

Entwicklung eines Formgebungs- verfahrens für holzwerkstoffbasierte Grünkörper zur Herstellung biogener SiC-Keramiken

A. Petutschnigg

Berichte aus Energie- und Umweltforschung

39/2012

Impressum:

Eigentümer, Herausgeber und Medieninhaber:
Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie
Radetzkystraße 2, 1030 Wien

Verantwortung und Koordination:
Abteilung für Energie- und Umwelttechnologien
Leiter: DI Michael Paula

Liste sowie Downloadmöglichkeit aller Berichte dieser Reihe unter
<http://www.nachhaltigwirtschaften.at>

Entwicklung eines Formgebungs- verfahrens für holzwerkstoffbasierte Grünkörper zur Herstellung biogener SiC-Keramiken

Priv. Doz. FH Prof. Dr. Alexander Petutschnigg,
FH Prof. Dr. Olaf Treusch, DI Josef Lohr,
DI (FH) Dr. Stefanie Wieland MSc.,
DI (FH) Dr. Gernot Standfest
Fachhochschule Salzburg GmbH

DI Albin von Ganski
SGL Carbon GmbH

Kuchl, November 2011

Ein Projektbericht im Rahmen der Programmlinie



Impulsprogramm Nachhaltig Wirtschaften

Im Auftrag des Bundesministeriums für Verkehr, Innovation und Technologie

Vorwort

Der vorliegende Bericht dokumentiert die Ergebnisse eines Projekts aus der Programmlinie FABRIK DER ZUKUNFT. Sie wurde im Jahr 2000 vom Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie im Rahmen des Impulsprogramms Nachhaltig Wirtschaften als mehrjährige Forschungs- und Technologieinitiative gestartet. Mit der Programmlinie FABRIK DER ZUKUNFT sollen durch Forschung und Technologieentwicklung innovative Technologiesprünge mit hohem Marktpotential initiiert und realisiert werden.

Dank des überdurchschnittlichen Engagements und der großen Kooperationsbereitschaft der beteiligten Forschungseinrichtungen und Betriebe konnten bereits richtungsweisende und auch international anerkannte Ergebnisse erzielt werden. Die Qualität der erarbeiteten Ergebnisse liegt über den hohen Erwartungen und ist eine gute Grundlage für erfolgreiche Umsetzungsstrategien. Anfragen bezüglich internationaler Kooperationen bestätigen die in FABRIK DER ZUKUNFT verfolgte Strategie.

Ein wichtiges Anliegen des Programms ist es, die Projektergebnisse – seien es Grundlagenarbeiten, Konzepte oder Technologieentwicklungen – erfolgreich umzusetzen und zu verbreiten. Dies soll nach Möglichkeit durch konkrete Demonstrationsprojekte unterstützt werden. Deshalb ist es auch ein spezielles Anliegen die aktuellen Ergebnisse der interessierten Fachöffentlichkeit zugänglich zu machen, was durch die Homepage www.FABRIKderZukunft.at und die Schriftenreihe gewährleistet wird.

Dipl. Ing. Michael Paula
Leiter der Abt. Energie- und Umwelttechnologien
Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	5
Abstract	7
1 Projektabriss	8
1.1 Ausgangssituation/ Motivation	8
1.2 Inhalte und Zielsetzungen.....	8
1.3 Methodische Vorgehensweise	9
1.4 Ergebnisse und Schlussfolgerungen	10
1.5 Ausblick.....	10
2 Einleitung	12
2.1 Beschreibung der Vorarbeiten zum Thema	13
2.2 Fokus/ Schwerpunkte der Arbeit.....	16
2.3 Einpassung in die Programmlinie	16
2.4 Kurzbeschreibung des Aufbaus des Endberichts	17
3 Ziele des Projekts.....	18
3.1 Erstes Ziel: Entwicklung und Charakterisierung von Formgebungsverfahren	18
3.2 Zweites Ziel: Entwicklung von Kennwerten für die Grünkörper	19
3.3 Drittes Ziel: Beurteilung der Dimensionsänderung und der Kohlenstoffausbeute beim Karbonisieren.....	20
4 Inhalte und Ergebnisse	21
4.1 Material und Methoden	21
4.1.1 Analyse der möglichen Produktionsvarianten für unterschiedliche Produktgeometrien.....	21
4.1.2 Charakterisierung von Grünkörpern	23
4.1.3 Formänderung durch die Karbonisierung	27
4.2 Neuerungen durch das Projekt	28
4.2.1 Prozesse.....	28
4.2.2 Materialeigenschaften für neue Grünkörper	31
4.2.3 Beschreibung der Formänderung und Karbonausbeute für die neuen Werkstoffkombinationen.....	33
4.3 Ergebnisse	34
4.3.1 Die Herstellung von Formteilen:	34
4.3.2 Die Eigenschaften der erstellten Grünkörper.....	43
4.3.3 Die Formänderung bei der Karbonisierung.....	51
5 Detailangaben in Bezug auf die Ziele der Programmlinie	57

6	Schlussfolgerungen zu den Projektergebnissen	59
7	Ausblick/Empfehlungen.....	60
8	Literaturverzeichnis	61
9	Abbildungsverzeichnis	63

Kurzfassung

In vorausgegangenen Projekten konnte gezeigt werden, dass es möglich ist, SiC-Keramiken auf Basis spezieller Holzwerkstoffe herzustellen. Die Eigenschaften der so erzeugten Keramiken entsprechen bei spezieller Zusammensetzung der Grünkörper (Holzwerkstoffe) denen auf herkömmliche Weise (z.B. Sintern) hergestellter Keramiken. Neben dem Vorteil diese Materialien weitgehend aus nachwachsenden Rohstoffen herstellen zu können, zeichnete sich zusätzliches Potential für die Realisierung von komplex geformten SiC-Bauteilen ab, wie sie mit klassischen Verfahren nicht möglich sind. Voraussetzung für diese bisher nicht realisierbaren Bauteilformen sind geeignete Formgebungsverfahren für die Grünkörper. Holzwerkstoffe werden herkömmlicherweise im Flachpressverfahren hergestellt. Die Motivation des vorliegenden Forschungsvorhabens war es, Formgebungsverfahren zu finden, die sich für die Grünkörperherstellung aus Holz und Bindemitteln eignen.

Ziel des vorliegenden Projektes war es, verschiedene bewährte Formgebungsverfahren wie Formpressen oder Extrudieren dahingehend zu untersuchen, ob sie sich für die Herstellung von Grünkörpern für die SiC-Herstellung eignen. Eine weitere vielversprechende Möglichkeit, komplex geformten SiC-Keramiken zu realisieren, besteht auch darin, die als Zwischenstufe nötigen Kohlenstoffkörper vor einer Silizierung spanend zu bearbeiten. Daher war ein Inhalt des Projektes, Grünkörper in einer hierfür nötigen Größe durch Upscaling der bisherigen Ergebnisse herzustellen.

Basierend auf der aktuellen Produktions- und Formgebungsmethode zur Herstellung von Grünkörpern wurden neue Formgebungsverfahren recherchiert und definiert. Darauf aufbauend wurde versucht diese Verfahren anzuwenden. Um diese Verfahren anwenden zu können wurde es notwendig auch weitere Rohmaterialien einzusetzen um die Prozesse zu ermöglichen. Die veränderten Zusammensetzungen und Formgebungsverfahren der Grünkörper machten es notwendig, die Grünkörper auch zu charakterisieren. Dazu wurden Produktionsparameter variiert und die Eigenschaften der Grünkörper analysiert. Die wesentlichen Eigenschaften des Karbonkörpers ‚Dimensionsveränderung‘ und ‚Karbonausbeute, wurde für die Produktionseinstellungen und Rohstoffkombinationen analysiert.

Die Ergebnisse zeigen, dass es möglich ist weitere Verfahren zur Herstellung von Grünkörpern für die SiC- Keramiken anzuwenden und dass die erzeugten Grünkörper auch den Anforderungen der Weiterverarbeitung genügen. Dafür wurden auch die wesentlichen Prozess- und Rohstoff-Parameter analysiert.

Es wurde aber auch festgestellt, dass das angestrebte Formgebungsverfahren zur Herstellung von 3D Vollkörpern und 3D Hohlkörpern, das Spritzgießen, im Zuge dieses

Projekts noch nicht gelöst werden konnte. Hier wird empfohlen ein anderes Verfahren, eventuell das 3D Drucken oder andere Methoden des Rapid Prototyping, zu untersuchen.

Auf Basis der entwickelten Verfahren zur Herstellung von SiC- Keramiken ist es möglich Bauteile mit größeren Dimensionen kostengünstig herzustellen. Damit werden Anwendungen für diese biogenen Materialien möglich, die bisher aufgrund von geometrischen Einschränkungen nicht denkbar waren. So könnten die starken SiC Platten für Schamotte von Müllverbrennungsanlagen oder sonstige industriellen Verbrennungsöfen eingesetzt werden. Die Ergebnisse der up-scaling-Versuche mit planar gepressten Holzwerkstoffen aus den bewährten Holz-Bindemittelmischungen und der anschließenden erfolgreichen Karbonisierung ermöglichen die Herstellung komplex geformter Bauteile durch spanende Bearbeitung. Hierfür zeigen die untersuchten Festigkeitseigenschaften der Grün- und C-Körper ausreichend hohe Werte. Somit sind eine Vorbearbeitung des Holzwerkstoffs und eine Endkonturbearbeitung des Kohlenstoffs möglich. Einsatzbereiche für diese durch anschließende Silizierung erzeugten, komplex geformten SiC-Bauteile liegen vor allem im Bereich verschleißfester Bauteile im Maschinenbau (z.B. Mühlen, gleitbeanspruchte Teile)

Die Herstellung von SiC Keramiken mit komplexer Geometrie, wie z.B. Rohre, ist auf Basis der Erkenntnisse des Projekts ebenfalls möglich. Die größte Herausforderung hierfür lag in der Herstellung von weiter-verarbeitbaren Granulaten, die Voraussetzung zum Extrudieren und Spritzgießen der Hol-Bindemittel-Mischungen. Hierfür wurden mehrere geeignete Verfahren untersucht. Damit können Anwendungen im Bereich Wärmetauscher oder für Rohre im Industrieanlagenbau mit aggressiven Medien erschlossen werden. Spezielle Hülsen für abriebfeste Bauteile im Maschinenbau sind mit diesem Verfahren ebenso denkbar und möglich.

Abstract

Previous projects have shown the possibility to fabricate SiC ceramics based on special wood-based materials. The properties of the ceramics produced with a specific composition of the green body (wood materials) are in accordance to conventional produced (e.g. sintering) ceramics. In addition to the advantage of producing these materials from renewable resources, these materials can be distinguished from conventional produced SiC components by the possibility of the realization of complex-shaped SiC components. Requirement for this SiC component forms are not yet feasible molding processes for the green body. Wood based panels are traditionally made in flat-pressing processes. The motivation of this research project was to find design methods which are suitable for the production of complex green bodies made of wood and binders.

The aim of this project was to investigate various proven design techniques such as compression molding or extrusion molding to determine whether they are suitable for the production of green bodies for the production of SiC. Another promising way to realize complex shaped SiC ceramics consists in the fact that the carbonized template can be shaped by machining before a siliconization. Therefore, one aim of the project was to produce feasible sized green bodies by upscaling of previous results.

Based on the latest production and design methods for the production of green bodies, new design methods have been researched and defined. On this basis, an attempt was made to apply feasible methods. In order to apply these procedures it was also necessary to use further raw materials to enable processing. Altered material compositions and methods for shaping the green bodies enabled to characterize the green body as well. These production parameters were varied and the properties of the green body were analyzed. The main properties of the carbon body, which are dimensional change and carbon yield, were analyzed for the production settings and commodity combinations.

The results show the possibility to introduce further processes for the production of green bodies for SiC ceramics and that the generated green bodies fulfill requirements of downstream processing. Therefore, the key process parameters and raw material were analyzed.

It was also noted that the targeted design process for the production of 3D solid objects and 3D hollow bodies (injection molding) in the course of this project has not yet been solved. Therefore it is recommended to use different methods like 3D printing or other methods of rapid prototyping.

1 Projektabriss

1.1 Ausgangssituation/ Motivation

In vorausgegangenen Projekten konnte gezeigt werden, dass es möglich ist, SiC-Keramiken auf Basis spezieller Holzwerkstoffe herzustellen. Die Eigenschaften der so erzeugten Keramiken entsprechen bei spezieller Zusammensetzung der Holzwerkstoffe (Grünkörper) denen auf herkömmliche Weise (z.B. Sintern) hergestellter Keramiken. Neben dem Vorteil diese Materialien weitgehend aus nachwachsenden Rohstoffen herstellen zu können, zeichnete sich zusätzliches Potential für die Realisierung von komplex geformten SiC-Bauteilen ab, wie sie mit klassischen Verfahren nicht möglich sind. Voraussetzung für diese bisher nicht realisierbaren Bauteilformen sind geeignete Formgebungsverfahren für die Grünkörper. Herkömmliche Holzwerkstoffe werden herkömmlicherweise im Flachpressverfahren hergestellt. Die Motivation des vorliegenden Forschungsvorhabens war es, Formgebungsverfahren zu finden, die sich für die Grünkörperherstellung aus Holz und (duroplastischen) Bindemitteln eignen. Um biogene SiC-Keramiken zur Marktreife zu bringen ist es erforderlich, dass ihr Vorteil einer möglichen Formgebung im Grünzustand in einem anwendungsnahen Verfahren realisiert wird. Daraus ergeben sich Anwendungsfelder, die mit den herkömmlichen Herstellungsverfahren nicht möglich sind. Die in diesem Projekt untersuchten Formgebungsverfahren stellen somit eine notwendige Maßnahme zur Realisierung von SiC-Bauteilen auf der Basis nachwachsender Rohstoffe dar.

1.2 Inhalte und Zielsetzungen

Im Zuge dieses Projekts sollten neue Möglichkeiten zur Herstellung von Grünkörper-Formteilen für die SiC-Keramiken entwickelt werden. Dazu sind zum einen die Geometrien die erreicht werden zu bestimmen, und darauf aufbauend Herstellverfahren zu entwickeln. Die Anwendung von unterschiedlichen Herstellverfahren führt auch zu einer Anpassung der eingesetzten Materialien, da die verwendeten Rohstoffe nicht für alle Produktionsverfahren geeignet sind. Die Anwendung unterschiedlicher Rohstoffe führt zu einer Änderung der Zusammensetzung der Grünkörper. Dies kann positive aber auch negative Auswirkungen auf die Eigenschaften der hergestellten Formteile haben. Nicht nur die Materialien können sich unterschiedlich auswirken, auch die Prozessparameter beeinflussen die Eigenschaften wesentlich. Um die Auswirkungen der Rohmaterialien und der Prozessparameter bestimmen zu können, müssen die Grünkörper charakterisiert werden. Die Charakterisierung erfolgt anhand physikalischer Eigenschaften, die für die weitere Bearbeitung von Bedeutung sind. Aus den Grünkörpern wird im Zuge der Karbonisierung ein Karbonkörper erzeugt. Um die Auswirkung der Rohstoffzusammensetzung und der Prozessparameter auf die wesentlichen Eigenschaften der Karbonkörper (die Dimensionsveränderung während der Karbonisierung und die Höhe der Kohlenstoffausbeute in Bezug auf den Grünkörper) zu beurteilen, sind

auch die Karbonkörper hinsichtlich dieser Eigenschaften zu charakterisieren. Da durch die Silizierung kaum mehr Änderungen auftreten sind für den Grünkörper vor allem die Änderungen durch die Karbonisierung von Bedeutung.

Daraus leiten sich folgende Zielsetzungen ab:

- Herstellung von Grünkörper-Formteilen mittels unterschiedlicher Verfahren
- Charakterisierung der hergestellten Grünkörper anhand geeigneter Kenngrößen
- Analyse der Formveränderung bei Karbonisierung und Bestimmung der Kohlenstoffausbeute

1.3 Methodische Vorgehensweise

Basierend auf den Zielsetzungen gliedert sich das Projekt in drei wesentliche Teile:

Herstellung von Grünkörper-Formteilen mittels unterschiedlicher Verfahren

Herstellverfahren von Grünkörper Formteilen wurde für folgende Geometrien (in Anlehnung an ASHBY et al (2011) durchgeführt: Lineare Formteile (mit rundem und nicht rundem Querschnitt), Flächige Formteile (eben und nicht eben) sowie 3 dimensionale Formteile (3D Vollkörper und 3D Hohlkörper). Dazu wurden folgende Herstellverfahren ausgearbeitet: Extrudieren, Planares Pressen, Formpressen und Spritzguss.

Charakterisierung der hergestellten Grünkörper anhand geeigneter Kenngrößen

Die Kenngrößen zum Vergleich der hergestellten Grünkörper orientieren sich zum einen an physikalischen Größen wie der Rohdichte und der Feuchtigkeit der Proben die für die Karbonisierung relevant scheinen, aber auch an mechanischen Größen wie der Elastizität (E-Modul) und der Festigkeit der Proben, die für die mechanische Bearbeitung der Grünkörper relevant sind. Diese Kenngrößen werden für die hergestellten Grünkörper ermittelt und analysiert.

Analyse der Formveränderung bei Karbonisierung und Bestimmung der Kohlenstoffausbeute

Die Dimensionsveränderungen und die Karbonausbeute (in Form des Masseverlusts vom Grünkörper zum Karbonkörper) werden für die hergestellten Proben ermittelt. Darauf aufbauend können in Abhängigkeit von den Rohmaterialien und der Prozessparameter auch die Eigenschaften des Karbonkörpers analysiert werden. Da durch die Silizierung kaum mehr Änderungen auftreten sind für den Grünkörper vor allem die Änderungen durch die Karbonisierung von Bedeutung.

1.4 Ergebnisse und Schlussfolgerungen

Auf Basis der durchgeführten Untersuchungen konnten folgende Erkenntnisse für die Herstellung von 3D Formteilen und für weitere Analysen gewonnen werden:

Herstellung von Grünkörper-Formteilen mittels unterschiedlicher Verfahren.

Es wurden folgende Herstellverfahren ausgearbeitet: Extrudieren, Planares Pressen, Formpressen und Spritzguss. Dabei wurden auch Zwischenschritte wie Vorpressen, Mehrschichtige Aufbauten, Extruder- Granulieren und Granulieren mit Telleragglomerator notwendig und im Zuge des Projekts durchgeführt

Die Eigenschaften der Grünkörper wurden durch die unterschiedlichen Rohmaterialien und Herstellparameter wesentlich beeinflusst. Für die erfolgreich durchgeführten Verfahren konnten alle Grünkörper siliziert werden. Zusammenfassend können Empfehlungen zur Herstellung von Grünkörpern mit folgenden Eigenschaften gegeben werden:

- Grünkörper die mechanisch nachbearbeitet werden sollten
- Grünkörper die geringen Schwund aufweisen sollten und homogen sein sollten
- Grünkörper mit erhöhter Karbonausbeute

Für den Schwund der Proben in die drei Raumrichtungen konnten sehr genaue Parameter bestimmt werden.

1.5 Ausblick

Auf Basis der entwickelten Verfahren zur Herstellung von SiC- Keramiken ist es möglich Bauteile mit größeren Dicken herzustellen. Damit werden Anwendungen für diese Materialien möglich, die bisher aufgrund von geometrischen Einschränkungen nicht denkbar waren. So könnten die starken SiC Platten für Schamotte von Müllverbrennungsanlagen eingesetzt werden.

Die Herstellung von SiC Keramiken mit komplexer Geometrie, wie z.B. Rohre, ist auf Basis der Erkenntnisse des Projekts ebenfalls möglich. Damit können zahlreiche Anwendungen im Bereich Maschinenbau, Anlagentechnik und Ofenbau erschlossen werden.

Basierend auf den Ergebnissen des Projekts kann das Material in Abhängigkeit vom jeweiligen Einsatzgebiet und der Bearbeitung optimiert werden. So ist es möglich durch

mehrschichtige Grünkörper deren Eigenschaften hinsichtlich mechanischer Eigenschaften oder des Karbongehalts gezielt für bestimmte Anwendungen anzupassen.

Mit den untersuchten formgebenden Verfahren können lineare Formteile (mit rundem und nicht rundem Querschnitt) und Flächige Formteile (eben und nicht eben) erzeugt werden. Da das Spritzgießen in diesem Projekt nicht erfolgreich umgesetzt werden konnte, ist für drei dimensionale Formteile (3D Vollkörper und 3D Hohlkörper) noch ein Herstellverfahren fehlend. Hier könnte das 3D Drucken mit Holzmehl eine Lösung sein. Dies ist in weiteren Untersuchungen zu klären.

2 Einleitung

Biogene SiC-Keramiken lassen sich durch die Infiltration von Kohlenstoffkörpern auf der Basis von speziellen Holzwerkstoffen mit flüssigem Silizium herstellen. Die auf diesem Weg hergestellten Keramiken weisen zu solchen Keramiken, die in klassischer Pulversintertechnik hergestellt werden, vergleichbare Eigenschaften auf. Im Gegensatz zur Pulversintertechnik eröffnet die neue Technologie auf der Basis nachwachsender Rohstoffe zusätzlich die Möglichkeit, großflächige und komplex geformte Bauteile aus dichter SiC-Keramik zu realisieren. Auf diesem Weg werden durch die Verwendung nachwachsender Rohstoffe nicht nur Ressourcen geschont, sondern es eröffnen sich gleichzeitig auch neue Möglichkeiten zur Herstellung von Produkten, die mit den herkömmlichen Technologien nicht realisierbar sind.

Für die Anwendung dieser Technologie stehen Produkte im Bereich Automotive, Anlagenbau und sonstige industrielle Anwendungen im Vordergrund. Diese können im Einzelnen sein:

- Aufnahmen zur Härtung von Getriebeteilen
- Wärmetauscherkomponenten im Bereich aggressiver Medien
- Gleitlagertechnologien und
- Chargierträger für Hochtemperaturanwendungen.

