

Simulationsbasierte Prozessentwicklung zur Herstellung von Submikrometer-Glaspartikeln

Von der Fakultät für Ingenieurwissenschaften
der Universität Bayreuth
zur Erlangung der Würde eines
Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.)
genehmigte Dissertation

von

M. Sc. Kanat Kyrgyzbaev

aus

Balykchy (Rybatschje)

Erstgutachter: Prof. Dr.-Ing. Dieter Brüggemann
Zweitgutachter: Prof. Dr.-Ing. Uwe Glatzel
Tag der mündlichen Prüfung 25. 10. 2017

Lehrstuhl für *Werkstoffverarbeitung*
Universität Bayreuth
(2018)

1	Einleitung und Ziel der Arbeit.....	1
2	Theoretische Grundlagen und Stand der Technik	3
2.1	Herstellung und Eigenschaften von Glasflakes	3
2.1.1	Eigenschaften und Einsatzgebiete	3
2.1.2	Blas-Verfahren	6
2.1.3	Schleuderverfahren.....	7
2.2	Prozessrelevante Eigenschaften von Glas	8
2.2.1	Glaschemie und Rheologie.....	9
2.2.2	Elektrische Eigenschaften von Glasschmelzen Einfluss der Temperatur und Zusammensetzung auf die Ionenleitfähigkeit.....	16
2.2.3	Wärmetransport im Glas	19
3	Simulation	24
3.1	Simulation der Zentrifugalzerstäubung von Glasschmelzen	24
3.1.1	Desintegration der Glasschmelze: Modellvorstellungen.....	24
3.1.2	Berechnung der Filmdicke mittels <i>FEM</i>	26
3.1.3	Berechnung der Filmdicke mittels analytischer Gleichungen.....	28
3.2	Struktur-mechanische Simulation des Zerstäubers.....	32
3.3	Simulation zum Wärmemanagement des Zerstäubers.....	33
4	Experimenteller Teil.....	40
4.1	Materialien	40
4.1.1	Verwendete Gläser	40
4.1.2	Zerstäubermaterialien	42
4.2	Anlagen- und Prozessdaten zur Herstellung von Glasflakes	47
4.2.1	Glasschmelzanlage	48
4.2.2	Rotationsflaker	51
4.3	Versuchsdurchführung und Parameterstudie	53
4.3.1	Voruntersuchung der Gläser.....	53
4.3.2	Apparative und prozessbedingte Einflüsse auf die Glaszusammensetzung	54
4.3.3	Versuchsdurchführung	54

4.3.4	Parameterstudie	56
4.4	Charakterisierung.....	57
4.4.1	Siebanalyse zur Größenverteilung.....	57
4.4.2	Auszählverfahren zur Dickenverteilung.....	57
4.5	Geräte- und Softwareliste	60
5	Ergebnisse	61
5.1	Simulation der Flakebildung und Filmdickenentwicklung	61
5.1.1	Untersuchung der Lamellenbildung durch Modellflüssigkeiten	61
5.1.2	Berechnung der Filmdicke mittels <i>FEM</i> -Simulation	64
5.1.3	Berechnung der Filmdicke mittels eines analytischen Modells	68
5.2	Mechanische Charakterisierung des Zerstäubers	73
5.3	Optimierung des Wärmemanagements an dem Zerstäuber	82
5.3.1	Brenner Beheizung: Wärmeübergangskoeffizienten	82
5.3.2	Elektrothermische Simulation	85
5.3.3	Experimentelle Verifizierung der Induktionsheizung	88
5.3.4	Isolierungskonzept	89
5.4	Experimentelle Versuchsergebnisse der Flakeherstellung	92
5.4.1	Voruntersuchung der verwendeten Gläser	92
5.4.2	Charakterisierung der hergestellten Flakes: Parameterstudie	93
6	Diskussion	97
6.1	Bewertung der <i>FEM</i> -Simulation	97
6.2	Bewertung der Parameterstudie.....	98
6.3	Bewertung der experimentellen Verifizierung des analytischen Modells.....	101
7	Zusammenfassung.....	104
8	Conclusion.....	107
9	Anhang	110
9.1	Abkürzungsverzeichnis	110
9.2	Symbolverzeichnis.....	111
9.3	Abbildungsverzeichnis	114

9.4	Tabellenverzeichnis	117
9.5	Tabellen und Bilder	118
9.6	Algorithmus des Matlab-Codes zur Berechnung der Glasfilmdicke	123
9.7	Veröffentlichungliste	124
10	Literaturverzeichnis.....	125

Gewidmet in Gedenken an Frau Prof. Dr. rer. nat. Monika Willert-Porada

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Werkstoffverarbeitung an der Universität Bayreuth. Die Arbeit wurde im Rahmen des, durch den Forschungsverbund Glas (FORGLAS) bewerkstelligten, Projektes „Multifunktionelle Werkstoffe aus Glas für energieeffiziente Gebäudetechnologien“ durchgeführt und unter dem Teilprojekt „Glasflakes für Licht- und Wärmemanagement“ realisiert.

Hiermit möchte ich in tiefem Respekt und voller Hochachtung meine Doktormutter, Prof. Dr. rer. nat. Monika Willert-Porada – Leiterin des Lehrstuhls für Werkstoffverarbeitung der Universität Bayreuth, gedenken, die am 11.12.2017 im Alter von 61 Jahren infolge einer Krebserkrankung uns für immer verlassen hat. Sie war sehr innovative und hochmotivierte Forscherin und sehr herzliche Persönlichkeit, die immer mit brillanten Ideen und fachlicher Kompetenz mich unterstützt hat. Ich möchte bei Ihr für die Themenstellung, Bereitstellung der wissenschaftlichen Ausstattung und besonders für die wertvollen fachlichen Ratschläge und Diskussionen meinen Dank aus tiefstem Herzen aussprechen.

Ich bedanke mich ganz herzlich bei Prof. Dr.-Ing. Dieter Brüggemann für die Übernahme der Betreuung und für seine Unterstützung bei der Vervollständigung dieser Arbeit. Ebenso bedanke ich mich bei Prof. Dr.-Ing. Uwe Glatzel für das Interesse an dieser Arbeit und für die Übernahme des Koreferates. Auch möchte ich, dem weiteren Mitglied der Prüfungskommission, Prof. Dr.-Ing. Ralf Moos danken.

Insbesondere möchte ich Prof. Dr. Thorsten Gerdes und Dr.-Ing. Andreas Rosin für sehr wertvolle wissenschaftliche Anregungen, Ratschläge und für die große Unterstützung zur Realisierung, sowohl des experimentellen, als auch des theoretischen Teils dieser Arbeit danken.

Herrn Dipl.-Ing. Christian Wolfrum (Eckart GmbH) möchte ich für fruchtbare Zusammenarbeit, sowie technische Unterstützung mit Geräten und Dienstleistungen danken.

Ich danke allen Kollegen des Lehrstuhls für Werkstoffverarbeitung, vor allem Dr. Ali Saberi, Dr.-Ing. Peter Pontiller-Schymura und Dr.-Ing. Zahra Negahdari, sowie Dr.-Ing. Kangjian Wu, für die gute Zusammenarbeit und den fachlichen Austausch.

Ganz herzlicher Dank gilt dem technischen Mitarbeiter Philipp Ponfick für zahlreiche Versuchsvorbereitungen und -durchführungen. Herr Philipp Ponfick hat mir bei der aufwändigen experimentellen Arbeit immer mit seiner Kompetenz und guter Zusammenarbeit zur Seite gestanden. Ebenso bedanke ich mich bei den technischen Mitarbeitern, Frau Dipl.-Ing. Ingrid Otto und Herr Peter Kostolansky, für die Durchführung von Messungen und Probenpräparationen.

An dieser Stelle möchte ich die Bayerische Forschungsstiftung (BFS) für die finanzielle Unterstützung dankend erwähnen, ohne die diese Dissertation nicht durchführbar gewesen wäre.

Besonderer Dank gilt meinen Eltern, meinem Vater Ischenbek und meiner Mutter Erkingul, die im Streben nach meiner Bildung stets sehr vorbildliche Wegweiser waren und mich während meines Studiums auch finanziell sehr unterstützt haben.

Diese Arbeit wäre ohne die moralische Unterstützung und das Verständnis meiner Frau Gulmira und ohne den warmen Empfang meiner Söhne Sulaiman, Ulukman und Aidan nach der Arbeit nicht möglich gewesen.

Schließlich bedanke ich mich bei allen, die auf unterschiedlichste Weise zur Entstehung dieser Arbeit beigetragen haben und an dieser Stelle keine namentliche Erwähnung mehr fanden.

1 Einleitung und Ziel der Arbeit

Der Begriff „Flocke“ (*engl.: Flake*) wird im Duden als „zu kleinen, dünnen Plättchen gequetschtes Getreidekorn oder Ähnliches“ definiert [1]. In der Technik werden dünne feste Plättchen mit einem hohen Aspektverhältnis, bis zu 1200:1, auch als „Flake“ bezeichnet. Diese dünnen Plättchen werden aus unterschiedlichen Materialien wie Keramik, Metall, Glas oder Polymer hergestellt und finden sehr breite Anwendungen in der Industrie [2-7].

Zu den keramischen Flakes gehören beispielsweise die Mineralien, welche eine Schichtgitterstruktur aufweisen. So etwa Glimmer (Micas), die seit langer Zeit wegen ihrer chemischen Beständigkeit, überlegenen elektrischen und thermischen Isolierfähigkeiten, hoher thermischer Stabilität und mechanischen Eigenschaften im Einsatz sind. Muskovit [$\text{KAl}_2(\text{AlSi}_3)\text{O}_{10}(\text{OH}, \text{F})_2$] - und Phlogopit-Glimmer [$\text{KMg}_3(\text{AlSi}_3)\text{O}_{10}(\text{OH}, \text{F})_2$] sind die wichtigsten kommerziell verbreiteten Micas, welche als funktionale Additive in unterschiedlichen Materialien ihren Einsatz finden [8]. Glimmer werden zur Herstellung von elektrischen Isolatoren und polymerkeramischen Verbundmaterialien mit geringer Durchlässigkeit für Gase und ausgezeichneten mechanischen Eigenschaften verwendet [4]. Mikronisierte Glimmer werden in Farben als Pigmentträger oder als Verstärkung in Verbundwerkstoffen eingesetzt. Die inerte und plättchenförmige Natur von Micas verbessert die Beständigkeit von Farben gegen Kreidung, Alterung, Schrumpfung und chemische Angriffe. Mit Metalloxiden beschichtete Micas werden als Effektpigmente (Perlglanz- und Interferenzpigmente) in Farben, Kosmetik und Autolack eingesetzt. Die Mica-Plättchen werden durch unterschiedliche Sortierverfahren aus den spaltbaren mineralischen Schichtsilikaten gewonnen. Für Vorzerkleinerung und Reinigung von anderen Mineralien können verschiedene Methoden wie Flotation, magnetische Trennung und Windsichten eingesetzt werden [3, 8, 9]. Die Einstellung der gewünschten Größe der Micaflakes wird bei Trocken- oder Nassmahlen mittels Rotormühle, Käfigmühle, Stiftmühle oder Hammermühle realisiert [3, 10].

Metallische Flakes bestehen aus plättchenförmigen Partikeln unterschiedlicher Metalle wie Al, Ag, Au, Cu, Cu/Sn, Fe, Mo, Ni, Ni/Cr, Ti, Zn und W [3, 4, 11, 12]. Die Herstellung von Metallflakes besteht hauptsächlich aus zwei Prozessschritten. Bei dem ersten Prozessschritt werden metallische Pulver aus der Metallschmelze durch Zerstäubung/Verdüsung oder aus dem Metall durch Trocken-/Nassmahlung hergestellt. Danach, während des zweiten Prozessschrittes, werden die hergestellten Pulver in einer Kugelmühle zu dünnen Plättchen ausgewalzt [11-14]. Die beschichteten und unbeschichteten Metallflakes werden als Metall- oder Interferenzpigmente eingesetzt [11, 15, 16]. Die Barriereigenschaften der dünnen metallischen Plättchen erlauben es diese Metallflakes als Sperre gegen Gase, Feuchtigkeit, Korrosion und Lichtstrahlung (UV und IR) in industriellem Maßstab einzusetzen [13, 15, 17-19].

Bei der Herstellung von Polymerflakes wird ein Schmelzspinnverfahren angewendet, um aus der Polymerschmelze dünne Bänder zu erzeugen. Diese dünnen Bänder werden anschließend in dünne

Flakes zerschnitten [6, 20]. Die Polymerflakes finden ihre Anwendung in dekorativen Boden- und Wändenbelägen [21].

Flakes aus Glas bieten nicht nur Kostenvorteile im Vergleich zu Metall- oder Keramik-Flakes, sondern auch weitere vorteilhafte Eigenschaften gegenüber Flakes aus Metall, Keramik und Polymer [22]:

- Dicke und Größe von Glasflakes können über einen breiten Bereich eingestellt werden, zudem haben Glasflakes ein höheres Aspektverhältnis im Vergleich zu Metall- und Keramikflakes.
- Glasflakes besitzen keine stufenförmige Oberfläche wie Glimmer, sondern eine glatte und undurchlässige Oberfläche mit einer einheitlichen Zusammensetzung.
- Die anderen Flakearten sind meistens opak und stark eingefärbt, wobei Flakes aus Glas transparent sind.
- Die chemische Beständigkeit, die mechanischen sowie die optischen Eigenschaften können durch Modifizierung der Zusammensetzung eingestellt werden.

Darüber hinaus bieten Glasflakes ein breites Spektrum an Anwendungsmöglichkeiten im Vergleich zu Flakes aus Metall, Keramik und Polymer. Dieses reicht von der Verstärkung in Polymeren über Beschichtungen bis hin zur Verwendung als Effekt-Pigmente. Die Flakes werden direkt aus der Glasschmelze mittels eines Schleuderverfahrens hergestellt. Bei diesem Verfahren trifft ein viskoser Glasstrang in der Mitte eines rotierenden Zerstäubers auf. Aufgrund der Zentrifugalkräfte bildet sich eine dünne Glaslamelle, die über den Rand des becherähnlichen Zerstäubers geschleudert wird. Diese dünne Glaslamelle streckt sich weiter und kühlt ab. Somit werden dünne feste Plättchen aus Glas hergestellt [23].

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Herstellung von dünnen Glasflakes mit hohem Aspektverhältnis. Das Hauptziel dieser Arbeit ist es, die physikalischen Vorgänge während der Herstellung von Glasflakes und ihren Einfluss auf die Qualität des Endprodukts nachzuvollziehen, um den gesamten Vorgang verfahrenstechnisch zu optimieren und eine reproduzierbare Herstellung von Glasflakes mit eng definiertem Eigenschaftsprofil, wie Flake-Dicke und relativem Durchmesser, zu ermöglichen. Zu diesem Zweck kommt neben der experimentellen Arbeit die numerische und analytische Modellierung der Strömung der Glasschmelze in dem Zerstäuber zum Einsatz. Eine rein experimentelle Arbeit erweist sich, aufgrund der hohen Anzahl an Parametern, als sehr aufwändig. Eine mathematische Modellierung soll in diesem Fall den Einfluss der einzelnen Parameter auf die Dicke des Flakes genauer quantifizieren und eine Vorhersage der Dicke, in Abhängigkeit der Material- bzw. Betriebsparameter, ermöglichen. Außerdem werden numerische Simulationen eingesetzt, um das Wärmemanagement und die Strukturmechanik des verwendeten Zerstäubers zu optimieren.

2 Theoretische Grundlagen und Stand der Technik

2.1 Herstellung und Eigenschaften von Glasflakes

2.1.1 Eigenschaften und Einsatzgebiete

Glasflakes sind sehr dünne Plättchen mit einem sehr hohen Aspektverhältnis L/D (Abb. 2.1a). Des Weiteren zeichnen sie sich durch eine plane Fläche und uniforme Dicke entlang der gesamten Länge aus. Die Dicke von Glasflakes kann je nach Anwendungsfall von 100 nm bis 15 μm variieren. Das Aspektverhältnis (Verhältnis von Länge (L) zu Dicke (D)) wird ebenfalls in Abhängigkeit von der Anwendung gewählt und kann bis zu Länge/Dicke=1200/1 betragen.

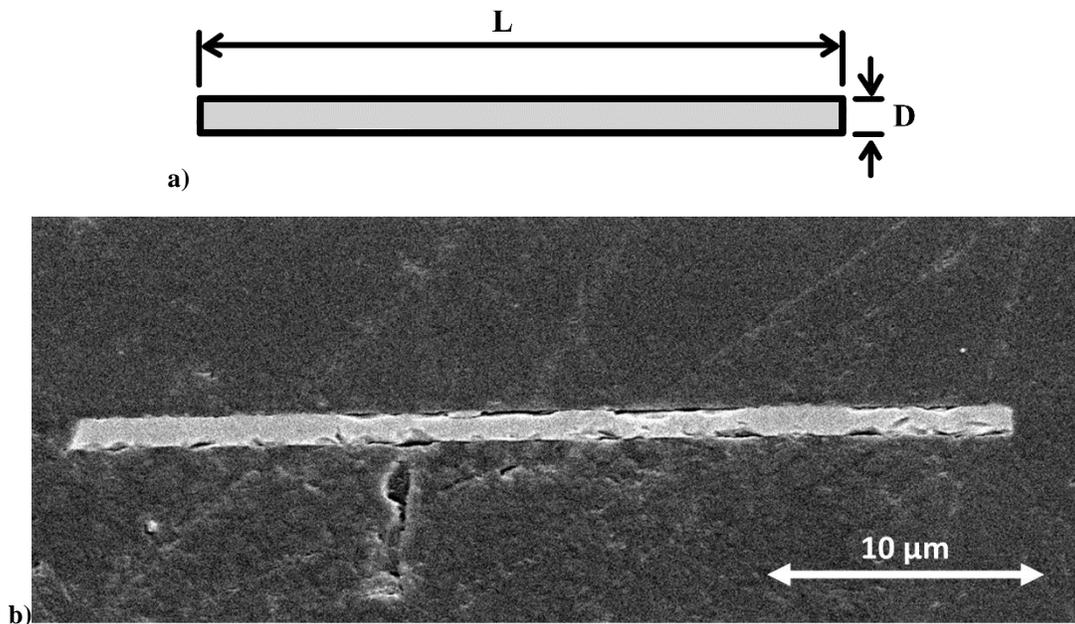


Abbildung 2.1: a) Schematische Schnittdarstellung eines Glasflakes b) REM-Aufnahme des Querschliffs eines Glasflakes der Dicke von 1 μm und einer Länge von 34 μm

Das Glasflake aus der Abbildung 2.1b hat z.B. eine Dicke von 1 μm , eine Länge von 34 μm und ein Aspektverhältnis von 34:1. Diese Flakes sind unregelmäßig geformte Plättchen mit einer glatten Oberfläche (s. Abbildung 2.2) und einer gemessenen spezifischen Oberfläche (BET) von 0.67 m^2/g für Flakes einer Dicke von $d_{50} = 1.6 \mu\text{m}$ und einer Größe von $< 125 \mu\text{m}$ sowie 0.50 m^2/g für Flakes gleicher Dicke und einer Größe zwischen 125 μm und 250 μm .

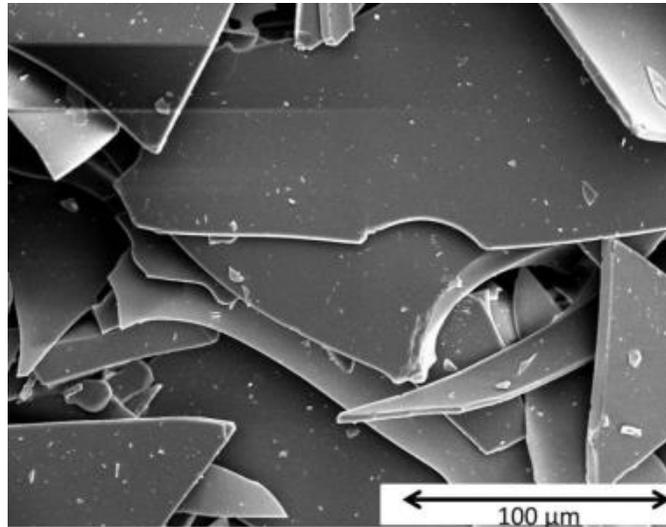


Abbildung 2.2: Elektronenmikroskopische Übersichtsaufnahme von Glasflakes

Für viele Anwendungen sind die geometrischen Eigenschaften (Dicke und Größe) von großer Bedeutung. Je nach Anwendungsfall müssen Dicke und Größe der Glasflakes für eine optimale Funktionalität versuchsweise abgeleitet werden. Auch die Füllmenge der Glasflakes in Verbundmaterialien ist an die technischen Anforderungen experimentell anzupassen. Die Dicke von Glasflakes wird ausschließlich durch die Prozessparameter während der Herstellung festgelegt, wobei die Länge bzw. die Größe der Flakes durch verfahrenstechnische Prozesse wie Mahlen und Sieben ziemlich genau eingestellt werden können [24]. Allerdings weist die Dicke von Glasflakes, bedingt durch die Produktionsvoraussetzungen, bestimmte Abweichungen und Ungleichmäßigkeiten auf. Die erste kommerzielle Herstellung von Glasflakes und ihre Anwendung haben in den USA 1959 stattgefunden. Bei dieser Anwendung wurden Glasflakes als Verstärkung in Polyesterharz für Leichtdachpaneele verwendet, um E-Modul und Formstabilität der Paneele zu verbessern, da die sonnendurchsetzten Paneele sich stark verkrümmten und dadurch ihre Form verlieren würden [22]. Später, mit der Möglichkeit gleichmäßigere und dünnere Glasflakes herstellen zu können, wurden neue Anwendungsgebiete für Glasflakes erschlossen.

So konnte durch Verwendung von Glasflakes als zweidimensionale Verstärkung in Verbundwerkstoffen, eine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften, wie Zug- bzw. Druckfestigkeit, Zug- bzw. Biegemodul, Bruchzähigkeit und Härte, realisiert werden. Glasflakes werden vorwiegend als Füller für verbesserte mechanische Eigenschaften in Duroplasten (ungesättigtes Polyesterharz oder Epoxidharz) eingesetzt, finden aber auch Verwendung in Thermoplasten (Polypropylen oder PTFE) sowie in Papier und Zement [22, 25, 26]. Das spritzgegossene PP mit Glasflakes zeigt eine deutliche Steigerung der Steifigkeit in Abhängigkeit von Flakeausrichtung und -füllmenge [27]. Es wird außerdem berichtet, dass die Zugabe von Glasflakes zur Verbesserung der Bruchzähigkeit

von Polypropylen [28], der Bruchzähigkeit und Härte von PMMA [29], des Biegemoduls von Epoxidharz [30], der Steifigkeit von RIM-Urethanen [31], Polypropylen oder PET/PBT Polymerblends führt [32].

Die Verbesserung der mechanischen Eigenschaften wird meistens als zusätzliche Eigenschaft zur Korrosionsbeständigkeit oder zur Barriereeigenschaft gegen Gas- und Dampfdurchlässigkeit vorteilhaft ausgenutzt. Die sich überlappenden, dünnen, plättchenförmigen Glasflakes in organischen Farb- und Schutzbeschichtungen bilden eine dichte Barriere gegen umgebenes Medium [33, 34]. So schützen beispielweise mit Glasflakes gefüllte Epoxidharze [35], Vinylester oder Polyester die Anlagen, Verrohrungen und Leitungen im Bereich Offshore-Windparks oder Offshore-Öl bzw. Gasförderung vor Korrosion und Abrasion [36, 37]. Solche schweren Korrosionsschutz mit Glasflakes finden sehr breite Anwendung in Pipelines für Gase und Wasser; Trägerstrukturen der Brücken und Bohranlagen usw. [33, 36, 38]. Die Korrosionsbeständigkeit von Glasflakes kann durch eine geeignete Modifizierung der Glaszusammensetzung eingestellt werden. Durch Zugabe von Glasflakes wird zudem der Wasserdurchgang durch das Polymer deutlich verringert. All diese Faktoren wirken sich auf den Langzeitkorrosionsschutz gegen Meerwasser aus. Die Anwendungsbreite ist nicht nur auf Korrosion gegen Meereswasser beschränkt, sondern erstreckt sich durch Verringerung der Permeabilität z.B. auch auf industrielle Anlagen aus Stahl, Holz und Beton zum Schutz vor konzentrierten Säuren, Laugen und Lösungsmittel [39, 40]. Eine zusätzliche Funktionalität bieten solche Beschichtungen als Wetter- und UV-Schutz [41].

Außerdem kann die Verwendung von Glasflakes in Polymeren die Entflammbarkeit wesentlich herabsetzen [25]. Solche Polymere finden im Flugzeugbau Anwendung als Fußböden oder bei Kabelummantelungen als Isolierung. Für den Brandschutz bietet die intumeszierende Eigenschaft der Glasflakes ein weiteres Anwendungsgebiet [42].

Die zurzeit wichtigste Anwendung von Glasflakes ist der Bereich der Effekt-Pigmente. Seit 2002 gewinnen die Glasflakes zunehmend an Bedeutung in der Pigment- und Farbindustrie [43]. Die Glasflakes weisen eine hervorragende Transparenz und perfekte Effektausbildung (hohe Farbbrillanz, metallischer Glanz, gleichmäßige Lichtreflexion und schleierfreies Erscheinungsbild) auf.

Die farblosen und transparenten Glasflakes an sich sind keine farbgebenden Pigmente, sondern sie dienen als Substrat für die hochbrechenden Metalloxide (Titanoxid, Eisen (III)-oxid). So zeigen die beschichtete Glasflakes mit farbgebenden Metalloxiden, die sich zur Oberfläche parallel orientieren lassen, sehr reine Interferenzfarben ohne jegliche Körperfarbe [44, 45]. Eine große Anzahl von Silber beschichteten Glasflakes ist auch kommerziell erhältlich [46]. Das Anwendungsgebiet der Glasflakes als Effekt-Pigmente ist sehr breit gefächert: Er reicht von Lacksystemen für Autolacke, Industrielacke, Dosenlackierung, Möbellackierung und Fahrradlacke, über Beschichtungssystemen in Bautenfarben, antistatische Beschichtungen und Perlglanz-Beschichtungen, bis hin zu Applikationen als Pigmente in Kunststoffen, Kosmetik und Druckfarben [15, 44].

