

Dr.-Ing. Rolf Wäsche
Dipl.-Ing. Fatma Köse

**Einfluß der Verfahrens-
parameter beim Gelcasting
auf die Entstehung
bruchauslösender
Gefügefehler in hochreinen
Aluminiumoxidkeramiken**

221

Forschungsbericht



Die Aufgaben der BAM stehen unter der Leitlinie:

Sicherheit und Zuverlässigkeit in Chemie- und Materialtechnik

Die BAM hat gemäß ihrem Gründungs-erlaß die Zweckbestimmung, die Entwicklung der deutschen Wirtschaft zu fördern. Sie ist im Aufgabenverbund „Material – Chemie – Umwelt – Sicherheit“ zuständig für:

- Hoheitliche Funktionen zur öffentlichen technischen Sicherheit, insbesondere im Gefahrstoff- und Gefahrgutrechtsbereich;
- Mitarbeit bei der Entwicklung entsprechender gesetzlicher Regelungen, z. B. bei der Festlegung von Sicherheitsstandards und Grenzwerten;
- Beratung der Bundesregierung, der Wirtschaft sowie der nationalen und internationalen Organisationen im Bereich der Materialtechnik und Chemie;
- Entwicklung und Bereitstellung von Referenzmaterialien und -verfahren, insbesondere der analytischen Chemie und der Prüftechnik;
- Unterstützung der Normung und anderer technischer Regeln für die Beurteilung von Stoffen, Materialien, Konstruktionen und Verfahren im Hinblick auf die Schadensfrüherkennung bzw. -vermeidung, den Umweltschutz und den Erhalt volkswirtschaftlicher Werte.

Die Tätigkeitsbereiche

Das Tätigkeitsspektrum der BAM umfaßt die sich ergänzenden und aufeinander bezogenen Tätigkeiten:

- > Forschung und Entwicklung
- > Prüfung, Analyse und Zulassung
- > Beratung und Information.

Die nationale und internationale Zusammenarbeit

Die Aufgaben der BAM für Technik, Wissenschaft, Wirtschaft und Gesellschaft erfordern eine interdisziplinäre Zusammenarbeit. Insofern arbeitet die Bundesanstalt mit Technologieinstitutionen des In- und Auslandes, insbesondere den nationalen Schwesterinstituten, eng zusammen. Sie berät Bundesministerien, Wirtschaftsverbände, Industrieunternehmen sowie Verbraucherorganisationen und unterstützt mit Fachgutachten Verwaltungsbehörden sowie Gerichte. Daneben ist sie in die internationale technische Zusammenarbeit eingebunden und im Bereich „Meßwesen – Normung – Prüftechnik – Qualitätssicherung“ (MNPQ) als nationale Institution für die Prüftechnik zuständig. Die Mitarbeiter der Bundesanstalt wirken in zahlreichen Fachgremien, gesetzlichen Körperschaften und normensetzenden Institutionen an der Aufstellung von technischen Regeln und Sicherheitsbestimmungen mit und vertreten die Bundesrepublik in nationalen und supranationalen Einrichtungen.

Der Status

Die BAM ist als technisch-wissenschaftliche Bundesbehörde im Geschäftsbereich des Bundesministeriums für Wirtschaft Nachfolgeinstitution des 1870 gegründeten Staatlichen Materialprüfungsamtes sowie der 1920 gebildeten Chemisch-Technischen Reichsanstalt (CTR). Sie hat dementsprechend die Funktion einer material-technischen und chemisch-technischen Bundesanstalt. In ihr sind etwa 1700 Mitarbeiter, darunter mehr als 800 Wissenschaftler und Ingenieure, auf dem Stammgelände in Berlin-Lichterfelde sowie auf den Zweiggeländen in Berlin-Steglitz und Berlin-Adlershof tätig.

Dr.-Ing. Rolf Wäsche
Dipl.-Ing. Fatma Köse

**Einfluß der Verfahrensparameter
beim Gelcasting auf die Entstehung
bruchauslösender Gefügefehler
in hochreinen
Aluminiumoxidkeramiken**

Forschungsbericht 221

Berlin, 1998

Impressum

Herausgegeben von
Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM)
Unter den Eichen 87, 12205 Berlin
Postanschrift: 12200 Berlin
Telefon (0 30) 81 04-0
Telefax (0 30) 8 11 20 29

Copyright © 1998 by Wirtschaftsverlag NW
Verlag für neue Wissenschaft GmbH, Bremerhaven

Herstellung und Verlag:
Wirtschaftsverlag NW
Verlag für neue Wissenschaft GmbH
Bürgermeister-Smidt-Str. 74-76, 27568 Bremerhaven
Postfach 10 11 10, 27511 Bremerhaven
Telefon (04 71) 9 45 44-0
Telefax (04 71) 9 45 44 77/88

Umschlag: Lutz Mittenzwei
Layout: BAM, Referat Z.9

ISSN 0938-5533
ISBN 3-89701-036-4

Kurzfassung

In diesem Bericht wird die Untersuchung des Entlüftungsvorgangs in Keramischlickern beschrieben, die Teil des Gelcastingprozesses zur Herstellung hochfester Aluminiumoxidkeramiken sind. Ziel der Untersuchung war es, den Einfluß von Viskosität und Entlüftungszeit als Prozeßvariablen auf die Entstehung von bruchauslösenden Fehlern im Gefüge zu verdeutlichen.

Da die Viskosität eines Schlickers einerseits eine direkte Funktion des Feststoffgehaltes ist und andererseits die Viskosität direkt das Entlüftungsverhalten des Schlickers beeinflusst, wurden Schlicker mit variierenden Feststoffgehalten zwischen 45 und 57 Vol.-% hergestellt und in Zeitspannen zwischen 0 und 40 Minuten entlüftet. Danach wurden jeweils Grünkörper hergestellt und gesintert. Die gesinterten Proben wurden dann nach Dichte, Porenvolumenverteilung und 4-Punkt-Biegefestigkeit charakterisiert. Nach der Biegefestigkeitsprüfung wurden die Bruchspiegel mit dem Rasterelektronenmikroskop zur Identifizierung der bruchauslösenden Fehler untersucht. Mit Hilfe der Computertomographie wurden zum einen die "eingefrorenen" Luftblasen während der unterschiedlichen Entgasungsstadien sichtbar gemacht, zum anderen eine Porengrößenverteilung bestimmt.

Die Ergebnisse zeigen, daß die mechanischen Eigenschaften der aus den Schlickern mit unterschiedlichem Feststoffgehalt hergestellten Keramikkörper stark von der Dauer der Entlüftungsperiode abhängen. Die gemessene 4-Punkt-Biegefestigkeit ist sowohl eine Funktion der Entlüftungszeit als auch des Feststoffgehaltes des Schlickers. Die Analyse der Porenvolumenverteilung und auch die Analyse der Bruchfläche zeigten, daß unterschiedliche Arten von Fehlern im Gefüge der gesinterten Teile entstehen, je nachdem wie hoch der zugrundeliegende Feststoffgehalt des Schlickers war und wie lange entlüftet wurde. Unabhängig von Fehlern, deren Entstehung direkt mit dem Entlüftungsprozeß zusammenhängt, wurden in allen Gefügen bruchauslösende Fehler gefunden, die auf Agglomerate im Ausgangspulver zurückgeführt werden können. Diese Fehler limitieren die maximale Festigkeit auf ca. 400 MPa, bestimmt aus einer zwei-parametrischen Weibullverteilung.

Die Analyse der Gefügefehler, die mit dem Entlüftungsprozeß zusammenhängen, zeigt, daß die Viskosität des Schlickers die mechanischen Eigenschaften des aus dem Schlicker hergestellten Teiles stark beeinflusst. Proben, die aus Schlickern mit nur 45 Vol.-% Feststoffgehalt hergestellt worden sind, zeigen die höchsten Festigkeiten bei praktisch allen Entlüftungszeiten, auch ohne Entlüftung. Mit zunehmendem Feststoffgehalt des Schlickers waren längere Entlüftungsperioden notwendig, maximal allerdings 20 Minuten, um hohe Festigkeiten zu erreichen. Es wurde gefunden, daß noch längere Entlüftungsperioden sich wieder negativ auf die Festigkeit vor allem der Teile auswirkte, die aus Schlickern mit 55 und 57 Vol.-% Feststoffgehalt hergestellt worden waren. Die Ursache dafür war die Entstehung von Trockenrissen im Grünkörper. Die mit Hilfe der Computertomographie hergestellten Bilder von Poren, Rissen und Lufteinschlüssen untermauern anschaulich die erhaltenen experimentellen Ergebnisse.

Abstract

In this report the investigation of the deairing procedure of the slip during the manufacturing of high strength alumina ceramic bodies by the gelcasting process is described. The aim of the investigation was to look at the influence of viscosity and deairing time as processing variables with regard to the generation of fracture inducing flaws and the resultant mechanical properties of the sintered microstructure. Since the viscosity of the slip at a given shear rate is a direct function of the solid content and since the viscosity influences directly the degassing behaviour of the slip, different slips with solid contents from 45 to 57 Vol.% have been prepared and deaired in time periods varying from 0 to 40 minutes prior to casting and green body formation. After sintering the ceramic bodies have been characterized according to density, pore volume distribution and mechanical properties with regard to 4 point bend strength. The appearance of the fracture surface has been characterized for identifying the relating fracture origin. For being able to detect large gas bubbles originating from an insufficient deairing procedure computer tomographic analysis has been used.

The results show that the mechanical properties of ceramic bodies manufactured from slips with different solid contents are strongly influenced by the deairing process. The measured 4-point bend strength is influenced both by deairing time and by the solid content of the slip. The analysis of the pore volume distribution as well as the analysis of the fracture surface revealed that different kind of flaws are generated in the microstructure of the ceramic bodies corresponding to slips with different solid content due to deairing time.

Independent of flaws which originate from the deairing process abnormal pore concentrations which are believed to originate from powder agglomerates with a size of 30 to 40 μm have been observed in all microstructures. As a consequence the mean bend strength as gained from the two parameter weibull distributions is limited to a value of about 400 MPa.

The analysis of the processing related flaws shows that the solid content and therefore the viscosity is of major importance for good mechanical properties. The ceramic bodies made from slips with 45 Vol.% showed the highest bend strength for all deairing times including zero. Increasing solid content needs an increasing deairing time, but a maximum of 20 minutes. It was found, that a longer deairing time was detrimental to the mechanical properties because of additionally generated flaws in form of drying cracks which became the dominating fracture origins for ceramic bodies made from slips with solid contents of 55 and 57 Vol.% and which were deaired for more than 20 minutes.

The images of pores and large air bubbles as generated from the computer tomographic analysis give a vivid impression of the corresponding experimental results.

Inhalt

Seite

1	Einleitung und Zielsetzung	7
2	Experimenteller Teil	9
2.1	Herstellung der Probekörper	9
2.2	Untersuchungsmethoden	11
2.2.1	Bestimmung der Schlickerviskosität	11
2.2.2	Bestimmung der Dichte	11
2.2.3	3D-Computertomographie	12
2.2.4	Bestimmung der Biegebruchfestigkeit	12
2.2.5	Bruchflächenanalyse	13
3	Ergebnisse und Diskussion	13
3.1	Charakterisierung der Schlicker	13
3.1.1	Einfluß des Feststoffgehaltes und der Monomerzugabe auf die Viskosität	13
3.1.2	Entlüftung des Schlickers (Modellbetrachtung)	15
3.2	Charakterisierung der Grünkörper	17
3.3	Charakterisierung der Sinterkörper	18
3.4	Festigkeiten und Fehlergrößenstatistik	20
3.5	Bruchflächenanalyse	23
3.6	Charakterisierung des Gefüges	29
3.7	Diskussion der verfahrensbedingten Einflüsse auf die Festigkeit	31
4	Zusammenfassung	41
5	Literatur	43
	Danksagung	45

1 Einleitung und Zielsetzung

Unter den oxidkeramischen Werkstoffen gehört Al_2O_3 zu den am meisten verwendeten. Das liegt zum einen daran, daß dieser Werkstoff zu den am häufigsten untersuchten gehört und zum anderen an seinen hervorragenden mechanischen und chemischen Eigenschaften.

Die Festigkeit von Aluminiumoxid als Konstruktionswerkstoff hängt einerseits von der Kristallstruktur und den kristallchemischen Gegebenheiten (intrakristalline Festigkeit) und andererseits vom Gefüge des polykristallinen Werkstoffes (interkristalline Festigkeit) ab. Die Einstellung des Gefüges während des Herstellungsprozesses wird von mehreren Faktoren, die etwa gleich bedeutend sind, beeinflußt. Hauptsächlich sind dies:

1. das Pulver mit den Sinteradditiven (Reinheit, Korngrößenverteilung),
2. Aufbereitung und Formgebungsprozeß und
3. der Sinterprozeß.

Von diesen drei Punkten sind die Aufbereitung und der Formgebungsprozeß verfahrenstechnisch wichtige Prozeßschritte, da sie für die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes und für Lebensdauer und Zuverlässigkeit des Bauteils von Bedeutung sind.

Die eingeführten Formgebungsverfahren wie uniaxiales oder isostatisches Trockenpressen, Schlickergießen und Spritzgießen sind durch spezifische Vorteile gekennzeichnet, die sie jeweils für die eine oder andere Anwendung qualifizieren. Eine Grundforderung bei allen Verfahren ist die Einstellung möglichst homogener und dichter Gefüge nach dem Sintern, wobei Bauteile mit komplizierter Geometrie meist durch Schlickergießen und Spritzgießen hergestellt werden. Eine andere Grundforderung ist die, daß das angewandte Verfahren wirtschaftlich sein muß.

Gelcasting stellt ein neues Formgebungsverfahren dar [OMA 91, JAN 90, JAN 91] und erlaubt wie das Schlickergießen und das Spritzgießen auch die Herstellung von kompliziert geformten Bauteilen. Es ist vergleichbar mit dem Schlickergießen, jedoch können im Gegensatz zu diesem Verfahren auch relativ großvolumige Bauteile ohne Hohlraum hergestellt werden. Hierbei wird ein gießbarer Schlicker, der den Binder in Form einer Monomerlösung enthält, in eine nicht saugfähige Form gegossen und der Formkörper entsteht durch die Polymerisation dieser Lösung in der Gießform. Vom Spritzgußverfahren unterscheidet es sich vor allem durch niedrigere Investitionskosten, wobei das Spritzgießen generell größere Stückzahlen

benötigt, um wirtschaftlich zu sein. Ein weiterer Vorteil des *Gelcasting* ergibt sich aus der relativ hohen Festigkeit der getrockneten Grünkörper, die bei Polyacrylamid als Binder etwa um einen Faktor 4-5 die Festigkeit von trockengepreßten oder schlickergegossenen Grünkörpern übertrifft. Daher können Grünkörper, die über *Gelcasting* hergestellt wurden, sehr gut mit relativ großer Schnittgeschwindigkeit bearbeitet werden [NUN 94, NUN 96, WAG 93].

Da die Zuverlässigkeit eines keramischen Bauteiles wesentlich von seinem Bruchverhalten beeinflußt wird und dieses wiederum entscheidend von seinem Gefüge abhängig ist, ist die Gefügeausbildung von entscheidender Bedeutung. Beim *Gelcasting* sind wesentliche Zusammenhänge zwischen den Verfahrensparametern bei der Schlickerherstellung und ihr Einfluß auf die Entstehung festigkeitsbestimmender Fehler im Gefüge noch nicht bekannt. Hier spielt die Entlüftung des Schlickers eine besondere Rolle, da große Poren, die durch unvollständiges Entlüften entstehen, als bruchverursachende Defekte vermieden werden müssen.

Die grundlegenden Arbeiten zum *Gelcasting*verfahren stammen von Omatete und Janney [OMA 91b, JAN 90, JAN 91, YOU 91], die die grundsätzliche Machbarkeit des Prozesses zeigten und erstmals sowohl monolithische Bauteile als auch solche aus keramischen Verbundwerkstoffen herstellten [OMA 91a, OMA 91c WÄS 95b]. Prinzipiell ist das Verfahren nicht an ein bestimmtes Polymersystem gebunden und funktioniert sowohl in wäßrigen als auch in nichtwäßrigen Dispersionsystemen. Das Acrylamid-Metacrylamid System ist bisher am besten in Bezug auf das *Gelcasting* untersucht. Dieses System hat Vorteile bei der Suspendierung keramischer Pulver, da es neben dem Dispergator selbst, wie z. B. der Zitronensäure, ebenfalls stabilisierend, d. h. als Dispergator wirken kann und dann die Stabilität und die Rheologie der Suspension wesentlich verbessert [YOU 91, MOR 92, WÄS 95b].

Abbildung 1 gibt einen schematischen Überblick über den Ablauf des Verfahrens. Die stofflichen Komponenten des Prozesses sind:

1. das keramische Pulver,
2. die organischen Monomere, die die Binderkomponente ergeben,
3. der Initiator als Starter für die Polymerisation,
4. der Dispergator zur Stabilisierung und zum Verflüssigen der Suspension sowie
5. das Dispersionsmittel (Wasser).

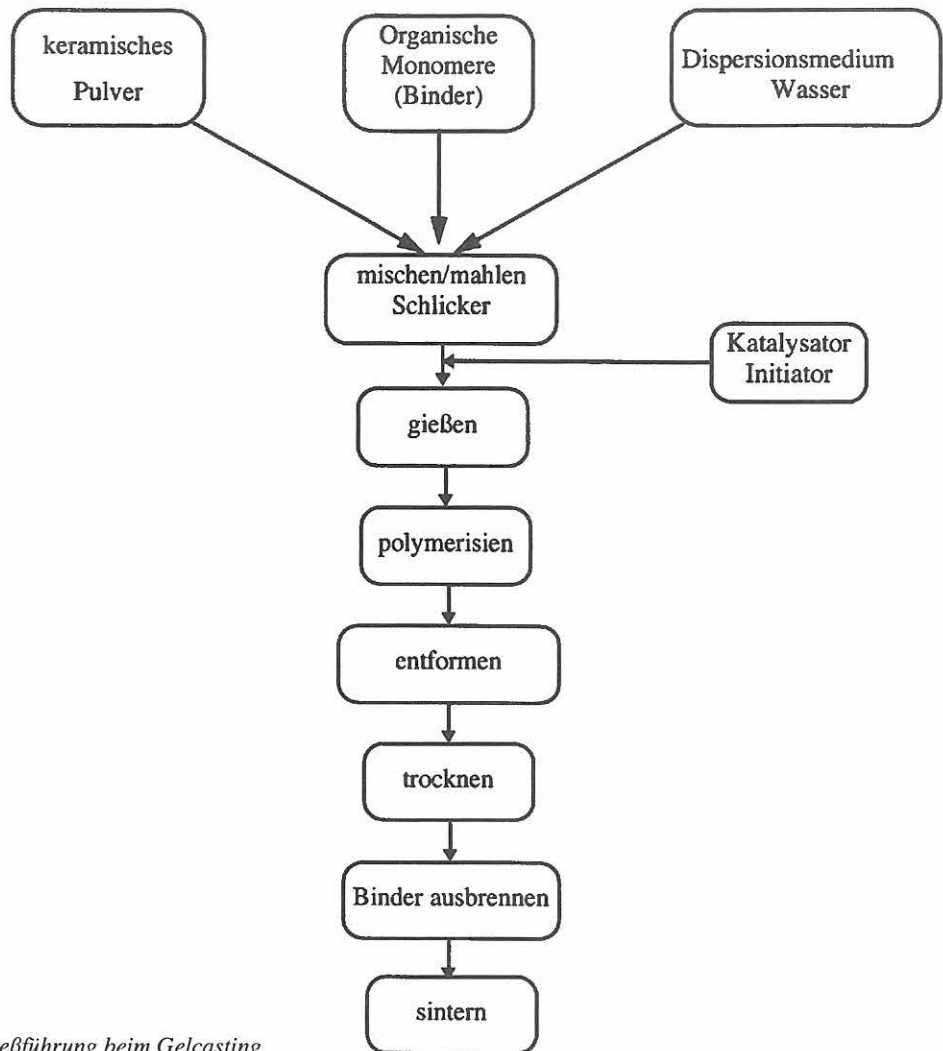


Abbildung 1
Schematische Darstellung der Prozeßführung beim Gelcasting

Im Suspensionsprozeß wird das keramische Pulver zusammen mit dem Dispersionsmittel, den Monomeren und dem Dispergator zu einem Schlicker verrührt. Die Polymerisation der Monomere erfolgt erst unmittelbar nach dem Gießen in die Form und wird durch den Initiator ausgelöst. Nach dem Gießen bildet sich in der Form eine gelartige Masse, der noch feuchte Grünkörper, in dem die Pulverteilchen in der gewünschten Form zusammengehalten werden. Um die Polymerisation zu beschleunigen, können chemische Katalysatoren oder thermische Katalysatoren (heies Wasserbad, Mikrowelle) eingesetzt werden. Nach dem Entformen folgt das Trocknen der Grünkörper in einer kontrollierten Atmosphre. Im Anschlu daran erfolgt dann das Ausbrennen der Bindemittel und das Sintern der Proben.

Die Entwicklungsbemhungen auf dem Gebiet des *Gelcasting* von keramischen Schlickern befassen sich ausfhrlich mit der Auswahl geeigneter Monomere, den Polymerisationsbedingungen, den rheologischen

Eigenschaften der Schlicker und mit der Gefgeentwicklung beim Sintern. Bisher nach der 4-Punkt-Methode gemessene erreichte Biegefestigkeiten lagen je nach verwendetem Al_2O_3 Pulver zwischen 250 und 530 MPa [YOU 91, WS 95a, KRE 95].

Im Rahmen dieser Untersuchung wurden ber den Gelcasting-Proze keramische Bauteile aus Aluminiumoxid hergestellt. Die Feststoffgehalte der zugrundeliegenden Schlicker wurden im Bereich von 45 Vol.-% bis 57 Vol.-% variiert. Ziel dieser Arbeit ist es, den Zusammenhang zwischen Feststoffgehalt, Schlickerviskositt und der Fehlerentwicklung im Gefge nher zu untersuchen und nach Mglichkeit einen Zusammenhang mit den resultierenden mechanischen Eigenschaften herzustellen. Dabei steht die Untersuchung des Einflusses der Lnge der Entlftungsperiode, die im wesentlichen von der Viskositt des Gieschlickers und somit auch unmittelbar vom Feststoffgehalt abhngig ist, im Vordergrund.

2 Experimenteller Teil

2.1 Herstellung der Probekörper

Zur Herstellung der Bauteile wurde als Ausgangspulver Aluminiumoxid Ceralox APA -0.5 der Firma CONDEA Chemie GmbH in Brunsbüttel mit einer Reinheit von 99,97 Prozent und einer mittleren Korngröße $d_{50} = 0,38 \mu\text{m}$ verwendet. *Tabelle 1* enthält die Analysedaten zur Korngrößenverteilung, *Tabelle 2* die vom Hersteller angegebenen Daten zur chemischen Analyse des Pulvers.

Tabelle 1
Korngrößenverteilung des verwendeten Aluminiumoxidpulvers APA 05

Teilchengröße in μm	Gew. %
> 2	0
> 1	2
> 0.7	10
> 0.5	28
> 0.4	47
> 0.3	70
> 0.2	93
> 0.1	100

Tabelle 2
Chemische Analyse des verwendeten Al_2O_3 -Pulvers

Elemente	Spuren [ppm]
Na	< 4
Si	45
Fe	98
Ca	7
Mg	22
Ga	34
Cr	5
Ni	< 1
Ti	6
Mn	17
Cu	< 1
Mo	< 4
Li	< 1
Zn	72
Zr	2

Tabelle 3
Die physikalischen Daten des Al_2O_3 -Pulvers

	Dichte [g/cm ³]	Oberfläche [m ² /g]	Lineare Schrumpfung [%]
grün	2,21	9,8	17,5
gesintert	3,95		

Für den Gelcasting-Prozeß waren außerdem noch folgende Substanzen erforderlich:

Binder: Acrylamid und Bis-Acrylamid (Merck Schuchardt)

Dispergator: Dolapix CE 64 (Zschimmer & Schwarz GmbH & Co.)

Initiator: 5,6 prozentige Ammoniumperoxidsulfatlösung (Merck Schuchardt)

Katalysator: Tetramethylethylen-diamin TEMED (Serva, Feinbiochemica Heidelberg/New York)

Zur Ermittlung der mechanischen Eigenschaften und zur Untersuchung des Gefüges wurden jeweils Platten der Abmessung $70 * 70 * 8 \text{ mm}^3$ und zylindrische Proben mit den Maßen $\varnothing 23 * 75 \text{ mm}^3$ hergestellt. Hierbei dienen die Platten zur weiteren Präparation von Biegestäben für die 4-Punkt-Biegemessung und die zylindrischen Proben zur Untersuchung der Porenentwicklung mittels Computertomographie.

Die Proben wurden aus Schlickern mit Feststoffgehalten von 45 Vol.-%, 50 Vol.-%, 55 Vol.-% und 57 Vol.-% Aluminiumoxid (APA 0,5-ohne MgO) hergestellt, wobei der Wasseranteil jeweils 80 cm^3 betrug. Zuerst wurden die beiden Komponenten des Binders Acrylamid (10 g) und Bis-Acrylamid (0,5 g) im Wasser gelöst. Anschließend wurde eine dem Feststoffgehalt entsprechende Menge des Dispergators CE64 (0,6 Gew.-%) dazugegeben. Bevor die Al_2O_3 -Zugabe erfolgen konnte, wurde mit Hilfe eines Magnetrührers eine optimale Durchmischung der einzelnen Komponenten durch Rühren der Anfangslösung für mehrere Minuten erreicht. Danach erfolgte unter ständigem Rühren der Anfangslösung die portionsweise Zugabe des Al_2O_3 -Pulvers. In *Tabelle 4* sind die sich verändernden Zusätze und ihre Mengenverhältnisse dargestellt.

Der so hergestellte Schlicker wurde daraufhin für zwei Stunden auf einer Schüttelmaschine homogenisiert. Danach erfolgte eine 10minütige Ultraschallbehandlung bei Raumtemperatur, die die Zerstörung von eventuell vorhandenen Agglomeraten unterstützen sollte.

Während der Herstellung der Schlicker kommt es beim Einrühren der einzelnen Komponenten zur Blasenbildung. Da diese Blasen in den gesinterten Proben zu potentiellen Fehlstellen führen können, müssen sie möglichst quantitativ während des Entlüftungsvorganges aus dem Schlicker entfernt werden. Hierfür wurden die Schlicker verschiedenen Feststoffgehaltenes in einem Exsikkator unter Vakuum (54 mbar) in Zeiten von 0, 10, 20, 30 und 40 Minuten entgast. Dabei wurde der Schlicker mit einem Magnetrührer in Bewegung gehalten.

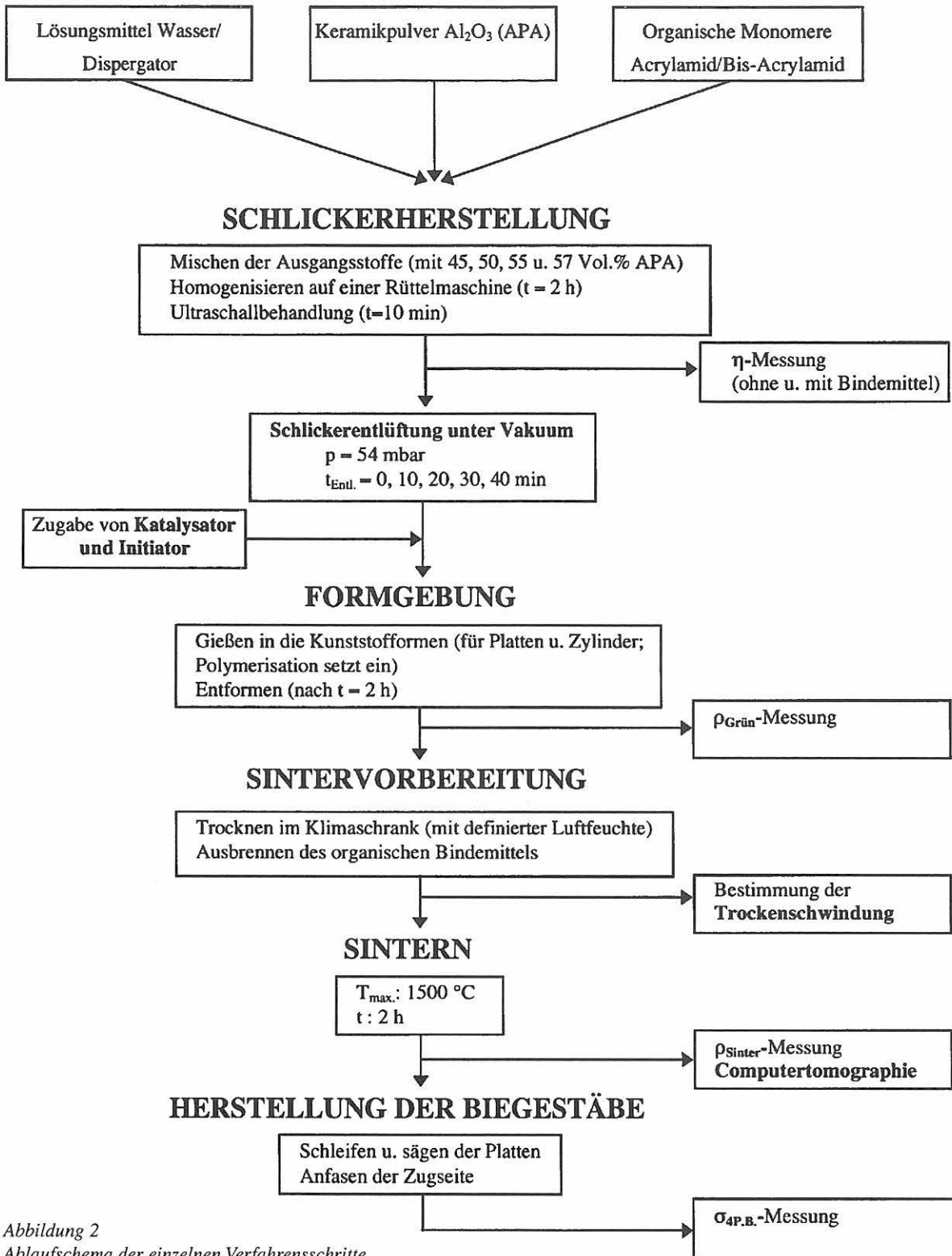


Abbildung 2
Ablaufschema der einzelnen Verfahrensschritte

Tabelle 4
Zusammenstellung der verwendeten Zusätze und ihre Mengenverhältnisse

Al_2O_3 [Vol.-%]	Al_2O_3 [g]	Dispergiermittel (0,6 Gew.%) CE 64 [μl]	Lösungsmittel H_2O [cm^3] (const.)	Bindemittel (Acrylamid/Bis-Acrylamid) [g] (const.)
45	261,16	1300	80	10/0,5
50	319,20	1600	80	10/0,5
55	390,13	2000	80	10/0,5
57	423,13	2100	80	10/0,5

Nach der Entgasung erfolgte dann die Zugabe des Initiators (600 µl) und des Katalysators (20 µl). Da die Zugabe dieser beiden Komponenten die Polymerisation kurz danach in Gang setzt, war es besonders wichtig, den Schlicker so schnell wie möglich in die entsprechenden Formen zu gießen, um ein Festwerden des Schlickers außerhalb der Formen zu verhindern. Zum Gießen der Grünkörper wurden Formen aus Kunststoff verwendet.

