

# Inhaltsverzeichnis

<b>Danksagung</b>	II
<b>Inhaltsverzeichnis</b>	III
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	VII
<b>Tabellenverzeichnis</b>	XI
<b>Abkürzungsverzeichnis</b>	XIII
<b>Formelzeichen</b>	XV
<b>1 Einleitung</b>	1
<b>2 Anwendungsszenario, Grundlagen und Stand der Technik</b>	3
<b>2.1 Beschreibung des Anwendungsszenarios</b>	3
<b>2.1.1 Anforderungen an struktur- und funktionskeramische Fasern</b>	3
<b>2.1.2 Anforderungen an piezokeramische Fasern</b>	4
<b>2.2 Herstellung keramischer Fasern – Grundlagen</b>	6
<b>2.2.1 Grundlagen zu keramischen Fasern – verwendete Begriffe</b>	7
<b>2.2.2 Grundlagen zu keramischen Fasern – Geschichte der Herstellungs-technologien</b>	7
<b>2.2.3 Grundlagen zu keramischen Fasern – keramische Herstellungsrouterne</b>	9
Präkursorsbasierte keramische Syntheseroute	9
Pulverkeramische Prozesskette	9
<b>2.2.4 Grundlagen zu keramischen Fasern – Materialaustrag, Extrusion und Dosierung</b>	12
Materialaustrag	12
Extrusion	12
Dosierung	12
<b>2.3 Herstellung keramischer Fasern – Stand der Technik</b>	13
<b>2.3.1 Strangpressen/Extrusion</b>	14
<b>2.3.2 Schmelz-Extraktion</b>	16
<b>2.3.3 Sol-Gel-Verfahren</b>	16
<b>2.3.4 Kombination aus Sol-Gel-Verfahren und Extrusion</b>	18
<b>2.3.5 Nassspinnverfahren (Phaseninversionsverfahren)</b>	19
Viscous Suspension Spinning Process	19
Lyocell/ALCERU-Verfahren	20
Polysulfon-Verfahren	21
<b>2.3.6 Bewertung der bekannten Verfahren hinsichtlich ihrer Eignung zur Herstellung piezokeramischer Fasern</b>	21
<b>2.4 Polysulfon-Verfahren – ein spezielles Phaseninversionsverfahren</b>	23
<b>2.4.1 Entwicklungsgeschichte der Phaseninversionsverfahren</b>	23
<b>2.4.2 Phaseninversionsverfahren zur Herstellung polymerer Membranen</b>	25
Phaseninversionsverfahren – allgemeiner Ablauf	25
Phaseninversionsverfahren – Mechanismus der Phasentrennung	26
Phaseninversionsverfahren – Porenbildung	27
<b>2.4.3 Polysulfon-Verfahren zur Herstellung keramischer Membranen</b>	30
<b>2.4.4 Bewertung des Polysulfon-Verfahrens bzgl. der Herstellung keramischer Fasern</b>	31