Der Herstellungsprozess von SiC-Keramiken kann in drei Schritten beschrieben werden. Die Herstellung der spezifischen Holzwerkstoffe, der thermische Abbau zu Kohlenstoffmaterialien (Karbonisierung) und die Silizium-Infiltration zur Erzeugung der gewünschten Keramik (Abbildung 1).

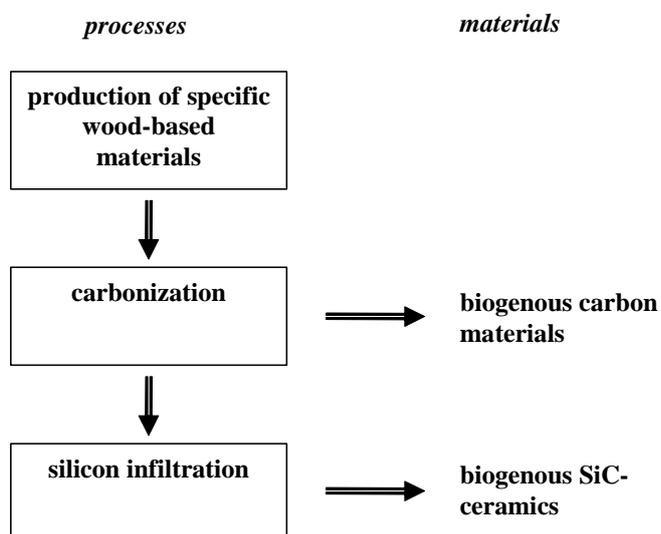


Abbildung 1 Herstellungsprozess biogener SiC-Keramiken

Da konventionelle Holzwerkstoffe für völlig andere Verwendungszwecke entwickelt wurden, sind die Eigenschaften der daraus hergestellten Keramiken nicht befriedigend. Ein Vorteil dieser Materialien ist allerdings der, dass sich ihre Eigenschaften oder ihre innere Struktur durch die Auswahl unterschiedlicher Partikelgrößen- und Formen sowie durch eine Variation

der Dichte und der Bindemitteltypen gezielt anpassen lassen. In den bisherigen Studien konnte gezeigt werden, dass die Partikelgröße der Holzwerkstoffe einer der wichtigsten Parameter ist (HOFENAUER et al. 2004; TREUSCH et al. 2004; HERZOG et al. 2006).

Der Prozess zur Herstellung von biogenen SiC-Keramiken auf der Basis spezieller Holzwerkstoffe beschränkt sich bis jetzt auf die Erzeugung des keramischen Werkstoffs. Es existieren zwar prinzipielle Ansätze und erste vielversprechende Erfahrungen zur Formgebung dieser Materialien, aber eine systematische Untersuchung verschiedener Formgebungsverfahren, die sich zur Herstellung endkonturnaher Grünkörper in industriellem Maßstab eignen, wurde bisher aber noch nicht durchgeführt. Ein derartiges Formgebungsverfahren stellt allerdings die Grundlage zur großtechnischen Umsetzung dieser Technologie und somit die Grundlage für ein kommerzielles SiC-Bauteil auf der Basis nachwachsender Rohstoffe dar.

Mit dem vorliegenden Projekt soll es nun ermöglicht werden, komplexe Bauteile, wie beispielsweise Rohre, in industriellem Maßstab aus biogenen SiC reproduzierbar herzustellen. Dazu sollen die Verfahren Formpressen, Spritzgießen und evtl. Extrudieren hinsichtlich ihrer Eignung evaluiert werden. Eine weitere vielversprechende Möglichkeit, komplex geformte SiC-Keramiken zu realisieren, besteht auch darin, die als Zwischenstufe nötigen Kohlenstoffkörper vor einer Silizierung spanend zu bearbeiten. Eine spanende Bearbeitung der SiC-Keramik nach der Silizierung ist auf Grund der großen Härte des Materials nicht mehr möglich. Daher war ein weiteres Ziel des Projektes, Grünkörper in einer hierfür nötigen Größe durch Upscaling der bisherigen Ergebnisse herzustellen.

2.1 Beschreibung der Vorarbeiten zum Thema

Neben der klassischen Route zur Herstellung reaktionsgebundener SiSiC-Keramik, bei der ein Großteil der SiC-Komponente schon im Grünkörper in Form von SiC-Pulver vorhanden ist (z.B. REFEL-Verfahren), stellt die Siliziuminfiltration reiner poröser Kohlenstoffkörper eine viel versprechende Alternative dar. Das SiC der resultierenden Keramik stammt demnach ausschließlich aus der Reaktion des eindringenden Siliziums mit dem Kohlenstoff des Infiltrationskörpers.

In zahlreichen Arbeiten wurde die Konvertierung von Kohlenstoffkörpern, die für eine Infiltration mit Silizium optimiert wurden, in reaktionsinfiltrierte SiSiC-Keramik beschrieben. SINGH und BEHRENDT (1994) stellten auf der Basis von Furfurylalkohol und Ethylen Glykol Kohlenstoffkörper her, wobei nahezu der ganze Kohlenstoff zu SiC konvertiert wurde. SANGSUWAN et al. (1999) beschreiben das Silizierverhalten derartiger Kohlenstoffkörper in Abhängigkeit der Porenmorphologie. HOZER et al. (1995) silizierten amorphe Kohlenstoffkörper im Rohdichtebereich von 0,65 - 0,8 g/cm³ und ermittelten dabei mittels Mikrometer eine lineare Dimensionsänderung bei der Silizierung zwischen -0,41 (Ausgangsdichte 0,65 g/cm³) und -0,06 %. Aufgrund dieser geringen Dimensionsänderung und der guten Bearbeitbarkeit der Kohlenstoffkörper wird das Potential für eine endkonturnahe Produktion unterstrichen.

In einer umfassenden Arbeit hat GADOW (1986) unterschiedliche feste Kohlenstoffe sowie kohlenstoffgebundene Formkörper mit Kohlenstoff-Füllern auf deren Reaktionsverhalten mit flüssigem Silizium untersucht. Dabei zeigte sich, dass sich einkristallartige Graphite wie z.B. Naturgraphit oder pyrolytischer Graphit spontan und schnell umsetzen lassen. Amorphe glasartige Kohlenstoffe zeigten im Gegensatz dazu eine um etwa drei Zehnerpotenzen langsamere Umsetzungsgeschwindigkeit. Die Umsetzung kohlenstoffgebundener Formkörper mit Silizium führte zur Bildung maßhaltiger SiC-Formkörper.

Kohlenstofffasern in Form von Faserbündeln oder Filzen erleichtern die Herstellung komplex geformter und stabiler Vorkörper für die Schmelzinfiltration. In einer umfassenden Arbeit beschrieb KRENKEL (2000) die Herstellung von keramischen Verbundwerkstoffen (ceramic matrix composites, CMC) auf der Basis des LSI-Prozesses (liquid silicon infiltration). Hierfür wurden kohlefaserverstärkte Kunststoffe (CFK) pyrolysiert und anschließend mit flüssigem Silizium infiltriert. Die bei der Carbonisierung auftretenden Spannungen (Schrumpfen der Kunststoffmatrix) führten zu einem Mikrorißsystem des resultierenden C/C-Werkstoffes. Dieses Mikrorißsystem ließ sich gezielt z.B. durch die Variation der Faser/Matrix-Bindung im CFK-Körper beeinflussen. Bei der Silizierung drang das Silizium kapillar über das Rißsystem ein und reagierte mit anliegendem Matrixkohlenstoff sowie mit im Außenbereich der Kohlenstofffasersegmente liegenden Einzelfasern zu SiC. Die weitgehende Erhaltung der C/C-Faserbündel konnte dabei gewährleistet werden. Der große Vorteil dieses faserverstärkten keramischen Werkstoffes liegt in seiner gegenüber monolithischer SiSiC-Keramik deutlich erhöhten Schadenstoleranz aufgrund energiedissipierender Effekte wie Faser-Pullout, Rissumlenkung und multiplem Bruch.

Den Einsatz biomorpher Kohlenstoffe als Ausgangsmaterial für SiC-Werkstoffe beschrieben BYRNE et al. (1997). Für die Umwandlung des biomorphen Kohlestoffes in die Keramik wurde ein Sol-Gel-Infiltrationsprozess ($\text{SiO}_2 + 3\text{C} \rightarrow \text{SiC} + 2\text{CO}_2$), ein CVI-Prozess (chemical vapour infiltration) ($\text{SiH}_4 + \text{C} \rightarrow \text{SiC} + 2\text{H}_2$) sowie eine Schmelzinfiltration mit Silizium ($\text{Si} + \text{C} \rightarrow \text{SiC}$) vorgeschlagen.

GREIL et al. (1998a) überführten ebenfalls verschiedene Hölzer mittels Schmelzinfiltration in biomorphe SiSiC-Keramik. Die resultierenden Keramiken waren dabei dem Ausgangsgewebe bezüglich Mikro-, Meso- und Makrostruktur pseudomorph, d.h. die zelluläre, hierarchische Struktur des Holzes wurde detailgetreu in den keramischen Werkstoff übertragen. Bei der mechanischen Charakterisierung der resultierenden Keramik stellte GREIL et al. (1998b) ein gegenüber Holz etwas abgeschwächtes, aber immer noch deutlich ausgeprägtes anisotropes Verhalten fest. Dieses Verhalten wurde auf das anisotrope Porensystem der zellulären Holzstruktur zurückgeführt.

MARTINEZ-FERNANDEZ et al. (2000) sowie SINGH et al. (2002) beschreiben die Herstellung von Holzkeramik auf der Basis von Mangobaumholz bzw. Ahorn- und Mahagoniholz. QUIAO et al. (2002) konvertierten Holz von Kiefer, Birke sowie Bambus in biomorphe SiC-Keramik.

Wie schon erwähnt ist biomorphe SiC-Keramik dem ursprünglichen Holz pseudomorph, das heißt, die Mikro-, Meso- und Makrostruktur des Holzes wird detailgetreu in die Keramik übertragen (GREIL et al. 1998a). Dies hat zur Konsequenz, dass typische Unregelmäßigkeiten der Holzstruktur wie z.B. unterschiedliche Zelltypen (Faserzellen, Gefäßzellen, Harzkanäle, Parenchymzellen etc.), Jahrringaufbau oder anatomische Holzfehler (z.B. Äste, Harzgallen etc.) auch in der resultierenden Keramik zum Ausdruck

kommen. Zudem zeigt die Keramik immer noch ein deutlich anisotropes Verhalten (GREIL et al. 1998b, MARTINEZ-FERNANDEZ et al. 2000). Ein weiteres Problem ist, dass man die Eigenschaften des Ausgangskörpers nicht gezielt einstellen, sondern nur indirekt durch die Auswahl bestimmter Hölzer lenken kann. Des Weiteren ist durch die natürliche Schwankung der Holzeigenschaften eine exakte Reproduzierbarkeit nicht gegeben. Um den günstigen und nachwachsenden Rohstoff Holz weiterhin für Herstellung von reaktionsinfiltrierter SiC-Keramik einsetzen zu können und dem Anspruch bezüglich Homogenität, Isotropie sowie Reproduzierbarkeit vieler technischer Anwendungen zu genügen, wurde in den letzten Jahren in der Literatur der Einsatz technischer Hölzer (Holzwerkstoffe) als Ausgangsstoffe für auf Holz basierende SiC-Keramik beschrieben. KRENKEL et al. (1999) berichteten erstmals von der Umwandlung einer kommerziellen, bidirektional verleimten (jede Schicht jeweils um 90° gedreht) Buchenfurniersperrholzplatte in reaktionsinfiltrierte SiSiC-Keramik mittels Carbonisierung und anschließender Schmelzinfiltration mit Silizium.

SCHMIDT et al. (2001) wandelten sowohl kommerzielle Holzwerkstoffe wie Furnierhölzer, Span- und Faserplatten als auch erstmals selbst hergestellte, technische Hölzer in SiSiC-Keramik. Die kommerzielle Furnierplatte und Spanplatte ergaben im Gegensatz zur kommerziellen Faserplatte (MDF) inhomogenere Keramiken. Bei der Herstellung von eigenen Holzwerkstoffen stellte sich heraus, dass homogene Keramiken mit hoher Dichte und guten mechanischen Eigenschaften nur durch die Verwendung fein gemahlener Holzfasern (Partikelgröße ca. 80 µm) erzielt werden können.

QUIAO et al. (2002) konvertierten neben einer Reihe von Naturhölzern auch eine kommerzielle Faserplatte (MDF) in SiSiC-Keramik und erzeugten eine gegenüber Massivholz isotropere Keramik.

Einen weiteren Ansatz aus zerkleinertem natürlichem Fasermaterial siliziuminfiltrierte SiSiC-Keramik herzustellen beschreiben SIEGEL et al. (2002). Ausgehend von Flachs-Naturfasern mit einem Kohlenstoffgehalt von über 40 Mass.-% wurde dieser durch eine VorCarbonisierung bei Temperaturen im Bereich 300 °C auf 75 Mass.-% angereichert. Nach der Zerkleinerung des Fasermaterials erfolgte die Verdichtung zu Formkörpern unter der Zugabe organischer Additive. Durch eine NachCarbonisierung bis 1000 °C und darauffolgender Schmelzinfiltration wurden die Formkörper in eine SiSiC-Keramik umgesetzt. Durch den angereicherten Kohlenstoffgehalt der thermisch vorbehandelten Flachsfasern wurde der Schwund des Formkörpers bei der NachCarbonisierung verringert, was einen Vorteil im Hinblick endkonturnaher Fertigung bedeutet.

Schließlich berichten SIEBER et al. (2003) von der Verpressung von Biokarbon-Pulver, welches als Nebenprodukt bei der Flash-Pyrolyse von Buchenmehl anfällt, mit einem organischen Binder. Im Anschluss erfolgte eine Carbonisierung bis 800 °C und eine Schmelzinfiltration. Im Gegensatz zum ebenfalls verpressten kommerziellen Graphitpulver führte das Biokarbonpulver bei der Silizierung zu einer nahezu vollständigen Konvertierung des Kohlenstoffes sowie in der resultierenden SiSiC-Keramik zu SiC-Korngrößen im Mikrometerbereich, jedoch auch zu großen Poren mit einem Durchmesser bis zu 50 µm.

2.2 Fokus/ Schwerpunkte der Arbeit

Ausgangspunkt der vorliegenden Arbeit sind die Ergebnisse der Laborversuche zur Herstellung von SiC-Keramiken aus speziellen Holzwerkstoffen. In einem ersten Schritt sollten diese Ergebnisse auf einen größeren Maßstab übertragen werden, um so Kohlenstoffkörper in einer Dimension zu erzeugen, die allein auf Grund ihrer Größe eine spanende Bearbeitung zulassen. In weiteren Untersuchungen sollte die Möglichkeit der Formgebung von Holzwerkstoffen mittels Extrudieren untersucht werden. Ausgangspunkt dieser Versuche waren auch wieder die Ergebnisse aus den vorausgegangenen Versuchen im Labormaßstab. Die hier entwickelten Rezepturen sollten aufgrund ihrer guten Silizierbarkeit auf das neue Formgebungsverfahren übertragen werden. Um die vorhandenen Rohmaterialien (Bindemittel und Holzpartikel) auf Extrudern verarbeiten zu können, musste zunächst die Frage nach der Granulierbarkeit geklärt werden. Aufgrund der Schwierigkeiten mit den duroplastischen Harzen, bildete dieser Schritt einen ungeplanten Schwerpunkt der Arbeit.

1. Entwicklung und Charakterisierung von Formgebungsverfahren

Es sollten unterschiedliche Produktgeometrien erstellt werden können (Stabförmige Elemente, Ebene Platten, 3D geformte Platten sowie 3D Formteile). Es sollen unterschiedliche Formgebungsverfahren hinsichtlich deren Eignung zur Herstellung von Grünkörpern und darauf aufbauend SiC Formteilen entwickelt und analysiert werden.

2. Bestimmung der Kennwerte für Grünkörper

Basis für holzbasierte SiC Keramiken sind Grünkörper aus Holzfasern oder Holzmehl verbunden mit Bindemittel und etwaigen zusätzlichen Materialien (Hanf-, Flachs- oder Kohlefasern). Ziel ist es Kennwerte für Grünkörper, die deren Eignung für die Herstellung von SiC Keramiken beschreiben, zu ermitteln.

3. Beurteilung der Formänderung beim Karbonisieren

Die Grünkörper verändern bei der Karbonisierung ihre Form während die Formänderung bei der Silizierung vernachlässigbar ist. Diese Gestaltänderung muss vorhersagbar sein um passende Formteile herstellen zu können, aus diesem Grund wird die Formänderung der unterschiedlichen Grünkörper bei der Karbonisierung analysiert.

2.3 Einpassung in die Programmlinie

Das Ziel des Basisprogrammes ist es, der österreichischen Wirtschaft den Zugang zu kommerziell verwertbarer Forschung, Entwicklung und Innovation im Bereich der Verfahrens- und Produktentwicklung zu erleichtern. In diesem Projekt werden formgebende Verfahren

entwickelt, wodurch in Zukunft dreidimensionale SiC Formteile in Produkten anwendbar sein sollten. Die Basis hierfür soll die Nutzung nachwachsender Rohstoffe zur Herstellung von Grünlingen für die Karbonisierung und anschließender Infiltrierung mit Silizium zur Herstellung von SiC Keramiken sein.

Die Projektziele und daraus resultierende Ergebnisse sollen im Einklang zur Erreichung der Leitziele des Impulsprogrammes mit den Prinzipien Dienstleistungs-, Service- und Nutzenorientierung, Nutzung erneuerbarer Ressourcen, Effizienzprinzip, Rezyklierungsfähigkeit, Fehlertoleranz und Risikovorsorge sowie Sicherung von Arbeit, Einkommen und Lebensqualität übereinstimmen.

Ein internationales Projektteam aus Grundlagen- sowie angewandter Forschung und Entwicklung stand für die Qualität des Projekts und die Erreichung der Ziele. Durch die Kombination verschiedener Fachbereiche wie Holzwerkstofftechnologie und die Technologie der SiC Keramiken konnte sich das Projektteam ein breit gefächertes Wissen in diesem interdisziplinärem Bereich aneignen. Für spezielle Fragen aus dem Bereich der Verfahrenstechnik (Extrusion und Spritzguss) konnten nationale und internationale Partner gewonnen werden und offene Fragen bearbeitet und gelöst werden.

2.4 Kurzbeschreibung des Aufbaus des Endberichts

Basierend auf den Zielen (Kapitel 3) dieses Projekts werden im Kapitel 0 die Inhalte und Ergebnisse des Projekts dargestellt. Dazu werden die verwendeten Materialien und Methoden und die Neuerungen die durch dieses Projekt erreicht wurden erklärt. Im Kapitel 4.3 werden dann die Ergebnisse getrennt nach dem jeweiligen Projektziel dargestellt. Auf Basis der Projektergebnisse werden die Schlussfolgerungen (Kapitel 6) gezogen und ein Ausblick mit Empfehlungen (Kapitel 7) geboten.

3 Ziele des Projekts

Ziel des vorliegenden Forschungsvorhabens war es, Verfahren zu entwickeln und zu untersuchen, die sich zur Produktion von komplex geformten SiC-Keramiken auf der Basis nachwachsender Rohstoffe eignen. Nachdem der Einfluss der verschiedenen Holzwerkstoffparameter auf die Struktur und Eigenschaften der Grünkörper untersucht worden ist, wurde anschließend mittels verschiedener Formgebungsverfahren versucht, endkonturnahe Halbzeuge im sogenannten Grünzustand aus einer Holz-Bindemittel-Mischung zu realisieren. Hierfür wurden zunächst Grünkörper hergestellt, die Kohlenstoffkörper in einer Größe liefern, die sich für eine spanende Bearbeitung eignen. Anschließend wurde einem weiteren Schritt versucht, die Halbzeuge im Extrusionsverfahren herzustellen. Hierfür wurde zunächst Versuche zur Granulierbarkeit der Ausgangsmaterialien durchgeführt, da sich diese in Pulverform nicht im Extruder verarbeiten ließen. Die so erzeugten Formteile wurden anschließend carbonisiert und zum Teil auch siliziert. Die Dimensionsstabilität während der Hochtemperaturprozesse sowie die Festigkeitswerte der Bauteile stellen die Kriterien zur Beurteilung der Ergebnisse dar. Im Vordergrund steht dabei neben der Qualität der Bauteile auch die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse.

Die Ermittlung der Materialkennwerte (Festigkeit, Struktur, Korrelationen) der sowie die Strukturaufklärung bei Grün- und Kohlenstoffkörpern stellen einen Schwerpunkt der Untersuchungen dar.

3.1 Erstes Ziel: Entwicklung und Charakterisierung von Formgebungsverfahren

Entsprechend der Charakterisierung von Produktgeometrien von ASHBY (2011), werden auch in diesem Projekt die Formgebungsverfahren in Abhängigkeit von den herstellbaren Produktgeometrien beschrieben. Die möglichen Geometrien sind in Abbildung 2 aufgeführt und symbolisch dargestellt.

