

Schlickergießen von Silicatkeramik-Tiegeln mittels statistischer Versuchsplanung

von

Tanja Einhellinger

in der

Fakultät Werkstofftechnik

der Georg-Simon-Ohm-Hochschule
für angewandte Wissenschaft - Fachhochschule Nürnberg

zur Erlangung des akademischen Grades

Diplom-Ingenieur (FH)

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|-------|---|----|
| 1 | Einleitung | 2 |
| 2 | Experimentelles | 2 |
| 2.1 | Auswahl des Versuchsplans | 3 |
| 2.2 | Herstellung | 4 |
| 2.2.1 | Schlickergießen | 4 |
| 2.2.2 | Trocknen..... | 5 |
| 2.2.3 | Sägen und Brennen | 5 |
| 2.3 | Charakterisierung | 6 |
| 2.3.1 | Gewichtsverlust beim Trocknen..... | 6 |
| 2.3.2 | Scherbenbildung | 6 |
| 2.3.3 | Dichte und offene Porosität..... | 6 |
| 2.4 | Auswertung und multiple Zielgrößenoptimierung | 7 |
| 3 | Ergebnisse | 7 |
| 3.1 | Charakterisierung der ungebrannten Tiegel | 7 |
| 3.1.1 | Gewichtsverlust beim Trocknen..... | 7 |
| 3.1.2 | Scherbendicke..... | 8 |
| 3.2 | Charakterisierung der gebrannten Tiegelproben | 9 |
| 3.2.1 | Dichte | 9 |
| 3.2.2 | Offene Porosität | 10 |
| 4 | Multiple Zielgrößenoptimierung | 11 |

Abbildungsverzeichnis

| | | |
|---------------|---|----|
| Abbildung 1: | Schematischer Ablauf der Diplomarbeit | 2 |
| Abbildung 2: | Zentral zusammengesetzter Versuchsplan für 2 Faktoren..... | 3 |
| Abbildung 3: | Beispiele für runde Tiegel nach 2, 5 und 10 min Standzeit | 4 |
| Abbildung 4: | Beispiele für getrocknete Tiegel nach 2, 5 und 10 min Standzeit | 5 |
| Abbildung 5: | Darstellung der Probenentnahme..... | 5 |
| Abbildung 6: | Bestimmung der Scherbendicke..... | 6 |
| Abbildung 7: | Beispiele halbierter Tiegel nach 2, 5 und 10 min Standzeit..... | 6 |
| Abbildung 8: | Gewichtsverlust beim Trocknen..... | 7 |
| Abbildung 9: | Scherbendicke nach 2 min Standzeit | 8 |
| Abbildung 10: | Scherbendicke nach 5 min Standzeit | 8 |
| Abbildung 11: | Dichte nach dem Brand | 9 |
| Abbildung 12: | Offene Porosität nach dem Brand | 10 |
| Abbildung 13: | Optimierungsdiagramm der Statistiksoftware Minitab | 11 |

1 Einleitung

Ziel dieser Diplomarbeit ist es, mittels statistischer Versuchsplanung einen Gießschlicker zur Herstellung von Silicatkeramik-Tiegeln zu optimieren. Dazu werden Dispergiermittelmenge und Feststoffgehalt mit Hilfe eines Versuchsplans variiert, um die ideale Einstellung mit den besten Eigenschaften bestimmen zu können.