<b>2.5</b>	<b>Präzisierte Aufgabenstellung</b>	<b>32</b>
<b>3</b>	<b>Methodik und Experimentelles</b>	<b>33</b>
<b>3.1</b>	<b>Materialien</b>	<b>33</b>
3.1.1	<b>Bindersystem, Lösungsmittel und Nichtlösungsmittel</b>	<b>33</b>
3.1.1.1	Polysulfon (PSU) – das Polymer	33
3.1.1.2	N-Methyl-Pyrrolidon (NMP) – das Lösungsmittel	34
3.1.1.3	Wasser – das Nichtlösungsmittel	34
<b>3.1.2</b>	<b>Keramische Materialien</b>	<b>34</b>
3.1.2.1	Blei-Zirkonat-Titanat (PZT)	34
3.1.2.2	Aluminiumoxid	35
<b>3.2</b>	<b>Prozess- und Anlagentechnik für Versuche zur Ermittlung der Porenbildungsmechanismen</b>	<b>36</b>
<b>3.2.1</b>	<b>Aufbereitung</b>	<b>36</b>
3.2.1.1	Binderherstellung	36
3.2.1.2	Suspensionsaufbereitung	37
3.2.1.3	Entlüften und Abfüllen der Suspension	38
<b>3.2.2</b>	<b>Formgebung</b>	<b>40</b>
3.2.2.1	Manuell geführte oder statische Dispenserkartusche	40
3.2.2.2	Automatisch geführte Dispenserkartusche	41
<b>3.2.3</b>	<b>Trocknung</b>	<b>42</b>
<b>3.2.4</b>	<b>Entbinderung und Sinterung</b>	<b>43</b>
3.2.4.1	Entbinderung und Sinterung piezokeramischer Grünfasern	43
3.2.4.2	Entbinderung und Sinterung von Testkörpern aus $\text{Al}_2\text{O}_3$	44
<b>3.3</b>	<b>Charakterisierungsmethoden</b>	<b>44</b>
<b>3.3.1</b>	<b>Rheologische Untersuchungen</b>	<b>44</b>
<b>3.3.2</b>	<b>Bestimmung der Porosität</b>	<b>45</b>
<b>3.3.3</b>	<b>Bewertung der Fasermorphometrie</b>	<b>46</b>
3.3.3.1	Bestimmung von Faserdurchmesser und Rundheit	47
3.3.3.2	Bewertung der Geradheit	48
<b>3.3.4</b>	<b>Charakterisierung der gesinterten Fasern mittels Bruchflächenanalyse</b>	<b>49</b>
<b>3.3.5</b>	<b>Charakterisierung der mechanischen Fasereigenschaften</b>	<b>51</b>
3.3.5.1	Zugversuch an der Eidgenössischen Materialprüfungs- und Forschungsanstalt Dübendorf	51
3.3.5.2	Zugversuchsprüfstand am Leibnitz Institut für Polymerforschung (IPF) in Dresden	52
<b>3.4</b>	<b>Statistische Versuchsplanung</b>	<b>52</b>
<b>3.4.1</b>	<b>Grundlagen zur statistischen Versuchsplanung</b>	<b>52</b>
<b>3.4.2</b>	<b>Begriffsdefinitionen für statistische Versuchsplanung</b>	<b>53</b>
<b>3.4.3</b>	<b>Erstellung und Auswertung des statistischen Versuchsplanes</b>	<b>54</b>
<b>4</b>	<b>Versuche mit niedrigpartikelgefüllten Suspensionen</b>	<b>57</b>
<b>4.1</b>	<b>Vorversuche mit niedrigpartikelgefüllten Suspensionen und manuell geführter Dispenserkartusche</b>	<b>57</b>
<b>4.1.1</b>	<b>Vorüberlegungen zu den Vorversuchen</b>	<b>57</b>
<b>4.1.2</b>	<b>spezielle Methodik und Anlagentechnik zu den Vorversuchen</b>	<b>57</b>
<b>4.1.3</b>	<b>Ergebnisse der Vorversuche und Diskussion</b>	<b>59</b>
4.1.3.1	Molekulargewicht des PSU	60
4.1.3.2	Spinndüsendurchmesser	60
4.1.3.3	Trockenzeitz vor dem Kontakt mit Fällbad	61
4.1.3.4	Polymer- und Feststoffanteil, Fällbadzusammensetzung und -temperatur	61