Einteilung Geometrischer Formen

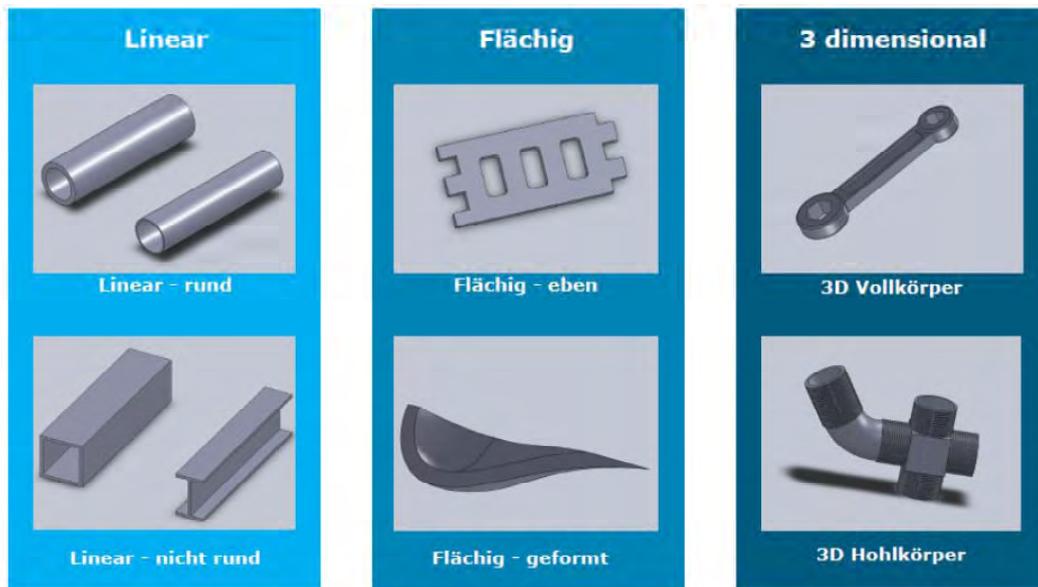


Abbildung 2 Einteilung von möglichen Geometrien von Formteilen in Anlehnung an Ashby (2011)

Auf Basis dieser Charakterisierung sollten Produktionsverfahren dargestellt werden, die zu der jeweiligen Produktgeometrie des Grünkörpers führen. Ziel ist es die Möglichkeiten auszuloten und dabei Vorgaben für den Mix an Rohmaterialien und Parameter im jeweiligen Formgebungsprozess zu ermitteln.

3.2 Zweites Ziel: Entwicklung von Kennwerten für die Grünkörper

Die Grünkörper für die Carbonisierung und die darauffolgende Keramisierung bestehen im wesentlichen aus drei Teilen: Holzfasern oder Holzmehl, Bindemittel für die Verklebung und etwaigen Zusatzstoffen zur Beeinflussung spezifischer Produktmerkmale oder der Verarbeitungseigenschaften.

Im Zuge dieses Projekts werden folgende, bisher nicht verwendete Bestandteile für die Grünkörperherstellung verwendet:

Bindemittel

Es wird flüssiges Phenolharz verwendet damit die Granulierung und Weiterverarbeitung des Holzfasern im Extruder erfolgen kann. Weiters wurde Melaminharz eingesetzt, um die entwickelten Methoden der Extrusion von duroplastischen Wood Plastic Composites des WoodKPlus Wels zu nutzen.

Zusatzfasern:

Hanf, Flachs- und Kohlfasern werden entweder 1 schichtig (über den gesamten Querschnitt) oder in der Mittelschicht der Grünkörper eingebracht um eventuell Eigenschaften zu verbessern.

Zuschlagstoffe

Graphit wird eingebracht um die Verarbeitungseigenschaften beim Granulieren im Extruder zu verbessern.

Ziel ist es, die Einflüsse der Zuschlagstoffe und Verarbeitung auf die wesentlichen Eigenschaften der Grünkörper zu ermitteln.

3.3 Drittes Ziel: Beurteilung der Dimensionsänderung und der Kohlenstoffausbeute beim Karbonisieren

Die hergestellten Grünkörper werden anschließend pyrolysiert und so dem Prozess der Karbonisierung unterzogen. Dabei verändert sich die Geometrie der Grünkörper wesentlich. Die Kenntnis dieser Veränderungen ist notwendig, um die geometrischen Vorgaben für die Produktion der Grünkörper zu definieren, denn der Schwund muss beim Grünkörper zugegeben werden. Ziel ist es, die Heterogenität des Schwundprozesses zu bestimmen um die Grundlagen zur Bestimmung der Grünkörpergeometrie, in Abhängigkeit von der Zielgeometrie des karbonisierten Körpers, zu ermitteln. Die wesentlichen Parameter zur Erhöhung der Karbonausbeute sind für den Karbonkörper zu bestimmen.

4 Inhalte und Ergebnisse

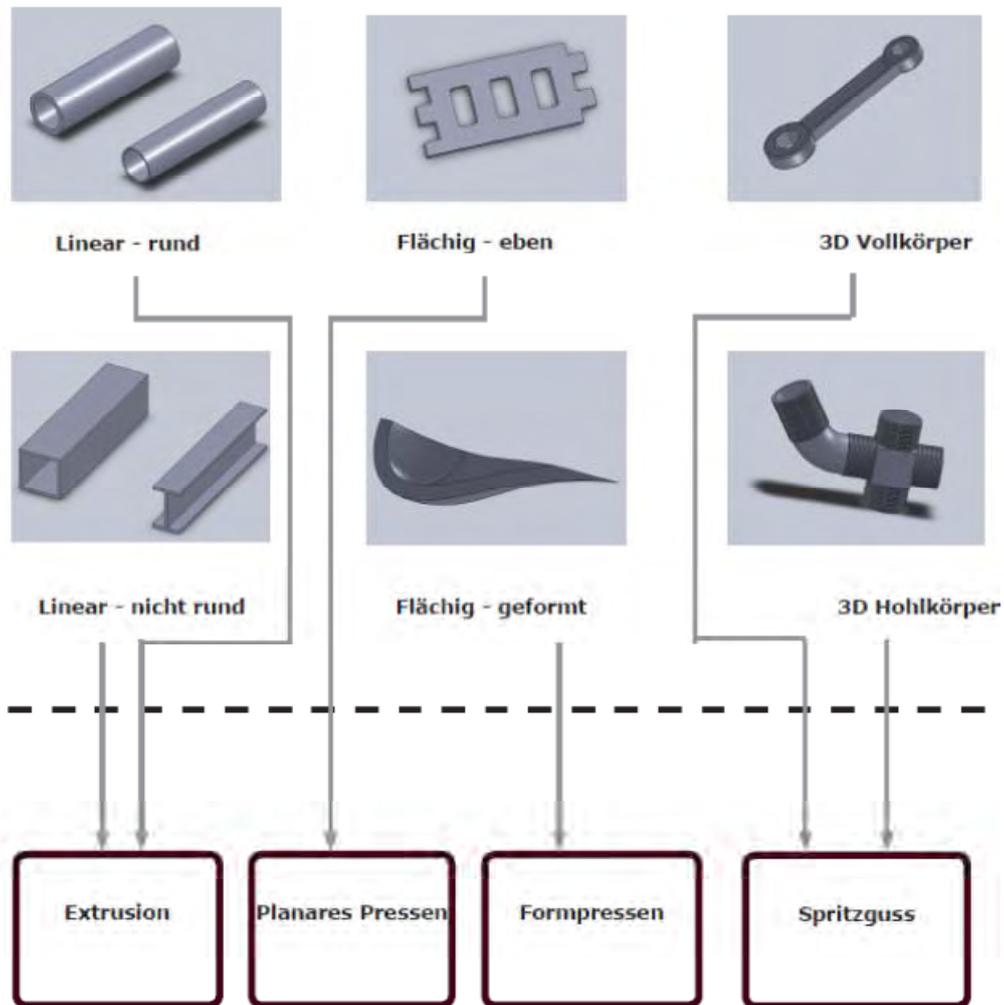
Zur Erreichung der angestrebten Ziele wurden folgende Arbeiten durchgeführt.

4.1 Material und Methoden

4.1.1 Analyse der möglichen Produktionsvarianten für unterschiedliche Produktgeometrien

Zur Einteilung von Geometrien die mittels industrieller Be- und Verarbeitungsprozessen hergestellt werden sollten, wurde die Einteilung von ASHBY (2011) verwendet. Dabei wird zwischen Linearen, Flächigen und 3 dimensional Geometrien unterschieden. In Abhängigkeit von diesen angestrebten Formen sind unterschiedliche Verarbeitungstechnologien denkbar, die im ersten Projektschritt ausgewählt wurden. In der Abbildung 3 sind mögliche geometrische Formen und die daraus abgeleiteten möglichen Herstellverfahren dargestellt.

Einteilung geometrischer Formen



Mögliche Formgebende Verfahren für SiC Grünkörper

Abbildung 3 Ablaufschema zur Herstellung unterschiedlicher Formteile mittels formgebender Verfahren

Da bisher nur das planare Pressen von Grünkörpern durchgeführt wurde, mussten im Zuge des Projekts die Möglichkeiten der Herstellung von Formteilen erst überprüft werden. Damit wurde es auch notwendig neue Rohstoffe und Bindemittel zu analysieren und eventuelle Zwischenstufen in der Produktion auszuarbeiten. Diese neuen Ansätze der Produktion machten auch die Analyse und Charakterisierung von Grünkörpern vollkommen neuer Formulierung und Zusammensetzung notwendig.

4.1.2 Charakterisierung von Grünkörpern

Um die verschiedenen Produktionsverfahren anwenden zu können und um die Eigenschaften der resultierenden Grünkörper zu verbessern wurden zusätzlich zur Holzfasern und den in den bisherigen Untersuchungen verwendeten pulverförmigen Phenolharzen auch andere Rohstoffe und Bindemittel notwendig. Folgende Rohstoffe und Bindemittel wurden in der Herstellung der Grünkörper verwendet.

Holzfasern

Die Verwendung von gewachsenem Holz als Ausgangsmaterial für die Keramik birgt wesentliche Nachteile. Der inhomogene Aufbau des Holzes (sog. Holzmerkmale) und die Anisotropie des Holzes wirken sich negativ auf die Herstellung von Grünkörpern für Keramiken aus. Aus diesem Grund wurde in diesen Versuchen ein spezielles Ausgangsmaterial auf Basis von Buchenholz verwendet. Es handelt sich dabei um gemahlene Buchenfasern ARBOCEL® HW 630 PU des Herstellers J.Rettenmaier & Söhne GmbH. Die gemahlene Fasern aus Buche (*Fagus sylvatica* L.) haben eine kurzfasrige bis kubische Form in der Größe von 20-40µm. Das Material besteht zu 70% aus Rohcellulose und zu 30% aus Lignin. Der pH-Wert liegt bei $5,5 \pm 1$ (bei 100g/l H₂O und 20°C). Die angegebene Schüttdichte liegt zwischen 200g/l bis 300 g/l.

Bakelite 6109 FP

Ursprünglich in den Vorgängerprojekten als bestens geeignet bestimmt: Damals bekannt als Phenol-Novolak-Harz der Firma HEXION (früher Bakelite). In diesen Projekten unter der Bezeichnung JK 63 bekannte Phenolpulverharz wurde in den letzten Jahren weiterentwickelt und wird jetzt unter der neuen Bezeichnung Bakelite PF 6109 FP vertrieben. Das weiterentwickelte Harz ermöglicht gegenüber dem Vorgänger JK 63 eine höhere Kohlenstoffausbeute und weist laut Hersteller ein deutlich besseres Fließverhalten auf.

9788 FW

Das Flüssige Phenolharz ist eine spezielle Mischung für die Herstellung hochwertiger Produkte bei der Fa. SGL. Laut Rücksprache mit Hexion hat es jedoch nahezu die gleichen Eigenschaften wie das 6109 FP, d.h. das mit vergleichbaren Eigenschaften im Holzwerkstoff zu rechnen ist. Das Harz musste für diese Versuche auf Grund von Explosionsgefahr flüssig sein, da die deutlich erhöhten Temperaturen in einem Extruder bei der ausschließlichen Anwendung mehrlartiger Ausgangsmaterialien als zu gefährlich angesehen wurde.

Melaminharz

Melaminharze kommen in konventionellen Holzwerkstoffen zum Einsatz. Sie sind duroplastisch und haben hohe Festigkeiten. Ein Problem zur Herstellung von Grünlingen mittels Extruderverfahren ist das fehlende thermoplastische Prozessfenster von Duromeren,

dass ein Aufschmelzen und Fließen des Harzes ein Austragen durch formgebende Werkzeuge ermöglicht (RÄTSCH 2003, MÜLLER et al. 2008). Deshalb kamen modifizierte Melaminharzformaldehydharze mit thermoplastischem Prozessfenster zum Einsatz. Sogenanntes HIPE®ESIN (AMI, Agrolinz Melamine International GmbH) mit verbesserten thermoplastischen Eigenschaften wurde verwendet.

Zusatzfasern

Hanffasern (*Cannabis sativa*)

Fasern des gewöhnlichen Hanfs (*Cannabis sativa*) wurden für die Herstellung der Grünkörper verwendet. Zum Einsatz kamen gewöhnliche Hanffasermatten, die als Dämmstoff eingesetzt werden. Es handelt sich um Fasern von im Mittel ca. 25 mm Länge (Primärfasern) bzw. 2 mm Länge (Sekundärfasern). Hanffasern weisen eine durchschnittliche Dichte von $1,4\text{g/cm}^3$, eine Zugfestigkeit von $310\text{-}390\text{ N/mm}^2$ und einen E-Modul von ca. 70 kN/mm^2 (FRANCK 2005).

Flachsfasern (*Linum usitatissimum*)

Flachsfaser oder Leinen wird von der Lein-oder Flachspflanze gewonnen. Wie bei den Hanffasern war das Ausgangsmaterial gewöhnliche Flachsfasermatten zur Wärmedämmung. Die Flachsfaser besteht zu $65\text{-}89\%$ aus Cellulose. Die Dichte der Faser beträgt im Mittel $1,4\text{ g/cm}^3$ mit einer Zugfestigkeit von 90 N/mm^2 und einem E-Modul ca. $71\text{ bis }85\text{ kN/mm}^2$ (FRANCK 2005).

Kohlefasern

Kohlefasern der Firma SGL Group wurden zur Verstärkung des Schichtaufbaus in die Grünlinge eingebracht. Die Fasern werden hauptsächlich als Basis in Faserverbundwerkstoffen eingesetzt und sollen eine Erhöhung spezieller Materialeigenschaften (hohe Zugfestigkeit und hoher E-Modul bei vergleichbar geringer Dichte) bewirken. Eingesetzt wurden ca. $200\text{ }\mu\text{m}$ lange Kohlefasern in den Deck- und Mittelschichten der Grünlinge.

Zuschlagstoffe

Graphit der Firma SGL Group wurde als Zuschlagstoff zur Verbesserung der Granulierbarkeit der Grünlinge im Extruder zugegeben. Es handelt sich dabei um Graphitblättchen mit Korngrößen vergleichbar mit dem eingesetzten Holzmehl ($20\text{ - }40\text{ }\mu\text{m}$). Durch die besonderen Herstellungsbedingungen im Extruder soll damit die Schmierwirkung erhöht werden und das Material leichter förderbar werden.

Die hergestellten Grünkörper wiesen folgende Materialzusammensetzung auf:

Holzfaser- anteil [%]	Bindemittel	Bindemittel -anteil	Zusatz- stoff	Schicht- aufbau	Verfahren
50	Pulverförmiges Phenolharz	50	keine	1- Schichtig	Pressen
70	Pulverförmiges Phenolharz	30	keine	1- Schichtig	Pressen
50	Flüssiges Phenolharz	50	keine	1- Schichtig	Granulieren -Pressen
50	Flüssiges Phenolharz	50	Graphit	1- Schichtig	Granulieren - Pressen
50	Pulverförmiges Phenolharz	50	Flachs- fasern	3- Schichtig	Pressen
50	Pulverförmiges Phenolharz	50	Kohle- fasern	3- Schichtig	Pressen
50	Pulverförmiges Phenolharz	50	Hanf- fasern	3- Schichtig	Pressen
50	Pulverförmiges Phenolharz	50	Kohle- fasern	1- Schichtig	Pressen
	Melaminharz Holzgranulat				

Für diese Grünkörper wurden nach der erfolgten Klimatisierung im Normklima folgende Merkmale gemessen:

Geometrie bei Normklima

Die Abmasse der Prüfkörper erfolgte durch lineare Vermessung der Länge, Breite und Dicke der Grünkörper mit einer digitalen Messuhr. Vor der Vermessung wurden die Prüfkörper im Normklima bei 20°C und 65% relativer Luftfeuchte bis hin zur Massenkonstanz gelagert (EN 325, 1993).

Rohdichte

Zur Rohdichtebestimmung der Grünlinge wurde zur Bestimmung der Abmaße der Prüfkörper wieder die EN 325 (1993) herangezogen. Zur Massebestimmung (m) in kg bzw g wurde eine elektronische Waage (Sartorius) herangezogen und die Dichte ρ in kg/m³ (bzw. g/cm³) wie folgt berechnet (EN 323, 1993):

$$\rho = \frac{m}{b_1 * b_2 * t}$$

Mit b_1 und b_2 als Länge und Breite des Prüfkörpers in mm und t als Probendicke in mm.

Feuchte bei Normklima

Um die Holzfeuchte bei Normklima zu bestimmen wurden die Proben zuerst im Normalklima bei 20°C und 65% relativer Luftfeuchte bis zur Gewichtskonstanz gelagert und anschließend wurde die Masse bestimmt. Danach erfolgte eine Lagerung der Proben im Wärmeschrank bei 103°C wiederum bis zur Gewichtskonstanz. Der Feuchtegehalt der Proben wurde dann nach EN 322 (1993) wie folgt bestimmt:

$$H = \frac{m_H - m_0}{m_0} * 100$$

Mit H als Feuchtegehalt in %, m_H der Masse feucht und m_0 der Masse darrtrocken.

E-Modul und Biegefestigkeit bei Normklima

Der E-Modul und die Biegefestigkeit wurden an bis zur Gewichtskonstanz im Normalklima gelagerten Holzwerkstoffproben nach EN 310 (1993) bestimmt. Der E-Modul E_m in N/mm² wurde wie folgt ermittelt:

$$E_m = \frac{l_1^3 (F_2 - F_1)}{4 * b * t^3 (a_2 - a_1)}$$

Mit l_1 als abstand zwischen den Auflagern in mm, $F_2 - F_1$ die Kraftzunahme in N, b die Probenbreite in mm, t die Probendicke in mm und $a_2 - a_1$ die Zunahme der Durchbiegung.

Die Biegefestigkeit f_m in N/mm² wurde wie folgt ermittelt:

$$f_m = \frac{3F_{max} * l_1}{2 * b * t^2}$$

Wobei F_{max} die maximalKraft in N ist. Alle anderen Kenngrößen sind wie oben beschrieben.

Mithilfe dieses Versuchsaufbaus können folgende Einflüsse auf die Eigenschaften der Grünkörper bestimmt werden:

- Einfluss des Bindemittels und des Herstellverfahrens
- Einfluss der Verringerung des Bindemittelanteils
- Einfluss des Einbringens von Graphit
- Einfluss der Zugabe von Kohlefasern
- Einfluss eines mehrschichtigen Aufbaus mit Faserzugabe in der Mittellage

4.1.3 Formänderung durch die Karbonisierung

Die Proben müssen vor der Karbonisierung darrgetrocknet werden damit keine Feuchte mehr im Material enthalten ist. Folgende Kennwerte wurden nach erfolgter Darrtrocknung für die Proben ermittelt:

- Masse, Dichte und Geometrie wurden wie weiter oben beschrieben in Anlehnung an EN 323 (1993) und EN 325 (1993) bestimmt.
Der Schwund durch Darren wurde in Anlehnung an das Schwindverhalten von Holz bestimmt (DIN 52 184, 1979). Dabei wurden die Probenkörper im Zustand des Normalklimas (20°C und 65% relative Luftfeuchtigkeit abgemessen und im Anschluss im Wärmeschrank bei 103°C bis zur Gewichtskonstanz darrgetrocknet und anschließend wieder vermessen. Der Schwund durch Darren δ wurde wie folgt in Länge, Breite und Dicke bestimmt:

$$\delta = \frac{l_N - l_D}{l_n} * 100$$

Mit l_N als Länge im Normalklima und l_D als Länge im darrgetrockenen Zustand (siehe Abbildung unten).