2 Experimentelles

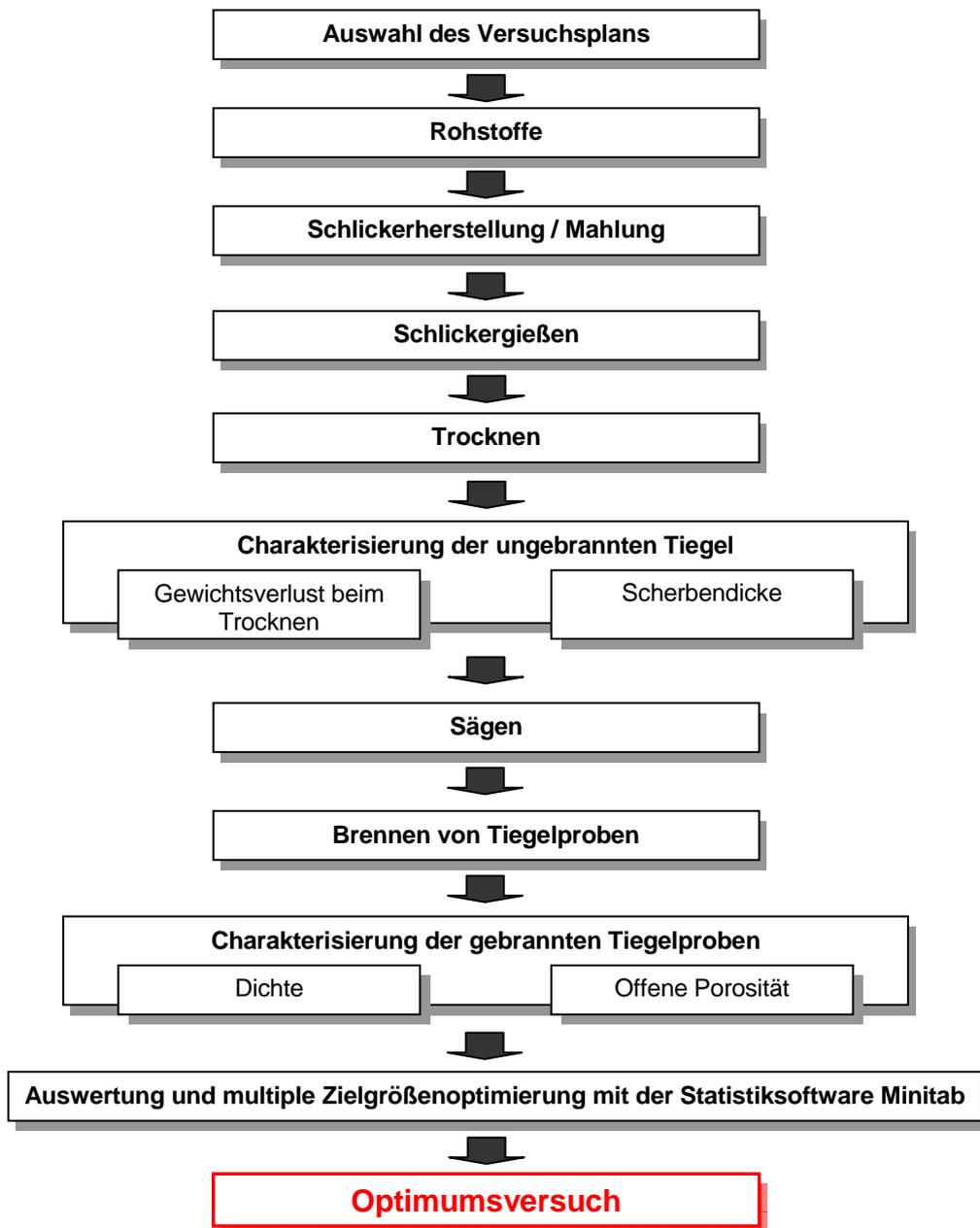


Abbildung 1: Schematischer Ablauf der Diplomarbeit

2.1 Auswahl des Versuchsplans

Um die quantitative Abhängigkeit der Zielgrößen (Dichte, Scherbendicke, ...) von den Einflussgrößen (Feststoffgehalt und Dispergiermittelmenge) zu bestimmen, wurde mit Hilfe der Statistiksoftware Minitab ein zentral zusammengesetzter Versuchsplan erstellt (siehe Abbildung 2 und Tabelle 1). Dieser Versuchsplan für nichtlineare Zusammenhänge ermöglicht bei überschaubarem Versuchsaufwand die detaillierte mathematische Beschreibung der Zielgrößen und das Aufspüren eventuell vorhandener Maxima oder Minima.

