



Im Rahmen des Materialforschungs-Programms Matfo der Bundesrepublik laufen zahlreiche Projekte, die sich mit praktischen Umsetzungen von in Labors gesammelten Erkenntnissen befassen. Dazu wurden Institute und Firmen zusammengefaßt. Fünf Beteiligte arbeiten an mit Verbundkeramik, die vor allem im Hochtemperaturbereich eingesetzt werden sollen. Im September 1988 wurde ein Zwischenstand der Arbeiten in Hamm vorgetragen. In Anbetracht der beispielhaften Durch-

führung eines solchen Projektes möchten wir – mit damaligem Stand – einen Abdruck vornehmen. Berichterstatte ist Dr. A. Mühlratzer (42), der an der Universität München seinen Dipl.-Chemiker absolvierte und an gleicher Stelle seine Dissertation auf dem Gebiet der Festkörperchemie erwarb. Er ist seit 1977 bei der MAN Technologie AG in München auf den Gebieten Oberflächentechnik (insbesondere CVD) und Verbundkeramik tätig.

## Entwicklung und Erprobung von kurzfaserver- und whiskerverstärkten keramischen Verbundwerkstoffen

N. Claussen, Hamburg-Harburg; H. Schmidt, Würzburg;

R. Gadow, Waldkraiburg; H. J. Biangardi, B. Standke, Mari; A. Mühlratzer\*, München

### Entwicklung und Erprobung von kurzfaserver- und whiskerverstärkten keramischen Verbundwerkstoffen

Nach einer Vorstellung des Projektes und der durch die einzelnen Firmen bestrittenen Teilbereiche werden die ersten Ergebnisse resümiert. Gießschlicker aus  $Al_2O_3$ -Matrix mit SiC-Whiskern konnten erfolgreich zu Dickfilmen gegossen werden. Die Pulversynthese über Sol/Gel brachte Mullitgranulate, die um bis zu 500 K niedriger reagiert hatten. Die Beschichtung von SiC-Whiskeroberflächen mit  $Al_2O_3$  wurde erfolgreich aufgenommen. Umfangreiche Erkenntnisse wurden auch bei der Infiltration von Matrix in Whisker-Verbunde gewonnen. Die Herstellung von Verbundkörpern über Sol/Gel ist problematisch, dagegen erscheint das Druckgießen günstiger. *Keram. Z.* 41 (1989) [7]

### Zielsetzung des Projektes

Der generelle Zweck des Vorhabens ist die Entwicklung von einlagerungsverstärkten keramischen Werkstoffen und von Verfahren für ihre reproduzierbare und wirtschaftliche Herstellung. Unter Verstärkung soll hierbei grundsätzlich die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von Keramik, insbesondere für den Einsatz bei hohen Temperaturen, verstanden werden.

Als Entwicklungsziel des Gesamtprojektes ist vorgesehen, das Leistungsprofil eines durch die Zusammenführung der Ergebnisse der Teilprojekte optimierten Verbundsystems durch Umsetzung in wenigstens ein Funktionsmuster (Motorbauteil) und seine Erprobung zu demonstrieren. In stofflicher Hinsicht stehen Verbundsysteme mit oxidischen Matrices im Vordergrund.

Dem federführenden Partner TU Hamburg-Harburg TUHH obliegt mit dem Arbeitspaket "Verstärkungskonzepte" die grundlegende Aufgabe, die Wechselwirkung zwischen Einlagerungskomponenten und Matrix im Hinblick auf eine optimale Gestaltung des keramischen Verbundes theoretisch und experimentell zu untersuchen.

Das *Fraunhofer-Institut für Silicatchemie*, Würzburg, und die *Hüls AG* haben sich in Absprache die Entwicklung von Basismaterialpulver und -Fasern zur Aufgabe gemacht, wobei besonderes Interesse dem Einbau der Verstärkungskomponente bereits im Zuge der Pulversynthese gilt. Bei *MAN Technologie München* wird der Schwerpunkt auf die Prozeßentwicklung gesetzt. Im Vordergrund stehen endformnahe Herstellmethoden, vor allem Imprägnier- bzw. Infiltrationstechniken. Das Dickfilmgießen steht bei TUHH im Mittelpunkt.