Zusammenfassend werden folgende Eigenschaften des Verbundmaterials mit der Zugabe von Glasflakes beeinflusst [22, 25, 36, 47]:

- Mechanische Eigenschaften wie Zug- bzw. Druckfestigkeit und Zug bzw. Biegemodul
- Dimensionsstabilität z.B. Kriechbeständigkeit, Beständigkeit gegen Verzug, Standfestigkeit
- Verschleiß- und Abriebfestigkeit
- Schlagzähigkeit
- Schrumpfung bei Formgebung der Thermoplaste oder Polymerisation der Duroplaste
- Chemische Beständigkeit
- UV-Beständigkeit
- Wasserdampf- und Gaspermeation/-diffusion
- Flamm- und feuerhemmende Eigenschaften, Rauchentwicklung, Standfestigkeit bei Verbrennung
- Wärmeformbeständigkeit, Glasübergangstemperatur der Polymere
- Durchschlagfestigkeit und elektrische Widerstandsfestigkeit

Nach dem aktuellen Stand der Technik werden Glasflakes mit Hilfe eines Rotationszerstäubers hergestellt, indem das Glas als flüssige Glasschmelze einem rotierenden Zerstäuber zugeführt wird und durch Zentrifugalkräfte über den Rand des Zerstäubers hinweg zu einem dünnen Film geformt wird. In Folge des Wegschleuderns und Erstarrens werden makroskopische Glaslamellen gebildet und durch mechanische Zerkleinerung werden daraus Glasflakes erzeugt.

2.1.2 Blas-Verfahren

Ein erster Ansatz zur Herstellung von dünnen Glasflakes war das Blasen der Glasschmelze zu Hohlkugeln, bis diese zu kleinen dünnen Glasplättchen zerplatzten [48, 49]. Allerdings weist diese Methode einige Limitierungen hinsichtlich der Geometrie der dünnen Plättchen auf. So ist beispielsweise die Ausbreitung der dünnen Plättchen nach unten stark begrenzt und die Form der Plättchen ist ungleichmäßig.

Um diese Nachteile zu reduzieren, hat *Slayter et al.* [48] dieses Verfahren weiterentwickelt und folgenden Anlagenaufbau vorgeschlagen (Abbildung 2.3). Das Glas wird aus einer feuerfesten Schmelzwanne durch eine rohrförmige Einspeisung nach unten abgelassen.

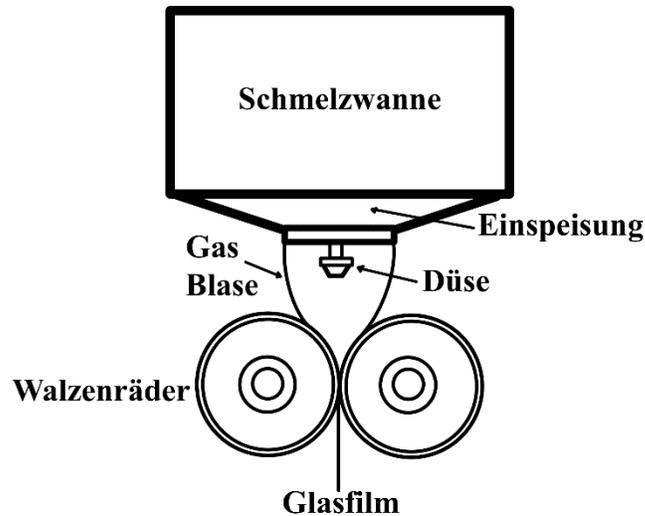


Abbildung 2.3: Anlage zur Herstellung blattartiger Glasplättchen (nachgebildet aus [48])

Die Glasschmelze nimmt dann die Form eines dünnwandigen Röhrchens an. Mittels einer Düse wird Gas in das Röhrcheninnere geleitet, um die Röhrchen auszudehnen. Anschließend wird das viskoplastische Röhrchen zwischen dem gegenläufigen Walzenpaar zu einem doppellappigen Glasband geglättet und nach unten gezogen. Dieser Glasband wird abschließend zu Glasflakes zerbrochen. Die Dicke der so entstehenden Glasflakes ist allerdings nach unten begrenzt und beträgt minimal $2.5 \mu\text{m}$.

2.1.3 Schleuderverfahren

Nach dem aktuellen Stand der Technik werden Glasflakes mit dem Schleuderverfahren hergestellt. Das Schleuderverfahren ist eine bekannte Methode aus anderen Bereichen der Verfahrenstechnik. So wird das Schleuderverfahren zum Beispiel verbreitet eingesetzt, um Glasfasern und Metallpulver aus einer Schmelze des Ausgangsmaterials herzustellen [50, 51]. Bei diesem Verfahren erfolgt die Formgebung von Glasflakes aus der Glasschmelze unter Einwirkung von Fliehkräften mittels eines rotierenden Zerstäubers (Abbildung 2.4). Zuerst wird relativ dünnflüssiges Glas durch die Zentrifugalkräfte zu einem dünnen Glasfilm geformt und dann vom Rand des becherähnlichen Zerstäubers weggeschleudert. Nach dem Verlassen des Zerstäuberrandes wird der Glasfilm weiter ausgestreckt und gleichzeitig rasch abgekühlt. Der Glasfilm zerbricht anschließend in makroskopische Glaslamellen, welche durch mechanische Zerkleinerung in Glasflakes umgewandelt werden.

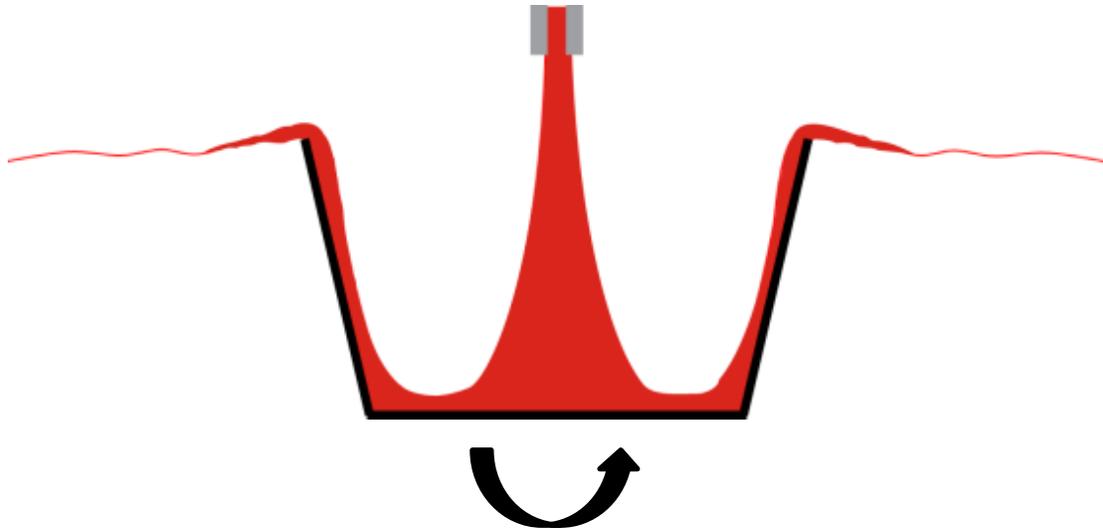


Abbildung 2.4: Formgebung des Glasfilms im Schleuderverfahren mittels eines rotierenden Zerstäubers

2.2 Prozessrelevante Eigenschaften von Glas

Glas ist ein vielfältig einsetzbares Material, welches den Menschen im alltäglichen Leben häufig begegnet. Der Werkstoff Glas ist seit mehr als 5000 Jahren bekannt und der Anwendungsbereich von Gläser wurde stetig erweitert. Bis in das 13. Jahrhundert hinein war die Nutzung von Glas auf Luxusgüter oder Kunstobjekte beschränkt. So dienen edle Becher, künstlerische Vasen oder farbige Fenster in Kirchen als Beispiel für diese Art der Anwendungen. Die erste technische Anwendung von Glas fand Mitte des 13. Jahrhunderts, als Brille zur Korrektur von Fehlsichtigkeit, statt [52]. Seit dem 18. Jahrhundert hat sich das technische Anwendungsfeld sehr rasch entwickelt. Gegenwärtig sind Verglasungen von Hochhäusern im Baubereich, Verglasungen im Automobilbereich, Panzerverglasungen an militärischen Anlagen, Sonnenschutzverglasungen an Glasfassaden, optische Linsensysteme für Mikroskope, Fotoapparate, das Fernrohr, optische Glasfasern in der Telekommunikationstechnik, phototrope Gläser in Brillen, selbstreinigende (hydrophobe) Gläser im Fassadenbau, Glasfasern für mechanische Verstärkungen, sowie chemisch beständige Gläser in der Verfahrenstechnik und Medizin einige Beispiele für glasbasierte technische Anwendungen [52-55].

Glas eignet sich sehr gut als Material für Submikrometer-Plättchen, durch seine guten chemischen und physikalischen Eigenschaften. In dieser Arbeit wird das Material Glas entlang der gesamten Herstellungskette vom Schmelzen des Glasgemenges über die Verarbeitung der Glasschmelze bis hin zur Herstellung von Glasflakes untersucht. Dieses Kapitel beschreibt die wichtigen Grundlagen und Eigenschaften des Materials Silikatglas, welche für Simulation, sowie praktische Arbeit eine sehr wichtige Rolle spielen.

2.2.1 Glaschemie und Rheologie

Der Werkstoff Glas erstarrt beim Abkühlen ohne Kristallisation und ist als eingefrorene unterkühlte Flüssigkeit einzustufen [56]. Im Gegensatz zu einfach kristallisierenden Werkstoffen wie Metallen, erstarrt eine Silikat-Glasschmelze ohne abrupte Änderung des spezifischen Volumens, da es sich bei der Glasbildung nicht um eine Phasenumwandlung 1. Ordnung handelt [57]. Daher ist es üblich eine sogenannte Glasübergangstemperatur anzugeben, wobei als charakteristische Eigenschaft die Viskosität der erstarrenden Schmelze herangezogen wird. Die Viskosität bei der Glasübergangstemperatur (T_g) beträgt 10^{12} - $10^{13.5}$ Pa·s [58]. Bei der Glasbildung ist die Beweglichkeit der Bausteine stark eingeschränkt, ersichtlich an der geringen Abhängigkeit der Volumenänderung von der Temperatur unterhalb des T_g im Vergleich zu der Steigung der dv/dT -Kurve oberhalb von T_g . Der Schnittpunkt von Tangenten, die an beide Zweige der dv/dT -Kurve angelegt werden, kennzeichnet die Glasübergangstemperatur, wie in Abbildung 2.5 gezeigt. Diese Temperatur ist von der Abkühlgeschwindigkeit abhängig, denn es gibt prinzipiell unendlich viele Möglichkeiten, wie das silikatische Netzwerk sich im Glaszustand anordnen kann. Abbildung 2.5 zeigt die spezifischen Volumen- bzw. Enthalpieänderung während der Abkühlung einer Schmelze vergleichend für die Glasbildung und die Kristallisation.

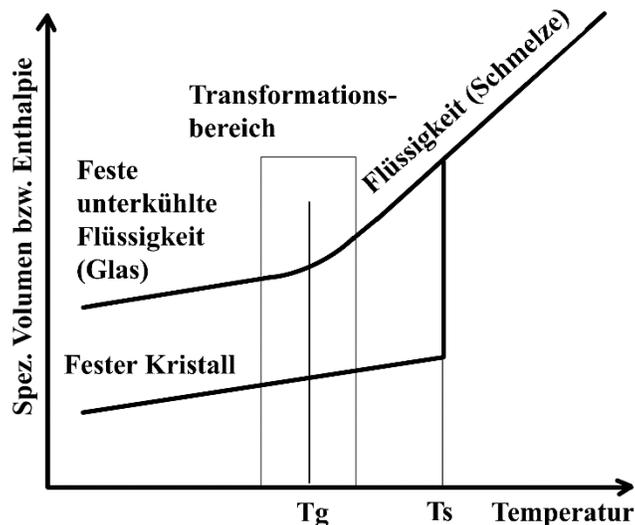


Abbildung 2.5: Spezifische Volumen- bzw. Enthalpieänderung einer Schmelze im Verlauf der Abkühlung bei Glasbildung und Kristallisation (nachgebildet aus [58])

Aus Abbildung 2.5 ist ersichtlich, dass das glasig erstarrte Material eine geringere spezifische Dichte aufweist, als bei der Kristallisation zu erwarten wäre. Damit ist auch ein höherer Anteil sogenannter Struktur-Entropie im glasartigen Material vorhanden als im Kristall. Inwiefern ein glasartig erstarrtes Material noch in den kristallinen Zustand überführt werden könnte, wird bis heute kontrovers diskutiert. Thermodynamisch gesehen, handelt es sich bei der Strukturentropie um einen Energiebetrag der beim Übergang in den stabilsten, nämlich den kristallinen Zustand,

entnommen werden kann. Allerdings wäre dazu eine Umordnung des Silikat-Gerüsts erforderlich, von der angenommen wird, dass sie als thermisch aktivierter Prozess wegen der begrenzten Beweglichkeit der einzelnen Atome auf der Zeitskala realer Prozesse nicht erfolgen kann. Derzeit gibt es Untersuchungsergebnisse, wie mit anderen Arten der Aktivierung, z.B. durch elektromagnetische Felder, die Umordnung doch erfolgen könnte. Im Vergleich zum kristallinen Zustand wird bei einer glasig-amorphen Struktur keine Translation-Symmetrie eines Gitters nachweisbar sein. Jedoch kann das Glasnetzwerk eine gewisse regelmäßige Fernordnung aufweisen, die sich beispielsweise mittels Röntgen- oder Neutronen Kleinwinkelstreuung nachweisen lässt und die bei der Glasverarbeitung auf mögliche Entmischungsprozesse hinweisen kann.

Der Übergang der Schmelze zu einem festen Zustand während der Glasbildung erfolgt über einen relativ breiten Transformationsbereich. Für anorganische Silikatgläser beträgt dieser Bereich ca. 50 K.

Anders als bei der Glasbildung verläuft die spezifische Volumenänderung bei der Kristallisation. Es ist ein sprunghafter Übergang bei einem fixen Punkt vom flüssigen zum festen Zustand festzustellen. Dieser Punkt ist als Schmelzpunkt T_s bekannt. Er kennzeichnet einen Phasenübergang 1. Ordnung von flüssig zu fest, unter Ausbildung eines Kristallgitters.

Abbildung 2.6 zeigt schematisch die Unterschiede zwischen einer amorphen und kristallinen Struktur am Beispiel von Quarzkristall und Quarzglas. Dabei weisen beide Zustände keinen Unterschied in der Nahordnung der Atome und der Bindungsart auf. Siliziumoxid ist ein Hauptbestandteil anorganischer Silikatgläser und ist im kristallinen wie im Glaszustand vierfach durch Sauerstoffatome koordiniert.

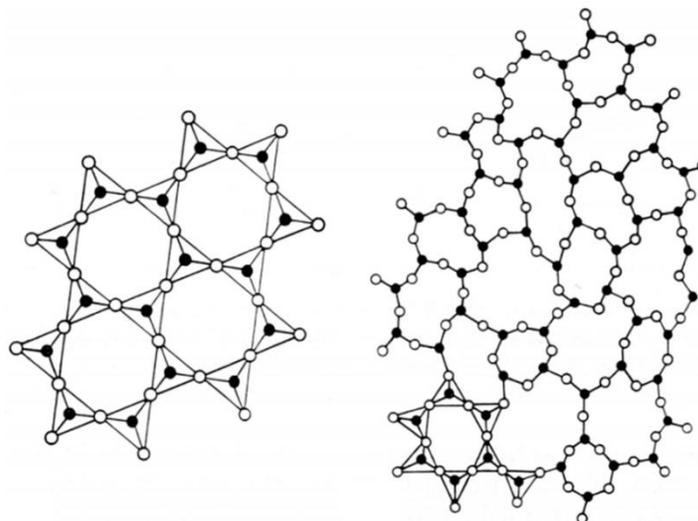


Abbildung 2.6: Schematische zweidimensionale Zeichnung von Quarz (Kristallstruktur) (links) und Quarzglas (Amorph) (rechts) [58]

Die Zachariasen-Warren-Netzwerktheorie

Es wurden mehrere Theorien für die Beschreibung der Glasstruktur z.B. von *Tammann*, *Goldschmidt* oder *Zachariasen* entwickelt [59]. Für viele praktische Zwecke ist die Netzwerktheorie von *W. H. Zachariasen*, welche später durch die röntgenographischen Untersuchungen von *Warren* gestützt wurde, am geeignetsten. Die folgenden Kriterien nach der *Zachariasen-Warren-Netzwerkhypothese* gelten für die Bildung räumlicher Netzwerke von Oxidgläsern [56]:

- Eine Glasbildung eines Oxids kommt dann zustande, wenn es als kleinste Baueinheit bevorzugt polyedrische Baugruppen bildet.
- Solche Polyeder dürfen nur ein gemeinsames Eck haben.
- Ein Anion (O^{-2} , F oder S^{-2}) darf nicht mit mehr als zwei Zentralatomen eines Polyeders (Kationen) in Bindung kommen.
- Die Eckenanzahl eines glasbildenden Polyeders darf höchstens 6 betragen.
- Mindestens drei davon müssen über Brückenanionen mit anderen Polyedern verknüpft sein.

Mit der Zachariasen-Warren-Theorie lassen sich die Änderungen der Viskosität, der elektrischen Leitfähigkeit und anderer Glaseigenschaften in Abhängigkeit der Zusammensetzung erklären und in gewissen Grenzen voraussagen. Die in dem Glas auftretenden Kationen werden in drei Gruppen unterteilt [56, 60]:

- Netzworkebildner (Si, B, P, Ge, As, Sb usw.) besitzen hauptsächlich die Koordinationszahl 3 oder 4.
- Netzworkewandler (Na, K, Ca, Mg, Ba, Li, Zn usw.) besitzen hauptsächlich die Koordinationszahl 6.
- Zwischenoxide (Al, Be, Ti, Fe, Zr usw.) besitzen hauptsächlich die Koordinationszahl 4 bis 6.

Netzworkebildner sind in der Lage sich gemeinsam mit einem Anion (z.B. O^{-2}) zu einem unregelmäßigen Glasnetzwerk anzulagern. Im Gegensatz dazu sind die Netzworkewandler nicht in der Lage selbständig ein Glas zu bilden, sondern haben die Eigenschaft Netzworkebrücken zu sprengen und sich in dadurch entstandenen Hohlräumen anzulagern (Abbildung 2.7) [58].

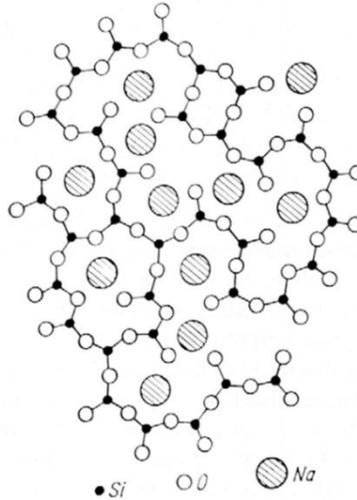


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung der Struktur eines Glases mit Natriumoxid [58]

Einige Oxide können sowohl als Netzwerkbildner als auch als Netzwerk wandler wirken. Solche Zwischenoxide können je nach Vorhandensein von Netzwerkbildner und -wandlern das Glasnetzwerk sprengen oder festigen.

Viskosität

Das Glas kann in Abhängigkeit von der Temperatur unterschiedliches Materialverhalten zeigen: spröde-elastisch, viskoelastisch und viskos. Unterhalb des Glasübergangs verhält sich das Glas wie eine Keramik: Bei einer Zugbeanspruchung besteht eine lineare Proportionalität zwischen Spannung und Dehnung bis zum Bruch. Die Steigung der Kurve im Spannungs-Dehnungs-Diagramm ist als Elastizitätsmodul (E-Modul) definiert. Die Viskosität ist in diesem Fall unendlich groß und das spröde-elastische Materialverhalten kann durch das Hooksche Gesetz beschrieben werden.

$$\sigma_Z = \varepsilon_D \cdot E \quad \text{für eine Zugbeanspruchung} \quad (2.1a)$$

$$\text{oder } \tau_{Sch} = \gamma_{Sch} \cdot G \quad \text{für eine Scherbeanspruchung} \quad (2.1b)$$

Dabei ist σ_Z die Spannung in Belastungsrichtung, ε_D die relative Dehnung und E das E-Modul (auch als Young's Modul bekannt). Für Scherung (2.1b) gilt: τ_{Sch} ist die Schubspannung, γ_{Sch} die Scherung und G das Schubmodul. Hierbei verhalten sich E und G nicht unabhängig voneinander. Für einen isotropen und homogenen Werkstoff besteht folgender Zusammenhang.

$$G = \frac{E}{2(1+\nu_P)} \quad (2.2)$$

Bei einer Änderung der Temperatur entstehen thermische Dehnungen, die bei höheren Temperaturunterschieden stark in Betracht gezogen werden müssen [61].

$$\varepsilon_{thermisch} = \alpha_L \cdot \Delta T \quad (2.3)$$

Abbildung 2.8 zeigt den Verlauf des E-Moduls in Abhängigkeit von der Temperatur für ein Kalk-Natron-Glas. Weit unterhalb seiner Glasübergangstemperatur zeigt das Kalk-Natron-Glas das Hooksche Verhalten.

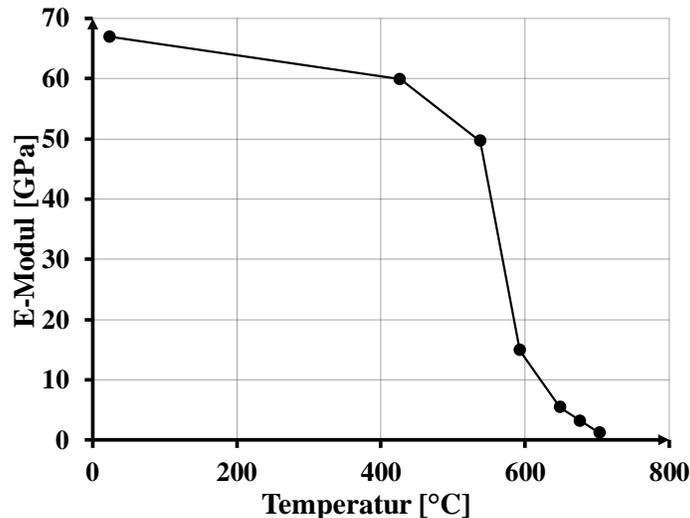


Abbildung 2.8: E-Modul eines Kalk-Natron-Glases nach McGraw in Abhängigkeit der Temperatur [62]

In der Rheologie wird ein reines elastisches Materialverhalten mit einer Feder (das Hooke-Element) modelliert.



Abbildung 2.9: Das Hooke-Element für ideale Elastizität

Um den Transformationsbereich verhält sich das Glas wie ein viskoelastisches Material. Die Viskosität beträgt zwischen 10^{12} - $10^{13.5}$ Pa·s. Viskoelastisches Verhalten beinhaltet sowohl elastisches als auch viskoses Verhalten. Rheologisch kann man dieses Materialverhalten für ein Glas mit einem Maxwell-Körper in guter Näherung modellieren. Der Maxwellsche Körper setzt sich aus einer

reihengeschalteten Feder und einem Dämpfungszyylinder bzw. einem Hookeschen und einem Newtonschen Körper zusammen (Abbildung 2.10).



Abbildung 2.10: Maxwellscher Körper: Reihenschaltung von Feder und Dämpfungszyylinder

Die Modell-Gleichung für einen Maxwellschen Körper kann durch folgende Gleichungen für eine Zugbeanspruchung (Gl. 2.4a) und Scherbeanspruchung (Gl. 2.4b) beschrieben werden:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{E} + \frac{\sigma}{\eta} \quad (2.4a)$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\dot{\tau}}{G} + \frac{\tau_{Sch}}{\eta} \quad (2.4b)$$

Oberhalb des Transformationsbereiches verhält sich das Glas wie eine Newtonsche Flüssigkeit und die Viskosität ist indirekt proportional zur Schergeschwindigkeit (Gl. 2.5).

$$\eta = \frac{\tau_{Sch}}{\dot{\gamma}} \quad (2.5)$$

Dieser Zusammenhang wird als Newtonsches Gesetz bezeichnet und ist eine Modell-Gleichung für einen Newtonschen Körper, der durch einen Dämpfungszyylinder modelliert wird. Die Viskosität des Glases ist stark von der Temperatur abhängig. In der industriellen Glasherstellung und -formung sind bestimmte fixe Viskositätstemperaturen etabliert (s. Abbildung 2.11).