Die Entformung der Proben erfolgte nach ungefähr zwei Stunden. Der feuchte Grünkörper, der zu diesem Zeitpunkt die Konsistenz eines "Gummibäarchens" besitzt, wurde aus der Form gelöst und vorsichtig mit einer Schiebelehre vermessen. Zusätzlich wurde das Gewicht mit einer Analysenwaage (Genauigkeit 0,1 mg) bestimmt. Die Trocknung der Grünkörper erfolgte dann in einem Klimaschrank (Weiss Umwelttechnik). Für eine sanfte Trocknung wurden die Proben am Anfang bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 95 Prozent und einer Temperatur von 22 °C getrocknet. Durch diese hohe Anfangsluftfeuchtigkeit wird eine zwar stetige aber sehr langsame Trocknung erzielt. Sie ist nötig, um das Entstehen von Trocknungsrissen bzw. das Verziehen der Proben bei der Trocknung zu verhindern. Während der Trocknungsperiode wurden die Grünkörper in regelmäßigen Abständen vermessen und gewogen, um die Schrumpfung zu erfassen. Bei Einstellung einer Gewichtskonstanz wurde die Luftfeuchtigkeit weiter auf 88 Prozent und danach auf 60 Prozent gesenkt, bis keine Schrumpfung mehr zu verzeichnen war.

Die für den Formgebungsprozeß notwendigen organischen Hilfsmittel müssen vor dem Sintern so entfernt werden, daß die Proben nicht durch Riß- oder Blasenbildung oder Verformung geschädigt werden. Das Ausheizen der Grünkörper erfolgte in einem Labormuffelofen (Heraeus Instruments) an Luft bis zu einer Temperatur von 600 °C mit 30 K/h Aufheizgeschwindigkeit und einer Haltezeit von zwei Stunden bei 600 °C. Beim Ausbrennen der organischen Binder ist es von Bedeutung, die Schmelz-, Verdampfungs- und Zersetzungstemperaturen der Organik genau zu kennen.

Nach dem Ausbrand der Hilfsstoffe aus den Formkörpern erfolgte der Sinterprozeß in einem Hochtemperaturkammerofen. Die Sinterbedingungen waren wie folgt: 42K/h auf 1300 °C, 20K/h auf 1510 °C mit einer Haltezeit von zwei Stunden.

2.2 Untersuchungsmethoden

2.2.1 Bestimmung der Schlicker-viskosität

Die Messung der Schlickerviskosität wurde mit einem Rotationsviskosimeter RV 3 der Fa. Haake, das nach dem Searle-Prinzip arbeitet, durchgeführt [DIN 53019]. Bei dieser Meßeinrichtung bilden zwei konzentrische Zylinder einen Ringspalt, in dem sich der zu messende Schlicker befindet. Durch Rotation des inneren Zylinders wird der Schlicker im Ringspalt in Rotation versetzt und setzt dabei der Bewegung ein Widerstandsmoment entgegen, das gemessen wird und aus dem dann die Viskosität bestimmt werden kann.

Die Messung der Schlickerviskositäten erfolgte in Kombination mit dem Meßsystem M5 und der Meßeinrichtung MV DIN, bestehend aus Meßbecher und Drehkörper, sowie Geräten für die Meßwertfassung. Mittels eines Thermostaten wurden die zu messenden Schlicker bei einer konstanten Temperatur von 20 °C gehalten.

Die Viskositäten der hergestellten Schlicker mit verschiedenen Feststoffgehalten wurden jeweils mit und ohne Monomer gemessen. Hierzu wurde der Schlicker in den Ringspalt zwischen innerem und äußerem Zylinder gefüllt. Durch die am Gerät einzustellenden Drehzahlen wurde der innere Zylinder in Rotation versetzt. Zunächst wurde mit zunehmendem Geschwindigkeitsgefälle, d. h. mit steigenden Drehzahlen, gemessen. Nach Erreichen der höchstmöglichen Stufe wurde dann mit abnehmendem Geschwindigkeitsgefälle gemessen, um Hystereseeffekte zu kennzeichnen.

2.2.2 Bestimmung der Dichte

Die Dichten der Grünkörper wurden durch Auswiegen und geometrische Bestimmung des Volumens nach dem Ausbrennen des Binders ermittelt.

Die Sinterdichte wurde mit Hilfe der Auftriebsmethode [DIN 51065] in Wasser bestimmt. Damit die Flüssigkeit während der Tauchwägung nicht in die Poren der Körper eindringen kann, ist es erforderlich, die Probekörper nach der Bestimmung des Trockengewichts (m_1) (Sartorius-Analysenwaage, Genauigkeit: 0,1 mg) mit dieser Flüssigkeit zu tränken. Hierzu werden die Proben zwei Stunden lang in destilliertem Wasser gekocht. Nach Abkühlen des Wassers auf Raumtemperatur erfolgt dann die Bestimmung des Volumens nach dem Archimedischen Prinzip.

Zur Ermittlung der scheinbaren Masse (m_2) der getränkten Proben werden diese an einem dünnen Draht an dem Auflagepunkt der Waagschale einer hydrostatischen Waage befestigt und gewogen. Hierbei ist darauf zu achten, daß die Proben vollständig in das in einem Meßbecher befindliche Wasser eingetaucht sind. Die Wassertemperatur wurde konstant bei 22 °C gehalten. Da der Draht einen Durchmesser von $\approx 0,3$ mm besitzt, ist es nicht nötig, dessen Eintauchvolumen bei der Berechnung der Dichte der Proben mit zu berücksichtigen.

Im Anschluß hieran werden die Proben aus dem Wasser genommen und sofort von anhaftenden Tropfen und dem oberflächlichen Flüssigkeitsfilm befreit, ohne hierbei Flüssigkeit aus den Poren abzusaugen. Danach werden die Proben unverzüglich an Luft gewogen (m_3). Mit den so ermittelten Massen und der Dichte des bei 22 °C verwendeten Wassers erhält man dann die Rohdichte (ρ_s) der Proben nach folgender Gleichung (1):

$$\rho_s = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \cdot \rho_w \quad (1)$$

m_1 = Masse der trockenen Proben [g]

m_2 = Masse der getränkten Proben [g] im Wasser

m_3 = Masse der feuchten Proben [g]

ρ_w = Dichte des Wassers (0,998232g/cm³, T = 22 °C)

ρ_s = Rohdichte

2.2.3 3D-Computertomographie

Zur Kennzeichnung großer Gefügefehler wie Gasblasen und Risse wurden eigens dafür hergestellte zylindrische Proben mit einem Durchmesser von 15 mm und einer Höhe von 40 mm zerstörungsfrei mit Hilfe der Computertomographie untersucht. Dabei wurden die Proben im Röntgenstrahl um 360 ° gedreht und jeweils 720 Scanpunkte vermessen. Aus der erhaltenen Information kann die Absorption eines jeden Volumenelementes der vermessenen Ebene berechnet und so die Dichte der Probe in jedem Volumenelement dieser Ebene bestimmt werden (Abbildung 3). Eine Vermessung aller Ebenen des Objektes ist die Grundlage für eine dreidimensionale Dichteanalyse der Probe, wobei mit Hilfe eines Rekonstruktionsprogramms dann das dreidimensionale Bild des Meßobjektes berechnet wird. Dabei erhält man Grauwerte, die die lokale Schwächung des Materials für jedes Volumenelement und damit der Dichte repräsentieren [GOE 91, STA 96, RIE 93]. Sind in der Probe relativ große Poren oder andere luftenthaltende Fehlstellen wie Risse etc. vorhanden, so sind die gemessenen Dichteunterschiede groß und die Fehler können so sichtbar gemacht werden.

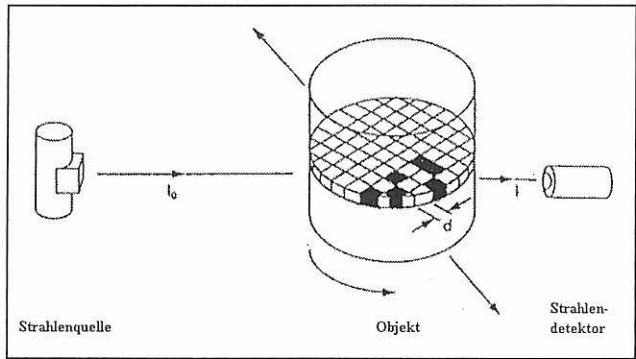


Abbildung 3
Prinzip der Computertomographie [GOE91]

Zur Porositätsmessung wurden zylindrische Proben mit unterschiedlichen Feststoffgehalten und Entlüftungszeiten verwendet. Die Messung erfolgte dabei in einem kleinen Ausschnitt (mit einem Durchmesser von 15 mm und einer Höhe von 12 mm) der Proben (Abbildung 4), mit einer Ortsauflösung von ca. 40 μ m.

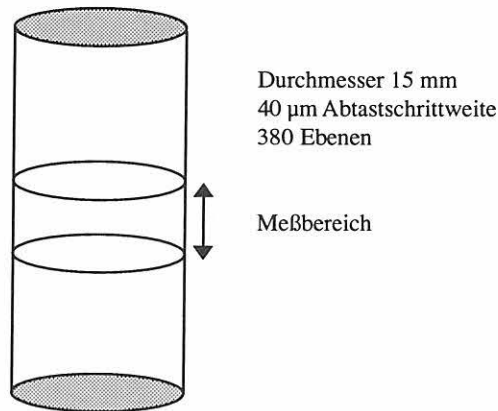


Abbildung 4
Prinzipbild der Proben mit eingezeichnetem Meßbereich

Um Unterschiede in der Porosität in Abhängigkeit vom Feststoffgehalt und der Entlüftung zu erfassen, erfolgte die Auswertung in axialer Richtung in über 380 Schichten. Hierfür wurden Bereiche ohne Trocknungsrisse und Artefakte ausgewählt. Für diesen Bereich wurde dann ein Schwellwert unterhalb des Grauwertes für das massive Material gesetzt und der Anteil der Pixel, die unter diesem Schwellwert liegen, bestimmt. Man erhält so ein Maß für den Porenanteil in ppm.

2.2.4 Bestimmung der Biegebruchfestigkeit

Für die Biegebruchbestimmung wurden die gesinteren Platten mit Diamanttrennscheiben zu Biegestäben mit den Abmessungen 3 * 4 * 45 mm gesägt. Die Biegestäbe wurden allseitig geschliffen, poliert und an der Zugseite angefast, um präparationsbedingte Oberflächendefekte im Kantenbereich als bruchauslösende

Defekte zu vermeiden. Die Bestimmung der Biegefestigkeit erfolgte an einer Prüfmaschine im 4-Punkt-Biegeversuch bei Raumtemperatur [DIN 51 110]. Der Abstand der Auflager betrug $L = 40$ mm, der Abstand der Belastungsrollen betrug $l = 20$ mm.

Als einheitlicher Meßbereich wurde 1250 N gewählt und die Messung mit einer Belastungsgeschwindigkeit von 31,25 N/s durchgeführt. Pro Feststoffgehalt und Entlüftungszeit wurden 30 Proben gebrochen (insgesamt 600 Biegestäbe). Die auf diese Art ermittelten Festigkeitswerte wurden mit einem speziellen Auswerteprogramm verarbeitet und in einem Weibulldiagramm dargestellt.

2.2.5 Bruchflächenanalyse

Die Bruchflächenanalyse wurde nach der Durchführung der Bruchexperimente an den Bruchflächen der Biegestäbe mit dem Ziel durchgeführt, den Bruchursprung zu charakterisieren und mit der Festigkeit in Beziehung zu setzen. Mit Hilfe der Bruchflächenanalyse konnte bei einigen Biegestäben der Bereich des Bruchausgangs anhand des sich ausbildenden Bruchbildes ermittelt werden. Hierzu wurden die gebrochenen Biegestäbe (Bruch- und Gegenbruchfläche) in einem Rasterelektronenmikroskop (REM) untersucht. Aufgrund der großen Anzahl von gebrochenen Biegestäben wurden exemplarisch nur einige der Proben dieser Untersuchung unterzogen.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Charakterisierung der Schlicker

3.1.1 Einfluß des Feststoffgehaltes und der Monomerzugabe auf die Viskosität

Wie eingangs schon ausgeführt, wird in Schlickern, die im *Gelcasting* benutzt werden, ein hoher Feststoffgehalt und eine niedrige Viskosität angestrebt. Hohe Feststoffgehalte sind günstiger, weil sich dadurch die Trockenschwindung verringert, so daß man leichter konturgerechte Formen erhält. Parallel dazu steigt aber die Viskosität mit zunehmendem Feststoffgehalt stark an und erschwert das Gießen. Somit ist man bestrebt, ein Optimum zwischen Feststoffgehalt und den zugehörigen Viskositäten zu erreichen [WÄS 95b, OMA 93, OMA 91b].

Um das rheologische Verhalten von Gelcastschlickern zu optimieren, werden den Schlickern organische Hilfsmittel mit unterschiedlichen Funktionen zugesetzt. Bei den hier untersuchten Schlickersystemen wurde der kommerziell erhältliche Dispergator CE 64 der Fa. Zschimmer und Schwarz, ein Zitronensäurederivat, eingesetzt. Dieser Dispergator bewirkt eine ausgezeichnete Stabilisierung in Aluminiumoxid-Wasser Systemen. Dies ist eine Voraussetzung, um homogene Grünkörper und damit reproduzierbare Bauteileigenschaften zu erreichen. Die Konzentration des Dispergators, bezogen auf den Feststoffgehalt, beeinflusst den Grad der Verflüssigung [LEH95].

Eine besondere Bedeutung beim *Gelcasting* haben die monomeren Ausgangsstoffe des Binders Acrylamid und Bis-Acrylamid, die zusätzlich zu ihrer Funktion als Binder bei der Formgebung auch eine stark verflüssigende Wirkung auf den Schlicker haben [OMA93, BAS90].

Die Zusammensetzung der Gießschlicker für die Messung der Viskositäten waren wie folgt:

Messung ohne Bindemittel

$H_2O + \text{Dispergator} + Al_2O_3\text{-Pulver}$

Messung mit Bindemittel

$H_2O + \text{Bindemittel} + \text{Dispergator} + Al_2O_3\text{-Pulver}$

Die Viskositätsmessungen wurden an Schlickern mit 45, 50, 55 und 57 Vol.-% Al_2O_3 durchgeführt, wobei bei 57 Vol.-% Al_2O_3 die Grenze des maximalen Feststoffgehaltes lag.

In *Abbildung 5* sind die Viskositäten der Schlicker verschiedenen Feststoffgehaltes, die kein Bindemittel enthalten, in Abhängigkeit von der Scherrate D dargestellt. Dieses Diagramm verdeutlicht das Nicht-Newtonsche Fließverhalten der Schlicker, das auch als strukturviskos bezeichnet wird. Mit steigender Scherrate nimmt die Viskosität ab, d. h. der Schlicker wird durch die Scherbewegung flüssiger. Zusätzlich wird deutlich, daß die Viskositätsunterschiede zwischen den Schlickern mit 55 und 57 Vol.-% Al_2O_3 deutlich höher sind als bei denen mit 45 und 50 Vol.-% Al_2O_3 . Auch wird hier deutlich, daß ein Zusatz von

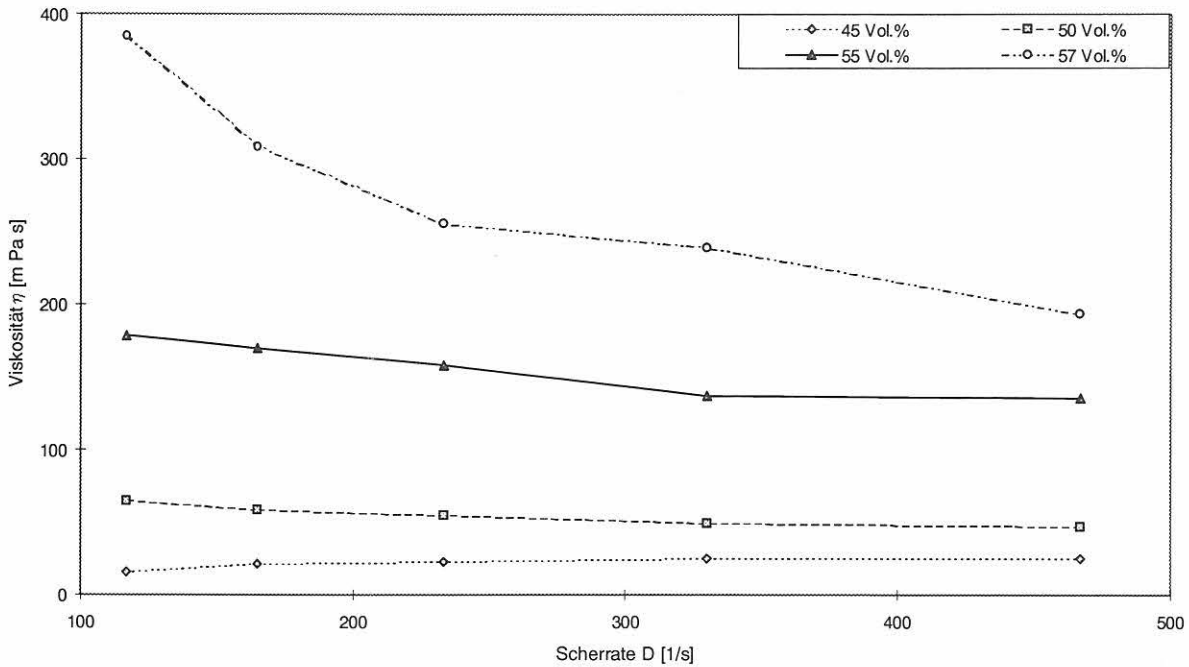


Abbildung 5
Darstellung der Viskositäten von Schlickern ohne Monomer (Bindemittel)

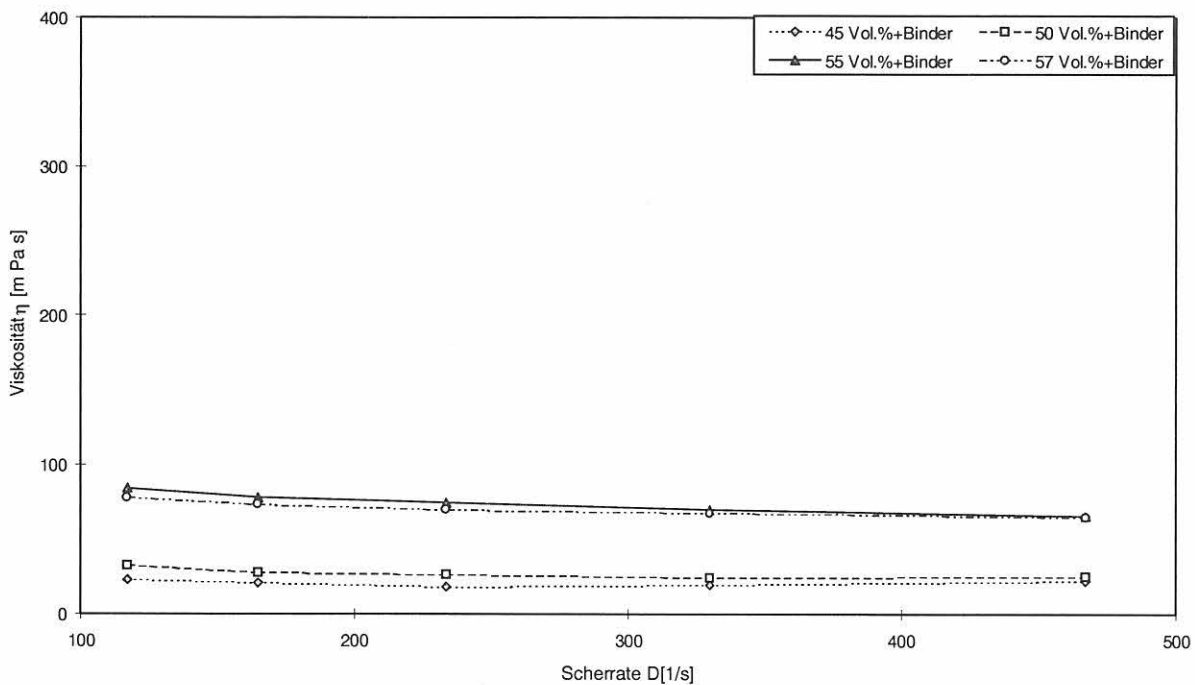


Abbildung 6
Darstellung der Viskositäten nach Zugabe der Monomere (Bindemittel)

nur 2 Vol.-% Al_2O_3 zu einer erheblichen Erhöhung der Viskosität führt.

Nach Zugabe der Monomere Acrylamid und Bisacrylamid wurden die Viskositäten erneut aufgenommen und in *Abbildung 6* dargestellt. *Abbildung 6*

macht die verflüssigende Wirkung der Monomere besonders bei hohen Feststoffgehalten deutlich. Die Viskositäten liegen jetzt auch für die Schlicker mit 55 und 57 Vol.-% Feststoffgehalt im Bereich unterhalb von 100 m Pa*s.

Vergleicht man die Fließkurven der jeweiligen Schlickersysteme mit denen in *Abbildung 5*, so erkennt man, daß die verflüssigende Wirkung bei den Schlickern mit den höheren Feststoffgehalten größer ist als bei den Schlickern mit 45 und 50 Vol.-% Al_2O_3 . So beträgt die Erniedrigung der Viskosität bei dem Schlicker mit 57 Vol.-% Al_2O_3 fast 300 m Pa*s.

Durch die Bindemittelzugabe erreicht man bei den Schlickern mit 55 und 57 Vol.-% Al_2O_3 fast identische Viskositätswerte.

3.1.2 Entlüftung des Schlickers (Modellbetrachtung)

Bei der Aufbereitung des Schlickers kommt es beim Einrühren der einzelnen Komponenten zur Blasenbildung. Die Ursache hierfür liegt darin, daß mit dem Wasser und dem Pulver die Gase aus der Luftatmosphäre, zum Teil in gelöster und physisorbierter Form, in den Schlicker eingebracht werden und zu vielen kleinen und großen Blasen führen. Werden diese Blasen nicht entfernt, so bilden sie in der fertigen Keramik große Poren, die aufgrund ihrer Größe Sollbruchstellen darstellen und somit zum vorzeitigen Versagen der Keramik führen.

Die im Schlicker enthaltene Luft kann auf zwei verschiedenen Wegen wieder entfernt werden. Einmal durch Diffusion und zum anderen durch Entfernen der Gasblasen. Die Diffusion scheidet wegen der Langsamkeit und der geringen Transportmengen aus, so daß zur Entlüftung das Gas in Form von Blasen entfernt werden muß. Die Konsequenz hieraus ist, daß der Entlüftungsprozeß zum Ziel haben muß, die gelöste Luft in Blasen zu sammeln und andererseits die Bewegung dieser Blasen an die Schlickeroberfläche so weit wie möglich zu beschleunigen. Bei diesem Vorgang können die Blasen als eine zweite Phase betrachtet werden, die eine andere Viskosität und eine andere Dichte als der sie umgebende Schlicker haben.

Die Umströmung von Kugeln in einem viskosen Medium wird durch die Stokes'sche Gleichung (2) beschrieben [HÜT 91]:

$$\frac{h}{t} = \frac{1}{3} \cdot g \cdot R^2 \cdot \frac{\rho_{\text{Blase}} - \rho_{\text{Medium}}}{\eta_{\text{Blase}} - \eta_{\text{Medium}}} \quad (2)$$

Hierin ist h die Höhe des Schlickers über einer bestimmten Blase (Weg der Blase bis zur Oberfläche), t die Zeit, die die Blasen zum Aufsteigen an die Oberfläche benötigen, g die Erdbeschleunigung, die auf das System einwirkt, R der Radius der Gasblasen, ρ_{Medium} die Dichte des Mediums, ρ_{Blase} die Dichte der

Blasen (Luft), η_{Medium} die Viskosität des Mediums und η_{Blase} die Viskosität der Blasen (Luft). Unter der Voraussetzung, daß $\rho_{\text{Blase}} \ll \rho_{\text{Medium}}$ und $\eta_{\text{Blase}} \ll \eta_{\text{Medium}}$ ist, folgt über das Gleichgewicht zwischen Auftriebskraft und Widerstandskraft für die Steiggeschwindigkeit einer Gasblase:

$$\frac{h}{t} = \frac{1}{3} \cdot g \cdot R^2 \cdot \frac{\rho_{\text{Medium}}}{\eta_{\text{Medium}}} \quad (3)$$

Aus dieser vereinfachten Beziehung erkennt man sofort die Bedeutung der Viskosität und der Blasengröße, wobei der Einfluß der Blasengröße bedeutender ist. Die Auftriebsgeschwindigkeit (h/t) ist somit, unter Berücksichtigung der anderen Einflußfaktoren, in erster Näherung direkt proportional dem Quadrat des Blasradius. Somit wird leicht verständlich, daß kleinere Blasen aufgrund ihres kleineren Radius nicht so schnell aufsteigen können, da ihre Auftriebsgeschwindigkeit zu gering ist [HÜT 91, VOG 93].

Für die Entfernung kleinerer Blasen wäre daher die Entlüftung im Schwerfeld einer Zentrifuge sehr hilfreich. Die Entlüftung der Schlicker geht dabei schneller vonstatten, als sich rein rechnerisch aus der Gleichung (3) ergibt.

Die Anwendbarkeit der Stokes'schen Gleichung (2) auf die verwendeten Schlicker hängt von zwei Voraussetzungen ab. Zum einen davon, ob sich die eigentlich zweiphasigen Schlicker in Bezug auf das Fließverhalten wie einphasige Schlicker verhalten. Zum anderen gilt die Gleichung (2) für den Fall einer laminaren Kugelumströmung, die nur bei Reynold's-Zahlen $Re < Re_{\text{crit.}} = 1200$ vorliegt [SON 80]. Die Reynold's-Zahl Re , wie sie in Gleichung (4) definiert ist, stellt dabei das Verhältnis von Trägheitseinfluß zu Reibungseinfluß dar und charakterisiert so den Strömungszustand [HÜT 91]:

$$Re = \frac{\rho \cdot u \cdot R}{\eta} \quad (4)$$

Für die in dieser Untersuchung verwendeten Schlicker läßt sich $Re_{\text{max.}}$ zu etwa 0,02 abschätzen, womit eine der oben genannten Voraussetzungen erfüllt ist.

Die in Kapitel 3.1 in den *Abbildungen 5 und 6* dargestellten Viskositätsverläufe und frühere Untersuchungen [WÄS 95b] haben gezeigt, daß die Schlicker ein strukturviskoses Verhalten aufweisen, d. h. im ruhenden Schlicker ist die Viskosität sehr hoch, doch sobald eine Scherbewegung einsetzt, nimmt die Viskosität mit zunehmender Scherrate hyperbolisch ab und nähert sich für hohe Scherraten asymptotisch einem Grenzwert. Damit gilt für hohe Scherraten näherungs-

weise ein Newton'sches Fließverhalten, womit auch die zweite Voraussetzung zur Anwendbarkeit der Stokes'schen Gleichung (2) erfüllt ist. Für die hier betrachteten Schlicker gilt das ab einer Scherrate von ca. $D = 100 \text{ s}^{-1}$.

Für den Entlüftungsprozeß spielt eine scherende Bewegung des Schlickers damit eine wichtige Rolle. In dieser Untersuchung wurden während der Entlüftungsphase die Schlicker mit einem Magnetrührer bewegt. Das Rühren erzeugt durch die Rotationsbewegung eine Scherbewegung, die die Viskosität erniedrigt, so daß die Blasen leichter aufsteigen können. Die gleichzeitige Durchmischung des Schlickers führt dazu, daß kleinere Blasen sich berühren und somit agglomerieren können, um dann als größere Blasen schneller aufzusteigen. Zusätzlich dienen die Turbulenzen und die Oberfläche des Rührers als Keime für die Bildung von Gasblasen aus dem Lösungsmittel. Führt man das Entlüften zusätzlich noch unter Vakuum durch, so erreicht man eine verminderte Löslichkeit der Gase im Schlicker.

Die umgeformte Stokes'sche Gleichung (5) stellt auch den Zusammenhang zwischen der Dauer der Entlüftung t und dem Radius R_{\max} der größten, nach dieser Zeit im Schlicker noch vorkommenden Blasen dar:

$$R_{\max} = \sqrt{\frac{3 \cdot h \cdot \eta_{\text{Schlicker}}}{t \cdot g \cdot \rho_{\text{Schlicker}}}} \quad (5)$$

Dabei ist h die Steighöhe der Blasen, g die Erdbeschleunigung, $\eta_{\text{Schlicker}}$ die Viskosität und $\rho_{\text{Schlicker}}$ die Dichte des Schlickers. In *Abbildung 7* sind die nach Gleichung (5) berechneten Blasenradien in Abhängigkeit von der Entlüftungszeit für die Schlicker mit verschiedenen Feststoffgehalten dargestellt. Die Kurvenverläufe entsprechen den zu erwartenden maximalen Radien der Blasen in dem jeweiligen Schlicker. Die Gesamtschwindung vom Schlicker bis zum gesinteren Teil führt dazu, daß diese Fehler im Gefüge kleiner sind (Werte in Klammern), wobei der Porenradius R_{Pore} sich aus dem Radius R_{Blase} im Schlicker gemäß Gleichung (6) bestimmen läßt.

$$R_{\text{Pore}} = R_{\text{Blase}} \cdot \left(\frac{U}{TD}\right)^{\frac{1}{3}} \quad (6)$$

mit U dem Feststoffgehalt des Schlickers in Vol.-% und TD der theoretischen Dichte der gesinteren Keramik in Prozent.

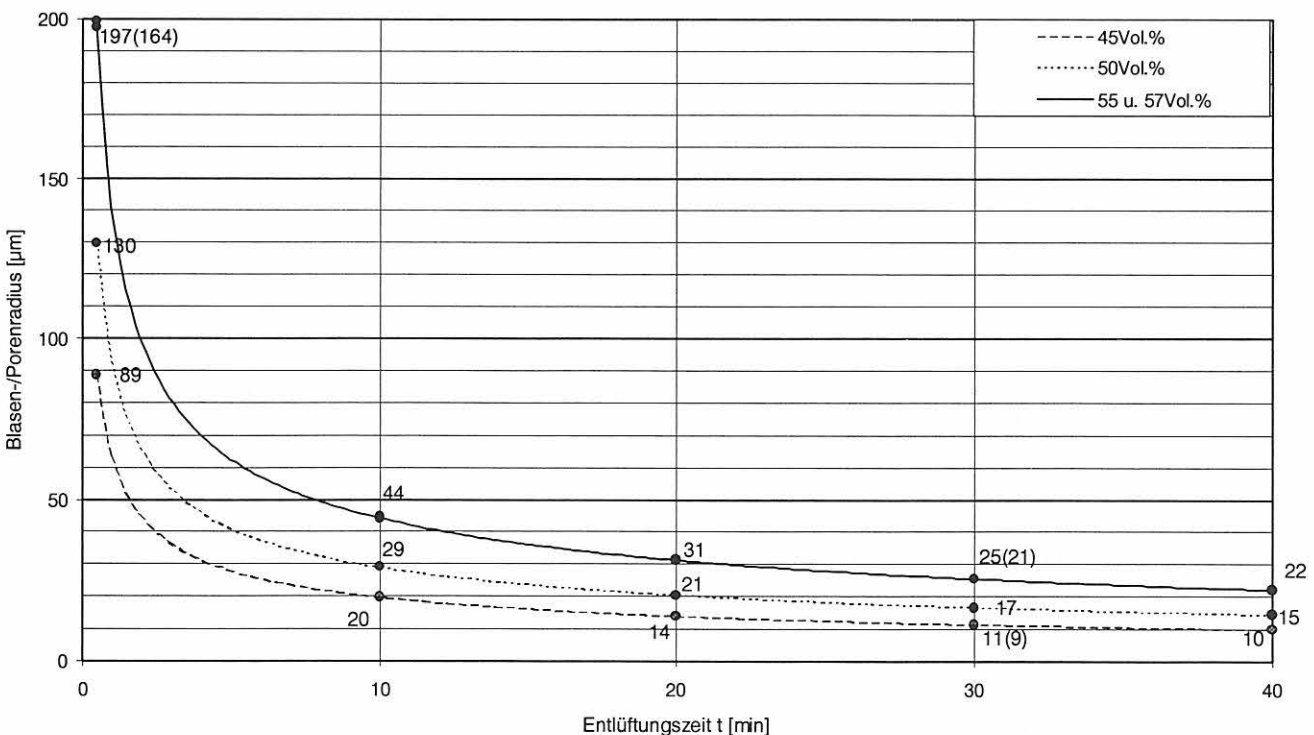


Abbildung 7
Graphische Darstellung der maximalen Blasengröße in den jeweiligen Schlickern

3.2 Charakterisierung der Grünkörper

In *Abbildung 8* ist der Trocknungsverlauf der entformten feuchten Grünkörper und der bei der Trocknung auftretende Gewichtsverlust dargestellt. Dieser ist ein Maß für die Schwindung [WÄS 95b], die in den ersten Stunden (bei einer Luftfeuchtigkeit von 95 Prozent) am größten ist. Sie pendelt sich für die Proben mit 50, 55 und 57 Vol.-% Al_2O_3 nach ca. 200 h auf einen konstanten Wert ein, für die Proben mit 45 Vol.-% tritt dies erst nach 400 bis 500 h ein. Mit zunehmendem Feststoffgehalt ist auch der Gewichtsverlust geringer. Eine Senkung der Luftfeuchtigkeit von 95 Prozent auf 88 und 80 Prozent bewirkt nur bei den Proben mit dem geringsten Feststoffgehalt eine weitere Gewichtsabnahme.

