Packungsdichte fehlt die dazu notwendige Bezugsdichte.
- Die Erhöhung der Packungsdichte hat ihre Relevanz nur unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Dichten der verwendeten Rohstoffsysteme.

Die Ergebnisse bezüglich der Verringerung des Hohlraumvolumens für die ausgewählten Grobkorngerüste als Resultat der Einfiltration einer zweiten Fraktion sind in den Tabellen 31 und 32 dargestellt. Bei der Auswertung der Ergebnisse wurden folgende Festlegungen getroffen:

- 1 Für die Berechnung des Volumens der einfiltrierten Feinkornfraktion (FKF) werden die ermittelten Schüttdichten (Tabelle 30) eingesetzt. Dadurch wird ein Vergleich zwischen den verschiedenen Feinkomponentensystemen möglich.
- 2 Für die Berechnung des durch die Feinfraktion ausgefüllten Volumens (ausgefüllter Hohlraumvolumenanteil) wird davon ausgegangen, daß das für die Feinkornfraktion verfügbare Porenvolumen (V_{Poren}) gleich 100 % ist.

FKF [mm]	$m_{\text{Gerüst}}$ [g]	m_{FKF} [g]	V_{Poren} [cm ³]	V_{FKF} [cm ³]	Hohlraumvolumenanteil	
					ausgefüllt [%]	verbleibend [%]
T60 0,050 – 0,071	36,40	7,01	6,613	4,317	65,28	15,13
T60 0,071 – 1,000	36,25	7,66	6,582	4,645	70,57	12,83
Rogal 49 D < 0,050	36,40	27,38	6,714	5,508	82,04	7,83
T6 – MT 0,050 – 0,071	36,35	2,78	6,611	2,638	39,90	26,20
T6 – MT 0,071 – 0,100	36,41	4,19	6,783	3,920	57,49	18,53

Tabelle 31: Abnahme des Hohlraumvolumens durch die Einvibration der Feinkornfraktion in einem T60-Grobkorngerüst.

FKF [mm]	m _{Gerüst} [g]	m _{FKF} [g]	V _{Poren} [cm ³]	V _{FKF} [cm ³]	Hohlraumvolumenanteil	
					ausgefüllt [%]	verbleibend [%]
T60 0,050 – 0,071	32,56	5,33	4,9141	3,232	65,77	13,61
T60 0,071 – 1,000	36,80	6,82	5,842	4,200	71,89	11,16
Rogal 49 D < 0,050	36,85	26,32	5,966	5,295	88,75	4,47
T6 – MT 0,050 – 0,071	37,07	2,82	5,785	2,676	46,26	21,36
T6 – MT 0,071 – 0,100	36,99	3,65	5,683	3,414	60,07	15,88

Tabelle 32: Abnahme des Hohlraumvolumens durch die Einvibration der Feinkornfraktion in einem Korund-Vollkugel-Grobkorngerüst.

Die Ermittlung der Veränderung des Gerüstgewichtes (m_{FKF}) wird durch die Einwaage vor und nach der Infiltration durchgeführt. Das Porenvolumen (V_{Poren}) versteht sich als Hohlraumvolumen des Gerüsts, daß zur Infiltration mit einer zweiten Komponente zur Verfügung steht. Für die Berechnung des Volumens der Feinkornfraktion wird als Bezugsgröße die Schüttdichte des verwendeten Systems eingesetzt.

Betrachtet man das ausgefüllte Hohlraumvolumen bezüglich der verwendeten zweiten Fraktion (0,071 – 0,100 mm) für die unterschiedlichen Grobkorngerüste, so kann festgestellt werden, daß eine bessere Verfüllung der Hohlraumstruktur des Grobkorngerüsts aus Korund - Kugeln als aus Tabular Tonerde T60 stattfindet. Diese Aussage kann auf die Ausbildung einer homogenen Struktur mittels Vibrationsverdichtung für das Rohstoffsystem Korund-Vollkugel zurückgeführt werden. Die vorhandene Porenstruktur mit einer breiteren Porengrößenverteilung bei dem T60 - Grobkorngerüst (siehe Abschnitt 4.1) kann zu einem erschwerten „Durchdringen“ durch die Feinkornfraktion führen.

Keramographische Untersuchungen an präparierten Schlifflinien bestätigten diese Annahme. In der Abb. 52 werden die Strukturen, die durch Infiltration der Fraktion

T60 (0,71 - 0,100mm) in ein T60-, sowie in ein Korund – Vollkugel - Grobkorngerüst entstanden sind, präsentiert:

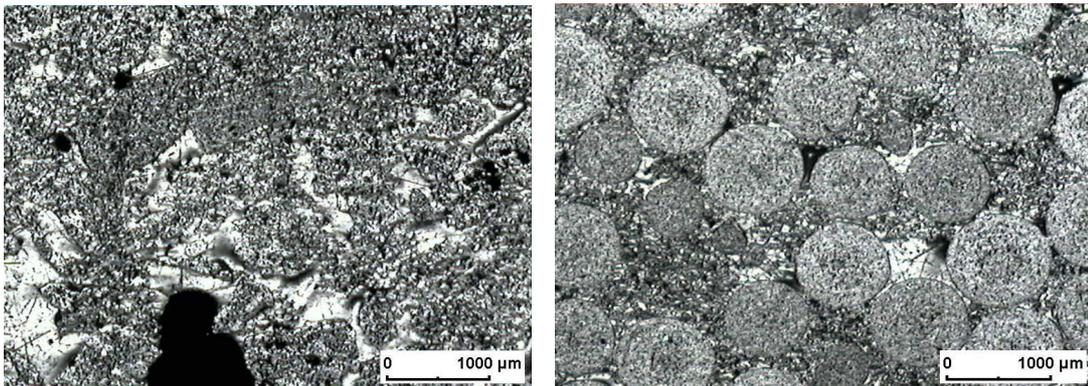


Abb. 52: Struktur durch Infiltration der Feinkornfraktion (T60, 0,071-0,100 mm) in ein T60 - Grobkorngerüst (links) bzw. ein Korund – Vollkugel - Grobkorngerüst.

Die weißen „Flecken“, die in Abb. 52 zu sehen sind, stellen Strukturbereiche dar, die nicht mit der zweiten Fraktion belegt wurden. Sie werden bei der Präparation der Schiffe mit Einbettmittel getränkt. Die schwarzen Bereiche können als Lücken der Struktur bezeichnet werden und bleiben frei.

Bei der Infiltration der verwendeten Grobkorngerüste mit dem Stoffsystem Rogal 49 ($d < 50 \mu\text{m}$) wird die wichtige Rolle der Dichte der einzufiltrierenden Fraktion nochmals bestätigt. Allerdings muß auch darauf hingewiesen werden, daß es sich in diesem Fall um einen kleineren Korngrößenbereich handelte. Die Untersuchungen mit dem Pulver Rogal 49 (höhere Dichte, sphärische Kornform, Korngrößenbereich $d_m \leq 50 \mu\text{m}$) führten zu einer einwandfreien Verfüllung des Hohlraumes mit dieser Fraktion. Dieses Ergebnis wird in der Abb. 53 dargestellt:

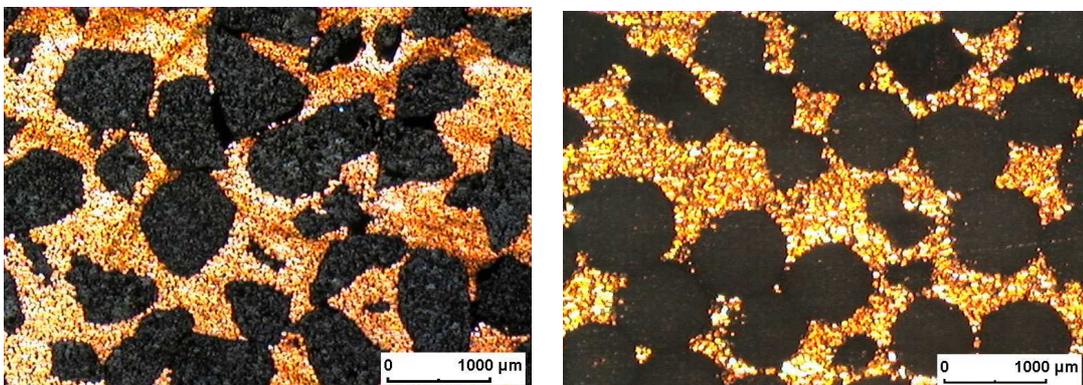


Abb. 53: Strukturen durch Infiltration des Stoffsystems Rogal 49 (links: Grobkorngerüst T60; rechts: Grobkorngerüst Korund - Vollkugel).

Wird vom gleichen Grobkorngerüst (T60 oder Korund - Vollkugel) und unterschiedlicher Einfiltrationskomponente (T60 und T6-MT) des Korngrößenbereiches 0,071 - 0,100 mm ausgegangen, ist trotz Erwartungen aufgrund der Kornform ein besseres Einfiltrationsverhalten des Systems T60 festzustellen. Abb. 54 gibt einen Überblick über die erhaltenen Strukturen:

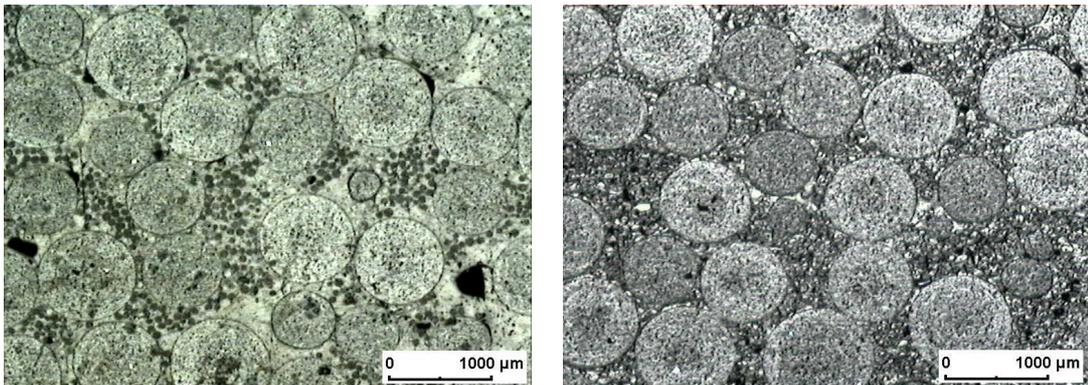


Abb. 54: Strukturen nach Einfiltration der Feinkornkomponente ($D = 0,071 - 0,100$ mm) verschiedener Stoffsysteme (links: T6-MT; rechts: T60) in einem Korund - Vollkugel - Grobkorngerüst.

Durch die sphärische Kornform des Systems T6-MT wurde anfangs ein günstigeres Einfiltrationsverhalten gegenüber der splittrig-kantigen Kornform des T60-Stoffsystems erwartet. Eine mögliche Ursache wird in den unterschiedlichen Dichten der verwendeten Stoffsysteme liegen. Unter gleichartigen Vibrationsbedingungen unterliegt ein Stoffsystem niedrigerer Dichte einer heftigeren Bewegung (höhere Amplitude) als ein System höherer Dichte. Das führt zu einer intensiven Bewegung der leichten Fraktion innerhalb eines Hohlraumes und wirkt sich negativ auf das Weiterfließen in die unterliegenden Hohlräume aus. Die Gefahr durch Verstopfung der Poren wird in diesem Fall groß.

Aus den, in den Tabellen 31 und 32 dargestellten Ergebnissen ist zu entnehmen, daß zwischen den Fraktionen 0,050 - 0,071 und 0,071 - 0,100 mm die letzte ein besseres Einfiltrationsverhalten aufweist. Es wird vermutet, daß die feinere Fraktion der beiden Stoffsysteme (T60 und T6-MT) eine Agglomerationstendenz im genannten Korngrößenbereich hat. Das kann zu einer frühzeitigen Verstopfung der Poren führen.

Die Abb. 55 zeigt für die Feinkornkomponente T6-MT eine regelmäßige Einfeldration der Fraktion 0,071 - 0,100 mm (rechte Abbildung) gegenüber der Fraktion 0,050 - 0,071 mm in das Grobkorngerüst aus Tabular Tonerde T60.

