

# Inhaltsverzeichnis

<b>Danksagung</b>	<b>II</b>
<b>Inhaltsverzeichnis</b>	<b>III</b>
<b>Abbildungsverzeichnis</b>	<b>VII</b>
<b>Tabellenverzeichnis</b>	<b>XI</b>
<b>Abkürzungsverzeichnis</b>	<b>XIII</b>
<b>Formelzeichen</b>	<b>XV</b>

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Anwendungsszenario, Grundlagen und Stand der Technik</b>	<b>3</b>
2.1	Beschreibung des Anwendungsszenarios	3
2.1.1	Anforderungen an strukturelle- und funktionskeramische Fasern	3
2.1.2	Anforderungen an piezokeramische Fasern	4
2.2	Herstellung keramischer Fasern – Grundlagen	6
2.2.1	Grundlagen zu keramischen Fasern – verwendete Begriffe	7
2.2.2	Grundlagen zu keramischen Fasern – Geschichte der Herstellungstechnologien	7
2.2.3	Grundlagen zu keramischen Fasern – keramische Herstellungsrouten	9
2.2.3.1	Präkursoren-basierte keramische Syntheseroute	9
2.2.3.2	Pulverkeramische Prozesskette	9
2.2.4	Grundlagen zu keramischen Fasern – Materialaustrag, Extrusion und Dosierung	12
2.2.4.1	Materialaustrag	12
2.2.4.2	Extrusion	12
2.2.4.3	Dosierung	12
2.3	Herstellung keramischer Fasern – Stand der Technik	13
2.3.1	Strangpressen/Extrusion	14
2.3.2	Schmelz-Extraktion	16
2.3.3	Sol-Gel-Verfahren	16
2.3.4	Kombination aus Sol-Gel-Verfahren und Extrusion	18
2.3.5	Nassspinnverfahren (Phaseninversionsverfahren)	19
2.3.5.1	Viscous Suspension Spinning Process	19
2.3.5.2	Lyocell/ALCERU-Verfahren	20
2.3.5.3	Polysulfon-Verfahren	21
2.3.6	Bewertung der bekannten Verfahren hinsichtlich ihrer Eignung zur Herstellung piezokeramischer Fasern	21
2.4	Polysulfon-Verfahren – ein spezielles Phaseninversionsverfahren	23
2.4.1	Entwicklungsgeschichte der Phaseninversionsverfahren	23
2.4.2	Phaseninversionsverfahren zur Herstellung polymerer Membranen	25
2.4.2.1	Phaseninversionsverfahren – allgemeiner Ablauf	25
2.4.2.2	Phaseninversionsverfahren – Mechanismus der Phasentrennung	26
2.4.2.3	Phaseninversionsverfahren – Porenbildung	27
2.4.3	Polysulfon-Verfahren zur Herstellung keramischer Membranen	30
2.4.4	Bewertung des Polysulfon-Verfahrens bzgl. der Herstellung keramischer Fasern	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>
<b>3.1.1</b>	<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 Leibniz 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	Spindnüsensdurchmesser	60
4.1.3.3	Trockenzeit 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>
<b>4.2.1</b>	<b>Vorüberlegungen zu den DoE-Versuchen</b>	<b>61</b>
<b>4.2.2</b>	<b>Erstellung des Versuchsplanes mit niedrigpartikelgefüllten Suspensionen</b>	<b>61</b>
<b>4.2.3</b>	<b>spezielle Methodik und Anlagentechnik zu den DoE-Versuchen</b>	<b>63</b>
<b>4.2.4</b>	<b>Ergebnisse der DoE-Versuche und Diskussion</b>	<b>63</b>
<b>4.2.5</b>	<b>weitere Charakterisierung der Fasern aus niedrigpartikelgefüllten Suspensionen</b>	<b>70</b>
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
<b>4.2.6</b>	<b>Zusammenfassung und Schlussfolgerungen aus den Versuchen mit niedrigpartikelgefüllten Suspensionen</b>	<b>77</b>
<b>5</b>	<b>Porenbildung bei hochpartikelgefüllten PSU-basierten Suspensionen – Hypothese und Verifizierung</b>	<b>79</b>
<b>5.1</b>	<b>Hypothese zum Porenbildungsmechanismen beim PSU-Verfahren</b>	<b>79</b>
<b>5.2</b>	<b>Verifizierung der Hypothese zur Porenbildung unter Verwendung einer Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Suspension</b>	<b>81</b>
<b>5.3</b>	<b>Verifizierung der Hypothese zur Porenbildung durch Extrapolation</b>	<b>84</b>
<b>5.3.1</b>	<b>Vorüberlegungen zu Versuchen mit hochviskosen Suspensionen</b>	<b>84</b>
<b>5.3.2</b>	<b>Versuche für hochviskose Suspensionen am HKV</b>	<b>85</b>
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
<b>5.3.3</b>	<b>Versuche für hochviskose Suspensionen mittels Labor-Kolbenextruder</b>	<b>87</b>
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
<b>5.4</b>	<b>Zusammenfassung zu Porenbildungsmechanismen beim PSU-Verfahren</b>	<b>90</b>
<b>6</b>	<b>Entwicklung der Verfahrens- und Anlagentechnik</b>	<b>91</b>
<b>6.1</b>	<b>Bewertung der genutzten Anlagentechnik</b>	<b>91</b>
<b>6.1.1</b>	<b>druckgesteuerter Materialaustrag auf Basis von Einweg-Kunststoff-kartuschen</b>	<b>91</b>
<b>6.1.2</b>	<b>volumengesteuerter Materialaustrag mittels Hochdruckkapillarviskosimeter</b>	<b>93</b>
<b>6.1.3</b>	<b>volumengesteuerter Materialaustrag mittels Labor-Kolbenextruder</b>	<b>93</b>
<b>6.1.4</b>	<b>zusammenfassende Bewertung der genutzten Anlagentechnik</b>	<b>95</b>
<b>6.2</b>	<b>optimierte Anlagen- und Prozesstechnik</b>	<b>96</b>
<b>6.2.1</b>	<b>neue Faserspinnanlage – Konzeptionierung und Realisierung</b>	<b>97</b>
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>