Die Gesamttrockenschwindung ist eine linear abnehmende Funktion des Feststoffgehaltes im Schlicker

[OMA 91b, WÄS 95b]. Da aus diesem Grunde ein höherer Feststoffgehalt zu einer geringeren Trockenschwindung des Grünkörpers führt und damit die Gefahr der Fehlerentstehung durch nichtisotrope Trocknung in diesem Stadium der Herstellung verringert, ist ein möglichst hoher Feststoffgehalt anzustreben. Allerdings erhöht sich die Viskosität des Schlickers und ihr Einfluß auf die Entlüftung mit zunehmendem Feststoffgehalt exponentiell, so daß beide Einflüsse sorgsam gegeneinander abgewogen werden müssen.

In *Abbildung 9* ist die Volumentrockenschwindung der feuchten Grünkörper als Funktion des Feststoffgehaltes des zugrundeliegenden Schlickers graphisch dargestellt. Der Verlauf der sich dabei ergebenden Geraden zeigt die lineare Abnahme der Schwindung mit zunehmendem Feststoffgehalt und würde bei einem hypothetischen Feststoffgehalt von ca. 62 Prozent zu keinerlei Schwindung des Grünkörpers während der Trocknung führen. Bei den Proben mit

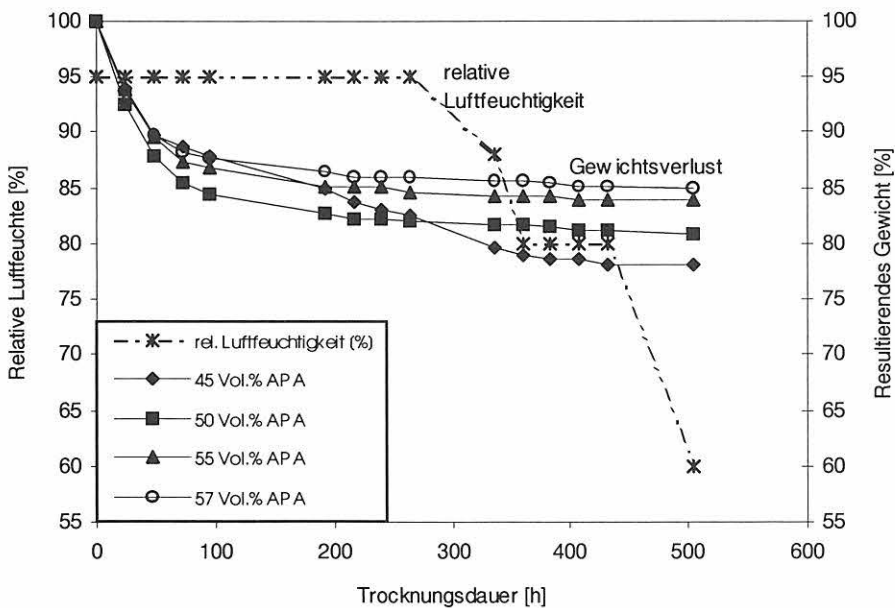


Abbildung 8
Trocknungsverhalten der feuchten Grünkörper verschiedenen Feststoffgehaltes nach dem Entformen, bei 22 °C.

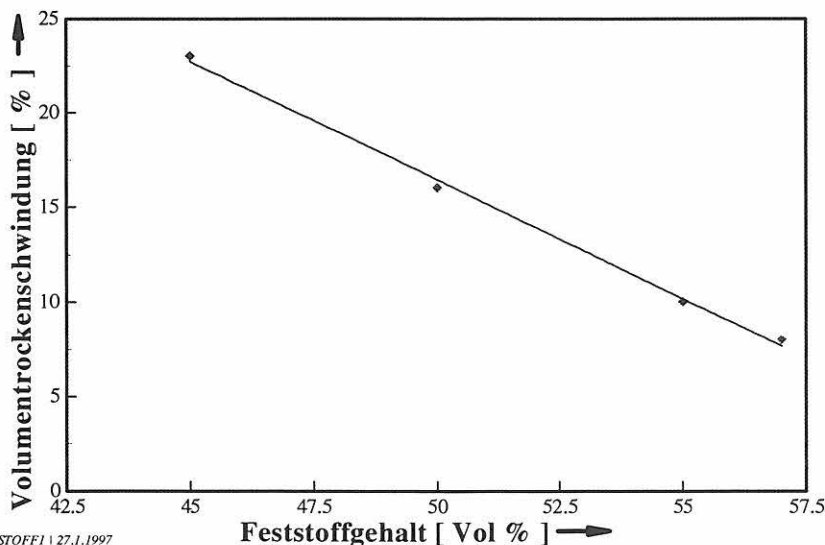


Abbildung 9
Darstellung der Trocknungsschwindung als Funktion des Feststoffgehaltes

45 Vol.-% Al_2O_3 beträgt die Volumenschwindung im Grünzustand ca. 23 Prozent und entsprechend die lineare Schwindung etwa 7 Prozent.

Die Gründichten der Platten und Zylinder lagen zwischen 52 Prozent (45 Vol.-% Al_2O_3) und 59 Prozent (57 Vol.-% Al_2O_3) der theoretischen Dichte.

3.3 Charakterisierung der Sinterkörper

In *Tabelle 5* sind die mit Hilfe der Auftriebsmethode ermittelten Sinterdichten der plattenförmigen Bauteile dargestellt. Die Entlüftungszeiten sind die Zeitintervalle, die zur Entlüftung der Schlicker angewendet wurden, aus denen die Platten dann durch den Gießprozeß hergestellt wurden.

Aus *Tabelle 5* wird deutlich, daß die gemessenen Dichten sich nur bei den Proben signifikant unterscheiden, die gar nicht entlüftet wurden. Hier ist eine deutliche Abnahme der Dichte der gesinterten Probe mit zunehmendem Feststoffgehalt des zugrundeliegenden Schlickers zu beobachten, was sehr wahrscheinlich auf die Anwesenheit größerer Blasen, die zu diesem Zeitpunkt noch im Schlicker vorhanden waren, zurückzuführen ist. Anschaulich wird dies in den *Abbildungen 12 und 13* dargestellt, die mit Hilfe der Computertomographie an entsprechenden gesinterten Proben aufgenommen wurden. Alle anderen Entlüftungszeiten wirkten sich nicht signifikant auf die Dichte der Proben aus. Für das Verfahren würde das bedeuten, daß auch bei den viskoser Schlickern mit den höheren Feststoffgehalten von 55 bzw. 57 Vol.-% eine Entlüftungszeit von maximal 10 Minuten ausreicht, um die verfahrensbedingten großen Blasen weitestgehend zu entfernen. Diese Ergebnisse werden ebenfalls sehr gut von der Analyse der mit Hilfe der Computertomographie aufgenommenen Daten wiedergegeben (*Tabelle 6 und Abbildung 11*)

Darüber hinaus wird bei den Proben mit Entlüftungszeiten von 40 Minuten sogar eine erneute Dichteabnahme bei den hochfeststoffhaltigen Schlickern beobachtet, was entweder auf eine erneute Erzeugung

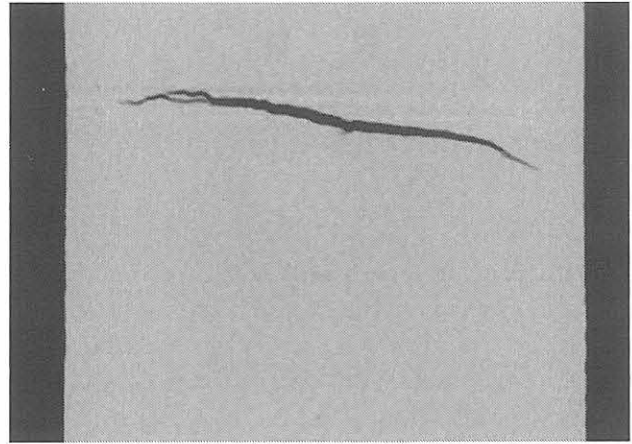


Abbildung 10
3 D-Darstellung eines Trockenrisses im oberen Teil der Probe. Ausdehnung des Risses etwa 2 mm.

von großen Blasen, z. B. durch Einrühren, oder auf die Entstehung von anderen dichter-reduzierenden Gefügefehlern, wie z. B. Rissen, bei langen Entlüftungszeiten hindeutet. Ein solcher Riß, aufgenommen mit der Computertomographie, ist in *Abbildung 10* dargestellt. Bei der Computertomographie (Kapitel 2.3.4) werden entsprechend der Abtastschrittweite nur Poren erfaßt, die größer als 40 μm sind. Ihr Anteil am Gesamtvolumen wird in *Tabelle 6* für jede Charge wiedergegeben und in *Abbildung 11* graphisch dargestellt. Die *Abbildungen 12 und 13* zeigen dreidimensionale bildliche Darstellungen der Verteilung von relativ großen Gasblasen im gesinterten Zustand von Proben, die aus nicht entlüfteten Schlickern mit 55 und 50 Vol.-% Al_2O_3 hergestellt wurden.

Tabelle 6
Porengehalt der zylindrischen, gesinterten Probekörper in ppm, bestimmt mittels Computertomographie.

Feststoffgehalt [Vol.-%]	Entlüftungszeit t [min]				
	0	10	20	30	40
45	40	60	50	40	30
50	290	60	1400	30	160
55	6730	710	90	60	120
57	13300	730	50	90	80

Tabelle 5
Dichten der gesinterten Bauteile

Entlüftungszeit t [min]	Sinterdichte [%T.D.]			
	45 Vol.-% Al_2O_3	50 Vol.-% Al_2O_3	55 Vol.-% Al_2O_3	57 Vol.-% Al_2O_3
0	99,51 ± 0,03	99,38 ± 0,02	99,18 ± 0,05	99,05 ± 0,05
10	99,53 ± 0,04	99,57 ± 0,10	99,55 ± 0,07	99,62 ± 0,06
20	99,55 ± 0,04	99,43 ± 0,04	99,48 ± 0,02	99,48 ± 0,02
30	99,50 ± 0,03	99,45 ± 0,01	99,57 ± 0,08	99,44 ± 0,03
40	99,52 ± 0,05	99,23 ± 0,06	99,32 ± 0,05	99,25 ± 0,17

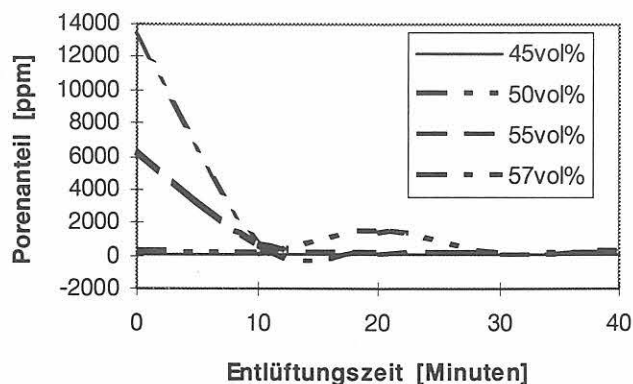


Abbildung 11
Porengehalt als Funktion der Entlüftungszeit für die Proben verschiedenen Feststoffgehaltes

Erwartungsgemäß zeigt sich, daß Blasen in Schlickern mit höherer Viskosität länger zum Entweichen brauchen. Bei dem niedrigviskosen Schlicker mit 45 Vol.-% hatten Poren zwischen 40 und 300 µm schon praktisch ohne Entlüftung keinen nennenswerten Anteil mehr am Probenvolumen. Bei dem Schlicker mit 50 Vol.-% gilt dies ab zehn Minuten und bei den Schlickern mit 55 bzw. 57 Vol.-% Feststoffgehalt nach spätestens 20 Minuten Entlüften. Auch waren auf den später durchgeführten Untersuchungen der Bruchflächen dieser Proben keine Poren dieser Größe zu finden. Der stark abweichende Wert bei der Probe 50/20 ist vermutlich auf einen Fehler bei der Proben-

präparation zurückzuführen. Eine nochmalige Präparation und erneute Vermessung konnte den angegebenen Wert von 1400 nicht reproduzieren. Aluminiumoxid-Gefüge, deren größte Defekte maximal 40 µm ($= 2 \cdot a_c$) betragen, müßten theoretisch eine Festigkeit von 560 MPa aufweisen, wie sich aus Gleichung (7) ergibt, wenn eine typische Bruchzähigkeit K_{Ic} von $3 \text{ MPam}^{1/2}$ und der Geometriefaktor $Y = 1,2$ angenommen wird. a_c ist die kritische Fehlergröße, die bei Belastung bruchauslösend wirkt.

$$\sigma_B = \frac{K_{Ic}}{Y \cdot \sqrt{a_c}} \quad (7)$$

Die untersuchten Stäbe zeigen jedoch eine Festigkeit, die in allen Fällen unter diesem Wert liegt. Das deutet darauf hin, daß die bruchauslösenden Defekte in allen Fällen größer als 40 µm im Durchmesser waren. Erreichte Spitzenwerte der Festigkeit von einzelnen Proben lagen bei ca. 500 MPa, womit sich in diesen Fällen eine Defektgröße von ca. 52 µm ergibt. Aus diesen Ergebnissen und der Defektgrößenabschätzung wird deutlich, daß Gasblasen, die aus mangelnder Schlickerentlüftung stammen, nur bei den hochviskosen Schlickern und nur zu Beginn der Entlüftungsperiode maßgeblich für das Versagensverhalten verantwortlich sind. Darüberhinaus gibt es offensichtlich noch weitere Defekttypen, deren Präsenz von der Dauer der Entlüftungsperiode unabhängig ist.

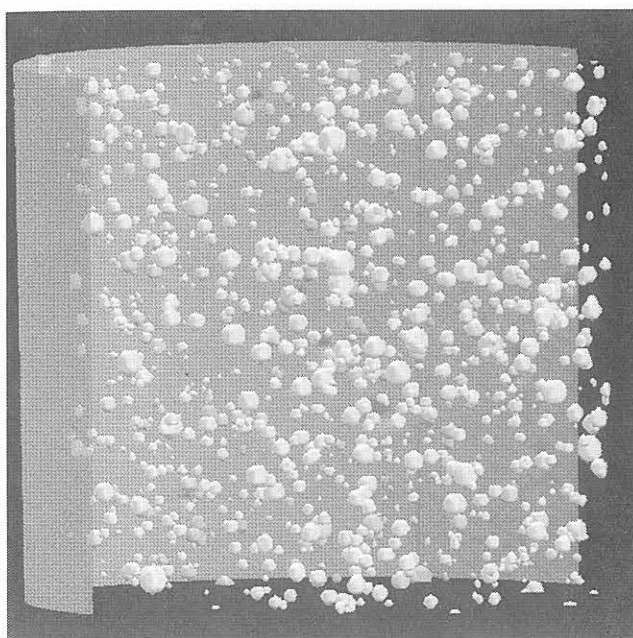


Abbildung 12 (rechts)
3D-Darstellung der Porenverteilung einer Probe mit 50 Vol.-% Al_2O_3 und 0 min Entlüftung und

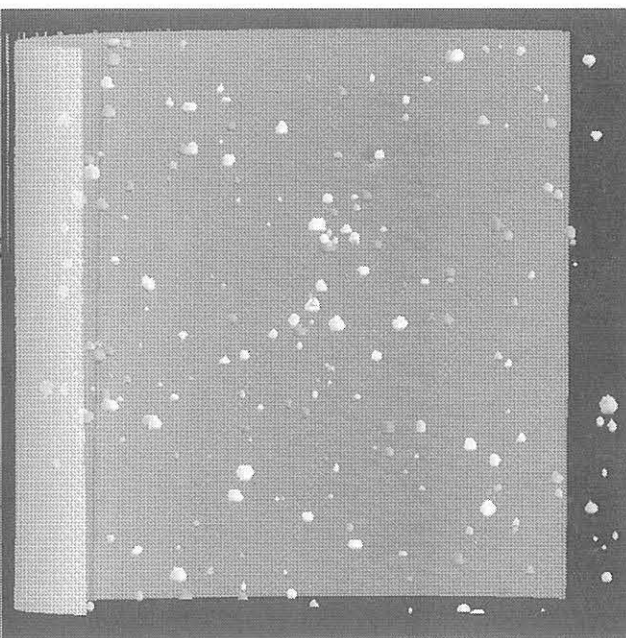


Abbildung 13 (links)
3D-Darstellung der Porenverteilung einer Probe mit 55 Vol.-% Al_2O_3 und 0 min Entlüftung.

3.4 Festigkeiten und Fehlergrößenstatistik

In *Abbildung 14* sind die mittleren Biegefestigkeiten, gemessen an jeweils 30 Proben mit der 4-Punkt-Methode, und die zugehörigen Standardabweichungen dargestellt. Aus der Abbildung wird deutlich, daß die maximale Festigkeit von 413+/-60 MPa für die Chargen mit 45 Vol.-% Al_2O_3 nach zehn Minuten Entlüftungszeit erreicht ist, für die Chargen mit 50, 55 und 57 Vol.-% Al_2O_3 erst nach 20 Minuten. Die erzielten Festigkeiten liegen für die Charge mit 57 Vol.-% bei ca. 340+/-55 MPa, für die beiden anderen Chargen bei ca. 400+/-55 MPa. Auch der Vergleich der Festigkeiten zeigt, daß ein einheitliches Festigkeitsniveau von ca. 400 MPa nach spätestens 20 Minuten Entlüftungszeit erreicht ist und bestätigt damit die in den vorangegangenen Kapiteln gezogenen Schlußfolgerungen. Allerdings zeigt sich aus den bis jetzt erhaltenen Ergebnissen, daß das erreichte Festigkeitsniveau von Gefügefehlern bestimmt wird, die von der Entlüftung des Schlickers unabhängig sind.

Wie die Defektverteilung in 3.4 und die Bruchflächenanalyse in 3.5 zeigen, wird der Bruch der nicht entlüfteten Proben, mit Ausnahme der Proben mit Feststoffgehalten von 45 und 50 Vol.-%, durch ca. 300 µm-große Poren ausgelöst. Diese Poren entsprechen den nicht entfernten Blasen im Schlicker, die dadurch mit in das Gefüge eingebracht werden. Aus diesem Grund sind die Festigkeiten der Proben, die aus Schlickern mit höheren Feststoffgehalten von 55 und 57 Vol.-% Al_2O_3 hergestellt wurden, sehr niedrig und liegen bei ca. 200 MPa (siehe auch Kapitel 3.6).

Die folgenden Abbildungen geben für jeden Feststoffgehalt die Defektgrößenverteilung als Funktion der unterschiedlichen Entlüftungsdauern wieder. Für jeden Feststoffgehalt wurde der Bereich zwischen dem kleinsten und dem größten l_a -Wert in 6 Klassen eingeteilt. Mit dieser Klasseneinteilung werden die Histogramme erstellt. Die Punkte auf den Kurven sind die Klassenmitten. Die Häufigkeit des jeweiligen Merkmals wird mit der Gesamtzahl der Elemente (maximal 33 Werte) normiert. Die für das Glätten der Ausgleichskurven verwendete Funktion führt im Bereich nicht belegter Klassen zu in Wirklichkeit nicht vorhandenen negativen Werten, die jedoch für die weitere Diskussion ohne Bedeutung sind.

Die im Kapitel Bruchflächenanalyse (3.5) gefundenen Defekttypen – Grobkorn, poröse Nester, Poren und Risse – sind bei einigen Defektpopulationen bzw. Histogrammpunkten in die Diagramme eingetragen. Grobkorn ($r \gg 40 \mu m$) und poröse Nester ($r \gg 30 \mu m$) gehören dabei ihrer Größe nach zu einer Population. Die Werte in Klammern sind die Nummern der untersuchten Biegestäbe im Kapitel 3.5.

Bei einem Feststoffgehalt von 45 Vol.-% (*Abbildung 15*) zeigt sich bei allen Entlüftungsdauern eine enge Defektgrößenverteilung.

Die globalen Maxima liegen zwischen 28 und 45 µm. Die mit Hilfe der Bruchflächenanalyse gefundenen dazugehörigen Defekte sind Grobkorn und poröse Nester. Das Nebenmaximum bei 80 µm, dessen Größe bzw. Anteil mit zunehmender Zeit abnimmt, könnte auf im Schlicker verbliebene Blasen entsprechender Größe zurückgeführt werden.

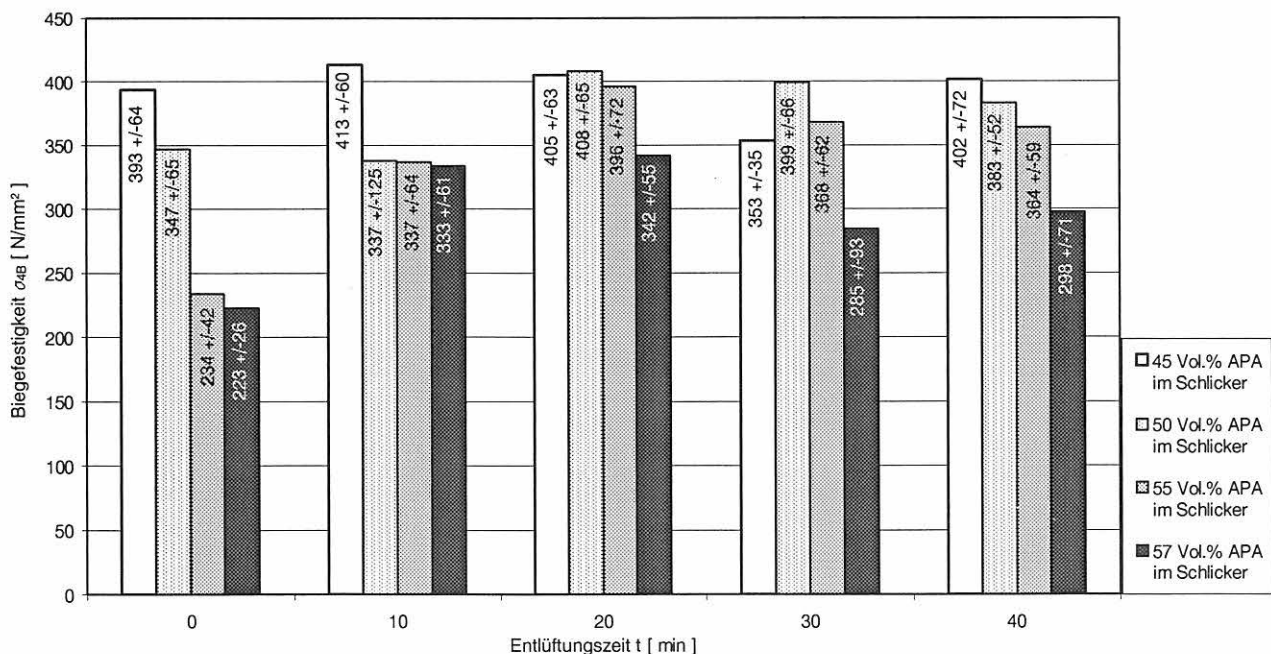


Abbildung 14
Zusammenhang zwischen den Biegefestigkeiten der verschiedenen Chargen und der Entlüftungszeit

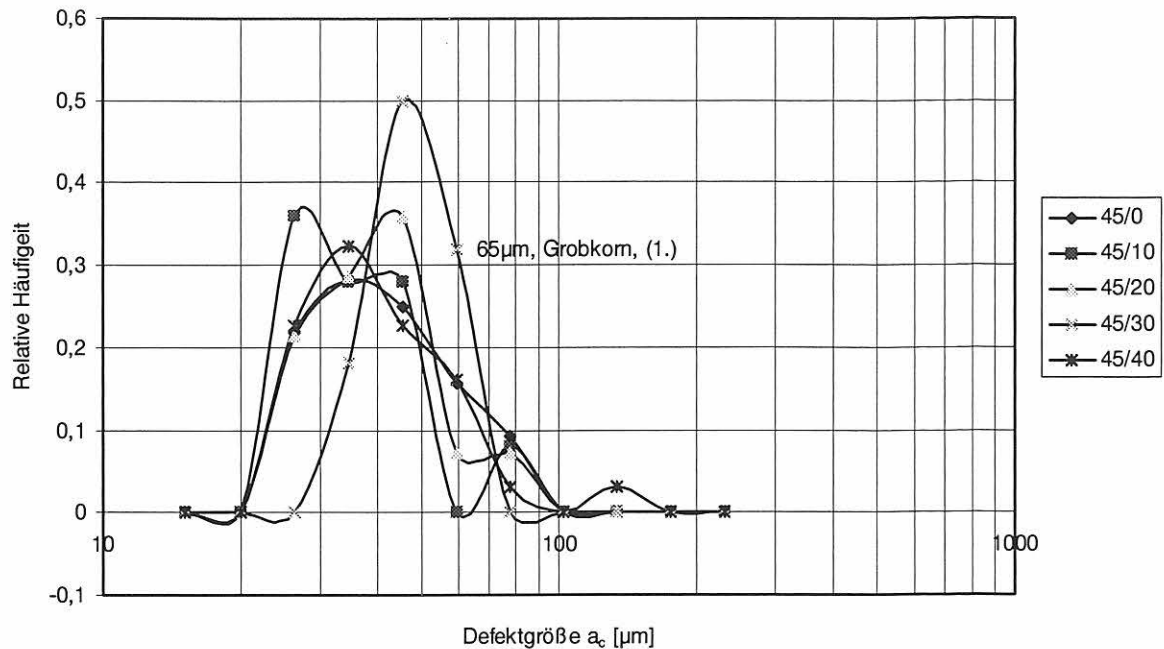


Abbildung 15
Defektgrößenverteilung der Charge mit 45 Vol.-% Al_2O_3

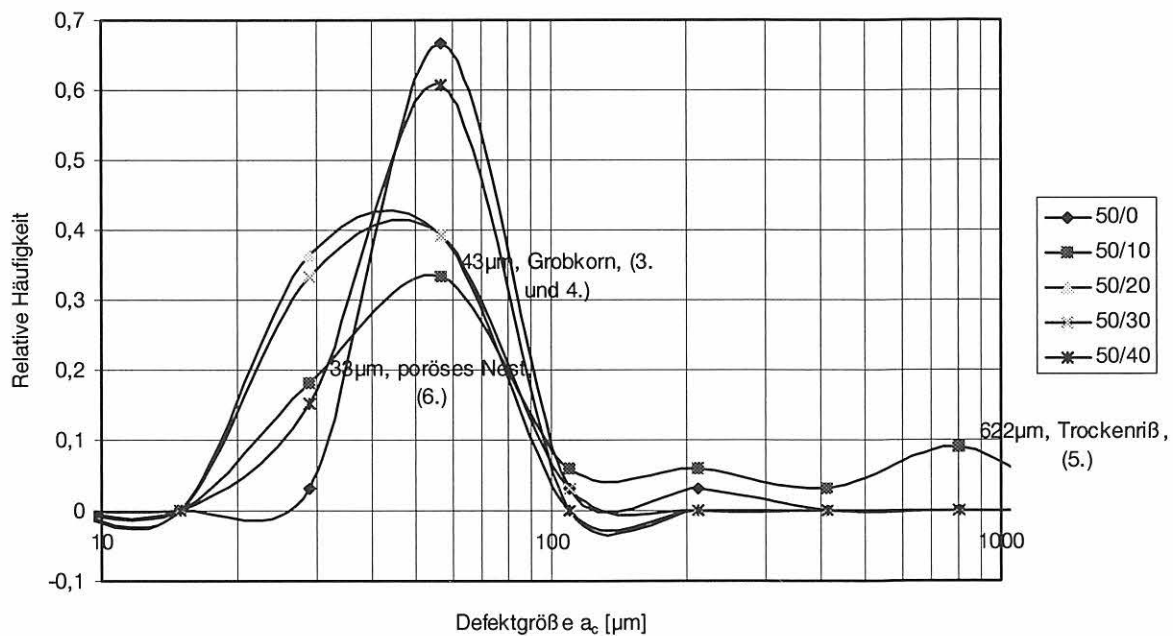


Abbildung 16
Defektgrößenverteilung der Charge mit 50 Vol.-% Al_2O_3

Die Defektgrößenverteilung bei Chargen aus den ebenfalls niedrigviskosen Schlickern mit Feststoffgehalten von 50 Vol.-% ähnelt derjenigen bei 45 Vol.-%, allerdings mit dem Unterschied, daß das beste Ergebnis nach 20 Minuten Entlüftung erzielt wird. Die bruchauslösenden Defekte im Bereich des globalen Maximums (der Hauptpopulation) sind Grobkorn und die etwas kleineren porösen Nester.

Bei einem Feststoffgehalt von 55 Vol.-% (Abbildung 17) sind ohne Entlüftung Poren die bruchauslösenden Fehler (globales Maximum bei 120 μm). Wie

bei 57 Vol.-% (Abbildung 18) ist die maximale Festigkeit nach 20 Minuten erreicht – das Maximum hat von den Maxima dieses Feststoffgehalts den niedrigsten a_c -Wert. Bruchauslösende Defekte im Bereich des globalen Maximums sind poröse Nester und Grobkorn.