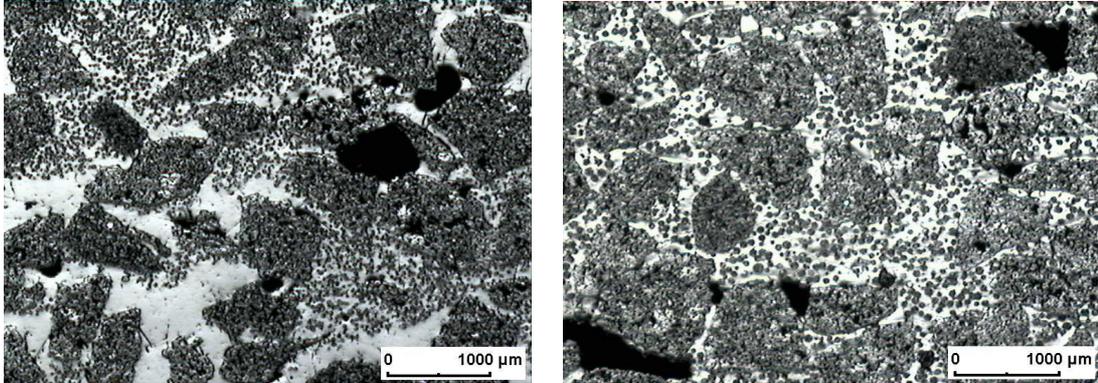


Abb. 55: Strukturen durch Einfeldration des Feinkornsystems T6-MT verschiedener Korngrößenbereiche (links: 0,050 - 0,071 mm; rechts: 0,071 - 0,100 mm) in ein T60 - Grobkorngerüst.

Die gleiche Tendenz wurde auch bei einer Einfeldration des Rohstoffsystems Tabular Tonerde T60 verschiedener Korngrößenbereiche (0,050 – 0,071 mm und 0,071 – 0,100 mm) in das Grobkorngerüst aus Tabular Tonerde T60 (0,80 – 1,00 mm) festgestellt.

Schluffolgerungen:

- Die durch diese Arbeit erzielten Ergebnisse zeigen, daß auch eine Einfeldration feiner Fraktionen in ein starres Gerüst prinzipiell möglich ist. Grundsätzlich ist auf eine niedrige Dosierung der Feinkornfraktion (g/s) zu achten, weil bei einem starren Gerüst die Verstopfungsgefahr größer ist als im Fall eines vibrationsverdichteten Grobkornbettes.
- Eine homogene Hohlraumstruktur des Grobkorngerüstes (gleichmäßigere Porengröße, engere Porengrößenverteilung bei dem Korund-Vollkugeln-Gerüst aufgrund der kugelförmigen Ausgangskörnung) führt zu einer besseren Einfeldration der Feinkornfraktion. Unterschiede bezüglich des verbleibenden Hohlraumvolumenanteils von bis zu 8 % bei der Einfeldration gleicher Feinkornfraktion in verschiedene Gerüste konnten festgestellt werden (Tab. 31 und 32).

- Die Auswertungen der Ergebnisse weisen darauf hin, daß das spezifische Gewicht der einzufiltrierenden Fraktion einen wichtigen Einflußfaktor auf den Einfeldationsprozeß darstellt. Das heißt, je höher das spezifische Gewicht der zweiten Fraktion, um so größer ist die Wahrscheinlichkeit auch feinere Korngrößenbereiche der ausgewählten Fraktion in das starre Gerüst einzufiltrieren zu können. Eine sehr günstige Variante für den Einfeldationsvorgang stellt die Kombination „hohes spezifisches Gewicht – sphärische Kornform“ der Feinfraktion dar.

Diese Erkenntnis berechtigt zur Annahme, daß die aufgrund des spezifischen Gewichtes hervorgerufenen Unterschiede, bei einer Ermittlung der optimalen Fließ- und Verdichtungsbedingungen aller verwendeten einzufiltrierenden Fraktionen, noch ausgeprägter nachgewiesen werden können.

- Auch ein Einfluß der Kornform der zweiten Fraktion auf die Einfeldation läßt sich an dieser Stelle vermuten. Verallgemeinerungsfähige Aussagen können hier nicht getroffen werden. Dafür wären Untersuchungen zum Einfeldationsverhalten der zweiten Fraktionen mit unterschiedlichen Kornformen aber gleichem spezifischen Gewicht notwendig.

6 VERSUCHSDURCHFÜHRUNG ENTMISCHUNG

Die Herstellung von Schicht- bzw. Gradientenwerkstoffen können auf verschiedenen Wegen erzielt werden (z.B. durch Pressen von übereinander gebrachten Schichten unterschiedlicher Eigenschaften).

Bei der Vibrationsverdichtung von Granulatgemischen unterschiedlicher Korngrößen oder stark unterschiedlicher Dichten der einzelnen Komponenten laufen neben den Verdichtungs- auch Segregationsvorgänge ab. Unter Beachtung dieser gegensätzlichen Prozesse soll versucht werden, die Vorbedingungen für die Nutzung dieser Segregationserscheinungen zur Herstellung gradierter Werkstoffe zu schaffen. Die prinzipielle Möglichkeit der Herbeiführung der dargestellten Segregationserscheinungen in Gemischen unterschiedlicher Kornfraktionen und damit die Erzeugung von Gradienten im vibrationsverdichteten Pulverhaufwerk ist experimentell nachweisbar.

Der Entmischungsprozeß wird bekannterweise durch verschiedene Gründe hervorgerufen. Literaturangaben berichten über Einflußfaktoren wie den Durchmesser-, Dichte-, Form- sowie Elastizitätunterschied der eingesetzten Komponenten.

Dieser Abschnitt beinhaltet orientierende Untersuchungen zur gezielten Entmischung keramischer Ausgangsstoffe mittels Vibrationsanregung. Darum wurden Ausgangsstoffe mit unterschiedlichen mittleren Durchmessern von gleicher stofflicher Beschaffenheit eingesetzt. Die Untersuchungen zur Ermittlung der optimalen Vibrationsparameter erfordern jedoch als unabdingbare Voraussetzung auch Lösungen zur Entformung der vibrationsverdichteten und dabei gradierten Proben aus der Martize.

6.1 AUSGEWÄHLTES ROHSTOFFSYSTEM

Unter Berücksichtigung der Rohstoffeigenschaften wurde für die Durchführung der Arbeiten das Rohstoffsystem Korund-Vollkugel der Fa. Mühlmeier ausgewählt. Eine Übersicht der gewählten Fraktionen mit ihrer für die Entmischung wichtigen Eigenschaften wird in der Tabelle 26 wiedergegeben:

Fraktion [mm]	Kornform	Dichte [g/cm ³]	Anteil [%-Vol.]
0,50 – 0,63	sphärisch	3,6406	50
2,00 – 2,50	sphärisch	3,6731	50

Tabelle 33: Gewählte Fraktionen für die Entmischungsversuche

Das Durchmesser Verhältnis der gewählten Fraktionen $D_{\text{grob}} : D_{\text{fein}}$ betrug 3,98. Es konnte davon ausgegangen werden, daß eine gute Entmischung der Komponenten möglich ist.

6.2 VERSUCHSAUFBAU UND VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die experimentelle Einrichtung zur Untersuchung der Entmischung von zwei im Durchmesser unterschiedlichen Fraktionen unter Vibrationsanregung ist im Anhang G schematisch dargestellt.

Der verwendete Stempel diente zur Verspannung des Glasrohres (Innendurchmesser 30 mm) mit dem Vibrator, so daß eine dämpfungsfreie Übertragung der erzeugten Vibrationsanregung gesichert wurde. Durch den Einsatz des Glasrohres konnte die eingetretene Entmischung direkt beobachtet und so gleichzeitig Entscheidungen für weitere Schritte getroffen werden.

6.2.1 Optimierung des Entmischungsprozesses

Die Variation der Vibrationsparameter für eine gezielte Entmischung wurde aufgrund der existierenden Literaturangaben festgelegt.

So wurden Entmischungsverhalten von Mischungen der Fein – und Grobfraction (50 % - Vol. Feinkomponente, 50 % - Vol. Grobkomponente, Säulenhöhe 22 mm) bei einer Variation der Beschleunigung zwischen 1 und 10 g und einer gleichzeitigen Variation der Frequenz zwischen 50 und 250 Hz durchgeführt. Auf eine Belastung der Schüttgutsäule während der Entmischung wurde verzichtet, da die Belastung eine hemmende Wirkung auf den Entmischungsprozeß ausübt.

In dem untersuchten Variationsbereich konnte folgendes tendenzielle Verhalten der Mischung festgestellt werden:

- Bei niedrigeren Beschleunigungen (2 – 4 g) nimmt der Entmischungseffekt bei einer Erhöhung der Frequenz stetig zu.
- Bei höheren Beschleunigungen (> 7 g) nimmt der Entmischungseffekt bei einer Zunahme der Frequenz zuerst zu, registriert ein Maximum, um dann mit einer weiteren Erhöhung der Frequenz wieder abzunehmen.
- Für eine bestimmte Frequenz nimmt die Entmischungszeit bei einer Zunahme der Beschleunigung ab.

Eine Erklärung für diese Entwicklungstendenzen kann durch die bei bestimmten Vibrationsparametern (Frequenz und Beschleunigung) erzeugten Amplituden gegeben werden:

1. Niedrige Frequenzen und Beschleunigungen führen zu höheren Amplituden, eine zunehmend turbulente Bewegung der Mischung mit steigender Frequenz ist dadurch festzustellen, was unkontrollierte Entmischung zur Folge hat.
2. Höhere Frequenzen und Beschleunigungen verursachen niedrigere Amplituden; es ist eine verminderte Bewegung der Mischungskomponenten mit eingeschränkten Entmischungseffekten festzustellen.
3. Zwischen den minimalen und maximalen Werten der Vibrationsparameter existieren Kombinationen von Frequenz und Beschleunigung, bei denen eine in der Intensität optimale Entmischung stattfinden kann. Die optimale Entmischung ist allerdings für jedes untersuchte System unter Berücksichtigung des Durchmesserhältnisses experimentell zu ermitteln.

Aufgrund dieser Beobachtungen konnte festgestellt werden, daß für das genannte Rohstoffsystem der höchste Entmischungsgrad unter einer Vibrationsanregung von 10 g (Beschleunigung) und 150 Hz (Frequenz) erreicht werden kann.

Allgemein konnte ein starker Einfluß der Anregungszeit auf die Entmischung festgestellt werden. Ausgehend von dieser Tatsache wurde die optimale Entmischungszeit gezielt unter den Vibrationsbedingungen 10 g und 150 Hz untersucht und ermittelt.

Charakteristisch für den Entmischungsprozeß bei diesen optimalen Vibrationsbedingungen ist, daß der Entmischungszustand in einer relativ kurzen Zeit erreicht wird. Die Variation der Entmischungszeit wurde deshalb zwischen 0 und 30 s untersucht. Es konnte festgestellt werden, daß nach 15 s Entmischungsdauer ein guter und gleichzeitig maximaler Entmischungszustand erreicht wurde. Bei einer Erhöhung der Entmischungszeit über 15 s wurde eine Verschlechterung des Entmischungszustandes aufgrund eines wieder eintretenden Mischprozesses beobachtet (Abb. 56 - 58).

6.2.2 Untersuchungen zur Entformung entmischter Fraktionen

Für die Optimierung der Entmischung verschiedener Fraktionen gleichem spezifischen Gewichtes, die im Abschnitt 6.2.1 durchgeführt wurde, kamen lose Schüttungen zur Anwendung. Ein weiteres Ziel dieser Arbeit bestand darin, auch einen Lösungsweg zur Entformung bereits entmischter Fraktionen vorzuschlagen.

Zum Erhalt einer für die Entformung notwendige Festigkeit ist die Ausbildung von Binderbrücken zwischen den einzelnen Körnern absolut notwendig. Es wird hier die Variante des Einbringens der Binderphase auf die Kornoberfläche, bevor der Entmischungsprozeß stattfindet, bevorzugt.

Dafür wird die lose Körnung ausgewählter Fraktionen mit einer Binder-Wasser-Schicht umhüllt. Als Binder kommt der schon vorgestellte Budapur 4 (Anhang C) zur Anwendung. Die Beschichtungszusammensetzungen entsprechen den in der Tabelle 34 dargestellten Angaben:

Zusammensetzung	Feinfraktion (0,50 – 0,63 mm)	Grobfraktion (2,00 – 2,50 mm)
Korund-Vollkugel [%]	92,97	94,96
Budapur 4 [%]	3,78	2,48
Wasser [%]	3,25	2,56

Tabelle 34: Beschichtungszusammensetzung der zu entmischenden Fraktionen.