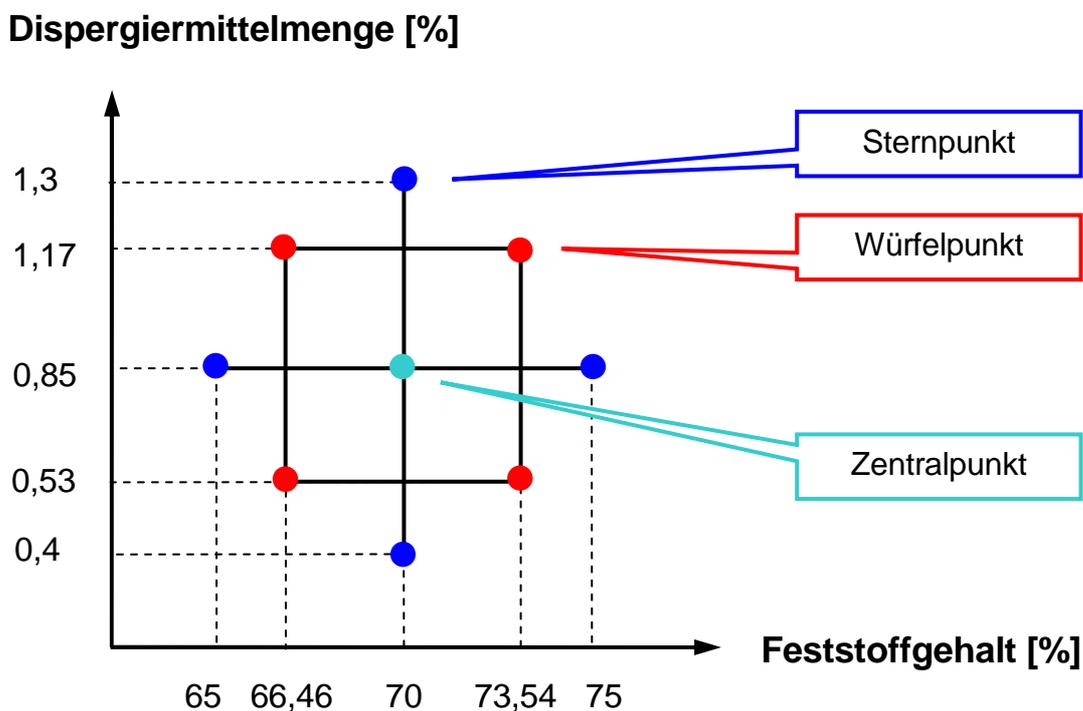


Abbildung 2: Zentral zusammengesetzter Versuchsplan für 2 Faktoren

Anmerkung 1:

Der (kodierte) Abstand der Sternpunkte vom Zentralpunkt $|\alpha| = 1,414$ wird von der Statistiksoftware Minitab standardmäßig so berechnet, dass Drehbarkeit gewährleistet wird. In einem drehbaren Versuchsplan ist für alle Punkte mit gleichem Abstand zum Zentralpunkt die Breite des Prognoseintervalls gleich groß.

Tabelle 1: Tabellarischer Versuchsplan

| Versuch | Feststoffgehalt [%] | Dispergiermittelmenge [%] | Position im Versuchsplan |
|---------|---------------------|---------------------------|--------------------------|
| 1 | 66,46 | 0,53 | Würfelpunkte |
| 2 | 66,46 | 1,17 | |
| 3 | 73,54 | 1,17 | |
| 4 | 73,54 | 0,53 | |
| 5 | 70 | 0,4 | Sternpunkte |
| 6 | 65 | 0,85 | |
| 7 | 70 | 1,3 | |
| 8 | 75 | 0,85 | |
| 9 | 70 | 0,85 | Zentralpunkt |

Anmerkung 2:

Die Durchlaufreihenfolge aller Versuche wird von der Statistiksoftware Minitab automatisch randomisiert, um die Effekte irrelevanter oder nicht steuerbarer Bedingungen wie z.B die Umgebungstemperatur auszugleichen.

2.2 Herstellung

2.2.1 Schlickergießen

Nach vollendeter Mahlung auf die gewünschte Korngröße wurden aus allen Schlickern runde Tiegel von ca. 5 cm Höhe hergestellt. Im dazu verwendeten Hohl-gussverfahren wurden die Gipsformen bis oben hin mit Schlicker gefüllt. Bei Erreichen der vorgegebenen Standzeiten (2, 5 und 10 Minuten) war der restliche Schlicker, dem bislang noch kein Wasser entzogen wurde, abzugießen.