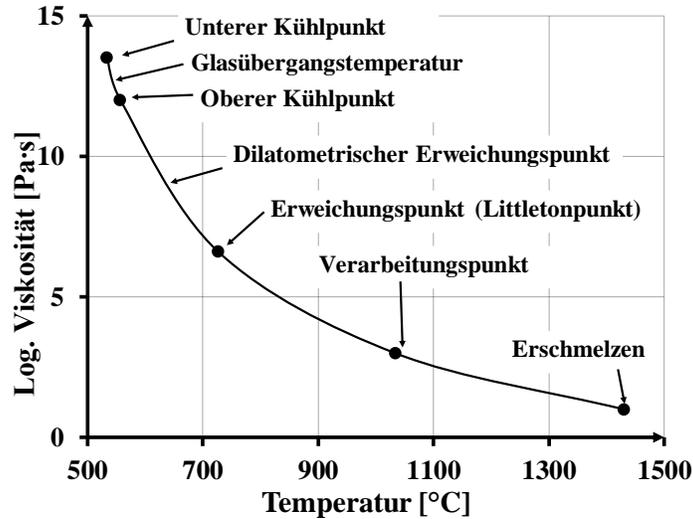


Abbildung 2.11: Temperaturabhängigkeit der Viskosität für ein typisches industriell hergestelltes Kalk-Natron-Glas (Fensterglas) mit Kennzeichnung prozessrelevanter Viskositätswerte [63]

Begriffserklärungen sind unten für jeden fixen prozessrelevanten Viskositätswert wie folgt zu finden [58, 63]:

- Unterer Kühlpunkt ($\eta = 10^{13.5} \text{ Pa} \cdot \text{s}$): Bei diesem Punkt wird ein unter thermischen Spannungen stehendes Glas in 15 h um 10 % entspannt.
- Oberer Kühlpunkt ($\eta = 10^{12} \text{ Pa} \cdot \text{s}$): Bei diesem Punkt erfolgt die Entspannung um 10 % in 15 Minuten.
- Dilatometrischer Erweichungspunkt ($\eta = 10^{10.3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$): Ab diesem Punkt findet keine weitere Ausdehnung des Probekörpers in einem Dilatometer statt, dagegen fängt die Glasprobe an unter dem Druck des Fühlstempels zu fließen bzw. sich zu verformen.
- Erweichungspunkt (Littletonpunkt) ($\eta = 10^{6.6} \text{ Pa} \cdot \text{s}$): Ab dieser Viskosität beginnt sich das Glas unter dem eigenen Gewicht wahrnehmbar zu verformen.
- Verarbeitungspunkt ($\eta = 10^3 \text{ Pa} \cdot \text{s}$): Bei dieser, auch als Einsinktemperatur bezeichneten, Temperatur lässt sich das Glas mit einer guten Formgebungsfähigkeit verarbeiten. Glasverarbeitungsvorgänge wie Blasen und Pressen werden bei dieser Temperatur durchgeführt.
- Erschmelzen ($\eta = 10^1 \text{ Pa} \cdot \text{s}$): Bei diesem Punkt findet das Schmelzen des Gemenges, das Homogenisieren und die Läuterung der Schmelze statt.

Als Grundlage der Viskositätsberechnung bei Silikatgläsern wird die *Vogel-Fulcher-Tammann-Gleichung (VFT)* herangezogen:

$$\log \eta = B + \frac{C}{T - T_0} \quad (2.6)$$

Dabei sind B , C und T_0 Konstanten und T die Glasübergangstemperatur. Die *VFT-Gleichung* ist ab dem Transformationsbereich gültig. Mit ihr kann man durch Messung von drei Viskositätspunkten den gesamten Viskositätsverlauf berechnen.

Eine andere empirische Gleichung, nämlich die *Williams-Landel-Ferry-Gleichung (WLF)*, wird für die Verfeinerung der *VFT-Gleichung* mit einer Referenztemperatur T_r und der *Williams-Landel-Ferry-Konstanten* verwendet:

$$\log \eta = \frac{c_1(T-T_r)}{c_2+T-T_r} \quad (2.7)$$

2.2.2 Elektrische Eigenschaften von Glasschmelzen Einfluss der Temperatur und Zusammensetzung auf die Ionenleitfähigkeit

Die Fähigkeit eines Materials elektrischen Strom zu leiten beruht auf der elektrischen Leitfähigkeit. Zu Vergleichszwecken wird die Leitfähigkeit eines Materials durch eine spezifische elektrische Leitfähigkeit – κ (S/cm) – wiedergegeben. Die spezifische elektrische Leitfähigkeit entspricht der elektrischen Leitfähigkeit eines Zylinders mit einem Querschnitt von 1 cm^2 und einer Länge von 1 cm [64]:

$$\kappa = \frac{l}{R \cdot A} [\Omega^{-1} \text{cm}^{-1}] \quad (2.8)$$

Wobei l die Länge des Leiters, R der Widerstand des Leiters und A der Querschnitt des Leiters ist. Der Kehrwert der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit ist der spezifische elektrische Widerstand. Da die spezifische elektrische Leitfähigkeit der Gläser oft sehr kleine Werte hat, wird oftmals der spezifische elektrische Widerstand verwendet [65].

$$\rho_{El.} = \frac{1}{\kappa} [\Omega \text{cm}] \quad (2.9)$$

Im Gegensatz zu Metallen, deren elektrische Leitfähigkeit durch frei bewegende Elektronen bestimmt ist (Elektronenleitfähigkeit), wird die elektrische Leitfähigkeit in den Gläsern grundsätzlich durch die Bewegung der Ionen bestimmt (Ionenleitfähigkeit). Dies betrifft die überwiegende Anzahl der technisch eingesetzten oxydischen Gläser. Als Träger für den elektrischen Strom im Glas sind die im Glasnetzwerk am schwächsten eingebauten Ionen zuständig. Diese sind grundsätzlich Alkali-Ionen (Netzwerk wandler), die durch ihre Beweglichkeit und Anzahl im Glasnetzwerk den spezifischen elektrischen Widerstand bzw. Leitfähigkeit bestimmen. Deswegen ist die Beweglichkeit und Anzahl der Ionen – die Stärke der Leitfähigkeit – enorm von der Glaszusammensetzung

und Temperatur abhängig. Die Erhöhung der Ladungsträgerzahl (Alkali-Ionen) in der Zusammensetzung und der Temperatur (Abnahme der Zähigkeit) führt zu einem höheren Wert der spezifischen Leitfähigkeit bzw. niedrigeren Wert des spezifischen Widerstandes. Da die meisten oxydischen Gläser zu den ionischen Flüssigkeiten zählen, kann die Temperaturabhängigkeit des spezifischen Widerstands durch folgende Gleichung wiedergegeben werden [66]:

$$\log \rho_{EL} = \log \rho_0 + 0.4343 \cdot \frac{E_A}{R_G T} \quad (2.10)$$

Wobei ρ_0 eine Konstante, E_A die Aktivierungsenergie, R_G die Gaskonstante und T die Temperatur sind. Dieser mathematische Zusammenhang, der als *Rasch-Hinriksen-Gleichung* bekannt ist, gilt für die Glasschmelze nur bei sehr hohen Temperaturen zwischen 1200-1400 °C. *Mazurin et.al* [66] haben anhand vieler experimenteller Daten eine zur *Vogel-Fulcher-Tammann-Gleichung* ähnliche Beziehung abgeleitet:

$$\log \rho_{EL} = B + \frac{C}{T - T_0} \quad (2.11)$$

Wobei B , C und T_0 Konstanten sind. Diese Gleichung gilt für einen breiten Viskositäts- und Temperaturbereich (von 10^2 Pa·s bis 10^{12} - 10^{13} Pa·s) und zeigt, dass bei sehr hohen Temperaturen der Widerstand des Glases nicht mehr zusammensetzungsabhängig, sondern nur noch temperaturabhängig ist.

Bei den für die Glasverarbeitung üblichen Temperaturen spielt allerdings die Abhängigkeit des Widerstandes von der Zusammensetzung eine zentrale Rolle. Monovalente Ionen wie Li^+ , Na^+ und K^+ haben eine höhere Mobilität in der Glasschmelze, somit wird durch die Erhöhung der Alkali-Ionen der elektrische Widerstand erniedrigt. Als Beispiel dienen die in Abbildung 2.12 gezeigten Kurven, anhand welcher die Abnahme des spezifischen Widerstands mit einer Erhöhung der Na_2O -Konzentration bei beiden Gläsern deutlich zu sehen ist [67].

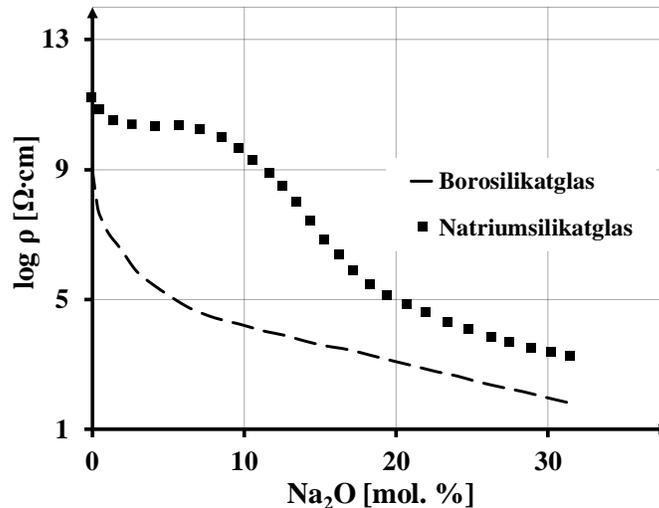
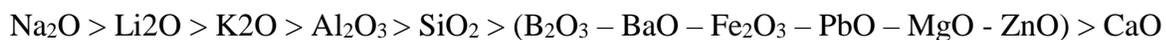


Abbildung 2.12: Verlauf des spezifischen Widerstandes eines Borosilikatglases und eines Natriumsilikatglases in Abhängigkeit vom Natriumoxid-Gehalt [67]

Zusätzlich zu der Menge der monovalenten Alkali-Ionen im Glas, beeinflusst auch die Stärke der Ionenbindung und die Größe der Ionen sehr stark die Leitfähigkeit des Glases. Vergleicht man das Na^+ -Ion mit dem K^+ -Ion, so stellt man fest, dass das K^+ -Ion trotz seiner schwächeren Ionenbindung im Glasnetzwerk einen, durch einen größeren Ionenradius hervorgerufenen, höheren elektrischen Widerstand besitzt. Aus dem Vergleich zwischen Na^+ -Ion und Li^+ -Ion geht hervor, dass das Na^+ -Ion einen größeren Einfluss auf die elektrische Leitfähigkeit durch seine schwächere Ionenbindung hat, obwohl das Li^+ -Ion einen kleineren Radius aufweist. Somit ist der Beitrag des Na^+ -Ions zur elektrischen Leitfähigkeit am stärksten. Der Widerstand lässt sich aus der Reihenfolge des steigenden Widerstandes wie folgt abschätzen: $\text{Na}_2\text{O} < \text{Li}_2\text{O} < \text{K}_2\text{O}$ [65].

Das Vorhandensein der bivalenten Kationen (Ba^{+2} , Sr^{+2} , Mg^{+2} , Pb^{+2} , Zn^{+2} , Ca^{+2}) oder trivalenten Kationen (B^{+3} , Al^{+3} , Fe^{+3}) im Glas beeinflusst den Widerstand in starker Abhängigkeit von der anfänglichen Zusammensetzung. Zum Beispiel erhöhen Ca^{+2} , Ba^{+2} und Pb^{+2} den Widerstand des Glases, wobei Ca^{+2} den stärksten Einfluss auf den Widerstand besitzt. Hier muss erwähnt werden, dass CaO einen festigenden Effekt auf das Glasnetzwerk hat. Allerdings berichten *Boksay* und *Lengyel* [67], dass die bivalenten Kationen keinen Einfluss auf die elektrische Leitfähigkeit des Glases für die Gläser, die sie untersuchten, haben. In einem Natriumsilikatglas ($\text{Na}_2\text{O} \cdot 2\text{SiO}_2$) erhöht sich der Widerstand in indirekter Proportionalität zum Ionen-Radius von Fe, Al und B ($\text{Fe} < \text{Al} < \text{B}$).

Zusammenfassend beeinflussen die Oxide die Erhöhung der Glasleitfähigkeit in folgender Reihenfolge [67]:



Beim elektrischen Schmelzen von Glas bestimmt die elektrische Leitfähigkeit bzw. der elektrische Widerstand die elektrische Schmelzbarkeit des Glases und somit auch den dazu benötigten Strom bzw. Spannung.

2.2.3 Wärmetransport im Glas

Der Wärmetransport spielt eine sehr wichtige Rolle bei der Verarbeitung der Glasschmelze zu Submikrometer-Partikeln und erfolgt durch folgende Wärmetransportmechanismen [68]:

- Wärmeleitung: Wärmetransport durch Phononen.
- Konvektion: Wärmetransport durch sich bewegende Teilchen, die ihre Energie mitführen.
- Wärmestrahlung: Wärmetransport durch Photonen.

Konvektiver Wärmetransport ist direkt mit der Strömung der Glasschmelze verbunden und deswegen von der Dichte, Viskosität, spezifischen Wärmekapazität der Schmelze sowie von den Geschwindigkeitsfeldern der Schmelzeströmung abhängig. Betrachtet man eine stationäre Glasschmelze, so zeigt sich, dass bei niedrigeren Temperaturen der Wärmetransport durch phononische Wärmeleitung dominiert, während bei höheren Temperaturen ($> 400\text{ °C}$) der photonische Wärmetransport dominant ist. Da die Glasschmelze ein semi-transparentes Medium darstellt, macht bei sehr hohen Temperaturen die Wärmestrahlung den Hauptteil des Wärmetransports aus.

Wärmetransport durch Wärmeleitung

Die Wärmeleitung wird durch das *Fouriersche Gesetz* beschrieben, wobei die Wärmestromdichte (\dot{q}) proportional zu dem Temperaturgradienten (∇T) in dieser Richtung und zur Wärmeleitfähigkeit (λ) des Glases ist.

$$\dot{q} = -\lambda \cdot \nabla T \quad (2.12)$$

Die Wärmeleitfähigkeit, nur durch Wärmeleitung, der verwendeten Gläser liegt zwischen 1 und 1.2 W/(m·K) und zeigt keine signifikante Abhängigkeit von der Temperatur. Deshalb wird bei den Gläsern oft stattdessen eine scheinbare bzw. effektive Wärmeleitfähigkeit verwendet, welche den Anteil der Strahlung enthält [69].

$$\lambda_{\text{effektiv}} = \lambda_{\text{Leitfähigkeit}} + \lambda_{\text{Strahlung}} \quad (2.13)$$

Die effektive Wärmeleitfähigkeit ist in Abbildung 2.13 zu sehen. Es ist deutlich erkennbar, dass eine sehr steile Zunahme der Wärmeleitfähigkeit mit der Temperatur vorliegt. Dies deutet auf den sehr hohen Wärmestrahlungsanteil bei hohen Temperaturen hin.

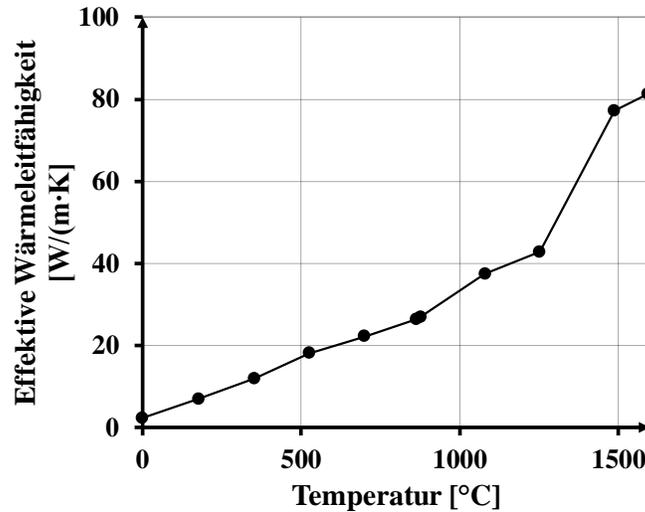


Abbildung 2.13: Die effektive Wärmeleitfähigkeit eines Glases mit der Zusammensetzung in Gew.% (SiO₂: 73.82 , Al₂O₃: 0.95, MgO: 4.56, CaO:7.05, Na₂O:13.15) [69]

Wärmetransport durch Konvektion

Für die Berechnung der Wärmeübertragung durch Konvektion ($q_{konv} = \rho \cdot C_p \cdot T \cdot V$) sind eine Reihe von Kenngrößen, wie Geschwindigkeits- und Temperaturfelder in der Strömung, erforderlich. Die Strömung eines Fluides wird durch die Kontinuitätsgleichung (Massenerhaltungssatz) und die Navier-Stokes-Gleichung (Impulserhaltungssatz) beschrieben. Für eine stabile laminare Strömung eines inkompressiblen Fluides gilt folgender Gleichungssatz:

$$\nabla \cdot V = 0 \quad \text{Kontinuität} \quad (2.14)$$

$$\rho(V \cdot \nabla) V = -\nabla p - \nabla \cdot \tau_{ij} + \rho g \quad \text{Impuls} \quad (2.15)$$

Wobei p der Druck, τ_{ij} der viskose Spannungstensor und g die Gravitationsbeschleunigung sind. Die Annahme, dass die Glasschmelze ein inkompressibles Newtonsches Fluid ist, ist eine plausible Annahme. Deshalb wird der viskose Spannungstensor τ_{ij} wie folgt definiert [70]:

$$\tau_{ij} = \eta \left[\frac{\partial v_i}{\partial x_j} + \frac{\partial v_j}{\partial x_i} \right] \quad (2.16)$$

Mit örtlichen Koordinaten x_i und x_i .

Bei dem Schleuderverfahren weitet sich die Glaslamelle an Luft aus und wird dabei stark abgekühlt. Diese Abkühlung zwischen Glas und Kühlmedium lässt sich mit dem Newton-Gesetz beschreiben [71]:

$$\dot{q} = -h_c \cdot \nabla T \quad (2.17)$$

Der Wärmeübergangskoeffizient h_c hängt von den Fluideigenschaften, den Strömungseigenschaften (turbulent oder laminar) und der Geometrie an der Grenzfläche ab. In der Regel wird dieser Koeffizient experimentell bestimmt.

Wärmetransport durch Wärmestrahlung

Ein weiterer wichtiger Wärmetransportmechanismus in der Glasschmelze ist die Wärmestrahlung, welche vor allem bei höheren Temperaturen einen sehr großen Anteil am Wärmetransport hat. Das *Plancksche Gesetz* beschreibt die emittierte spektrale Strahlungsdichte und mit der vorausgesetzten Isotropie der Strahlung ergibt sich die spektrale Intensität ($E_{b\lambda}$) für einen schwarzen Körper aus [72]:

$$E_{b\lambda} = \frac{C_1 n^2}{\lambda^5 (e^{C_2/\lambda T} - 1)} \quad (2.18)$$

Dabei sind C_1 , C_2 Konstanten, n ist der Brechungsindex des Mediums, λ ist die Wellenlänge im Vakuum und T ist die absolute Temperatur. Die Natur- und Strahlungskonstanten mit Einheiten sind in Tabelle 2.1 angegeben.

Tabelle 2.1: Strahlungskonstante

Konstante	Wert	Einheit
Boltzmann-Konstante, k	1.38	J/K
Planck-Konstante, h	$6.626 \cdot 10^{-23}$	J/K
Lichtgeschwindigkeit, C_0	$2.998 \cdot 10^8$	m/s
Stefan-Boltzmann-Konstante, σ	$5.668 \cdot 10^{-8}$	$W/(m^2 \cdot K^4)$
$C_1 = 2\pi C_0^2$	$3.74 \cdot 10^{-16}$	$J \cdot m^2/s$
$C_1 = h C_0/k$	$1.4387 \cdot 10^{-2}$	$m \cdot K$

$E_{b\lambda} d\lambda$ ist die emittierte Strahlung eines schwarzen Körpers pro Zeiteinheit und pro Flächeneinheit in einem Wellenlängenbereich $d\lambda$.

Integriert man $E_b d\lambda$ über den gesamten Wellenlängenbereich, erhält man die gesamte Strahlungsenergie, die durch das *Stefan-Boltzmann-Gesetz* beschrieben wird:

$$E_b = n^2 \sigma T^4 \quad (2.19)$$

Betrachtet man einen nicht-transparenten opaken Körper, so stellt man fest, dass von einem Volumenelement in diesem Körper ausgehende Strahlung von den anliegenden Volumenelementen absorbiert wird. Im Gegensatz dazu, stellt das Glas ein semi-transparentes Medium dar, in dem sich die Strahlung wie in der Luft ausbreitet [73].

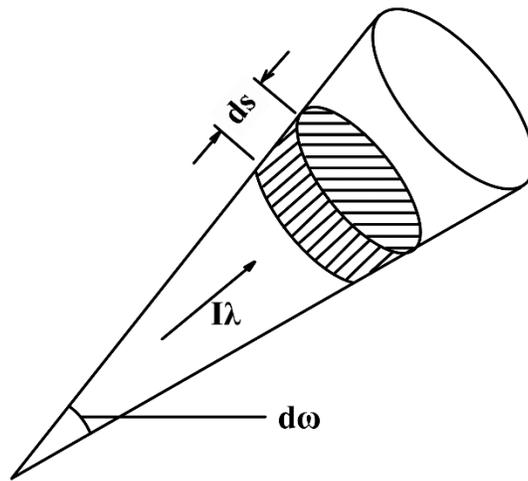


Abbildung 2.14: Absorption der Strahlung über Weglänge ds (nachgebildet aus [70])

Sei nun I_λ die monochromatische Intensität eines Strahls, wie in Abbildung 2.14 gezeigt. Sobald die Strahlung den Abstand ds durchquert, wird der Strahl abgeschwächt. Diese Abschwächung durch die Absorption kann man wie folgt definieren:

$$-dI_\lambda = \kappa_\lambda I_\lambda ds \quad (2.20)$$

Wobei κ_λ der monochromatische Absorptionskoeffizient ist. Aus dieser Gleichung lässt sich die Intensität wie folgt berechnen:

$$I_\lambda = I_{0\lambda} e^{-\kappa_\lambda s} \quad (2.21)$$

Hierbei bedeutet $I_{0\lambda}$ die Intensität bei $s=0$ und der Ausdruck $e^{-\kappa_\lambda s}$ stellt den Anteil der Photonen dar, deren freie Weglänge die Länge s überschreitet.

Nun wird die monochromatische Emission der Strahlung in einem absorbierenden und emittierenden Medium vorgestellt. Aus dem *Kirchhoffschen Gesetz* lässt sich die Emissionsrate J_λ pro Volumeneinheit pro Raumwinkeleinheit wie folgt definieren:

$$J_\lambda = \frac{\kappa_\lambda}{\pi} E_{b\lambda} \quad (2.22)$$

In einem homogenen und isotropen Medium, hat die Emission keine Richtungsabhängigkeit und deshalb wird die Emissionsrate pro Volumeneinheit als $4\kappa_\lambda E_{b\lambda}$ ausgedrückt. Integriert man nun den oben angegebenen mathematischen Ausdruck über das gesamte Spektrum, erhält man $4\kappa_p E_b$, welches die gesamte Emission pro Zeiteinheit und pro Volumeneinheit darstellt.

Wobei κ_p der *Plancksche* mittlere Absorptionskoeffizient ist [70].

$$\kappa_p = \frac{\int_0^\infty \kappa_\lambda E_{b\lambda} d\lambda}{E_b} \quad (2.23)$$

In einem Glas ist die emittierte Strahlungsenergie jedes Volumenelements vernachlässigbar klein im Vergleich zu der absorbierten Strahlungsenergie. In diesem Fall wird die Strahlungsleitfähigkeit $\lambda_{Strahlung}$ nach Rosseland wie folgt angenähert [74]:

$$\lambda_{Strahlung} = \frac{16}{3} \frac{n^2 \sigma T^3}{\kappa_R} \quad (2.24)$$

Für κ_R gilt:

$$\frac{1}{\kappa_R} = \int_0^\infty \frac{1}{\kappa(\nu)} \frac{\partial I_s}{\partial T} d\nu / \int_0^\infty \frac{\partial I_s}{\partial T} d\nu \quad (2.25)$$

Die Rosseland-Annäherung gilt nur für optisch dickeres Medium und die Wärmeübertragung kann lediglich im Inneren des Glasvolumens berechnet werden. Für optisch dünnes Medium, wo die Rosseland-Methode keine Gültigkeit mehr hat, wird oft die aus den Experimenten ermittelte scheinbare (effektive) Strahlungsleitfähigkeit eingesetzt [69, 75].

3 Simulation

Die numerische und die analytische Modellierung sind ein wichtiger Bestandteil dieser Arbeit und werden für sehr unterschiedliche Vorgänge in der Glasflake-Herstellung angewendet. Somit konnten wichtige Erkenntnisse gewonnen werden, um den gesamten Prozess zu verbessern. Ein wichtiger Teil der Simulation ist die Modellerstellung für die Berechnung der Dicke der Glaslamelle, die bei dem Schleuderverfahren aus der Glasschmelze entsteht. Dafür wurden eine *FEM*-Modellierung und eine analytische Modellierung durchgeführt. Das Modell behandelte auch die Entstehung und die Desintegration der Glaslamelle, die als eigenständiger Unterpunkt beschrieben werden. Weitere Simulationsarbeit beinhaltet zum einen die struktur-mechanische Berechnung und die thermische bzw. elektro-thermische Simulation des rotierenden Zerstäubers.

3.1 Simulation der Zentrifugalzerstäubung von Glasschmelzen

Die Zerstäubung der Glasschmelze mittels eines rotierenden Zerstäuberbehälters führt nicht immer zur Bildung eines dünnen Glasfilms aus der Glasschmelze. Die Entstehung des Glasfilms bzw. der Glaslamellen ist aber entscheidend für die Herstellung von plättchenförmigen Glaspartikeln. Außerdem ist die Dicke der Lamelle stark von den zahlreichen Materialparametern des Glases und den Betriebsparametern während der Herstellung abhängig. Mithilfe mathematischer Modelle sind die Bedingungen für die Lamellenbildung und die Entwicklung der Glasschmelze in und nach dem Zerstäuber berechenbar. Diese Modelle werden in den nächsten drei Unterkapiteln ausführlich beschrieben.

3.1.1 Desintegration der Glasschmelze: Modellvorstellungen

Wie oben erwähnt, kann die in den rotierenden Zerstäuber (Becher oder Scheibe) zugeführte Flüssigkeit den Zerstäuberrand in drei unterschiedlichen Formen verlassen: in Tropfenform, in Fadenform oder in Lamellenform (Filmform). Diese drei Ablösungsmechanismen sind in Abbildung 3.1 schematisch dargestellt. Somit ist die Herstellung von Glaskugeln, Glasfasern und Glasflakes mit dem Schleuderverfahren möglich.