Die Erkenntnisse aus der Material- und Prozeßentwicklung sollen einerseits in die fertigungstechnische Entwicklung überführt werden. Hier liegt der Arbeitsschwerpunkt bei *W. Haldenwanger*, Waldkraiburg. Insbesondere die bewährten Techniken Schlickergießen, Extrudieren, Isostatpressen und HIPen (vorgeformter Körper) – im Einzelfall auch das Spritzgießen – sollen hier gezielt für die Verbundherstellung entwickelt werden.

### Development and Testing of Short Fibre and Whisker Reinforced Ceramic Composite Materials

After an introduction of the project and a presentation of the parts covered by the various firms, the first results are summarized. Castable slips of  $Al_2O_3$  matrix with SiC whiskers could be successfully poured to thick-films. With mullite, the powder synthesis via sol/gel brought about granulates, which reacted at temperatures by up to 500 K lower. The coating of SiC whisker surfaces with  $Al_2O_3$  was conducted successfully. Extensive knowledge was also gained with the infiltration of matrix in whisker composites. The production of composites via sol/gel poses problems, as opposed to pressure casting, which seems more favourable.

Die Weitergabe von Vormaterial zur Weiterverarbeitung und deren erforderlichen Handhabungshinweisen für die verschiedenen Veredelungsschritte bis hin zum fertigen Musterbauteil ist zwischen den Partnern vereinbart. Die aus der Werkstoffentwicklung bei allen Partnern anfallenden Material-Kenndaten sollen in die bei MAN Technologie durchzuführende Auslegung eines Musterbauteiles einfließen. Im Rahmen der Entwicklung Verbundkeramik-gerechter Bearbeitungsmethoden sollen Funktionsmuster gefertigt und bei MAN Technologie einer betriebsnahen Erprobung unterzogen werden. Als exemplarisches Bauteil ist hierfür die Zylinderkopfplatte eines Nutzfahrzeug-Dieselmotors vorgesehen.

Eine wesentliche Rolle als Verstärkungskomponente sollten ursprünglich Whisker – neben Kurzfasern – spielen. Mittlerweile sind jedoch weltweit nicht mehr außer Acht zu lassende Bedenken hinsichtlich des gesundheitsgefährdenden Potentials der praktisch ausschließlich verfügbaren feinen Whisker mit Durchmesser unter  $3\mu m$  laut geworden.

"Platelets", das sind plättchenförmige Einkristalle mit ca.  $20\mu m$  Durchmesser, sollen als alternative Verstärkungskomponente untersucht werden. Das Verstärkungspotential ("Toughening") durch Platelets kann unter Umständen sogar höher eingeschätzt werden als das von Whiskern, insbesondere wenn die Grenzflächenhaftung nicht exakt kontrolliert werden kann. Aufgrund der Größe der Platelets ist zu erwarten, daß die Bruchzähigkeit relativ zur Festigkeit stärker erhöht wird. Generell ist anzumerken, daß der innovative Charakter sowohl in theoretischer als auch in experimenteller Hinsicht größer ist als bei der Whiskerverstärkung. Letztere soll jedoch dann wieder in das Arbeitsprogramm aufgenommen werden, wenn bereits laufende Versuche bei TUHH zur Herstellung dickerer Mullit-Whisker zum Erfolg führen. Somit sollen insgesamt folgende Verstärkungskomponenten untersucht werden: Platelets, Kurzfasern, Whisker mit Durchmesser größer  $3\mu m$  und Langfasergewebe (für Laminattechnik).

Für die Realisierung dieser Verbundsysteme werden bei den einzelnen Partnern die Arbeitsschwerpunkte auf folgende Entwicklungen gelegt:

- An der TUHH werden Schlicker aufbereitet und zu Dickfilmen vergossen, die anschließend zu Laminatkörpern gestapelt, gepreßt, gesintert und gegebenenfalls durch HIPen nachverdichtet werden sollen. Besondere Bedeutung

\* Dr. A. Mühlratzer, Postfach 50 04 26, D-8000 München 50  
Vortrag, gehalten auf dem Symposium Materialforschung, Hamm 1988

kommt der Untersuchung des Einflusses der Orientierung der Verstärkungskomponente und der Grenzflächenhaftung auf die mechanischen Eigenschaften zu. Ferner soll die Kombination der Umwandlungsverstärkung mit der Verstärkung durch Einlagerung untersucht werden.  $Al_2O_3$ - und  $Si_3N_4$ -Matrices mit SiC-Verstärkung bilden die stofflichen Schwerpunkte.  $Si_3N_4$ -Verbundwerkstoffe sollen durch Gasdrucksintern hergestellt werden.