Abbildung 3: Beispiele für runde Tiegel nach 2, 5 und 10 min Standzeit

2.2.2 Trocknen

Anschließend wurden die Tiegel vorsichtig entformt und mindestens zwei Tage lang im 40°C-Trockenschrank getrocknet.



Abbildung 4: Beispiele für getrocknete Tiegel nach 2, 5 und 10 min Standzeit

2.2.3 Sägen und Brennen

Mit einer Diamanttrennsäge wurden den vollständig getrockneten Tiegeln ca. 15 x 25 mm² große Proben für die Durchführung der Brennversuche entnommen. Die heraus gesägten Tiegelproben wurden dann bei verschiedenen Temperaturen im Ofen gebrannt.



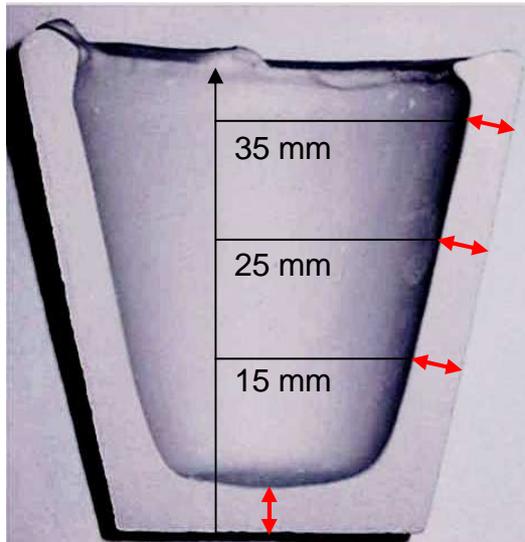
Abbildung 5: Darstellung der Probenentnahme

2.3 Charakterisierung

2.3.1 Gewichtsverlust beim Trocknen

Um den mittleren Gewichtsverlust der Tiegel beim Trocknen zu berechnen, war eine Wägung der Tiegel vor und nach vollständiger Trocknung durchzuführen.

2.3.2 Scherbenbildung



Die Scherbendicken nach den vorgegebenen Standzeiten der Schlicker in den Gipsformen (2, 5 und 10 min) wurden an getrockneten und halbierten runden Tiegeln ermittelt. Dabei wurde die Dicke der Wand an drei Stellen und die Bodendicke mit einer digitalen Schieblehre gemessen. Die Positionen der Messpunkte sind in Abbildung 6 dargestellt.

Abbildung 6: Bestimmung der Scherbendicke



Abbildung 7: Beispiele halbiertes Tiegel nach 2, 5 und 10 min Standzeit

2.3.3 Dichte und offene Porosität

Die Dichte und offene Porosität der gebrannten Tiegelstücke wurde nach der Auftriebsmethode (Archimedes) mit zusätzlicher Wägung der getränkten Proben an Luft bestimmt.

2.4 Auswertung und multiple Zielgrößenoptimierung

Anhand der aufgenommenen Messdaten, wurden mit Hilfe der Statistiksoftware Minitab für alle Zielgrößen Regressionsmodelle berechnet und diese graphisch dargestellt. Anschließend wurde die multiple Zielgrößenoptimierung der Statistiksoftware genutzt. Dieses Feature erlaubt es, die Einstellungen der Eingabevariablen so zu bestimmen, dass eine Gruppe von Zielgrößen gleichzeitig optimiert wird. Somit konnte die optimale Einstellung von Feststoffgehalt und Dispergiermittelmenge unkompliziert und schnell festgelegt werden.

3 Ergebnisse

3.1 Charakterisierung der ungebrannten Tiegel

3.1.1 Gewichtsverlust beim Trocknen

Wie zu erwarten steigt der Gewichtsverlust beim Trocknen mit abnehmendem Feststoffgehalt an. Außerdem wird der Gewichtsverlust mit zunehmendem Anteil an Dispergiermittel größer.