Bei hohen Feststoffgehalten (55 und 57 Vol.-%) zeigen sich ohne Entlüftung globale Maxima bei 140 bzw. 160 μm . Der zu diesen Populationen gehörende Defekttyp sind große runde Poren, die auf Blasen im Schlicker zurückzuführen sind. Das Entlüften führt

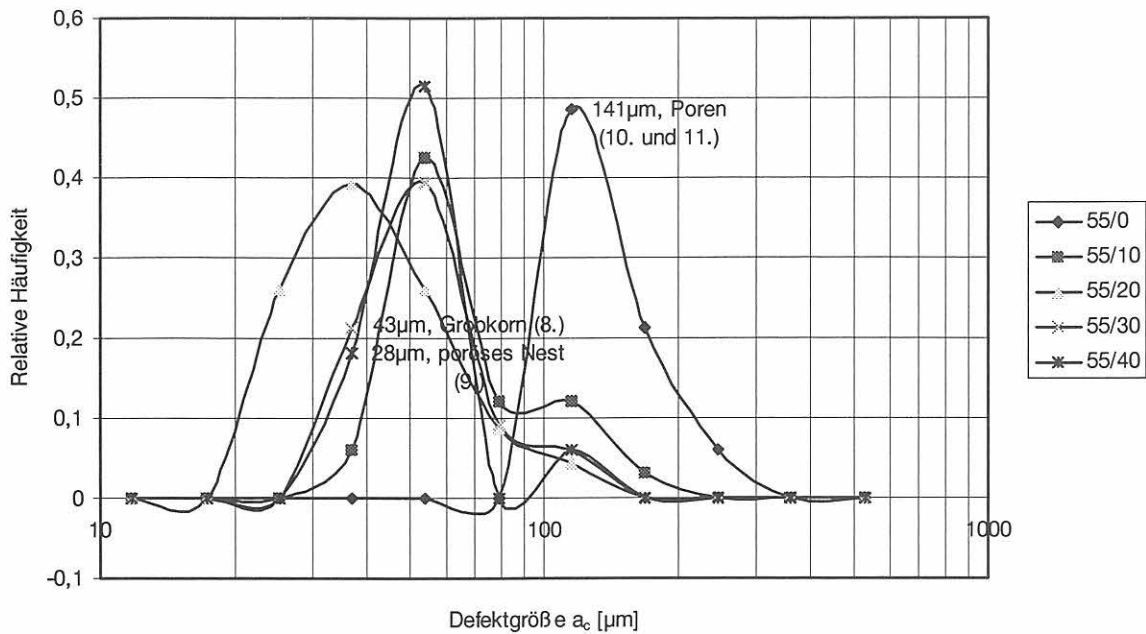


Abbildung 17
Defektgrößenverteilung der Charge mit 55 Vol.-% Al_2O_3

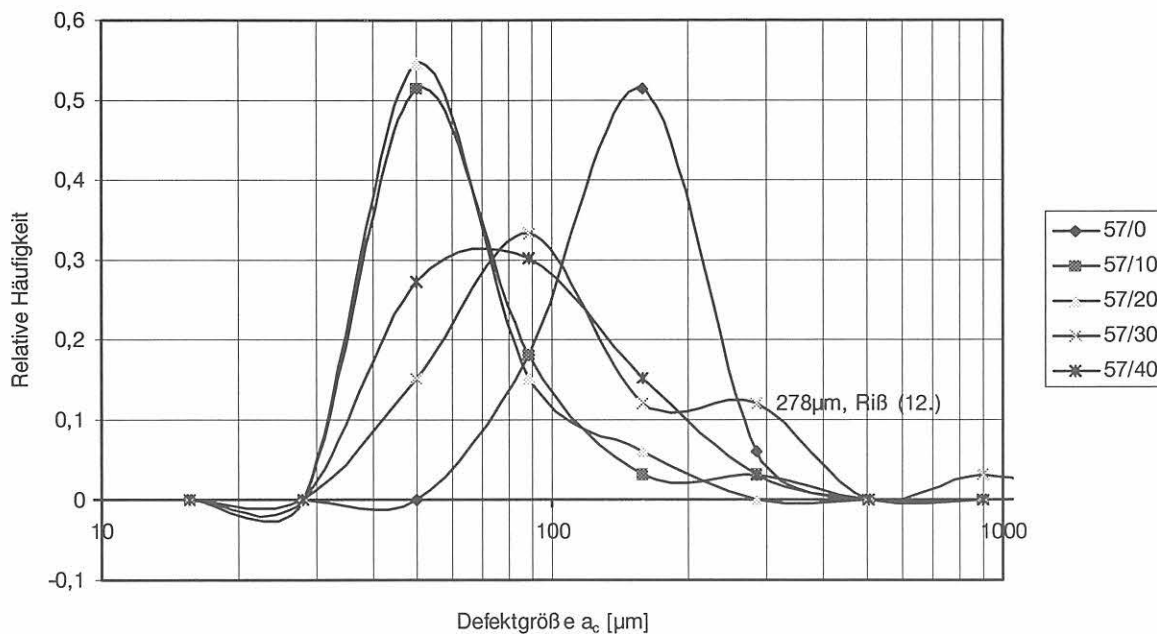


Abbildung 18
Defektgrößenverteilung der Charge mit 57 Vol.-% Al_2O_3

zunächst dazu, daß diese Population praktisch verschwindet (57/10), was zu einer deutlichen Erhöhung der Festigkeit führt. Die vorherrschenden bruchauslösenden Defekte sind auch hier poröse Nester und Grobkorn. Mit zunehmender Entlüftungsdauer nimmt jedoch ihr Anteil wieder zu. Zusätzlich nimmt mit zunehmender Dauer die Breite der Verteilung zu, was dahingehend gedeutet werden kann, daß es zum Auftreten relativ großer anderer Gefügefehler kommt, wahrscheinlich von Rissen, die durch die Nebenmaxima repräsentiert werden. Der Verbreiterung der Defektverteilung entspricht die Abnahme des Weibull-

moduls. Es zeigt sich deutlich, daß eine Entlüftung von mehr als 20 Minuten zu einer Verringerung der Festigkeit und der Materialhomogenität führt.

Als Grund dafür kann angenommen werden, daß es bei Entlüftungszeiten von mehr als 20 Minuten, vor allem bei den Schlickern mit 55 und 57 Vol.-% Feststoffgehalt, zu Inhomogenitäten im Bindergehalt und/oder in der Binderkonstitution kommt, und zwar während der Entlüftungsphase. Dafür kommen zwei Ursachen in Frage. Sie resultieren entweder aus einer auftretenden Teilpolymerisation und/oder einer loka-

len Viskositätserhöhung aufgrund der Verdampfung von Lösungsmittel (Wasser) an der Oberfläche. Die dann im anschließenden Trocknungsprozeß auftretende inhomogene bzw. anisotrope Schwindung könnte zum Aufbau von Spannungen im feuchten Grünkörper und damit zur Bildung von Trocknungsrissen führen, die auch im fertiggesinterten Probekörper zu beobachten sind.

Es ist wahrscheinlich, daß auch die Ergebnisse der Dichtemessungen aus Kapitel 3.3 in diesem Zusammenhang zu interpretieren sind. Danach wäre die Abnahme der Dichte bei hohen Entlüftungszeiten von 40 Minuten für Schlicker mit 55 bzw. 57 Vol.-% Feststoffgehalt, wie in *Tabelle 5* dargestellt, tatsächlich auf die Rißbildung im Trocknungsstadium zurückzuführen. GleichermäÙe wäre auch der Verlauf der Festigkeitswerte, wie er in *Abbildung 14* dargestellt ist, zu sehen. Da die Festigkeit weit empfindlicher als die Dichte auf eingebrachte Gefügefehler reagiert, müssen die Ergebnisse der Proben, die mit 30 Minuten Entlüftungszeit hergestellt wurden, schon unter dem Einfluß der Rißbildung durch inhomogene Binderverteilung gesehen werden. Insbesondere die Festigkeitsergebnisse legen nahe, daß die Entlüftungszeit unabhängig vom Feststoffgehalt des Schlickers 20 Minuten nicht überschreiten sollte.

3.5 Bruchflächenanalyse

Zur Ermittlung der Biegefestigkeiten wurde die Weibullstatistik unter der Annahme verwendet, daß nur Poren als einzige Defektart zum Bruch führen. Jedoch zeigen die Weibullauftragungen (*Abbildungen 60a bis 63b*), speziell die der Proben mit 50 Vol.-% und zehn Minuten Entlüftung, wie auch die *Abbildungen 17 und 18*, daß teilweise mehrere Defektpopulationen unterschieden werden können. Um herauszufinden, welche anderen Defektarten zusätzlich zum Bruch der Gelcast-Proben geführt haben, war es notwendig, Bruchflächenanalysen durchzuführen.

Mit Hilfe der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchung der Bruchflächen läßt sich die Art des bruchauslösenden Defektes und seine Größe bestimmen [ROT 94, TEL 89, TEL 90]. Hieraus kann abgeleitet werden, in welcher Stufe des Verarbeitungsprozesses der Fehler entstanden ist [ROS 85].

Im folgenden werden REM-Aufnahmen von Bruchflächen einiger Biegestäbe aufgeführt und näher erläutert. Für die Berechnung der Defektgröße a_c nach Gleichung (7) wurde ein K_{Ic} -Wert von $3 \text{ MPa m}^{1/2}$, und ein Y -Wert von 1,2 verwendet. Die Längsachse der Stäbe ist um 20° gegen die optische Achse geneigt.

Die Bezeichnung der Biegestäbe ist wie folgt zu verstehen: Vol.-%/Entlüftungszeit/Rang in der Weibull-Statistik (siehe *Abbildungen 60 bis 63*, Weibull-Auftragung). Ein niedriger Rang-Wert bedeutet eine niedrige Festigkeit innerhalb der Charge.

1. Biegestab 45/30/4

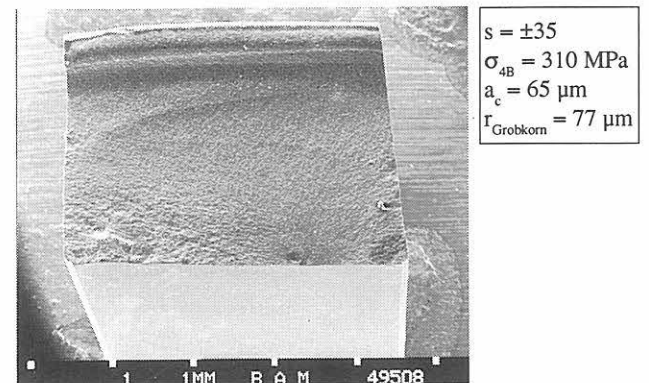


Abbildung 19
Grobkorn als bruchverursachender Defekt an der Bruchkante

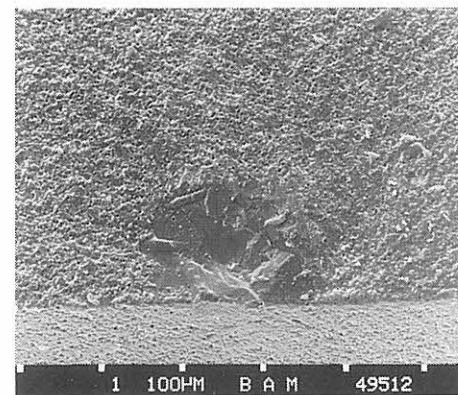


Abbildung 20
Vergrößerte Darstellung des Grobkorns als Bruchursache

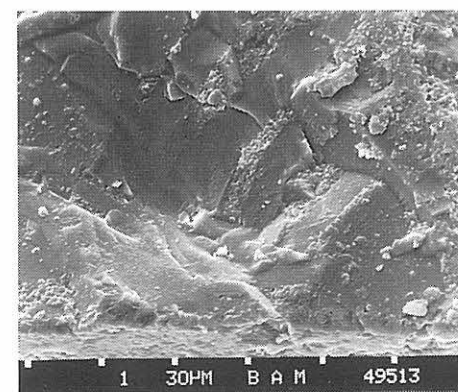


Abbildung 21
Grobkorn – bestehend aus plattenartigen Kristalliten

Der bruchauslösende Fehler ist ein Grobkorn auf der Zugseite in Oberflächennähe. Aus der gemessenen Festigkeit läßt sich ein a_c -Wert von $65 \mu\text{m}$ berechnen. Der parallel zur Richtung des Stempelvorschubs gemessene Radius des Grobkorns beträgt $77 \mu\text{m}$.

3. Biegestab 50/10/16

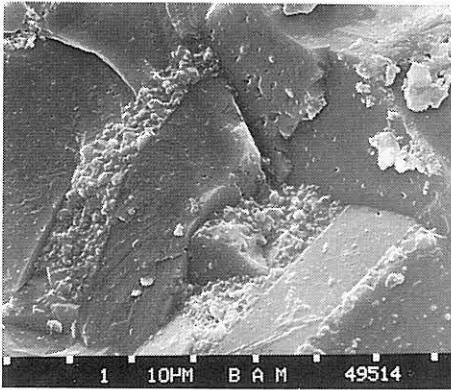


Abbildung 22
Grobkorn-plattenartige Kristalle

In der weiteren Umgebung dieses Fehlers wechseln sich Bereiche mit inter- und transkristallinem Bruchmodus ab (Abbildung 23).

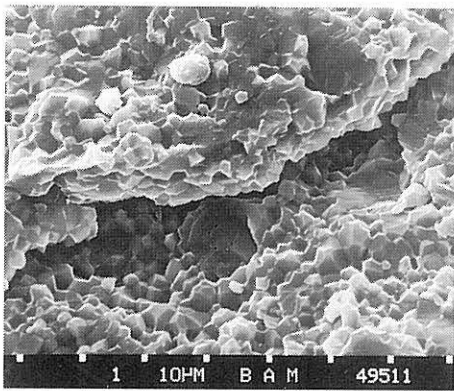
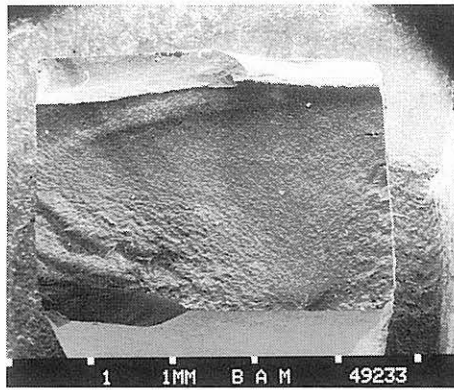


Abbildung 23
Bereiche mit sowohl trans- als auch interkristallinem Bruchmodus

In den transkristallin gebrochenen Körnern erkennt man kleine Poren.



$s = \pm 125$
 $\sigma_{4B} = 383 \text{ MPa}$
 $a_c = 43 \mu\text{m}$
 $r_{\text{Pore}} = 21 \mu\text{m}$
 $r_{\text{Grobkorn}} = 55 \mu\text{m}$

Abbildung 25
Grobkorn rechts an der Zugseite

Die Berechnung der a_c -Werte für das Grobkorn und die Pore haben ergeben, daß das Grobkorn bruchverursachend war und nicht die in Abbildung 26 dargestellte Pore.

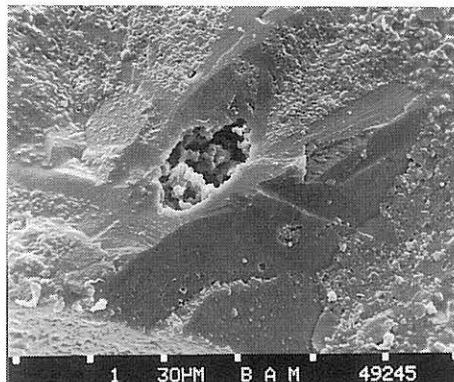


Abbildung 26
Pore im Grobkorn

Diese Pore könnte eine Folge der unvollständigen Entlüftung sein. In der folgenden Abbildung 27 sind die auf den Bruchflächen häufig vorkommenden porösen Nester dargestellt.

Die feinen Markierungen auf den transkristallin gebrochenen Körnern wurden durch die ungünstige Lage der Korngrenzen und der Gitterebenen relativ zur Reißebene verursacht.

2. Biegestab 45/30/22

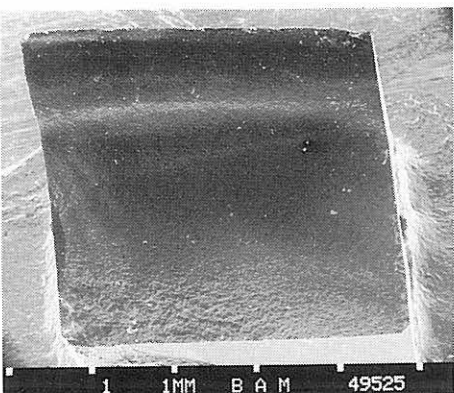


Abbildung 24
Gesamtübersicht der Bruchfläche

$s = \pm 35$
 $\sigma_{4B} = 317 \text{ MPa}$
 $a_c = 62 \mu\text{m}$
 Defekt nicht gefunden

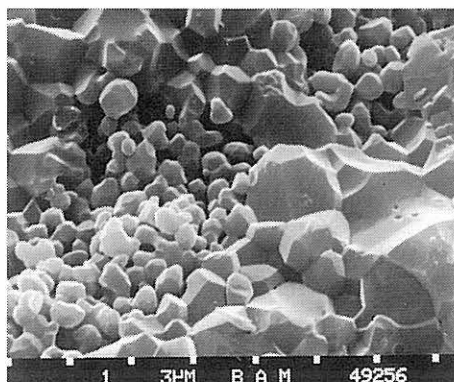


Abbildung 27
Poren in einem Kristall und Poröse Nester

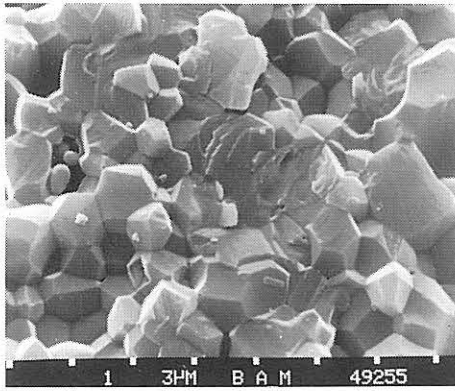


Abbildung 28
Feine streifige Markierungen auf den transkristallin gebrochenen Körnern

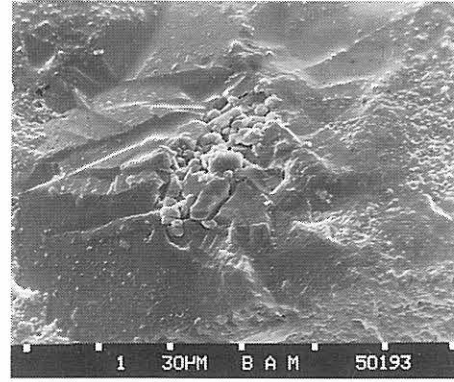


Abbildung 31
Vergrößerte Darstellung des Bruchsprungs (Grobkorn mit porösem Nest)

4. Biegestab 50/10/9

Auch bei diesem Biegestab befindet sich der bruchauslösende Defekt an der Zugseite in Oberflächennähe.

Bei näherer Betrachtung erkennt man, daß sich in dem Grobkorn ein poröses Nest befindet. Der Vergleich der gemessenen Radien dieser beiden Defekte mit dem berechneten Wert für a_c ergibt, daß das Grobkorn bruchauslösend war.

Man erkennt hier sehr gut, daß sich in dem porösen Nest sowohl relativ runde als auch größere Körner (plattenartige Kristallite) befinden.

5. Biegestab 50/10/3

Die Ausdehnung des kritischen Radius deutet auf einen rißartigen Gefügefehler hin. Es wurde aber auch eine poröse Stelle (s. u.) in der Bruchfläche gefunden.

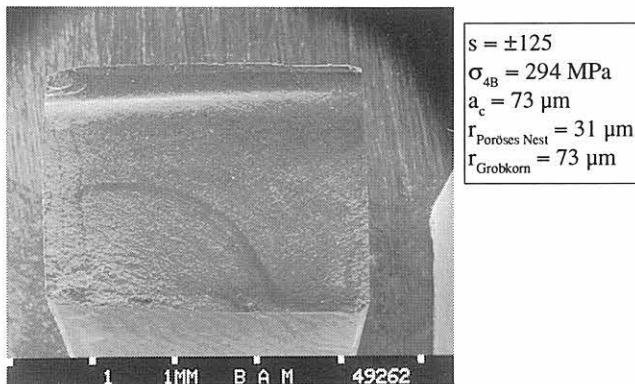


Abbildung 29
Grobkorn als bruchauslösender Defekt an der Zugseite

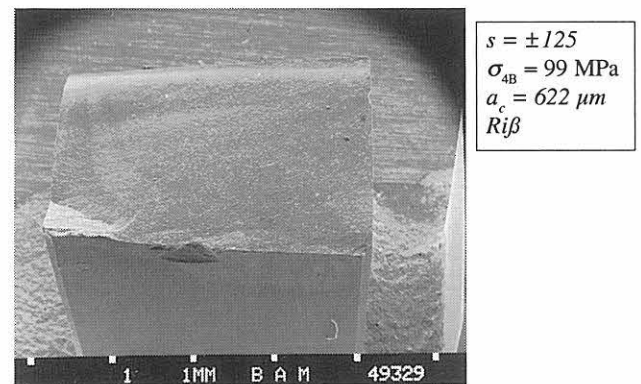


Abbildung 32
Gesamtübersicht der Bruchfläche

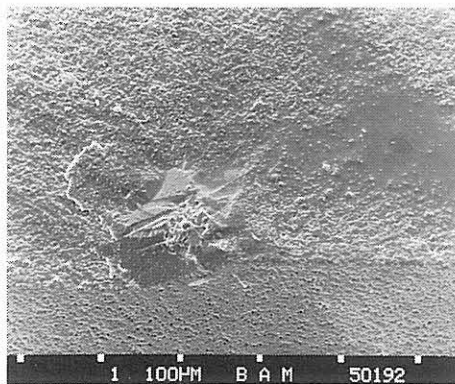


Abbildung 30
Poröses Nest im Grobkorn

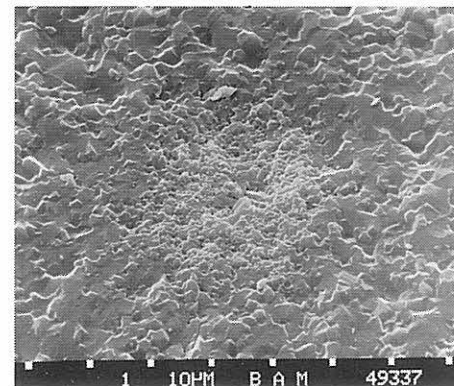


Abbildung 33
Grobkorn im Porösen Nest in der Bruchfläche

6. Biegestab 50/10/28

Dieser Biegestab hatte eine sehr hohe Festigkeit. Die Bruchfläche in *Abbildung 34* ist stark zerklüftet und auch hier befindet sich der zum Bruch führende Defekt an der zugbelasteten Seite des Biegestabes.

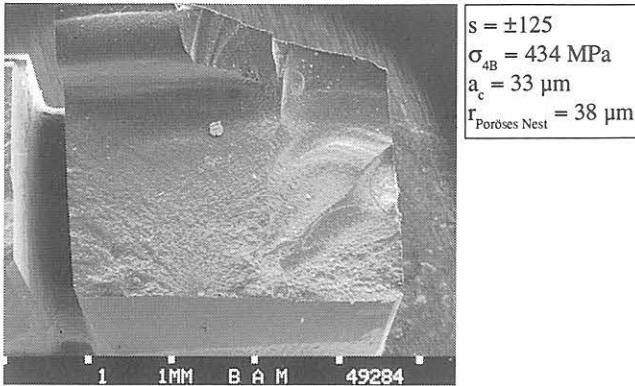


Abbildung 34
Gesamtübersicht der Bruchfläche mit bruchauslösendem Defekt an der Zugseite

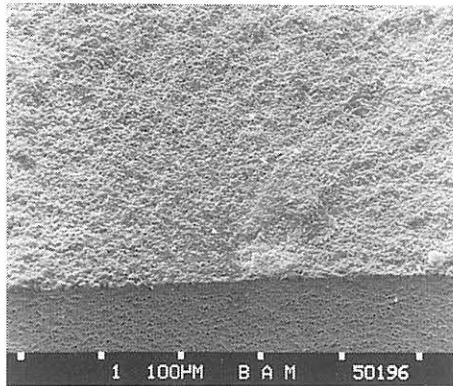


Abbildung 35
Poröses Nest als Bruchursache an der Zugseite

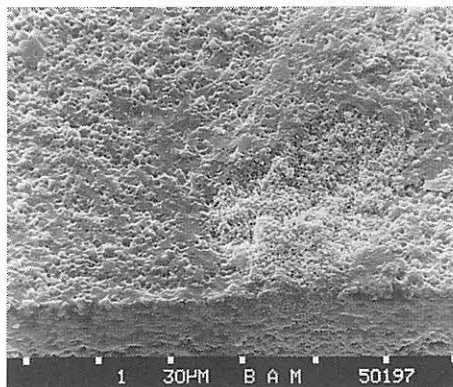


Abbildung 36
Vergrößerte Darstellung des porösen Nestes als Bruchursache

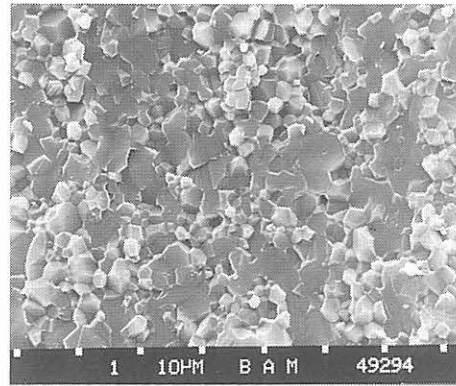


Abbildung 37
Trans- und interkristallin gebrochene Körner, Poren und feine Markierungen auf den Körnern

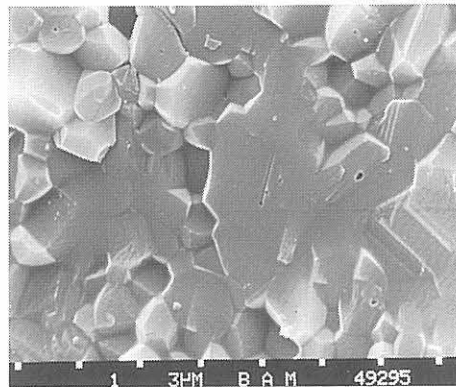


Abbildung 38
Poren in den transkristallin gebrochenen Körnern

7. Biegestab 55/20/23

Dieser Biegestab weist ebenfalls eine sehr hohe Festigkeit auf.

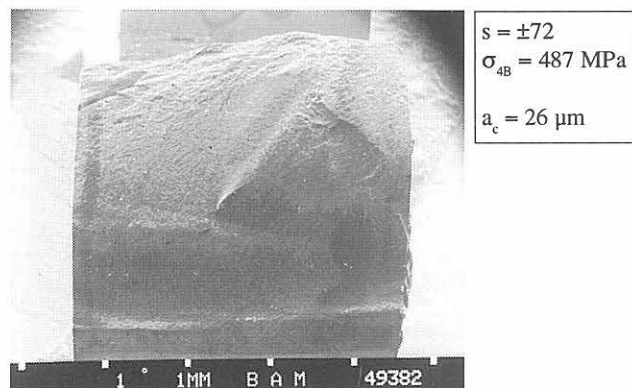
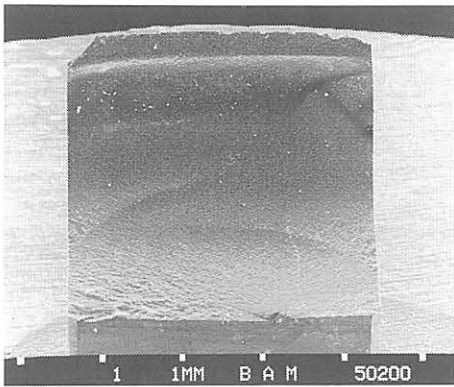


Abbildung 39
Gesamtübersicht der Bruchfläche

Bruchauslösender Defekt im Volumen.

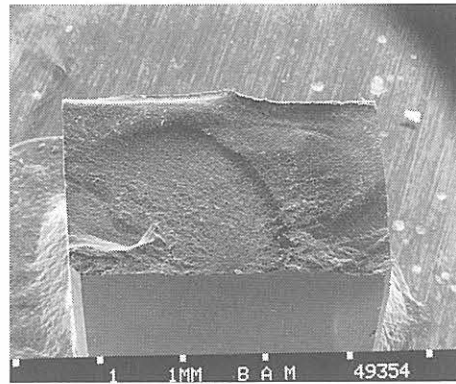
8. Biegestab 55/40/22



$s = \pm 59$
 $\sigma_{4B} = 384 \text{ MPa}$
 $a_c = 43 \mu\text{m}$
 $r_{\text{Poröses Nest}} = 14 \mu\text{m}$
 $r_{\text{Grobkorn}} = 43 \mu\text{m}$

Abbildung 40
Gesamtübersicht der Bruchfläche mit bruchauslösendem Defekt an der Zugseite

9. Biegestab 55/40/32



$s = \pm 59$
 $\sigma_{4B} = 477 \text{ MPa}$
 $a_c = 28 \mu\text{m}$
 $r_{\text{Poröses Nest}} = 36 \mu\text{m}$

Abbildung 43
Gesamtübersicht der Bruchfläche mit bruchauslösendem Defekt an der Zugseite

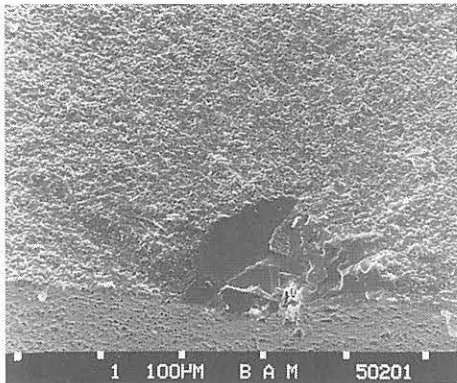


Abbildung 41
Pore im Grobkorn

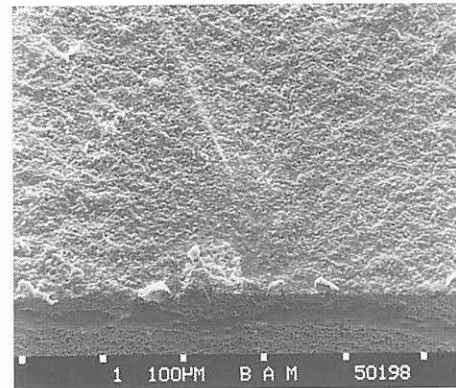


Abbildung 44
Poröses Nest als Bruchursache an der Zugseite

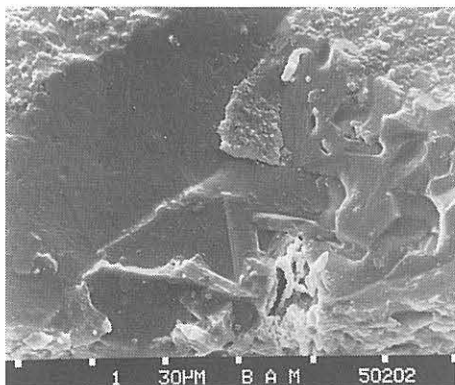


Abbildung 42
Vergrößerte Darstellung des bruchauslösenden Defekts

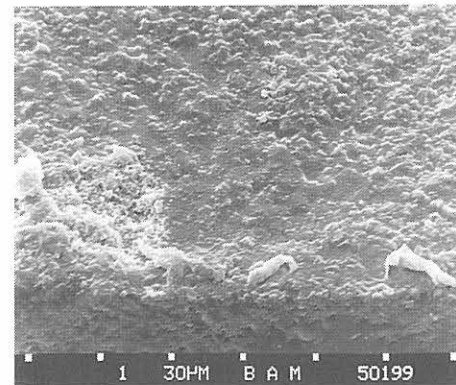


Abbildung 45
Poröses Nest in vergrößerter Darstellung.

10. Biegestab 55/0/9

Bei diesem gar nicht entlüfteten Biegestab erkennt man auf der Bruchfläche bereits makroskopisch drei große Poren, von denen die an der Zugseite befindliche Pore bruchauslösend war. Im Vergleich zu den anderen Bruchflächen ist diese relativ glatt.