- FHG-ISC und Hüls AG kooperieren hinsichtlich der *Herstellung von Pulvern* ( $Al_2O_3 + ZrO_2$  und Mullit) über den Sol-Gel-Proz. Besonderes Interesse gilt dabei dem Einbau der Verstärkungskomponente in das Matrixpulver mit dem Ziel, Granulate und gießfertige Schlicker bzw. extrudierbare Massen herzustellen. Hierfür soll aus unterschiedlichen Ausgangsstoffen in qualitativer und wirtschaftlicher Hinsicht eine optimale Auswahl vorgenommen werden. Das Fraunhofer-Institut will darüber hinaus die Entwicklung von Kurzfasern aus  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$  und Mullit betreiben.
- Die *Anpassung der bekannten Fertigungstechniken* (Extrudieren, Spritzgießen, Isostatpressen und Schlickergießen) an die Erfordernisse der Verarbeitung von fließfähigen und plastischen Massen ist der Arbeitsschwerpunkt bei W. Mullenwanger. Grenzflächenchemie und Einfluß der Additive sind besonders zu beachten!
- Bei MAN Technologie konzentrieren sich die Arbeiten auf *Verbundsysteme mit Kurzfasern*. Die Entwicklungsschwerpunkte liegen auf endformnahen Herstellprozessen. Im einzelnen sind dies die Infiltrationsmethoden CVI (für SiC-Matrix in SiC-Faservorlagen) und Sol-Gel (für  $Al_2O_3$ - und Mullit-Matrices) sowie die Druckschlicker-Technik. Letztere wird sowohl zur Imprägnierung vorgelegter Faserkörper als auch zum Druckguß mit faserhaltigen Schlickern versucht. Die Sol-Gel-Methode wird außerdem angewendet zur Herstellung dünner Folien und die zusammen mit vorimprägnierten Fasern (Gewebe und unidirektionale Gelege) verpreßt und gesintert werden.

Bei allen Partnern werden intensive Untersuchungen zur Materialcharakterisierung durchgeführt. Im übrigen sei darauf hingewiesen, daß durch die Umstellung von Whiskern auf Platelets weder die Teilprojekte noch die vorgesehenen Arbeits- und Versuchsaläufe berührt werden.

### Stand der Arbeiten

Im bisherigen Bearbeitungszeitraum sind experimentelle Arbeiten mit den begleitenden Untersuchungen in den Bereichen "Basismaterial" und "Verbundentwicklung" durchgeführt worden. Im Vordergrund standen dabei der Aufbau und die Inbetriebnahme projektspezifischer Apparaturen, die Identifizierung der ergebnisbestimmenden Prozeßgrößen, ein erster Test von Prozeß- und Stoffkonzepten sowie der Beginn ihrer Optimierung.

### Dickfilm-Guß

An der TUHH sind nach dem Aufbau und der Inbetriebnahme der Dickfilm-Gießanlage die systematische Entwicklung und Charakterisierung von Gießschlickern und ihre Verarbeitung zu Laminaen aufgenommen worden.

Unter Anwendung verschiedener Dispergiermittel sind stabile Schlicker (mit/ohne Einlagerungskomponenten) hergestellt worden und durch Untersuchung des Einflusses weiterer organischer Komponenten auf die Grünfestigkeit der Bänder wurden entsprechende Binder und Plastifiziermittel gefunden. Das Fließverhalten eines optimierten Schlickers zeichnet sich durch eine gleichmäßig niedrige Viskosität unter der Schereinwirkung des Gießens aus. Das gute Fließverhalten beim Gießen sorgt für einen Ausgleich der Schichtverhalte. Nach dem Gießvorgang verhindert die mit fallender Scherrate ansteigende Viskosität (Ruheviskosität  $< 3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$ ) das seitliche Wegfließen des gegossenen Films. Die Grüntapes sind 150 bis 300  $\mu\text{m}$  dick und weisen eine Dichte von 60% der theoretischen Dichte auf. Bisher sind Versuche zum Ausbrennen der organischen Komponenten (ca. 14 Vol.%) mit nichtlamierten Tapes durchgeführt worden. Sie konnten anschließend rißfrei gesintert werden.