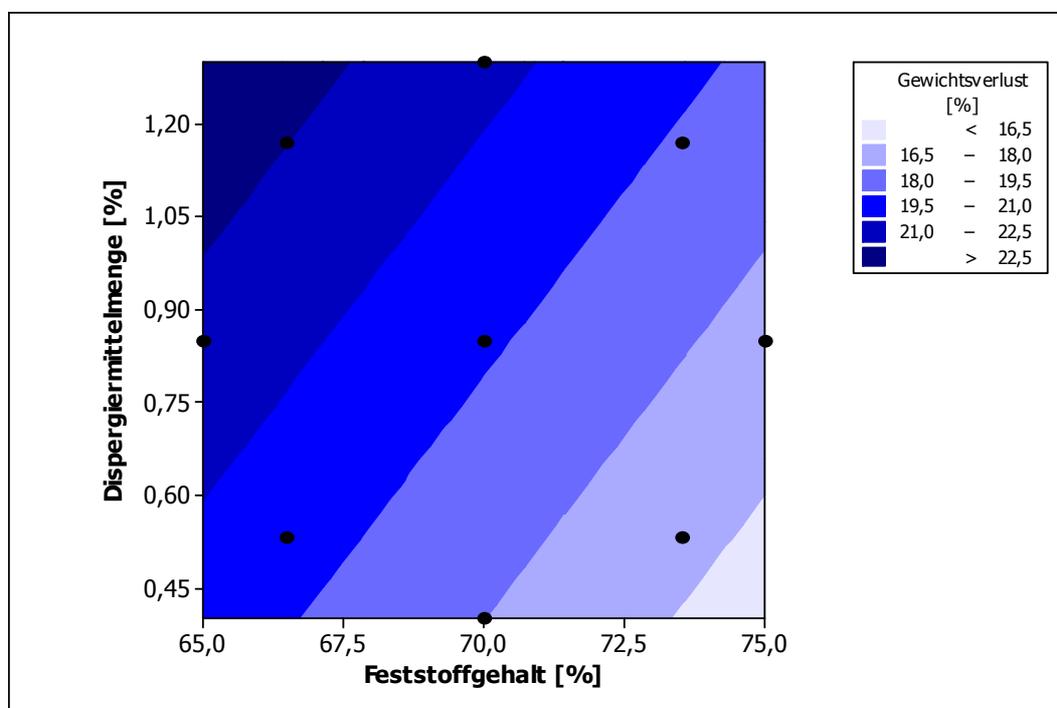


Abbildung 8: Gewichtsverlust beim Trocknen

3.1.2 Scherbendicke

Mit ansteigendem Gehalt an Dispergiermittel und Feststoff, sowie längeren Standzeiten (Wurzel-t-Gesetz) nimmt die Scherbendicke zu.