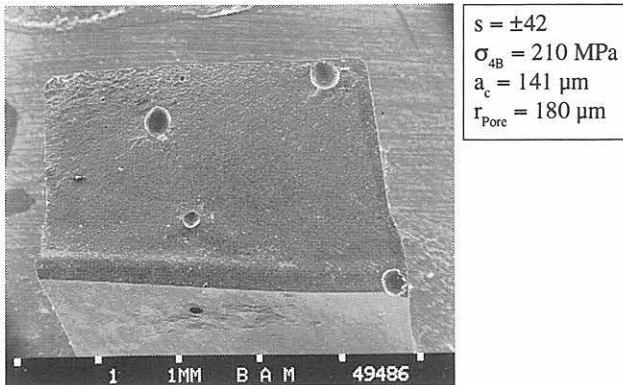


Abbildung 46
Gesamtübersicht der Bruchfläche mit bruchauslösender Pore an der Zugseite

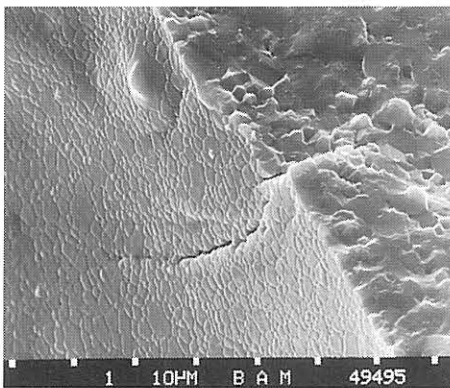


Abbildung 47
Dargestellt ist ein Riß am Porenrand, der durch die Zugspannung verursacht wurde

11. Biegestab 55/0/10

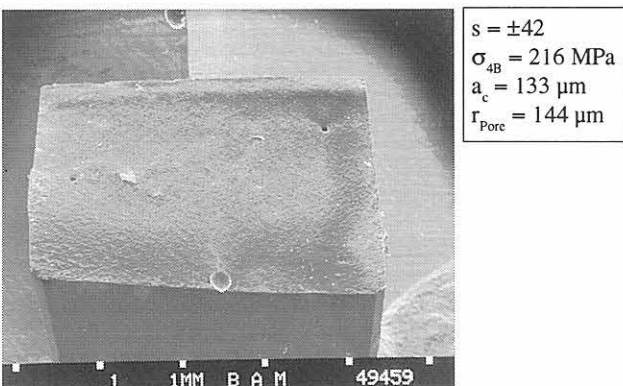


Abbildung 48
Gesamtübersicht der Bruchfläche mit bruchauslösender Pore an der Zugseite

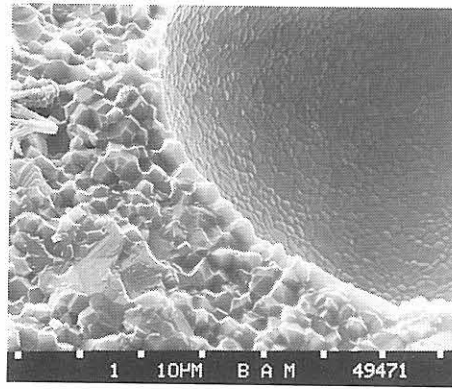


Abbildung 49
Gefüge in der Pore

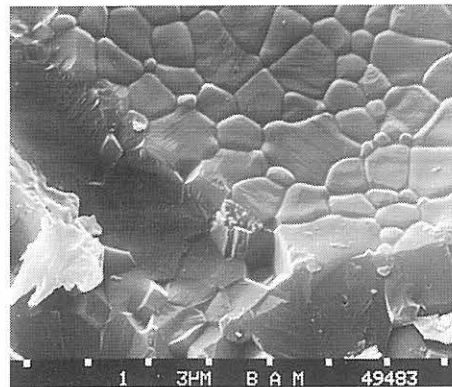


Abbildung 50
Darstellung des Gefüges einer relativ flachen Pore

12. Biegestab 57/30/2

Die Unebenheit der Bruchfläche deutet darauf hin, daß der Bruch von zwei Stellen großer Inhomogenität ausgegangen ist.

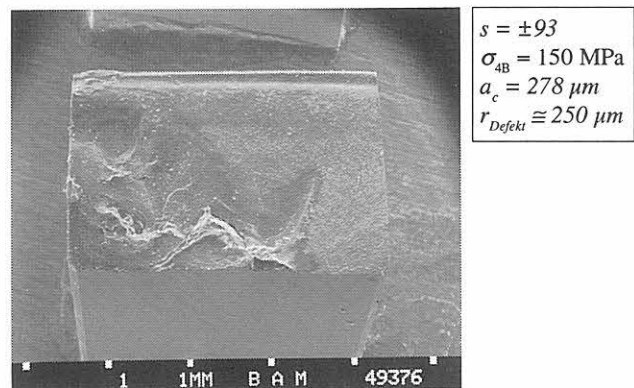


Abbildung 51
Gesamtübersicht der Bruchfläche mit bruchauslösendem Defekt (Riß).

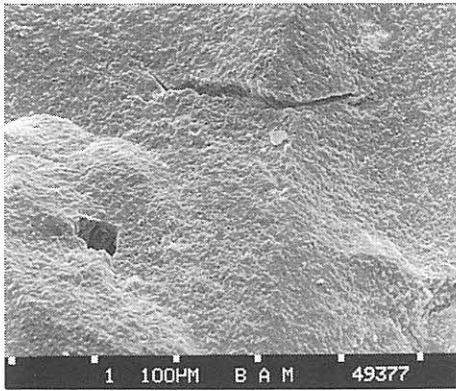


Abbildung 52
Riß und Pore (mit einem Durchmesser von ca. 40 µm)

In Abbildung 53 erkennt man an den Rißufern kugelige Teilchen, die nicht zusammengesintert sind. Dies deutet darauf hin, daß der Riß bereits im Grünkörper als Trockenriß vorhanden war.

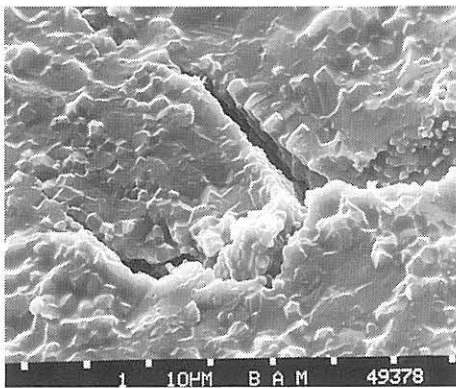
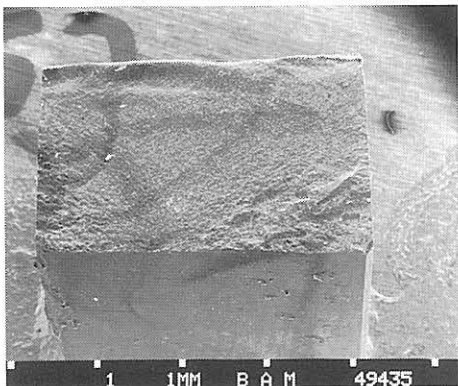


Abbildung 53
Vergrößerte Darstellung des Risses

13. Biegestab 57/30/28



$s = \pm 93$
 $\sigma_{4B} = 383 \text{ MPa}$
 $a_c = 43 \text{ µm}$
Defekt nicht
gefunden

Abbildung 54
Gesamtübersicht der Bruchfläche

Von den untersuchten Stäben sind nur zwei (beide 55/0) an einer Pore, d. h. an einem Fehler, der auf zu kurze Entlüftung zurückzuführen ist, gebrochen. Bei allen anderen haben Grobkorn oder poröse Nester, und in einem Fall ein Trockenriß, zum Bruch geführt. Bei zwei Proben war es nicht möglich, den bruchauslösenden Fehler eindeutig zu bestimmen.

Die größte bei 57/30 in der Bruchfläche noch vorkommende Pore hatte einen Durchmesser von ca. 40 µm. Von dieser abgesehen, waren auf keiner Bruchfläche (vorausgesetzt $t_{\text{Entl.}} > 10$ Minuten) Poren zu entdecken, die auf mangelnde Entlüftung zurückgeführt werden können.

3.6 Charakterisierung des Gefüges

Die Untersuchung der Bruchflächen der Biegestäbe hat die folgenden charakteristischen Merkmale ergeben.

1. Einheitliche Al_2O_3 -Kristalle in der Matrix mit Kristallitgrößen zwischen 1 und 6 µm, wobei die durchschnittliche Korngröße nach dem Sintern ca. 3 µm beträgt.
2. Grobkorn mit Durchmessern von 150-300 µm. Beim Grobkorn handelt es sich um plättchenförmige Kristallite mit völlig anderer Morphologie als die Matrixkristallite ([MAC 90].
3. Poröse Bereiche in Form von nestförmigen Anhäufungen, die auf der gesamten Bruchfläche verteilt waren. Die Durchmesser reichen von 3- 80 µm. Die Grenze zwischen den Nestern und der dichten Matrix besteht aus nur teilweise zusammengesinterten Körnern und ist somit sehr rau.
4. Poren im Grobkorn mit einem Durchmesser von ca. 42 µm. Auf den Bildern erkennt man einige längliche Poren, die von groben Körnern umgeben sind. In den Poren selbst befinden sich einige zusammengeballte Al_2O_3 -Kristallite.
5. Kleine runde Poren in den transkristallin gebrochenen Körnern mit Durchmessern $< 0,3$ µm.
6. Poren zwischen den einzelnen Kristalliten; die Durchmesser entsprechen denen der Matrixkristallite.
7. Relativ große, runde Poren mit glatter Oberfläche mit Durchmessern von ca. 40-300 µm.
8. Risse: Bei den Proben gab es äußerlich keinen Hinweis auf Trockenrisse, da die Platten alle eine glatte Oberfläche hatten. Eine Probe ist jedoch mit Sicherheit an einem bereits vor dem Sintern vorhandenen Riß gebrochen.

Auf die Genese der einzelnen Gefügemerkmale soll im folgenden kurz eingegangen werden, um ihre Relevanz in Bezug auf den dieser Untersuchung zugrundeliegenden Herstellungsprozeß zu verdeutlichen.

Die Matrix aus Al_2O_3 -Kristalliten ergibt sich in Abhängigkeit von der Anfangskorngröße und von den Sinterbedingungen durch das Zusammensintern der Pulverteilchen. Dabei verringert sich das Grünkörper-volumen ungefähr auf den Feststoffgehalt. Verglichen mit dem d_{50} -Wert ($0,38\ \mu\text{m}$) des kristallinen Ausgangspulvers haben die Kristallite nach dem Sintern ca. achtmal so große Durchmesser wie die Anfangskörner. Somit wächst beim Sintern ein Kristallit auf Kosten von ca. 500 anderen. Mengenmäßig bilden die Kristallite und die Korngrenzen daher den Hauptanteil des Gefüges. Als Defekte bleiben sie jedoch mit ihrer Größe unterkritisch.

Durch das diskontinuierliche Kornwachstum ist eine Voraussetzung für die Grobkornbildung gegeben [HAR 79, DYN 74]. Aus der Literatur ist bekannt, daß Sintergefüge aus reinem Aluminiumoxid aus sehr großen, länglich-plattenförmigen Kristalliten bestehen können. Typische Korngrößen liegen zwischen 50 und über $400\ \mu\text{m}$. Mit zunehmender Sinter Temperatur nimmt auch die Neigung zur Grobkornbildung zu, da die zugrundeliegenden temperaturabhängigen Diffusionsprozesse in den Vordergrund treten. Ebenso bewirkt ein feineres Pulver ein zunehmendes Verhältnis von Oberfläche zu Volumen, was energetisch ungünstiger ist und dadurch die Grobkornbildung unterstützt [MAC 90]. In Bezug auf die Festigkeit wirken sich grobe Körner negativ aus. Die Energie, die zum Aufbau der Rißufer benötigt wird, ist in einem Grobkorn am geringsten, weil sich der Riß entlang einer Gitterebene bewegt und nicht durch Korngrenzen abgelenkt wird. Die Bruchfläche durch ein Grobkorn stellt die Minimalfläche dar, die zu einer Trennung der beiden Kornhälften benötigt wird. Hieraus resultiert eine viel höhere Rißfortschrittsgeschwindigkeit. Die verbrauchte Rißenergie ist geringer als beim interkristallinen Bruch (hier läuft der Riß entlang der Korngrenzen).

In den porösen Nestern sind die Ausgangskörner noch mehr oder weniger gut identifizierbar, wobei ihre Größe nicht unbedingt der Ausgangskorngröße entsprechen muß, was auf lokal unvollständig verdichtete Bereiche schließen läßt. Die Ursache für die Entstehung dieser Art von Gefügefehlern besteht sehr wahrscheinlich darin, daß bei der Schlickerherstellung die Dispergierung des Pulvers nicht optimal durchgeführt wurde.

In Bezug auf die Festigkeit setzen die porösen Bereiche innerhalb des Gefüges dem Rißfortschritt wenig oder keinen Widerstand entgegen. Da sie nicht glatt berandet sind, ist eine Rißeinleitung praktisch in jeder Richtung möglich. Aus diesem Grunde gehen diese porösen Nester mit ihrer gesamten Größe in die Festigkeit als a_c ein.

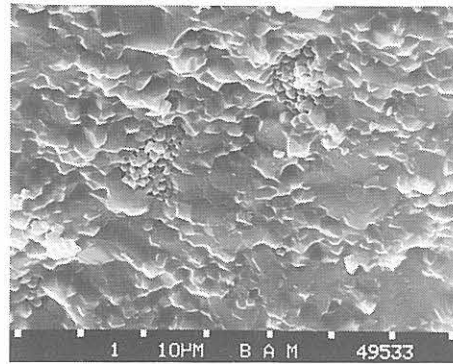


Abbildung 55
Poröse Nester in einem Stab mit 45 Vol.-% Al_2O_3 und 30 Minuten Entlüftung

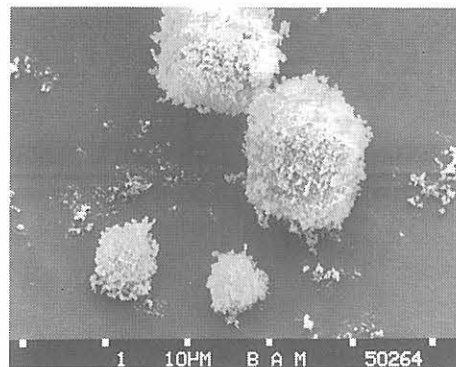


Abbildung 56
Darstellung von Pulveragglomeraten

Poren im Grobkorn haben eine Ursache darin, daß die nicht entfernte Luft im Schlicker beim Zusammensintern in den Körnern eingeschlossen wird und nicht mehr entfernt werden kann. Aufgrund ihrer rauen Oberfläche gehen auch diese Defekte, wie die porösen Nester, mit ihrer gesamten Größe als bruchauslösender Defekt in die Festigkeit ein.

Kleine runde Poren in den transkristallin gebrochenen Körnern bilden sich aus beim Sintern entstandenen Hohlräumen, die nicht mehr entweichen konnten und aus Leerstellen des Kristallgitters. Wegen ihrer Größe und Form sind sie bei Raumtemperatur als Bruchauslöser nicht relevant.

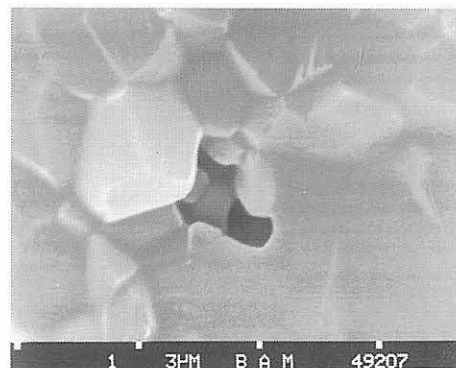


Abbildung 57
Pore zwischen den Kristalliten

Polyedrische Poren zwischen den einzelnen Kristalliten bewegen sich mit ihrer Größe im Bereich der Kristallite, die die eigentliche Matrix ausmachen. Deshalb sind sie als bruchauslösender Defekt nicht von Bedeutung.

Bei den großen, runden Poren mit glatter Oberfläche handelt es sich höchstwahrscheinlich um ehemalige Blasen im Schlicker. Sie sind aufgrund ihrer Größe in den meisten Fällen bruchauslösende Defekte.

Trockenrisse haben wegen ihrer Größe einen großen Einfluß auf die Festigkeit.

3.7 Diskussion der verfahrensbedingten Einflüsse auf die Festigkeit

Die rheologischen und chemischen Eigenschaften des jeweiligen Schlickers beeinflussen sowohl die Gasmolekülagglomeration als auch das Aufstiegsverhalten der entstehenden Gasblasen. In Kombination mit dem Ausgasverfahren ergeben diese Eigenschaften einen Schlicker mit spezifischer, statistisch verteilter Porosität und einer spezifischen maximalen Blasengröße, deren Wert in die Biegefestigkeit eingeht. Das gilt allerdings nur unter der Voraussetzung, daß die Festigkeit durch eine relativ große prozeßbedingte Pore als bruchauslösendem Fehler bestimmt wird.

In *Abbildung 58* ist der Zusammenhang zwischen der Biegefestigkeit der Proben, die aus Schlickern mit ver-

schiedenen Feststoffgehalten hergestellt wurden, und deren Porosität in Abhängigkeit von der Entlüftungszeit dargestellt. Betrachtet man die Säulen der nicht entlüfteten Schlicker, so wird deutlich, daß mit zunehmendem Feststoffgehalt die Gesamtporosität ansteigt und die Biegefestigkeit in gleichem Maße abnimmt. Am Anfang haben die großen Blasen im Schlicker einen hohen Anteil an der Gesamtporosität. Bei den Proben mit 45 Vol.-% Al_2O_3 beträgt die Gesamtporosität bei allen Entlüftungszeiten ca. 0,5 Prozent des Gesamtvolumens, wogegen die Proben mit 57 Vol.-% Al_2O_3 eine Gesamtporosität von 0,9 Prozent aufweisen. Durch das Entlüften läßt sich auch die Porosität dieser Charge auf 0,5 Prozent senken.

Der minimale Porositätswert 0,5 Prozent der gesinterten Proben wird bei allen Chargen schon durch nur zehnminütiges Entlüften erreicht. Weiteres Entlüften ändert nichts an der Porosität, unter Umständen jedoch an der Porengrößenverteilung. Wie schon unter 3.3 und 3.4 diskutiert, wird bei den gesinterten Proben, die aus den viskoserer Schlickern mit 55 bzw. 57 Vol.-% Feststoffgehalt hergestellt wurden, folgender Zusammenhang beobachtet. Nach 40 Minuten Entlüftungszeit nimmt ihre Porosität um ca. 50 Prozent wieder zu bzw. ihre Dichte wieder ab (*Tabelle 5*), verglichen mit dem Wert der weniger lang entlüfteten Schlicker. Es gibt keine Anhaltspunkte dafür, daß dieses Ergebnis auf Zufällen basiert. Ob es sich um eine echte homogene Porositätszunahme oder aber um einen scheinbaren, z. B. durch innere Trockenrisse verursachten Porositätsanstieg (Dichteabnahme) handelt, soll die folgende Betrachtung zeigen.

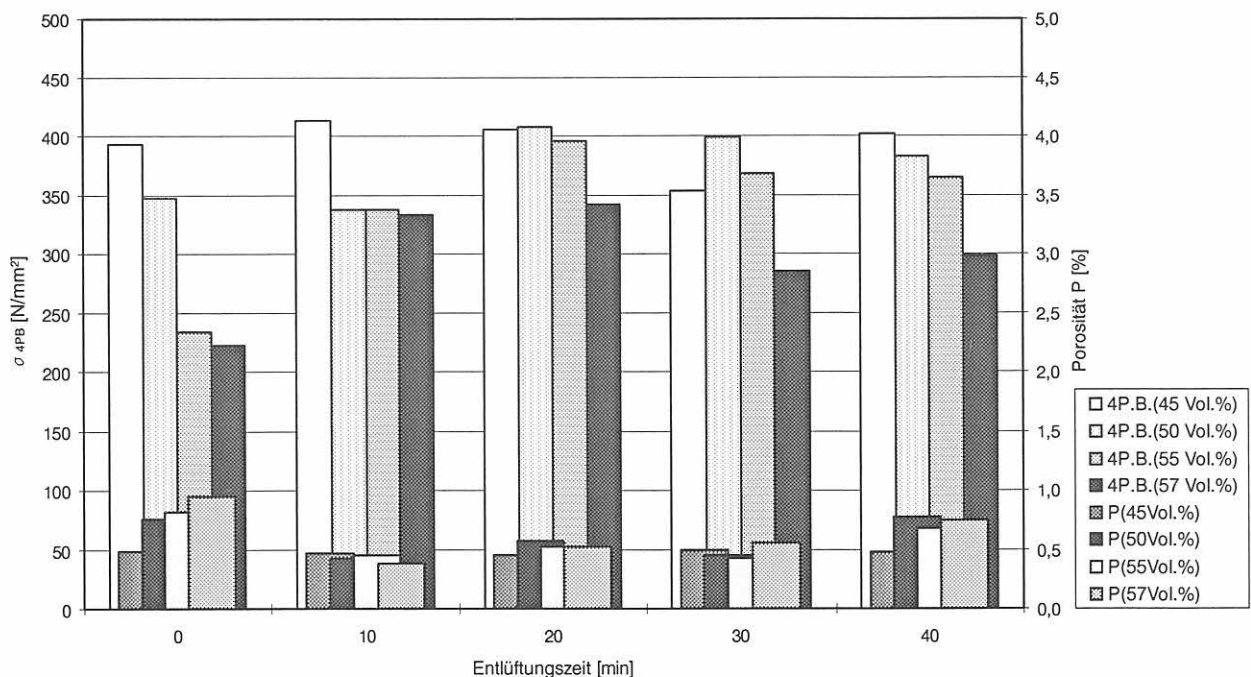


Abbildung 58
Zusammenhang zwischen der Biegefestigkeit und der Porosität

In den 80 cm³ des Wassers sind bei 20 °C und 1,013 bar 43*10⁻⁶mol N₂, 23*10⁻⁶mol O₂ und 1*10⁻⁶mol CO₂, insgesamt 67*10⁻⁶mol Gas gelöst. Wird im Zuge der Schlickerentlüftung der Umgebungsdruck auf 0,054 bar gesenkt, können entsprechend dem Henry-Dalton-Gesetz für molekular gelöste Gase [SON 80]

$$c(i) = K_H * p(i) \quad (8)$$

$c(i)$ = Konzentration des Gases (i) im Wasser in mol/m³

$p(i)$ = Partialdruck des Gases (i) in der Gasphase in bar

K_H = Henry-Konstante in mol/(m³*bar)

nur noch ca. 5 Prozent (0,054 bar/1,013 bar) der Moleküle in Lösung bleiben. Die restlichen 95 Prozent der Gasmoleküle bilden zum Teil Blasen, die sich ihrer Größe und den Schlickereigenschaften entsprechend zur Oberfläche bewegen, oder sie diffundieren in die nicht-gelösten (im Inneren wasserfreien) porösen Agglomerate. Diese nicht mehr gelösten Gasmoleküle haben bei 54 mbar, gemäß dem Gesetz für ideale Gase, ein Volumen von 28,7 cm³ und bei Normaldruck ein Volumen von 1,5 cm³. Diese 1,5 cm³ würden reichen (1,53 cm³/80 cm³ = 1,87 Prozent im Wasseranteil und je nach Feststoffgehalt zwischen 0,8 und 1 Prozent Porosität im Schlicker), um die Porosität des Schlickers um 50 Prozent, von 0,5 auf 0,75 Prozent, zu erhöhen. Allerdings steigt der Druck nach dem Entlüften wieder auf 1 bar an, so daß diese Gase wieder in Lösung gehen. Nur wenn dieser Vorgang so langsam abläuft, daß er bei beginnender Polymerisation noch nicht abgeschlossen ist, würde er eine Porositätszunahme bewirken.

Da die Porositätszunahme nur bei den Proben aus den hochfestoffhaltigen Schlickern auftritt, ist allerdings eine andere Ursache wahrscheinlich, die im folgenden skizziert wird.

Der Schlicker verliert während einer 40minütigen Entlüftungsperiode durch Verdunstung ca. 1,6 g oder 2 Prozent Wasser. Dadurch steigen der Feststoffgehalt und die Viskosität in oberflächennahen Bereichen an. Wie schon unter 3.4 ausgeführt, nehmen damit lokal die Viskosität und der Feststoffgehalt zu, was durch Einrühren dieser oberflächennah entstandenen Bereiche in den Schlicker zu örtlichen Inhomogenitäten führt. Diese begrenzt auftretenden inhomogenen Schlickerbereiche werden durch den Polymerisationsprozeß nicht beseitigt und somit in den Grünkörper übernommen. Dieser kann im nachfolgenden Trocknungsprozeß nicht isotrop trocknen, wodurch die im Gefüge beobachteten Trocknungsrisse entstehen. Da mit Hilfe des Weibullmoduls möglicherweise Aussagen darüber getroffen werden können, wie homogen die Keramik in Bezug auf die Defektgrößenverteilung ist, soll im folgenden dieser Aspekt etwas eingehender betrachtet werden.

Abbildung 59 stellt die aus den Weibullverteilungen der 4-Punkt-Biegefestigkeitsmessungen bestimmten Weibullmodule m in einer Übersicht dar. Die Abbildungen 60a - 63a geben die gemessenen 4-Punkt-Biegefestigkeiten wieder, geordnet nach den Feststoffgehalten der Ausgangsschlicker, und die Abbildungen 60b - 63b zeigen die zugehörigen Weibullverteilungen der einzelnen Chargen in Diagrammform. In Tabelle 7 sind die entsprechenden Meßwerte zusammen mit den zugehörigen Standardabweichungen zusammengestellt.

Wie zu erwarten, ergibt sich kein homogenes Bild der Weibullmodule m im Vergleich der Chargen untereinander. Als Grund dafür können die verschiedenen, weiter oben beschriebenen Defekttypen unterschiedlicher Größe, die in den Bruchspiegeln gefunden wurden, angesehen werden.

Die höchsten m -Werte haben die Chargen 57/0 ($m = 9$) und 45/30 ($m = 10$). Charge 57/0 hat dabei die höchste Porosität (ca. 0,9 Prozent) aller Chargen, 45/30 die niedrigste (ca. 0,5 Prozent). Auch die Viskositäten der entsprechenden Schlicker (und damit die Entlüftbarkeit) liegen an den entgegengesetzten Rändern der Bandbreite der untersuchten Schlicker. Ein hoher Weibullmodul deutet auf ähnliche, nicht stark streuende Fehlergrößen a_c hin, die meisten Stäbe dieser Chargen sind daher jeweils am selben Defekttyp zu Bruch gegangen.

Dabei kann nicht ausgeschlossen werden, daß einige Proben auch an einem anderen Defekt gebrochen sein können. Im Falle von Charge 57/0 war der vorherrschende, bruchauslösende Defekt mit großer Wahrscheinlichkeit eine große Pore oder Blase, die schon im Schlicker vorhanden war. Bei Charge 45/30 war der bruchauslösende Defekt dagegen Grobkorn und poröse Nester, die wahrscheinlich auf harte Agglomerate zurückzuführen sind. (siehe auch Defektgrößenverteilung, in Kapitel 3.4).

Die Weibullmodule der anderen Chargen liegen etwa bei Werten von 7, die niedrigsten m -Werte lagen etwa bei 3. Bei diesen treten jeweils mehrere Defekttypen in Erscheinung.

Unter der Voraussetzung, daß nur Poren, die als Blasen bereits im Schlicker vorhanden waren, zum Bruch der Proben führen, läßt sich mit Hilfe der Gleichung (9), die durch Einsetzen und Kombination der Gleichungen (5), (6) und (7) entsteht, ein Zusammenhang zwischen der Festigkeit s_b und der Entlüftungszeit t_{Entl} herstellen:

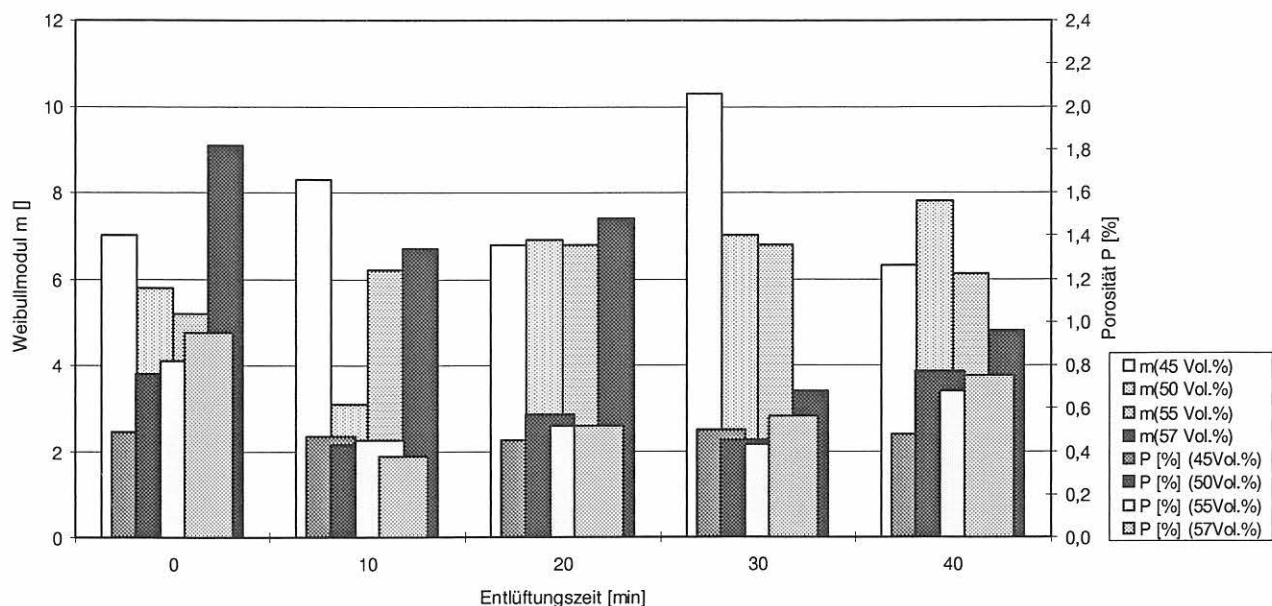


Abbildung 59 Darstellung der Weibull-Module (m) und der Porosität (P) in Abhängigkeit der Entlüftungszeiten bei den verschiedenen Chargen

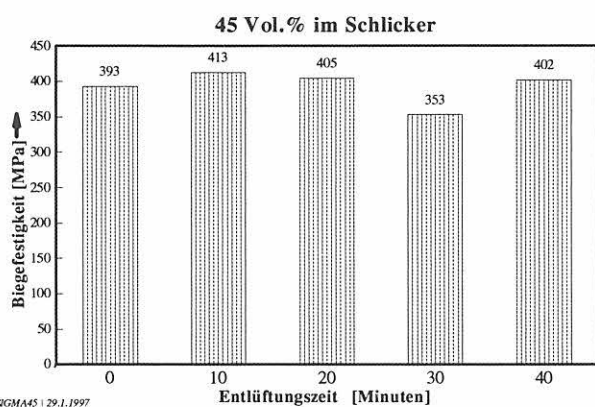


Abbildung 60a Darstellung der 4-Punkt-Biegefestigkeiten für Proben; hergestellt aus einem Schlicker mit 45 Vol.-% Feststoffgehalt

$$\sigma_B = \frac{K_{Ic}}{Y} \cdot \left(\frac{g \cdot \rho_{Schlicker} \cdot t_{Entl.}}{3 \cdot h \cdot \eta_{Schlicker}} \right)^{\frac{1}{4}} \cdot \left(\frac{TD}{U} \right)^{\frac{1}{6}} \quad (9)$$

Mit den gegebenen rheologischen Eigenschaften der Schlicker verschiedenen Feststoffgehaltes läßt sich die theoretisch erreichbare Festigkeit als Funktion der Entlüftungszeiten berechnen und ergibt die in Abbildung 64 dargestellten Ergebnisse.

Mit zunehmender Entlüftungszeit steigt bei allen Proben die Festigkeit an, dabei erreichen die Proben mit dem geringsten Al_2O_3 -Gehalt bezogen auf ein Zeitintervall die höchsten Festigkeiten. Nach einer Entlüftungsdauer von 40 Minuten beträgt die maximale Festigkeit für die Probe mit 45Vol.-% Al_2O_3 ca. 900 MPa.

Die bruchauslösende Pore hätte dabei einen Durchmesser von ca. 15 μm .

Die Proben mit 55 und 57 Vol.-% Al_2O_3 erreichen theoretisch nach 40 Minuten eine Maximalfestigkeit von ca. 600 MPa, die für die Probe mit 45 Vol.-% Al_2O_3 bereits nach ca. fünf Minuten Entlüftung erreicht ist.