Die Einbringung der Beschichtung auf die Kornoberfläche wird entsprechend der im Abschnitt 3.4.1 dargestellten Vorgehensweise durchgeführt. Die mit der Binder-Wasser-Hülle überzogene Körnung wird im Trockenschrank getrocknet und anschließend als lose, mit Binder beschichtete Körnung für die Entmischung weiter verwendet.

Zur Herstellung entmischter und stabiler Strukturen werden Al-Rohre mit einem Innendurchmesser von 30 mm als Matrize eingesetzt. Die Mischungen der ausgewählten Fraktionen werden bei 10 g / 150 Hz / 15 s entmischt und einer weiteren Behandlung für 24 Stunden bei 40°C und 80 % Luftfeuchtigkeit im Klimaschrank unterzogen. Es wird dadurch eine Anfeuchtung der Kontaktstellen zwischen den Körnern mit der Ausbildung von Binderbrücken bezweckt. Die hygroskopischen Eigenschaften des Binders unterstützen zweckmäßig den Bindeprozeß.

Für eine Fixierung der entmischten Strukturen werden nach der Klimaschrank-Behandlung die Proben für 15 s bei 20 g, 225 Hz und 28 kPa Auflast vibrationsverdichtet. Durch die angewandte Belastung findet keine weitere Entmischung oder Mischung der Körner innerhalb der Strukturen mehr statt.

Nach der Trocknung im Trockenschrank erfolgte die Entformung und die anschließende Sinterung bei 1150°C.

Die Entmischungszustände ausgewählter Fraktionen nach 15 s und nach 30 s Vibrationszeit sowie der Zustand vor der Entmischung wurden aufgenommen und sind in den Abb. 56 bis 58 wiedergegeben:

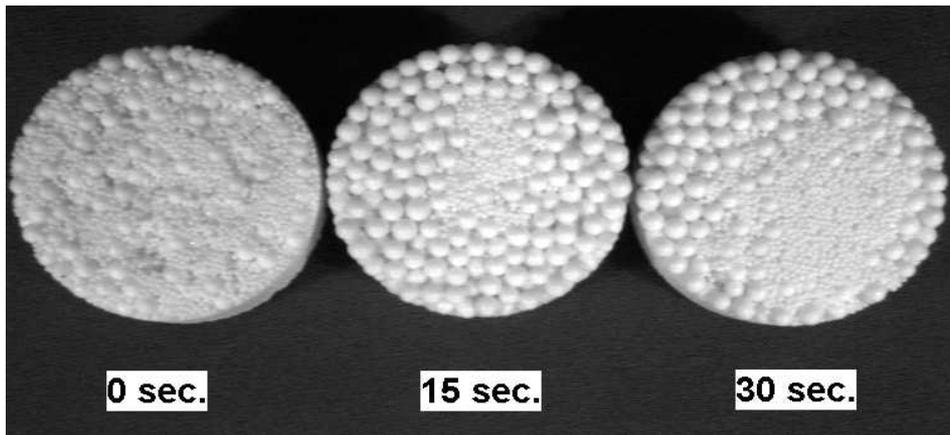


Abb. 56: Entmischungszustand der Oberfläche nach unterschiedlichen Entmischungszeiten.

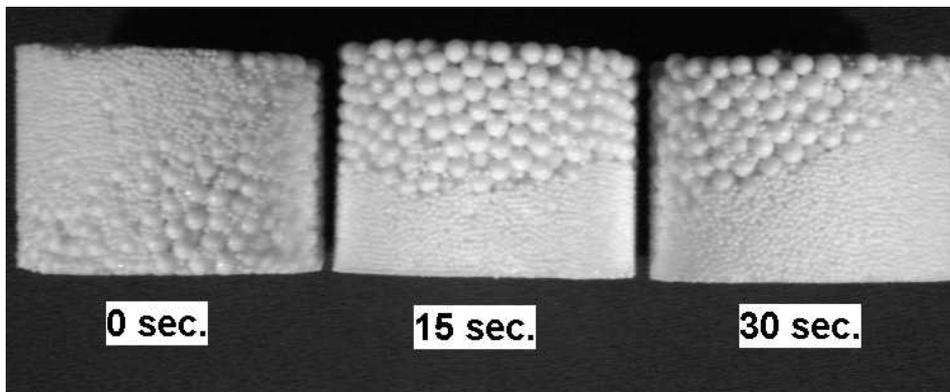


Abb. 57: Darstellung des Entmischungszustandes nach unterschiedlichen Entmischungszeiten.

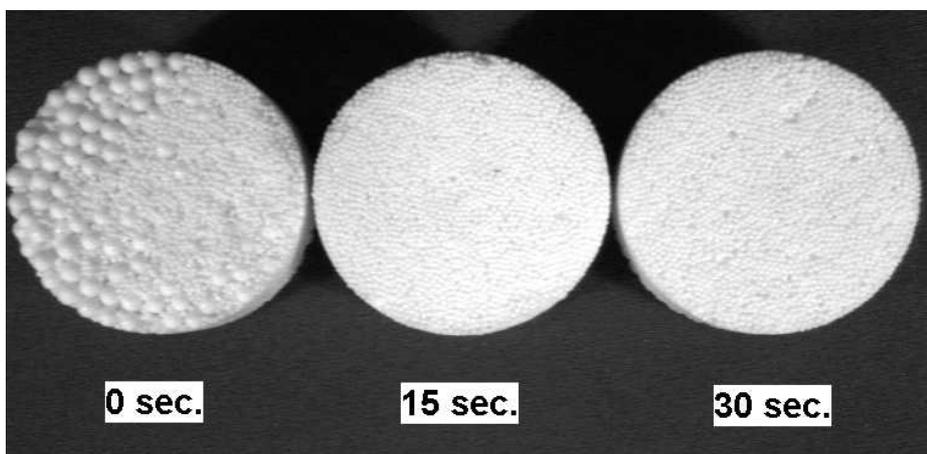


Abb. 58: Entmischungszustand der Bodenfläche nach unterschiedlichen Entmischungszeiten.

Der Entmischungszustand für unterschiedliche Entmischungszeiten kann auch auf dem Längsschnitt über die Gesamthöhe beobachtet werden:

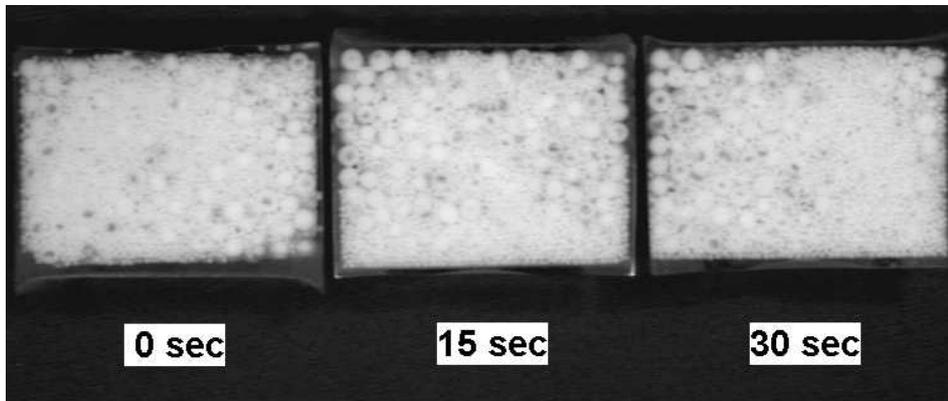


Abb. 59: Entmischungszustand der Strukturen im Längsschnitt.

6.3 AUSWERTENDE DISKUSSION DER ERGEBNISSE

Aufgrund der durchgeführten Untersuchungen können folgende Schlußfolgerungen getroffen werden:

1. Es konnte festgestellt werden, daß sowohl die Amplitude als auch die Frequenz einen direkten Einfluß auf die Entmischung ausgewählter Fraktionen haben.
2. Die Literaturangaben [57] über einen reduzierten Entmischungszustand bei höheren Frequenzen und niedrigeren Beschleunigungen sowie einer proportionalen Abnahme der Entmischungszeit bei einer konstanten Frequenz mit Zunahme der Beschleunigung wird an dieser Stelle bestätigt.
3. Für die untersuchten Vibrationsbereiche und Durchmesserhältnisse ($D/d = 4$) wird eine maximale Entmischung bei der höchsten untersuchten Beschleunigung von 10 g und einer mittleren Frequenz von 150 Hz beobachtet.
4. Bezüglich der durch die Entmischung hergestellten Strukturen wird eine vollständige Entmischung in direkter Behälterwandnähe sowie an der Bodenfläche festgestellt (Abb. 56 - 58).
5. Wenn man gedanklich die Struktur in zwei Hälften teilt, so findet in der oberen Hälfte eine Anreicherung der groben Fraktion statt, wobei eine eingeschränkte Menge feiner Fraktion gleichfalls festzustellen ist. Die Anreicherung der groben

Fraktion nimmt in Oberflächen- sowie Behälterwandnähe zu. Analoge Erkenntnisse können über die feine Fraktion getroffen werden. So ist in der Bodenfläche überwiegend die feine Fraktion angereichert.

6. Durch gezielte Binderzugaben und eine spezifische Entformungsvariante der bereits entmischten Fraktionen wird die notwendige Festigkeit für eine einwandfreie Handhabung der hergestellten Strukturen erreicht. Die nach der Sinterung entstandene Festigkeit ($\sigma = 18,87 \text{ MPa}$) erlaubt weitere Untersuchungen der gesinterten Körper.
7. Abschließend kann davon ausgegangen werden, daß durch eine gezielte Vibrationsanregung eine Entmischung keramischer Körnungen unterschiedlicher Korngrößenbereiche bei gleicher stofflicher Beschaffenheit unter Berücksichtigung des Durchmesserverhältnisses grundsätzlich möglich ist. Die Herstellung von definierten und über die Höhe unterschiedlichen Gefügestrukturen durch die Vibrationsverdichtung bietet sich an dieser Stelle an.
8. Bei einer Weiterführung dieser orientierenden Untersuchungen werden für die Charakterisierung der Entmischungsqualität Versuche zur Ermittlung der Entmischungskoeffizienten vorgeschlagen.

7 ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Entsprechend der Zielstellung dieser Arbeit wurden eng begrenzte Korngrößenbereiche der Ausgangskörnung vibrationsverdichtet und ein Zustand erreicht, der bei bestimmten Vibrationparametern als stabil und reproduzierbar bezeichnet werden kann. Eine definierte und reproduzierbare Struktur wurde unter einer Vibrationsanregung mit einer Frequenz von 225 Hz, einer Beschleunigung von 20 g, einer Belastung von 28 kPa und einer Vibrationsdauer von 60 s erreicht.

Auf Grundlage dieser Untersuchungen wurden anschließend mittels einer Versuchsplanung stabile Formkörper hergestellt, die einerseits eine ausreichende Festigkeit (1 – 14 MPa), als auch andererseits eine definierte offene Porenvolumenstruktur (40 % - 45 %) nachweisen konnten. Ein direkter Einfluß der ausgewählten Bindersysteme (Sinterkurve, erreichte Grün- und Sinterfestigkeit, Hochtemperaturverhalten) auf die Eigenschaften der vibrationsverdichteten Strukturen konnte festgestellt werden.

Die Reproduzierbarkeit der durch Vibrationsverdichtung hergestellten Strukturen wurde anhand geringer Standardabweichungen (< 5 %) der ermittelten Packungsdichten als auch der untersuchten Strukturcharakteristika (Gasdurchlässigkeit, Porengröße- und Porengrößenverteilung, Festigkeit) nachgewiesen. Unterschiedliche mittlere Porendurchmesser sowie unterschiedliche Porengrößenverteilungen beim Einsatz verschiedener eng begrenzter Korngrößenbereiche sprechen für die Einsatzmöglichkeit der Vibrationsverdichtung zur Herstellung von keramischen Filterwerkstoffen.

Untersuchungen zur Einfiltration einer Feinkornfraktion in ein starres Gerüst zeigten, daß die Hohlraumstruktur des Gerüsts sowie die Eigenschaften der einzufiltrierenden Feinfraktion (spezifisches Gewicht, Kornform, Kornbreite) den Einfiltrationsprozeß stark beeinflussen. Unter Beachtung dieser Einflußgrößen und der für die Einfiltration optimalen Vibrationparameter, bietet sich die Vibrationsverdichtung für die Herstellung von Gradientenwerkstoffen an.