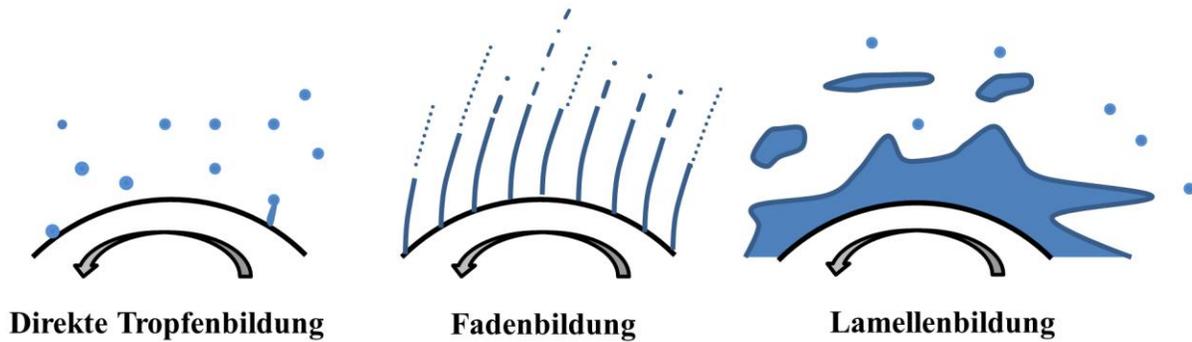


Abbildung 3.1: Drei Ablösemechanismen am Rand des rotierenden Zerstäubers

Die Morphologie der Partikel nach der Ablösung vom Zerstäuberrand ist von den Flüssigkeitseigenschaften (Dichte, Viskosität, Oberflächenspannung) sowie den Betriebsparametern (Zerstäuber-geometrie, Rotationsgeschwindigkeit, Flüssigkeitsdurchsatz) abhängig. Es gibt jedoch keinen klar definierten Übergang von einem Ablösemechanismus zum anderen. Das bedeutet, dass zwischen zwei Ablöseformen immer eine Mischung aus beiden entsteht, bis eine reine Ablösungsform vorliegt. Diese zwei Übergangsbereiche sind Mischungen zwischen Tropfen-/Fadenablösung und zwischen Faden-/Lamellenablösung. *Hinze et al.* [76] haben die Ablösemechanismen am Rand eines becherähnlichen Zerstäubers untersucht und semi-empirische Formeln für die Übergänge erstellt.

Für die Herstellung von Glasflakes ist lediglich die Art der Ablösung von Bedeutung, da plättchenförmige Glaspartikel nur dann entstehen, wenn sich an der Zerstäuberkante ein Film bildet und als Lamelle erstarrt.

Das Kriterium für den Übergang von Fadenbildung zur Lamellenbildung haben *Hinze et al.* [76] aus den Versuchsergebnissen wie folgt abgeleitet:

$$\Psi = V \cdot We^{0.6} \cdot Z^{0.167} > 1.77 \quad (3.1)$$

Die Übergangszahl Ψ charakterisiert keinen abrupten Übergang von einer Fadenbildung zu einer Lamellenbildung, sondern vielmehr einen Übergangsbereich zu einer Lamellenbildung. Die Übergangszahl Ψ kann durch die dimensionslosen Kennzahlen wie Volumenstromkennzahl ($V=(Q^2\rho)/(\rho D^3)$), die Weber-Zahl ($We=(\omega^2 D^3 \rho)/\sigma$) und die Zerstäuber-Zahl ($Z=\eta^2/(\sigma D \rho)$) beschrieben werden.

Hinze *et al.* [76] verwendeten Flüssigkeiten mit folgenden physikalischen Eigenschaften (Tabelle 3.1):

Tabelle 3.1: Die Eigenschaften für die Zerstäubung verwendeter Fluide

Flüssigkeit	Dichte [kg/m ³]	Viskosität [Pa·s]	Oberflächenspannung [mN/m]
A	885	1.415	29.5
B	856	0.0985	29.5
C	945	0.236	28.5
D	910	0.0246	27.5
E	899	0.0078	29.5

Ob eine direkte Übertragung dieses Übergangskriteriums auf die Glasschmelze möglich ist, bleibt wegen der unterschiedlichen physikalischen Eigenschaften der Fluide und der Betriebsparameter, fraglich. Deswegen wurde für eine genauere Untersuchung der Desintegrationsmechanismen und Überprüfung des Übergangskriteriums eine Reihe von Versuchen mit Modellflüssigkeiten durchgeführt. Als Modellflüssigkeit wurden unterschiedlichen Silikonöle ausgewählt, um die Glasschmelze simulieren zu können. Die verwendeten Silikonöle sind in Tabelle 3.2 angegeben.

Tabelle 3.2: Die Eigenschaften der verwendeten Silikonöle

Flüssigkeit	Dichte bei 20°C [kg/m ³]	Viskosität bei 40°C [Pa·s]	Oberflächenspannung [mN/m]
Silo D 100 [30]	950	0.07125	22
Silo D 350 [31]	970	0.2522	22
Silo D 1000 [32]	970	0.7275	22

Die Zerstäubung der Modellflüssigkeiten wurde bei gleichen Betriebsparametern wie bei der Herstellung von Glasflakes durchgeführt und die Entstehung der unterschiedlichen Ablösungsmechanismen der Glasschmelze mit einer Digitalkamera dokumentiert. Aus den Ergebnissen wurde die Abhängigkeit der Lamellenbildung von den Flüssigkeitseigenschaften und Betriebsparametern abgeleitet. Die mit Hilfe der Modellflüssigkeiten ermittelten Abhängigkeiten wurden nachfolgend durch Versuche an realen Glaschmelzen verifiziert.

3.1.2 Berechnung der Filmdicke mittels *FEM*

Zur numerischen Simulation der Strömung der Glasschmelze in einem rotierenden Zerstäuber während des Flake-Prozesses kommt eine auf Finite-Elemente-Methode (*FEM*) basierte kommerzielle Software zum Einsatz: Comsol Multiphysics® mit einem Modul der numerischen Strömungsmechanik (*engl.: CFD, computational fluid dynamics*) [77].

Die Strömung der Glasschmelze, während des Flake-Prozesses, ist eine zwei Phasen-Strömung mit Beteiligung der Glasschmelze- und Luftströmung. Das „Two-Phase Flow“ Modul von Comsol

Multiphysics® ist für die Modellierung von Zwei-Phasen-Strömungen zweier nicht mischbarer Fluide mit enger Grenzschicht einsetzbar. Die für inkompressible Flüssigkeiten geltenden Navier-Stokes-Gleichungen (Gl. 3.2 und 3.3) werden um zwei weitere Gleichungen (Gl. 3.4 und 3.5) erweitert. Diese sogenannte Phasenfeld-Methode wird für die Lösung der mehrphasigen Differentialgleichungen eingesetzt [78]. Das erweiterte Gleichungssystem sieht dann folgendermaßen aus [79]:

$$\rho \frac{\partial u}{\partial t} + \rho(u \cdot \nabla)u = \nabla \cdot [-pI + \eta(\nabla u + (\nabla u)^T)] + F \quad (3.2)$$

$$\nabla \cdot u = 0 \quad (3.3)$$

$$\frac{\partial \phi}{\partial t} + u \cdot \nabla \phi = \nabla \cdot \frac{\gamma \lambda}{\varepsilon^2} \nabla \psi \quad (3.4)$$

$$\psi = -\nabla \cdot \varepsilon^2 \nabla \phi + (\phi^2 - 1)\phi + \left(\frac{\varepsilon^2}{\lambda}\right) \frac{\partial f_{ext}}{\partial \phi} \quad (3.5)$$

Wobei ρ die Dichte (kg/m^3), u die Geschwindigkeit des Fluides (m/s), t die Zeit (s), p der Druck (Pa), I die Identitätsmatrix, η die Viskosität des Fluides ($\text{Pa}\cdot\text{s}$), die Hochstellung T die Transposition der Matrix und F die auf das Fluid wirkende Kraft ist (Gl. 3.2 und 3.3). Die Navier-Stokes-Gleichungen beschreiben den Impuls- und Stofftransport bei konstanter Dichte. Um die Kapillarkwirkungen in dem Modell zu berücksichtigen, wird die Oberflächenspannung an der Grenzfläche zweier nichtmischbarer Fluide in F integriert. Die Gleichungen 3.4 und 3.5 sind die in zwei Gleichungen aufgeteilte Cahn-Hilliard-Gleichung, wobei ϕ die Phasenfeld-Variable zwischen -1 und 1, γ die Mobilität ($(\text{m}^3\cdot\text{s})/\text{kg}$), λ die Mischenergiedichte (N), ε die Grenzflächendicke (m) und ψ eine Hilfsvariable zur Phasenfeld-Variable bezeichnet. Das Phasenfeld-Verfahren modelliert hierbei die Strömung der Grenzschicht zwischen zwei nichtmischbaren Fluiden mittels einer stetigen Funktion. Damit werden neben den anderen Parametern die Dichte-, Viskosität-, Oberflächenspannungs- und Geschwindigkeitsunterschiede geglättet. Die Mischdichte ρ und die Mischviskosität η werden aus der Dichte und Viskosität zweier Fluide (Fluid 1 und Fluid 2) mittels folgender Mischregel berechnet:

$$\rho = \rho_1 + (\rho_2 - \rho_1)V_f \quad (3.6a)$$

$$\eta = \eta_1 + (\eta_2 - \eta_1)V_f \quad (3.5b)$$

Wobei V_f der Volumenanteil des Fluids 2 (in diesem Fall Luft) ist. Luft hat eine Dichte von 1.2 kg/m^3 und eine Viskosität von $1.8 \cdot 10^{-5} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ bei STP-Bedingungen [80].

Es wird ein zweidimensionales Modell für die Strömung der Glasschmelze auf dem rotierenden Zerstäuber erstellt, um die Aufgabe zu vereinfachen. Das zweidimensionale Modell in Abbildung

3.2 zeigt die Modellgeometrie für eine Zerstäuberhälfte. Diese Ausnutzung der Symmetrie verringert die Simulationszeit deutlich und ist auf Grund der hardwarebedingten Restriktionen wie Arbeitsspeicher nötig. Die Modellgeometrie enthält den schmelzviskosen Glasstrang mit einer Dicke von 2 mm, den Zerstäuberboden und den imaginär definierten Lösungsbereich, in dem die Strömung des Luft-/Glasschmelzegemisches stattfindet. Für eine weitere Vereinfachung wurde zunächst keine Wärmeübertragung zwischen dem Zerstäuber und der Glasschmelze einbezogen. Um die Zentrifugalkräfte zu simulieren, wurde der Zerstäuberboden als bewegliche Wand simuliert (engl.: *moving wall*), mit einer Kraft $F_{Zf}=m \cdot \omega^2 \cdot r$, die radial vom Mittelpunkt nach außen gerichtet ist.

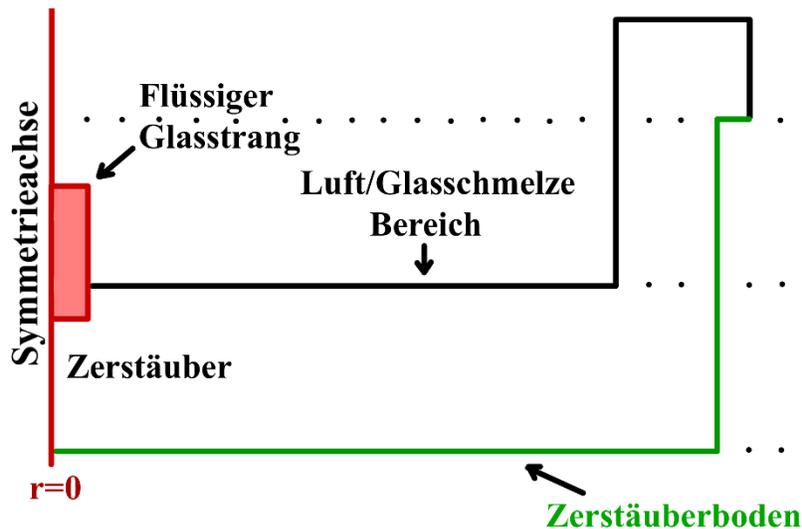


Abbildung 3.2: 2D-Modellgeometrie der Zerstäuberhälfte und nach unten fließender Glasstrang in einem vordefinierten Lösungsbereich

3.1.3 Berechnung der Filmdicke mittels analytischer Gleichungen

Das Fließen und Kriechen der Glasschmelze über die Metalloberfläche und die weitere Ausbreitung des Glasfilms außerhalb des schnellrotierenden Zerstäubers ebenso wie die Reduzierung der Glasfilmdicke um mehrere Größenordnungen werden analytisch innerhalb und außerhalb des Zerstäubers beschrieben.

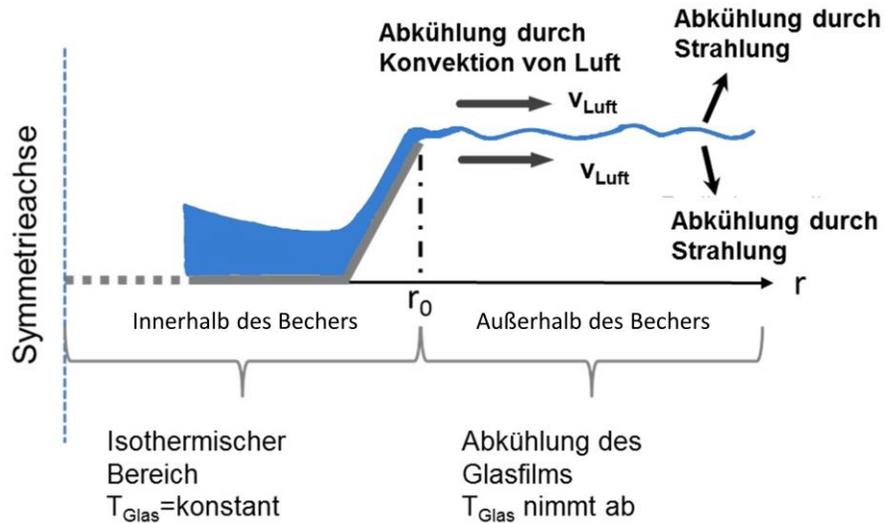


Abbildung 3.3: Modellhafte Darstellung der Ausbreitung der Schmelze innerhalb und außerhalb des rotierenden Zerstäubers

Abbildung 3.3 zeigt schematisch das Fließen der Glasschmelze innerhalb ($r \leq r_0$) und außerhalb ($r > r_0$) des Zerstäubers. Da der Zerstäuber mit einem Radius r_0 extern konventionell mit Oxyfuel-Brenner oder elektro-thermisch mit Induktion beheizt wird, wird angenommen, dass innerhalb des Zerstäubers eine isotherme Umgebung herrscht. Dabei wird die thermische Wechselwirkung zwischen Glasschmelze und Zerstäuber vernachlässigt. Gleich außerhalb des Zerstäubers wird die Glasschmelze einer massiven Abkühlung durch Konvektion und Wärmestrahlung ausgesetzt.

Innerhalb des Zerstäubers ($r \leq r_0$)

Die Bewegung der Glasschmelze innerhalb des Zerstäubers kommt durch Zentrifugal-, Coriolis-, und Gravitationskräfte zustande. Jedoch sind Coriolis- bzw. Gravitationskräfte im Vergleich zu Zentrifugalkraft aufgrund folgender Bedingungen $\omega^2 r \gg 2\omega v$ bzw. $\omega^2 r \gg g$ [76] vernachlässigbar.

Die Dicke der Flakes h und die Geschwindigkeitskomponente v_s entlang der geneigten Zerstäuberwand können anhand von Gl. 3.7 und 3.8 berechnet werden. Für eine detaillierte Herleitung der Dicke und der Geschwindigkeitskomponente in der Steigungsrichtung an der Becher-/Zerstäuberwand wird auf die Literaturen [76] und [81] verwiesen.

$$h = \left[\frac{3\eta Q}{2\pi\rho\omega^2 r^2 \cos\alpha} \right]^{1/3} \quad (3.7)$$

$$v_s = \frac{Q}{2\pi r h} \quad (3.8)$$

Diese Berechnung gilt für ein Newtonsches Fluid mit einer konstanten Viskosität und Dichte und ist deswegen auch für die isotherme Glasschmelze mit einer Temperatur weit höher als T_g , innerhalb des Zerstäubers anwendbar.

Außerhalb des Zerstäubers ($r > r_0$)

Das Verhalten der Glasschmelze innerhalb des Zerstäubers wird von der Rotation kontrolliert. Sobald die Schmelze den Zerstäuberrand verlässt, wird die Fließbewegung nicht mehr von dem Rotationszerstäuber kontrolliert, sondern von Umgebungsbedingungen. Und die Richtung bzw. Fließgeschwindigkeit der Schmelze an der Zerstäuberkante wird von Impulsbedingungen am Zerstäuberrand bestimmt. Der wichtigste Faktor hierbei ist die schnelle Abkühlung des frei fliegenden Schmelzefilms. Gegenüber dem isothermen Modell von [81] wird die Abkühlung des Glasfilms außerhalb des Zerstäubers durch temperaturabhängige Materialparameter in den Geschwindigkeitskomponenten berücksichtigt,

$$v_s(T_i) = \frac{1}{2} \left[\frac{2\rho(T_i)\omega^2 Q^2 \cos\alpha}{3\pi^2 \eta(T_i) r_0} \right]^{1/3} \quad (3.9)$$

$$v_t(T_i) = \omega r_0 \left\{ 1 - \frac{3}{5} \left[\frac{2\rho(T_i) Q^2 \cos\alpha}{3\pi^2 \eta(T_i) r_0^4} \right] \right\}^{2/3} \quad (3.10)$$

Wobei $i=0, \dots, n$ und n die Knotenzahl der radialen Aufteilung des Abstands außerhalb des Zerstäubers ist.

Die divergente Geschwindigkeit v_d des Films wird aus den radialen und tangentialen Anteilen in Abhängigkeit des Abstands zu der Zerstäuberkante ermittelt:

$$v_d(T_i) = \sqrt{v_s^2(T_i) + v_t^2(T_i) \left(1 - \frac{r_0^2}{r_i^2}\right)} \quad (3.11)$$

Mit der Annahme, dass der Schmelzfilm nicht in kleinere Partikel zerfällt, lässt sich die Filmdicke h_d außerhalb des Zerstäubers analog zu (3.7) ermitteln

$$h_d(T_i) = \frac{Q}{2\pi r_i v_d(T_i)} \quad (3.12)$$

Abkühlung des Glasfilms außerhalb des Zerstäubers ($r > r_0$)

Die Temperatur des Films an einem Knotenpunkt i kann wie folgt berechnet werden:

$$T_i - T_{i-1} = \Delta T = -\frac{Q_t}{m c_p (T_{i-1})} \quad (3.13)$$

Hier ist Q_t der Wärmeverlust des Glases, m ist die Masse und c_p die spezifische Wärmekapazität des Glases [82]. Die gesamte Wärmeabgabe wird definiert aus der Kombination von Konvektion (Gl. 3.14) und Strahlung (Gl. 3.15). Die globale Emissivität der Glasschmelze ($\varepsilon = 0.7$) gemäß Stefan-Boltzmann-Gesetz wurde durch Experimente mittels Pyrometer sowie Vergleichsmessungen mit Thermoelementen ermittelt.

$$Q_c = A h_c (T_{Glas} - T_{Luft}) \quad (3.14)$$

$$Q_r = A \varepsilon \sigma (T_{Glas}^4 - T_{Luft}^4) \quad (3.15)$$

Die einzige Unbekannte zur Berechnung der Filmdicke h_d ist der Wärmeübergangskoeffizient h_c zwischen dem Glasfilm und der ihn umströmende Luft. Der Wärmeübergangskoeffizient hängt mit der thermischen Leitfähigkeit wie folgt zusammen [83]:

$$h_c = \frac{\lambda Nu}{l} \quad (3.16)$$

Wobei Nu die dimensionslose Nusselt-Zahl und l die charakteristische Länge ist. Die Nusselt-Zahl wurde aus den Daten der frei rotierenden Scheibe aus [84] bestimmt. Diese Nusselt-Zahl aufgrund der Rotation ist in Gl. 3.17 angegeben.

$$Nu_{rot} = 0.35 Re^{0.5} Pr^{0.44} \quad (3.17)$$

wobei Pr die dimensionslose Prandtl-Zahl, Re die dimensionslose Reynolds-Zahl ist. Die Prandtl-Zahl gibt das Verhältnis der kinematischen Viskosität zu der Wärmeleitfähigkeit von Glasschmelze an. Außerdem ist die frei fliegende scheibenähnliche Glaslamelle der starken Luftkonvektion ausgesetzt.

Die Nusselt-Zahlen sind für die laminare (Gl. 3.18), turbulente (Gl. 3.19) und für den Übergangsbereich zwischen laminarer und turbulenter Strömung (Gl. 3.20) angegeben.

$$Nu_{Konv,lam} = 0.664\sqrt{Re} \quad (3.18)$$

$$Nu_{Konv,turb} = \frac{0.037Re^{0.8}Pr}{1+2.443Re^{-0.1}(Pr^{\frac{2}{3}}-1)} \quad (3.19)$$

$$Nu_{Konv} = \sqrt[3]{Nu_{Konv,lam}^2 + Nu_{Konv,turb}^2} \quad (3.20)$$

Abschließend wird die kombinierte Nusselt-Zahl aufgrund der Rotation sowie der radialen konvektiven Strömung anhand der Churchill-Regel berechnet.

$$Nu_{mix} = \sqrt[3]{Nu_{rot}^3 + Nu_{conv}^3} \quad (3.21)$$

Somit kann die Abkühlung des frei fliegenden Glasfilms berechnet werden. Der Algorithmus zur Berechnung der Glasfilmdicke unter Berücksichtigung der Abkühlung ist im Anhang 9.6 zu finden. Um die endgültige Dicke der Flakes zu berechnen, wird angenommen, dass unterhalb des Erweichungspunktes des Glases, $\log(\eta [\text{Pa}\cdot\text{s}]) = 6.6$, keine weitere Ausbreitung und Ausdünnung des Glasfilms stattfindet.

Die detaillierte Vorgehensweise zur Erstellung des oben beschriebenen Modells für die Berechnung der Flakedicke und Geschwindigkeitskomponenten des freifliegenden Glasfilms, sowie die Ergebnisse sind in den 2. Ergebnis- [85] und Abschlussberichten [86] zu finden.

3.2 Struktur-mechanische Simulation des Zerstäubers

Mit dem Hochfrequenz-Motor können Drehzahlen des Zerstäubers bis zu 36 000 rpm realisiert werden. Bei der Betriebstemperatur des schnellrotierenden Zerstäubers, kann es jedoch bei zu hohen Drehzahlen schnell zum Materialversagen des metallischen Zerstäubers kommen. Daher muss der Zerstäuber vor dem Einsatz strukturmechanisch simuliert werden, um die, aus der Drehzahl resultierende, Belastungsgrenze zu ermitteln. Außerdem wird mittels Simulation die Geometrie- und Materialänderung berechnet. Dafür kommt Comsol Multiphysics® mit dem Modul Struktur-Mechanik zur Anwendung. In dem mechanisch beanspruchten Bauteil liegt ein mehrachsiger Spannungszustand vor. Dieser komplexe Spannungszustand besteht aus Normal-Spannungen und Schub-Spannungen in allen drei Raumrichtungen, die nicht direkt mit einem Materialversagenkriterium z.B. Zugfestigkeit oder Biegefestigkeit vergleichbar sind. Um diese Vergleichbarkeit zu ermöglichen, werden an dem Bauteil die Vergleichsspannungen (Von-Mises-Spannungen) nach der sogenannten Gestaltsänderungsenergie-Hypothese, kurz *GEH*, berechnet. Die Zurückführung

vom mehrachsigen Spannungszustand auf einen einachsigen Spannungszustand ist mit Gleichung 3.22 wiedergegeben. Daraus berechnete Von-Mises-Spannungen sind direkt mit der Zugfestigkeit oder Streckgrenze des Materials vergleichbar [87].

$$\sigma_V = \sqrt{\sigma_{xx}^2 + \sigma_{yy}^2 + \sigma_{zz}^2 - \sigma_{xx} \cdot \sigma_{yy} - \sigma_{yy} \cdot \sigma_{zz} - \sigma_{zz} \cdot \sigma_{xx} + 3(\tau_{xy}^2 + \tau_{yz}^2 + \tau_{zx}^2)} \quad (3.22)$$

3.3 Simulation zum Wärmemanagement des Zerstäubers

Die Viskosität der Glasschmelze spielt eine zentrale Rolle bei dem Schleuderverfahren. Die Wärmeverluste der Glasschmelze sind durch die Wärmeabgabe an den Zerstäuber und die Umgebung so hoch, dass es zur erheblichen Erhöhung der Zähigkeit bzw. Viskosität oder sogar zur Erstarrung der Glasschmelze in dem Zerstäuber führen kann. Eine Beheizung des Zerstäubers ist deswegen zwingend erforderlich. Zunächst wurde ein Ringbrenner bestehend aus vier Brennerdüsen mit einer Bohrung von 1 mm, die jeweils im 90° Winkel zueinander versetzt angeordnet sind, zur Beheizung des Zerstäubers eingesetzt (Abbildung 3.4a).