Anschließend an das Darren wurde die Karbonisierung der Proben durchgeführt und folgende Probenkennwerte wurden ermittelt:

- Masse, Dichte und Geometrie wurden wie weiter oben beschrieben ist in Anlehnung an EN 323 (1993) und EN 325 (1993) bestimmt, da es sich nicht mehr um einen Holzwerkstoff handelte.
- Der Schwund durch Karbonisieren wurde analog zum Schwund durch Darren an den karbonisierten Proben in Anlehnung an DIN 52 184 (1979) bestimmt. Es handelt sich hierbei um den Schwund vom darrgetrockenen Zustand zum Zustand nach dem Karbonisieren.
- Die Schwindeigenschaften werden in Abhängigkeit von der Geometrie der Proben folgendermaßen bestimmt (Abbildung 4):

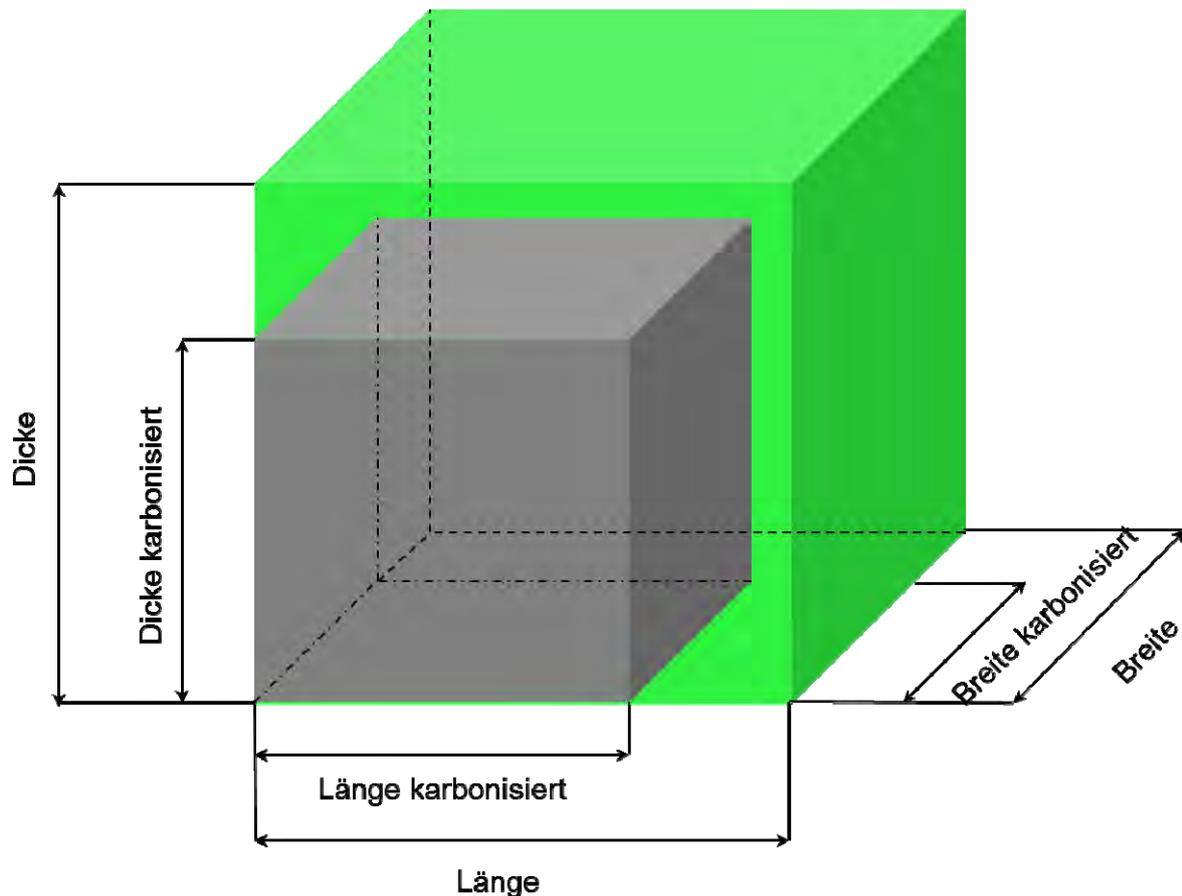


Abbildung 4 Raumrichtungen der Proben als Grünling und nach dem Karbonisieren (schematisch, Dicke < Breite < Länge)

Es werden folgende Eigenschaften analysiert:

- Zusammenhang zwischen Dichte des Grünkörpers und Dichte des Karbonisierten Körpers
- Veränderung der Geometrie bei der Karbonisierung (Schwund)
- Kohlenstoffausbeute bei der Karbonisierung

4.2 Neuerungen durch das Projekt

Durch dieses Projekt werden in Abhängigkeit von der Zielsetzung folgende Neuerungen erreicht:

4.2.1 Prozesse

Bisherige Untersuchungen zur Herstellung von SiC-Keramiken auf der Basis nachwachsender Rohstoffe beschränkten sich auf planares Pressen. Die hierbei erzeugten Geometrien waren dabei auf flächig-ebene Bauteile beschränkt.

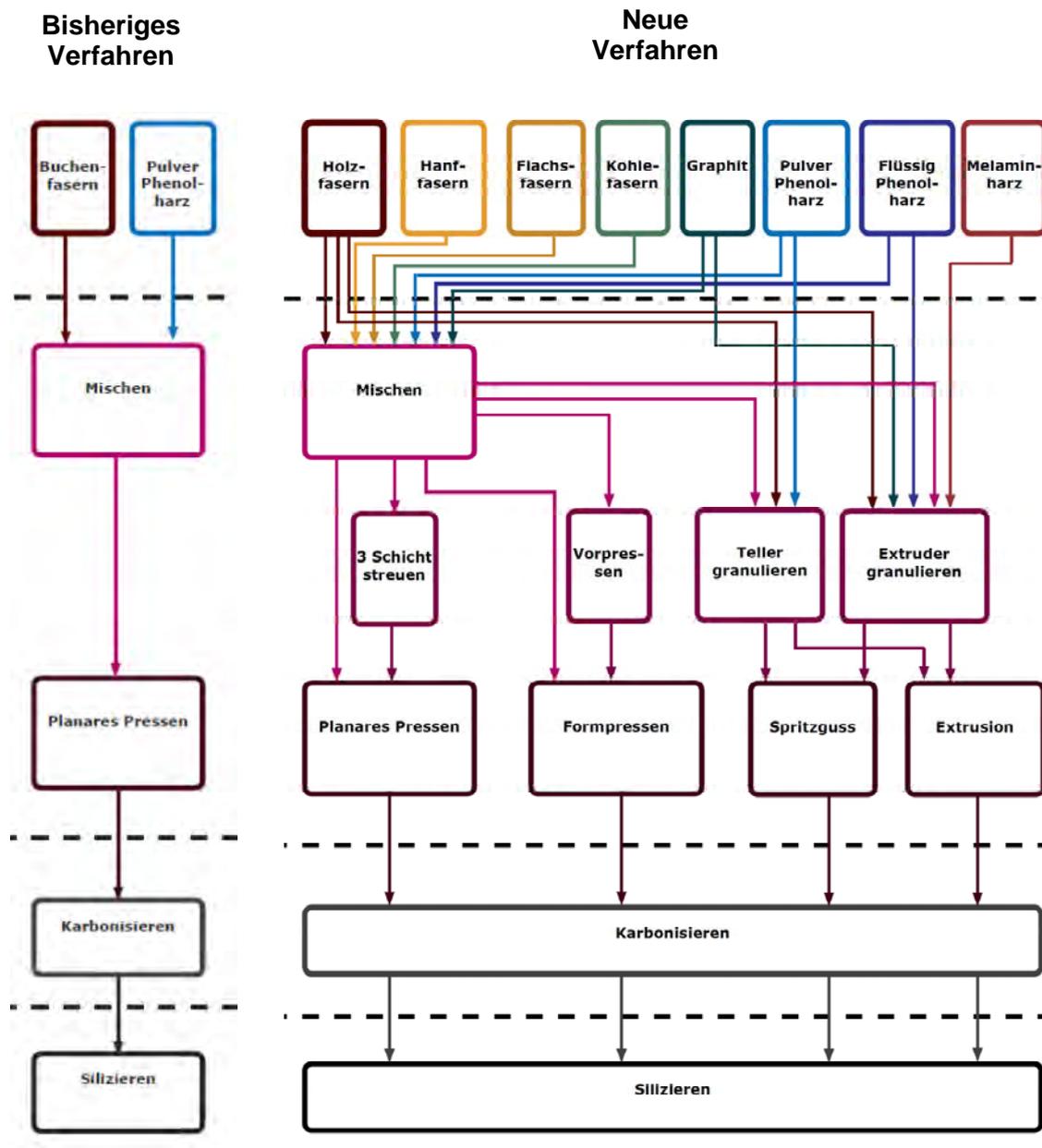


Abbildung 5 Bisherige Vorgehensweise im Vergleich mit den neuen Formgebungsverfahren

Da sich in den vorausgegangenen Forschungsprojekten aber abgezeichnet hat, dass bei der Herstellung von SiC-Keramiken aus nachwachsenden Rohstoffen zusätzliche Möglichkeiten für Bauteile mit komplex geformten Geometrien gibt und genau darin ein Vorteil des Verfahrens liegt, sollen im vorliegenden Vorhaben unterschiedliche Prozesse zur Realisierung der beschriebenen Geometrien untersucht werden. In der Abbildung 5 ist dargestellt mit welchen Verarbeitungstechnologien (Extrudieren, Pressen oder Spritzguss) solche Geometrien in Zukunft machbar sein könnten. Da die Verarbeitungstechnologien unterschiedlicher Vorbehandlung der Rohstoffe bedürfen, wurde ein Ablaufdiagramm erstellt, wie aus den Rohstoffen Grünkörper, Karbonkörper und SiC- Keramiken unterschiedlicher

Geometrie hergestellt werden können. Ausgangspunkt für unsere Untersuchungen war eben das schon im Labormaßstab bewährte Flachpressverfahren. Hierfür wurden die Rohstoffe gemischt und nach einfacher Formgebung (Streuen) verpresst.

Up-Scaling

Der nächste Schritt zu komplexeren Geometrien stellt die Übertragung des vorhandenen Flachpressverfahren auf größere Maßstäbe dar, um ggf. die gewünschten Bauteilgeometrien (flächig-geformt) spanend aus dem erzeugten Grün- oder Kohlenstoffkörper modellieren zu können. Hierfür sollte das Streuverfahren optimiert werden: neben speziellen Streurahmen können auch mehrstufige Streuverfahren zum Einsatz kommen. Darüber hinaus können größere Grünkörper auch durch Fügen mehrerer dünnerer Platten erzeugt werden.

Formpressen

Ein weiteres Verfahren zur Realisierung von flächig geformten oder 3D Vollkörper-Geometrien ist die Methode des Formpressens. Hierfür werden die Grünkörper in endkonturnahen Pressformen erzeugt. In einem ersten Schritt sollte allerdings zunächst die generelle Machbarkeit dieses Verfahrens geprüft werden. Mögliche Probleme können sich aus den beim Formpressen entstehenden Dichteunterschieden im Grünkörper ergeben, die wiederum zu Dichteveränderungen im Kohlenstoffkörper führen. Die vorausgegangenen Untersuchungen haben gezeigt, dass die Silizierbarkeit und die Qualität der SiC-Keramik entscheidend von der Homogenität der Dichteverteilung im Kohlenstoffkörper abhängen. Eine weitere Frage, die zu beantworten ist, ist die, ob sich Grünkörper mit Zonen unterschiedlicher Dichte verzugsfrei karbonisieren lassen. Mischen und Streuen der Rohstoffe entsprechen beim Formpressen dem beim linearen Flachpressen. Ggf. ist zur Stabilisierung des Bindemittel-Faser-Gemischs in der Heißpresse ein Vorpressen notwendig.

Extrudieren

Zur generellen Realisierung von linearen Geometrien, ob rund oder nicht rund, eignet sich das Extrudieren. Das einfachste Verfahren hierfür ist die direkte Formgebung des Bindemittel-Fasergemische in einem Verarbeitungsextruder. Die Herausforderung vor die wir im vorliegenden Projekt gestellt sind ist, ist die Verarbeitung von duroplastischen Harzen auf diesen Geräten, da alle bisherigen Versuche zur Herstellung von biogener SiC-Keramik auf Duroplasten basierten. Herkömmlicherweise eignen sich diese Harze nicht für eine Verarbeitung mit dem Extrusionsverfahren. Zu untersuchen ist daher auch, ob sich Möglichkeiten zur Karbonisierung von thermoplastgebundenen Holzfaserteilen ergeben, die durch Extrusion hergestellt wurden.

Da sich die bisher eingesetzten Holz-Bindemittel-Gemische auf Grund ihrer Feinheit nicht direkt extrudieren lassen ist es zur Erfolgreichen Formgebung notwendig die Mischungen aufzubereiten (Granulieren). Dies kann entweder mittels eines speziellen

Aufbereitungsextruders oder mittels weiterer Granulierverfahren erfolgen, wie Telleragglomeration, Granulierung mittels Eirichmischer oder Tablettierung.

Spritzgießen

3D-Vollkörper- und 3D-Hohlkörpergeometrien lassen sich im Spritzgussverfahren herstellen. Üblicherweise werden hierfür wie beim Extrudieren thermoplastische Harze verwendet. Somit stellt uns auch dieses Verfahren zur Herstellung von biogenen SiC-Keramiken vor die Herausforderungen entweder mit duroplastische Harze spritzzugießen oder thermoplastisch gebundene Grünkörper zu Karbonisieren. Ähnlich wie beim Extrudieren ist auch bei diesem Verfahren eine Granulierung der Holz-Bindemittel-Gemische notwendig.

4.2.2 Materialeigenschaften für neue Grünkörper

Bisherige Versuche zur Herstellung biogener SiC-Keramiken im Flachpressverfahren basierten im wesentlichen auf speziellen Holzfasern und pulverförmigem Phenolharz. Für die neuen Formgebungsverfahren sollen zusätzlich verschiedene biogene Fasern und verschiedene Bindemittel eingesetzt werden. Darüber hinaus sollen verschiedene Additive beigemischt werden um die Eigenschaften der Grünkörper für die nachfolgenden Schritte Karbonisierung und Silizierung zu optimieren. Die Eigenschaften die hierbei im Fokus stehen sind: Ausgleichsfeuchte, Rohdichte, E-Modul und Biegefestigkeit.

Die Ausgleichsfeuchte ist speziell hinsichtlich der Karbonisierung für den weiteren Prozess von Bedeutung. Zu hohe Ausgleichsfeuchten können vor allem bei hohen Rohdichten zu unerwünschten Verformungen bei dem Hochtemperaturprozess führen.

Die Rohdichte des Grünkörpers ist eine Schlüsseleigenschaft für den weiteren Prozess, da sie zum einen Einfluss auf die Karbonisierung hat. Zu hohe Rohdichten führen zu Rissbildungen und zu Verzugerscheinungen bei der Karbonisierung. Zum anderen kann über die Rohdichte des Grünkörpers die Phasenverteilung der SiC-Keramik beeinflusst werden. Eine zu hohe Rohdichte führt zu einer unvollständigen Silizierung und hohen Restkohlenstoffanteilen. Ist die Rohdichte zu niedrig, führt das zu hohen unerwünschten Anteilen an Restsilizium in der SiC-Keramik.

Eine vielversprechende und relativ einfache Möglichkeit zur Herstellung von flächig geformten oder 3D Vollkörper-Geometrien stellt die spanende Bearbeitung von Grünkörper oder Kohlenstoff-Template dar. Biegefestigkeit und E-Modul sind vor allem für deren Bearbeitbarkeit von großer Bedeutung.

Einfluss des Bindemittels und des Herstellverfahrens

Die verwendeten Bindemittel unterscheiden sich wesentlich in ihrer Kohlenstoffausbeute. So haben Phenolharze eine deutliche höhere C-Ausbeute als Melaminharze, wodurch Masserverlust und Dimensionsänderung während der Karbonisierung reduziert werden können. Somit erscheinen Phenolharze in dieser Hinsicht den ebenfalls duroplastischen

Melaminharzen überlegen. Da es aber im Gegensatz zu Phenolharzen erste erfolgreiche Versuche zum Einsatz von Melaminharzen in Extrusions- oder Spritzgussprozessen gibt, soll die Verwendung dieser Harze ebenfalls genauer untersucht werden. Untersucht wird jeweils der Einfluss der Verwendung der Unterschiedlichen Harze auf die erwähnten Eigenschaften.

Einfluss der Verringerung des Bindemittelanteils

Ziel des vorliegenden Projektes ist es komplex geformte SiC-Keramiken aus biogenen Rohstoffen herzustellen. Die Erfolge der vorausgegangenen Versuche mit flächigen Geometrien konnten nur mit relativ hohen Bindemittelgehalten erreicht werden. Eine genauere Kenntnis des Einflusses des Bindemittelanteils ist daher notwendig um den Anteil an biogenem Rohmaterial zu erhöhen. Ein weiterer Vorteil der sich aus einer Verringerung des Bindemittelanteils ergibt, ist die Reduzierung der Herstellkosten, da natürliche Fasern im Vergleich zu den Bindemitteln günstiger sind.

Einfluss des Einbringens von Graphit

Im Vordergrund der Überlegungen zum Einsatz von Graphit als Additiv bei der Herstellung der Grünkörper ist die Verarbeitbarkeit bei der Formgebung durch Extrusion. Durch die Zugabe von Graphit kann die Reibung im Extruder beeinflusst werden. Ein weiterer positiver Nebeneffekt der Zugabe von elementarem Kohlenstoff bei der Grünkörperherstellung, ist die die deutlich verbesserte Kohlenstoffausbeute bei der anschließenden Karbonisierung.

Einfluss der Zugabe von Kohlefasern

Die Zugabe von Kohlefasern bei der Herstellung der Grünkörper kann auf zwei Arten wesentlich positive Eigenschaftsveränderungen hervorrufen. Kohlefasern bestehen ähnlich wie der Graphit aus reinem Kohlenstoff und haben daher eine ausbeute-steigernde Wirkung bei der Karbonisierung. Darüber hinaus können sie die Festigkeitseigenschaften der resultierenden Keramik beeinflussen. Im Idealfall werden die Kohlefasern von der Silizierung verschont und wirken duktilitätserhöhend. Eine mögliche Gefahr in der Verwendung von Kohlefasern besteht in der behinderten Schwindung während der Karbonisierung und einer unerwünschten Rissbildung.

Einfluss eines Mehrschichtigen Aufbaus mit Faserzugabe in der Mittellage

Der Einsatz von langfasrigen biogenen Rohstoffen und C-fasern in der Mittellage der untersuchten Platten hatte den Hintergrund die Eigenschaften zu beeinflussen und dabei die regelmäßige Karbonisierbarkeit zu erhalten. Hierfür wurden Flachs-, Hanf- und die bekannten C-Fasern eingesetzt.

4.2.3 Beschreibung der Formänderung und Karbonausbeute für die neuen Werkstoffkombinationen

Besondere Bedeutung für die Eigenschaften der SiC-Keramik kommt den Eigenschaften der Kohlenstoffkörper zu. Eine genaue Beschreibung dieses Zusammenhangs findet sich bei HOFENAUER (2005). Um über diese dort beschriebenen Zusammenhänge eine Grundlage zur Bestimmung der zu erwartenden SiC-Eigenschaften zu haben, standen in den hier beschriebenen Untersuchungen die Zusammenhänge der verwendeten, speziellen Formulierungen zur Grünkörperherstellung mit den Eigenschaften der Kohlenstofftemplate im Fokus. Betrachtet werden dabei die Dichterelation zwischen Grünkörper und C-Template, die auftretende Volumenänderung sowie der durch die Verkohlung verursachte Masseverlust.

Zusammenhang zwischen Dichte des Grünkörpers und der Dichte des Karbonisierten Körpers:

Der Zieldichte des Kohlenstoffkörpers kommt bei der Erzeugung von SiC-Keramiken durch Reaktionsinfiltration von Silizium eine besondere Bedeutung zu. Ist die C-Dichte zu hoch, so kann der Kohlenstoff nicht vollständig siliziert werden. Ist die Dichte zu niedrig, so bilden sich unerwünschte Siliziumester in der fertigen Keramik. Eine genaue Kenntnis der Zusammenhänge zwischen Ausgangsdichte des Grünkörpers mit der resultierenden Dichte des Kohlenstoffkörpers ist daher unabdingbar zur Steuerung der Eigenschaften der Keramik bei der Herstellung der Grünkörper. Die ist ein wichtiger Schritt auf dem Weg zu einem Softwaretool zur Vorausbestimmung der SiC-Zusammensetzung anhand der Grünkörpereigenschaften. Es wurden alle bisher beschriebenen Grünkörperformulierungen diesbezüglich untersucht.

Veränderung der Geometrie bei der Karbonisierung (Schwund):

Die Herstellung von SiC-Keramik aus biogenen Kohlenstoffquellen bietet wie erwähnt die einzigartige Möglichkeit komplex geformte Bauteile herzustellen. Um möglichst endkonturnahe Bauteile zu erzeugen, ist die Kenntnis der Formveränderung während der Karbonisierung von ebenso großer Bedeutung wie das Wissen um die Zusammenhänge im Bereich der Dichterelationen. Es wird hier wiederum der Einfluss der oben beschriebenen Parameter wie Bindemittelart und -anteil sowie Additive untersucht.

Kohlenstoffausbeute bei der Karbonisierung:

Ein weiterer wichtiger Parameter zur Entwicklung eines Softwaretools mit dem die Formänderung vorab bestimmt werden kann stellt der Masseverlust bzw. die Kohlenstoffausbeute während der Karbonisierung dar. Wichtige Einflussgrößen sind hierfür vor allem die Art des verwendeten Bindemittels sowie die eingesetzten Fasern und Additive.

4.3 Ergebnisse

Basierend auf den Zielsetzungen des Projekts werden die Ergebnisse dargestellt, indem:

- zuerst die durchgeführten Formgebungsverfahren dargestellt werden,
- darauf aufbauend die Eigenschaften der neu erzeugten Grünkörper beschrieben werden,
- und darauf aufbauend die Eigenschaften der Karbonkörper beschrieben werden.

4.3.1 Die Herstellung von Formteilen:

Basierend auf den dargestellten Ideen in Abbildung 5 ist in der Abbildung 6 dargestellt, mit welche Verarbeitungstechnologien (Extrudieren, Pressen oder Spritzguss) Grünkörper tatsächlich hergestellt werden konnten. Es konnten nicht alle Verfahren (z.B. Spritzgießen) erfolgreich umgesetzt werden.