Auch ein Einsatz der Vibrationsverdichtung zur gezielten Entmischung eines aus unterschiedlichen Körnungen zusammengesetzten keramischen Rohstoffgemisches konnte mit dieser Arbeit bestätigt werden. Unter Beachtung des Durchmesserverhältnisses $D_{\text{grob}} : D_{\text{fein}}$ wurde für das untersuchte Rohstoffsystem eine

maximale Entmischungserscheinung bei einer Beschleunigung von 10 g, einer Frequenz von 150 Hz und nach einer Vibrationsdauer von 15 s beobachtet werden.

LITERATURVERZEICHNIS

1. Heidenreich, E.: Verarbeitungstechnik. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1978.
2. Walz, K.: Rüttelbeton. Verlag W. Ernst und Sohn, Berlin 1960.
3. Rudolph, K.; Roßbach, H.: Einfluss von dynamischen Parametern bei der elektrodynamischen Vibrationsverdichtung von UO_2 -Granulat. In: Jahresbericht 1981 Bereich Kernbrennstoffforschung, ZfK-489 (1982), S. 42-44.
4. Rudolph, K.; Krompaß, R.; Kurze, W.: Beitrag zur Anwendungsmöglichkeit der Vibrationsverdichtung bei der Herstellung von Targetelementen. In: Jahresbericht 1982 Bereich Kernbrennstoffforschung, ZfK-510 (1983), S. 3-4.
5. Rudolph, K.: Herstellung einer ZrO_2 -Keramik durch Anwendung der Vibrationsverdichtung. In: Jahresbericht 1983 Bereich Kernbrennstoffforschung, ZfK-544 (1984), S. 27-29.
6. Rudolph, K.; Wibbeler, H.; Heinecke, U.: Untersuchungen zur Vibrationsverdichtung von Sr-Ferritpulver. In: Jahresbericht 1984 Bereich Kernbrennstoffforschung, ZfK-571 (1985), S. 141-143.
7. Rudolph, K.; Pietzsch, H.: Vibrationsverdichten von Keramikpulvern beim Füllprozess von Formen für das isostatische Pressen. In: Jahresbericht 1985 Bereich Kernbrennstoffforschung, ZfK-599 (1986), S. 16-17.
8. Rudolph, K.: Einfluss von Polyvinylalkohol und Wasser bei der Vibrationsverdichtung von ZrO_2 -Pulvern. In: Jahresbericht 1986 Bereich Kernbrennstoffforschung, ZfK-629 (1987), S. 15-16.
9. Rudolph, K.; Schuster, G.: Zum Einfluss einer mechanischen Vorbehandlung von ZrO_2 -Pulver auf die Verdichtbarkeit. In: Jahresbericht 1987 Bereich Kernbrennstoffforschung, ZfK-645 (1988), S. 17-18.
10. Rudolph, K.; Anwand, W.; Ullmann, H.: Powder metallurgical preparation of superconducting Y-Ba-Cu oxide ceramics. In: Annual Report 1988 Department of Nuclear Fuel Research, ZfK-682 (1989), S. 1-2.
11. Künstler, K.; Rudolph, K.; Strienitz, R.: Behavior of solid electrolyte ceramics in copper melts. In: Annual Report 1989 Department of Nuclear Fuel Research, ZfK-713 (1990), S. 81-83.

12. Krompaß, R.; Rudolph, K.; Steinkopff, H.: Vibrationsverdichtung von Kernbrennstoff. In: Kernenergie 27 (1984), Nr. 10, S. 413-418.
13. Rudolph, K.: Vibrationsverdichtung - eine alternative Form der Verdichtung keramischer Materialien und Schüttgüter. In: XII Konferenz über Feuerbetone, 14.-15.11.1995 Prag, Tagungsband, S. 53-74.
14. Thomas, Gereon: Untersuchungen zur Anwendung von Brennstoffkernen in Hüllrohren. Aachen, Fakultät für Bergbau und Hüttenwesen der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule, Diss., 1981.
15. McGeary, R. K.: Mechanical Packing of Spherical Particles. In: J. Am. Ceram. Soc., 44 (1961), Nr.10, S.513-522.
16. Furnas, C. C.: Grading Aggregates; I-Mathematical Relations for Beds of Broken Solids of Maximum Density. In: Industrial and Engineering Chemistry, 23 (1931), Nr. 9, S. 1052-1058.
17. Ayer, J. E.; Soppet, F. E.: Vibratory Compaction: I, Compaction of Spherical Shapes. In: J. Am. Ceram. Soc. , 48 (1965), Nr. 4, S. 180-183.
18. Ayer, J. E.; Soppet, F. E.: Vibratory Compaction: II, Compaction of Angular Shapes. In: J. Am. Ceram. Soc. , 49 (1966), Nr. 4, S. 207-210.
19. Manegold, E.; Hofmann, R.; Solf, K.: Ueber Kapillarsysteme XII.; I. Die mathematische Behandlung idealer Kugelpackungen und das Hohlraumvolumen realer Gerüststrukturen. In: Kolloid-Zeitschrift, 56, Heft 2 (1931), S.142-159.
20. Hammon, U.; Kotter, M.: Herstellung von Formkörpern mit definierter Porenstruktur. In: Chem.-Ing.-Tech., 56 (1984), Nr. 6, S. 455-463.
21. Bast, J.; Wruck,G.: Vibrationspressen - Ein Verfahren zur Formstoffverdichtung / Teil I: Verfahrensanalyse und mathematische Modellierung. In: Giesereitechnik, 34 (1988), Heft 7.
22. Bast, J.; Wruck,G.: Vibrationspressen - Ein Verfahren zur Formstoffverdichtung / Teil II: Verfahrenstechnische Untersuchungen. In: Giesereitechnik, 34 (1988), Heft 8.
23. Bast, J.; Nikolov, K.: Mathematische Modellierung der Verdichtungs Vorgänge bei der Formherstellung für das Vollformgießverfahren. In: Giesereiforschung, 45 (1993), Nr. 4.
24. Ferrari, S.: RT / ING (70), S. 22.
25. Rudolph, K.: Vibrationsverdichtungsversuche an Formsanden. Erprobungsbericht, Zentralinstitut für Kernforschung Rossendorf, Nov. 1982.

26. Rudolph, K.: Untersuchungen zur Vibrationsverdichtung enger Teilchenfraktionen aus verdüsten Cu-Basis-Pulvern. Erprobungsbericht, TU Bergakademie Freiberg, 1995.
27. van Asbroeck, Ph.: *Energia Nucleare*, Bd. 13, Heft 7, S. 371-380.
28. Nikolov, K.: Beitrag zur Formherstellung durch Vibrationsverdichtung beim Vollformgießen. Freiberg, Fak. Für Maschinenbau, Verfahrens- und Energietechnik der Technischen Universität Bergakademie Freiberg, 1996, Diss.
29. Schatt, W.: Pulvermetalurgie. Sinter und Verbundwerkstoffe, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig, 3. Auflage (1988), ISBN 3-342-00409-6.
30. Ayer, J. E.: The Packing of Fueled Spheres. In: CONF 700502, Mai 1970, S. 310-316.
31. Crosby, E. J.: Flow properties of dry particulates. In *Am. Perfumer* 75, Heft 9 (1960), S. 43-48.
32. Gray, W. A.: *The Packing of Solid Particles*, Chapman and Hall, London, 1968.
33. Bo, M. K.; Freshwater, D. C.; Scarlett, B.: The Effect of Particle-Size Distribution on the Permeability of Filter Cakes. In *Trans. Instn. Chem. Engrs*, Vol. 43 (1965), S. T228-T232.
34. Scott, G. D.: Packing of Spheres. In: *Nature*, 188 (1960), S. 908-909.
35. Bernal, J. D.; Mason, J.: Co-ordination of Randomly Packed Spheres. In: *Nature*, 188 (1960), S. 910-911.
36. Scott, G. D.: Radial Distribution of the Random Close Packing of Equal Spheres. In: *Nature*, 194 (1962), S. 956-958.
37. Scott, G. D.; Mader, D. L.: Angular Distribution of Random Close-packed Equal Spheres. In: *Nature*, 201 (1964), S. 382-383.
38. Levine, M. M.; Chernick, J.: A Numerical Model of Random Packing of Spheres. In: *Nature*, 208 (1965), S. 68-69.
39. Visscher, W. M.; Bolstreli, M.: Random Packing of Equal and Unequal Spheres in Two and Three Dimensions. In: *Nature*, 239 (1972), S. 504-507.
40. Michenfelder, C.: *Handbuch der Fördertechnik*, A. Ziemsen Verlag Wittenberg, 1950.
41. Pfeifer, H.: *Grundlagen der Fördertechnik*, Friedr. Vieweg & Sohn Verlag, Braunschweig / Wiesbaden, 1989, ISBN 3-528-44061-9.
42. Boenisch, D.: Besonderheiten der Gasdruckverdichtung von Naßgußanden-Teil 1. In: *Gieserei* 69 (1982), Heft 21, S. 593-598.

43. Boenisch, D.: Grundlagen der Vibrationsverdichtung von Kernsand. In: Giesserei 56 (1969), Nr.22, S.645-651.
44. Boenisch, D.: Besonderheiten der Gasdruckverdichtung von Naßgußsand-Teil 2. In: Gieserei 69 (1982), Heft 23, S.664-66.
45. Fowler, R. T.: A Study of the Variables affecting the Segregation of Granular Solids by Gravity Discharge from Bins or Hoppers, Part I: Segregation of Granular Materials of Different Particle Size. In: Austral. J. Chem. Eng., Dec.(1960), S. 9-15.
46. Fowler, R. T.: A Study of the Variables affecting the Segregation of Granular Solids by Gravity Discharge from Bins or Hoppers, Part II: Segregation of a Mixture of Granular Materials of Different Particle Size and Different Specific Gravity. In: Austral. J. Chem. Eng., Aug.(1961), S. 17-20.
47. Williams, J. C.; Shields, G.: The Segregation of Granules in a Vibrated Bed. In: Powder Technnology, 1 (1967), S. 134-142.
48. Matthee, H.: Segregation Phenomena relating to Bunkering of Bulk Materials: Theoretical Considerations and Experimental Investigations. In: Powder Technology, 1 (1967/1968), S. 265-271.
49. Lawrence, L. R.; Beddow, J. K.: Some Effects of Vibration upon Powder Segregation during Die Filling. In: powder Technology, 2 (1968/1969), S. 125-130.
50. Campbell, A. P.; Bridgwater, J.: The Mixing of Dry Solids by Percolation. In: Trans. Instn. Chem. Engrs., Vol. 51 (1973), S. 72-74.
51. Williams, J. C.: The Segregation of Particulate Materials. A Review. In: Powder Technology, 15 (1976), S. 245-251.
52. Donsi, G.; Ferrari, G.; Formisani, B.: On the Segregation Mechanism of Percolating Fines in Coarse-Particle Fluidized Beds. In: Powder Technology, 55 (1988), S. 153-158.
53. Matchett, A. J.: Critical state model for vibration in particulate systems. In: Powder Technology, 70 (1992), S. 63-70.
54. Jaeger, H. M.; Nagel, S. R.: Physics of the Granular State. In: Science, Vol. 255 (1992), S. 1523-1531.
55. Fiske, T. J.; Railkar, S. B.; Kalyon, D. M.: Effects of segregation on the packing of spherical and nonspherical particles. In: Powder Technology, 81 (1994), S.57-64.