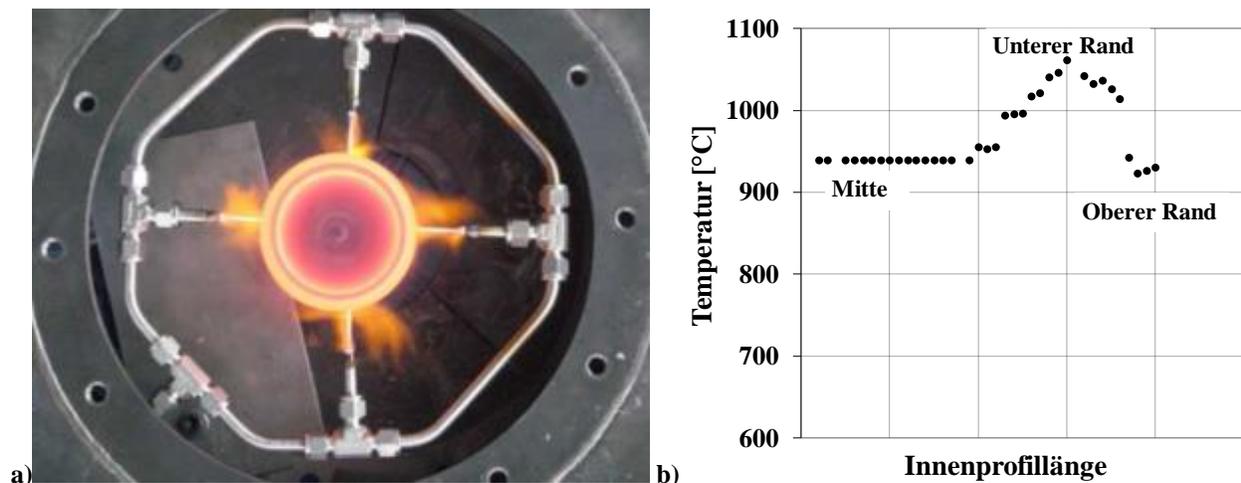


Abbildung 3.4: a) Draufsicht des beheizten Zerstäubers und des Ringbrenners mit vier Brennerdüsen und b) die erfasste Temperatur entlang des Innenprofils des Zerstäubers (bei 6000 rpm)

Wie in Abbildung 3.4a ersichtlich, ist die Beheizung des Zerstäubers durch Brennerflammen deutlich inhomogen. Der untere Zerstäuberrand, an welchem die Brennerflammen aus Methan-Sauerstoff-Mischung zuerst auftreffen, wird wesentlich stärker beheizt als die nicht direkt von der Flamme erfassten Stellen. Die Temperaturmessung entlang des inneren Profils des Zerstäubers von der Mitte bis zu dem Rand zeigt diese Unterschiede deutlich (Abbildung 3.4b). Aufgrund der Rotationssymmetrie wird die Messung von der Mitte bis zum äußersten Rand des Zerstäubers durchgeführt. Die Temperaturen des Zerstäubers in der Mitte, am unteren Rand und am oberen Rand betragen jeweils 939 °C, 1061 °C und 926 °C. Außerdem rufen die Brenngase des Gasbrenners

eine erhebliche Turbulenz im Gasraum hervor. Darüber hinaus kann die starke Konvektion der Rotation die Brennerflammen auslösen. Diese physikalischen Phänomene beeinflussen die Lammellenbildung und –ausbreitung der Glasschmelze beträchtlich. Aus diesen Gründen sind alternative Wärmekonzepte für den Zerstäuber geprüft worden. Zu diesem Zweck sind zum einen eine Zerstäubervariante mit Isolierschichten, zum anderen die elektro-thermische Beheizung mittels Induktionsheizung des Zerstäubers zunächst mit Hilfe einer numerischen Simulation untersucht worden. Abbildung 3.5 zeigt das Optimierungsvorgehen des Wärmemanagements an dem Zerstäuber. Um die Simulationen für den Zerstäuber mit Isolierschichten sowie für elektro-thermische Beheizung durchzuführen, müssen zuerst die Wärmeübergangskoeffizienten an den Außengrenzen des Zerstäubers bestimmt werden. Diese sind für die Simulation des Wärmemanagements an dem Zerstäuber mit Isolierung oder für die Induktionsheizung unmittelbar erforderlich. Zusätzlich wird mit den experimentellen Daten der Induktionsheizung eine Verifizierung der durchgeführten Simulation vorgenommen.

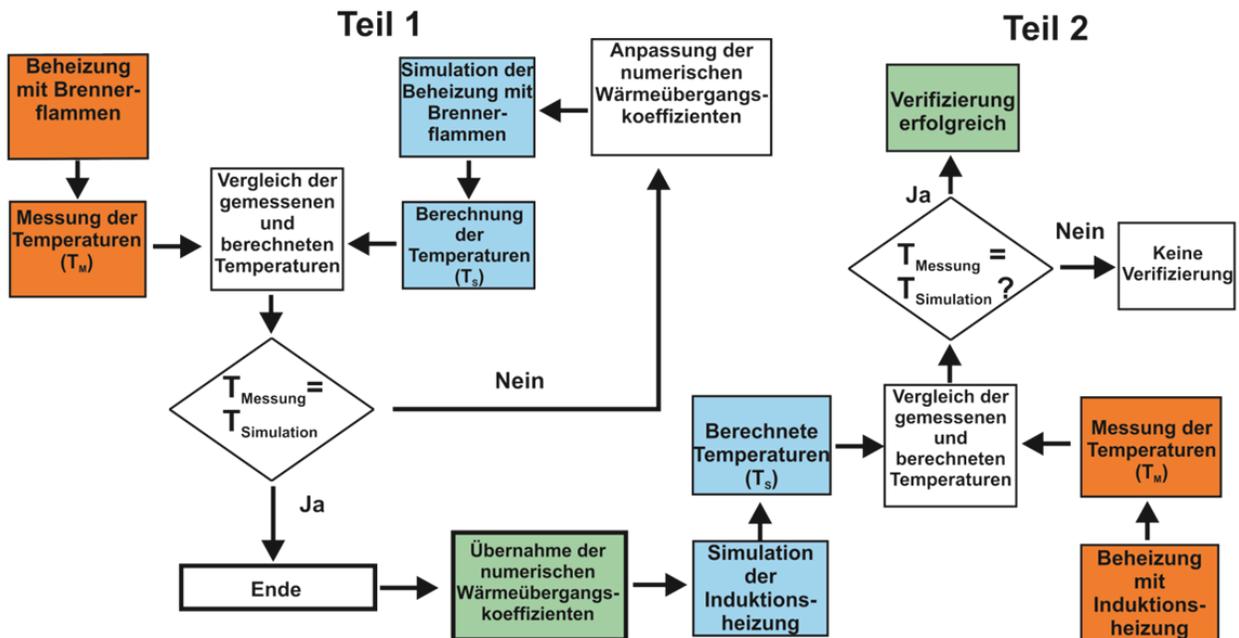


Abbildung 3.5: Übersicht der einzelnen Schritte zur wärmetechnischen Optimierung des Zerstäubers

Die ausführlichen Informationen und die Vorgehensweise zur Erstellung eines Modells für die Beheizung des Zerstäubers mit Brennerflammen und Induktionsheizung, die Einstellung der einzelnen Randbedingungen und Bereiche mit geeigneter Physik und passenden Daten, die Bestimmung der Wärmeübergangskoeffizienten, sowie die Implementierung der Wärmeübergangskoeffizienten in den Modellen zum Wärmemanagement des Zerstäubers sind in der Studienarbeit „Modelluntersuchungen an einem Rotationsflaker zur Ausbreitung dünner Fluidfilme und zu neuen Beheizungskonzepten“ von M. Terock detailliert beschrieben [88].

Die Beheizung mit Brennerflammen ist kostengünstig und einfach zu konstruieren. Die Temperatur an den drei Punkten auf der inneren Oberfläche des beheizten Zerstäubers (3.6a) wird mittels eines Hochtemperaturpyrometers (CellaTemp PZ 20, Keller GmbH) erfasst.

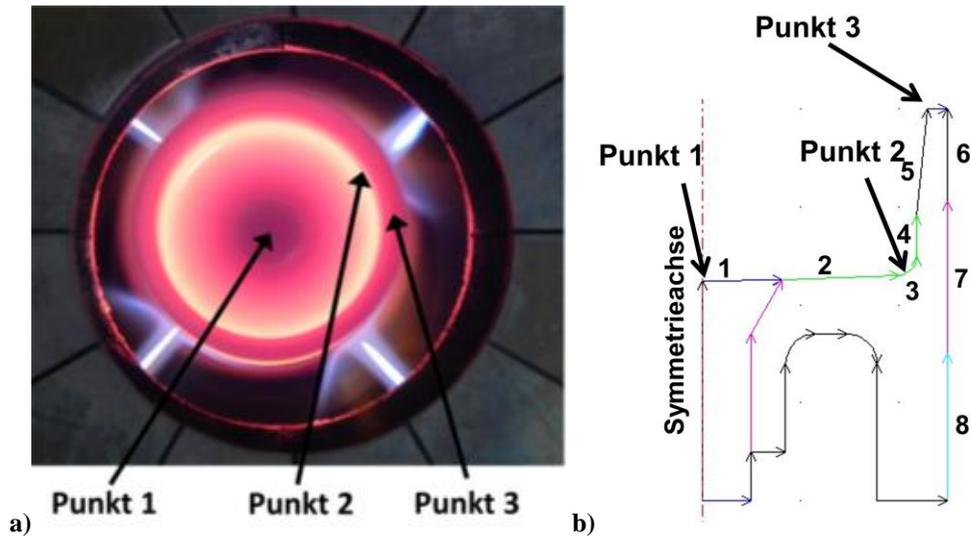


Abbildung 3.6: a) Mit 4 Brennerflammen beheizter rotierender Zerstäuber und die Messpunkte an drei unterschiedlichen Stellen b) 2D-Modell der Zerstäuberhälfte zur Simulation der Beheizung mit Brennerflammen

Da die Geometrie des Zerstäubers rotationssymmetrisch ist, wird diese Symmetrieeigenschaft zur Vereinfachung der Simulation ausgenutzt und ein zweidimensionales Modell der Zerstäuberhälfte erstellt (3.6b). Der Wärmeübergang in dem Zerstäuber und die daraus entstehende Temperaturverteilung sind mithilfe der Wärmeleitungsgleichung bestimmt worden (Gl. 3.23)

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} + \nabla \cdot (-\lambda \nabla T) = Q \quad (3.23)$$

Wobei, ρ die Dichte (kg/m^3), c_p die spezifische Wärmekapazität ($\text{J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$), λ die thermische Wärmeleitfähigkeit ($\text{W}/(\text{m}\cdot\text{K})$) und Q die Quelle oder Senke der Wärme (W/m^3) ist. Zusätzlich zur Gleichung 3.23 müssen die Randbedingungen von 1 bis 8 definiert werden (s. Abbildung 3.6b). Diese Randbedingungen, außer Randbedingung 7, sind der starken Abkühlung durch die Rotation bzw. Konvektion und Wärmestrahlung ausgesetzt. Über die Randbedingung 7 wird die Wärme durch Brennerflammen eingetragen.

Der Wärmestrom einer Stichflamme aus Methan-Sauerstoff Gemisch wurde aus experimentell bestimmten Daten aus [89] übernommen, die Menge des Wärmestroms beträgt:

$$\dot{q} = 100 \frac{kW}{m^2} \quad (3.24)$$

Da die äußeren Grenzen der Abkühlung durch Luftkonvektion und Wärmestrahlung ausgesetzt sind, werden diese Randbedingungen in Analogie zur Abkühlung des Glasstranges mit Hilfe der Gleichungen 3.14 und 3.15 definiert.

Sind die temperaturabhängigen Materialparameter und die Randbedingungen festgelegt, bleiben lediglich die Wärmeübergangskoeffizienten als einzige Unbekannte übrig. Um diese Wärmeübergangskoeffizienten an den Grenzen von 1 bis 8 des rotierenden Zerstäubers zu bestimmen, werden diese Wärmeübergangskoeffizienten so angepasst, dass die Differenz zwischen gemessenen und berechneten Temperaturen an den oben beschriebenen drei Punkten minimiert wird (Gl. 3.25).

$$f(h) = \sum_{i=1}^3 (T_{m,i} - T_{c,i}) \quad (3.25)$$

Bei dieser Funktion sind $T_{m,i}$ und $T_{c,i}$ jeweils die gemessenen und die berechneten Temperaturwerte an der Messstelle i .

Induktive Erwärmung: Simulation und Verifizierung

Die induktive Erwärmung ist eine Heizmethode mit vielen technischen Vorteilen. Die Induktionsheizung ist eine saubere und präzise Methode die Wärme einzutragen [90] ohne Gefahr der bei Gasbeheizung möglichen Löschung der Flamme. Darüber hinaus entstehen keine Gasströme rund um den rotierenden Zerstäuber, die unerwünschte Deformationen der dünnen Glaslamellen hervorrufen. Um eine Simulation der induktiven Erwärmung mit tatsächlichen Randbedingungen durchführen zu können, werden die ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten des vorherigen Kapitels, *Beheizung mit Brennerflammen: Experimente und Simulation*, übernommen.

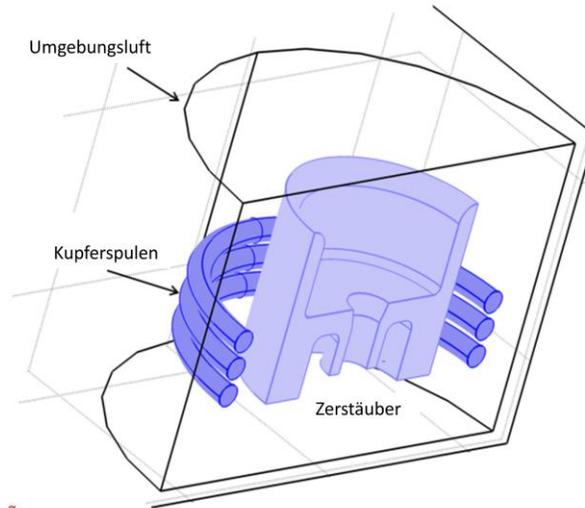


Abbildung 3.7: Eine modellhafte 3D-Darstellung zur Simulation der induktiven Beheizung des Rotationszerstäubers

In Abbildung 3.7 ist ein dreidimensionales Modell der Induktionsheizung zu sehen. Die Symmetrieeigenschaften lassen sich nutzen, indem nur die Hälfte des Zerstäubers und der Induktionsspule simuliert werden kann, was die Simulationszeit deutlich verkürzt. Der rotierende Zerstäuber ist mit einer Hochfrequenzleistung tragenden Spule mit drei Windungen (dem Induktor) umgeben. Diese mit Wechselstrom durchflossene Spule erzeugt ein elektromagnetisches Wechselfeld um sich herum, wodurch in dem elektrisch leitenden Material eine Spannung induziert wird. Diese induzierte Spannung hat einen Wirbelstrom zur Folge, wodurch das Material direkt-resistiv erhitzt wird [91]. Die Induktionsspule besteht aus einem Kupferrohr und hat einen 6 mm Außendurchmesser und eine Wandstärke von 0.5 mm. Die Spule ist mit Wasser durchflossen, um die in den Spulen entstandene Wärme dissipieren zu lassen. Weil der Spulenkern hohl ist, lässt sich der Strom als Oberflächenstrom modellieren. Die Simulation besteht aus zwei Teilen: zunächst werden die magnetischen Vektorpotentiale (*A-Feld*) in dem Zerstäuber berechnet, dann, basierend auf diesem Ergebnis, wird die zeitabhängige Erwärmung bzw. die Temperaturverteilung in dem Zerstäuber berechnet [92]. Das Ziel dieser Simulationsstudie ist zu überprüfen, ob die für die Induktionserwärmung zur Verfügung gestellte Leistung (1.5 kW) im Vergleich zu konventioneller Erwärmung mittels Brennerflamme (1.5 kW) ausreicht, um den Rotationszerstäuber auf die gewünschte Temperatur zu erwärmen. Die Parameter der Induktionserwärmung ergeben sich aus den 1.5 kW Gesamtleistung, als 0.7 MHz HF-Signal und 400 A Spulenstrom. Die Berechnung der induzierten Wirbelströme in dem Bauteil und der daraus entstehenden Wärme in dem Bauteil wird sequenziell realisiert. Zuerst werden die in dem Bauteil induzierten Wirbelströme mittels AC/DC Modul des Simulationstools und die daraus resultierende Joulesche Erwärmung (direkt-resistive Beheizung) berechnet. Die Berechnung der induzierten Wirbelströme basiert auf der folgenden quasistatischen und zeitharmonischen Gleichung [93].

$$(j\omega\kappa - \omega^2\varepsilon_0\varepsilon_r)A + \nabla \times (\mu_0^{-1}\mu_r^{-1}\nabla \times A) = J^e \quad (3.26)$$

Wobei ω die Winkelfrequenz, κ die elektrische Leitfähigkeit, μ die Permeabilität, ε die Dielektrizitätskonstante, und J^e die Stromdichte der externen Quelle bedeutet. Die Indizes r und 0 bedeuten entsprechend die Relativ- bzw. die Vakuumwerte. Danach erfolgt die Berechnung der Wärmeleitung in dem Bauteil als Folge der direkt-resistiven Beheizung durch die induzierten Wirbelströme mit Hilfe des Fourierschen Wärmeleitungsgesetzes (s. Gl. 3.12).

Für eine experimentelle Verifizierung wurde ein Hochfrequenzumrichter Sinus 8 (Himmelwerk GmbH, Tübingen) mit einer Leistung von 8 kW und einer Frequenz von 0.2-0.6 MHz verwendet.



Abbildung 3.8: Der experimentelle Aufbau zur induktiven Erwärmung des Rotationszerstäubers

Abbildung 3.8 zeigt den experimentellen Aufbau zur induktiven Heizung des metallischen Zerstäubers mit einem Induktor mit drei Windungen. Bei der Erwärmung des Rotationszerstäubers mittels Induktion wurden die Temperaturen an dem Zerstäuber erfasst. Zum Schluss wurden die gemessenen und berechneten Temperaturen zum Zweck der Verifizierung des numerischen Modells miteinander verglichen.

Isolierungskonzept

In diesem Teil wird mithilfe der Simulation geprüft, ob mittels einer passenden Isolierung des Zerstäubers und durch Eintrag der thermischen Energie der Glasschmelze die zusätzliche Beheizung des Zerstäubers ganz weggelassen werden kann. In diesem Fall würde der Zerstäuber zuerst auf Betriebstemperatur (900-1100°C) vorgeheizt werden und anschließend der Flake-Prozess ohne zusätzliche Heizung erfolgen. Folgendes, in Abbildung 3.9 gezeigtes, Isolierungskonzept wird für diese Arbeit untersucht.

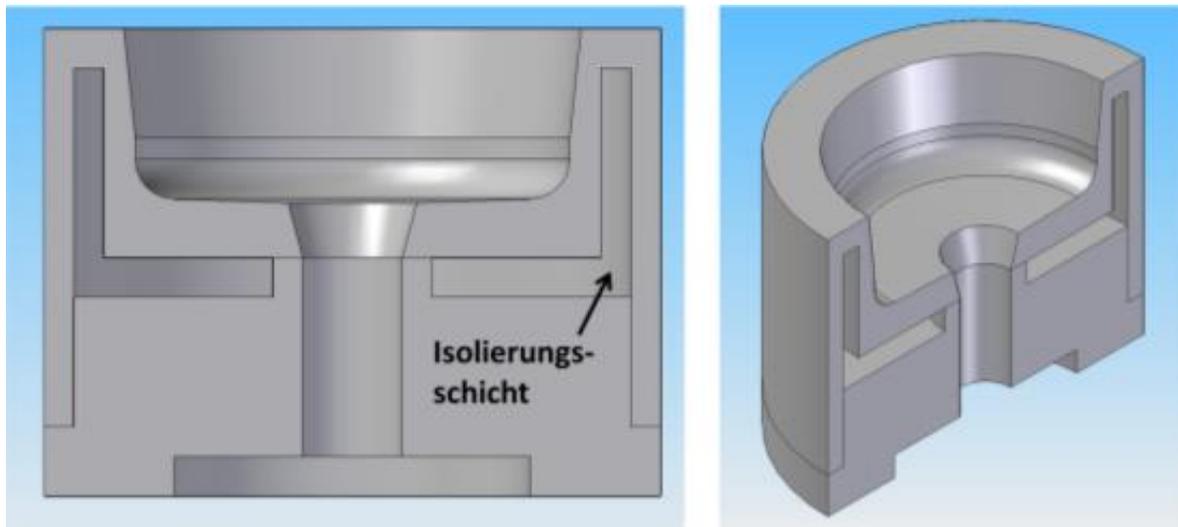


Abbildung 3.9: Isolierungskonzept für den Zerstäuber

Abbildung 3.9 zeigt den Querschnitt des Zerstäubers mit Aussparungen für die Isolierung. Die Innengeometrie des Zerstäubers wird nicht geändert. In den Hohlräumen des Zerstäubers kann beispielsweise ein gesinterter Keramikeinsatz mit einer geringeren Wärmeleitfähigkeit eingebracht werden. Somit werden die Wärmeverluste nach außen verringert und der Zerstäuber wird mit der thermischen Energie der Glasschmelze auf einer gewünschten Temperatur gehalten.

4 Experimenteller Teil

In diesem Kapitel sind die Herstellung von Glasflakes, deren Anlagen- und Prozessdaten, sowie die verwendeten Materialien ausführlich geschildert.

4.1 Materialien

4.1.1 Verwendete Gläser

Für die Herstellung von Glasflakes wurden drei unterschiedliche Gläser verwendet. Tabelle 4.1 gibt die Zusammensetzung dieser Gläser an.

Tabelle 4.1: Die chemische Zusammensetzung der verwendeten Silikat-Gläser

Glas\Komponente	SiO ₂	B ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	CaO	Rest
Glas 11	67.74	11.52	4.38	1.19	9.17	1.93	2.57	1.50
Glas 13	72.50	-	1.50	1.50	13.50	-	11.00	-
Glas 4	79.51	13.00	2.76	-	3.43	0.94	-	0.36

Die Nummerierung der Glasbezeichnungen deutet den Alkalien-Gehalt in dem Glas an. Glas11 ist ein von dem Industriepartner Eckart GmbH zur Verfügung gestelltes Glas mit einem hohen Anteil an Boroxid (11.52 %) und einem Alkalien-Gehalt von insgesamt 11.10 %. Glas13 ist ein Kalk-Natron-Glas mit einem Alkalien-Gehalt von insgesamt 13.50 %. Glas4 ist ein Borosilikatglas mit einem Alkalien-Gehalt von insgesamt 4.37 %.

Die physikalischen Eigenschaften der Gläser wurden mit Hilfe der Software SciGlass 7.2 berechnet. Die für die Berechnung verwendete Methode ist Priven-2000. Die Ergebnisse sind in Abbildung 4.1 zusammengefasst.

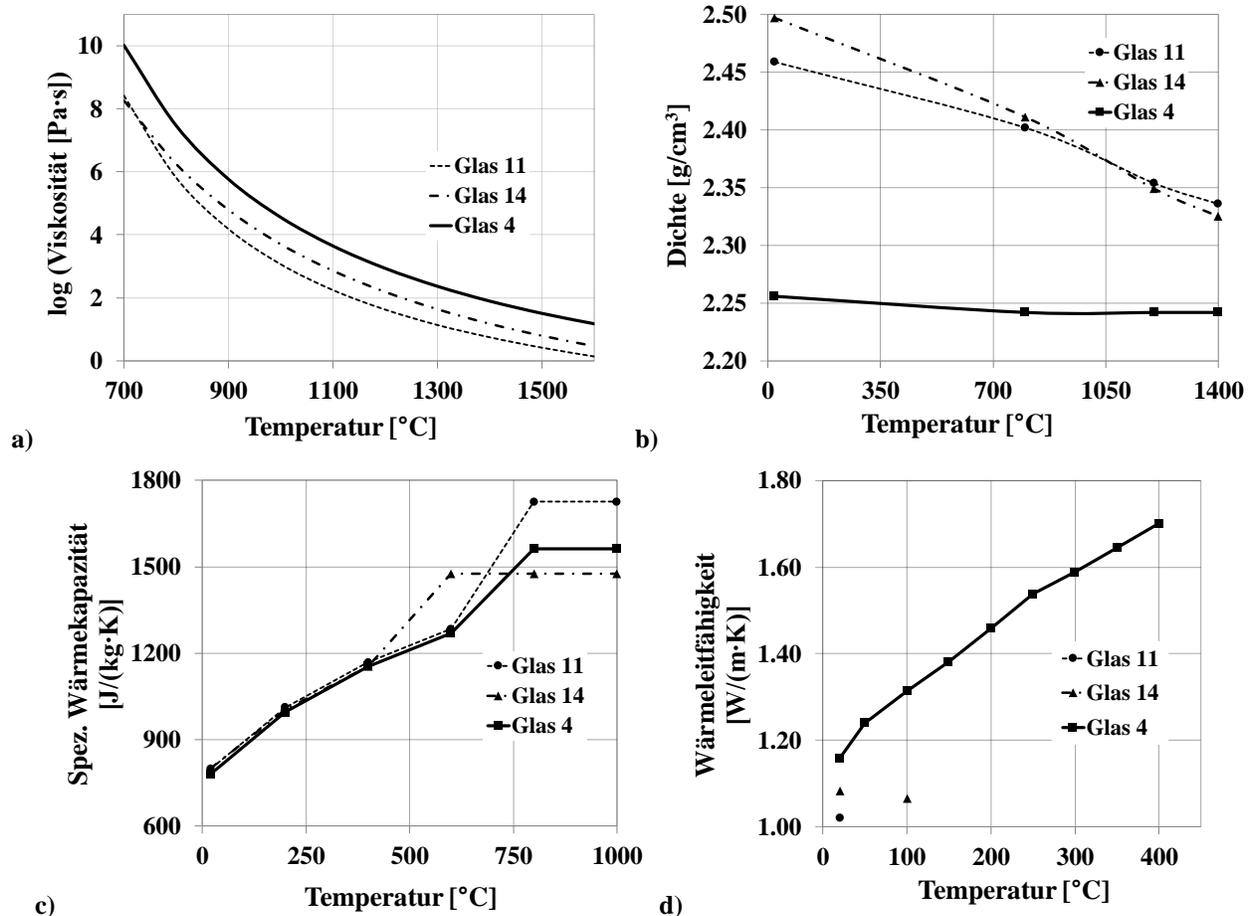


Abbildung 4.1: Die physikalischen Eigenschaften der verwendeten Gläser a) Viskosität b) Dichte c) Spezifische Wärmekapazität d) Wärmeleitfähigkeit

Mit der Methode Priven-2000 lassen sich die Viskosität, Dichte und spezifische Wärmekapazität für einen Temperaturbereich zwischen 20-1500 °C berechnen. Allerdings ist die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit der Gläser nicht für alle Temperaturen wegen der modellbedingten Beschränkungen durchführbar. Lediglich die Wärmeleitfähigkeit von Glas4 wird bis 400 °C ermittelt. Diese unvollständige Berechnung ist darauf zurückzuführen, dass das Programm lediglich die Wärmeleitfähigkeit durch Wärmeleitung berücksichtigt und keine Wärmestrahlung in Betracht gezogen wird. Deshalb wird die Wärmeleitfähigkeit für die verwendeten Gläser aus [69] für Gläser ähnlicher Zusammensetzung übernommen (s. Diagramm 2.13).