Die dargestellten berechneten Funktionen stimmen mit den experimentellen Befunden natürlich nur grob überein, aber sie geben ein richtiges Bild für den Beginn der Entlüftungsperiode. Wie Abbildung 14 zeigt, liegt im Experiment die erreichbare Festigkeitsgrenze bei einer mittleren Festigkeit von ca. 400 MPa, die durch die Anwesenheit von Gefügefehlern bedingt ist, die unabhängig vom Entlüftungsprozeß sind (Agglomerate und poröse Nester). Die experimentell gefundene zeitliche Differenzierung für die Festigkeitsentwicklung während der ersten 20 Minuten in der Entlüftung wird zumindest in der Tendenz richtig wiedergegeben.

Mehr kann dieses Modell allerdings nicht leisten, da die berechneten Kurven die Festigkeitswerte nur für den Fall wiedergeben, daß idealerweise nur aufbereitungsbedingte Gasblasen zu entfernen wären. Das ist aber nicht der Fall. Da offenbar mehrere Defekttypen vorhanden sind, kann der tatsächliche Verlauf insbesondere für die Entlüftungsperioden mit mehr als 20 Minuten Dauer nicht korrekt wiedergegeben werden. Hier sind andere Gefügefehler dominant, wie die Risse, die während des Polymerisations-, bzw. Trocknungsprozesses im Grünkörper entstehen.

Ausgleich mit Weibullverteilung(MIH)		Kurve	$\hat{\sigma}_0$ [MPa]	\hat{m} korr	Median σ_{4B} [MPa]	Belast. -rate [MPa/s]
Schätzformel:	$h(i)=(i-0.5)/n$	○ B0	419.8	7.0	392.5	31.25
		△ B10	437.4	8.3	408.3	31.25
		+ B20	431.5	6.8	402.4	31.25
		× B30	369.2	10.3	351.9	31.25
		◇ B40	431.1	6.3	412.5	31.25

$$F(\sigma_{4B}) = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma_{4B}}{\sigma_0}\right)^m}$$

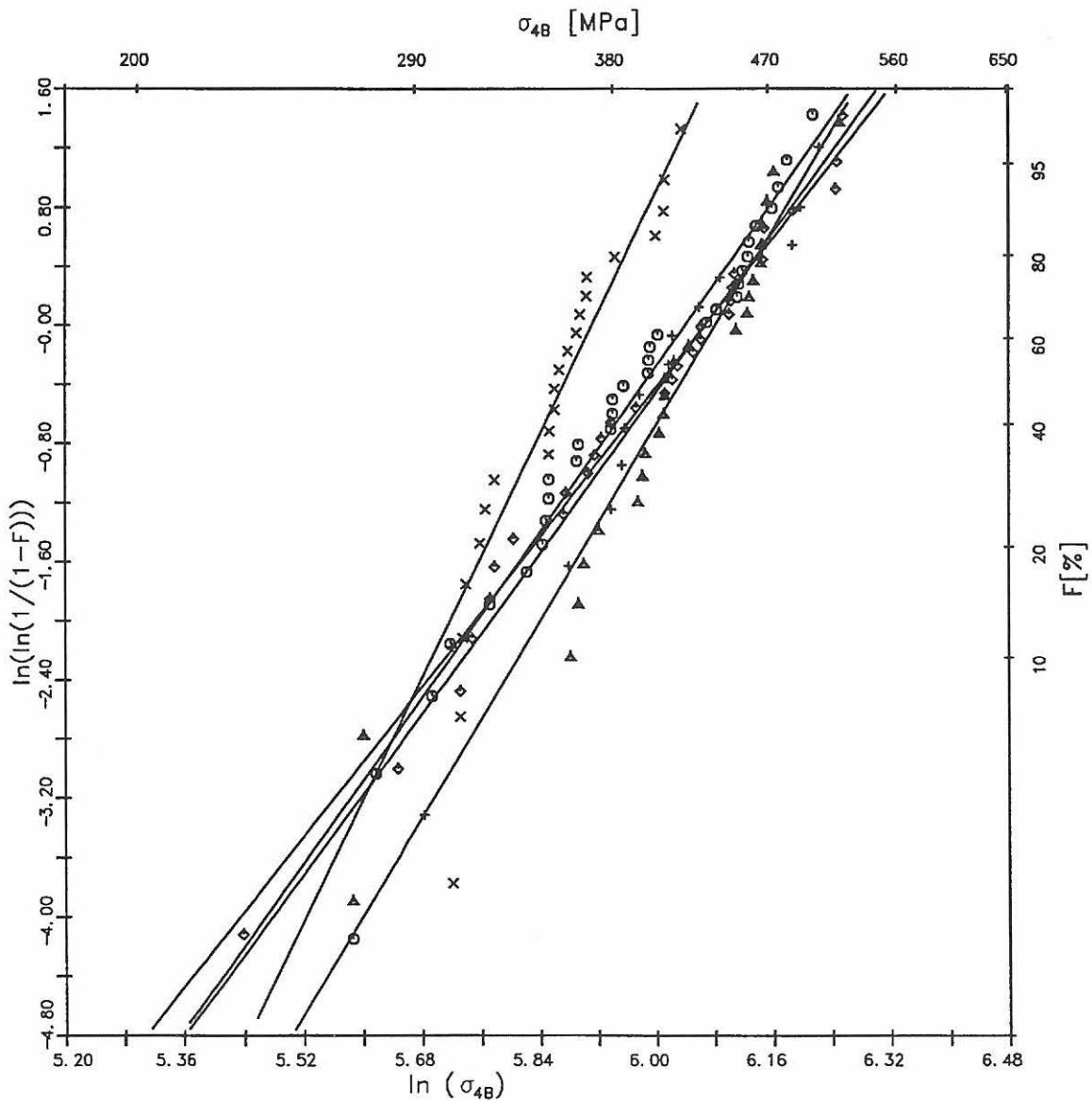


Abbildung 60b
Weibull-Verteilung der Festigkeitswerte der Proben aus einem Schlicker mit 45 Vol.-% Feststoffgehalt

Abbildung 61a
 Darstellung der 4-Punkt-Biegefestigkeit
 für Proben aus einem Schlicker mit
 50 Vol.-% Feststoffgehalt

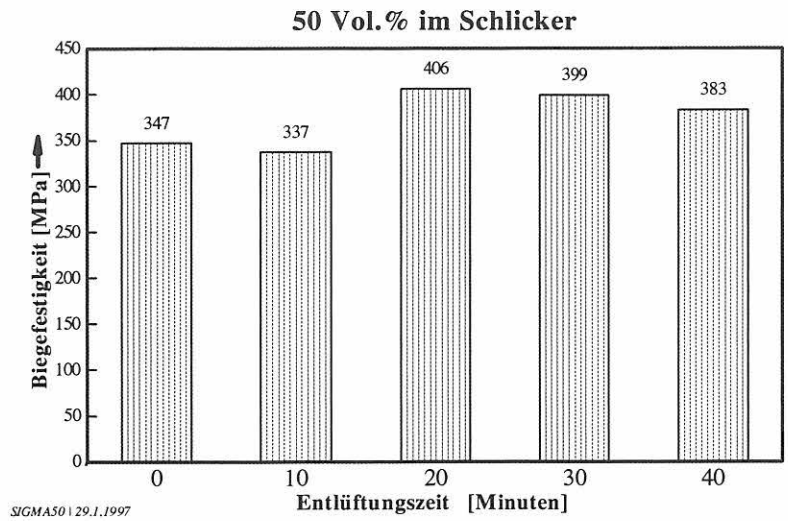


Abbildung 62a
 Darstellung der 4-Punkt-Biegefestigkeiten für
 Proben aus einem Schlicker mit 55 Vol.-%
 Feststoffgehalt und unterschiedlichen Entlüf-
 tungszeiten

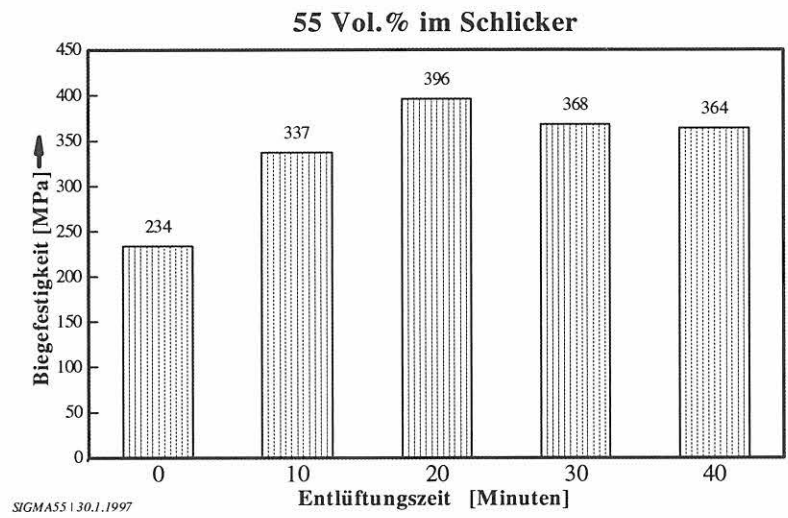
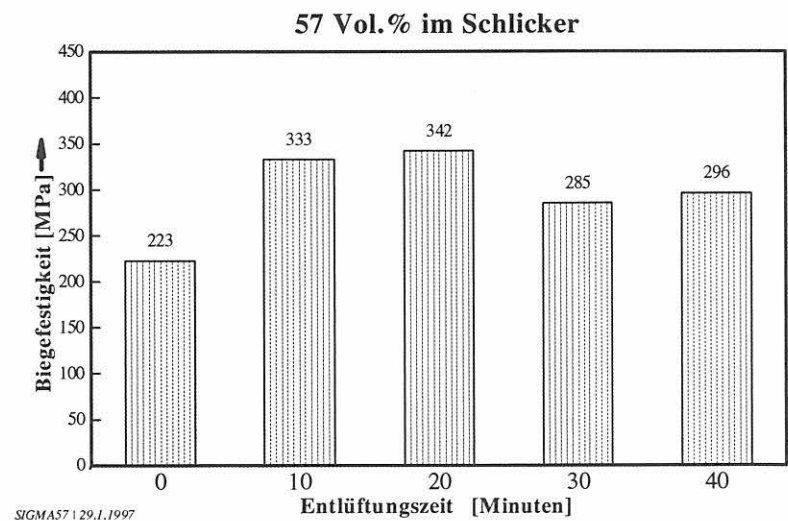


Abbildung 63a
 Darstellung der 4-Punkt-Biegefestigkeiten für
 Proben aus einem Schlicker mit 57 Vol.-%
 Feststoffgehalt.



Projekt 50 Vol%

	Kurve	$\hat{\sigma}_0$ [MPa]	\hat{m} korr	Median σ_{4B} [MPa]	Belas- rate [MPa/
Ausgleich mit Weibullverteilung(MLH)					
Schätzformel:	$h(i)=(i-0.5)/n$				
	○ A0	372.9	5.8	344.3	31.25
	△ A10	376.2	3.1	386.5	31.25
	+ A20	435.6	6.9	400.5	31.25
	× A30	424.2	7.0	397.2	31.25
	◇ A40	405.4	7.8	378.2	31.25

$$F(\sigma_{4B}) = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma_{4B}}{\sigma_0}\right)^m}$$

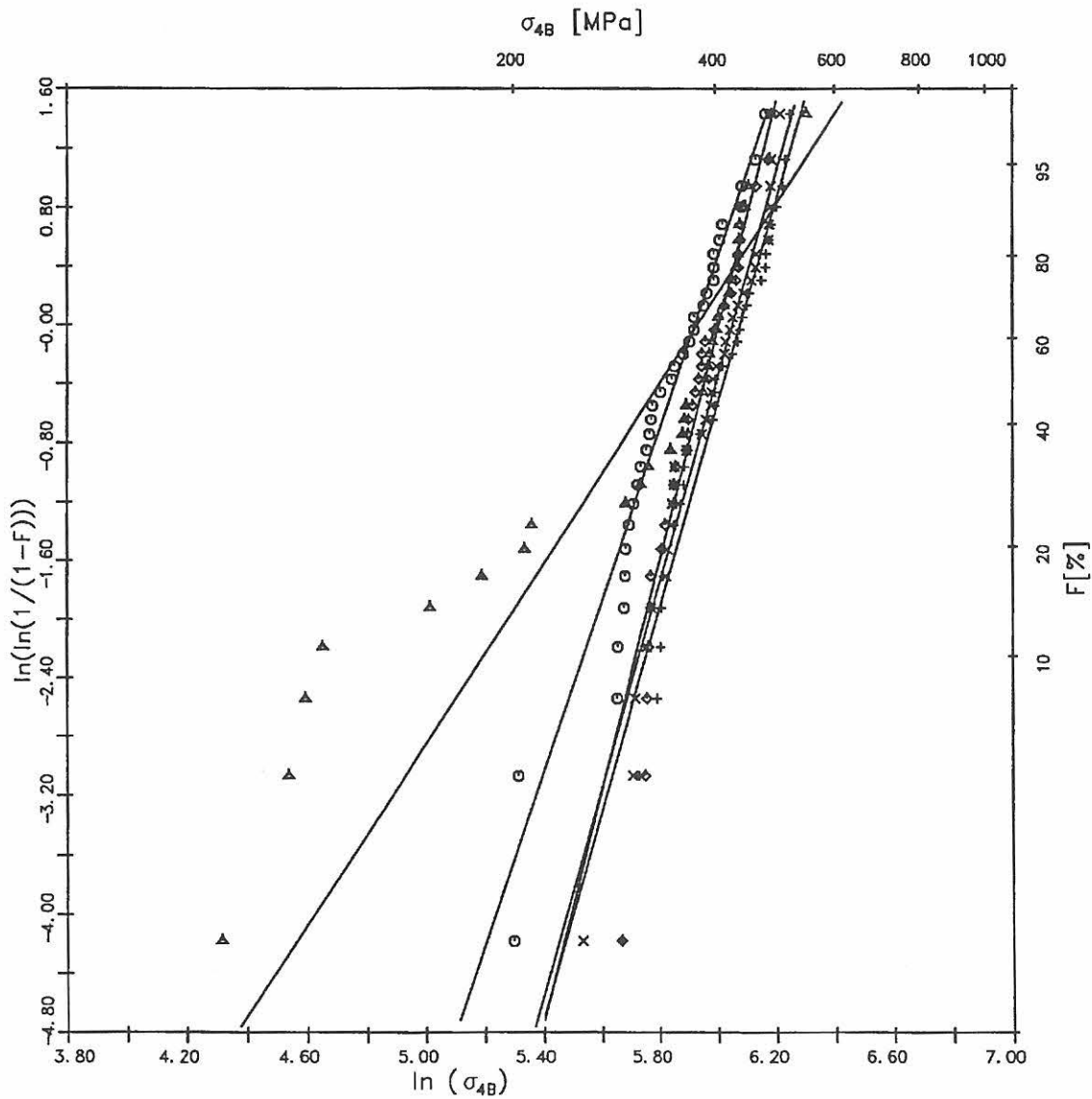


Abbildung 61b
Weibull-Verteilung der Festigkeiten der Proben aus einem Schlicker mit 50 Vol.-% Feststoffgehalt

Projekt 55 Vol%

		Kurve	$\hat{\sigma}_0$ [MPa]	\hat{m} korr	Median σ_{4B} [MPa]	Belast.- rate [MPa/s]
Ausgleich mit Weibullverteilung (MLH)						
Schätzformel: $h(i)=(i-0.5)/n$						
	○	C0	251.6	5.2	224.4	31.25
	△	C10	361.5	6.0	345.0	31.25
	+	C20	424.8	6.8	429.4	31.25
	×	C30	393.5	6.8	370.8	31.25
	◇	C40	389.2	6.1	349.4	31.25

$$F(\sigma_{4B}) = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma_{4B}}{\sigma_0}\right)^m}$$

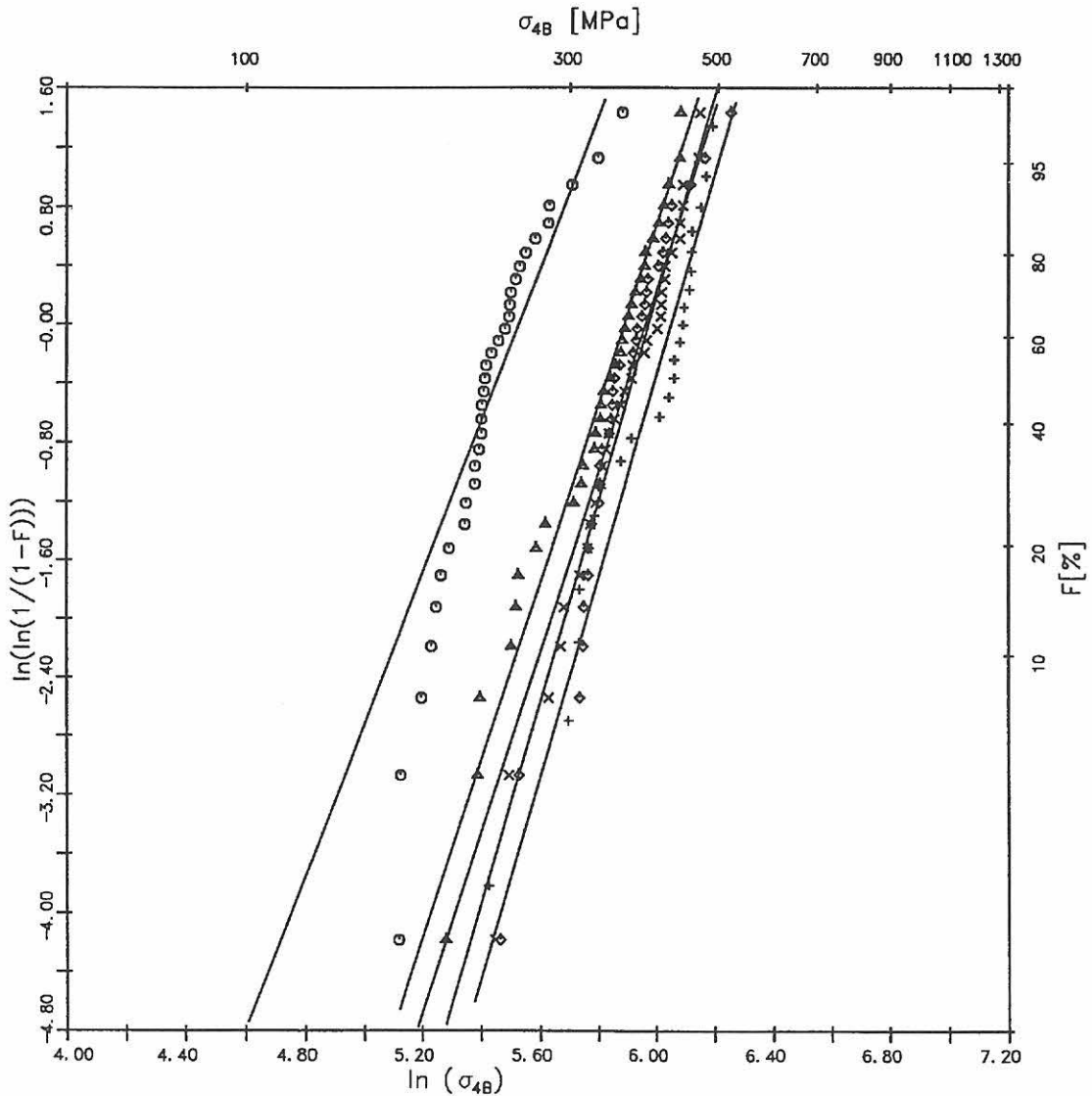


Abbildung 62b
Weibull-Verteilung der Festigkeiten der Proben aus einem Schlicker mit 55 Vol.-% Feststoffgehalt

		Kurve	$\hat{\sigma}_0$ [MPa]	\hat{m} korr	Median σ_{4B} [MPa]	Belast. rate [MPa/s]
Ausgleich mit Weibullverteilung(MIH)						
Schätzformel:	$h(i)=(i-0.5)/n$	○ D0	234.3	9.1	226.1	31.25
		△ D10	362.5	6.2	345.0	31.25
		+ D20	364.3	7.4	345.2	31.25
		× D30	314.8	3.2	292.5	31.25
		◇ D40	325.1	4.8	309.7	31.25

$$F(\sigma_{4B}) = 1 - e^{-\left(\frac{\sigma_{4B}}{\sigma_0}\right)^m}$$

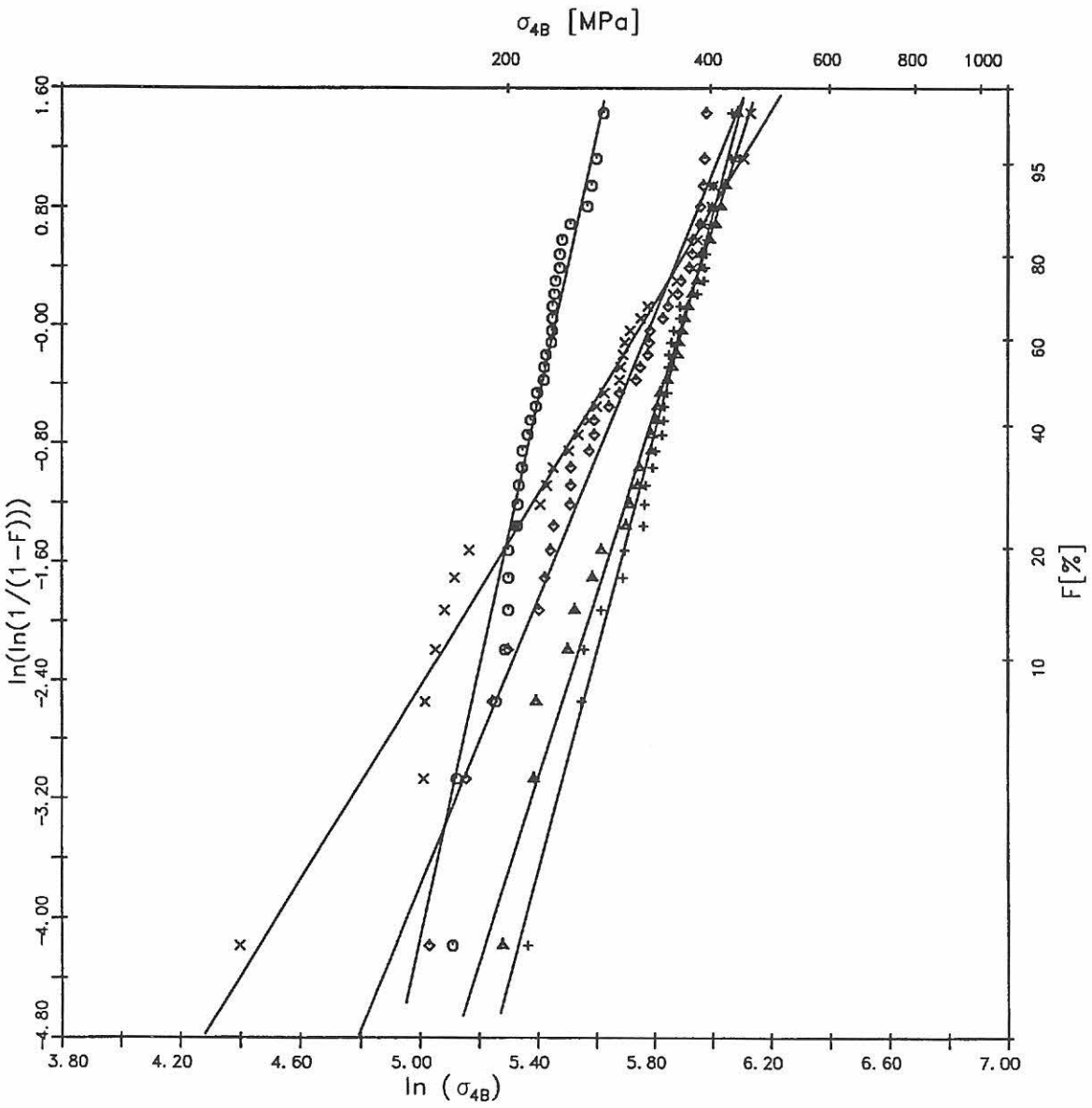


Abbildung 63b
Weibull-Verteilung der Festigkeiten der Proben aus einem Schlicker mit 57 Vol.-% Feststoffgehalt

Tabelle 7

Mechanische Eigenschaften und zugehörige Weibullfaktoren m für die Keramiken, hergestellt aus Schlickern mit verschiedenen Feststoffgehalten.

45 Vol.-% Al_2O_3

Entlüftungszeit t [min]	m	m (Korrektur)	σ_0 [N/mm ²]	σ_{4B} [N/mm ²]	Standard.-Abw.	Med. σ_{4B} [N/mm ²]	Anzahl der Biegestäbe
0	7,31	7	419,8	393,1	64	392,5	32
10	8,79	8,3	437,4	413,3	60	408,3	25
20	7,53	6,8	431,5	405,3	63,3	402,4	14
30	10,97	10,3	369,2	353,4	34,9	351,9	22
40	6,62	6,3	431,1	401,8	72,3	412,5	31

50 Vol.-% Al_2O_3

Entlüftungszeit t [min]	m	m (Korrektur)	σ_0 [N/mm ²]	σ_{4B} [N/mm ²]	Standard.-Abw.	Med. σ_{4B} [N/mm ²]	Anzahl der Biegestäbe
0	6,06	5,8	373,2	346,8	65,3	344,7	33
10	3,2	3,1	376,1	337,3	125,4	386,5	33
20	7,23	6,9	435,6	408	65,2	400,5	33
30	7,26	7	426,5	399,2	65,8	402,1	33
40	8,15	7,8	405,6	383	51,7	378,2	33

55 Vol.-% Al_2O_3

Entlüftungszeit t [min]	m	m (Korrektur)	σ_0 [N/mm ²]	σ_{4B} [N/mm ²]	Standard.-Abw.	Med. σ_{4B} [N/mm ²]	Anzahl der Biegestäbe
0	5,38	5,2	251,6	233,7	42,4	224,4	33
10	6,48	6,2	362,5	337	64	345	33
20	7,25	6,8	424,8	396	72,1	429	23
30	7,13	6,8	393,5	367,9	62,2	370,8	33
40	6,39	6,1	389,2	364,3	58,9	349,4	33

57 Vol.-% Al_2O_3

Entlüftungszeit t [min]	m	m (Korrektur)	σ_0 [N/mm ²]	σ_{4B} [N/mm ²]	Standard.-Abw.	Med. σ_{4B} [N/mm ²]	Anzahl der Biegestäbe
0	9,45	9,1	234,3	222,9	25,8	226,5	33
10	6,98	6,7	356,8	333,3	61	342,9	33
20	7,73	7,4	364,3	342,1	54,7	345,2	33
30	3,51	3,4	316,9	284,8	92,7	292,5	33
40	5,03	4,8	325,1	297,7	71,2	309,7	33

Wie die Bruchflächenanalyse gezeigt hat, sind für das erreichbare Festigkeitsniveau von 400 MPa Pulveragglomerate bzw. poröse Nester verantwortlich, die unabhängig vom Entlüftungsprozeß sind. Für den Abfall der Festigkeit bei Entlüftungsperioden mit mehr als 20 Minuten Dauer sind in den Schlickern mit höheren Feststoffgehalten offensichtlich Risse verantwortlich, die sich während der Trocknung bilden und die im Bruchspiegel sowie mittels Computertomographie eindeutig nachgewiesen wurden. Der Entstehungsprozeß dieser Risse kann bisher nur hypothetisch gedeutet werden und es steht sehr zu vermuten, daß lange Entlüftungsperioden in Schlickern mit einem hohen Feststoffgehalt zu einer inhomogenen Verteilung des polymeren Binders, z. B. durch eine oberflächliche Verdunstung des Dispersionsmediums (Wasser), führen. Diese Problematik erlangt besondere Bedeutung, wenn höhere Feststoffgehalte in Schlickern realisiert werden sollen.

In Bezug auf die Druckabhängigkeit des Blasendurchmessers kann die folgende Betrachtung angestellt werden. Gleichung (3) behandelt nur die Strömungsverhältnisse und berücksichtigt nicht die Änderung des

Blasendurchmessers infolge des sich beim Aufstieg ändernden hydrostatischen Druckes p , der eine Funktion der Flüssigkeitssäule ist, die sich über einem Flächenelement befindet. Am Becherglasboden herrscht ein hydrostatischer Druck p , der sich aus dem Luftdruck p_{Luft} und dem Druck des Schlickers $p_{\text{Schl.}}$ gemäß der Gleichungen 10-12 zusammensetzt:

$$p = p_{\text{Luft}} + p_{\text{Schl.}} \quad (10)$$

$$p = p_{\text{Luft}} + g \cdot h \cdot \rho_{\text{Schl.}} \quad (11)$$

$$p = p_{\text{Luft}} + g \cdot h \cdot (\rho_{\text{Wasser}} \cdot (1 - \text{FG}) + \rho_{\text{Korund}} \cdot \text{FG}) \quad (12)$$

Bei einem Feststoffgehalt $\text{FG} = 57$ Vol. Prozent und einer Schlickerhöhe $h = 10$ cm und einem Luftdruck $p_{\text{Luft}} = 5400$ Pa ergibt sich ein Druck von z. B. 8053 Pa. Eine Blase, die am Boden das Volumen V_0 hat, vergrößert also beim Aufstieg an die Oberfläche ihr Volumen V auf $V_0 \cdot 8053 / 5400 = 1,49 \cdot V_0$. Ihre Aufstiegs-geschwindigkeit u ($\sim V^{2/3}$) steigt auf $1,3 \cdot u$ an. Dieses bedeutet, daß die Entlüftung etwas schneller erfolgt als in *Abbildung 7* dargestellt ist.