56. Bridgwater, J.: The mixing of cohesionless powders. In: Powder Technology, 5 (1971/1972), S.257-260.
57. Ahmad, K.; Smalley, I. J.: Observation of particle segregation in vibrated granular systems. In: Powder Technology, 8 (1973), S. 69-75.
58. Rosato, A.; Prinz, F.: Monte Carlo Simulation of Particulate Matter Segregation. In: Powder Technology, 49 (1986), S. 59-69.
59. Hsiau, S. S.; Yu, H. Y.: Effect of Particle Densities of Binary Mixtures on Segregation in a Vibrated Granular Bed. In: J. Chinese Soc. Mech. Eng., Vol. 18 (1997), S. 95-99.
60. Hsiau, S. S.; Yu, H. Y.: Segregation phenomena in a shaker. In: Powder Technology, 93 (1997), S. 83-88.
61. Muecklich, F.; Beinstingel, S.; Arnold, W.: Investigations of Vibration Induced Particle Segregation for the Processing of FGM. In: Material Science Forum, Vols. 308-311 (1999), S. 25-30.
62. Randall, G. M.: Factors affecting Particle Packing. In: Particle Packing Characteristics, Metal Powder Industries Federation, Princeton, New Jersey 1989, ISBN 0-918404-83-5, S. 53-81.
63. Lahr, H.: Herstellung und Eigenschaften von Partikelbrennstoff. In: Kerntechnik 19 (1977), Nr. 4, S. 159-164.
64. Nicht, E. M.: Untersuchungen zum Filtrationsverhalten sphärischer Granulate. Forschungsbericht 1978, Zentralinstitut für Kernforschung Rossendorf.
65. Nicht, E. M.: Filtrationsverhalten vom sphärischem Kernbrennstoff, Forschungsbericht 1979, Zentralinstitut für Kernforschung Rossendorf.
66. VEB Thüringer Industriewerk Rauenstein: Bedienungsanleitung zum Schwingprüfstand ST 5000/300/1.
67. Kurtenbach, D.: Untersuchungen zur Herstellung von Hochtemperaturfilterwerkstoffen unter Anwendung der Vibrationsverdichtung, Diplomarbeit TU Bergakademie Freiberg (D 1350), 1995.
68. Scheffler, E.: Einführung in die Praxis der statistischen Versuchsplanung. 2. stark überarbeitete Auflage, VEB Deutscher VERLAG FÜR Grundstoffindustrie, Leipzig, 1974.
69. Storm, R.: Wahrscheinlichkeitsrechnung mathematische Statistik und statistische Qualitätskontrolle. 7., neu bearbeitete und erweiterte Auflage, VEB Fachbuchverlag Leipzig, 1979.

70. Rudolph, K.: Anwendung mathematisch-statistischer Methoden bei der Durchführung und Auswertung von Untersuchungen zum polydispersen Brennstoff am elektrodynamischen Vibrator V 1007, ZfK Rosendorf, 1980.
71. Schulle, W.; Rudolph, K.; Börner, F.-D.: Untersuchungen zur Anwendung der Vibrationsverdichtung für die Herstellung von keramischen Hochtemperaturfilterwerkstoffen. In: Werkstoffwoche 98, Band VII, Simposium 9, Keramik, WILEY-VCH, S.705-710.
72. Paetsch, D.: Mathematisch-statistische Untersuchungen an Mischungen mit drei Komponenten. In: Sprechsaal, 107. (1974), S. 1022-1028.
73. Paetsch, D.: Erfahrungen mit mathematisch-statistischen Versuchsplänen zur Lösung keramischer Probleme. In: Ber. Dt. Keram. Ges., Vol 51 (1974), Nr. 2, S. 38-42.
74. Schlittgen, Rainer: Einführung in die Statistik. Analyse und Modellierung von Daten, 8., bearbeitete und erweiterte Auflage, Oldenburg 1989, ISBN 3-486-24797-2.
75. Häfner, F.; Heeg, W.: Durchlässigkeitsmessung. Praktikum zur Geohydrodynamik, TU BA Freiberg, Fakultät für Geotechnik und Bergbau, 1979.
76. Saltikov, S. A.: Stereometrische Metallographie, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1974, S. 262-266.
77. Ohser, J.; Lorz, U.: Quantitative Gefügeanalyse. Theoretische Grundlagen und Anwendung. In: Freiburger Forschungshefte, B276, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig Stuttgart, 1985, S.115-118.
78. IMTRONIC GmbH Systemhaus für Bildverarbeitung: ImageC Anwenderdokumentation. EPQ Gefügebestimmung mit Punktanalyse und Linearanalyse.
79. Melzer, D.: Stoffvermittlung und Substanzanalyse zur Ausbildung in der Fachrichtung Silikattechnik, 1. Lehrbrief "Stoffvermittlung", Druckerei Zwickau GmbH, 1992, S.5-14.
80. Harders, F; Kienow, S.: Feuerfestkunde. Herstellung Eigenschaften und Verwendung feuerfester Baustoffe, Springer-Verlag Berlin / Göttingen / Heidelberg, 1960, S. 70-75.
81. Lahr, H.: Fabrication, properties and irradiation behaviour U/Pu-particle fuel for leight water reactors. In: Nuclear Technology, 31 (1976), S.183-189.

82. Botta, F.; Stireli, F.; Leute, H.: Bestrahlungsversuche. In EIR-Berichte 207, Jahresbericht 1971, S. 81-99.
83. Norm DIN EN 993-8 (1997): Prüfverfahren für dichte geformte feuerfeste Erzeugnisse. Teil 8: Bestimmung des Erweichensverhaltens unter Druck (Druckerweichen).
84. Norm DIN EN 993-9 (1997): Prüfverfahren für dichte geformte feuerfeste Erzeugnisse. Teil 8: Bestimmung des Druckfließverhaltens.
85. Offenlegungsschrift 2 107 600: Verfahren zur Vibrationsverdichtung von Spaltmaterial. Anmeldetag: 17.02.1971, Offenlegungstag: 26.08.1971, Anmelder Belgonucleaire; Centre d'Etude de l'Energie Nucleaire; Brüssel.
86. Bechtel, H.; Ploss, G.: Über das Abbinden von keramischen Rohstoffen mit Monoaluminiumphosphat-Lösung (Feuerfestbinder 32). 1. Teil. In: Ber. DKG 37(1960), Heft 8, S.362-367.
87. Bechtel, H.; Ploss, G.: Über das Abbinden von keramischen Rohstoffen mit Monoaluminiumphosphat-Lösung (Feuerfestbinder 32). 2. Teil. In: Ber. DKG 40(1963), Heft 7, S.399-408.
88. Kolb, L.: Untersuchungen über Aluminiumphosphat als Hochtemperaturbinder. In: Silikattechnik 16 (1965), Heft 5, S. 160-165.
89. Kupzog, E.; Koltermann, M.; Bartha, P.: Untersuchungen zur Bindung feuerfester Werkstoffe mit Monoaluminiumphosphat-Lösung. In: Ber. DKG 44 (1967), Heft 9, S. 445-452.
90. Appelt, R.: Aluminiumoxid und seine Bindung mit Monoaluminiumphosphat: In: Sprechsaal, Vol. 116 (1983), Heft 9, S. 765-773.
91. Bartha, P.; Lehmann, H.; Koltermann, M.: Untersuchungen zur Bindung keramischer Werkstoffe mit H₃PO₄. In: Ber. DKG 48 (1971), Heft 3, S.111-115.
92. Chvatal, T.: Stand der feuerfesten Phosphatbindung heute. In: Sprechsaal, Vol. 108 (1975), S. 576-589.
93. Köhne, V.; Peek, W.: Monoaluminiumphosphat als Bindemittel in der Praxis. In: Sprechsaal für Keramik-Glas-Email-Silikate, 100 Jahrg., Nr.21, S.830-832.
94. Schulle, W.; Ullrich, B.; Uebel, J.: Möglichkeiten der Bindung von hochtonerdehaltigen, grobkeramischen, temperaturwechselbeständigen Korundwerkstoffen. In: Silikattechnik 36 (1985), Heft 5, S. 142-148.

95. Rudolph, K.; Börner, F.-D.: Laborbericht zum Forschungsprojekt Salzdettfurth II / Untersuchungen zum Dichteelement (1996-2001), Kali- u. Salz Beteiligung AG Kassel / TU BAF.
96. Flörke, O. W.: Kristallisation und Polymorphie von AlPO_4 und $\text{AlPO}_4\text{-SiO}_2$ -Mischkristallen. In: Zeitschrift für Kristallographie, Bd. 125 (1967), S. 134-146.

ABBILDUNGS- UND BILDERVERZEICHNIS

Abb. 1: Einfluß der Frequenz und Beschleunigung auf die Dichte von Al_2O_3 / SiC (95 % / 5 %) nach einer Vibrationszeit von 30 s [7].....	7
Abb. 2: Einfluß der Beschleunigung auf die Dichte von Naturformsand bei verschiedenen Frequenzen und einer konstanten statischen Belastung (160 kPa) nach 6 s Vibrationszeit [25].....	9
Abb. 3: Einfluß der Belastung auf die Gründichte von Sr-Ferritpulver bei 200 Hz, 12,5 g und 15 s Vibrationsdauer [6].....	11
Abb. 4: Untersuchte Kornformen [17, 18].....	13
Abb. 5: Packungsdichten verschiedener Kornformsysteme in Abhängigkeit ihrer Durchmesser[18].	14
Abb. 6: Dichte über der relativen Rundheit für eine Zufallspackung monodimensioneller Partikel [62].....	15
Abb. 7: Integriertes Leerstellenvolumen in Packungen gleich großer Kugeln [30].	18
Abb. 8: Einfluß vom Behälterdurchmesser auf die erreichbare Packungsdichte eines sphärischen Einkornsystems [15].	19
Abb. 9: Einfluß der Elastizität auf die Packungsdichte [32].....	20
Abb. 10: Einfluß der Vibrationsbeschleunigung auf die Entmischung [57].....	24
Abb. 11: Entmischungskoeffizient als Funktion des Durchmesserverhältnisses von Sandmischungen verschiedener Komponenten [62].....	25
Abb. 12: Verteilung Volumenfraktionen verschiedener Komponenten einer Mischung über die Säulenhöhe des Behälters [55].	26
Abb. 13: Der Entmischungskoeffizient sowie der Feststoffanteil als Funktion der Beschleunigung für eine Glaskugelmischung von 1 und 2 mm Durchmesser [60].	27
Abb. 14: Einfluß der Vibrationsdauer auf die erreichbare Dichte bei dem Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln des Korngrößenbereiches 0,80 - 1,00 mm bei 75 Hz und verschiedenen Beschleunigungen.....	33
Abb. 15: Einfluß der Belastung auf die erreichbare Vibrationsdichte von Mullit-Hohlkugeln ($D = 0,80 - 1,00$ mm) bei einer Beschleunigung von 20 g und verschiedenen Frequenzen.	34

Abb. 16: Einfluß der Belastung auf die erreichbare Vibrationsdichte von Mullit-Hohlkugeln ($D = 0,80 - 1,00$ mm) bei einer Frequenz von 75 Hz und verschiedenen Beschleunigungen.	34
Abb. 17: Einfluß der Frequenz auf die erreichbare Vibrationsdichte von Mullit ($D=1,00 - 1,25$ mm) bei unterschiedlichen Belastungen und einer Beschleunigung von 20 g.	35
Abb. 18: Einfluß der Beschleunigung auf die erreichbare Vibrationsdichte von Mullit Hohlkugeln ($D=1,00 - 1,25$ mm) bei einer Frequenz von 75 Hz und verschiedenen Belastungen.	36
Abb. 19: Einfluß der Belastung auf die erreichbare Vibrationsdichte von Mullit (Frequenz 225 Hz, Beschleunigung 20 g).	37
Abb. 20: Einfluß der Frequenz auf die erreichbare Vibrationsdichte verschiedener Fraktionen des Rohstoffsystems Tabular Tonerde T60 bei einer Beschleunigung von 20 g und einer Belastung von 28 kPa.	38
Abb. 21: Einfluß der Frequenz auf die erreichbare Vibrationsdichte und deren Standardabweichung für Tabular Tonerde T60, für Mullit und für Korund-Vollkugeln der Korngröße 1,00 - 1,25 mm bei einer Belastung von 28 kPa und einer Beschleunigung von 20 g.	39
Abb. 22: Einfluß der Frequenz auf die erreichbare Vibrationsdichte und deren Standardabweichung von Tabular Tonerde T60 verschiedener Fraktionen ($T1 = 0,80$)	40
Abb. 23: Schematische Darstellung eines Versuchsplanes [72].	46
Abb. 24: Einfluß von Binder- ($X1$) und Wasseranteilen ($X2$) auf die Druckfestigkeit von vibrationsverdichteten und gesinterten Mullitproben des Korngrößenbereiches 0,80 - 1,00 mm.	50
Abb. 25: Einfluß von Binder- ($X1$) und Wasseranteilen ($X2$) auf die Druckfestigkeit von vibrationsverdichteten und gesinterten Mullitproben des Korngrößenbereiches 1,00 - 1,25 mm.	51
Abb. 26: Einfluß von Binder- ($X1$) und Wasseranteilen ($X2$) auf die Druckfestigkeit von vibrationsverdichteten und gesinterten Mullitproben des Korngrößenbereiches 1,25 - 1,40 mm.	52
Abb. 27: Einfluß von Binder- ($X1$) und Wasseranteilen ($X2$) auf die Druckfestigkeit von vibrationsverdichteten und gesinterten Proben des Rohstoffsystems Tabular Tonerde T60 ($D = 0,80 - 1,00$ mm).	54