4.1.2 Zerstäübermaterialien

Ein Zerstäüber ist ein becherähnlicher Behälter zur Zerstäubung und Verdüsung von Glasschmelze für die Herstellung von Glasflakes. Der Zerstäüber ist hohen Temperaturen und gleichzeitig hohen mechanischen Belastungen ausgesetzt. Die Zerstäubertemperatur beträgt in der Regel zwischen 900-1100 °C, um das Abkühlen der Glasschmelze zu vermeiden und somit die Glasviskosität im Bereich der Verarbeitbarkeit zu halten. Die mechanische Belastung der Zerstäüberwandungen durch eine hohe Drehzahl (10 000 rpm) kann bis zu 23 MPa betragen.

Diese Betriebsbedingungen setzen gute mechanische Eigenschaften und gute Oxidationsbeständigkeit des Zerstäübermaterials bei hohen Temperaturen voraus. Die Materialauswahl für den Zerstäüber deckt ein breites Spektrum an Materialien ab. Es kommen Ni-, Co-, Fe- Basis-Superlegierungen und Edelstahllegierungen in Betracht. Nachfolgend wird die Auswahl der Materialien für den Zerstäüber ausführlich erläutert.

Alloy 800/ Alloy 800HT

Zuerst werden Hochtemperaturredahlstahllegierungen als Material für den Zerstäüber aufgrund ihrer guten Hochtemperatureigenschaften betrachtet. Es wurden insgesamt sieben Hochtemperaturredahlstahllegierungen ausgewählt: *AL 446*, *Carpenter 443*, *AL 439 HP*, *347*, *Alloy 800HT* [94], *803* [95] und *Alloy 600* [96]. Die temperaturabhängigen mechanischen Eigenschaften der oben genannten Legierungen werden in Abbildungen 4.2a und b verglichen.

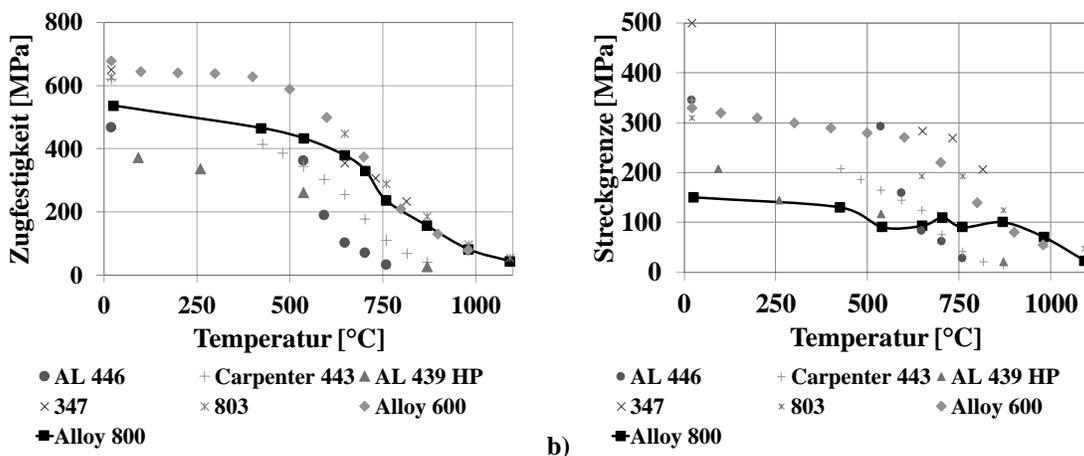


Abbildung 4.2: Temperaturabhängige mechanische Eigenschaften von Hochtemperaturredahlstahllegierungen
a) Zugfestigkeit b) Streckgrenze

Aus Abbildung 4.2a ist zu entnehmen, dass die Zugfestigkeiten von Legierungen *AL 446*, *Al 439 HP* und *Carpenter 443* einen sehr steilen Abfall bei 800 °C aufweisen und nicht für die Anwendungen bei Temperaturen höher als 1000 °C geeignet sind. Ab 800 °C weisen die restlichen vier

Legierungen vergleichbar höhere Zugfestigkeiten auf. Betrachtet man nun die Streckgrenze (Abbildung 4.2b) der restlichen Legierungen, so zeigt sich, dass die Legierungen *Alloy 800HT* und *803* eine Zugfestigkeit höher 50 °MPa bei ca. 1000°C haben.

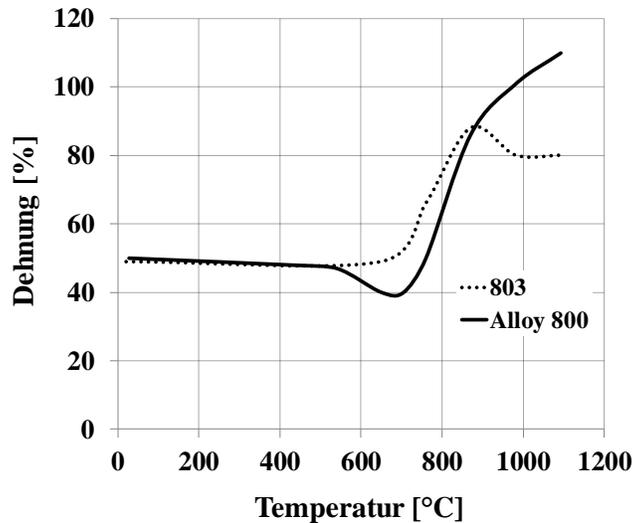


Abbildung 4.3: Vergleich von Dehnungen zwischen Alloy 800HT und 803

Alloy 800HT zeigt eine deutlich höhere Bruchdehnung von 110 % bei 1093 °C im Vergleich zur Legierung *803*, welche eine Bruchdehnung von 80 % bei 1093 °C aufweist (Abbildung 4.3). Um ein abruptes Materialversagen bei hohen Temperaturen und hohen mechanischen Beanspruchungen zu vermeiden, wurde die Legierung *Alloy 800HT* mit höherer Dehnung ausgewählt. Darüber hinaus hat die Legierung *Alloy 800HT* eine gute Bearbeitbarkeit sowohl im kalten als auch im warmen Zustand [97].

Alloy 800HT (Werkstoffnummer *1.4876*), bekannt auch als *Incoloy 800HT*, ist eine hitzebeständige austenitische Nickel-Eisen-Chrom-Legierung mit einer sehr guten Oxidationsbeständigkeit bei Hochtemperaturbelastungen. Die Zusammensetzung dieser hochfesten Legierung *Alloy 800HT* ist in Tabelle 4.2 angegeben.

Tabelle 4.2: Chemische Zusammensetzung von Alloy 800HT (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Al	Co	Mo	Cr	Cu	Ni	Ti	Nb	Fe
0.077	0.50	0.74	0.10	<0.001	0.49	0.32	0.21	19.90	0.42	31.19	0.56	0.031	Rest

Alloy 800HT mit einer Dichte von 7.94 g/cm³ hat eine hohe Schmelztemperatur von 1370 °C [98] und sehr gute mechanische Eigenschaften bei hohen Temperaturen. Der E-Modul kann bis zu 140 GPa bei 800 °C, die Bruchfestigkeit bis zu 370 MPa bei 760 °C und 186 MPa bei 900 °C betragen. Die thermischen Eigenschaften, wie spezifische Wärmekapazität und Wärmeleitfähigkeit, sind aus Diagrammen 4.4a und b zu entnehmen [98].

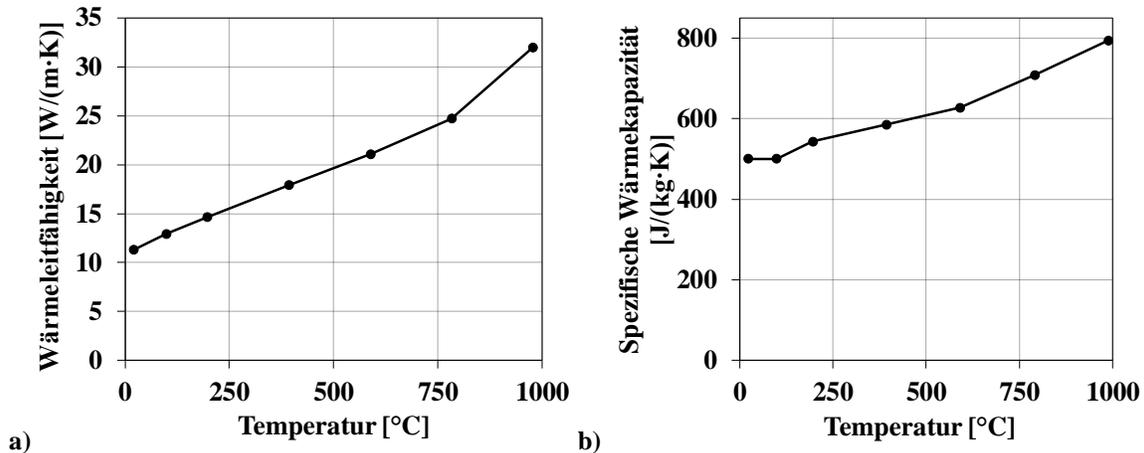


Abbildung 4.4: Thermische Eigenschaften der hochfesten Legierung Alloy 800HT in Abhängigkeit von der Temperatur: a) Wärmeleitfähigkeit und b) Spezifische Wärmekapazität

Ein Vergleich der Spannungs-Dehnungs-Kurven bei 20 $^{\circ}\text{C}$ und 900 $^{\circ}\text{C}$ ist im Diagramm 4.5a dargestellt [99]. Mit der Temperaturerhöhung von 20 $^{\circ}\text{C}$ auf 900 $^{\circ}\text{C}$ fällt die Zugfestigkeit drastisch ab und beträgt lediglich 176 MPa. Das Alloy 800HT besitzt eine gute Zeitstandfestigkeit bei hohen Temperaturen (Abbildung 4.5b) [100].

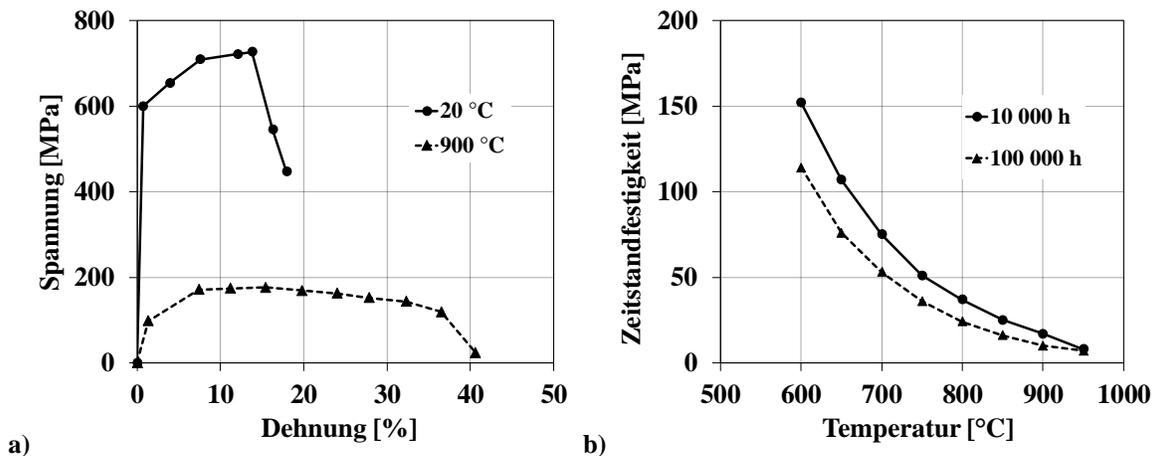


Abb. 4.5: Mechanische Eigenschaften von Alloy 800HT a) Spannungs-Dehnungs-Kurven bei 20 $^{\circ}\text{C}$ und 900 $^{\circ}\text{C}$ b) Zeitstandfestigkeit für 10 000 und 100 000 Stunden

Die Zeitstandfestigkeit ist der Spannungswert, der in dem Bauteil nach vorgegebener Zeit und Temperatur zum Bruch führt [101]. Die Zeitstandfestigkeit der Legierung Alloy 800HT beträgt 8 MPa bei Prüftemperatur 950 $^{\circ}\text{C}$, 10 000 h Prüfzeit und 7 MPa bei Prüftemperatur 950 $^{\circ}\text{C}$, 100 000 h Prüfzeit.

CM 186 LC

Der Zerstäuber aus Alloy 800HT zeigt deutliche Verformungen nach 50 stündigem Einsatz bei einer Temperatur höher als 900 $^{\circ}\text{C}$ und einer Drehzahl höher als 10 000 rpm. Um den Zerstäuber mit

einer höheren Drehzahl zu betreiben und die Lebensdauer des Zerstäubers zu verbessern, wurde eine Ni-Basis-Superlegierung *CM186LC* ausgewählt. Die Ni-Basis-Legierung *CM186LC* (Cannon Muskegon Corporation, USA) ist eine Superlegierung zweiter Generation mit 3 % Re-Gehalt, die für eine gerichtete Erstarrung mit säulenförmigen Kristalliten entwickelt wurde. Nach zweistufiger Ausscheidungshärtung entspricht die Zeitstandfestigkeit von *CM186LC* der Zeitstandfestigkeit von einer einkristallinen Ni-Basis-Superlegierung erster Generation wie z.B. *CMSX-2* und *CMSX-3*. Ausreichende Phasenstabilität könnte mit einer 3500-stündigen Zeitstandfestigkeit und einer 400-stündigen Zeitstandfestigkeit nachgewiesen werden. Die nominale chemische Zusammensetzung von *CM186LC* Legierung ist in Tabelle 4.3 angegeben [102].

Tabelle 4.3: Chemische Zusammensetzung der CM186LC Ni-Basis-Superlegierung (wt%)

Ni	C	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Al	Ti	B	Zr	Hf
63	0.07	6	9	0.5	8	3	3	5.7	0.7	0.015	0.005	1.4

Die mechanischen Eigenschaften von *CM186LC* sind in Abbildungen 4.6a und b dargestellt [103]. Vergleicht man nun die Zugfestigkeit von *CM186LC* und *Alloy 800HT*, stellt man fest, dass die Legierung *CM186LC* bei 952 °C eine zehnmal höhere Zugfestigkeit (811 zu 81 MPa) als *Alloy 800HT* bei 982 °C besitzt.

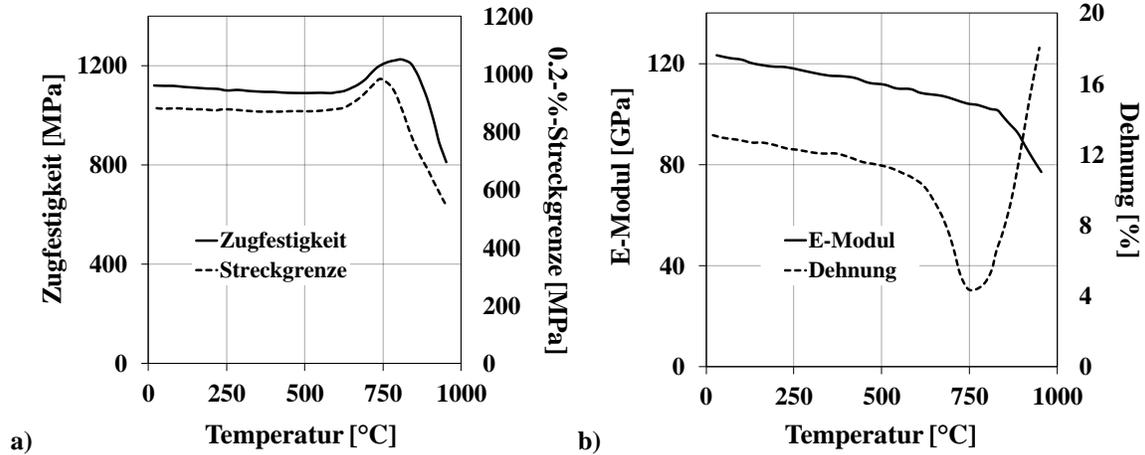


Abbildung 4.6: Temperaturabhängige mechanische Eigenschaften der CM186LC Legierung a) Zugfestigkeit und 0.2-%-Streckgrenze und b) E-Modul und Duktilität

Auch die Streckgrenze der Superlegierung mit 542 MPa bei 955 °C überschreitet deutlich die Streckgrenze von *Alloy 800HT* mit 70 MPa bei 982 °C. Abbildung 4.7 zeigt die Zeitstandfestigkeit der Legierung *CM186LC* bei drei unterschiedlichen Temperaturen 750 °C, 850 °C und 950 °C.

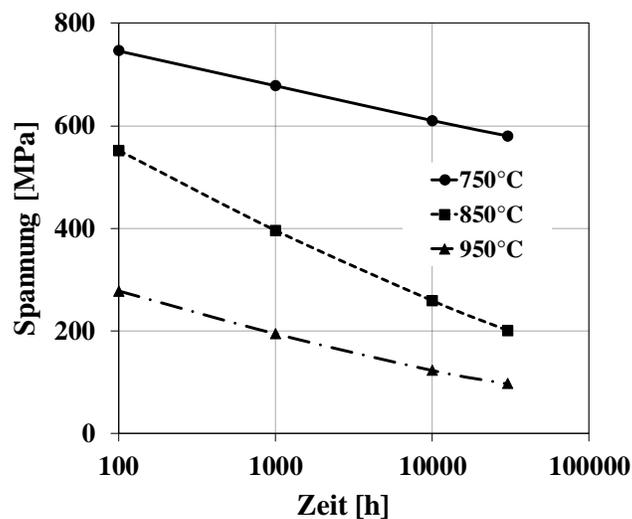


Abbildung 4.7: Zeitstandfestigkeit der Legierung *CM186LC* bei Temperaturen 750 °C, 850 °C und 950 °C [103]

4.2 Anlagen- und Prozessdaten zur Herstellung von Glasflakes

Abbildung 4.8 zeigt ein vereinfachtes Fließdiagramm zum experimentellen Ablauf der Glasflake-Herstellung. Um einen Überblick über die wichtigsten Prozessschritte der Glasflake-Herstellung zu erhalten, werden in diesem Kapitel die Anlagen und Prozessdaten ausführlich beschrieben.

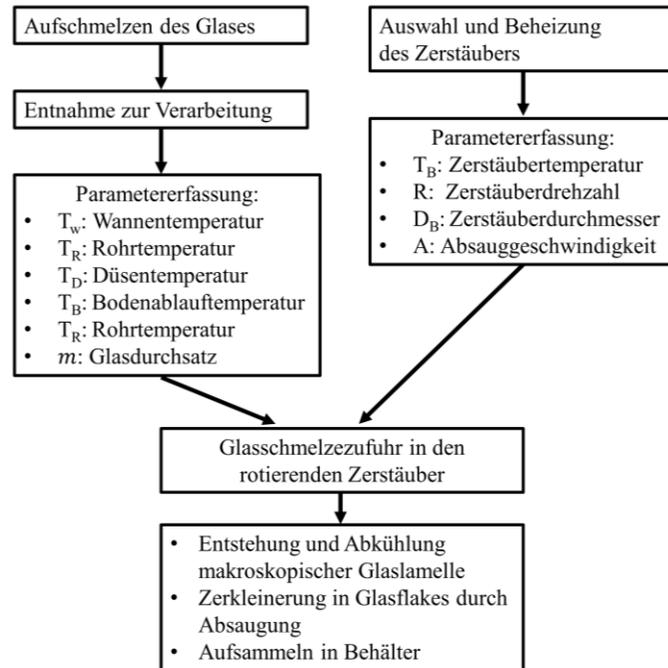


Abbildung 4.8: Schematischer Ablauf der Herstellung von Glasflakes

Wie in der Abbildung 4.8 gezeigt ist, teilt sich der gesamte Prozess der Flake-Herstellung grundsätzlich in zwei Bereiche: Zum einen das Aufschmelzen des Glases und zum anderen die Herstellung von Glasflakes direkt aus dieser Glasschmelze. Zum Aufschmelzen des Glases dient eine Glasschmelzanlage und zur Herstellung der Glasflakes aus der Glasschmelze dient ein Rotationsflaker.

Ein detaillierter Überblick über den gesamten Prozess der Herstellung von Glasflakes ist in Abbildung 4.9 zu sehen. Zuerst wird das Glasgemenge (Rohstoffe) mit bestimmter Zusammensetzung in einer Elektrowanne (1) geschmolzen. Danach wird das geschmolzene Glas zum Austritt durch ein Auslaufrohr (2) befördert. Zur weiteren Verarbeitung der Glasschmelze steht eine separate Anlage, der Rotationsflaker, hauptsächlich bestehend aus Gehäuse (3) und Motor (6), bereit. Abbildung 4.9 stellt den Querschnitt des kreisförmigen Rotationsflakers dar. Die Glasschmelze verlässt die Auslaufdüse als dünnflüssiger Glasstrang (4) und trifft in den rotierenden Zerstäuber (5).

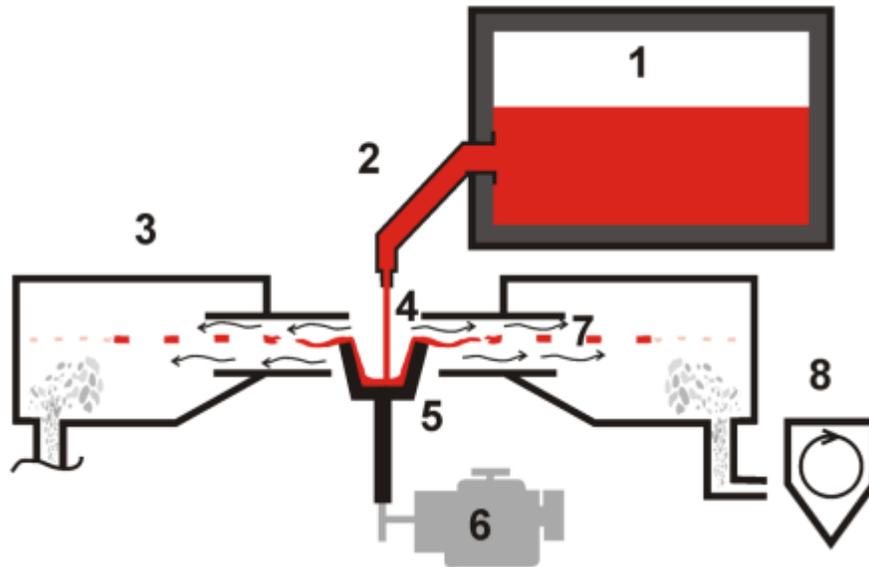


Abbildung 4.9: Übersicht über die Anlage zur Glasflake Herstellung

Die aus dem rotierenden Zerstäuber weggeschleuderte Glasschmelze bildet einen dünnen, flüssigen Glasfilm. Dieser Glasfilm tritt in einen Ringkanal zwischen zwei parallel angeordneten Platten (7) ein. Die so entstandene makroskopische Glaslamelle wird mittels eines Zyklonabscheiders (8) abgesaugt. Durch Absaugung werden die Glaslamellen mechanisch zerkleinert und in einem Behälter aufgesammelt. Dadurch entstehen Glasflakes, die für die weitere Verarbeitung und Charakterisierung herangezogen werden.

4.2.1 Glasschmelzanlage

Beim Schmelzen des Glases kommt eine kleine Glasschmelzanlage zum Einsatz. Der sogenannte Mini-Melter ist eine vollelektrisch beheizte, miniaturisierte Schmelzanlage, die im Rahmen einer Kooperation zwischen dem Lehrstuhl für Werkstoffverarbeitung, Universität Bayreuth (Bayreuth, Deutschland) und der Fa. Füller Glastechnologie GmbH (Spiegelau, Deutschland) entwickelt wurde. Diese modulare Kompaktschmelzanlage kann kontinuierlich mit einer Schmelzleistung von 150 kg/d oder diskontinuierlich (chargenweise) mit einer Schmelzleistung von bis zu 750 kg/d betrieben werden. Die Mini-Melter-Anlage ist speziell für das Schmelzen unterschiedlicher Glaszusammensetzungen sowie für den schnelleren Wechsel der verschiedenen Glassorten entwickelt worden. Eine vereinfachte Zeichnung in Abbildung 4.10 spiegelt die wichtigsten Anlagenteile der Glasschmelzwanne wieder.

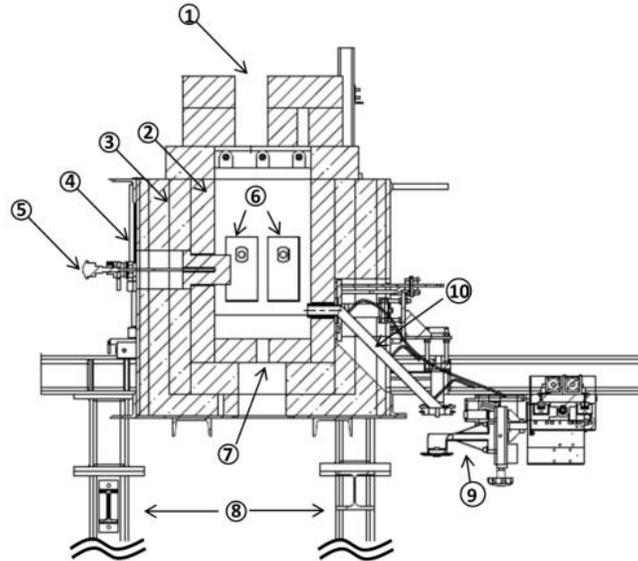


Abbildung 4.10: Schema-Zeichnung der Glasschmelzanlage an der Uni Bayreuth

Die Anlagenteile des Mini-Melter-Systems sind in Tabelle 4.4 aufgelistet.