Parallel wurden Vorversuche zum Gasdrucksintern von  $Si_3N_4$  bzw. zum Reaktionsbinden von Silicium-Preß- oder Gußkörpern durchgeführt.

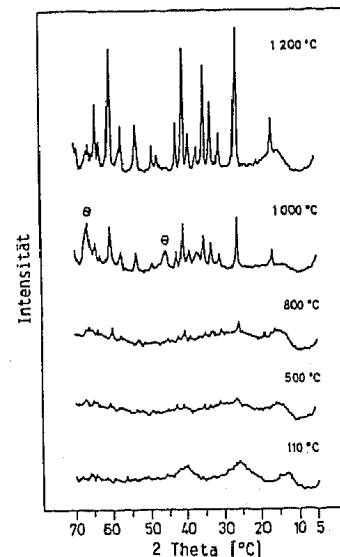
### Pulversynthese

Die Arbeiten am ISC zur Sol-Gel-Synthese von Pulvern sind für die Stoffsysteme  $Al_2O_3$ ,  $Al_2O_3 + ZrO_2$ , Mullit und Cordierit in vollem Umfang aufgenommen worden.

Im Hinblick auf die Einbettung von Verstärkungskomponenten in das Matrixpulver wurden im System  $Al_2O_3$  Untersuchungen angestellt, wie die Pulverkorngröße angepaßt werden kann. Dabei wurde festgestellt, daß aus Aluminiumalkoholaten durch homogene Keimbildung eine enge Korngrößenverteilung im Bereich von 200 bis 300 nm erzielt wird, während aus anorganischen Aluminiumsalzen größere Partikel herstellbar sind. Die Partikelgröße ist durch Wahl des Ausgangssalzes und seiner Konzentration, durch die Art des Gellierungskatalysators und durch den Einsatz oberflächenaktiver Substanzen steuerbar.

Im System  $Al_2O_3 + ZrO_2$  sind auch aus den Alkoholaten Pulver mit jedem beliebigen Al/Zr-Verhältnis darstellbar, da keine Mischkristallbildung möglich ist. Untersuchungen haben sehr homogene Elementverteilungen ergeben. Bei 20 Vol.%  $ZrO_2$  in  $Al_2O_3$  liegt bei einer Brenntemperatur von 1200°C  $ZrO_2$  in tetragonaler Form vor.

Die Versuche zur Mullitsynthese haben ergeben, daß die Bildungstemperatur mit dem Sol-Gel-Prozess im Vergleich zur Herstellung aus natürlichen Alumosilicaten um 100...500 K abgesenkt werden kann. Bild 1 zeigt die Temperaturabhängigkeit der Bildung von Mullit aus einem Gel, das durch Hydrolyse von Tetraethylorthosilicat (TEOS) und Aluminiumsekundär-butylat in wässriger Phase entstanden ist. Bei 1000°C tritt noch die  $\Theta$ - $Al_2O_3$ -Phase auf. Dieses System bietet dennoch die günstigsten Voraussetzungen für eine gezielte Weiterentwicklung zur Mullitsynthese bereits aus dem amorphen Zustand heraus. Hiermit setzt die Mullitbildung nämlich bereits bei 1000°C ein. Zudem liefert es das phasenreinste Produkt im Vergleich mit anderen Ansätzen (Tafel 1).