Abb. 28: Einfluß von Binder- (X1) und Wasseranteilen (X2) auf die Druckfestigkeit von vibrationsverdichteten und gesinterten Proben des Rohstoffsystems Korund-Vollkugeln (D = 0,80 - 1,00 mm).	55
Abb. 29: Einfluß der Zusammensetzung von Hohlkugelmullit (0,80 – 1,00 mm) mit Na-Phosphatbinder sowie mit Wasseranteilen auf die Druckfestigkeit im gesinterten Zustand.	56
Abb. 30: Einfluß der Zusammensetzung von T60 (0,80 - 1,00 mm) mit Monoaluminiumphosphatbinder sowie mit dem Wassergehalt auf die Druckfestigkeit im gesintertem Zustand.	57
Abb. 31: Einfluß der Zusammensetzung von Korund-Vollkugeln (0,80 - 1,00 mm) mit Na-Phosphatbinder sowie mit dem Wassergehalt auf die Druckfestigkeit im gesintertem Zustand.	57
Abb. 32: Brückenbildung zwischen den Korund-Vollkugeln bei einer Zusammensetzung entsprechend des Versuchpunktes 5 aus der Versuchsplanung (S. 55).	58
Abb. 33: Brückenbildung zwischen den Korund-Vollkugeln bei einer Zusammensetzung entsprechend des Versuchpunktes 6 aus der Versuchsplanung (S. 55).	58
Abb. 34: Verteilungssumme der entstandenen Poren für das Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln verschiedener Ausgangskörnungen (K1 = 0,80 - 1,00mm, K2 = 1,40 - 1,60mm; K3=2,00-2,50mm).	68
Abb. 35: Verteilungssumme der entstandenen Poren für das Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln verschiedener Ausgangskörnungen (K1 = 0,80 - 1,00mm, K2 = 1,40 - 1,60mm; K3 = 2,00 - 2,50mm) (logarithmische Darstellung).	69
Abb. 36: Anteil verschiedener Porenklassen für das System Korund-Vollkugeln (K1 = 0,80 - 1,00 mm; K2 = 1,40 - 1,60 mm; K3 = 2,00 - 2,50 mm).....	69
Abb. 37: Verteilungssumme der entstandenen Poren für das Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60 verschiedener Ausgangskörnungen (TT1 = 0,80 - 1,00mm, TT2 = 1,60 - 2,00mm) (logarithmische Darstellung).	70
Abb. 38: Anteil verschiedener Porenklassen für das System Tabular Tonerde T60 (TT1 = 0,80 - 1,00 mm; TT2 = 1,60 - 2,00 mm).....	70
Abb. 39: Verteilungssumme der entstandenen Poren für die Rohstoffsysteme Korund-Vollkugeln und Tabular Tonerde T60 gleicher	

Ausgangskörnungen ($D = 0,80 - 1,00\text{mm}$) (logarithmische Darstellung).	71
Abb. 40: Anteil verschiedener Porenklassen für die Rohstoffsysteme Korund (K1), Mullit-Hohlkugeln (M1) und Tabular Tonerde T60 (TT1) für die Ausgangskörnung $0,80 - 1,00\text{ mm}$.	71
Abb. 41: Versuchsaufbau für Gasströmung [75] (1 Luftbehälter, 2 Drosselventil, 3 Gastrocknung, 4 H ₂ O-Manometer, 5 Behälter mit Probe, 6 Hg-Manometer, 7. Mengemesser).	75
Abb. 42: REM-Aufnahmen einer Glasbinderbrücke (Rohstoff: Korund-Vollkugel, Zusammensetzung entsprechend dem VP / Pkt. 8).	80
Abb. 43: REM-Aufnahme einer kristallinen Binderbrücke (Rohstoffsystem Tabular Tonerde T60, Zusammensetzung entsprechend dem VP / Pkt. 0).	81
Abb. 44: Erweichungsverhalten der Korund-Vollkugel-Struktur (Binder Budapest 4, Zusammensetzung entsprechend VP / Pkt. 8) bei einer konstanten Belastung von $0,05\text{ N/mm}^2$.	82
Abb. 45: Fließverhalten der Korund-Vollkugel-Struktur (Binder Budapest 4, Zusammensetzung entsprechend VP / Pkt. 8) bei einer konstanten Belastung von $0,05\text{ N/mm}^2$, einer Temperatur von 900°C und einer Prüfdauer von 25 h.	83
Abb. 46: Erweichungsverhalten der Tabular - Tonerde - T60 - Struktur (Binder MAP - Al ₂ O ₃ - Gemisch, Zusammensetzung entsprechend VP / Pkt. 0) bei einer konstanten Belastung von $0,05\text{ N/mm}^2$.	83
Abb. 47: Fließverhalten der Tabular Tonerde T60 Struktur (Binder MAP - Al ₂ O ₃ - Gemisch, Zusammensetzung entsprechend VP / Pkt. 0) bei einer konstanten Belastung von $0,05\text{ N/mm}^2$, einer Temperatur von 950°C und einer Prüfdauer von 25 h.	84
Abb. 48: Ausflußgeschwindigkeit von Tabular Tonerde T60 des Korngrößenbereiches $0,071 - 0,100\text{ mm}$ in Abhängigkeit von der Frequenz und der Beschleunigung ($d_i / d_m = 11,76$).	91
Abb. 49: Ausflußgeschwindigkeit von Tabular Tonerde T60 des Korngrößenbereiches $0,071 - 0,100\text{ mm}$ in Abhängigkeit von der Beschleunigung und dem Durchmesser Verhältnis (d_i / d_m) bei einer Frequenz von 250 Hz.	91

Abb. 50: Einfluß der Frequenz auf die erreichbare Vibrationsdichte von Tabular Tonerde T60 des Korngrößenbereiches 0,071 – 0,100 mm bei verschiedenen Beschleunigungen im unbelasteten Zustand.	92
Abb. 51: Einfluß der Vibrationszeit auf die erreichbare Vibrationsdichte von Tabular Tonerde T60 (D = 0,071 – 0,100 mm) bei einer Frequenz von 250 Hz und einer Beschleunigung von 2 g (ohne Belastung).	95
Abb. 52: Struktur durch Einfiltration der Feinkornfraktion (T60, 0,071-0,100 mm) in ein T60 - Grobkorngerüst (links) bzw. ein Korund – Vollkugel - Grobkorngerüst.	99
Abb. 53: Strukturen durch Einfiltration des Stoffsystems Rogal 49 (links: Grobkorngerüst T60; rechts: Grobkorngerüst Korund - Vollkugel.	99
Abb. 54: Strukturen nach Einfiltration der Feinkornkomponente (D = 0,071 - 0,100 mm) verschiedener Stoffsysteme (links: T6-MT; rechts: T60) in einem Korund - Vollkugel - Grobkorngerüst.	100
Abb. 55: Strukturen durch Einfiltration des Feinkornsystems T6-MT verschiedener Korngrößenbereiche (links: 0,050 - 0,071 mm; rechts: 0,071 - 0,100 mm) in ein T60 - Grobkorngerüst.	101
Abb. 56: Entmischungszustand der Oberfläche nach unterschiedlichen Entmischungszeiten.	108
Abb. 57: Darstellung des Entmischungszustandes nach unterschiedlichen Entmischungszeiten.	108
Abb. 58: Entmischungszustand der Bodenfläche nach unterschiedlichen Entmischungszeiten.	108
Abb. 59: Entmischungszustand der Strukturen im Längsschnitt.	109

TABELLENVERZEICHNIS

Tabelle 1: Berechnete Packungsdichten von idealen Kugelpackungen [15,19]..	15
Tabelle 2: Systematische Anordnungen von Kugeln [19, 14] in Abhängigkeit von der Koordinationszahl und ihre berechneten Packungsdichten.	16
Tabelle 3: Packungen klassierter kugelförmiger Partikel [15].	16
Tabelle 4: Dichte einer quaternären Packung sphärischer Teilchen [15].	21
Tabelle 5: Maximale Packungsdichte sphärischer und nichtsphärischer ternärer Systeme [18].	21
Tabelle 6: Gewonnene Rohstofffraktionen mittels Siebverfahren.	29
Tabelle 7: Variationsbereiche der Vibrationsparameter	31
Tabelle 8: Ermittlung der optimalen Vibrationsdauer für das Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln bei 75 Hz, 20g und ohne Belastung (Schüttdichte 2,084; s = 0,006).	33
Tabelle 9: Standardabweichung und Variationskoeffizienten der erhaltenen Vibrationsdichten verschiedener Systeme des Korngrößenbereiches 0,80 - 1,00 mm.	42
Tabelle 10: Packungsdichte verschiedener Rohstoffsysteme.	44
Tabelle 11: Variationsbereich für den Versuchsplan Mullit verschiedener Korngrößen.	48
Tabelle 12: Versuchsplan des Rohstoffsystems Mullit (0,80 - 1,00 mm) mit der Zielgröße Festigkeit.	49
Tabelle 13: Regressionskoeffizienten zur Modellbeschreibung für das Rohstoffsystem Mullit.	50
Tabelle 14: Versuchsplan des Rohstoffsystems Tabular Tonerde T60 (D = 0,80 - 1,00 mm) mit der Zielgröße Festigkeit.	53
Tabelle 15: Versuchsplan des Rohstoffsystems Korund Vollkugeln (D = 0,80 - 1,00 mm) mit der Zielgröße Festigkeit.	55
Tabelle 16: Optimale Festigkeitsbereiche der untersuchten Rohstoffsysteme nach der Sinterung.	59
Tabelle 17: Ausgewählte Zusammensetzungen für Untersuchungen an den erhaltenen Strukturen.	59

Tabelle 18: Tabelle zur Interpretation des empirischen Korrelationskoeffizienten nach Schlittgen [75].	60
Tabelle 19: Empirischer Korrelationskoeffizient untersuchter Rohstoffsysteme.	60
Tabelle 20: Ausgangskörnung verschiedener Rohstoffsysteme zur Untersuchung der Porenvolumenstruktur hergestellter Gefüge.	62
Tabelle 21: Gemessene Packungsdichten mittels Sehnenlängenmethode.	63
Tabelle 22: Strukturcharakteristika und zugehörige Standardabweichungen für die vibrationsverdichteten Proben aus Tabular Tonerde T60 des Korngrößenbereiches 0,80 - 1,00 mm.	67
Tabelle 23: Gemessene Strukturcharakteristika mittels Sehnenlängenmethode.	68
Tabelle 24: Gasdurchlässigkeiten verschiedener Rohstoffsysteme.	76
Tabelle 25: Gasdurchlässigkeiten einiger poröser Systeme nach Schatt [29] neben den Ergebnissen dieser Arbeit.	78
Tabelle 26: Festigkeiten vibrationsverdichteter Strukturen nach dem Trocknen.	79
Tabelle 27: Granalienfestigkeiten untersuchter Rohstoffsysteme für den Korngrößenbereich 0,80 – 1,00 mm mit ihren Variationskoeffizienten.	80
Tabelle 28: Festigkeiten vibrationsverdichteter Strukturen nach der Sinterung.	81
Tabelle 29: Verwendete Gerüststrukturen für die Einfiltration einer zweiten Fraktion.	88
Tabelle 30: Verwendete Kornsysteme der einzuvibrierenden Fraktion.	90
Tabelle 31: Abnahme des Hohlraumvolumens durch die Einvibration der Feinkornfraktion in einem T60-Grobkorngerüst.	97
Tabelle 32: Abnahme des Hohlraumvolumens durch die Einvibration der Feinkornfraktion in einem Korund-Vollkugel-Grobkorngerüst.	98
Tabelle 33: Gewählte Fraktionen für die Entmischungsversuche	104
Tabelle 34: Beschichtungszusammensetzung der zu entmischenden Fraktionen.	107

VERZEICHNIS DER VERWENDETEN SYMBOLE UND ABKÜRZUNGEN

Symbol	Bedeutung
s	Streuung
T.D.	theoretische Dichte
Stabw	Standardabweichung
MW	Mittelwert
v	Variationskoeffizient
A	Ausgangswerkstoff
B	Binder
W	Wasser
X1, X2, X3	Einflußfaktoren
σ	Kaltdruckfestigkeit
r	empirischer Korrelationskoeffizient
P.D.	Packungsdichte
ε	Porosität
D_p	mittlere Porengröße
K1	Korund-Vollkugeln (D = 0,80 – 1,00 mm)
K2	Korund-Vollkugeln (D = 1,40 – 1,60 mm)
K3	Korund-Vollkugeln (D = 2,00 – 2,50 mm)
M1	Mullit-Hohlkugeln (0,80 – 1,00 mm)
M3	Mullit-Hohlkugeln (1,00 – 1,25 mm)
M3	Mullit-Hohlkugeln (1,25 – 1,40 mm)
TT1	Tabular Tonerde T60 (0,80 – 1,00 mm)
TT2	Tabular Tonerde T60 (1,60 – 2,00 mm)
D_m	mittleres Durchmesser
F_m	Granalienfestigkeit
$\rho_{\text{Schütt.}}$	Schüttdichte
d_i	Trichterdurchmesser
d_m	Mittleres Korndurchmesser
FKF	Feinkornfraktion
$m_{\text{Gerüst}}$	Gerüstgewicht
m_{FKF}	Gewicht der Feinkornfraktion
V_{Poren}	verfügbares Porenvolumen
V_{FKF}	Volumen der Feinkornfraktion