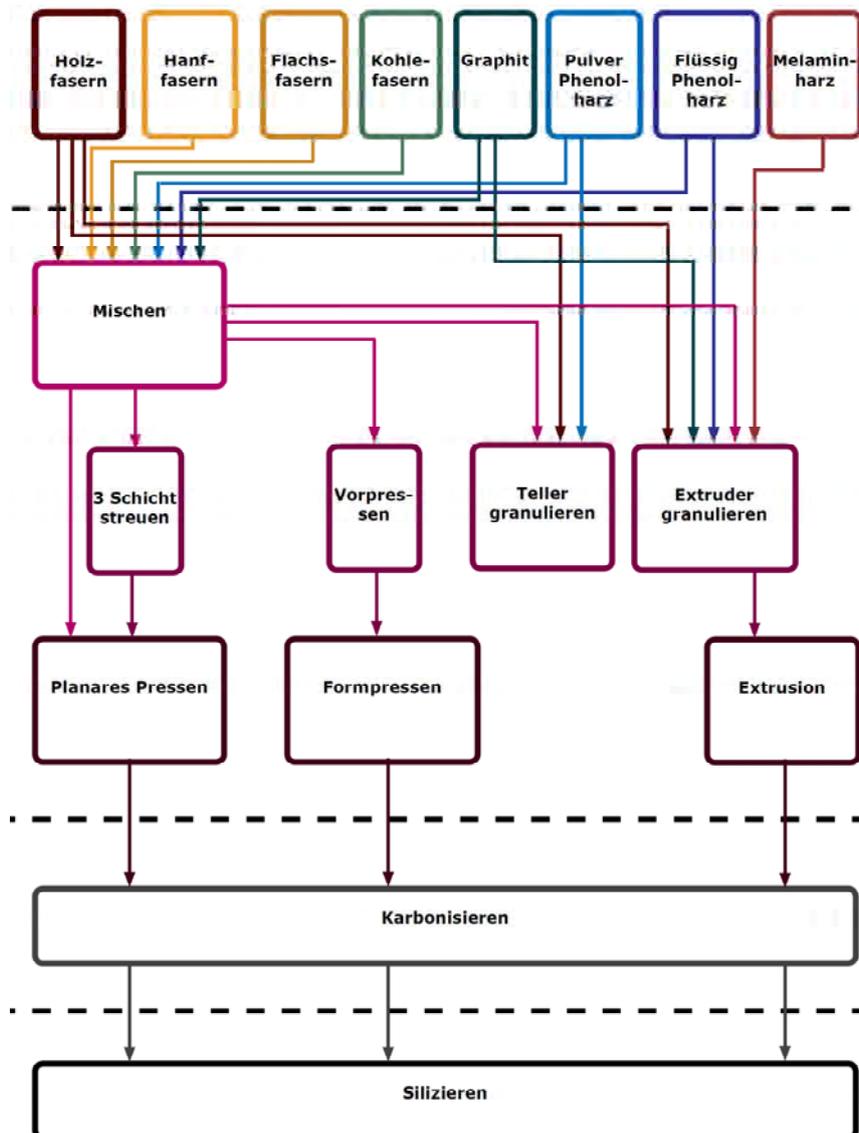


Abbildung 6 Durchgeführte Verfahren

Unabhängig von der geplanten Verarbeitungstechnologie steht am Beginn der meisten Versuche das Vermischen von Holzfasern, Bindemittel und Additiven (siehe Abbildung 6). Auf Grund der unterschiedlichen physikalischen Eigenschaften der Komponenten waren zur Erzeugung weiterverarbeitbarer Mischungen zahlreiche Versuche notwendig. Im vorhandenen Mischer ließen sich sowohl die festen als auch die flüssigen Komponenten vermischen. Um eine vollständige Durchmischung der beiden Komponenten Holzfasern und pulverförmiges Phenolharz zu erreichen, wurde nach einer Versuchsreihe ein Mischverfahren in einem Schaufelmischer mit zusätzlichem Messerkopf eingesetzt (siehe Abbildung 7).



Abbildung 7 Pflugscharmischer für Mischversuche an der FH Salzburg

Eine vollständige Durchmischung wurde unter mittlerer Drehzahl des Pflugscharmischers und hoher Drehzahl des Messerkopfes bei einer Mischzeit von 3,5min erreicht. Da beide Bestandteile auf Grund der Pulverform und der geeigneten Geometrie gut vermischen können, sind keine weiteren Additive notwendig.

Planares Pressen

Mit der Laborpresse der FH Salzburg wurden Holzwerkstoffplatten mit einer Fläche von 70cmx70cm hergestellt (siehe Abbildung 8). Eine computergesteuerte Temperatur- und Pressablaufsteuerung ermöglicht eine kontrollierte Einstellung von Rohdichteprofilen. Für die Herstellung von speziellen Holzwerkstoffen für die Herstellung von Grünkörper als Kohlenstoffinfiltrationskörper ist darauf zu achten, dass ein möglichst flaches (gleichmäßiges) Rohdichteprofil erreicht wird. Dazu ist das Pressprogramm anzupassen. Des Weiteren ist ein geringer Dichtegradient über die gesamte Fläche zwingend erforderlich, um im Werkstoff homogene Eigenschaften zu erzielen. Die geforderte Homogenität konnte durch einen sorgfältigen Einstreuvorgang und durch den Einsatz eines Einstreurahmens aus Weichfaserdämmplatten erreicht werden. Die Weichfaserbegrenzung wird beim Pressvorgang in sich zusammen gepresst, so kann eine Verschiebung des pulverförmigen

Materials und eine Veränderung der vorgegebenen Dimensionen vermieden werden. Dieses Verfahren ermöglicht es, die gewünschte Rohdichte einzustellen.



Abbildung 8 Presskuchen in einem Rahmen aus Holzweichfaserplatten bei der Pressung an der FH Salzburg

Nach einer für die homogene Verteilung des Mischgutes notwendigen, kalten Vorpressung, wird das Buchenfaser/Phenolharz Gemisch langsam bis zur Temperatur von 185°C aufgeheizt und dann bei dieser Temperatur ca. 10 Minuten gehalten. Die lange Aufheizzeit und Haltezeit garantiert dabei eine vollständige und gleichmäßige Durchwärmung des gesamten Werkstoffs, was für die Aushärtung des Harzes und für eine möglichst hohe Homogenität benötigt wird. Nach einer aktiven Abkühlungsphase unter 100°C, wird der fertig gestellte spezielle Holzwerkstoff der Presse entnommen. Die Abkühlung vermindert den entstandenen Dampfdruck im Holzwerkstoff und so kann einer möglichen Zerstörung im Prozessablauf entgegen gewirkt werden.

Das Flachpressverfahren eignet sich zur Herstellung von plattenförmigen speziellen Holzwerkstoffen, ist aber nicht für die Realisierung von komplexen Geometrien geeignet. Es lassen sich jedoch durch dieses Verfahren große Dimensionen (upscaling) mit Materialstärken bis zu 10cm Dicke realisieren. Diese können dann anschließend durch mechanische Formgebungsverfahren (z.B. schneiden, hobeln oder fräsen) umgeformt werden.

Formpressen

Im Gegensatz zum Planaren Pressen eignet sich das Formpressverfahren zur Herstellung von Formteilen, die bereits komplex geformt sind und keiner Nachbearbeitung mehr bedürfen. Es sind jedoch nur Geometrien möglich, die keine Hinterschneidungen aufweisen, da in diesen Bereichen keine homogene Dichteverteilung einstellbar ist. Die Versuche zum Formpressen wurden zum einen an der Laborpresse der FH Salzburg mit dem improvisierten Formteil Schwärmerei sowie an einer speziellen Formpresse Laeis Bucher Alpha 800 beim Projektpartner SGL Carbon durchgeführt.



Abbildung 9 Formpresster Grünkörper und SiC Körper Schwärmerei und Formpresse bei SGL Carbon

Eine unbedingt homogene Verteilung des Holzfaser/Bindemittel Gemisches und ein gleichmäßiges Rohdichteprofil sind die großen Herausforderungen bei der Formgebung an einer Formpresse. Es ist notwendig, alle Bestandteile des Presswerkzeugs zeitgleich zu erhitzen. Eine sehr langsame und abgestimmte Pressphase ist die Voraussetzung, da sonst eine vorzeitige Vernetzung des Gemisches die vollständige Füllung des Werkzeugs behindern würde und sich eine hohe Rohdichte in den Randbereichen einstellen würde.

Die ersten Versuche zeigten, dass das Verfahren prozesstechnisch weiter angepasst werden muss, da sich durch die geschlossene Pressform eine erschwerte Feuchtigkeitsabgabe des Werkstoffs einstellt, was zu einer höheren Werkstofffeuchte führt.

Die enthaltene hohe Feuchtigkeit führt während der Pyrolyse zum Aufbau eines erhöhten Dampfdrucks im Inneren des Probenkörpers. Auf Grund dessen konnten die Formpresswerkstoffe nicht zerstörungsfrei pyrolysiert werden. Der hohe Feuchtigkeitsgehalt ließe sich durch eine besonders lange Haltephase beim Darftemperaturbereich (103°C) während der Pyrolyse verringern. Um diese Trocknungsphase zu Verkürzen, müsste das Pressverfahren modifiziert werden, um eine verbesserte Ausdampfung der enthaltenen Feuchtigkeit während des Pressvorgangs zu ermöglichen. Dahingehende Versuche konnten im vorliegenden Projekt noch nicht durchgeführt werden, könnten aber in weiteren Projekten zur Prozessoptimierung untersucht werden.

4.3.1.1 Granulierung

Die ersten Vorversuche zur Formgebung mittels Spritzguss und Extrusion zeigten, dass die Herstellung eines stabilen Granulats eine Vorbedingung für die Anwendung dieser Formgebungsverfahren ist. Aus diesem Grund wurden Versuchsreihen zur Granulierung der Rohstoffe durchgeführt. Dabei wurden ein Eirichmischer und eine Pelletieranlagen verwendet (siehe Abbildung 10).



Abbildung 10 Eirichmischer und hergestelltes Granulat des Telleragglomerators

Zusätzlich wurden feuchte Platten kalt in der Laborpresse gepresst und anschließend in einem Backenbrecher zerkleinert. Da an der FH Salzburg keine Geräte zur Granulierung zur Verfügung stehen, wurden die Versuche am Lehrstuhl für Maschinen- und Apparatekunde an der TU München durchgeführt.

Zur Sondierung der Möglichkeit, das Material ohne Zusätze zu granulieren, wurde zusätzlich ein Tablettiersversuch an der TU Chemnitz durchgeführt. Für die Herstellung von stabilen

Tabletten war ein Pressdruck von 10t und 70°C notwendig. Auf Basis der Untersuchungen wurde festgestellt, dass mit steigendem Harzgehalt stabilere Tabletten herstellbar sind. Da in diesem Projekt bewusst auf weitere, für die Keramikherstellung nicht notwendige Additive und Zusätze verzichtet wurde, ist für die Herstellung von stabilen Tabletten ein höherer Harzgehalt zu empfehlen. Der Eirichmischer wurde eingesetzt, um festzustellen bei welcher Zusammensetzung von Feuchte, Harz und Holzfasern die Mischung zu Binden beginnt. Nach einer langsamen Zugabe von destilliertem Wasser und einer Bindemittelerhöhung von 30% auf 50% zeigte sich, dass mindestens ein Bindemittelanteil von 30% zur Holzmasse bestehen muss, um ein Agglomerat herzustellen. Die besten Ergebnisse konnten bei 50% Bindemittelanteil und ca. 100% Wasserzugabe zur Holztrockenmasse erzielt werden. Die Ergebnisse am Eirichmischer waren die Basis für die weiterführenden Versuche am Telleragglomerator. Das erzeugte Granulat ist in der Abbildung 10 dargestellt.

Die zweite untersuchte Möglichkeit zur Herstellung eines Granulats war die Anwendung des Doppelschneckenextruders ZSK 50 Krupp Werner & Pfleiderer des Projektpartners SGL Karbon. Dieser wird im Unternehmen zur Compoundierung des Graphits eingesetzt. Für den Einsatz des Doppelschneckenextruders wurde es notwendig ein anderes Bindemittel zu verwenden, da das pulverförmige Phenolharz wegen der hohen Explosionsgefahr im Extruder nicht angewendet werden konnte. Um trotzdem eine hohe Karbonausbeute des Karbonkörpers zu erreichen wurde das Flüssigharz 9788 FW eingesetzt das vom Projektpartner SGL Karbon bereits bei der Compoundierung von Graphit eingesetzt wird.

Nach den ersten Versuchen wurde festgestellt, dass nur Extruderwerkzeuge mit großem Durchmesser (größer 8mm) geeignet sind, Granulate aus dem Flüssigharz und Holzfasern zu erzeugen. Der Energieeintrag im Extruder könnte ansonsten zu einer Vernetzungsreaktion im Extruder führen. Da der Energieeintrag im Extruder trotz des großen Granulatdurchmessers noch sehr hoch war, wurde Graphit als Gleitmittel verwendet. Dadurch konnte die Reibung im Extruder noch wesentlich reduziert, und ein stabiles Granulat erzeugt werden (siehe Abbildung 11).



Abbildung 11 Doppelschneckenextruder des Unternehmens SGL Carbon und hergestelltes Granulat

4.3.1.2 Extrusion und Spritzguss

Bei beiden Verfahren, der Extrusion und dem Spritzguss, wird das Rohmaterial durch ein Fördersystem an ein Formwerkzeug geführt, wobei beim Extrusionsvorgang ein kontinuierlicher Strang, und beim Spritzgussverfahren komplex geformte Werkstücke diskontinuierlich hergestellt werden. Die Schwierigkeit bei der Grünkörperherstellung liegt darin, dass Duroplaste als Bindemittel verwendet werden. Diese weisen keine thermoplastische Phase auf, in der sie formbar an das Werkzeug geführt werden. Zur Herstellung eines duroplastisch gebundenen ‚Wood plastic composites‘ (WPC) wurde bei der Forschungsgruppe von woodKplus in Linz ein spezielles Melaminharz entwickelt, das trotz des duroplastisch reagierenden Harzes eine komplexe Formgebung zulässt. Damit sich ein mit Melaminharz gebundener Werkstoff ebenfalls für die Herstellung von Grünkörpern für die SiC-Infiltration eignet, wurde dieses Material auf den Einsatz getestet und dient als erster Ansatz um Formteile durch Spritzguss oder Extrusion herzustellen. In ersten Versuchsreihen wurden herkömmliche, nicht für die Keramisierung optimierte, melaminharzbasierte Proben für die keramische Weiterverwendung auf deren Eignung überprüft.

Nach den ersten Versuchen wurde festgestellt, dass die Extrusions- und Spritzgussproben sehr hohe Rohdichten aufwiesen. Dies hat zur Folge dass sich das Silizium erschwert in den Kohlenstoffkörper infiltrieren lässt. Aus diesem Grund wurde eine Versuchsreihe mit geringeren Rohdichten hergestellt (mit 40, 50 und 60% Holzanteil). Da es sich bei den Formmassen nicht um ein Pulver, sondern um ein Granulat handelt, konnte keine kalte Vorpressung durchgeführt werden. Dies hätte sich positiv auf die Rohdichteverteilung ausgewirkt. Es stellte sich ein linearer Rohdichtegradient in dem Grünkörper ein. In Abbildung 12 sind hergestellte Grünkörper aus dem Extrusionprozess sowie daraus hergestellte SiC- Keramiken abgebildet.

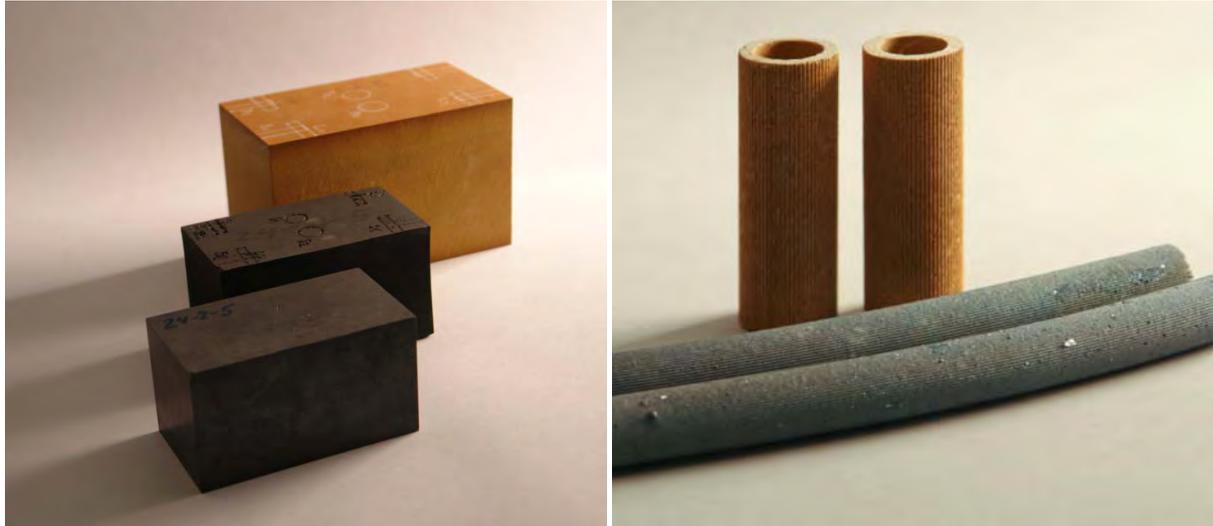


Abbildung 12 Grünkörper mit 10cm Dicke und extrudierte Grünkörper und daraus hergestellte SiC- Keramik

Es ist in der Abbildung 12 zu erkennen, dass sich durch die Silizierung die Geometrie der Grünkörper nicht vollkommen gleichmäßig geändert hat. Durch ein homogenes Rohdichteprofil könnte diese Geometrieänderung reduziert werden. Die notwendige Optimierung der Rohstoffe und der Produktionsverfahrens für die Extrusion ist nicht Ziel dieses Projekts. Es konnten jedoch Extrudierte Grünkörper hergestellt werden und auf Basis der Erkenntnisse kann ein Folgeprojekt zur Prozessoptimierung durchgeführt werden.

4.3.1.3 Pyrolyse – Karbonisierung

Unter Pyrolyse versteht man die thermische Spaltung organischer Verbindungen. Diese erfolgt im untersuchten Prozess der Karbonisierung bei hohen Temperaturen (500-900°C) und unter Sauerstoffausschluss. Dieses Verfahren wendet man an, um die speziellen Holzwerkstoffe in Kohlenstoffgrünkörper umzuwandeln.

Die Karbonisierung wurde jeweils beim Projektpartner SGL Carbon in Meitingen eingebettet im Industrieprozess durchgeführt. Da die Dimensionen der hergestellten Grünkörper zum Teil wesentlich größer waren als bislang produzierte Körper, war die Durchführung der Versuche mit einem Restrisiko für den Projektpartner verbunden. Dies führt z.B. auch zu einem Brand im Kamin der Anlage durch zu große Mengen ausgasender Bestandteile. Darauf wurde mit verlängerten Aufheizzeiten reagiert, wodurch wiederum die Wirtschaftlichkeit des Prozesses reduziert wird.

Der Prozess der Karbonisierung wird nach den Erkenntnissen des Projekts in folgenden Schritten durchgeführt:

1. Darren des Grünkörpers bei 103°C
2. Aufheizen mit Temperaturanstieg von 1°C/min bis zu 500°C
3. Haltephase bei 500°C

4. Aufheizen mit Temperaturanstieg von 5°C/min bis zu 900°C
5. Haltephase bei 900°C

Der gesamte Prozess wird unter einer Stickstoff Atmosphäre mit einem Stickstoffstrom durch den die austretenden Holzgase abgeführt werden.

4.3.1.4 Silizierung

Die Silizierungen wurden beim Projektpartner SGL Carbon in Meitingen eingebettet in den Industrieprozess durchgeführt. Dieser Prozess ist bereits in der Literatur (Hofenauer, 2004) ausreichend beschrieben und wird nicht mehr im Detail angeführt.

4.3.2 Die Eigenschaften der erstellten Grünkörper

Im Folgenden sind die Ergebnisse der Untersuchungen wie in Kapitel 4.1 beschrieben, dargestellt.

4.3.2.1 Einfluss des Bindemittels und des Herstellverfahrens

Es wurde der Einfluss der verwendeten Bindemittel (Phenol Pulverharz 6109FP, Phenol Flüssigharz 9788FW und Melaminharz HIPE®ESIN) auf die erzielte Rohdichte, die Holzfeuchte und die mechanischen Eigenschaften E-Modul und Biegefestigkeit der Prüfkörper wurde analysiert und in Abbildung 13 dargestellt.