$\Theta$  bedeutet  $\Theta$ - $Al_2O_3$

**Bild 1** Mullitbildung aus TEOS/Aluminium-sec-butylat in wässriger Phase als Funktion der Temperatur

**Tafel 1** Röntgenographische Analyse der Zwischen- und Endprodukte bei der Bildung von Mullit aus dem Gel; ohne Vorhydrolyse, Calciniervzeit 2 h

Ausgangsmaterial	800°C	1000°C	1200°C
TEOS + Al-Nitrat/EtOH	am	$\Theta$ + Mull + am	Mull (+ $\alpha$ )
TEOS + Al-sec-but/EtOH	am	$\Theta$ + am	Mull
TEOS + Al-Nitrat + Acetylaceton/EtOH	am	$\Theta$ + am	Mull
TEOS + Al-sec-but/ $H_2O$	Mull + am	Mull + $\Theta$	Mull

am: Röntgenamorph  
 $\Theta$ :  $\Theta$ - $Al_2O_3$

$\alpha$ :  $\alpha$ - $Al_2O_3$   
Mull: Mullit

Mit "Mullit"-Gelen sind bereits erste Versuche zur Herstellung von Sprühgranulat bei möglichst niedrigen Temperaturen (140°C) durchgeführt worden.

Zur Entwicklung oxidkeramischer Fasern über den Sol-Gel-Prozeß sind Vorarbeiten angefallen, die sich mit Fragen der Feststoffanreicherung, der Wahl der organischen Bindemittel, der Einstellung der Rheologie beschäftigen und Handversuche zum Fadenziehen umfassen. Zunächst sind die Arbeiten auf Kurzfasern aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$  und Mullit ausgerichtet, aus denen dann auch Fasern mit großen einkristallinen Bereichen entwickelt werden sollen.

### Kompositmaterial

Bei der Herstellung von  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ -Whisker-Kompositmaterial scheint die Beschichtung der SiC-Whiskeroberflächen mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  über den Sol-Gel-Prozeß aussichtsreich. Eine sehr homogene Verteilung der Whisker in der Matrix ist nachgewiesen.

Im Vordergrund der bei Hüls AG durchgeführten Entwicklungsarbeiten zur Herstellung von Matrixpulvern über den Sol-Gel-Prozeß stand die Suche nach alternativen, gegenüber den Alkoholaten kostengünstigeren Ausgangssubstanzen:

Mit Al-Sulfat als Ausgangsmaterial gelang es, in einem anorganischen Sol-Gel-Prozeß fast agglomeratfreies  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Pulver mit monomodaler Kornverteilung und sphärischem Partikelhabitus herzustellen (Bild 2). Der Einsatz technisch wirtschaftlicher Aluminiumkonzentrationen von bis zu 0,5 Mol/l konnte über eine Modifizierung der Fällungsprodukte mit Hilfe oberflächenaktiver Substanzen (OAS) ermöglicht werden. An einem ähnlichen Verfahren für  $\text{ZrO}_2$  wird zur Zeit gearbeitet. Als Schwierigkeit hat sich herausgestellt: Die Fällungsprodukte sind amorph und hochporös. Zum Einsatz als Keramikpulver müssen sie bei hohen Temperaturen (ca. 1200°C) zu dichten Partikeln gebrannt werden. Dabei können Kornverschmelzungen auftreten (Verlust des guten Agglomerationsverhaltens).

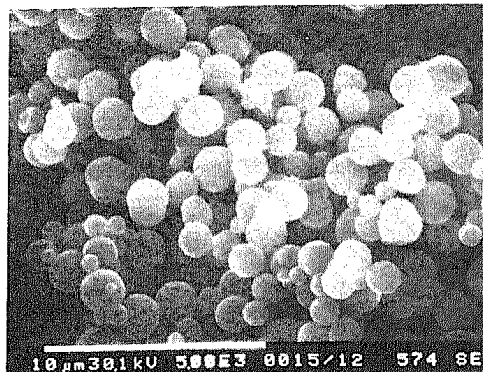


Bild 2 Nahezu Agglomerat-freies  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Pulver aus Sol-Gel-Prozeß mit Al-Sulfat als Ausgangsstoff