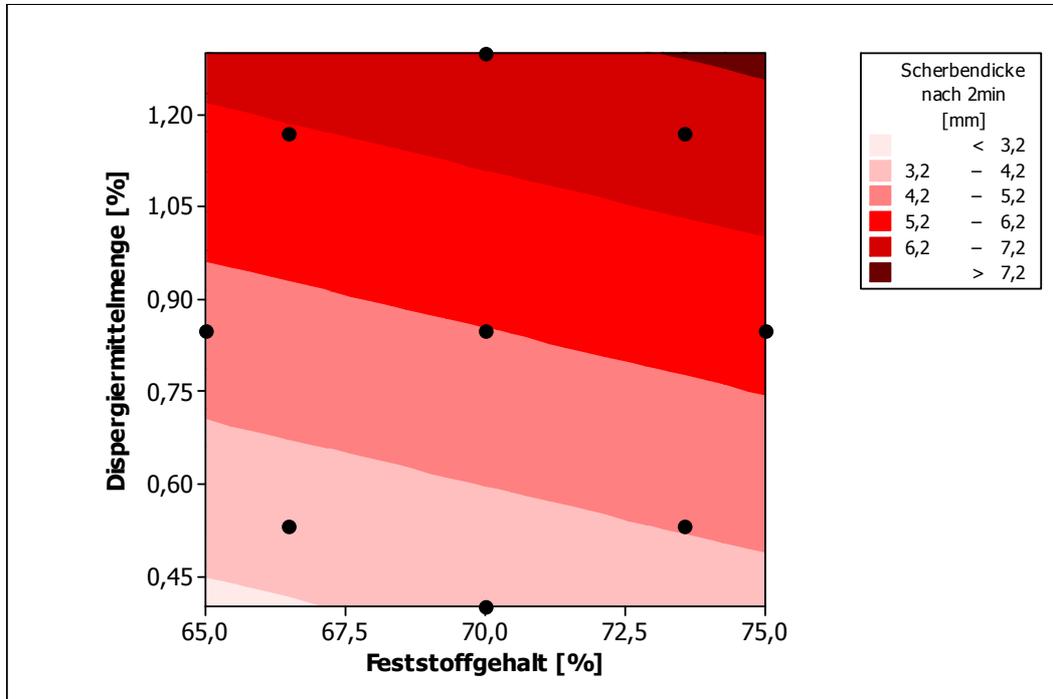


Abbildung 9: Scherbendicke nach 2 min Standzeit

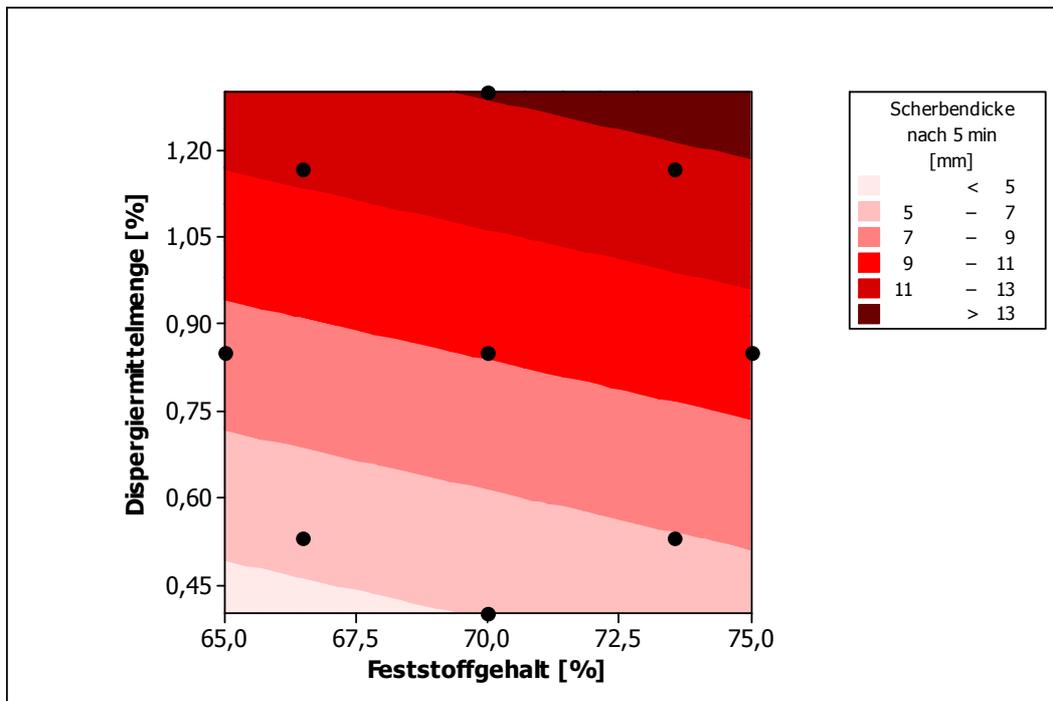


Abbildung 10: Scherbendicke nach 5 min Standzeit

3.2 Charakterisierung der gebrannten Tiegelproben

3.2.1 Dichte

Die höchsten Werte der Dichte befinden sich im Bereich hoher Feststoffgehalte und geringer Dispergiermittelmengen, die niedrigsten Werte im Bereich geringer Feststoffgehalte und großer Dispergiermittelmengen.