Tabelle 4.4: Überblick über die wichtigsten Anlagenbestandteile der Kompaktschmelzanlage

Nummerierung	Bezeichnung	Beschreibung
1	Einleger-Öffnung	Zur Einlage des Rohstoffs
2	Ausmauerung	Feuerfeste Glaskontaktmaterialien
3	Auskleidung	Mehrlagige Schichten aus feuerfesten und isolierenden Materialien
4	Gehäuse	Außengehäuse aus Stahl
5	Thermoelement	Thermoelement des Typs S zur Erfassung der Wannentemperatur
6	Heizelektroden	Platten-Elektrode aus Molybdän
7	Boden-Drainage	Zur Entfernung des Glases vom Boden
8	Standfüße	Zum Aufstellen der gesamten Anlage
9	Schere	Zum mechanischen Abtrennen des flüssigen Glasstrangs
10	Auslaufrohr	Zum Dosieren der Glasschmelze aus der Glasschmelzwanne

Die Schmelzwanne besitzt ein Schmelzvolumen von ca. 45 L (ca. 112 kg) und ist mit dem schmelzgegossenen feuerfesten Glaskontaktmaterial ZAC 1711 (Saint-Gobain SEFRO, Frankreich) ausgemauert. Die Zusammensetzung der verwendeten hochfeuerfesten Steine ist in Tabelle 4.5 angegeben.

Tabelle 4.5: Zusammensetzung der ZAC 1711 Feuerfeststein

Al ₂ O ₃	Na ₂ O	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	ZrO ₂	TiO ₂
46.0	0.80	0.05	12.0	41.0	0.50

Die Schmelzwanne ist nach außen mit Schamotte, Feuerleichtsteinen und Fasermaterialien thermisch und/oder mechanisch isoliert und mit einem Stahl-Gehäuse umgeben. Das Aufschmelzen, Läutern und Homogenisieren des Glases erfolgt in der Schmelzwanne bei höheren Temperaturen (1300-1500 °C) als die Verarbeitungstemperaturen. Auf dem Weg über das Auslaufrohr und die daran angeschlossene Auslaufdüse aus *PtRh10*-Legierung kühlt die Schmelze ab und wird bei niedrigeren Temperaturen in den Zerstäuber dosiert. Die Dosierung der Glasschmelze erfolgt über die Temperaturregelung des Auslaufrohrs und der Auslaufdüse. Die Beheizung des Auslaufrohrs erfolgt über eine Widerstandheizung mit einer über das Auslaufrohr angelegten Spannung. Die Auslaufdüse und die Düsen Spitze werden mittels Induktionsspulen beheizt. Unter der Auslaufdüse ist eine Schere mit metallischen Scherenmessern installiert, um das Abtrennen des heißen viskosen Glasstrangs in Tropfen zu realisieren. Die Tropfengröße bzw. das Tropfengewicht sind durch den Frequenzschnitt der Schere einstellbar. Die maximal einstellbare Frequenz beträgt 2 Hz (2 Schnitte pro Sekunde).

Außerdem ist der Mini-Melter mit einer Boden-Drainage ausgestattet. Diese Drainage dient zur Entfernung des kontaminierten Glases. Das sind z.B. Zirkonschlurien oder andere Verunreinigungen am Boden der Glasschmelzwanne, die durch Korrosion der Glaskontaktmaterialien entstehen. Da das Glas mit zunehmender Temperatur einen sinkenden elektrischen Widerstand hat, kann das viskose Glas in einem bestimmten Temperaturbereich direkt über Elektroden widerstandsbeheizt werden. Für das elektrische Aufschmelzen des Glases werden insgesamt 4 Plattenelektroden aus Molybdän verwendet. Die Widerstandsbeheizung besteht aus zwei nebeneinander platzierten und parallelgeschalteten Elektrodenpaaren.

Der Rohstoff für das Glas, welches Glasscherben oder Glasgemenge sein kann, wird über die Einleger-Öffnung von oben mithilfe eines Vibrationsförderers zugeführt. Die Rohstoffzufuhr wird über die Schwingung und Zeit geregelt.

Für das elektrische Schmelzen des Glases wird Wechselstrom verwendet. Dafür steht ein Trenntransformator zur Verfügung. Die Primärseite des Transformators, welche Energie aufnimmt, ist an der Netzspannung mit 400 V/80 A (32 kVA) angeschlossen. Die Sekundärseite, welche Energie

abgibt, ist zweistufig ausgelegt, so dass man zwei verschiedene Sekundärspannungen mit 75 V/425 A (ca. 31.9 kVA) und 115 V/275 A (ca. 31.6 kVA) abgreifen kann.

Die zur Verfügung stehende maximale Schmelzleistung ($P_{el}=U_{max}\cdot I_{max}$) ist von der ausgewählten Transformatorstufe (U_{max} , I_{max}) vorgegeben. Aus der Schmelzleistung, den elektrischen und thermischen Eigenschaften der Schmelze und Zeit ergibt sich die Temperatur der Glasschmelze (Abbildung 4.11).

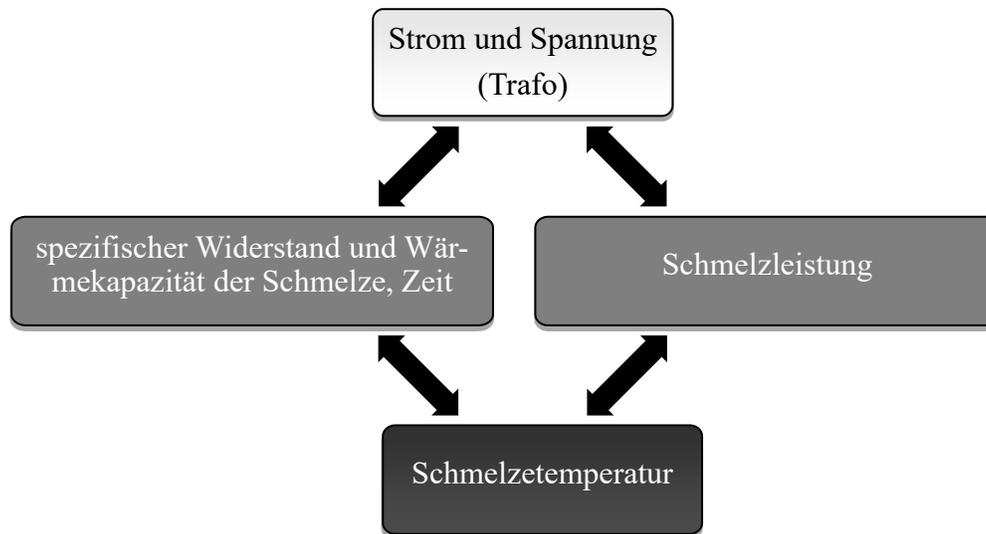


Abbildung 4.11: Zusammenhang von Schmelztemperatur und Prozessdaten

4.2.2 Rotationsflaker

Der heutige Stand der Technik zur Herstellung von Glasflakes ist ein Schleuderverfahren mittels eines rotierenden Zerstäubers. Der sogenannte Rotationsflaker ist eine Anlage zur Herstellung von Glasflakes direkt aus der Glasschmelze und besteht hauptsächlich aus einem Gehäuse, Antriebseinheit für den Zerstäuber und Heizeinheit zur Erwärmung des Rotationszerstäubers (s. Abbildungen 4.9 und 4.12).

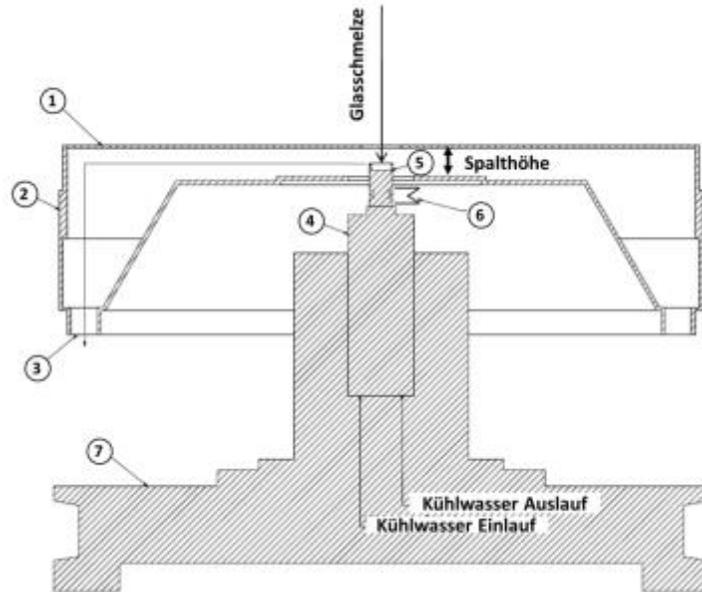


Abbildung 4.12: Schematische Darstellung des Rotationsflakers

Die wichtigsten Bestandteile der Rotationsanlage sind in Tabelle 4.6 aufgelistet und beschrieben.

Tabelle 4.6: Überblick über die wichtigsten Anlagenbestandteile des Rotationsflakers

Nummerierung	Bezeichnung	Beschreibung
1	Deckel - Gehäuse	Zur Abdichtung des Gehäuses
2	Unterteil – Gehäuse	Zum Auffangen von Glasflakes
3	Absaugung	Zur Absaugung von Glasflakes aus dem Gehäuse
4	Motor	Zum Rotieren des Zerstäubers
5	Rotationszerstäuber	Zur Zerstäubung der Glasschmelze
6	Heizung	Zur Beheizung des Zerstäubers
7	Grundrahmen	Zum Aufstellen der gesamten Anlage

Das Gehäuse besteht aus einem Unterteil mit Deckel. Der untere Teil des Gehäuses ist so konstruiert, dass eine stufenlose Änderung der Spalthöhe d_s möglich ist. Das Gehäuse dient zum Auffangen von Glasflakes und zur Führung der Glasflakes in die Absauglöcher. Die Antriebseinheit mit einem Hochfrequenzmotor ermöglicht eine Drehzahl des rotierenden Zerstäubers von bis zu 36 000 rpm. Die Absaugeinheit dient zum Absaugen der in dem Gehäuse gebildeten Glasflakes. So wird eine

kontinuierliche Herstellung von Glasflakes ermöglicht. Zum anderen dient die Absaugung zur Einstellung der Luftgeschwindigkeit in dem Ringkanal. Die verwendeten Absaugsysteme und die dazugehörigen Daten sind in Tabelle 4.7 dargestellt.

Tabelle 4.7: Die Absaugsysteme und Prozesseigenschaften

Gerätebezeichnung	Absaugleistung, m ³ /h	Anmerkung	Leistung in kW
Siemens Fluo: G2 BH 6 1000	35	Gebläse mit Zyklon	4
GardnerDenver 2BH1 640-7GH37	880	Gebläse mit Zyklon	4
Herdinger DeltaFlex 1500-16/9 SB	max. 2000 (stufenlos einstellbar)	Filteranlage	9

Wie oben bereits beschrieben, spielt die Beheizung des Zerstäubers eine wesentliche Rolle bei der Glasflake-Herstellung. Die Glasschmelze hat eine wesentlich geringere Dichte und Wärmekapazität als der Zerstäuber, was eine schnelle Abkühlung der Schmelze bewirkt. Die Glasschmelze würde ohne eine Beheizung des Zerstäubers vorzeitig in diesem erstarren. Um also die Wärmeverluste des Glases zu minimieren und die Glasviskosität im Bereich der Verarbeitbarkeit zu halten, ist eine Beheizung des Zerstäubers sehr wichtig. Die Beheizung des rotierenden Zerstäubers erfolgt extern mittels zwei Methoden: Brenner-Heizung oder Induktionsheizung (s. Kapitel 3.3).

4.3 Versuchsdurchführung und Parameterstudie

4.3.1 Voruntersuchung der Gläser

Um die Schmelzbarkeit der Gläser in der Elektroschmelzwanne zu validieren, werden zuerst nachfolgend beschriebene Standarduntersuchungen und Berechnungen durchgeführt. Sie dienen dazu, die Prozessbedingungen für die Glasschmelze zu ermitteln und sichere Betriebsbedingungen zu wählen.

Zudem wurde die Kristallisationsneigung des Glases überprüft, um gegebenenfalls kritische (tiefe) Temperaturbereiche beim Schmelzen auszuschließen. Dabei können auch Gläser, die selber nicht zur Kristallisation neigen durch Auflösung von Bestandteilen der Feuerfest-Glaskontaktwerkstoffe Kristallisation zeigen. Zur Untersuchung der korrosionsbedingten Kristallisation wurde ein rechteckiger Teil aus dem aktuellen Feuerfestmaterial der Glasschmelzanlage ausgeschnitten und in einem Al₂O₃-Tiegel zusammen mit den Gläsern bei 1400 °C aufgeschmolzen. Danach wurde das Glas zusammen mit dem Feuerfestmaterial für 5 h auf Temperaturen von 900 °C und 1400 °C gehalten. Nach dem Abkühlen wurden die Gläser unter einem optischen Mikroskop untersucht, um

eine mögliche Kristallisation zu überprüfen. Nur bei ausbleibender Kristallisation können die Gläser in der Glasschmelzanlage der Uni Bayreuth in einem weiten Temperaturbereich verarbeitet werden.

4.3.2 Apparative und prozessbedingte Einflüsse auf die Glaszusammensetzung

Der große Vorteil der verfügbaren Schmelzanlage ist, dass der Mini-Melter ein kontinuierliches, kontrolliertes und schnelles Umschmelzen bzw. Wechseln von einem Glas auf ein anderes möglich macht. Somit können Glasflakes mit unterschiedlicher Glaszusammensetzung hergestellt werden. Zu Beginn jeder Schmelzkampagne musste ein zu diesem Zeitpunkt sich in der Glaswanne befindliches Glas auf ein neues Glas umgeschmolzen werden. Als Rohstoff für das neue Glas wurde das entsprechende Glasgemenge oder dessen Glasscherben eingesetzt. Für das Umschmelzen wird das Gemenge des neuen Glases mit einem bestimmten Gemengestrom eingelegt und verdrängt somit sukzessive das alte Glas aus der Wanne. Die Entnahme des in der Wanne geschmolzenen Glases entspricht der Menge des eingelegten Gemenges, um einen stabilen Glaswechsel zu ermöglichen. Die Dauer des Glaswechsels ist stark von dem Mischungsverhalten abhängig. Das Mischungsverhalten ist wiederum von der Dichte und Viskosität der Glassorten abhängig. Um den Glaswechsellvorgang zu verfolgen und das Mischungsverhalten zu quantifizieren, werden während der Umschmelzphase stündlich Proben entnommen und mittels *REM/EDX* hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung analysiert.

Der Umschmelzprozess beeinflusst die Zusammensetzung des Glases, so dass das neue Glas Anteile des alten Glases enthält. Die Dauer des Glaswechsels bestimmt die Reinheit des neuen eingelegten Glases. Mit vertretbarem Zeitaufwand ist es möglich, einen Glaswechsel über 98 % zu erreichen. Darüber hinaus wird die Zusammensetzung des Glases durch die Korrosion der feuerfesten Steine und des Elektrodenmaterials beeinflusst. Durch diese Korrosion kann das Glas z.B. mit Al_2O_3 , Zr_2O oder MoO_3 kontaminiert werden.

4.3.3 Versuchsdurchführung

In der Regel steht die Elektroschmelzwanne über Nacht auf Standby und bleibt dauerhaft in diesem Zustand, sobald die Anlage nicht verwendet wird. Um die Glasschmelze für die Herstellung von Glasflakes zu verwenden, wird die Anlage auf die gewünschte Temperatur hochgeheizt. Abbildung 4.13 zeigt einen typischen Temperaturverlauf in der Elektrowanne. Das Aufheizen der Elektrowanne auf die gewünschte Bearbeitungstemperatur erfolgt mit einer moderaten Aufheizrate von 15 K/h.

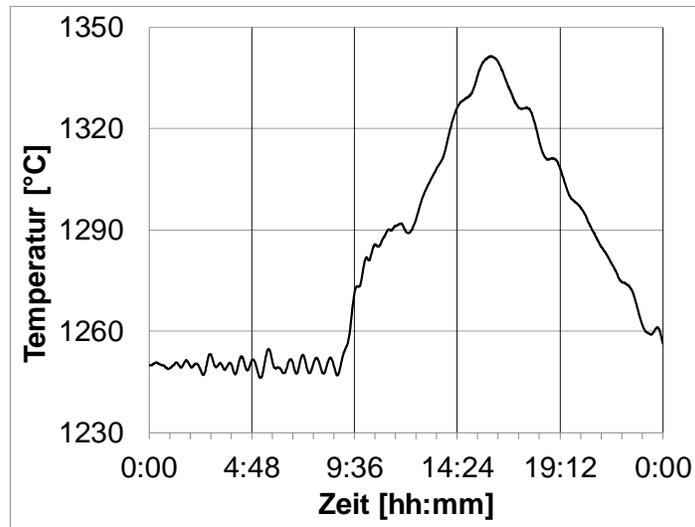


Abbildung 4.13: Ein typischer Verlauf der Wannentemperatur: Das Aufheizen auf Betriebstemperatur und Abkühlen auf Standby-Temperatur

Vor Beginn eines Versuches müssen zunächst einige Vorbereitungen an den Apparaturen getroffen werden. Dazu wird das Glas über die Auslaufdüse zum Fließen gebracht. Die Temperatur und der Durchsatz der Glasschmelze werden über die Temperaturen des Auslaufrohrs und der Auslaufdüse geregelt. Danach werden die Vorbereitungen an dem Rotationsflaker getroffen. Dazu wird ein Zerstäuber mit einer bestimmten Geometrie an der Motorwelle befestigt. Danach wird die gewünschte Spalthöhe zwischen zwei Ringplatten eingestellt. Außerdem muss der Zerstäuber auf eine bestimmte Temperatur erhitzt werden. Sobald die Absaugleitung des Gebläses eingestellt ist, kann der Rotationsflaker unter den Mini-Melter gefahren werden, so dass der heiße Glasstrang in die Mitte des rotierenden Zerstäubers geführt wird. Vorher wird noch die Drehzahl des Zerstäubers eingestellt (s. Abbildung 4.14).



Abbildung 4.14: Rotationsflaker im Einsatz: freier Glasstrang fließt in den Zerstäuber hinein

Die aus dem Rotationsflaker abgesaugten Glasflakes werden anschließend zur Probenpräparation und Charakterisierung weiterverwendet.

4.3.4 Parameterstudie

Einer der wichtigsten Bestandteile der experimentellen Arbeit ist die Durchführung einer Parameterstudie. Die Parameter, die bei der Herstellung der Glasflakes variiert werden können, sind in Tabelle 4.8 aufgelistet. Diese Parameter haben unterschiedlichen Einfluss auf die Qualität der Glasflakes. Daher soll im Rahmen dieser Parameterstudie der Einfluss der einzelnen Parameter auf die Dicke der Flakes untersucht werden.

Tabelle 4.8: Die variablen Parameter bei der Versuchsdurchführung

Parameter	Zeichen
Absaugleistung der Luft	Q_{Luft}
Geometrie des Zerstäubers	D
Durchsatz der Glasschmelze	Q_m
Rotationsgeschwindigkeit des Zerstäubers	ω
Sorte des Glases	S
Spalthöhe im Ringkanal	d_s
Temperatur der Glasschmelze	T_{Glas}
Temperatur des Zerstäubers	T_Z
Zuführung der Glasschmelze	<i>kont. bzw. disk.</i>

Außerdem werden die Ergebnisse dieser Versuche für die Verifizierung des mathematischen Modells herangezogen.

Eine Vorstudie der Parameter wurde im Rahmen der Studienarbeit von Frau Lisa Lorenz mit dem Titel „*Parameterstudie zur Herstellung von Glasflakes mit einem Rotationsflaker*“ [104] durchgeführt. Aus dieser Arbeit geht hervor, dass die Spalthöhe von 42 mm optimale Ergebnisse bezüglich der Dickenverteilung der Glasflakes liefert. Deshalb wurde die Spalthöhe im Rahmen dieser Arbeit im Bereich von 42 mm konstant gehalten. Der zweite Parameter, der konstant gehalten wurde, ist die Geometrie des Zerstäubers (s. Abbildung 5.16). Die Innengeometrie wurde nicht geändert, der Durchmesser des Zerstäubers beträgt 48 mm.

Alle anderen Parameter wurden variiert, um den Einfluss der einzelnen Größen auf die Flakedicke zu ermitteln.

4.4 Charakterisierung

Die Quantifizierung der Flake-Qualität erfolgt durch die Bestimmung der Größen- und Dickenverteilung. Allerdings ist der entscheidende Faktor für die Flake-Qualität die Dickenverteilung, da die Größe der hergestellten Flakes durch Mahlen und Sichten im Nachhinein in einem engen Bereich eingestellt werden kann. Die Größenverteilung wird mittels einer herkömmlichen Siebanalyse charakterisiert. Für die Charakterisierung der Dicke der Glasflakes wird ein Rasterelektronenmikroskop herangezogen.

4.4.1 Siebanalyse zur Größenverteilung

Zur Bestimmung der Größenverteilung wird zunächst eine Siebanalyse durchgeführt. Beim Siebprozess handelt es sich um einen Trennprozess, der als Trennfaktor die geometrischen Abmessungen des Siebgutes nutzt. Die vorgegebene Maschenweite des Prüfsiebs bestimmt die Trenngrenze und die Partikel werden damit in zwei Fraktionen aufgeteilt: Feingut (Durchgang) und Grobgut (Rückstand) [105].

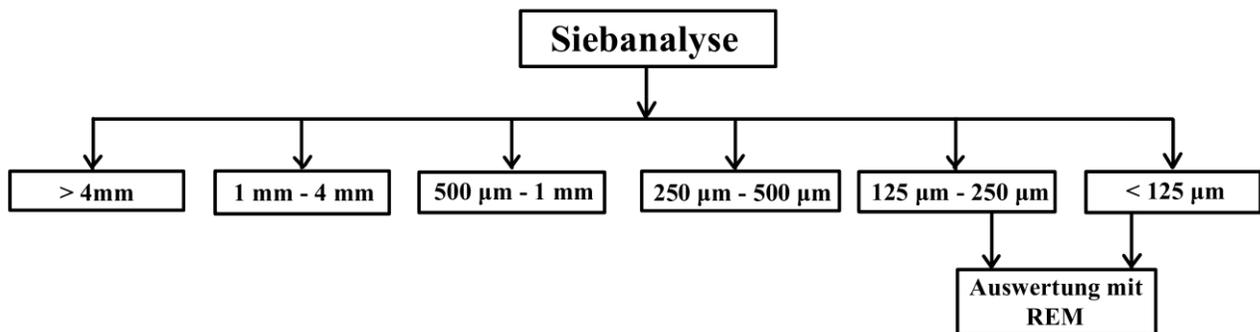


Abbildung 4.15: In der Siebanalyse verwendeten Fraktionen

Die Glasflakes werden durch übereinander angeordnete Prüfsiebe, mit von oben nach unten abnehmender Maschenweite, geleitet. Dazu wird eine Vibrations-Siebmaschine der Fa. Fritsch (Typ Analysette 3 Spartan) mit 5 Prüfsieben mit Maschenweiten von 4 mm, 1 mm, 500 µm, 250 µm und 125 µm verwendet (Abbildung 4.15). Um die Ergebnisse vergleichbar und einheitlich zu halten, wird das Siebgut immer 20 Minuten mit einer Schwingamplitude von 1.5 mm gerüttelt. Es werden anschließend alle Fraktionen einzeln gewogen und daraus die Größenverteilung gebildet.

4.4.2 Auszählverfahren zur Dickenverteilung

Für die Analyse der Dickenverteilung wurden die zwei kleinsten Fraktionen, nämlich die Fraktionen $125 \mu\text{m} < x_1 < 250 \mu\text{m}$ und $x_1 < 125 \mu\text{m}$, ausgewählt. Um die Dicke der Flakes zu messen und

eine Dickenverteilung für jede Fraktion zu ermitteln, werden zuerst einige Probenpräparationsschritte durchgeführt. Hierzu werden die Flakes mit einem Lack (Autoclear Plus HS) und Härter (P25) gemischt und auf einer dünnen (0.025 mm) Polyimid-Folie (Kapton) mit einer Gummirakel glatt ausgestrichen, so dass die Glasflakes eine plättchen- und schichtenförmige Anordnung parallel zur Folien-Oberfläche erhalten. Nach der Trocknung der Folien, wird ein geeigneter Schliff angefertigt, in dem die Folien in einem Epoxid-Harz eingebettet werden. Die Folien stehen dabei senkrecht zum Probenhalter. Das ausgehärtete Harz mit den Glasflakesstreifen wird dann geschliffen (500 μm) und feinpoliert (bis zu 1 μm). Die Proben von jeweils zwei Fraktionen werden anschließend mit Gold besputtert und mittels *REM* (Jeol JSM-840A) im Querschliff analysiert. Für eine statistische Auswertung werden mindestens 100 Flakequerschnitte jeder Fraktion im REM aufgenommen und mit einem Programm (JMivision) die Dicke der aufgenommenen Flakes vermessen.

Da die Flakes keine einheitliche Dicke (monodispers) haben, sondern eine Verteilung der Dicke aufweisen, soll dieses Partikelkollektiv statistisch charakterisiert werden. Für diese statistische Charakterisierung der Partikeldickenverteilung werden zwei Arten an Darstellungen verwendet [106].

- Verteilungssumme $Q_1(x)$
- Verteilungsdichte $q_1(x)$

$Q_1(x)$ gibt die auf die Gesamtmenge bezogene (normierte) Menge aller Partikel mit einer Dicke kleiner gleich d an.

$$Q_1(x_i) = \frac{N_i}{N} \quad (4.1)$$

$q_1(x)$ gibt die auf den Mengenanteil bezogenen Partikel mit einer Dicke d an.

Sei die Verteilungssummenkurve eine stetig differenzierbare Funktion, erhält man die Verteilungsdichtekurve durch Differenzieren der $Q_1(x)$ [107].

$$q_1(x) = \frac{d Q_1(x)}{dx} \quad (4.2)$$

Das wichtigste Merkmal der Verteilungsdichtekurve ist der Modalwert. Für die Bildung einer Verteilungssumme trägt man auf der Abszisse die Partikelgröße x auf, welche in diesem Fall die Dicke der Flakes ist. Auf der Ordinate werden die Mengenanteile aufgetragen.