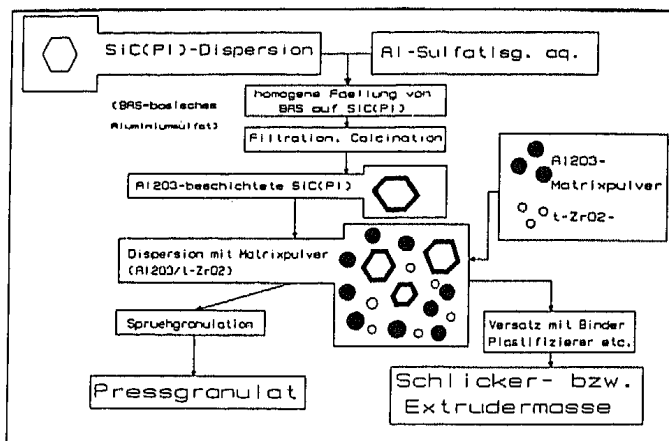


Bild 3 Fließschema für die Herstellung von SiC-verstärktem ZTA-Ausgangsmaterial über den Sol-Gel-Prozeß

### Verbund Matrix/Verstärkungsmaterialien

Die Vorgehensweise bei der Herstellung eines Verbundmaterials durch Beschichtung der Verstärkungskomponente und Zumischung von Matrixpulver ist für das System ZTA mit SiC-Verstärkung in Bild 3 schematisch dargestellt. Sie ist in entsprechender Weise auch auf die übrigen bearbeiteten Systeme zu beziehen.

Ausgehend von einer Dispersion der Verstärkungsphase (SiC(PI)) in einer wässrigen Lösung eines "Matrixprecursors" (Al-Sulfat) wird in einer homogenen Fällungsreaktion die Verstärkungsphase mit Matrixmaterial beschichtet, anschließend mit weiteren Matrixkomponenten auf die endgültige Zusammensetzung abgemischt und letztendlich zu einer verarbeitungsfähigen Masse weiterverarbeitet (Preßgranulat, Schlicker- oder Extrudiermasse). Ein günstiger Agglomerationsgrad wird auch bei diesem Verfahren über eine Oberflächenmodifizierung mit OAS erreicht. Das Beschichtungsergebnis ist in hohem Maße von den Reaktionsparametern, insbesondere den Konzentrationsverhältnissen abhängig. Bild 4 zeigt eine optimierte Whiskerbeschichtung.



Bild 4 Über den Sol-Gel-Prozeß beschichtete SiC-Whisker

Das weitere Arbeitsprogramm sieht bei im wesentlichen unverändertem Vorgehen den Ersatz von keramischen Whiskern durch plättchenförmige Einkristalle (Platelets) vor. Jedoch sind hierfür die aus der Whisker-Beschichtung erhaltenen Parameter aufgrund des erheblich veränderten rheologischen Verhaltens von Platelets nicht ohne weiteres übertragbar.

Die experimentellen Arbeiten bei MAN Technologie haben sich bisher ausschließlich auf den Bereich Prozeßentwicklungen konzentriert. Für die Chemische Gasphaseninfiltration (CVI) ist eine Apparatur aufgebaut und in Betrieb genommen worden, mit der zunächst Proben bis zu einem Durchmesser von 100 mm, später bis 140 mm hergestellt werden können. Diese Apparatur ist mit einem sog. Heißwandreaktor, d. h. mit einer ofenbeheizten Retorte, ausgestattet. Derzeit wird eine weitere Apparatur für gleiche Proben dimension mit einem Kaltwandreaktor (HF-Probenheizung) aufgebaut. Die zunächst als Schwerpunkt vorgesehen gewesene Infiltration von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Matrix in SiC-Faservorlagen wurde zurückgestellt, da es mit dem angewendeten Reaktionsgas  $\text{AlCl}_3/\text{CO}_2/\text{H}_2$  nicht gelungen ist, eine gleichmäßige Infiltration in die Probentiefe zu erzielen. Stattdessen ist verstärkt an der Entwicklung eines Prozesses zur Infiltration von SiC-Matrix aus