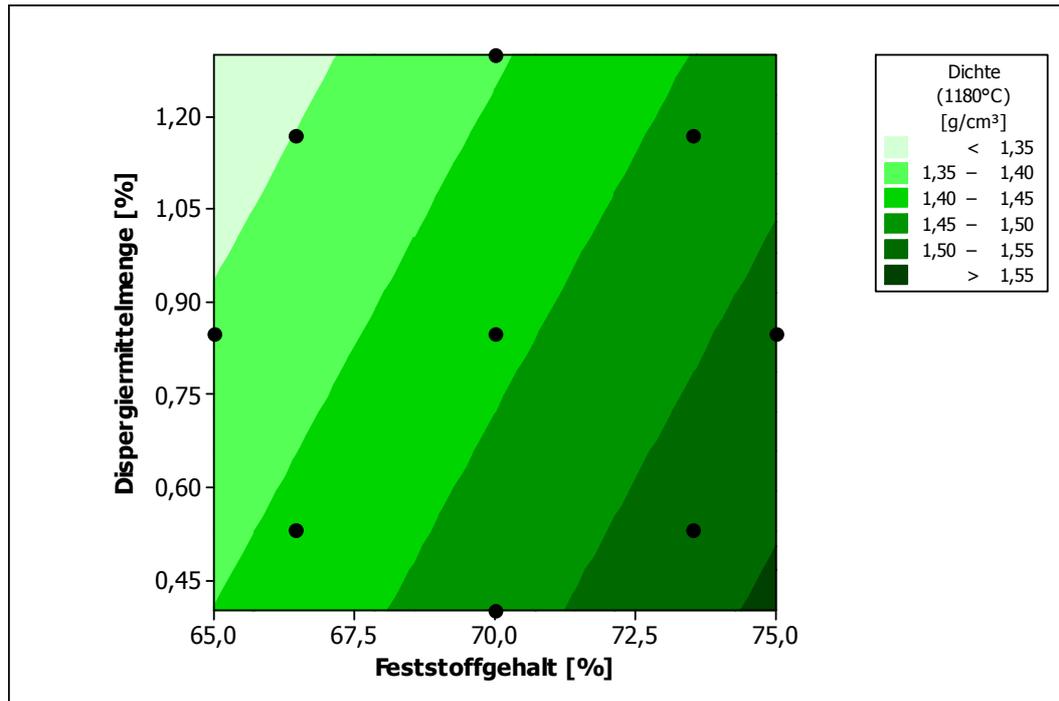


Abbildung 11: Dichte nach dem Brand

3.2.2 Offene Porosität

Die Werte der offenen Porositäten verhalten sich, wie zu erwarten, genau entgegengesetzt zum Trend der Dichte.