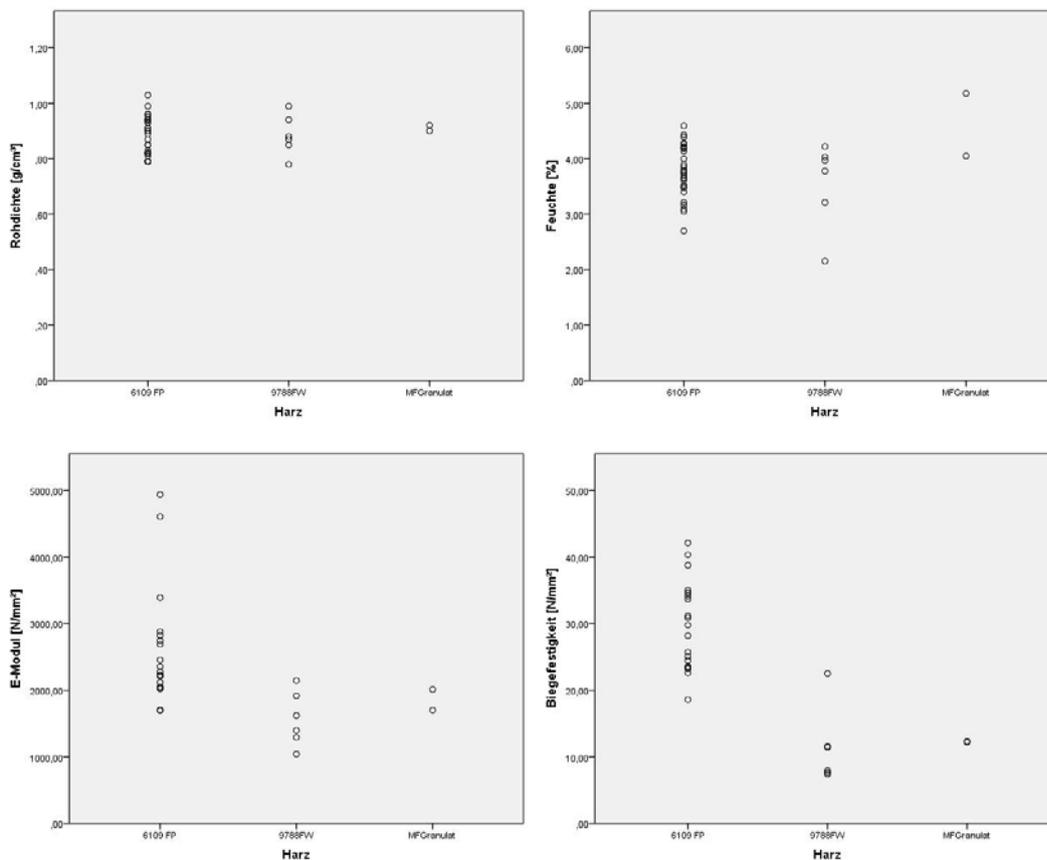


Abbildung 13 Variabilität von Eigenschaften der Grünkörper in Abhängigkeit vom Harzsystem

In der Abbildung 13 ist zu erkennen, dass die hergestellten Rohdichten im angestrebten Intervall zwischen 0,8 und 1 g/cm³ liegen. In diesem Dichtebereich des Grünkörpers ist wie von HOFENAUER (2005) beschrieben, das Ergebnis der Silizierung in Hinblick auf Anzahl der Silizium- Kohlenstoffbindungen am besten. Die Feuchte der Proben, aber insbesondere auch die mechanischen Eigenschaften der Proben im Normklima sind jedoch nicht so homogen wie die Dichteigenschaften. So ist z.B. die Biegefestigkeit der Proben mit Phenolpulverharz im Mittel doppelt so hoch wie die Biegefestigkeit der Proben mit den anderen beiden Harzsystemen. Die Grünkörper sind zwar nur ein Zwischenprodukt, aber für umformende (z.B. spanende) Verarbeitungsschritte zur Formgebung, ist die mechanische

Festigkeit auch von Bedeutung. Um die Zusammenhänge zwischen den Kenngrößen der Grünkörper in Abhängigkeit vom Harzsystem zu ermitteln, werden in der Abbildung 14 die Streudiagramme der Zusammenhänge zwischen Rohdichte und Feuchte, Rohdichte und E-Modul und Rohdichte und Biegefestigkeit der erstellten Proben dargestellt.

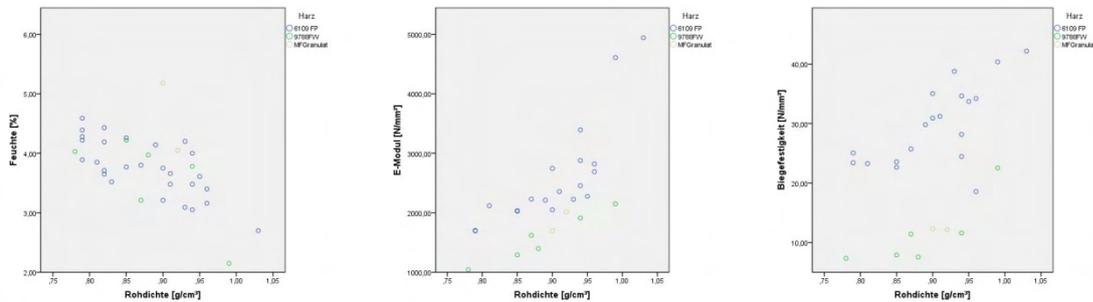


Abbildung 14 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Harzsystem

Die Abbildung 14 zeigt, dass für die Phenolharzsysteme die Feuchte mit steigender Rohdichte abnimmt. Dieser Trend ist für beide Bindemittel signifikant. Dies ist insbesondere von Interesse als die Variabilität der Rohdichte somit nicht nur auf Feuchteschwankungen zurückzuführen ist, da die Darrdichte der Proben sich somit auch signifikant unterscheiden muss. Dies wiederum ist für die Karbonisierung von großem Interesse. Die mechanischen Kenngrößen hängen ebenfalls signifikant von der Rohdichte ab, wobei hier eindeutig zu erkennen ist, dass sich die Regressionsparameter der linearen Regression für die beiden Bindemittel wesentlich voneinander unterscheiden. Bei höherer Beanspruchung der Grünkörper wird sich deshalb auch der Einsatz des pulverförmigen Phenolharzes mit den damit einhergehenden Möglichkeiten der formgebenden Verfahren empfehlen. Für die Proben mit dem Melaminharz wurden keine Zusammenhänge analysiert da der Probenumfang (n=2) für solche Analysen zu gering war. In der Abbildung 15 wird der Einfluss der Feuchte auf die mechanischen Eigenschaften der Grünkörper anhand von Streudiagrammen dargestellt.

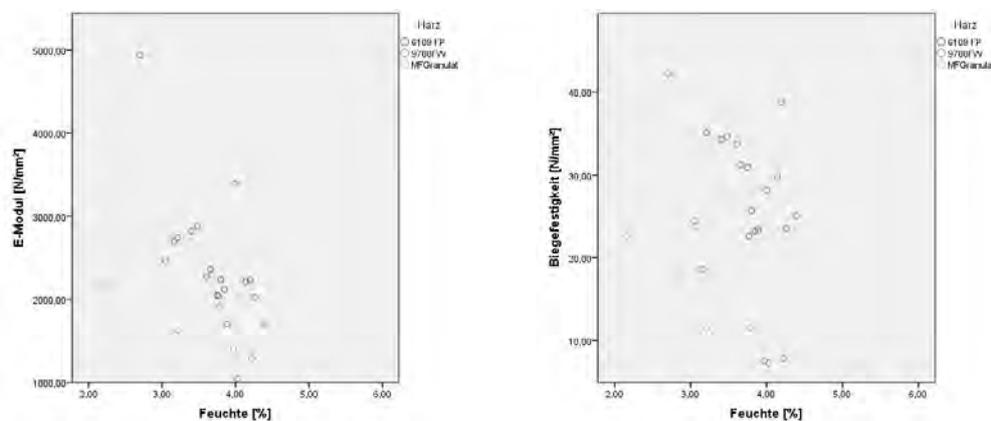


Abbildung 15 Einfluss der Feuchte der Grünkörper auf E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Harzsystem

Aus der Abbildung 15 ist zu entnehmen, dass die Feuchte der Proben einen signifikanten Einfluss auf den E- Modul der beiden Phenolharze hatte. Ein signifikanter Einfluss der Feuchte auf die Biegefestigkeit wurden nur für das flüssige Phenolharz 9788FW beobachtet. Eine genaue Begründung ist auf Basis der durchgeführten Versuche noch nicht möglich, eine genaue Abklärung dieser Ergebnisse wäre nur auf Basis von zusätzlichen Untersuchungen möglich. Diese vorliegenden Ergebnisse sind aber ausreichend, um die verwendeten drei Harzsysteme zu vergleichen, weshalb weiterführende Untersuchungen für die im Projekt gestellten Ziele nicht notwendig sind.

4.3.2.2 Einfluss der Verringerung des Bindemittelanteils

Für das bereits in den bisher durchgeführten Studien verwendete pulverförmige Phenolharzsystem Bakelite PF 6109 FP wurde untersucht, inwiefern eine Verringerung des Bindemittelanteils die Eigenschaften der Grünkörper beeinflusst. Dies ist insbesondere aus wirtschaftlicher Überlegung von großem Interesse. Die Ergebnisse der Rohdichte, Feuchte, E- Modul und Biegefestigkeit der Grünkörper sind in der Abbildung 16 in Abhängigkeit vom Bindemittelanteil (30% und 50% Bindemittelanteil) dargestellt.

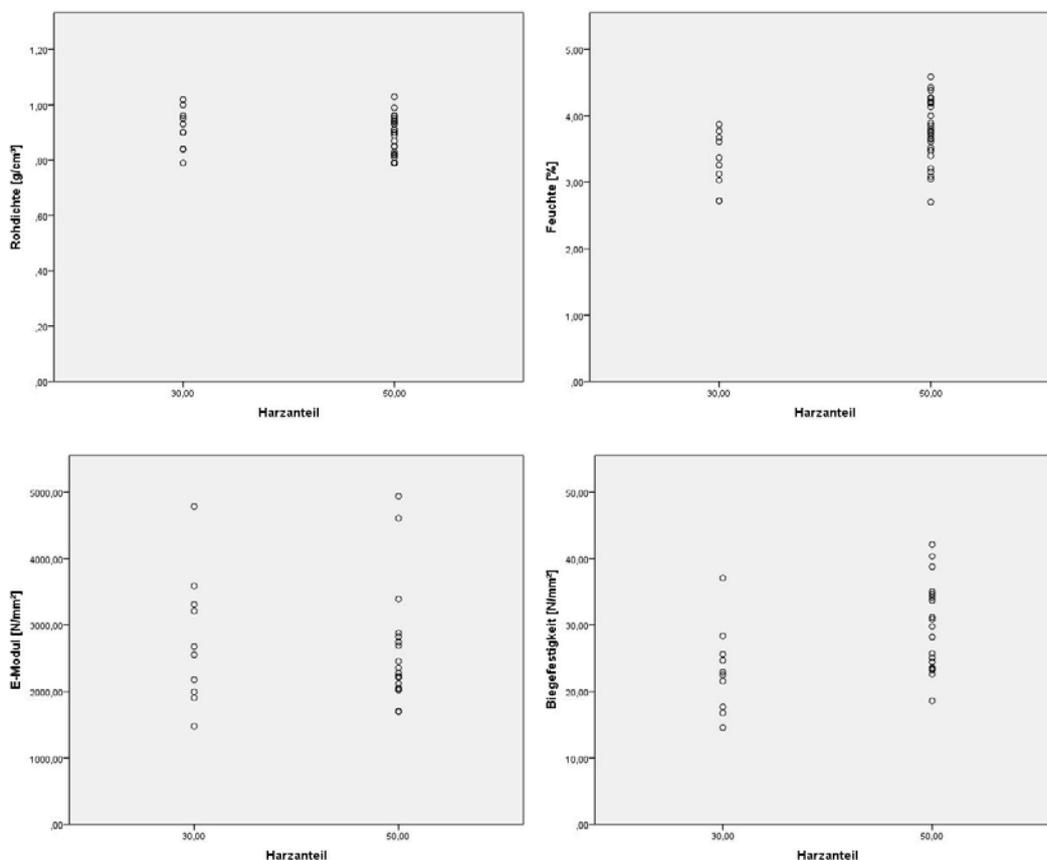


Abbildung 16 Variabilität der Eigenschaften der Grünkörper in Abhängigkeit vom Bindemittelanteil

Wie in der Abbildung 16 ersichtlich, und auf Basis der durchgeführten Varianzanalyse konnte kein wesentlicher Unterschied der hergestellten Grünkörper hinsichtlich der Eigenschaften Rohdichte, Feuchte und E-Modul in Abhängigkeit vom Bindemittelanteil festgestellt werden. Nur die Biegefestigkeit zeigte eine signifikante Abnahme für den geringeren Bindemittelanteil. Darauf ist Rücksicht zu nehmen, wenn der Grünkörper in der weiterführenden Verarbeitung höheren mechanischen Belastungen ausgesetzt werden sollte. Der Einfluss der Rohdichte auf die Grünkörpereigenschaften in Abhängigkeit vom Bindemittelanteil ist in der Abbildung 17 anhand von Streudiagrammen dargestellt.

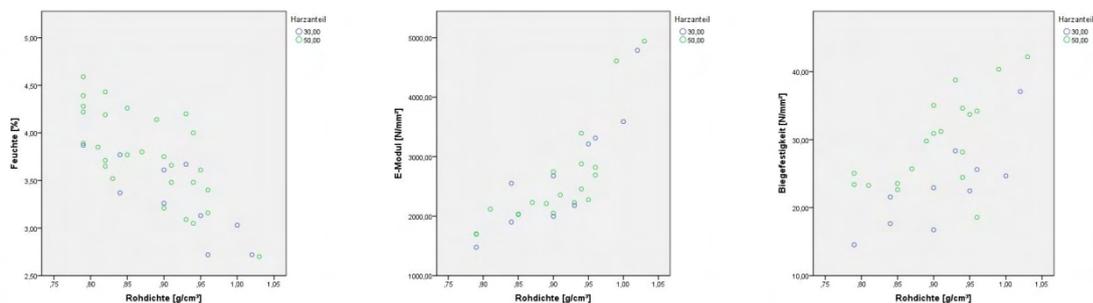


Abbildung 17 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Bindemittelanteil

Die Rohdichte beeinflusst die Eigenschaften Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit signifikant für beide Bindemittelanteile. Hier ist insbesondere zu erwähnen, dass die Ausgleichsfeuchte im Normklima wieder mit steigender Rohdichte sinkt, während die mechanischen Eigenschaften mit steigender Rohdichte zunehmen. Da die Rohdichte des Grünkörpers im Zuge der Produktion relativ genau eingestellt werden kann, ist es von Vorteil wenn die Eigenschaften des Grünkörpers signifikant von der Rohdichte abhängen.

4.3.2.3 Einfluss des Einbringens von Graphit zur besseren Extrudierbarkeit

Durch die Einbringung von Graphit bei der Extrusion der Holzfasern kann die Reibung im Extruder beeinflusst werden. Damit wird die Verarbeitung im Extruder sicherer und vereinfacht. In der Abbildung 18 ist der Einfluss des eingebrachten Graphits (5%) auf die Eigenschaften der Grünkörper dargestellt. Dabei wurde als Bindemittel das Phenol Flüssigharz 9788FW verwendet.

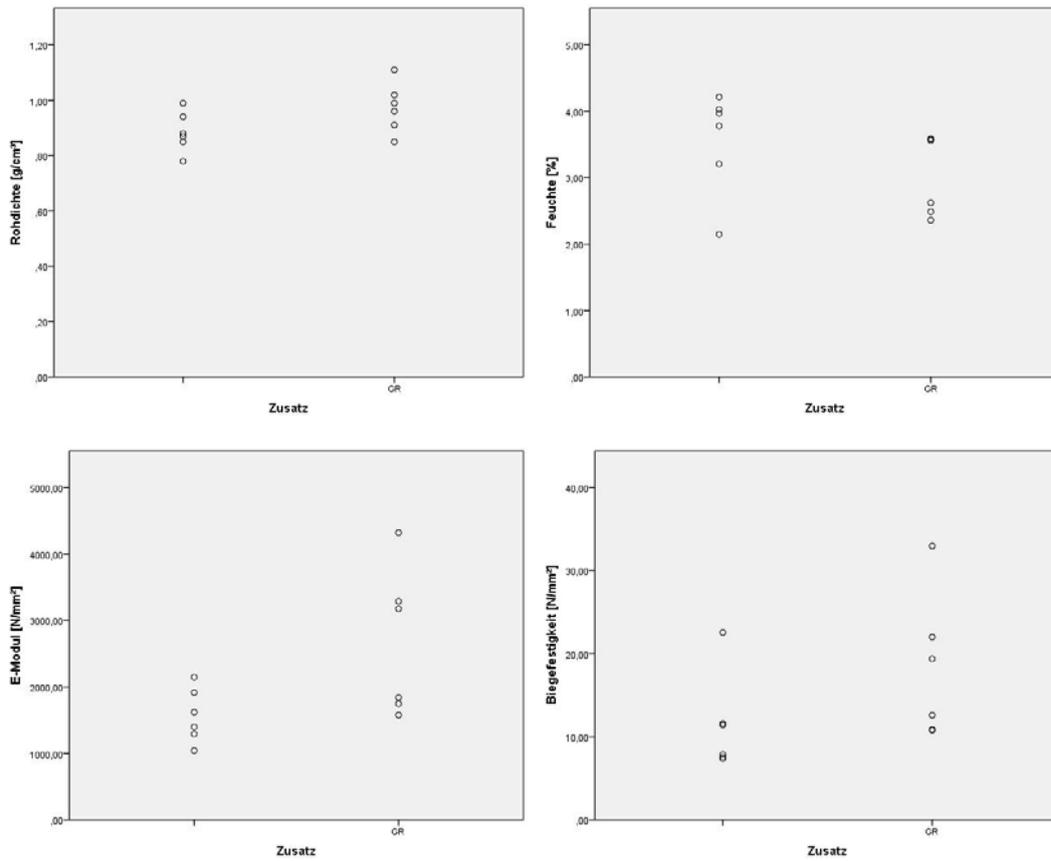


Abbildung 18 Variabilität der Eigenschaften der Grünkörper in Abhängigkeit vom Graphitzusatz

Während der Zusatz von Graphit keinen signifikante Auswirkung auf die Ausgleichsfeuchte der Proben hat, steigt mit der Zugabe von 5% Graphit die Rohdichte, der E-Modul und insbesondere die Biegefestigkeit der Grünkörper. Die Abhängigkeit der Grünkörpereigenschaften Ausgleichsfeuchte, E-Modul und Biegefestigkeit von der Rohdichte ist in der Abbildung 19 anhand von Streudiagrammen dargestellt. Aus dieser Abbildung wird auch der Grund des Zusammenhangs von Graphitzugabe und der mechanischen Eigenschaften erkennbar.

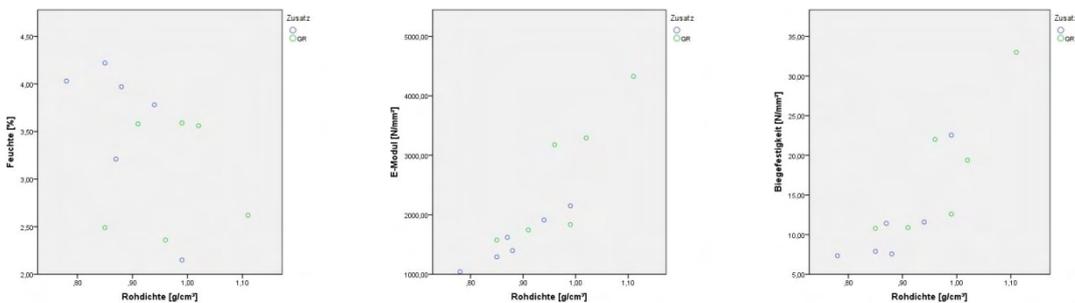


Abbildung 19 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Zusatz von Graphit

Es ist kein signifikanter Einfluss der Rohdichte auf die Feuchte der Proben in Abhängigkeit von der Zugabe von Graphit zu beobachten. Es wurde aber ein signifikanter Zusammenhang der Rohdichte und dem E-Modul sowie der Rohdichte und der Biegefestigkeit festgestellt. Die Parameter der Regressionsgeraden für die beiden Varianten (mit oder ohne Graphitzusatz) unterscheiden sich aber nur unwesentlich, weshalb die tendenziell höhere Dichte der Proben mit Graphitzusatz die wesentliche Ursache für die verbesserten mechanischen Eigenschaften darstellt. Die steigende Dichte muss somit bei der Kalkulation der Rohstoffmengen berücksichtigt werden, die Eigenschaften der Grünkörper mit bzw. ohne Graphitzusatz sind aber bei gleicher Rohdichte vergleichbar.

4.3.2.4 Einfluss der Zugabe von Kohlefasern

Die Festigkeit der Grünkörper wird durch die Holzfasern, das Bindemittel und der Qualität der Verklebung dieser beiden Komponenten bestimmt. Aus diesem Grund ist es von Interesse, ob die mechanischen Eigenschaften der Grünkörper durch gezielte Zugabe von Kohlefasern mit hoher Festigkeit verbessert werden können. Die Ergebnisse der Untersuchung von Grünkörpern die mit dem pulverförmigen Phenolharzsystem Bakelite PF 6109 FP hergestellt wurden sind in der Abbildung 20 dargestellt.

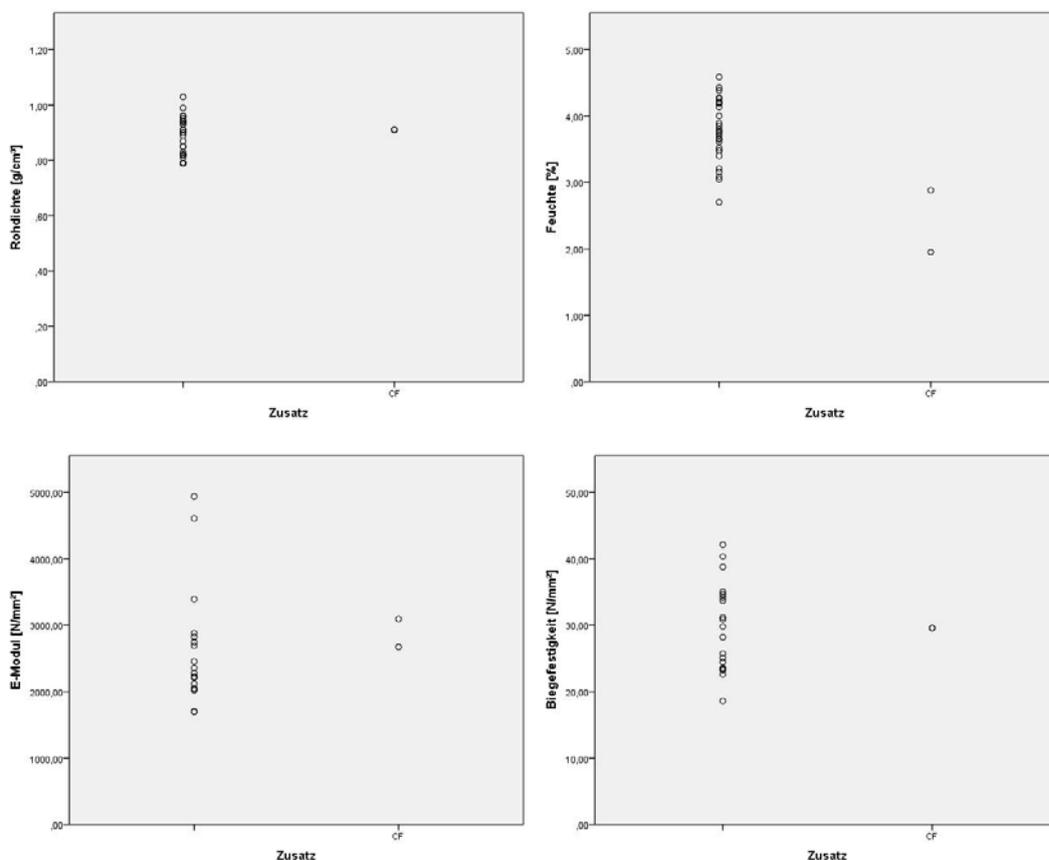


Abbildung 20 Variabilität der Eigenschaften der Grünkörper in Abhängigkeit von der Verstärkung mit Kohlefasern

Es wurden nur zwei Proben mit 5% Zugabe von Kohlefaser hergestellt. Diese Anzahl ist für eine erste Einschätzung von etwaigen Auswirkungen ausreichend. In der Abbildung 20 ist kein signifikanter Einfluss der Zugabe von Kohlefaser auf die mechanischen Eigenschaften zu erkennen. Nur die Ausgleichsfeuchte der hergestellten Proben scheint durch die Zugabe von Kohlefaser zu sinken. Anhand der in der Abbildung 21 dargestellten Zusammenhänge zwischen der Rohdichte der hergestellten Grünkörper und der Eigenschaften Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit kann abgeschätzt werden, inwiefern Dichteunterschiede für die veränderte Ausgleichsfeuchte verantwortlich sein könnten.