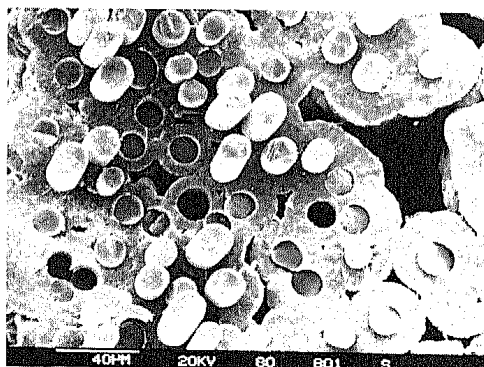
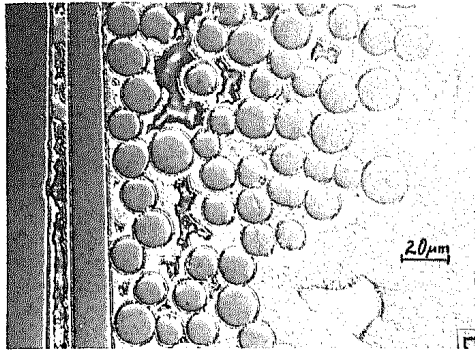


Bild 5 REM-Bild einer Bruchfläche von einer CVI-SiC/SiC-Probe

Trichlormethylsilan-Atmosphäre gearbeitet worden, wobei als Hauptziel eine möglichst kurze Prozeßdauer verfolgt wird.

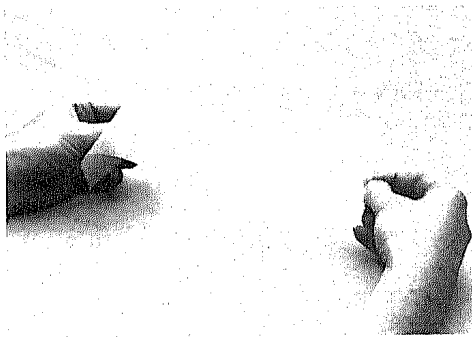
Mit SiC-Gewebevorlagen ist bisher die gleichmäßige Infiltration bis 2 mm Lagenstärke in 24 h gelungen. Die REM-Aufnahme von der Bruchfläche eines so hergestellten SiC/SiC-Verbundes ist in Bild 5 gezeigt. Daraus ist die gleichförmige Umhüllung der Fasern mit feinkristalliner Matrix ersichtlich. Der "Pull-out"-Effekt der Fasern ist jedoch nicht optimal, da keine spezielle Faserbeschichtung vorgenommen worden ist.



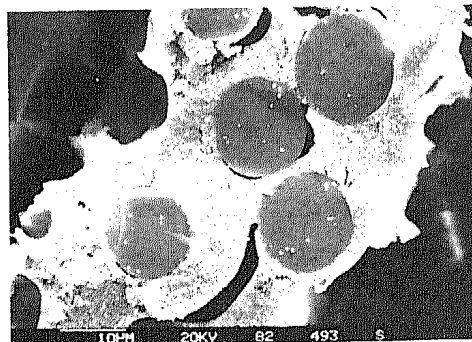
**Bild 6** Schliffbild einer CVI-SiC/SiC-Probe mit BN-Trennschicht auf den Fasern



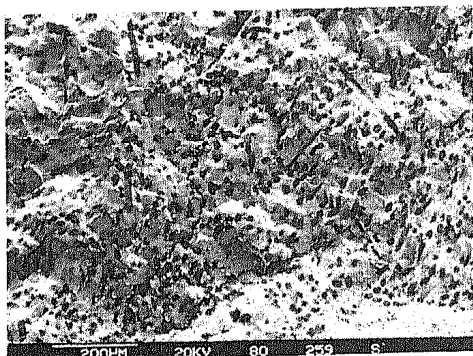
**Bild 7** Schliffbild einer CVI-SiC/SiC-Probe mit unidirektional gelegten Kurzfasern



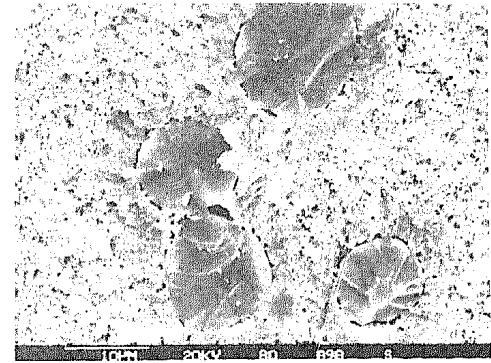
**Bild 8** Über den Sol-Gel-Prozeß hergestellte Grünfolie aus Aluminiumoxidhydrat