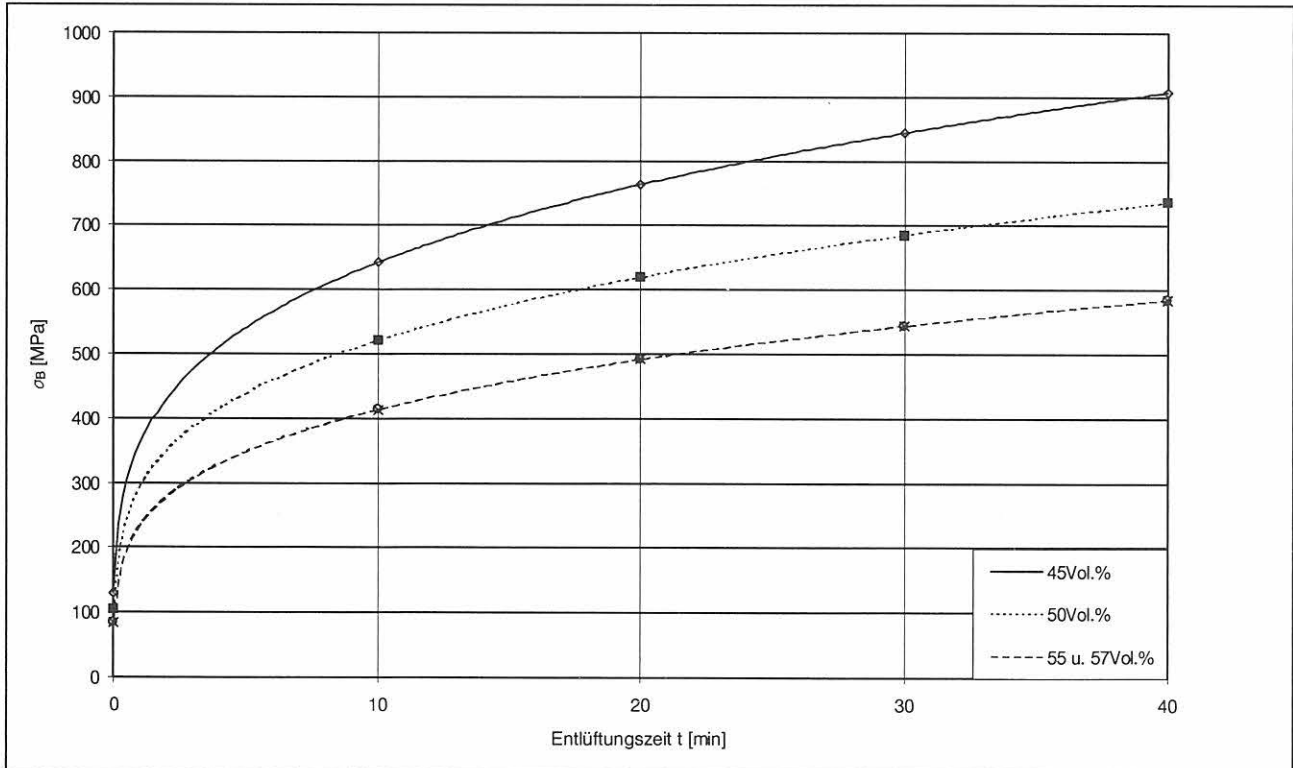


Abbildung 64
Theoretischer Zusammenhang zwischen der Entlüftungsdauer und der Biegefestigkeit

4 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Einfluß herstellungsbedingter Gefügefehler und ihre Bedeutung in Bezug auf die Festigkeit und die Zuverlässigkeit der hergestellten Bauteile genauer untersucht. Die Probenfertigung erfolgte mittels Gelcasting, das sich von anderen Schlickerverfahren durch einen besonders hohen Feststoffgehalt unterscheidet. Der Qualität der Schlicker kommt dabei in Bezug auf die Genese von Gefügefehlern durch den bei diesem Verfahren charakteristischen Polymerisationsprozeß eine besondere Bedeutung zu. Eine zentrale Rolle spielt die Viskosität der Schlicker, da nach der Dispergierung des Pulvers etwa noch vorhandene Luft in Form von Gasblasen in einem limitierten Zeitintervall (der Entlüftungszeit) möglichst vollständig entfernt werden muß und eine Entfernung "eingefrorener" Gasblasen aus dem Grünkörper, d. h. nachdem die Polymerisation des Binders erfolgt ist, nicht mehr möglich ist. Da auf der anderen Seite ein möglichst hoher Feststoffgehalt des Schlickers mit einer zwangsläufig höheren Viskosität wünschenswert ist, um eine möglichst geringe Grünswindung zu erzielen, ergibt sich eine verfahrensbedingte Konfliktsituation, die eine genaue Kenntnis der Wirkungsweise dieser Einflußgrößen erfordert.

Zur Klärung des Zusammenhanges zwischen der Entlüftungszeit der Schlicker und der Biegefestigkeit der aus diesen Schlickern hergestellten Formkörper wurden wäßrige Schlicker eines sehr feinen Al_2O_3 -Pulvers ($d_{50} = 0,38 \mu\text{m}$) mit Feststoffgehalten zwischen 45 und 57 Vol.-% unterschiedlich langen Entlüftungsperioden unter Rühren und Anlegen eines Vakuums unterworfen.

Da die Entlüftung unter der Annahme durchgeführt worden war, daß im Schlicker noch vorhandene Luftblasen im gesinterten Teil als Makroporen bzw. Luft einschüsse zu dessen Bruch führen, wurde eine Untersuchung der Defektgrößenverteilung und der Bruchspiegel durchgeführt. Die Ergebnisse aus diesen Untersuchungen zeigen, daß ein Zusammenhang zwischen der Entlüftungsdauer des Schlickers und der gemessenen Festigkeit des Bauteils in Abhängigkeit von Feststoffgehalt besteht. Es wurden jedoch noch weitere Einflüsse gefunden, wobei vor allem die Präsenz von Agglomeraten im Pulver zu nennen ist, deren Ursache in diesem Zusammenhang noch nicht geklärt werden konnte. Diese Agglomerate führen zu Gefügefehlern mit einer Ausdehnung von etwa 30 - 40 μm . Da die Agglomeratbildung offensichtlich in allen Schlickern erfolgt ist und möglicherweise pulver- oder aufbereitungsspezifische Gründe hat, bestimmt sie das erreichte mittlere Festigkeitsniveau zu etwa 400 MPa.

Dieses Festigkeitsniveau wird von den Schlickern mit dem geringsten Feststoffgehalt von 45 Vol.-% in praktisch allen Fällen erreicht, d. h. schon bei kürzesten Entlüftungsperioden. Bei den viskosereren Schlickern, insbesondere denen mit 55 und 57 Vol.-% Feststoffgehalt, nimmt die Festigkeit der daraus hergestellten Proben mit zunehmender Entlüftungsdauer zunächst zu und erreicht nach 20 Minuten auch das Festigkeitsniveau von 400 MPa (55 Vol.-%) bzw. ein Maximum bei 342 MPa (57 Vol.-%), um danach bei weiter zunehmenden Entlüftungsdauern wieder abzunehmen. Die Auswertung der Untersuchungsergebnisse aus der Computertomographie und die Verteilungsanalyse der großen Poren sowie die Bruchspiegeluntersuchungen zeigen, daß der Anstieg der Festigkeit bis 20 Minuten Entlüftungsdauer mit der Entfernung der relativ großen prozeßbedingten Gasblasen im Schlicker korreliert ist und nach maximal 20 Minuten Entlüftungsdauer alle großen Gasblasen aus den Schlickern zumindest bis 55 Vol.-% Feststoffgehalt entfernt sind. Der Schlicker mit 45 Vol.-% benötigt praktisch keine zusätzliche Entlüftungszeit.

Bei Entlüftungszeiten von mehr als 20 Minuten sind je nach Feststoffgehalt die noch im Schlicker verbliebenen Blasen und somit Poren im gesinterten Teil kleiner als die anderen im Gefüge vorkommenden Defekte und bestimmen nicht mehr die Festigkeiten der gesinterten Bauteile. Dieses Ergebnis deckt sich ebenfalls mit den Analyseergebnissen der 3D-Computertomographie. Nach 10 bis 20minütiger Entlüftung wiesen selbst Proben, die aus 57 Vol.-%-igen Schlickern hergestellt worden waren, keine Poren mehr auf, die im Durchmesser größer als 40 μm waren (kleinere Poren können mit dieser Methode nicht detektiert werden). Eine längere Entlüftungszeit bewirkt weder eine Erniedrigung der Porosität, noch führt sie zu einer Steigerung der Festigkeit.

Große Entlüftungsdauern von 30 und 40 Minuten wirken sich mit zunehmendem Feststoffgehalt negativ auf die Festigkeit aus und nur die Schlicker mit einem Feststoffgehalt von 45 Vol.-% lieferten Proben, deren Festigkeit unverändert bei Höchstwerten von 400 MPa lag, was ebenfalls auf die Viskosität zurückgeführt werden kann. Bei den Schlickern mit höheren Feststoffgehalten tritt dagegen ein anderer prozeßbedingter festigkeitsbestimmender Defektypus auf, bei dem es sich um Trockenrisse handelt, die bei Proben im Bruchspiegel und mit der Computertomographie beobachtet werden konnten.

Über ihre Entstehung im Zusammenhang mit dem Gelcasting kann aus den hier vorliegenden Ergebnis-

sen noch kein genaues Bild abgeleitet werden. Es ist aber denkbar, daß lokale, oberflächennahe Viskositäts-erhöhungen durch die Verdunstung des Dispersionsmediums auftreten, wodurch die Feststoffverteilung im Schlicker inhomogen wird. Eine inhomogene Feststoffverteilung bleibt bei der anschließenden Polymerisation wegen der sowieso schon hohen Viskosität des Schlickers erhalten und führt zu einer anisotropen Schwindung beim nachfolgenden Trocknungsvorgang und zur Ausbildung von Trockenrissen im Grünkörper.

Bei den untersuchten Proben traten alle für Aluminiumoxid-Keramiken typischen Defekttypen – Poren, Grobkorn, poröse Nester und Risse – auf, was sich in einer breiten Streuung der gemessenen Festigkeitswerte und korrespondierenden niedrigen Weibullfaktoren m ausdrückt. Jeder dieser Defekte ist auf Probleme in einer bestimmten Verfahrensstufe zurückzuführen.

1. Bei den porösen Nestern handelt es sich praktisch um nicht dispergierte Agglomerate geringer Dichte des Ausgangspulvers.
2. Die Poren sind die Folge von nicht ausreichender Entlüftung der viskosen Schlicker.
3. Risse entstehen bei nicht optimal verlaufender Trocknung der Grünkörper.
4. Das Grobkorn ist eine Folge zu hoher und noch nicht optimierter Sintertemperatur (sehr feines Ausgangspulver) und Sinterdauer.

Im einzelnen hat sich gezeigt, daß die Bauteile, die aus Schlickern mit dem geringsten Feststoffgehalt (45 Vol.-% Al_2O_3) hergestellt worden waren, die höchsten Festigkeiten erreichten. Diese lagen unabhängig von der Entlüftungszeit bei einem konstanten Wert von ca. 400 MPa. Auch die Porositätswerte waren mit 0,5 Prozent am niedrigsten, sowohl ohne als auch mit Entlüftung. Die Ursache hierfür ist darin zu sehen, daß die Viskosität des Schlickers sehr niedrig war und die meisten Blasen bereits bei der Homogenisierungsphase entfernt werden konnten. Die Bruchspiegeluntersuchungen zeigten, daß der Bruch dieser Charge nicht durch Poren erfolgt ist, sondern durch Grobkorn, poröse Nester oder Risse.

Insgesamt lagen die erzielten Biegefestigkeiten zwischen 200 und 400 MPa, wobei das Festigkeitspotential des verwendeten Ausgangspulvers bis über 600 MPa reicht. Sowohl die Festigkeiten als auch die sehr niedrigen Weibullwerte ($m = 5-10$) machen deutlich, daß der Gelcasting-Prozeß noch Optimierungspotential besitzt. Insbesondere das häufige Auftreten von porösen Nestern, die den Hauptteil der Porosität enthalten, zeigt, daß die Dispergierung des sehr feinen Ausgangspulvers bei allen Feststoffgehalten schwierig und im Hinblick auf hohe Biegefestigkeiten von ausschlaggebender Bedeutung ist.

5 Literatur

- [BAS 90]
R. Bast: Zum Einsatz von Dispergier- und Verflüssigungsmitteln,
cfi/DKG 67, Nr. 9 (1990) S. 395-398
- [DYN 74]
F. W. Dyns, J. W. Halloran: Alpha Alumina Formation in Alum-Derived Alumina,
J. Am. Ceram. Soc., 65 [7] (1974) S. 442-799
- [DIN 51065]
DIN 51 065, (DIN EN 993-1), "Bestimmung der Rohdichte, offene Porosität und Gesamtporosität" (1995)
- [DIN 51110]
(DIN EN 843-1), "Monolithische Keramik - Mechanische Eigenschaften bei Raumtemperatur", Teil 1: Bestimmung der Biegefestigkeit (1995)
- [DIN 53019]
DIN 53 019, "Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern mit Standardgeometrie"
- [GOE 91]
J. Goebbels, B. Illerhaus, W. Müller, P. Reimers, V. Wolff: Computertomographie für die Charakterisierung von Verbundwerkstoffen
Bild & Ton, 44 (1991)[5/6] S. 183-186
- [HAR 79]
M. Harmer, E. W. Roberts, R. J. Brook:
Rapid sintering of pure and doped α -Al₂O₃
Trans. J. Brit. Cer. Soc., 78 (1979) S. 22-25
- [HÜT 91]
Hütte: Die Grundlagen der Ingenieurwissenschaften,
29. Auflage, Springer Verlag, Heidelberg, Berlin (1991)
S.131-139
- [JAN 90]
M. A. Janney: Method for Forming Ceramic Powders into complex shapes
US Patent No. 4 894 194, Jan. 16. 1990
- [JAN 91]
M. A. Janney and O. O. Omatete: Method for molding ceramic powder using a water based gelcasting process
US Patent 5 028 362 July 2. 1991
- [KRE 95]
J. Krell: Fortschritte für Hochleistungs Aluminiumoxid, Technische Keramische Werkstoffe,
Vulkan Verlag, Essen (1995) S. 1 - 36
- [LEH 95]
J. Lehmann: Neuere Aspekte beim Formgebungsverfahren Schlickerguß von synthetischen Rohstoffen,
cfi/Ber. DKG 72 (1995) S. 48 - 51
- [MAC 90]
G. Maczura: Production Processes, Properties, and Applications for Tabular Alumina Refractory Aggregates,
Alumina Chemicals, Science and Technology Handbook, American Ceramic Society, Inc. (1990) S. 109 - 121
- [MOR 92]
R. Moreno: The role of slip additives in tape casting technology: Part 1- solvents and dispersants
Am. Ceram. Soc. Bull. 71 [10] (1992) 1521-31.
- [NUN 94]
S. D. Nunn, O. O. Omatete, C.A. Walls and D.L. Barker: Tensile Strength of Dried Gelcast Green Bodies Ceramic Eng. Sci. Proc., 15 [4] (1994) 493-498.
- [NUN 96]
S. D. Nunn, G. H. Kirby: Green Machining of Gelcast Ceramic Materials
Ceramic Eng. Sci. proc. 17 [3] (1996) 209-213
- [OMA 91a]
Gelcast reaction bonded Siliconnitride composites
Ceramic Eng. Sci. Proc. 12 [7-8] (1991) 1257-64
- [OMA 91b]
O. O. Omatete, M. A. Janney, R. A. Strehlow: Gelcasting - A New Ceramic Forming Process,
Ceramic Bull. 70 (1991) S. 1641 - 1649
- [OMA 91c]
O. O. Omatete, A. Bleier, C. G. Westmoreland: Gelcast Zirconia-Alumina Composites,
Ceramic Eng. Sci. Proc. 12 [9-10] (1991) 2084-94.
- [OMA 93]
O. O. Omatete, A. Bleier: Tailoring the Suspension Flow for the Gelcasting of Oxide and Nonoxide Ceramics, MRS Symposium Proc. Better Ceramics Through Chemistry VI. Vol. 346 (1993) S. 357 - 363
- [REI 90]
H. Reiter: Zerstörungsfreie Prüfung von keramischen Werkstoffen und Bauteilen, Technische Keramik, 2. Ausgabe, Vulkanverlag Essen (1990) S. 276 - 285
- [RIE 93]
H. Riesemeier, J. Goebbels, B. Illerhaus, Y. Onel, P. Reimers: 3-D-Microcomputertomograf für die Werkstoffentwicklung und Bauteilprüfung, DGZfP, Jubiläumstagung (60 Jahre DGZfP) (1993) S. 280 - 287
- [ROS 85]
O. Rosenfelder, H. Reiter: Ermittlung und bruchmechanische Bewertung von Fehlern in keramischen Werkstoffen, Zusammenhang von Herstellung, Festigkeit und Konstruktionskriterien bei hochfesten keramischen Werkstoffen,
cfi-Berichte der DKG, Band 1 (1985) S. 103 - 112

[ROT 94]

M. Roth, J. Woodtli: Zuordnung von Schäden an keramischen Werkstoffen, Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse, Kontakt & Studium, Bd. 444, Expert Verlag (1994) S. 555 - 576

[SON 80]

H. Sontheimer, P. Spindler, U. Rohmann: Wasserchemie für Ingenieure, DVGW-Forschungsstelle am Engler-Bunte-Institut der UNI Karlsruhe (TH) (1980) S. 57 - 60

[STA 96]

H. Staiger, J. Goebels, B. Illerhaus, H. Riesemeier: 3D-Computertomographie an Lötproben und Schlickerguß-Keramiken, Fortschrittsberichte VDI, Löten von Keramik-Keramik- und Keramik-Metall-Verbindungen '96, Nr. 382, VDI-Verlag, S. 92 - 100

[TEL 89]

R. Telle, R. Danzer: Gefüge, Gefügefehler und mechanische Eigenschaften von Hochleistungskeramiken, Sonderbände der Prakt. Metallographie 20 (1989) S. 477 - 504

[TEL 90]

R. Telle, R. Danzer: Gefüge und Bruch von Hochleistungskeramiken, Berichte über Fortschritte in der Werkstoffprüfung (31.5-2.6.89 in Leoben), Gebrüder Borntraeger Berlin, Stuttgart (1990) S. 463 - 479

[VOG 93]

W. Vogel: Glasfehler, Springer Verlag Berlin Heidelberg New York, (1993) S. 104 - 122

[WAG 93]

A. Wagemann: Grünbearbeitung – wirtschaftliche und technische Potentiale in: Technische Keramische Werkstoffe, Kap. 3.7.1.0 (1993), Herausgeber J. Kriegesmann. Deutscher Wirtschaftsdienst, Köln, ISBN 3-87156-091-X

[WÄS 95]

R. Wäsche, G. Steinborn, T. Rabe: The Microstructure of Gelcast Alumina, cfi/, Ber. DKG 72 (1995) S. 24 - 27

[WÄS 95b]

R. Wäsche, G. Steinborn, A. Zingaro: Gelcasting of Alumina and Alumina-SiC Composites Silicates Industriels 60 (1995) [7,8] S.193-197

[YOU 91]

A. C. Young, O. O. Omatete, J. A. Janney: Gelcasting of Alumina, J. Amer. Ceram. Soc. 74 [3] (1991) S. 612 - 618

Danksagung

An dieser Stelle möchten die Autoren den Mitarbeitern und Kollegen aus dem Laboratorium V.41 danken, die in vielfältiger Weise dazu beigetragen haben, daß diese Untersuchung ein Erfolg wurde.

Frau Dr. Rudolph danken wir für die Bestimmung der mechanischen Festigkeiten sowie für die Ermittlung der Weibullverteilungen.

Wir danken auch den Herren Dr. Goebbel und Riesemeier für die Untersuchung der Proben mittels der Computertomographie.

Frau Strauß und Frau Benemann aus dem Laboratorium VIII.23 sei für die Anfertigung der zahlreichen elektronenmikroskopischen Aufnahmen gedankt.

Herrn Prof. Hähnert danken wir für die kritische Durchsicht, die konstruktive Kritik und die vielen wertvollen Hinweise, die erst zu einem abgerundeten Manuskript geführt haben.

Bisher erschienene Forschungsberichte der BAM

- Nr. 1/1968
Forschung und Entwicklung in der Bundesanstalt für Materialprüfung (BAM)
Rechenschaftsbericht für den Bundesminister für Bildung und Wissenschaft
- Nr. 2/1970 (vergriffen)
G. Andreas
Zum Problem des Feuchtigkeitsschutzes von Dehnungsmeßstreifen und Halbleitergebern
- Nr. 3/1970
J. Ziebs
Über das mechanische Verhalten von Aluminium-Stahl-Freileitungsseilen als Beispiel für Verbundbauteile
- Nr. 4/1970 (vergriffen)
A. Burmester
Formbeständigkeit von Holz gegenüber Feuchtigkeit — Grundlagen und Vergütungsverfahren
- Nr. 5/1971
N. Steiner
Die Bedeutung der Netzstellenart und der Netzwerkkettendichte für die Beschreibung der elastischen Eigenschaften und des Abbaus von elastomeren Netzwerken
- Nr. 6/1971
P. Schneider
Zur Problematik der Prüfung und Beurteilung des Luftschallschutzes von Bauelementen bei unterschiedlichen Einbaubedingungen
- Nr. 7/1971
H.-J. Petrowitz
Chromatographie und chemische Konstitution — Untersuchungen über den Einfluß der Struktur organischer Verbindungen auf das Verhalten bei der Dünnschicht-Chromatographie
- Nr. 8/1971
H. Veith
Zum Spannungs-Dehnungs-Verhalten von Baustählen bei Wechselbeanspruchung
- Nr. 9/1971
K.-H. Möller
Untersuchung über die sichernde Wirkung poröser Massen in Acetylenflaschen
- Nr. 10/1972
D. Aurich, E. Martin
Untersuchungen über die Korngrößenbestimmung mit Ultraschall zur Entwicklung einer für die Praxis geeigneten zerstörungsfreien Meßmethode
- Nr. 11/1972
H.-J. Krause
Beitrag zur Kenntnis der Schnittriefenbildung und Schnittgütwerte beim Brennschneiden
- Nr. 12/1972
H. Feuerberg
Über Veränderungen von Nylon-6-Fasern beim Texturieren
- Nr. 13/1972
K.-H. Habig, K. Kirschke, W.-W. Maennig, H. Tischer
Festkörpergleitreibung und Verschleiß von Eisen, Kobalt, Kupfer, Silber, Magnesium und Aluminium in einem Sauerstoff-Stickstoff-Gemisch zwischen 760 und $2 \cdot 10^{-7}$ Torr
- Nr. 14/1972
E. Fischer
Untersuchungen zur Amplitudenabhängigkeit der Ultraschalldämpfung in Metallen bei 20 kHz
- Nr. 15/1972
H. Pohl
Studie und Probleme der chemischen Edelmetall-Analyse
- Nr. 16/1972
E. Knublauch
Über Ausführung und Aussagefähigkeit des Normbrandversuches nach DIN 4102 Blatt 2 im Hinblick auf die Nachbildung natürlicher Schadenfeuer
- Nr. 17/1972
P. Reimers
Aktivierungsanalyse mit schnellen Neutronen, Photonen und geladenen Teilchen
- Nr. 18/1973
W. Struck
Das Sprödbbruchverhalten des Baustahles R St 37-2 N in geschweißten Konstruktionen, dargestellt mit Hilfe der Methode des Temperaturvergleiches
- Nr. 19/1973
K. Kaffanke, H. Czichos
Die Bestimmung von Grenzflächentemperaturen bei tribologischen Vorgängen
- Nr. 20/1973
R. Rudolphi
Brandrisiko elektrischer Leitungen und Installationen in Wänden
- Nr. 21/1973
D. Klafke, W. Maennig
Die kontinuumsmechanische Erfassung des zeitlichen Ablaufs der elastisch-plastischen Dehnungen bei der Zerrüttung
- Nr. 22/1973
R. Rudolphi, E. Knublauch
Untersuchungen für ein Prüfverfahren zur Bemessung der Brandschutzbekleidung von Stahlstützen
- Nr. 23/1973
W. Ruske
Reichs- und preußische Landesanstalten in Berlin. Ihre Entstehung und Entwicklung als außeruniversitäre Forschungsanstalten und Beratungsorgane der politischen Instanzen
- Nr. 24/1973
J. Stanke, E. Klement, R. Rudolphi
Das Brandverhalten von Holzstützen unter Druckbeanspruchung
- Nr. 25/1973
E. Knublauch
Über das Brandgeschehen vor der Fassade eines brennenden Gebäudes unter besonderer Berücksichtigung der Feuerbeanspruchung von Außenstützen
- Nr. 26/1974
P. Jost, P. Reimers, P. Weise
Der Elektronen-Linearbeschleuniger der BAM — Eigenschaften und erste Anwendungen
- Nr. 27/1974
H. Wüstenberg
Untersuchungen zum Schallfeld von Winkelprüfköpfen für die Materialprüfung mit Ultraschall
- Nr. 28/1974
H. Heinrich
Zum Ablauf von Gasexplosionen in mit Rohrleitungen verbundenen Behältern
- Nr. 29/1974
P. Schneider
Theorie der dissipativen Luftschalldämmung bei einem Idealisotropen porösen Material mit starrem Skelett für senkrechten, schrägen und allseitigen Schalleinfall
- Nr. 30/1974 (vergriffen)
H. Czichos, G. Salomon
The Application of Systems Thinking and Systems Analysis to Tribology
- Nr. 31/1975
G. Fuhrmann
Untersuchungen zur Klärung des Verhaltens thermoplastischer Kunststoffe bei Wechseldehnungsbeanspruchung
- Nr. 32/1975
R. Rudolphi, B. Böttcher
Ein thermo-elektrisches Netzwerkverfahren zur Berechnung stationärer Temperatur- und Wärmestromverteilungen mit Anwendungsbeispielen
- Nr. 33/1975
A. Wagner, G. Kieper, R. Rudolphi
Die Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit von Baustoffen mit Hilfe eines nichtstationären Meßverfahrens
- Nr. 34/1976 (vergriffen)
H.-J. Deppe
Untersuchungen zur Vergütung von Holzwerkstoff
- Nr. 35/1976
E. Limberger
Der Widerstand von Platten, die als Beplankungsmaterial leichter Wände verwendet werden, gegenüber dem Aufprall harter Körper — Vorschlag für ein Prüfverfahren
- Nr. 36/1976 (vergriffen)
J. Hundt
Wärme- und Feuchtigkeitsleitung in Beton unter Einwirkung eines Temperaturgefälles
- Nr. 37/1976
W. Struck
Die stoßartige Beanspruchung leichter, nichttragender Bauteile durch einen mit der Schulter gegenprallenden Menschen — Vorschlag für ein Prüfverfahren
- Nr. 38/1976
K.-H. Habig
Verschleißuntersuchungen an gas-, bad- und ionitriertem Stahl 42 CrMo 4
- Nr. 39/1976
K. Kirschke, G. Kempf
Untersuchung der viskoelastischen Eigenschaften von Flüssigkeiten (mit Nicht-Newtonschem Fließverhalten) insbesondere bei höherer Schwerbeanspruchung
- Nr. 40/1976
H. Hantsche
Zum Untergrundabzug bei energiedispersiven Spektren nach verschiedenen Verfahren
- Nr. 41/1976
B. Böttcher
Optische Eigenschaften cholesterinischer Flüssigkeiten
- Nr. 42/1976
S. Dielten
Ermittlung der Mindestzündenergie brennbarer Gase in Mischung mit Luft
- Nr. 43/1976
W. Struck
Das Sprödbbruchverhalten geschweißter Bauteile aus Stahl mit zäh-sprödem Übergang im Bruchverhalten, dargestellt mit Hilfe der Methode des Temperaturvergleiches
- Nr. 44/1976
W. Matthees
Berechnung von räumlichen, linear elastischen Systemen, die aus finiten Stab- und Balkenelementen zusammengesetzt sind, unter Verwendung des Programms "Stab-Werk"
- Nr. 45/1976
W. Paatsch
Untersuchung des Elektrodenverhaltens im Vakuum aufgedampfter Metallschichten
- Nr. 46/1977 (vergriffen)
G. Schickert, H. Winkler
Versuchsergebnisse zur Festigkeit und Verformung von Beton bei mehraxialer Druckbeanspruchung (Results of Test Concerning Strength and Strain of Concrete Subjected to Multiaxial Compressive Stresses)

- Nr. 47/1977
A. Plank
Bautechnische Einflüsse auf die Tragfähigkeit von Kunststoffdübeln für Fassadenbekleidungen
- Nr. 48/1977
U. Holzlöhner
Setzung von Fundamenten infolge dynamischer Last, angewendet auf die Fundamente einer geplanten Schnellbahn
- Nr. 49/1977
G. Wittig
Untersuchungen zur Anwendung von Mikrowellen in der zerstörungsfreien Prüfung
- Nr. 50/1978 (vergriffen)
N. Czaika, N. Mayer, C. Amberg, G. Magiera, G. Andreae, W. Markowski
Zur Meßtechnik für die Sicherheitsbeurteilung und Überwachung von Spannbeton-Reaktordruckbehältern
- Nr. 51/1978
J. Sickfeld
Auswirkung von chemischen und physikalisch-technologischen Einflußfaktoren auf das Beständigkeitsverhalten von Oberflächenbeschichtungen auf der Basis von Reaktionsbeschichtungsstoffen
- Nr. 52/1978
A. Tomov
Zum Einfluß der Gleitgeschwindigkeit auf das tribologische Verhalten von Werkstoffen hoher Härte bei reiner Festkörperreibung
- Nr. 53/1978
R.-G. Rohrmann, R. Rudolphi
Bemessung und Optimierung beheizbarer Straßen- und Brückenbeläge
- Nr. 54/1978
H. Sander
Magnetisches Verhalten dünner Eisenschichten bei mechanischer Wechselbeanspruchung
- Nr. 55/1978
D. Klaffke
Beobachtung und Orientierungsbestimmung der Oberflächenkristalle polykristalliner 99,999%-Al-Proben bei Biegewechselbeanspruchung
- Nr. 56/1979
W. Brünner, C. Langlie
Stabilität von Sandwichbauteilen
- Nr. 57/1979
M. Stadthaus
Untersuchungen an Prüfmitteln für die Magnetpulverprüfung (Investigations on Inspection-Media for Magnetic Particle-Testing)
- Nr. 58/1979
W. Struck
Ermittlung des Bauteilwiderstandes aus Versuchsergebnissen bei vereinbartem Sicherheitsniveau
- Nr. 59/1979
G. Plauk
Ermittlung der Verformungen biegebeanspruchter Stahlbetonbalken mit der Methode der Finiten Elemente unter besonderer Berücksichtigung des Verbundes zwischen Beton und Stahl
- Nr. 60/1979
H. Spreckelmeyer, R. Helms, J. Ziebs
Untersuchungen zur Erfassung der Kaltformbarkeit von Feinblechen beim Strecken
- Nr. 61/1979
K. Richter
Beschreibung von Problemen der höheren Farbmetrik mit Hilfe des Gegenfarbensystems
- Nr. 62/1979
W. Gerisch, G. Becker
Geomagnetobiologisch bedingter Zusammenhang zwischen der Fraßaktivität von Termiten und der Zahl der Sterbefälle
- Nr. 63/1979
E. Behrend, J. Ludwig
Untersuchungen an Stopfbuchsen von Ventilen und Schiebern für Gase
- Nr. 64/1980
W. Rücker
Ermittlung der Schwingungserregung beim Betrieb schienengebundener Fahrzeuge in Tunneln sowie Untersuchung des Einflusses einzelner Parameter auf die Ausbreitung von Erschütterungen im Tunnel und dessen Umgebung
- Nr. 65/1980
P. Schmidt, D. Aurich, R. Helms, H. Veith, J. Ziebs
Untersuchungen über den Einfluß des Spannungszustandes auf bruchmechanische Kennwerte
- Nr. 66/1980
M. Hattwig
Auswirkung von Druckentlastungsvorgängen auf die Umgebung
- Nr. 67/1980
W. Matthees
Beitrag zur dynamischen Analyse von vorgespannten und vorbelasteten Feder-Masse-Systemen mit veränderlicher Gliederung unter stoßartiger Beanspruchung
- Nr. 68/1980
D. Petersohn
Oberflächenmeßverfahren unter besonderer Berücksichtigung der Stereomeßtechnik — Entwicklung eines volleuzentrischen Präzisions-Goniometers
- Nr. 69/1980
F. Buchhardt, P. Brandl
Untersuchungen zur Integrität des Liners von Reaktorsicherheitschülern (Containments) in Stahlbeton- und Spannbetonbauweise
- Nr. 70/1980 (vergriffen)
G. Schickert
Schwellenwerte beim Betondruckversuch
- Nr. 71/1980
W. Matthees, G. Magiera
Untersuchungen über durch den Boden gekoppelte dynamische Wechselwirkungen benachbarter Kernkraftwerksbauten großer Masse unter seismischen Einwirkungen
- Nr. 72/1980
R. Rudolphi
Übertragbarkeit der Ergebnisse von Brandprüfungen am Beispiel von Stahl- und Holzstützen
- Nr. 73/1980
P. Wegener
Vergleichende Untersuchungen zum Tragverhalten von Klemmkupplungen für Stahlrohrgerüste nach bestehenden deutschen Prüfvorschriften und geplanten europäischen bzw. internationalen Prüfnormen
- Nr. 74/1980
R. Rudolphi, R. Müller
ALGOL-Computerprogramm zur Berechnung zweidimensionaler instationärer Temperaturverteilungen mit Anwendungen aus dem Brand- und Wärmeschutz
- Nr. 75/1980
H.-J. Heinrich
Beitrag zur Kenntnis des zeitlichen und örtlichen Druckverlaufs bei der plötzlichen Entlastung unter Druck stehender Behälter und Behälterkombinationen
- Nr. 76/1980
D. Klaffke, W.-W. Maennig
Deformationsverhalten von Rein- und Reinstaluminium sowie Cu 99,9 und St 37 bei Biegewechselbeanspruchung im Rasterelektronenmikroskop
- Nr. 77/1981
M. Gierloff, M. Maultzsch
Untersuchung des Verhaltens von Lagerzementen
- Nr. 78/1981
W. Rücker
Dynamische Wechselwirkung eines Schienen-Schwellensystems mit dem Untergrund
- Nr. 79/1981
V. Neumann
Ein Beitrag zur Untersuchung der wasserstoffbeeinflußten Kaltrißeigung höherfester niedriglegierter Feinkornbaustähle mit dem Implantversuch
- Nr. 80/1981
A. Plank, W. Struck, M. Tzschätzsch
Ursachen des Teileinsturzes der Kongreßhalle in Berlin-Tiergarten
- Nr. 81/1981
J. Schmidt
Graphisch-rechnerisches Verfahren zum Erfassen der Zündhäufigkeit zündbarer Stoffe; Anwendung auf Datenmaterial aus dem Bereich der Statistik
- Nr. 82/1982
R. Helms, H.-J. Kühn, S. Ledworuski
Zur werkstoffmechanischen Beurteilung des Kerbschlagbiegeversuches (Assesment of the mechanical behaviour of materials in the notched bar impact test)
- Nr. 83/1982
H. Czichos, P. Feinle
Tribologisches Verhalten von thermoplastischen Kunststoffen — Kontaktdeformation, Reibung und Verschleiß, Oberflächenuntersuchungen
- Nr. 84/1982
R. Müller, R. Rudolphi
Übertragbarkeit der Ergebnisse von Brandprüfungen im Kleinprüfstand (Vergleichsversuche)
- Nr. 85/SBN 3-88314-231-X/1982
H. Czichos
Technische Materialforschung und -prüfung — Entwicklungstendenzen und Rahmenvorschläge für ein EG-Programm "Basic Technological Research"
- Nr. 86/SBN 3-88314-232-8/1982
K. Niesel, P. Schimmelwitz
Zur quantitativen Kennzeichnung des Verwitterungsverhaltens von Naturwerksteinen anhand ihrer Gefügemerkmale
- Nr. 87/SBN 3-88314-240-9/1982
B. Isecke, W. Stichel
Einfluß baupraktischer Umgebungsbedingungen auf das Korrosionsverhalten von Spannstählen vor dem Injizieren
- Nr. 88/SBN 3-88314-254-9/1983
A. Erhard
Untersuchungen zur Ausbreitung von Longitudinalwellen an Oberflächen bei der Materialprüfung mit Ultraschall
- Nr. 89/SBN 3-88314-263-8/1983
D. Conrad, S. Dietlen
Untersuchungen zur Zerfallsfähigkeit von Distickstoffoxid
- Nr. 90/SBN 3-88314-264-6/1983
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen (Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members)
- Nr. 91/SBN 3-88314-265-4/1983
M. Weber
Dreidimensionale Analyse von unbewehrtem Beton mit nichtlinear-elastischem Materialgesetz
- Nr. 92/SBN 3-88314-266-2/1983
L. Auersch
Ausbreitung von Erschütterungen durch den Boden