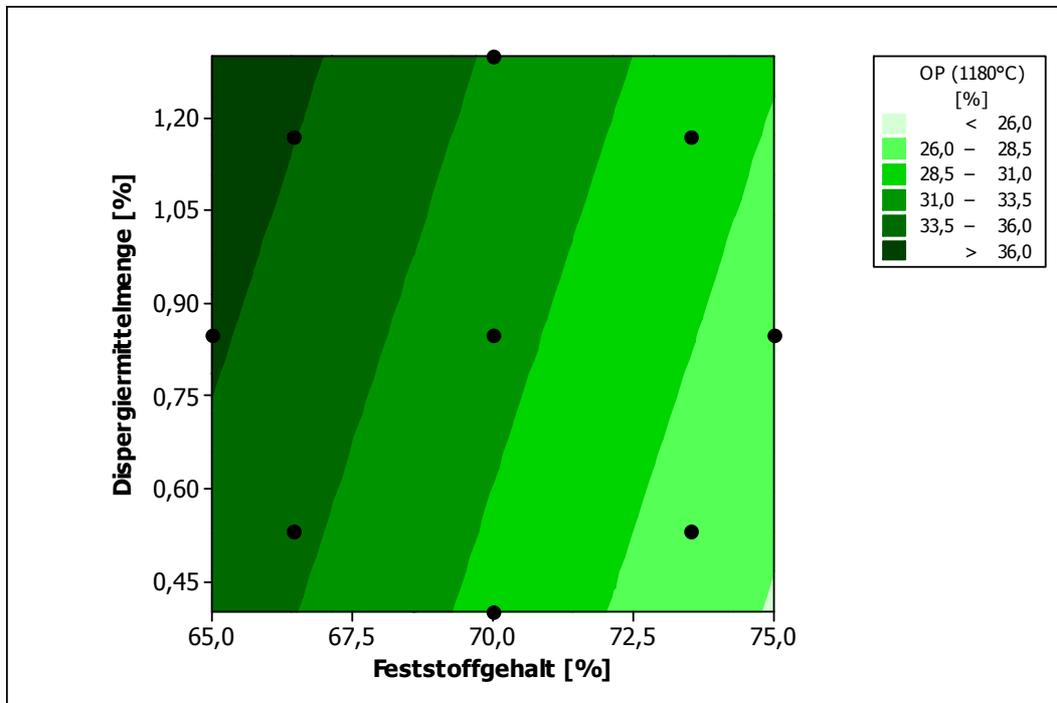


Abbildung 12: Offene Porosität nach dem Brand

4 Multiple Zielgrößenoptimierung

Optimiert wurde nach den beiden wichtigsten Zielgrößen: Scherbendicke nach 5 min und Dichte nach dem Brand. Dabei sollten beide möglichst hohe Werte annehmen.

Mit Hilfe der Statistiksoftware Minitab wurde eine optimale Einstellung von 75% Feststoffgehalt und ca. 0,62% Dispergiermittelmenge berechnet (Abbildung 13).

Bei diesen Einstellungen soll der Silicatkeramik-Scherben nach 5 min eine Dicke von 8 mm erreichen. Für die Dichte nach dem Brand wird ein Wert von 1,54 g/cm³ prognostiziert.

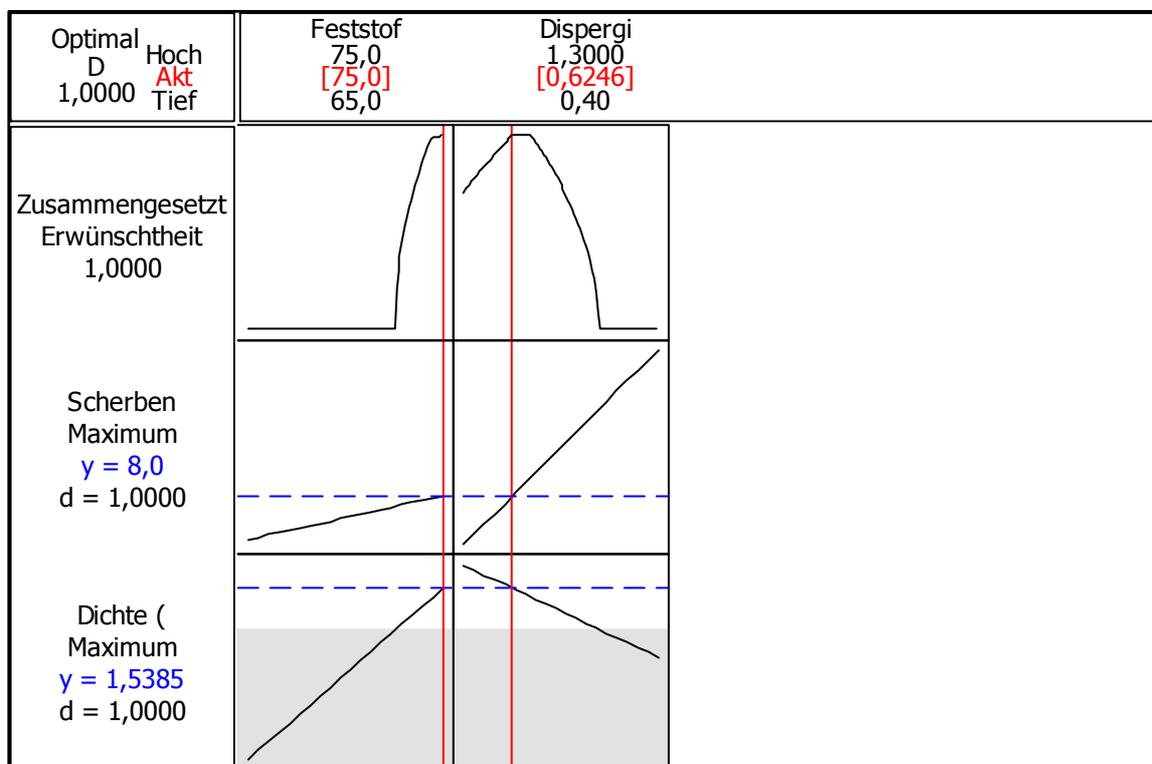


Abbildung 13: Optimierungsdiagramm der Statistiksoftware Minitab