**Bild 9** Bruchbild einer über Sol-Gel hergestellten Pregpreg-Probe aus SiC-Faser/ $\text{Al}_2\text{O}_3$



**Bild 10** Bruchbild einer mit faserhaltigem Schlicker druckgegossenen SiC-Faser/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Verbundprobe



**Bild 11** Ausschnittvergrößerung aus Bild 10

Zur optimalen Einstellung der Grenzflächenfestigkeit zwischen Faser und Matrix werden verschiedene Beschichtungen getestet: Kohlenstoff, Bornitrid, Aluminiumoxid. Bild 6 zeigt im Schliffbild eine Verbundprobe aus SiC(Gewebe)/CVD-SiC, deren Fasern mit CVD-BN beschichtet worden sind. Der BN-Prozeß ist derzeit noch nicht hinsichtlich der Infiltrationstiefe optimiert. Die prozeßtechnisch unproblematische Kohlenstoff-Beschichtung ist empfindlich gegen Hochtemperaturoxidation.

Der eigentliche Entwicklungsschwerpunkt bezüglich der Verstärkungskomponente liegt bei SiC-Kurzfasern. Hier wird insbesondere auf fremdbezogene unidirektionale Gelege zurückgegriffen. Eine Probe aus Kurzfasergelege mit CVI-SiC-Matrix gibt Bild 7 wieder. Daraus geht die Problematik einer unzureichenden Faserdichte hervor. Verbesserungsmöglichkeiten werden sowohl bei der Fasergelege-Herstellung als auch in der CVI-Technik untersucht.

#### Folien über Sol/Gel

Die auf die Folien- und Prepregherstellung für Laminate konzentrierten Entwicklungsarbeiten auf dem Gebiet der Sol-Gel-Technik haben aussichtsreiche Ergebnisse in technischer Hinsicht gebracht. Eine nach derzeitiger Stand optimale Grünfolie aus Aluminiumoxidhydrat ist in Bild 8 gezeigt. Auf Bild 9, das die Bruchfläche einer gesinterter Prepreg-Lage aus SiC-Fasern und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Matrix zeigt, ist die gute Umhüllung der Fasern mit Matrixmaterial erkennbar.

#### Verbundherstellung

Prepreg-Lagen und Folien werden grün mit Autoklaven verpreßt und danach versintert. Hierbei zeigt sich die Problematik des Sol-Gel-Prozesses für die Verbundherstellung: Der starke Schwund erfordert Heißpressen, wenn Delaminationen verhindert werden sollen. Ferner wurde eine deutliche Diskrepanz zwischen dem Schwund und dem Masseverlust bei der Temperaturbehandlung festgestellt, die zu erheblicher bleibender Mikroporosität führt. Durch Feststoffanreicherung wird versucht, eine Verbesserung herbeizuführen.

Bei der Verbundherstellung durch Druckschlickergießen werden zwei Entwicklungsrichtungen verfolgt: die Druckimprägnierung vorgelegter Faserkörper und das Druckgießen mit faserhaltigen Schlickern. Die erste Variante scheint nach bisher vorliegenden Befunden nicht zum Erfolg zu führen. Weder im Gewebe noch im Gelege konnten Schlicker mit sinnvollen Feststoffgehalten, selbst mit Feinstpulvern, in eine ausreichende Tiefe eingebracht werden. Demgegenüber sind mit suspendierten Fasern ermutigende Zwischenergebnisse erzielt worden. Der Gießdruck bedingt eine recht gleichmäßige Ausrichtung der Kurzfasern in der Matrix (Bild 10) gleichmäßig bestehen derzeit nur bei der Einbringung von Fasergehalten über 20 Vol.%, insbesondere mit längeren Fasern.

Eine entscheidende Rolle nimmt auch die Suche nach geeigneten Sinterhilfsmitteln ein, um zu einer ausreichenden Matrixdichte zu gelangen, ohne daß eine Brenntemperatur erforderlich ist, bei der die Fasern geschädigt werden. Auch hier wird durch eine Faserbeschichtung eine Verbesserung erwartet. Sie muß eine Anbindung der Fasern, wie sie beim Sintern festgestellt wurde (Bild 11), zuverlässig verhindern, um die Verstärkungswirkung durch die Fasern voll zur Geltung zu bringen. □