ANHANG

Inhaltsverzeichnis

A	Rohstoffeigenschaften	130
B	Verwendete Kornformen	131
C	Phosphatbinder 1 (Monoaluminiumphosphat): Charakterisierung	133
	Phosphatbinder 2 (Budapur 4): Charakterisierung	134
	Sinterregime der ausgewählten Bindersysteme	135
D	Ausgewählte Zusammensetzungen zur Untersuchung der Porengröße und Porengrößenverteilung	136
E	Versuchsaufbau zur Messung der Ausflußgeschwindigkeit	137
F	Versuchsaufbau zur Einfiltration einer Feinkornkomponente	138
G	Aufnahmevorrichtung zur Entmischung keramischer Fraktionen	139

Anhang A : Rohstoffeigenschaften

Rohstoff	Korngrößenbreite	Chemische Zusammensetzung		Rohdichte	Schüttdichte	Teilchenform
	[mm]	Menge [%]	Oxid	[g/cm ³]	[g/cm ³]	
Mullit	0,50-1,50	72,9	Al ₂ O ₃	1,55	0,650	annähernd sphärisch
		24,9	SiO ₂			
		0,1	TiO ₂			
		0,6	Fe ₂ O ₃			
		0,1	CaO			
		0,1	MgO			
		0,8	K ₂ O			
		0,3	Na ₂ O			
Al ₂ O ₃	0,50-1,00	85,0	Al ₂ O ₃	3,67	2,065	Sphäre
	1,00-1,50	11,5	SiO ₂			
		0,5	TiO ₂ , Se ₂ O ₃			
		3,0	CaO, MgO, Na ₂ O,K ₂ O			

Tabelle A1: Eigenschaften der Rohstoffsysteme Mullit-Hohlkugeln (Fa.Keith) und Korund-Vollkugeln (Fa. Mühlmeier)

Rohstoff	Korngrößenbreite	Chemische Zusammensetzung		Rohdichte	Schüttdichte	Teilchenform
	[mm]	Menge [%]	Oxid	[g/cm ³]	[g/cm ³]	
T 60	1,180-3,350	99,4	Al ₂ O ₃	3,77	1,726	kubisch kantig
		0,02	SiO ₂			
		0,001	Fe ₂ O ₃			
		0,36	Na ₂ O			
		0,05	CaO			
	0,425-1,180	99,4	Al ₂ O ₃	3,77	1,738	kubisch kantig
		0,02	SiO ₂			
		0,001	Fe ₂ O ₃			
		0,36	Na ₂ O			
		0,05	CaO			
	0,075-0,300	99,4	Al ₂ O ₃	3,77	1,759	kubisch kantig
		0,03	SiO ₂			
		0,003	Fe ₂ O ₃			
		0,36	Na ₂ O			
		0,06	CaO			

Tabelle A2: Eigenschaften des Rohstoffsystems Tabular Tonerde (Fa.Alcoa)

Anhang B



Abb. B1: Rohstoff Tabular Tonerde T60 (0,80-1,00 mm)

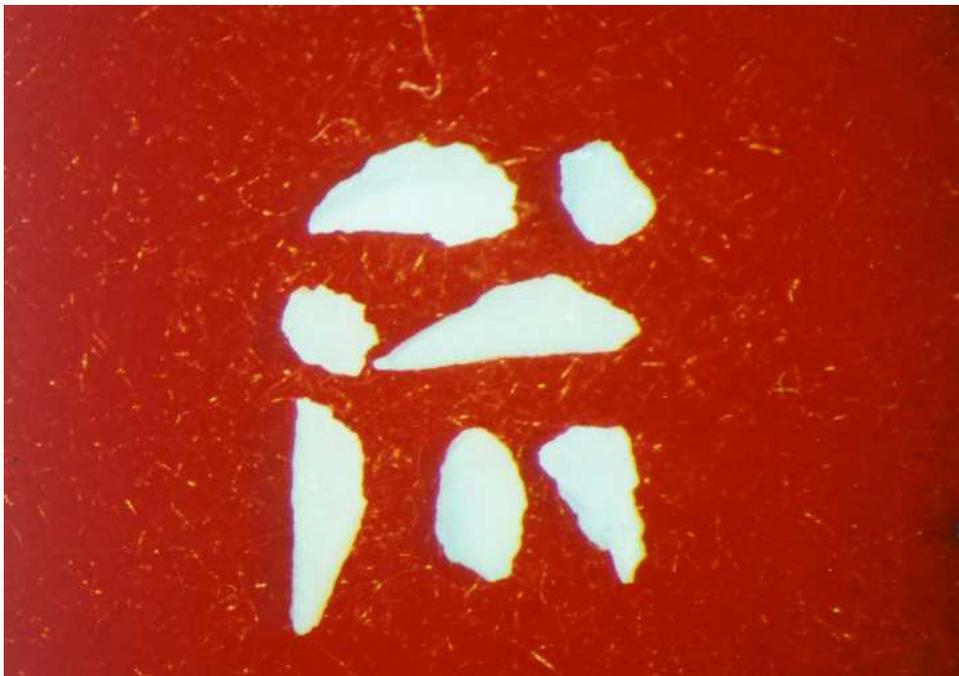


Abb. B2: Rohstoff Tabular Tonerde T60 (0,40-0,50 mm)

Anhang B



Abb. B3: Rohstoffsystem Mullit-Hohlkugeln



Abb. B4: Rohstoffsystem Korund-Vollkugeln

Anhang C

Fluka Chemie AG	Tel: 081 755 25 11
Industriestrasse 25	Telex: 855282
CH-9471 Buchs	Telefax: 081 756 54 49

CERTIFICAT OF ANALYSIS

PRODUCT - NO.	06233
PRODUCT	ALUMINIUMDIHYDROGENPHOSPHA
T	ALUMINIUM DIHYDROGEN
PHOSPHATE	
PURITY	PURUM
FORMULA	AlH ₆ O ₁₂ P ₃
MOLECULAR MASS	317,94
KOMPLEXOM. TITRATION	
KOMPLEXOM. TITRATION	101,4 % (KT)
ASPEKT	
APPEARANCE	WHITE POWDER WITH LUMPS
GLÜHVERLUST	
LOSS ON IGNITION	19,5 %
CHARGE / LOT	321027 / 1

BUDAPUR 4 SPEZIAL

Chemisches Bindemittel für feuerfeste Massen

Chemische Grundlage: Natriumphosphat

Kenndaten:

Aussehen:	weißes Granulat
Schüttgewicht:	ca. 600 g/l
pH – Wert (1%ig):	ca. 4
P ₂ O ₅ – Gehalt:	ca. 69 %
Na ₂ O – Gehalt:	ca. 29 %

Anwendung:

BUDAPUR 4 SPEZIAL wird als Bindemittel für Stampf- und Spritzmassen auf SiO₂ – Basis sowie zur Bindung von Olivin verwendet.

BUDAPUR 4 SPEZIAL wird den Massen trocken untergemischt. Die Zugabemenge liegt je nach Anwendungsgebiet zwischen 1 – 3 %.

BUDAPUR 4 SPEZIAL ist durch Instantisierung gut wasserlöslich und wenig hygroskopisch.

Lagerfähigkeit: bei sachgemäßer, trockener Lagerung
mindestens 12 Monate

Verpackung: Säcke a 25 kg

Anhang C

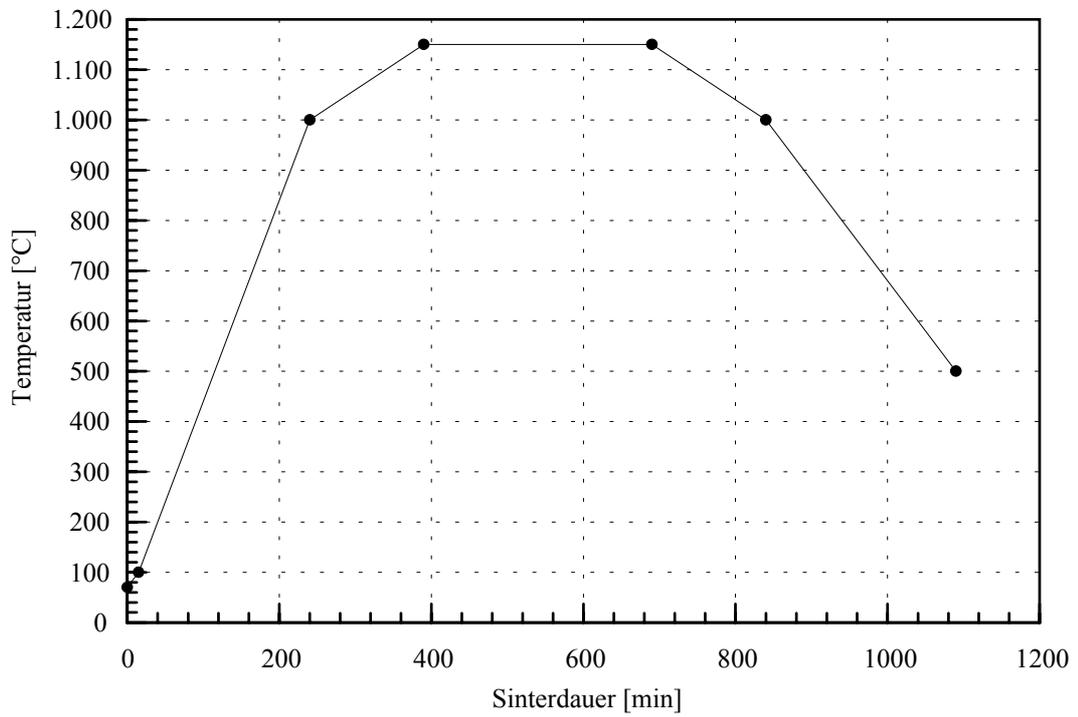


Abb. C1: Sinterkurve des Binders Budapur 4

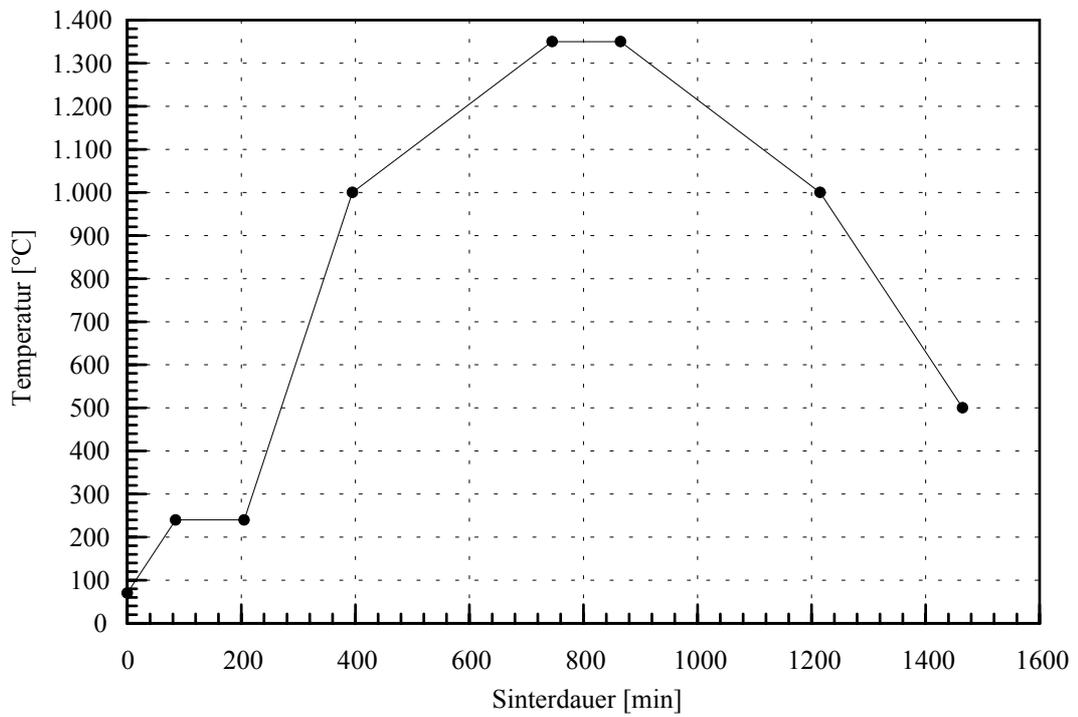


Abb. C2: Sinterkurve des Binders Monoaluminiumphosphat + Al₂O₃.