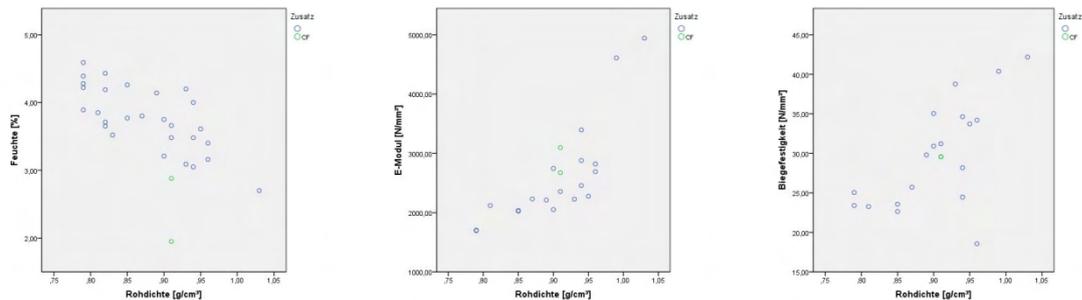


Abbildung 21 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Zusatz von Kohlefaser

Anhand der Abbildung 21 kann keine Erklärung über den Hintergrund der verringerten Feuchteaufnahme der Proben mit Kohlefaserzugabe abgeleitet werden. Da auch keine wesentliche Verbesserung der mechanischen Eigenschaften erreicht wurde (entgegen der Erwartungen), scheint die weiterführende Betrachtung dieses Ansatzes als nicht zielführend aus mechanischer Sicht.

4.3.2.5 Einfluss eines mehrschichtigen Aufbaus mit Faserzugabe in der Mittellage

Holzwerkstoffe werden häufig mit geschichtetem Aufbau hergestellt. Dadurch können die Eigenschaften des Werkstoffes entsprechend der Anforderungen angepasst werden. Um die mechanischen Eigenschaften der Grünkörper einstellen zu können wurden zusätzlich zur Holzfasern auch Flachs-, Hanf- und Kohlefasern in der Mittelschicht eingebracht. Damit entstand ein dreischichtiger Aufbau mit zwei Decklagen und einer Mittellage. Der Einfluss der eingestreuten Fasern in der Mittelschicht ist in der Abbildung 22 anhand der Rohdichten, der Ausgleichsfeuchte, des E- Moduls und der Biegefestigkeit der hergestellten Grünkörper dargestellt. Für die Herstellung der Platten wurde das pulverförmige Phenolharzsystem Bakelite PF 6109 FP verwendet und die Ergebnisse wurden den Eigenschaften von herkömmlich hergestellten einschichtigen Platten mit 50% Holzfasernanteil gegenüber gestellt.

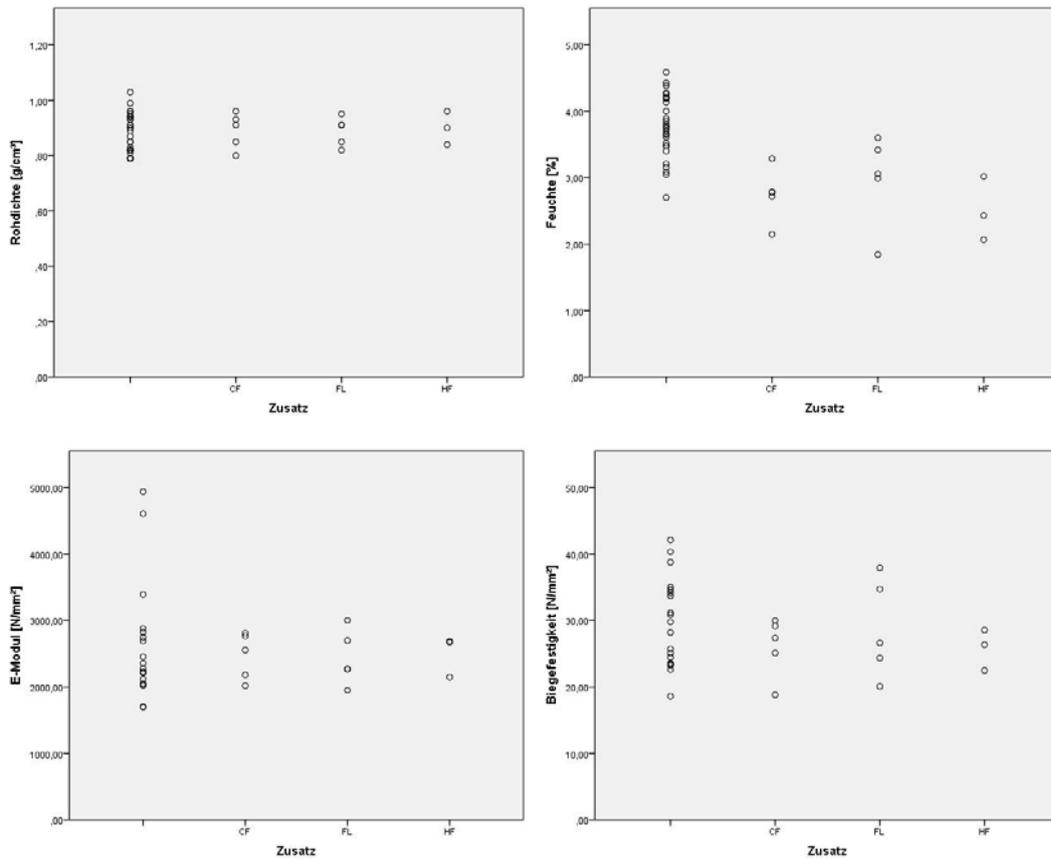


Abbildung 22 Variabilität der Eigenschaften der Grünkörper in Abhängigkeit von der Verstärkung mit Mittellage

Wie in der Abbildung 22 dargestellt konnten die mehrschichtigen Platten auch im angestrebten Dichteintervall erzeugt werden. Die Feuchte der mehrschichtigen Platten liegt unter den einschichtigen Vergleichsplatten und die beiden mechanischen Kenngrößen, E-Modul und Biegefestigkeit konnten nicht wesentlich verbessert werden. Um diese Zusammenhänge näher zu untersuchen ist in der Abbildung 23 die Abhängigkeit der Kenngrößen Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit der Proben von der Rohdichte dargestellt.

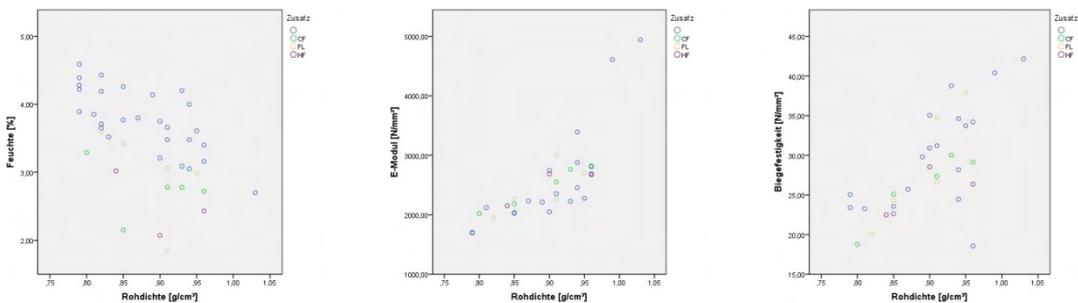


Abbildung 23 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Zusatz von Kohlefasern

In der Abbildung 23 ist zu erkennen, dass sich die Zugabe von allen drei Fasermaterialien in Form einer vergleichbar geringeren Feuchtaufnahme, bezogen auf die Rohdichte auswirkt. Mit steigender Rohdichte steigen wiederum die beiden Kennwerte der mechanischen Eigenschaften, es ist aber kein Unterschied hinsichtlich des geschichteten Aufbaus erkennbar. Somit konnten wider Erwarten die mechanischen Eigenschaften der Grünkörper durch die Faserzugabe nicht verbessert werden.

4.3.3 Die Formänderung bei der Karbonisierung

In der Abbildung 24 ist der Zusammenhang zwischen der Rohdichte der Grünkörper und der Darrdichte der Grünkörper dargestellt. Hier ist ein signifikanter Zusammenhang gegeben.

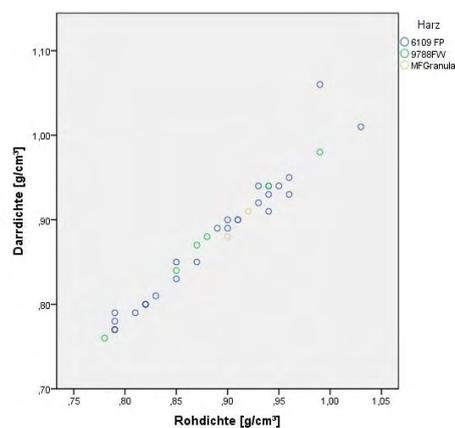


Abbildung 24 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Zusatz von Kohlefaser

Das Darren ist im Zuge der Keramik-Herstellung aber nur der erste Schritt und durch die Analyse der Feuchteigenschaften der Grünkörper ist bereits der Zusammenhang zwischen Rohmaterial und Formgebungsverfahren mit der resultierenden Ausgleichsfeuchte der Grünkörper ausreichend beschrieben.

Von besonderem Interesse sind dabei folgende Ergebnisse,

1. Zusammenhang zwischen Dichte des Grünkörpers und Dichte des Karbonisierten Körpers
2. Veränderung der Geometrie bei der Karbonisierung (Schwund)
3. Kohlenstoffausbeute bei der Karbonisierung

4.3.3.1 Dichte der Karbonisierten Körper

Für die Beurteilung der Geometrieänderungen ist es im ersten Schritt notwendig, den Zusammenhang der Dichteänderung vom Grünkörper zum Karbonkörper zu analysieren.

Dies ist notwendig, da beim formgebenden Verfahren die Rohdichte des Grünkörpers eingestellt werden kann, aber nicht die Dichte des Karbonkörpers. Die Dichte des Karbonkörpers wird erst nach der Karbonisierung erreicht. In der Abbildung 25 ist die Abhängigkeit der Dichte des Karbonkörpers von der Rohdichte und der Darrdichte des Grünkörpers für die Proben getrennt nach verwendetem Bindemittel dargestellt. Der Grund für die zusätzliche Analyse des Zusammenhangs mit der Darrdichte ist der Einfluss der Feuchte. Während die Rohdichte immer Feuchteabhängig ist, ist die Darrdichte von diesem Einfluss bereinigt und somit können mögliche Einflüsse der Materialfeuchte genauer analysiert werden.

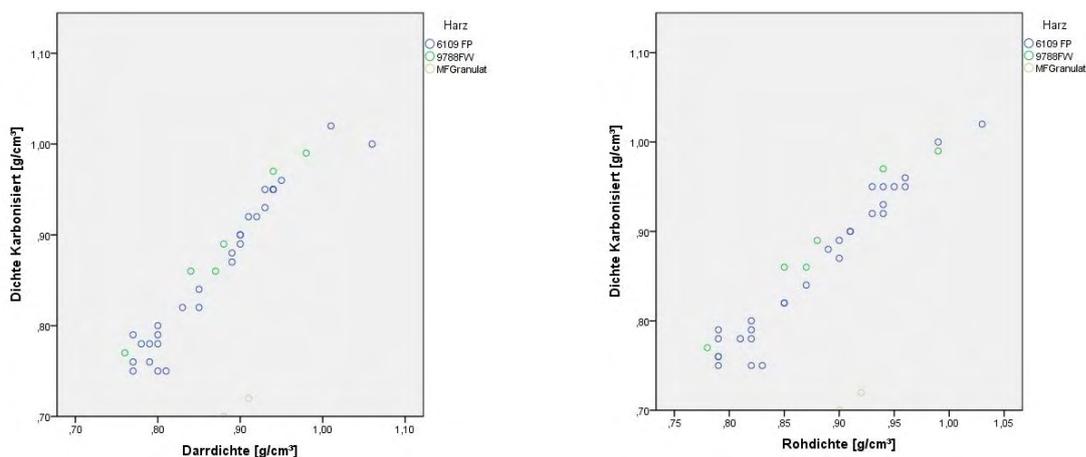


Abbildung 25 Zusammenhang von Darr- und Rohdichte der Grünkörper mit der Dichte des Karbonkörpers in Abhängigkeit vom Bindemittel

Es ist in der Abbildung 25 zu erkennen, dass der Zusammenhang zwischen den unterschiedlichen Dichten ausgeprägt linear steigend ist. Die Korrelation der Regressionsgeraden ist sehr hoch (Korrelationskoeffizient 0,967). Somit kann die Dichte des karbonisierten Materials sehr gut über die Dichte des Grünkörpers eingestellt werden. Es ist anhand der hohen Korrelationskoeffizienten für beide Modelle zu erkennen, dass sich der Feuchteinfluss nicht so hoch wie befürchtet einstellt. Für die beiden Phenolharz Bindemittel ist kein Unterschied hinsichtlich der Güte des Zusammenhangs erkennbar. Für das Melaminharz wurde aufgrund der zu geringen Anzahl an Beobachtungen ($n=2$) keine Analyse durchgeführt, es ist jedoch aus der Abbildung 25 ersichtlich, dass keine große Abweichung dieser beiden Datenpunkte von der Regressionsgeraden der anderen Grünkörper festzustellen ist. Es ist zu erkennen, dass sich die Dichten der Materialien durch die Karbonisierung trotz des Masseverlustes nur geringfügig ändern. Dies ist auf die Veränderung der Abmessung (das Schwinden) zurückzuführen.

4.3.3.2 Schwundeigenschaften

Für die Modellierung des Schwindens der Probenkörper ist es von großer Bedeutung, die geeignetste Bezugsgröße für die Modellierung zu bestimmen. Zum Beispiel muss die unterschiedliche Ausprägung des Schwindens in den drei Raumrichtungen der Platte (wie in

Abbildung 4 dargestellt) bestimmt werden. Aus diesem Grund wird das unterschiedliche Schwinden in den drei Raumrichtungen in Abhängigkeit von Rohdichte und Darrdichte des Grünkörpers sowie der Dichte des Karbonkörpers in Form eines Streudiagrammes in Abbildung 26 dargestellt.

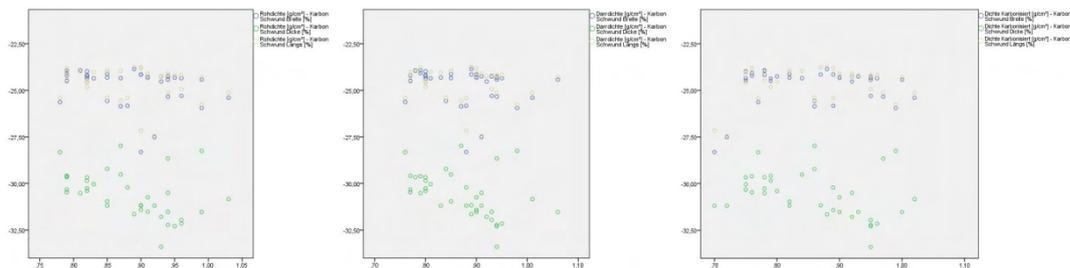


Abbildung 26 Abhängigkeit des Schwunds [%] in den drei Raumrichtungen (Breite, Dicke und Länge) von der Rohdichte und Darrdichte des Grünkörpers sowie der Dichte des Karbonkörpers

Es ist in der Abbildung 26 zu erkennen, dass die Streuung des Quellens und Schwindens je nach Raumrichtung unterschiedlich ist und die jeweilige Probedichte (unabhängig ob Grünkörper oder Karbonkörper) keinen signifikanten Einfluss darstellt. Dies ist eine interessante Beobachtung. Der Schwund ist dabei im Mittel je Raumrichtung bei: Länge .23,95%, Breite 24,07% und Dicke 30,97% und hat ein sehr geringen Variationskoeffizienten (Länge = 0,02, Breite = 0,02, Dicke = 0,03). In Abbildung 27 wird zusätzlich der Einfluss des Bindemittels auf das Schwindverhalten dargestellt.

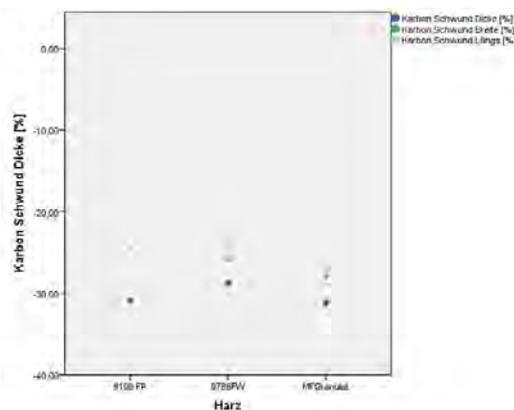


Abbildung 27 Einfluss der des Bindemittels auf die Schwundmaße in den drei Raumrichtungen

Die Abbildung 28 zeigt dass das mittlere Schwundmaß durch das Bindemittel beeinflusst wird. Dabei ist der Unterschied zwischen dem Schwund von Plattendicke zu Plattenebene bei dem mit pulverförmigen Phenolharzsystem Bakelite PF 6109 FP hergestellten Grünkörpern größer als bei Grünkörpern die mit Phenol Flüssigharz 9788FW und Melaminharz HIPE®ESIN hergestellt sind. Die Streuung des Unterschieds der

Schwundmaße für die drei Raumrichtungen ist im Detail je Bindemittel in der Abbildung 28 dargestellt.

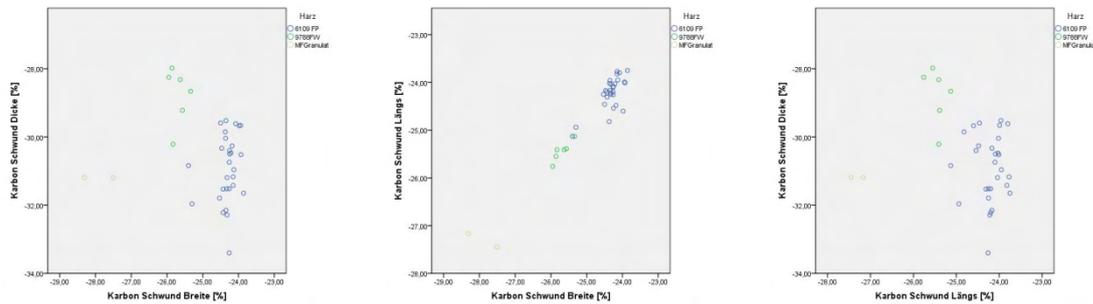


Abbildung 28 Zusammenhang der Schwundmaße (Breite-Dicke, Breite-Länge, Länge-Dicke) in Abhängigkeit vom Bindemittel

In der Abbildung 28 ist zu erkennen, dass der Schwund in der Plattenebene gleichmäßig erfolgt. Dabei schwinden mit pulverförmigen Phenolharzsystem Bakelite PF 6109 FP hergestellte Grünkörper in der Ebene weniger als mit Phenol Flüssigharz 9788FW hergestellte Grünkörper. Dieses Verhältnis ist für das Schwinden in der Probendicke genau umgekehrt. Diese Eigenschaft ist mit hoher Wahrscheinlichkeit auf das Dichteprofil der Proben zurückzuführen. Diese Hypothese wurde im Zuge dieses Projekts nicht überprüft und könnte bei einer weiterführenden Studie detailliert analysiert werden. Eine grobe Abschätzung des Schwunds in Abhängigkeit vom Bindemittel wird in der Abbildung JXX auf Basis von den gemittelten Ergebnissen dieser Studie für einen Referenz-Grünkörper mit der Dimension 1m*1m*1m dargestellt.

4.3.3 Masseverlust

Die Qualität von Grünkörpern wird auch anhand des Kohlenstoffausbeute, die durch den Masseverlust bei der Karbonisierung bestimmt wird, beschrieben. Die unterschiedliche Kohlenstoffausbeute wird in Abhängigkeit von der Rohdichte des Grünkörpers je Bindemittelsystem in der Abbildung 29 dargestellt.