<b>4.2</b>	<b>Statistische Versuchsplanung mit niedrigpartikelgefüllten Suspensionen</b>	<b>61</b>
4.2.1	Vorüberlegungen zu den DoE-Versuchen	61
4.2.2	Erstellung des Versuchsplanes mit niedrigpartikelgefüllten Suspensionen	61
4.2.3	spezielle Methodik und Anlagentechnik zu den DoE-Versuchen	63
4.2.4	Ergebnisse der DoE-Versuche und Diskussion	63
4.2.5	weitere Charakterisierung der Fasern aus niedrigpartikelgefüllten Suspensionen	70
4.2.5.1	Bruchflächenanalyse & Morphologie der Fasern aus niedrigpartikelgefüllten Suspensionen	70
4.2.5.2	Morphologie der Fasern aus niedrigpartikelgefüllten Suspensionen	73
4.2.5.3	mechanische Charakterisierung der piezokeramischen Fasern	76
4.2.6	Zusammenfassung und Schlussfolgerungen aus den Versuchen mit niedrigpartikelgefüllten Suspensionen	77
<b>5</b>	<b>Porenbildung bei hochpartikelgefüllten PSU-basierten Suspensionen – Hypothese und Verifizierung</b>	<b>79</b>
5.1	Hypothese zum Porenbildungsmechanismen beim PSU-Verfahren	79
5.2	Verifizierung der Hypothese zur Porenbildung unter Verwendung einer $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Suspension	81
5.3	Verifizierung der Hypothese zur Porenbildung durch Extrapolation	84
5.3.1	Vorüberlegungen zu Versuchen mit hochviskosen Suspensionen	84
5.3.2	Versuche für hochviskose Suspensionen am HKV	85
5.3.2.1	Versuchsdurchführung mittels HKV	85
5.3.2.2	Ergebnisse der Versuche am HKV	86
5.3.2.3	Zusammenfassung und Schlussfolgerungen aus Versuchen am HKV	86
5.3.3	Versuche für hochviskose Suspensionen mittels Labor-Kolbenextruder	87
5.3.3.1	notwendige Anpassung der Anlagen- & Verfahrenstechnik für hochviskose Suspensionen	87
5.3.3.2	Versuchsdurchführung mittels Labor-Kolbenextruder und hochviskosen Suspensionen	87
5.3.3.3	Ergebnisse der Versuche mittels Labor-Kolbenextruder und hochviskosen Suspensionen	87
5.3.3.4	Zusammenfassung und Schlussfolgerungen aus Versuchen mittels Labor-Kolbenextruder	89
5.4	Zusammenfassung zu Porenbildungsmechanismen beim PSU-Verfahren	90
<b>6</b>	<b>Entwicklung der Verfahrens- und Anlagentechnik</b>	<b>91</b>
6.1	Bewertung der genutzten Anlagentechnik	91
6.1.1	druckgesteuerter Materialaustrag auf Basis von Einweg-Kunststoff-kartuschen	91
6.1.2	volumengesteuerter Materialaustrag mittels Hochdruckkapillarviskosimeter	93
6.1.3	volumengesteuerter Materialaustrag mittels Labor-Kolbenextruder	93
6.1.4	zusammenfassende Bewertung der genutzten Anlagentechnik	95
6.2	optimierte Anlagen- und Prozesstechnik	96
6.2.1	neue Faserspinnanlage – Konzeptionierung und Realisierung	97
6.2.1.1	Austragungsprinzip und -technik	97
6.2.1.2	Bewegungsprinzip	100
6.2.1.3	Entlüften und Abfüllen	100

6.2.1.4	Faserablage und -handhabung	101
6.2.1.5	Steigerung der Produktivität	102
<b>6.2.2</b>	<b>Untersuchung zu geeigneten Dispergierhilfsmitteln</b>	<b>102</b>
<b>6.2.3</b>	<b>Suspensionsherstellung und Prozessführung</b>	<b>104</b>
<b>6.3</b>	<b>Verifizierung der neuen Anlagen- und Prozesstechnik</b>	<b>104</b>
<b>6.3.1</b>	<b>Suspensionszusammensetzung</b>	<b>104</b>
<b>6.3.2</b>	<b>Charakterisierung der hergestellten Fasern</b>	<b>104</b>
6.3.2.1	Porositätsbestimmung	104
6.3.2.2	Fasergeometrie	106
6.3.2.3	Bruchflächenanalyse	109
6.3.2.4	weitere Charakterisierung der mit der neuen Faserspinnanlage hergestellten Fasern	110
<b>6.4</b>	<b>Zusammenfassende Bewertung der neuen Anlagen- und Prozesstechnik</b>	<b>111</b>
<b>7</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>113</b>
<b>Anhang</b>		<b>XVII</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>		<b>XIX</b>