- Nr. 93/ISBN 3-88314-283-2/1983
P. Studt
Unterdrückung stick-slip-induzierter Kurvengeräusche schienengebundener Fahrzeuge durch eine physikalisch-chemische Oberflächenbehandlung der Schienen
- Nr. 94/ISBN 3-88314-284-0/1983
Xian-Quan Dong
Untersuchungen der Störschwingungen beim Kerbschlagbiegeversuch und deren Abschwächungen
- Nr. 95/ISBN 3-88314-289-1/1983
M. Römer
Über die Fokussierung des Schallfeldes von Ultraschall-Prüfköpfen mit Fresnelschen Zonenplatten
- Nr. 96/ISBN 3-88314-296-4/1983
H. Eifler
Verbundverhalten zwischen Beton und geripptem Betonstahl sowie sein Einfluß auf inelastische Verformungen biegebeanspruchter Stahlbetonbalken
- Nr. 97/ISBN 3-88314-297-2/1983
G. Fuhrmann, W. Schwarz
Typische Bruchflächenbildung thermoplastischer Kunststoffe nach wechselnder mechanischer Beanspruchung
- Nr. 98/ISBN 3-88314-312-X/1983
E. Schnabel
Bestimmung des elastischen Verhaltens von Maschinenwaren — Stretch- und Erholungsvermögen
- Nr. 99/ISBN 3-88314-317-0/1983
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen (Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members)
- Nr. 100/ISBN 3-88314-298-0/1984
G. Klamrowski, P. Neustupny
Untersuchungen zur Prüfung von Beton auf Frostwiderstand
- Nr. 101/ISBN 3-88314-327-8/1984
P. Reimers, J. Goebels, H. Heidt, P. Weise, K. Wilding
Röntgen- und Gammastrahlen-Computer-Tomographie
- Nr. 102/ISBN 3-88314-335-9/1984
G. Magiera
Weiterentwicklung des hydraulischen Kompensationsverfahrens auf Druckspannungsmessung in Beton
- Nr. 103/ISBN 3-88314-328-6/1984
D. Schnitger
Radiographie mit Elektronen aus Metallverstärkerfolien
- Nr. 104/ISBN 3-88314-339-1/1984
M. Gierloff
Beeinflussung von Betoneigenschaften durch Zusatz von Kunststoffdispersionen
- Nr. 105/ISBN 3-88314-345-6/1984
B. Schulz-Forberg
Beitrag zum Bremsverhalten energieumwandelnder Aufsetzpuffer in Aufzugsanlagen
- Nr. 106/ISBN 3-88314-360-X/1984
J. Lehnert
Setzung von Fundamenten infolge dynamischer Last
- Nr. 107/ISBN 3-88314-361-8/1984
W. Stichel, J. Ehreke
Korrosion von Stahlradiatoren
- Nr. 108/ISBN 3-88314-363-4/1984
L. Auersch
Durch Bodenerschütterungen angeregte Gebäudeschwingungen — Ergebnisse von Modellrechnungen
- Nr. 109/ISBN 3-88314-381-2/1985
M. Omar
Zur Wirkung der Schrumpfbegrenzung auf den Schweißspannungszustand und das Sprödbruchverhalten von unterpulvergeschweißten Blechen aus St E 460 N
- Nr. 110/ISBN 3-88314-382-0/1985
H. Walde, B. Kropp
Wasserstoff als Energieträger
- Nr. 111/ISBN 3-88314-383-9/1985
K. Ziegler
Über den Einfluß der Initiierung auf die detonative Umsetzung von Analex-Sprengstoffen unter Berücksichtigung sicherheitstechnischer Gesichtspunkte
- Nr. 112/ISBN 3-88314-409-6/1985
W. Lützwow
Zeitstandverhalten und strukturelle Veränderungen von vielfach wiederverarbeiteten Polyethylenen
- Nr. 113/ISBN 3-88314-410-X/1985
R. Helms, H. Henke, G. Oelrich, T. Saito
Untersuchungen zum Frequenzeinfluß auf die Schwingungskorrosion von Offshore-Konstruktionen
- Nr. 114/ISBN 3-88314-419-3/1985
P. Rose, P. Raabe, W. Daum, A. Szameit
Neue Verfahren für die Prüfung von Reaktorkomponenten mittels Röntgen- und Gammastrahlen
- Nr. 115/ISBN 3-88314-420-7/1985
K. Richter
Farbempfindungsmerkmal Elementarblau und Buntheitsabstände als Funktion von Farbart und Leuchtdichte von In- und Umfeld
- Nr. 116/ISBN 3-88314-460-6/1985
F.-J. Kasper, R. Müller, R. Rudolphi, A. Wagner
Theoretische Ermittlung des Wärmedurchgangskoeffizienten von Fensterkonstruktionen unter besonderer Berücksichtigung der Rahmenproblematik
- Nr. 117/ISBN 3-88314-468-1/1985
H. Czichos, G. Sievers
Materials Technologies and Techno-Economic Development — A Study for the German Foundation for International Development (Deutsche Stiftung für Internationale Entwicklung)
- Nr. 118/ISBN 3-88314-469-X/1985
H. Treumann, H. Andre, E. Blossfeld, N. Pfeil, M.-M. Zindler
Brand- und Explosionsgefahren explosionsgefährlicher Stoffe bei Herstellung und Lagerung — Modellversuche mit pyrotechnischen Sätzen und Gegenständen
- Nr. 119/ISBN 3-88314-472-X/1985
J. Herter, K. Brandes, E. Limberger
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen — Versuche an Stahlbetonplatten, Teil I (Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members — Tests on Reinforced Concrete Slabs, Part 1)
- Nr. 120/ISBN 3-88314-514-9/1986
A. Hecht
Zerstörungsfreie Korngrößenbestimmung an austenitischen Feinblechen mit Hilfe der Ultraschallrückstreuung
- Nr. 121/ISBN 3-88314-530-0/1986
P. Feinle, K.-H. Habig
Versagenskriterien von Stahlgleitpaarungen unter Mischreibungsbedingungen; Einflüsse von Stahlzusammensetzung und Wärmebehandlung
- Nr. 122/ISBN 3-88314-521-1/1986
J. Mischke
Entsorgung kerntechnischer Anlagen Sonderkolloquium der Bundesanstalt für Materialprüfung (BAM) am 10. 12. 1985 mit Beiträgen von B. Schulz-Forberg, K. E. Wieser und B. Droste
- Nr. 123/ISBN 3-88314-531-9/1986
D. Rensch
Physikalisch-chemische Analyse sowie toxische Beurteilung der beim thermischen Zerfall organisch-chemischer Baustoffe entstehenden Brandgase
- Nr. 124/ISBN 3-88314-538-6/1986
H.-M. Thomas
Zur Anwendung des Impuls-Wirbelstromverfahrens in der zerstörungsfreien Materialprüfung
- Nr. 125/ISBN 3-88314-540-8/1986 (vergriffen)
B. Droste, U. Probst
Untersuchungen zur Wirksamkeit der Brandschutzisolation von Flüssiggas-Lagertanks
- Nr. 126/ISBN 3-88314-547-5/1986
W. Stichel
Korrosion und Korrosionsschutz von Metallen in Schwimmhallen
- Nr. 127/ISBN 3-88314-564-5/1986 (vergriffen)
E. Limberger, K. Brandes, J. Herter, K. Berner
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen — Versuche an Stahlbetonbalken, Teil I (Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members — Tests on Reinforced Concrete Beams, Part I)
- Nr. 128/ISBN 3-88314-568-8/1986 (vergriffen)
E. Limberger, K. Brandes, J. Herter, K. Berner
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen — Versuche an Stahlbetonbalken, Teil II (Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members — Tests on Reinforced Concrete Beams, Part II)
- Nr. 129/ISBN 3-88314-569-6/1980 (vergriffen)
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter, K. Berner
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen — Zugversuche an Betonstahl mit erhöhter Dehngeschwindigkeit (Kinetic Load Bearing Capacity of Reinforced Concrete Members under Impact Load — Reinforcing Steel Tension Tests with high strain rates)
- Nr. 130/ISBN 3-88314-570-X/1986
W. Struck
Einfache Abschätzung der Durchbiegung und der Energieaufnahme von Trägern aus duktilem Material
- Nr. 131/ISBN 3-88314-585-8/1986
E. Limberger, K. Brandes, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen — Versuche an Stahlbetonplatten, Teil II (Kinetic Load Bearing Capacity of Reinforced Concrete Members under Impact Load — Tests on Reinforced Concrete Slabs, Part II)
- Nr. 132/ISBN 3-88314-595-5/1987
Chr. Herold, F.-U. Vogdt
Ermittlung der Ursachen von Schäden an bituminösen Dachabdichtungen unter besonderer Berücksichtigung klimatischer Beanspruchungen
- Nr. 133/ISBN 3-88314-609-9/1987 (vergriffen)
M. Woydt, K.-H. Habig
Technisch-physikalische Grundlagen zum tribologischen Verhalten keramischer Werkstoffe
- Nr. 134/ISBN 3-88314-615-3/1987
G. Andrae, G. Niessen
Über den Kernstrahlungseinfluß auf Dehnungsmeßstreifen
- Nr. 135/ISBN 3-88314-618-8/1987
J. Ludwig, W.-D. Mischke, A. Ulrich
Untersuchungen über das Verhalten von Tankcontainern für unter Druck verflüssigte Gase bei Fallbeanspruchungen
- Nr. 136/ISBN 3-88314-636-6/1987
H.-J. Deppe, K. Schmidt
Untersuchung zur Beurteilung von Brettschichtverleimungen für den Holzbau

- Nr. 137/ISBN 3-88314-637-4/1987
D. Aurich
Analyse und Weiterentwicklung bruchmechanischer Versagenskonzepte auf der Grundlage von Forschungsergebnissen auf dem Gebiete der Komponentensicherheit
- Nr. 138/ISBN 3-88314-635-8/1987
M. Dogunke, F. Buchhardt
Zur geowissenschaftlichen Einordnung des Gebietes der Bundesrepublik Deutschland und einer sicheren Auslegung technischer Systeme gegen den Lastfall Erdbeben
- Nr. 139/ISBN 3-88314-658-7/1987
J. Olschewski, S.-P. Scholz
Numerische Untersuchung zum Verhalten des Hochtemperaturwerkstoffes Nimonic PE 16 unter monotoner und zyklischer Belastung bei Verwendung verschiedener plastischer und viskoplastischer Materialmodelle
- Nr. 140/ISBN 3-88314-643-9/1987
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen (Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members)
- Nr. 141/ISBN 3-88314-694-3/1987
F. Buchhardt, W. Matthees, G. Magiera, F. Mathiak
Zum Einfluß des Sicherheits- und Auslegungserdbebens auf die Bemessung von Kernkraftwerken
- Nr. 142/ISBN 3-88314-695-1/1987
H. Treumann, G. Krüger, N. Pfeil, S. von Zahn-Ullmann
Sicherheitstechnische Kenndaten und Gefährzahlen binärer Mischungen aus oxidierenden und verbrennlichen Substanzen
- Nr. 143/ISBN 3-88314-701-X/1987
K. Brandes, E. Limberger, J. Herter
Kinetische Grenztragfähigkeit von stoßartig belasteten Stahlbetonbauteilen — Experimentelle und numerische Untersuchungen zum Trag- und Verformungsverhalten von Stahlbetonbauteilen bei Stoßbelastung (Kinetic Load Bearing Capacity of Impulsively Loaded Reinforced Concrete Members — Experimental and numerical Investigations concerning Load Bearing Behaviour of Reinforced Concrete Members under Impact Load)
- Nr. 144/ISBN 3-88314-702-8/1987
F. Buchhardt, G. Magiera, W. Matthees, M. Weber, J. Altes
Nichtlineare dynamische Berechnungen zum Penetrationsverhalten des AVR- Reaktorgebäudes
- Nr. 145/ISBN 3-88314-711-7/1987
U. Holzlhöner
Untersuchung selbstständernder Systeme zur Bestimmung von Materialeigenschaften von Reibungsböden
- Nr. 146/ISBN 3-88314-714-1/1987
W. Schon, M. Mallon
Untersuchung zur Wirksamkeit von Wasserberieselungseinrichtungen als Brandschutzmaßnahme für Flüssiggas-Lagertanks
- Nr. 147/ISBN 3-88314-720-6/1987
H.-D. Kleinschrodt
Lösung dynamischer Biege- und Torsionsprobleme von Stabsystemen aus dünnwandigen elastischen Stäben mit offenem Querschnitt mittels frequenzabhängiger Ansatzfunktionen
- Nr. 148/ISBN 3-88314-774-5/1988
W. Müller
Theoretische Untersuchung von Variationsprinzipien für elastoplastisches Materialverhalten sowie Entwicklung und numerische Erprobung von Finite-Element-Verfahren für den ebenen Spannungszustand
- Nr. 149/ISBN 3-88314-775-3/1988
U. Holzlhöner
Bestimmung baugrunderdynamischer Kenngrößen aus der Untersuchung von Bodenproben
- Nr. 150/ISBN 3-88314-776-1/1988
M. Weber
VG3D — Zeichenprogramm für vektographische Darstellung dreidimensionaler Strukturen
- Nr. 151/ISBN 3-88314-785-0/1988
L. Auersch-Saworski
Wechselwirkung starrer und flexibler Strukturen mit dem Baugrund, insbesondere bei Anregung durch Bodenerschütterungen
- Nr. 152/ISBN 3-88314-796-6/1988
G. Plauk, G. Kretschmann, R.-G. Rohrmann
Untersuchung des baulichen Zustandes und der Tragfähigkeit vorgespannter Riegel von Verkehrszeichenbrücken der Berliner Stadtautobahn
- Nr. 153/ISBN 3-88314-797-4/1988
H. Sander, W.-W. Maennig
Magnetisches Verhalten von Eisenproben bei mechanischer Wechselbeanspruchung
- Nr. 154/ISBN 3-88314-822-9/1988
K. Breitkreutz, P.-J. Uttech, K. Haedecke
Druckgesinterte Stähle als zertifiziertes Referenzmaterial für die Spektrometrie
- Nr. 155/ISBN 3-88314-825-3/1988
L. Auersch
Zur Entstehung und Ausbreitung von Schienenverkehrserschütterungen: Theoretische Untersuchungen und Messungen am Hochgeschwindigkeitszug Intercity Experimental
- Nr. 156/ISBN 3-88314-887-3/1989
G. Klamrowski, P. Neustupny, H.-J. Deppe, K. Schmidt, J. Hundt
Untersuchungen zur Dauerhaftigkeit von Faserzementen
- Nr. 157/ISBN 3-88314-888-1/1989
E. Limberger, K. Brandes
Versuche zum Verhalten von Stahlbetonbalken mit Übergreifungsstößen der Zugbewehrung unter stoßartiger Belastung
- Nr. 158/ISBN 3-88314-889-X/1989
R. Wäsche, K.-H. Habig
Physikalisch-chemische Grundlagen der Feststoffschmierung — Literaturübersicht
- Nr. 159/ISBN 3-88314-890-3/1989
R. Müller, R. Rudolphi
Berechnung des Wärmedurchlaßwiderstandes und der Temperaturverteilung im Querschnitt von Hausschornsteinen nach DIN 18160 Teil 6
- Nr. 160/ISBN 3-88314-917-9/1989
W. Matthees
Entwicklung eines Makroelementes durch Kondensation am Beispiel der Lastfälle Flugzeugabsturz und Erdbeben bei Boden-Bauwerk-Wechselwirkung mit biegeweichen Fundamenten
- Nr. 161/ISBN 3-88314-920-9/1989
G. Mellmann, M. Maultzsch
Untersuchung zur Ermittlung der Biegefestigkeit von Flachglas für bauliche Anlagen
- Nr. 162/ISBN 3-88314-921-7/1989
W. Brünner
Untersuchungen zur Tragfähigkeit großer Glasscheiben
- Nr. 163/ISBN 3-88314-922-5/1989
W. Brünner, G. Mellmann, W. Struck
Biegefestigkeit und Tragfähigkeit von Scheiben aus Flachglas für bauliche Anlagen
- Nr. 164/ISBN 3-88314-934-9/1989
R. Helms, B. Jaenicke, H. Wolter, C.-P. Bork
Zur Schwingfestigkeit großer geschweißter Stahlträger
- Nr. 165/ISBN 3-88314-935-7/1989
P. Göbel, L. Meckel, W. Schiller
Untersuchung zur Erarbeitung von Kennwerten bei Einrichtungsmaterialien (Holzwerkstoffen, Möbeln und Textilien) hinsichtlich der Formaldehyd-Emission — Teil B: Textilien
- Nr. 166/ISBN 3-88314-936-5/1989
K. Breitkreutz
Modelle für Stereologische Analysen
- Nr. 167/ISBN 3-88314-937-3/1989
A. Mitakidis, W. Rücker
Erschütterungsausbreitung im elastischen Halbraum bei transienten Belastungsvorgängen
- Nr. 168/ISBN 3-88314-958-6/1990
F.-J. Kasper, R. Müller, R. Rudolphi
Numerische Untersuchung geometriebedingter Wärmebrücken (Winkel und Ecken) unter Einsatz hochauflösender Farbgraphik bei Berücksichtigung der Tauwasserproblematik und des Mindestluftwechsels
- Nr. 169/ISBN 3-88314-959-4/1990
Chr. Kohl, W. Rucker
Integration der Untergrunddynamik in das Programmsystem MEDYNA, dargestellt am Beispiel des Intercity Experimental (ICE)
- Nr. 170/ISBN 3-88314-960-8/1990
P. Studt, W. Kerner, Tin Win
Untersuchung der mikrobiologischen Schädigung wassergemischter Kühlschmierstoffe mit dem Ziel der Verbesserung der Arbeitshygiene, der Minderung der Geruchsbelastung und der Menge zu entsorgender Emulsionen
- Nr. 171/ISBN 3-88314-997-7/1990
F. Buchhardt
Ein Operator zur Koppelung beliebig benachbarter dynamischer Systeme am Beispiel der Boden-Bauwerk-Wechselwirkung
- Nr. 172/ISBN 3-88314-998-5/1990
J. Vielhaber, G. Plauk
Grenztragfähigkeit großer Verbundprofilstützen
- Nr. 173/ISBN 3-88314-999-3/1990
B. Droste, J. Ludwig, B. Schulz-Forberg
Höherwertige Transporttechnik und ihre Konsequenzen für die Beförderung gefährlicher Güter
- Nr. 174/ISBN 3-88429-021-8/1990
D. Aurich
Analyse und Weiterentwicklung bruchmechanischer Versagenskonzepte
- Nr. 175/ISBN 3-88429-022-6/1990
W. Brocks, D. Klingbeil, J. Olschewski
Lösung der HRR-Feld-Gleichungen der elastisch-plastischen Bruchmechanik
- Nr. 176/ISBN 3-88429-035-6/1990
W. Matthees, G. Magiera
Iterative Dekonvolution der seismischen Basiserregung für den Zeitraum
- Nr. 177/ISBN 3-89429-090-0/1991
G. Schickert, M. Krause, H. Wiggenhauser
Studie zur Anwendung zerstörungsfreier Prüfverfahren bei Ingenieurbauwerken
- Nr. 178/ISBN 3-89429-429-9/1991
G. Andreae, J. Knapp, G. Niessen
Entwicklung und Untersuchung eines kapazitiven Hochtemperatur-Dehnungsaufnehmers für Einsatztemperaturen bis ca. 1000 °C
- Nr. 179/ISBN 3-89429-100-1/1991
H. Eifler
Die Drehfähigkeit plastischer Gelenke in Stahlbeton-Plattenbalken, bewehrt mit naturhartem Betonstahl Bst 500 S im Bereich negativer Biegemomente
- Nr. 180/ISBN 3-89429-101-X/1991
E. Klement, G. Wieser
Zur numerischen Übertragbarkeit von Prüfungsergebnissen an Hausschornsteinen auf Schornsteine mit anderen lichten Querschnitten
- Nr. 181/ISBN 3-89429-105-2/1991
H. Czichos, R. Helms, J. Lexow
Industrial and Materials Technologies Research and Development Trends and Needs

- Nr. 182/ISBN 3-89429-145-1/1992
M. Weber
Bestimmung von Wärmeübergangskoeffizienten im Bereich geometriebedingter Wärmebrücken
- Nr. 183/ISBN 3-89429-163-X/1992
F. Buchhardt
Zur Dekonvolution im Zeitbereich
- Nr. 184/ISBN 3-89429-164-8/1992
M. Maultzsch, W. Stichel, E.-M. Vater
Feldversuche zur Einwirkung von Auftaumitteln auf Verkehrsbauwerke (im Rahmen des Großversuchs "Umweltfreundlicheres Streusalz")
- Nr. 185/ISBN 3-89429-165-6/1992
Renate Müller
Ein numerisches Verfahren zur simultanen Bestimmung thermischer Stoffeigenschaften oder Größen aus Versuchen — Anwendung auf das Heißdraht-Parallelverfahren und auf Versuche an Hausschornsteinen
- Nr. 186/ISBN 3-89429-211-3/1992
B. Löffelbein, M. Woydt, K.-H. Habig
Reibungs- und Verschleißuntersuchungen an Gleitpaarungen aus Ingenieurkeramischen Werkstoffen in wässrigen Lösungen
- Nr. 187/ISBN 3-89429-216-4/1992
Th. Schneider, E. Santher
Mikrotribologie: Stand der Forschung und Anwendungsmöglichkeiten — Literaturübersicht
- Nr. 188/ISBN 3-89429-243-1/1992
K. Mallwitz
Verfahren zur Vorausermittlung der Setzung von Fundamenten auf geständerten Strecken infolge zyklischer Beanspruchung
- Nr. 189/ISBN 3-89429-244-X/1992
W. Matthees, G. Magiera
Impedanzeigenschaften von Finiten-Elemente-Modellen bei Integration im Zeitraum
- Nr. 190/ISBN 3-89429-245-8/1992
G. Zachariev
Untersuchung des Versagens thermoplastischer Kunststoffe im Kurzzeit-Zugversuch und Retardations-Zugversuch
- Nr. 191/ISBN 3-89429-246-6/1992
H.-M. Bock, S. Erbay, J. With
Kritische Stahltemperatur als charakteristischer Kennwert für die Feuerwiderstandsdauer von Bauwerkssystemen aus Stahl
- Nr. 192/ISBN 3-89429-329-2/1993
D. Aurich
Analyse und Weiterentwicklung bruchmechanischer Versagenskonzepte — Lokales Rißwachstum, Ermittlung des Rißwiderstandsverhaltens aus der Kerbschlagarbeit
- Nr. 193/3-89429-291-1/1993
W. Gerisch, Th. Fritz, S. Steinborn
Statistical Consulting in the Frame of VAMAS. The Role of the Technical Working Arfea/Advisory Group. Statistical Techniques for Interlaboratory Studies and Related Projects (VAMAS Report No. 13)
- Nr. 194/ISBN 3-89429-330-6/1993
U. Krause
Ein Beitrag zur mathematischen Modellierung des Ablaufs von Explosionen
- Nr. 195/ISBN 3-89429-331-4/1993
U. Schmidchen, G. Würsig
Lagerung und Seetransport großer Mengen flüssigen Wasserstoffs am Beispiel des "Euro-Québec Hydro-Hydrogen Pilot Projekts. Überblick über die in Deutschland anzuwendenden Gesetze, Verordnungen und technischen Regeln
- Nr. 196/ISBN 3-89429-362-4/1993
D. Lietze
Untersuchungen über das Anlaufen von Detonationen im Innern geschlossener Systeme
- Nr. 197/ISBN 3-89429-400-0/1993
A. Skopp
Tribologisches Verhalten von Siliziumnitridwerkstoffen bei Festkörpergleitreibung zwischen 22 °C und 1000 °C
- Nr. 198/ISBN 3-89429-421-3/1994
St. Meretz
Ein Beitrag zur Mikromechanik der Interphase in polymeren Faserverbundwerkstoffen
- Nr. 199/ISBN 3-89429-422-1/1994
W. F. Rücker, S. Said
Erschütterungsübertragung zwischen U-Bahntunneln und dicht benachbarten Gebäuden
- Nr. 200/ISBN 3-89429-423-X/1994
D. Arndt, K. Borchardt, P. Croy, E. Geyer, J. Henschen, C. Maierhofer, M. Niedack-Nad, M. Rudolph, D. Schaurich, F. Weise, H. Wigggenhauser
Anwendung und Kombination zerstörungsfreier Prüfverfahren zur Bestimmung der Mauerwerksfeuchte im Deutschen Dom
- Nr. 201/ISBN 3-89429-475-2/1994
U. Holzlhöner, H. August, T. Meggyes, M. Brune
Deponieabdichtungssysteme — Statusbericht
- Nr. 202/ISBN 3-89429-481-7/1994
J. Schmidt
Über eine Verteilungsfunktion mit Parametern für Median, Spannweite, Schiefe und Wölbung — Konzept und Anwendung
- Nr. 203/ISBN 3-89429-483-3/1994
B. Schulz-Forberg, J. Ludwig
Sicherheitsniveaus von Transporttanks für Gefahrgut
- Nr. 204/ISBN 3-89429-484-1/1994
W. Struck, E. Limberger
Der Glaskugelsack als Prüfkörper für Beanspruchungen durch weichen Stoß — eine erweiterte Modellvorstellung
- Nr. 205/ISBN 3-89429-516-3/1995
P. Rose
Bestimmung charakteristischer Fehlermerkmale zur rechnergestützten Bildauswertung von Schweißnahradiographien
- Nr. 206/ISBN 3-89429-517-1/1995
D. Lietze
Grenze der Flammendurchschlagsicherheit von Sperrschichten aus Bandsicherungen bei Deflagrationen und bei einem Nachbrand
- Nr. 207/ISBN 3-89429-593-7/1997
W. Daum
Zur objektiven Beurteilung der Bildqualität industrieller Radioskopiesysteme
- Nr. 208/ISBN 3-89429-557-0/1995
G. Kalinka
Ein Beitrag zur Kristallisation gefüllter und ungefüllter Thermoplaste
- Nr. 209/ISBN 3-89429-594-5/1995
D. Hoffmann, K. Niesel
Zur Quantifizierung des Effekts von Luftverunreinigungen auf Putzmörtel
- Nr. 210/ISBN 3-89429-595-3/1995
F. Buchhardt, W. Matthees, G. Magiera
Zur Erfassung der hysteretischen Dämpfung im Zeitraum
- Nr. 211/ISBN 3-89429-973-8/1997
G. Meier zu Köcker, K.-H. Habig
Steigerung der Lebensdauer und der Prozesssicherheit durch beschichtungsgerechte Fertigung von Werkzeugen und Bauteilen
- Nr. 212/ISBN 3-89429-974-6/1996
S. Dähne
Analytische Grundlagenuntersuchungen zur Laserimpulsfluorometrie im ultravioletten Spektralbereich
- Nr. 213/ISBN 3-89429-975-4/1995
J. Kelm
High Resolution NMR Spectroscopy for the Determination of Elastomers, Blends and Thermoplastic Elastomers — Carbon and Proton NMR Spectra Catalogue
- Nr. 214/ISBN 3-89429-976-2/1995
J. Moll
Exciton-Dynamics in J-Aggregates of an Organic Dye
- Nr. 215/ISBN 3-89429-950-9/1995
W. Müller u. a.
Modellhafte Untersuchungen zu Umweltschädigungen in Innenräumen anhand des Grünen Gewölbes
- Nr. 216/ISBN 3-89429-774-3/1997
C.-P. Bork, J. Hünecke, M. Golmann
Neue Stähle mit hoher statischer, dynamischer und Dauerfestigkeit für den Automobilbau
- Nr. 217/ISBN 3-89429-775-1/1997
W. Müller, M. Torge, D. Kruschke, K. Adam
Sicherung, Konservierung und Restaurierung historischer Glasmalereien
- Nr. 218/ISBN 3-89429-776-X/1997
S. Steinborn
Analyse von Verformung und Rißbildung bei Straßenbelägen durch Finite-Elemente-Methoden
- Nr. 219/ISBN 3-89429-777-8/1997
G. Fuhrmann, J. Bohse, H.-V. Rudolph
Schwingfestigkeit von Thermoplasten und Verbundwerkstoffen bei Umlaufbiegung
- Nr. 220/ISBN 3-89429-778-6/1997
D. Lietze
Grenze der Flammendurchschlagsicherheit von Sperrschichten aus Sintermetall
- Nr. 221/ISBN 3-89701-036-4/1997
R. Wäsche, F. Köse
Einfluß der Verfahrensparameter beim Gelcasting auf die Entstehung bruchauslösender Gefügefehler in hochreinen Aluminiumoxidkeramiken