Anhang D

Rohstoffsystem	Tabular Tonerde T60	Korund-Vollkugeln	
Korngrößenbereich [mm]	1,60 – 2,00	1,40 – 1,60	2,00 – 2,50
Feststoffanteil [%]	93,50		97,18
Binderanteil [%]	3,60		1,56
Wasseranteil [%]	2,90		1,26

Tabelle D1: Zusammensetzungen eingesetzten Proben zur Ermittlung der Porengröße und Porengrößenverteilung mittels Sehnenlängenmethode.

Anhang E

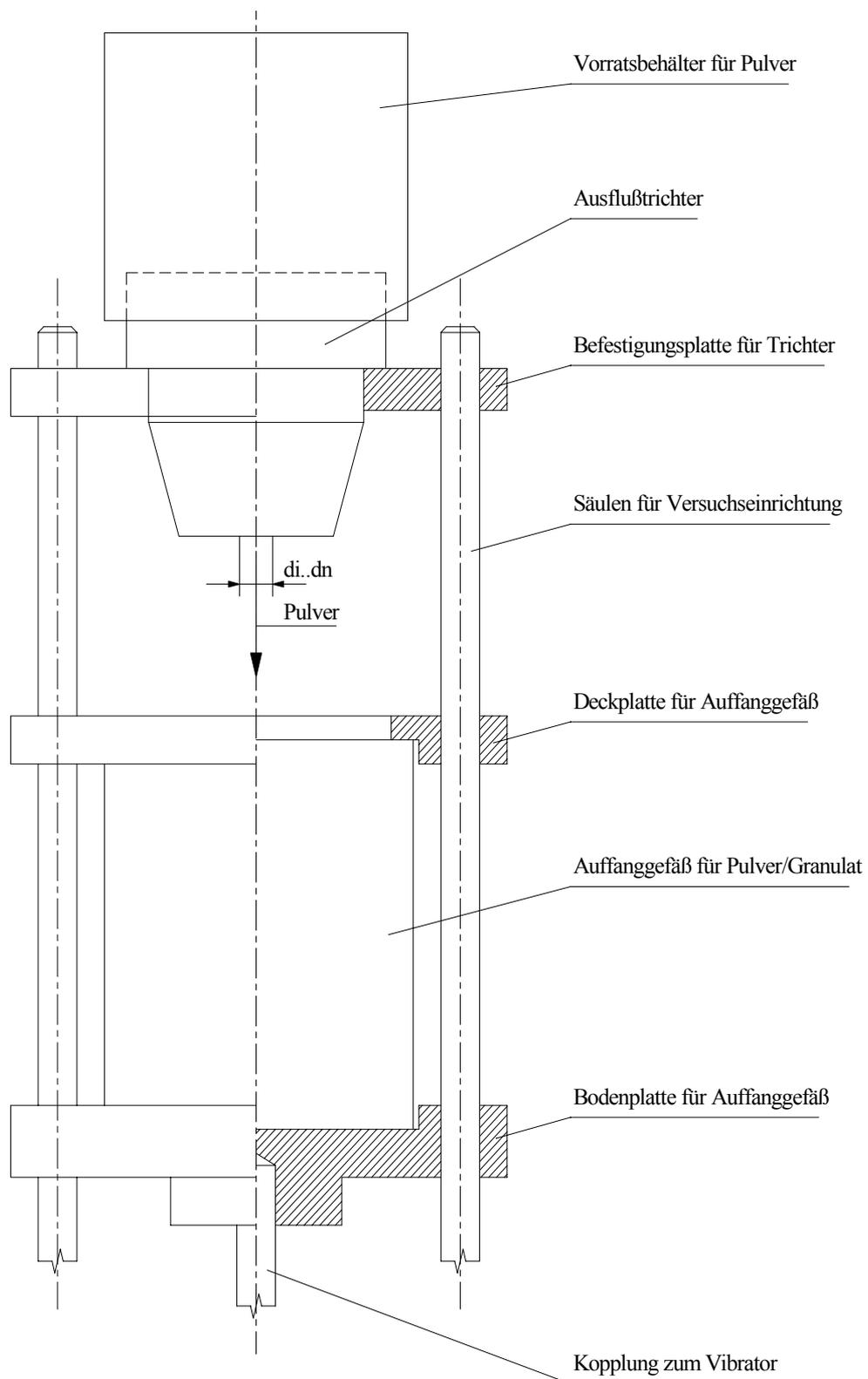


Abb. E1: Versuchsaufbau zur Messung der Ausflußgeschwindigkeit als Funktion vom Verhältnis Öffnungsdurchmesser Trichter zu mittlerer Korngröße.

Anhang F

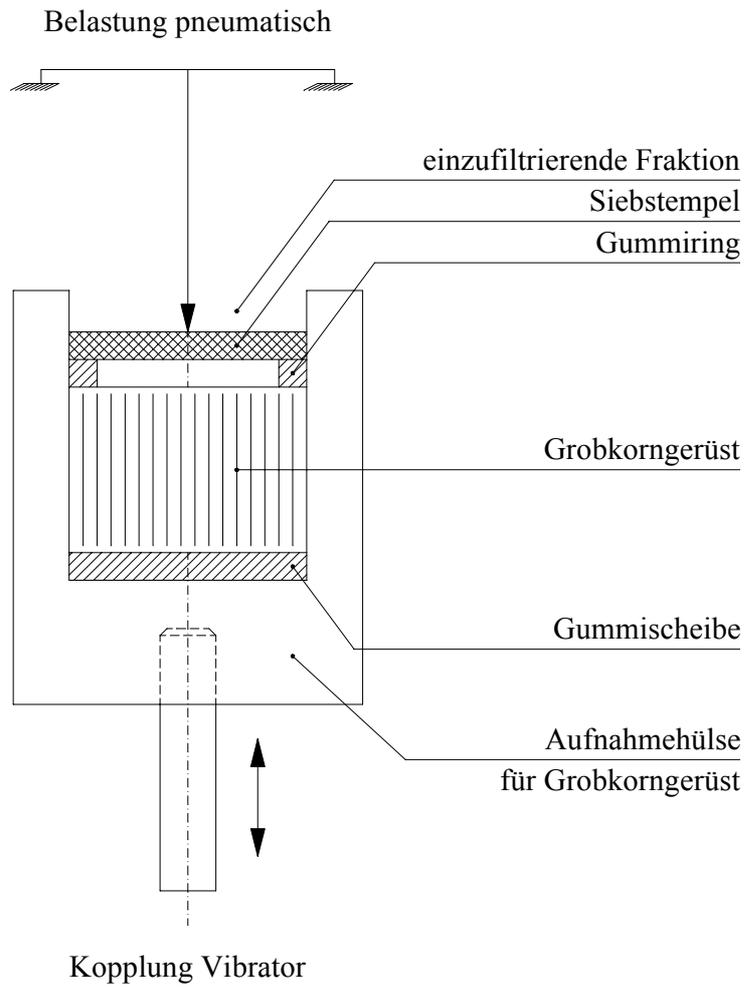


Abb. F1: Versuchsaufbau zur Filtration einer zweiten Fraktion in ein Grobkorngerüst.

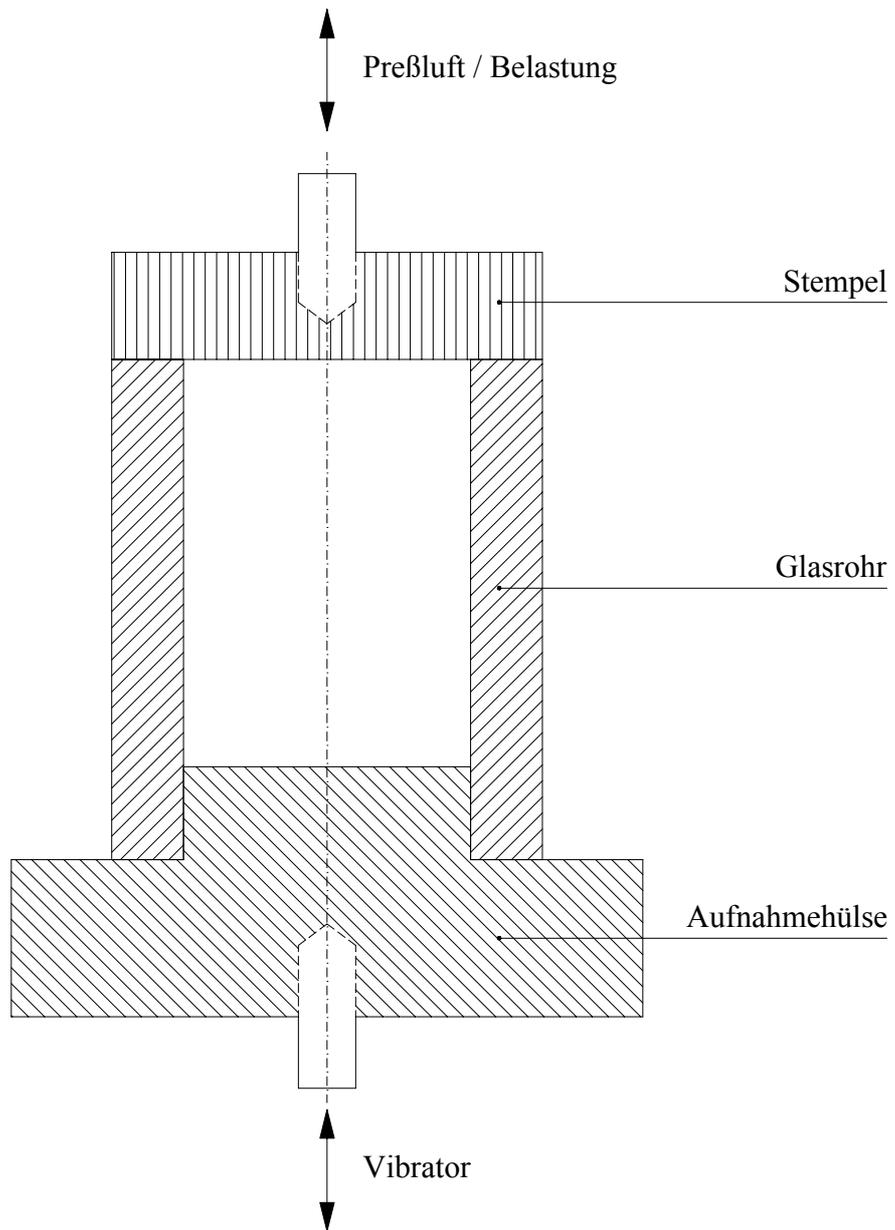


Abb. G1: Aufnahmevorrichtung zur Entmischung keramischer Fraktionen.

Danksagung

Diese Arbeit entstand mit Unterstützung des Freistaates Sachsen durch Gewährung eines Landesstipendiums zwischen 1997 und 2001.

An dieser Stelle möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr.-Ing. W. Schulle für die Möglichkeit zur Durchführung dieser Arbeit, sowie für die engagierte fachliche Betreuung herzlich bedanken.

Weiterhin gilt mein besonderen Dank Herrn Dr.-Ing. K. Rudolph für die zahlreichen Diskussionen und die wertvollen Anregungen bei der Durchführung und Anfertigung der Arbeit.

Mein Dank möchte ich auf diesem Weg Frau G. Heinzl, wissenschaftliche Mitarbeiterin des Instituts für Metallkunde der TU Bergakademie Freiberg, für die Unterstützung bei der Durchführung der Arbeit, übermitteln.

Ich danke auch allen Mitarbeiter des Institutes für Silikatechnik und des Institutes für Bohrtechnik der TU Bergakademie Freiberg für die effektive Zusammenarbeit und die Realisierung der Laborversuche.

Bei Herrn H.-J. Schneider möchte ich mich für die freundliche Unterstützung bei der Erstellung der Dissertationsschrift bedanken.