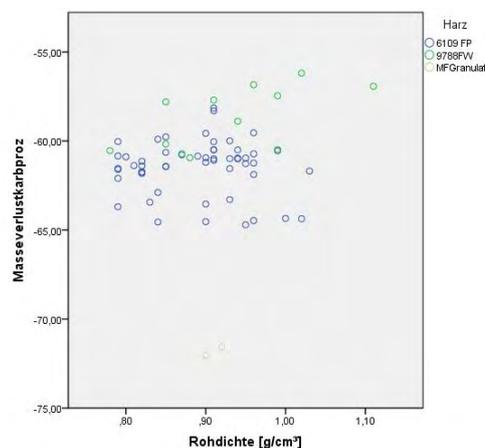


Abbildung 29 Zusammenhang von Masseverlust des Karbonkörpers mit der Rohdichte des Grünkörpers in Abhängigkeit von der Rohdichte

In der Abbildung 29 ist zu erkennen, dass das verwendete Harzsystem sehr wesentlich für den Masseverlust ist. Die mit dem HIPE®ESIN gebundenen Platten weisen den größten Masseverlust, und damit die geringste Kohlenstoffausbeute auf. Die mit dem flüssigen Phenolharz 9788 FW gebundenen Grünkörper weisen im Mittel (Mittelwert -60,29% mit einer Standardabweichung von 0,73%) eine etwas niedrigere Karbonausbeute auf als die Proben die mit dem pulverförmigen Pulverharz Bakelite PF 6109 FP (Mittelwert -61,29% mit einer Standardabweichung von 0,63%) gebundenen. In der Abbildung 30 ist der Zusammenhang zwischen Rohdichte und Masseverlust für die mit dem pulverförmigen Phenolharz hergestellten Proben dargestellt.

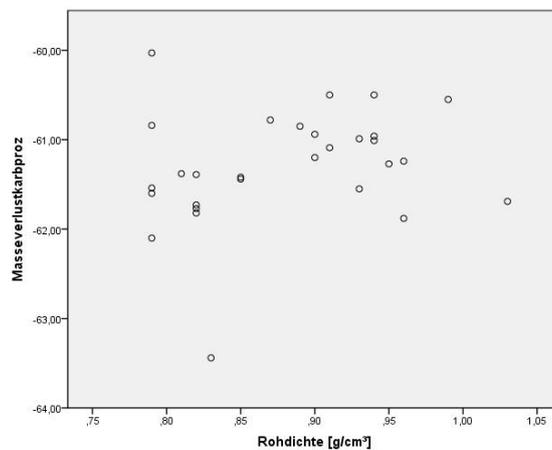


Abbildung 30 Einfluss der Rohdichte von Bakelite PF 6109 FP gebundenen Grünkörpern auf den Masseverlust

In der Abbildung 30 ist zu erkennen, dass die Rohdichte keinen wesentlichen Einfluss auf die Karbonausbeute hat. Dem hingegen hat die Zugabe von Fasermaterialien einen Einfluss auf die Karbonausbeute (siehe Abbildung 31).

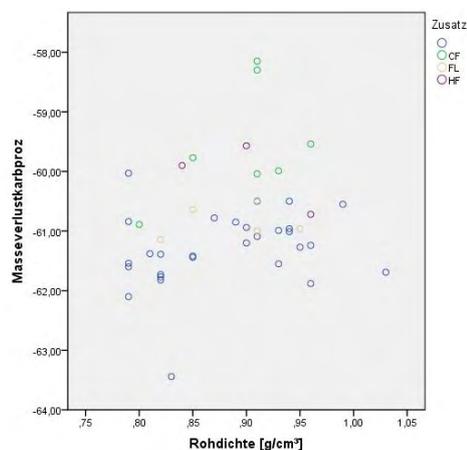


Abbildung 31 Einfluss der Rohdichte von Bakelite PF 6109 FP gebundener Grünkörper auf den Masseverlust in Abhängigkeit von Zusatzfasern

In der Abbildung 31 ist der Zusammenhang von Rohdichte und Massenverlust für die mit Bakelite PF 6109 FP hergestellten Proben in Abhängigkeit von zugegebenen Fasern in der Mittellage dargestellt. Es ist zu erkennen, dass die Einbringung von Kohlefasern den Masseverlust reduziert (im Mittel -59,84%, Standardabweichung 0,98%), und damit die Karbonausbeute erhöht. Auch die Zugabe von Hanffasern hat einen positiven Einfluss auf die Karbonausbeute (Mittelwert Masseverlust -60,07%, Standardabweichung 0,59%) während die Zugabe von Flachsfasern keinen so großen Einfluss auf den Masseverlust zu haben scheint (Mittelwert -60,84% bei einer Standardabweichung von 0,27%).

5 Detailangaben in Bezug auf die Ziele der Programmlinie

Das Projekt „Entwicklung eines Formgebungsverfahrens für holzwerkstoffbasierte Grünkörper zur Herstellung biogener SiC-Keramiken“ beschäftigt sich mit der „Nutzung nachwachsender Rohstoffe“- der überwiegende Hauptbestandteil der biogenen SiC Keramiken sind Holzfasern, als auch mit dem Bereich „Technologien und Innovationen bei Produktionsprozessen“.

Beitrag der Projektergebnisse zur Erreichung der Leitziele des Impulsprogrammes:

- Prinzip der Dienstleistungs-, Service- und Nutzenorientierung:

Die Nutzung des nachwachsenden Rohstoffes Holz für die Herstellung von Grünlingen und die bedingte Vermengung mit Klebstoffharzen und teilweise Additiven wird der Werkstoff stark ökologisch und nachhaltig beeinflusst. Durch das Einsetzen von Holzpulvern und verbesserten Formgebungsverfahren lassen sich in der Regel annähernd isotrope Materialeigenschaften für den Grünling und im Hinblick auf das Endprodukt erzielen.

- Prinzip der Nutzung erneuerbarer Ressourcen:

Die Hauptbestandteile der Grünlinge für biogene SiC Keramiken bestehen aus Holz bzw. Cellulose aus nachwachsenden Ressourcen. Zusätzlich können noch andere Naturfasern wie Flachs oder Hanf zur Herstellung der Grünlinge verwendet werden. Die Klebharze stammen aus der Petrochemie, sind aber für die Herstellung der Template unabdingbar. Die Untersuchungen haben aber aufgezeigt, dass eine Verringerung des Klebstoffanteils zur Herstellung der Grünlinge möglich ist.

- Effizienzprinzip:

Die Möglichkeit Holz in stark zerkleinerter bzw. Pulverform zu nutzen steigert enorm die effiziente Nutzung dieses nachwachsenden Rohstoffes. Die Möglichkeit Bindemittel ohne große Qualitätsverluste einzusparen stellt einen enormen Kostenfaktor dar.

- Prinzip der Rezyklierungsfähigkeit:

Die hergestellten Grünlinge lassen sich rezyklieren und für die Herstellung neuer Grünlinge verwenden. Eine bedenkenlose thermische Verwertung der Grünlinge ist wie bei anderen Holzwerkstoffen (Spanplatten, Faserplatten,...) möglich. Die Kohlenstoffkörper lassen sich zum Beispiel als Filtermaterial weiterverwenden. Fertige Keramikteile lassen sich als Bruch zur Herstellung feuerfester Materialien weiterverwenden.

- Prinzip der Fehlertoleranz und Risikovorsorge:

Die Verfahrensentwicklung basiert auf der Adaption und Optimierung von bestehenden Produktionsprozessen nur durch den Einsatz von speziellen Materialien. Durch die verbesserten Verfahren konnten die Schwankungen der Materialeigenschaften minimiert werden. Das bestehende Entwicklungsrisiko wurde somit so gering wie möglich gehalten.

- Prinzip der Sicherung von Arbeit, Einkommen und Lebensqualität:

Verbesserte Kenntnis der Herstellungsverfahren der Grünlinge, des daraus hergestellten Kohlenstoffkörpers und die verbesserte Materialkenntnis und Messbarkeit tragen zur Akzeptanz und den Einsatz biogener SiC Keramiken bei. Dabei werden Arbeit und Einkommen in den relevanten Industriezweigen gesichert.

6 Schlussfolgerungen zu den Projektergebnissen

Es wurden folgende Herstellverfahren ausgearbeitet: Extrudieren, Planares Pressen, Formpressen und Spritzguss. Mit diesen Verfahren wird es möglich sein die gewünschten Geometrien herzustellen. Um diese Verfahren anzuwenden, wurde es notwendig die Materialien anzupassen. Dazu wurden auch Zwischenschritte wie Vorpressen, Mehrschichtige Aufbauten, Extruder- Granulieren und Granulieren mit Telleragglomerator notwendig.

Die Eigenschaften der Grünkörper wurden durch die unterschiedlichen Rohmaterialien und Herstellparameter wesentlich beeinflusst. Für die erfolgreich durchgeführten Verfahren konnten alle Grünkörper siliziert werden. Zusammenfassend können folgende Empfehlung für die Herstellung von Grünkörpern gegeben werden

Wenn die Bearbeitbarkeit des Grünkörpers im Vordergrund steht, dann empfiehlt sich die Verwendung des Bindemittels Bakelite PF 6109 FP. Dabei ist ein Bindemittelanteil von 50% empfehlenswert. Höhere Rohdichten haben einen positiven Einfluss, bei der Veränderung dieses Parameters ist jedoch auf den Feuchteinfluss der Rohdichte zu achten (steigende Rohdichte bewirkt geringere Feuchten).

Für Grünkörper die geringeren und homogeneren Schwund aufweisen, zeigte die Verwendung des Flüssigen Phenolharzes als Bindemittel bessere Ergebnisse. Auch die mit dem Melaminharz HIPE®ESIN hergestellten Proben wiesen geringeren Schwund auf.

Wenn die Karbonausbeute im Vordergrund steht, ist die Beimengung von Karbonfasern bei der Herstellung der Grünkörper zu empfehlen. Auch die Beimengung von Hanffasern führt zu einer signifikant höheren Kohlenstoffausbeute verglichen mit Grünkörper die nur aus Holzfasern und Bindemittel hergestellt werden.

Der Schwund der Proben in die drei Raumrichtungen konnte ein konstantes Schwundmaß für die planar gepressten Platten ermittelt werden. Es ist folgende Abschätzung möglich:

Schwund in den beiden Richtungen der Werkstoffebene cirka 24%

Schwund in der Richtung der Werkstoffdicke cirka 31%

7 Ausblick/Empfehlungen

Auf Basis der entwickelten Verfahren zur Herstellung von SiC- Keramiken ist es möglich Bauteile mit größeren Dimensionen kostengünstig herzustellen. Damit werden Anwendungen für diese biogenen Materialien möglich, die bisher aufgrund von geometrischen Einschränkungen nicht denkbar waren. So könnten die starken SiC Platten für Schamotte von Müllverbrennungsanlagen oder sonstige industriellen Verbrennungsöfen eingesetzt werden. Die Ergebnisse der up-scaling-Versuche mit planar gepressten Holzwerkstoffen aus den bewährten Holz-Bindemittelmischungen und der anschließenden erfolgreichen Karbonisierung ermöglichen die Herstellung komplex geformter Bauteile durch spanende Bearbeitung. Hierfür zeigen die untersuchten Festigkeitseigenschaften der Grün- und C-Körper ausreichend hohe Werte. Somit sind eine Vorbearbeitung des Holzwerkstoffs und eine Endkonturbearbeitung des Kohlenstoffs möglich. Einsatzbereiche für diese durch anschließende Silizierung erzeugten, komplex geformten SiC-Bauteile liegen vor allem im Bereich verschleißfester Bauteile im Maschinenbau (z.B. Mühlen, gleitbeanspruchte Teile)

Die Herstellung von SiC Keramiken mit komplexer Geometrie, wie z.B. Rohre, ist auf Basis der Erkenntnisse des Projekts ebenfalls möglich. Die größte Herausforderung hierfür lag in der Herstellung von weiter-verarbeitbaren Granulaten, die Voraussetzung zum Extrudieren und Spritzgießen der Hol-Bindemittel-Mischungen. Hierfür wurden mehrere geeignete Verfahren untersucht. Damit können Anwendungen im Bereich Wärmetauscher oder für Rohre im Industrieanlagenbau mit aggressiven Medien erschlossen werden. Spezielle Hülsen für abriebfeste Bauteile im Maschinenbau sind mit diesem Verfahren ebenso denkbar und möglich.

Basierend auf den Ergebnissen des Projekts kann das Material in Abhängigkeit vom jeweiligen Einsatzgebiet und der Bearbeitung optimiert werden. So ist es möglich durch mehrschichtige Grünkörper deren Eigenschaften hinsichtlich mechanischer Eigenschaften oder des Karbon gezielt für bestimmte Anwendungen anzupassen.

Mit den untersuchten formgebenden Verfahren können lineare Formteile (mit runder und nicht rundem Querschnitt) und Flächige Formteile (eben und nicht eben) erzeugt werden. Da das Spritzgießen in diesem Projekt nicht erfolgreich umgesetzt werden konnte, ist für drei dimensionale Formteile (3D Vollkörper und 3D Hohlkörper) noch ein Herstellverfahren fehlend. Hier könnte das 3D Drucken mit Holzmehl eine Lösung sein. Dies ist in weiteren Untersuchungen zu klären.

8 Literaturverzeichnis

- ASHBY, M.F. (2011): Materials selection in mechanical design. Forth edition. Elsevier 2011.
- BYRNE, C.; NAGLE, D. (1997): Carbonization of wood for advanced materials applications. Carbon 35 (2): 259–266.
- DIN 52 184 (1979): Prüfung von Holz: Bestimmung der Quellung und Schwindung.
- EN 310 (1993): Holzwerkstoffe. Bestimmung des Biege-Elastizitätsmoduls und der Biegefestigkeit.
- EN 322 (1993): Holzwerkstoffe - Bestimmung des Feuchtegehaltes.
- EN 323 (1993): Holzwerkstoffe. Bestimmung der Rohdichte.
- EN 325 (1993): Holzwerkstoffe - Bestimmung der Maße der Prüfkörper.
- FRANCK, R. (2005): Bast and other plant fibres, Hrsg. Robert R. Franck, Woodhead Publishing Limited, 2005.
- GADOW, R. (1986): Die Silicierung von Kohlenstoff. Dissertation, Universität Karlsruhe
- HERZOG, A.; VOGT, U.; KACZMAREK, O.; KLINGNER, R.; RICHTER, K.; THOEMEN, H. (2006) Porous SiC Ceramics Derived from Tailored Wood-Based Fiberboards. Journal of the American Ceramic Society 89(5):1499–1503.
- GREIL, P.; LIFKA, T.; KAINDL, A. (1998): Biomorph Cellular Silicon Carbide Ceramics from Wood: I. Processing and Microstructure. Journal of the European Ceramic Society 18 (14): 1961–1973.
- GREIL, P.; LIFKA, T.; KAINDL, A. (1998): Biomorph Cellular Silicon Carbide Ceramics from Wood: II. Mechanical Properties. Journal of the European Ceramic Society 18 : 1975–1983.
- HOFENAUER, A.; TREUSCH, O.; TRÖGER, F.; WEGENER, G.; FROMM, J. (2004): High Strength SiSiC Ceramics derived from fine Wood Powders. Proc. of 28 th International Cocoa Beach Conference and Exposition on Advanced Ceramics & Composites
- HOFENAUER, A. F. (2005): Entwicklung spezieller Holzwerkstoffe für die Herstellung Silicium-infiltrierter Siliciumkarbid-Keramik. Dissertation. Technische Universität München.
- KRENKEL, W.; HALL, S.; SEIZ, S. (1999): Biomorphe SiC-Keramiken aus technischen Hölzern. DGM-Tagung "Verbundwerkstoffe und Werkstoffverbunde", Hamburg, 5.-7. Oktober 1999.
- KRENKEL, W. (2000): Entwicklung eines kostengünstigen Verfahrens zur Herstellung von Bauteilen aus Keramischen Verbundwerkstoffen. Dissertation, Universität Stuttgart
- MARTÍNEZ-FERNÁNDEZ, J.; VALERA-FERIA, F.; SINGH, M. (2000): High temperature compressive mechanical behavior of biomorphic silicon carbide ceramics. Scripta Materialia 43 : 813–818.
- MÜLLER, U.; BRAUN, J.; HAIDER, A.; NGUYEN, H. L.; ROTH, M.; ENDESFELDER, A.; PANZER, U. (2008): Melaminharzbasierende duroplastische WPC - Herstellung und Eigenschaften. Holztechnologie 49 (1): 20–26.

QIAO, G.; MA, R.; CAI, N.; ZHANG, C.; JIN, Z. (2002): Mechanical properties and microstructure of Si/SiC materials derived from native wood. *Materials Science and Engineering A* 323 (1-2): 301–305.

RÄTZSCH, M. (2003): Extrudable Wood - Melamine Resin Composites - an Overview. In: Institut für Holzforschung (Hg.): *Proceedings of the international Symposium on Wood Based Materials - Wood Composites and Chemistry*. Wien: Universität für Bodenkultur. LIGNOVISIONEN: 25–32.

SANGSUWAN, P.; TEWARI, S.; GATICA, J.; SINGH, M.; DICKERSON, R. (1999): Reactive Infiltration of Silicon Melt through Microporous Amorphous Carbon Preforms. *Metallurgical and Materials Transactions B* 30B : 933–944.

SCHMIDT, J., HALL, N.; SEIZ, S.; KRENKEL, W. (2001): Microstructure and properties of biomorphic SiSiC ceramics derived from Carbonisierungsd wooden templates. *Proceedings of the 4th Int. Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites (HTCMC4)*, München, 1-3 Oct. 2001.

SIEBER, H. ZOLLFRANK, C.; WEISENSEL, L.; GREIL, P. (2003): SiSiC-Ceramic Composites from Biocarbon Powder. Presented at 8th Conference and Exhibition of the European Ceramic Society Istanbul/Turkey, June 29th - July 3rd (2003).

SIEGEL, S.; PETASCH, U.; WEISS, R. (2002): Biomorphous Ceramic Composites. Presented at 9th Annual International Conference on Composites Engineering, July 1-6, 2002 San Diego/USA, 725-726.

SINGH, M.; BEHRENDT, D. (1994): Microstructure and mechanical properties of reaction-formed silicon carbide (RFSC) ceramics. *Materials Science and Engineering A* 187 : 183–187.

TREUSCH, O.; HOFENAUER, A.; TRÖGER, F.; FROMM, J.; WEGENER, G. (2004): Basic properties of specific wood-based materials carbonised in a nitrogen atmosphere. *Wood Science and Technology* 38 (5): 323–333.

9 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1 Herstellungsprozess biogener SiC-Keramiken.....	12
Abbildung 2 Einteilung von möglichen Geometrien von Formteilen in Anlehnung an Ashby (2011)	19
Abbildung 3 Ablaufschema zur Herstellung unterschiedlicher Formteile mittels formgebender Verfahren.....	22
Abbildung 4 Raumrichtungen der Proben als Grünling und nach dem Karbonisieren (schematisch, Dicke < Breite < Länge)	28
Abbildung 5 Bisherige Vorgehensweise im Vergleich mit den neuen Formgebungsverfahren	29
Abbildung 6 Durchgeführte Verfahren.....	34
Abbildung 7 Pflugscharmischer für Mischversuche an der FH Salzburg	35
Abbildung 8 Presskuchen in einem Rahmen aus Holzweichfaserplatten bei der Pressung an der FH Salzburg	36
Abbildung 9 Formgepresster Grünkörper und SiC Körper Schwärmerei und Formpresse bei SGL Carbon	37
Abbildung 10 Eirichmischer und hergestelltes Granulat des Telleragglomerators.....	38
Abbildung 11 Doppelschneckenextruder des Unternehmens SGL Carbon und hergestelltes Granulat.....	40
Abbildung 12 Grünkörper mit 10cm Dicke und extrudierte Grünkörper und daraus hergestellte SiC- Keramik.....	41
Abbildung 13 Variabilität von Eigenschaften der Grünkörper in Abhängigkeit vom Harzsystem	43
Abbildung 14 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Harzsystem.....	44
Abbildung 15 Einfluss der Feuchte der Grünkörper auf E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Harzsystem.....	44
Abbildung 16 Variabilität der Eigenschaften der Grünkörper in Abhängigkeit vom Bindemittelanteil.....	45
Abbildung 17 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Bindemittelanteil	46
Abbildung 18 Variabilität der Eigenschaften der Grünkörper in Abhängigkeit vom Graphitzusatz	47
Abbildung 19 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Zusatz von Graphit	47
Abbildung 20 Variabilität der Eigenschaften der Grünkörper in Abhängigkeit von der Verstärkung mit Kohlefasern	48

Abbildung 21 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Zusatz von Kohlefaser	49
Abbildung 22 Variabilität der Eigenschaften der Grünkörper in Abhängigkeit von der Verstärkung mit Mittellage	50
Abbildung 23 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Zusatz von Kohlefaser	50
Abbildung 24 Einfluss der Rohdichte der Grünkörper auf Feuchte, E-Modul und Biegefestigkeit in Abhängigkeit vom Zusatz von Kohlefaser	51
Abbildung 25 Zusammenhang von Darr- und Rohdichte der Grünkörper mit der Dichte des Karbonkörpers in Abhängigkeit vom Bindemittel	52
Abbildung 26 Abhängigkeit des Schwunds [%] in den drei Raumrichtungen (Breite, Dicke und Längs) von der Rohdichte und Darrdichte des Grünkörpers sowie der Dichte des Karbonkörpers	53
Abbildung 27 Einfluss der des Bindemittels auf die Schwundmaße in den drei Raumrichtungen	53
Abbildung 28 Zusammenhang der Schwundmaße (Breite-Dicke, Breite-Länge, Länge-Dicke) in Abhängigkeit vom Bindemittel	54
Abbildung 29 Zusammenhang von Masseverlust des Karbonkörpers mit der Rohdichte des Grünkörpers in Abhängigkeit von der Rohdichte	54
Abbildung 30 Einfluss der Rohdichte von Bakelite PF 6109 FP gebundenen Grünkörpern auf den Masseverlust	55
Abbildung 31 Einfluss der Rohdichte von Bakelite PF 6109 FP gebundener Grünkörper auf den Masseverlust in Abhängigkeit von Zusatzfasern	55