Das charakteristische Merkmal der Dicke ist der Medianwert der Verteilungsdichtekurve. Der Medianwert unterteilt die Dickenverteilungsdichtekurve in zwei gleiche Teile, wobei 50 % der Flakes eine Dicke unter dem Medianwert und 50 % eine Dicke über dem Medianwert aufweisen.

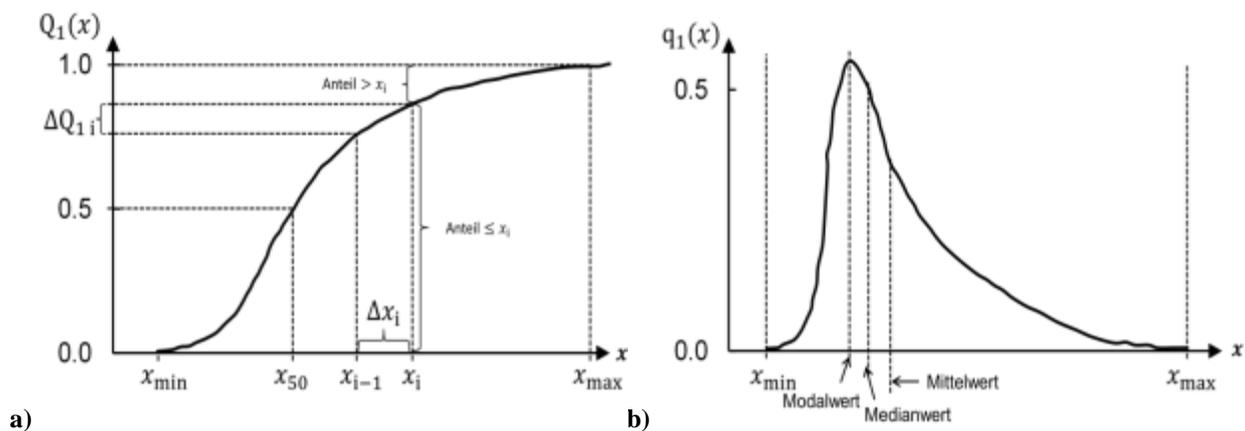


Abbildung 4.16: Kontinuierliche Darstellung von Partikeldickenverteilung a) Verteilungssummenkurve und b) Verteilungsdichtekurve

4.5 Geräte- und Softwareliste

Gerät	Hersteller	Details
EDX	Oxford Instruments, Inc.	INCA
Gasadsorption (BET)	Micrometrics	ASAP 2010
Hochfrequenzumrichter	Himmelwerk GmbH	Sinus 8, 12 kW Sinus 2000, 2 kW
Mikrohärte Prüfgerät	Anton Paar, Deutschland	MHT-10
Mini-Melter	Füller Glas Technologie/ Universität Bayreuth	Elektroschmelzanlage
Muffelofen	N41/H	Nabertherm
Pyrometer	Keller GmbH	CellaTemp PZ 20
REM	Jeol, Japan	JSM-840A
Rotationsflaker	Eckart GmbH/ Universität Bayreuth	
Röntgendurchleuchtungsanlage MU 21 F	Philips	Röntgengrobröhre: bis 225kV 15mA Feinfocusröhre: bis 160kV 50µA
Schleif- und Poliermaschine	Struers, Deutschland	Rotopol 35
Siebmaschine	Fritsch, Deutschland	Analysette 3 Spartan Pulver- sette 0
Stereomikroskop	Olympus, Deutschland	SZX12
Waage	Kern, Deutschland	KB 2000-2N
Software	Entwickler	Details
Comsol Multiphysics 3.5	COMSOL AB	Module: Chemical Engineering General Heat Transfer AC/DC Structural Mechanics
JMicroVision v1.2.7	Nicolas Roduit	Freeware, www.jmicrovision.com
Matlab	The MathWorks	Matlab 8.4 R2012b
SciGlass	ITC, Inc.	SciGlass 6.6

5 Ergebnisse

5.1 Simulation der Flakebildung und Filmdickenentwicklung

5.1.1 Untersuchung der Lamellenbildung durch Modellflüssigkeiten

Aus der Literatur [76] wurde die Übergangszahl $\Psi = 1.77$ für die Überführung von Fadenbildung zu einer Lamellenbildung experimentell bestimmt. Um den Übergang von Faden- zu Lamellenform zu veranschaulichen, wird folgendes Diagramm 5.1 herangezogen. Dazu trägt man $Z^{0.167}$ an der x-Achse, $V \cdot We^{0.6}$ an der y-Achse auf und zeichnet die Kurve für die Übergangszahl $\Psi = 1.77$ in das Koordinatensystem ein. Oberhalb dieser Kurve, wenn $\Psi > 1.77$ ist, erfolgt eine Lamellenbildung. Unterhalb dieser Kurve, $\Psi < 1.77$, entstehen Fäden aus der Zerstäubung einer Flüssigkeit.

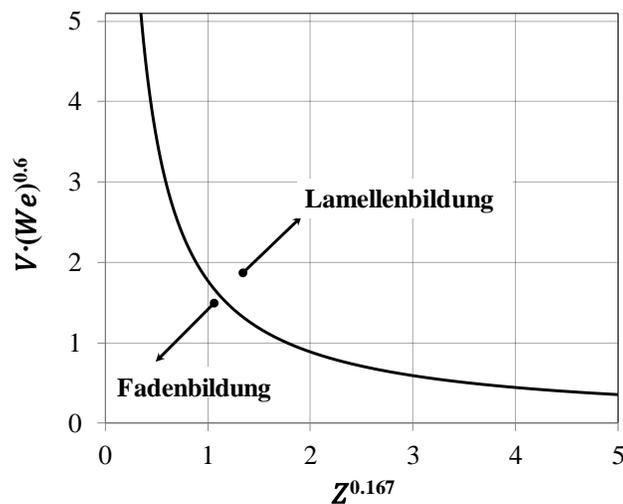


Abbildung 5.1: Übergangszahl 1.77 von einer Faden- zu einer Lamellenbildung

Dieses Kriterium gilt jedoch nur für die Flüssigkeiten, die stark abweichende Materialeigenschaften von der Glasschmelze haben. Für die Durchführung der Versuche mit Modellflüssigkeiten wurde der Durchsatz der Flüssigkeit mit ca. 270 kg/d konstant gehalten. Dieser Durchsatz entspricht dem Durchfluss der Glasschmelze aus dem Mini-Melter. Die Silikonöle D100, D350 und D1000 wurden mithilfe einer Vorrichtung in den rotierenden Zerstäuber zugeführt. Die Versuche wurden bei 4 unterschiedlichen Drehzahlen (4 000, 6 000, 8000 und 10 000 rpm) durchgeführt. Die Zerstäubung der Flüssigkeit wurde mittels einer Digitalkamera bei einer Bildfrequenz von 240 fps dokumentiert. Es muss hier allerdings betont werden, dass die verwendeten Flüssigkeiten nach Bildung einer der drei Formen (Tropfen, Faden und Film) wieder in feinste Tropfen desintegrieren, weil die Silikonöle keiner Erstarrung ausgesetzt sind (Abbildung 5.2).



Abbildung 5.2: Die Zerstäubung der Modellflüssigkeit D1000 bei 4000 rpm

Demgegenüber erstarrt die Glasschmelze kurz nach dem Verlassen des Zerstäuberrandes. Für die Auswertung der Zerstäubungsversuche mit den Modellflüssigkeiten, ist die Flüssigkeitsform nach dem Auftreffen auf den Zerstäuberrand relevant. Die Abbildungen 9.1, 9.2 und 9.3 im Anhang 9.5 fassen die abgebildeten Zerstäubungsprozesse der drei Flüssigkeiten bei verschiedenen Drehzahlen zusammen. Die Tabelle 5.1 gibt einen Überblick über die Entstehung einer der drei Desintegrationsformen bei der Zerstäubung der drei Modellflüssigkeiten. Die berechneten Übergangszahlen Ψ für diese Zerstäubungsversuche sind aus der Tabelle 9.1 im Anhang 9.5 zu entnehmen.

Tabelle 5.1: Die Desintegrationsmechanismen für Modellflüssigkeiten D100, D350 und D1000 bei Rotationsgeschwindigkeiten 4000, 6000, 8000 und 10 000 rpm

Flüssigkeit	Ablösungsform			
	4000 rpm	6000 rpm	8000 rpm	10 000 rpm
D100	Faden	Übergang Faden/Lamelle	Lamelle	Lamelle
D350	Faden	Lamelle	Lamelle	Lamelle
D1000	Übergang Faden/Lamelle	Lamelle	Lamelle	Lamelle

In der obenstehenden Tabelle ist zu erkennen, dass die Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit des Zerstäubers und die Erhöhung der Viskosität der Flüssigkeit zur Bildung der Lamellenform führt. Nun wird die Übergangszahl Ψ für die verwendeten Silikonöle berechnet und die Ablösungsmechanismen in Abhängigkeit der Versuchsdaten analysiert. Die berechneten $Z^{0.167}$ - und $V \cdot We^{0.6}$ -Werte werden für die durchgeführten Modellversuche in das Koordinatensystem als Punkte eingetragen (Abbildung 5.3).

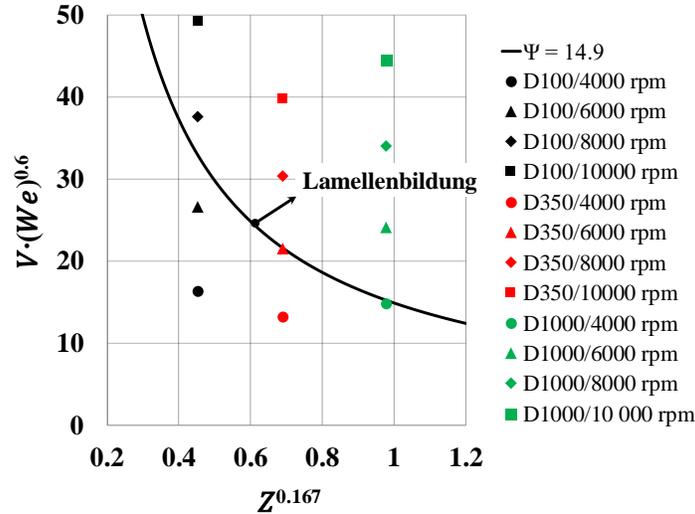


Abbildung 5.3: Die berechneten $Z^{0.167}$ - und $V \cdot We^{0.6}$ -Werte für die Modellversuche und die Kurve für die Übergangszahl $\Psi=14.9$

Aus den Ergebnissen ist festzustellen, dass die Übergangszahl von Faden- zu Lamellenbildung $\Psi = 14.9$ ist. Dieses Übergangskriterium impliziert, dass die Entstehung der Lamellenform für das Glas11 nur mit einer Rotationsgeschwindigkeit des Zerstäubers von über 24 000rpm bei einer Glastemperatur von 1000 °C beziehungsweise mit Rotationsgeschwindigkeit von über 58 000 rpm bei einer Glastemperatur von 1200 °C möglich ist. In der Realität konnten die Glasflakes bei weit niedrigerer Rotationsgeschwindigkeit (z.B. 5 000 rpm) hergestellt werden. Deshalb ist eine direkte Übertragung dieses Übergangskriteriums, das mit Modellflüssigkeit erhalten wurde, auf die Glasschmelze nicht möglich.

Die Bestimmung des Übergangskriteriums für die Glasschmelze aus Glas11 wurde experimentell ermittelt. Abbildung 5.4 fasst die Ergebnisse der durchgeführten Versuche zusammen.

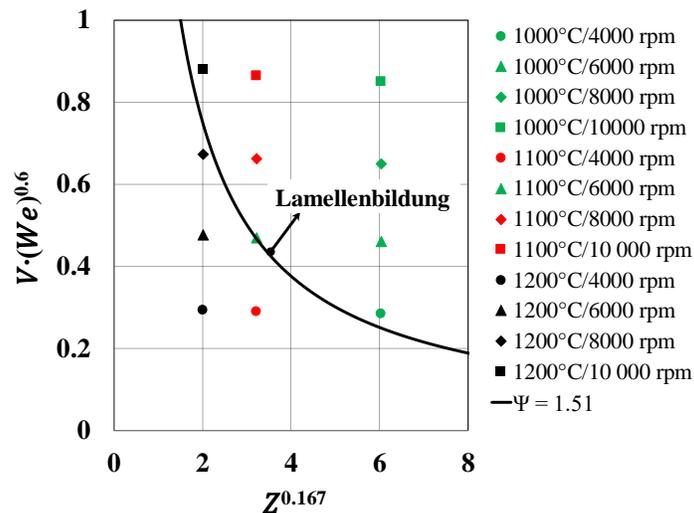


Abbildung 5.4: Berechneten $Z^{0.167}$ - und $V \cdot We^{0.6}$ -Werte für die Glasschmelze und die Kurve für die Übergangszahl $\Psi=1.51$

Bei diesem Flakeprozess wurde jedoch keine reine Tropfenbildung und Fadenbildung beobachtet. Eine Mischung von Fäden und Lamellen entsteht bereits bei einer Drehzahl von 4000 rpm und einer Temperatur von 1200 °C. Um in den Bereich der reinen Lamellenbildung zu gelangen, muss die Drehzahl des Zerstäubers erhöht werden und die Temperatur der Glasschmelze erniedrigt werden. Die Übergangszahl Ψ wurde aus diesen Experimenten als 1.51 festgelegt. Somit wurden die prozessrelevanten Grenzen für die Bildung der Glaslamelle bei dem Schleuderverfahren bestimmt.

5.1.2 Berechnung der Filmdicke mittels *FEM*-Simulation

Für die Berechnung der Filmdicke auf dem rotierenden Zerstäuber wurde eine transiente *FEM*-Simulation durchgeführt. Angefangen bei $t = 0$ s, wo keine Wechselwirkung zwischen dem schmelzflüssigen Glasstrang und dem Zerstäuber stattfindet, wird die Simulation soweit durchgeführt, bis die Strömung der Glasschmelze das Gleichgewicht erreicht. Aus dem *FEM*-Modell können die Dichte, die Geschwindigkeitsfelder der Strömung, die Viskosität und die anderen Größen wie Meshgröße, Meshqualität als Resultat angezeigt werden. Zwischen Luft und Glasschmelze ist eine numerische Grenzschicht vorhanden, die den Übergang von der Glasschmelze zur Luftströmung beschreibt. Die beliebige Verfeinerung dieser Grenzschicht war technisch nicht möglich, deshalb ist die Genauigkeit der Glasfilmdicke sehr gering. Gleichwohl wurde die Simulationsarbeit mit einer Grenzschicht von 50 μm fortgesetzt, um die tendenziellen Zusammenhänge zwischen Filmdicke und Prozessparametern zu ermitteln.

Die folgenden Abbildungen 5.5 (a) bis (f) zeigen den zeitabhängigen Verlauf der Glasschmelzedichte über den schnell rotierenden Zerstäuberboden. Die Glasschmelze hat in diesem Fall eine Viskosität von $\log(\mu[\text{Pa}\cdot\text{s}]) = 2.52$. Diese entspricht einer Temperatur von 1050 °C und einer Dichte von 2400 kg/m^3 . Der Zerstäuber mit einem Radius von 20 mm hat eine Drehzahl von 10 000 rpm. Hierbei wird nur die Glasschmelze betrachtet, die numerische Grenzschicht und Luft sind ausgeblendet.

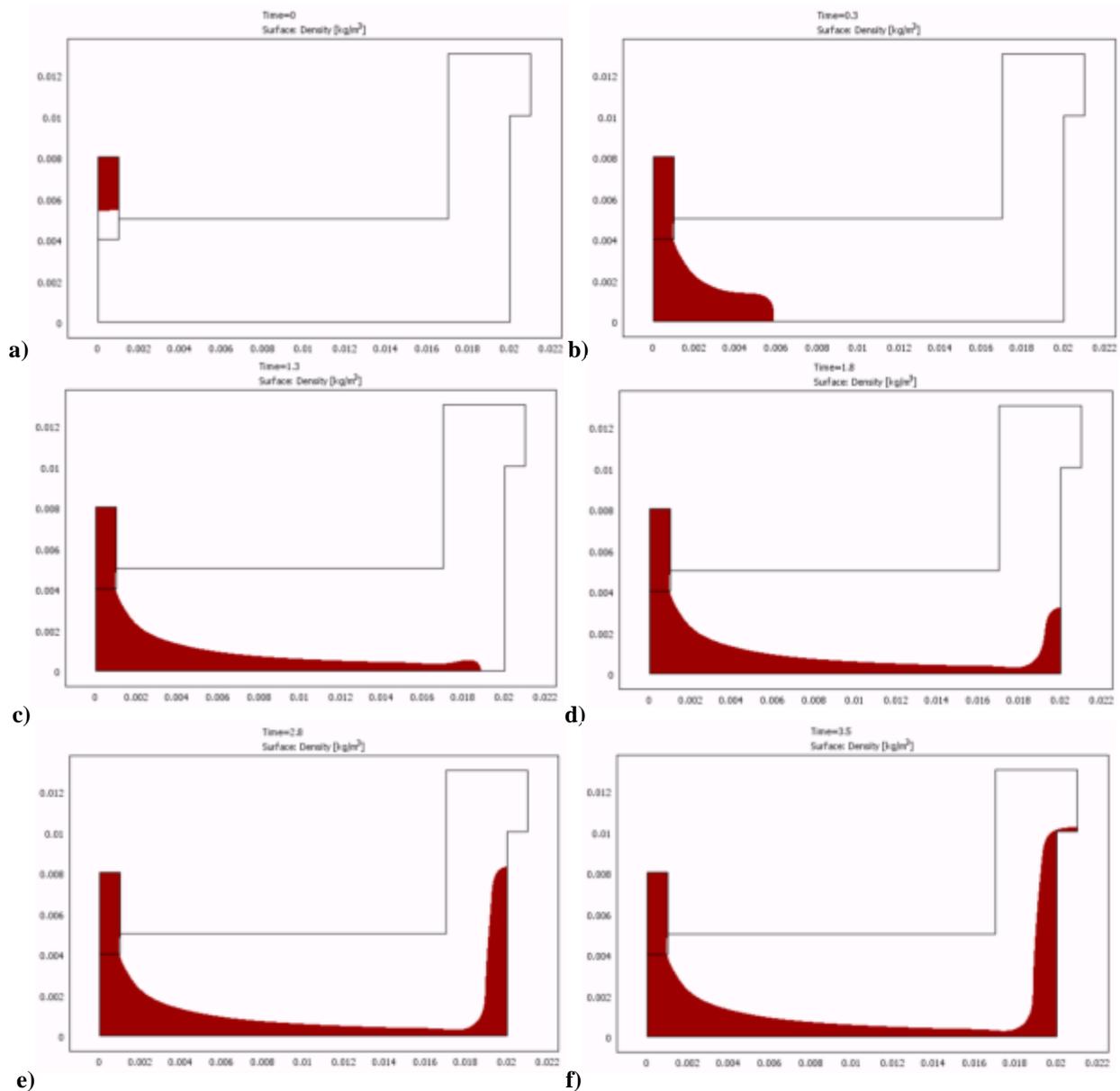


Abbildung 5.5: Die zeitliche Entwicklung der Glasschmelze im Zerstäuber a) $t = 0$ s b) $t = 0.3$ s c) $t = 1.3$ s d) $t = 1.8$ s e) $t = 2.8$ s. f) $t = 3.5$ s

Somit konnte die Strömung der Glasschmelze über den Zerstäuberrand in Abhängigkeit von Prozessparametern (Glasdurchsatz, Glastemperatur, Rotationsgeschwindigkeit des Zerstäubers, Geometrie des Zerstäubers) simuliert werden. Die Glasschmelze erreicht den Zerstäuberrand in ca. 3.4 s und hat eine Filmdicke von 200 μm . Die Randbedingungen an der Zerstäuberoberfläche wurden mit einer Haftbedingung modelliert. Die Annahme der Haftbedingung (*engl.:no-slip*) ist, dass kein Fluid durch die Wand dringt, jedoch am Rand haftet und sich in dessen Nähe im Ruhestand befindet. Aus der Reihe der Bilder ist ein Aufstau der Glasschmelze an den Zerstäuberecken zu sehen, welcher zur Erhöhung der Filmdicke führt. Die Entwicklung der Schmelzdicke entlang der inneren Oberfläche des Zerstäubers ist in Abbildung 5.6 dargestellt.

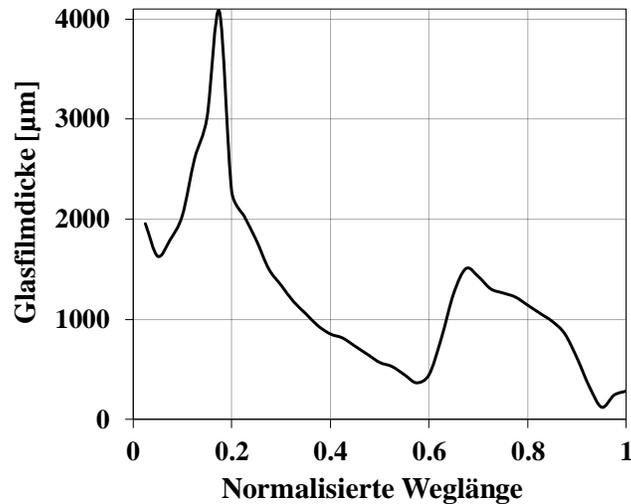


Abbildung 5.6: Die Dicke der Glasschmelze in dem Zerstäuber entlang der normalisierten inneren Oberfläche

Der aus der 10 mm-Auslaufdüse senkrecht nach unten ausfließende Glasstrang verjüngt sich nach unten. Kurz vor dem Auftreffen auf den rotierenden Zerstäuber beträgt die Dicke des viskosen Glasstrangs ca. 2 mm, welche der anfänglichen Glasfilmdicke entspricht. Durch den Aufprall auf den Zerstäuberboden erhöht sich die Höhe der Glasschmelze kurzfristig auf bis zu 4.1 mm. Danach nimmt die Glasfilmdicke durch die Zentrifugalkraft bis zu dem zweiten Aufstau auf 0.5 mm ab. An der unteren Zerstäuberseite erhöht sich die Dicke wieder und nimmt entlang der vertikalen Zerstäuberwand wieder ab. An der Zerstäuberseite beträgt die Glasfilmdicke ca. 200 µm. Abbildung 5.7 zeigt das Geschwindigkeitsfeld der strömenden Glasschmelze und das von Luft aus der Umgebung in dem schnell rotierenden Zerstäuber.

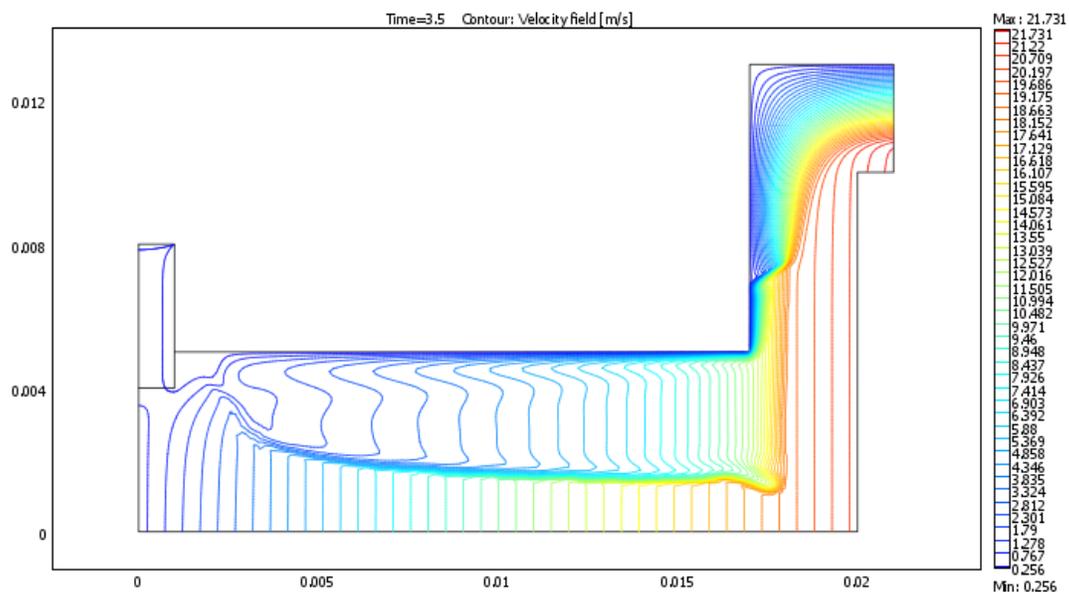


Abbildung 5.7: Das Geschwindigkeitsfeld der Strömung von Glasschmelze und Luft in dem Zerstäuber bei $t = 3.5$ s

Es ist zu erkennen, dass die Geschwindigkeit der nicht im direkten Kontakt mit der Glasschmelze stehenden Luft kaum von dem Zerstäuber beeinflusst wird und einen Betrag von lediglich 0.25 m/s hat. Die Geschwindigkeit der Glasschmelze ist dagegen direkt abhängig von der Drehzahl des Zerstäubers und erhöht sich mit dem Abstand von der Mitte des Zerstäubers. An der Zerstäuberkante beträgt die Schmelzgeschwindigkeit 21.7 m/s. Die Berechnung der Geschwindigkeiten ist insofern wichtig, als dass sie für die Berechnung der Glasfilmdicke nach dem Verlassen der Zerstäuberkante verwendet werden kann.

Des Weiteren ist die Abhängigkeit der Dicke der Glasschmelze an der Zerstäuberkante für unterschiedliche Parameter wie Drehzahl, Glasdurchsatz, Glastemperatur und Neigungswinkel der horizontalen Zerstäuberwand zu ermitteln. Für diese Simulationsaufgabe wurden die physikalischen Glasdaten von *Glas11* verwendet.

Die Drehzahl des Zerstäubers spielt eine wesentliche Rolle zur Reduzierung der Glasfilmdicke. Die Erhöhung der Drehzahl von 4000 rpm auf 7000 rpm reduziert die Glasfilmdicke von 220 μm auf 35 μm . Eine weitere Erhöhung der Drehzahl auf 10 000 rpm reduziert die Glasfilmdicke auf 10 μm (Abbildung 5.8a).

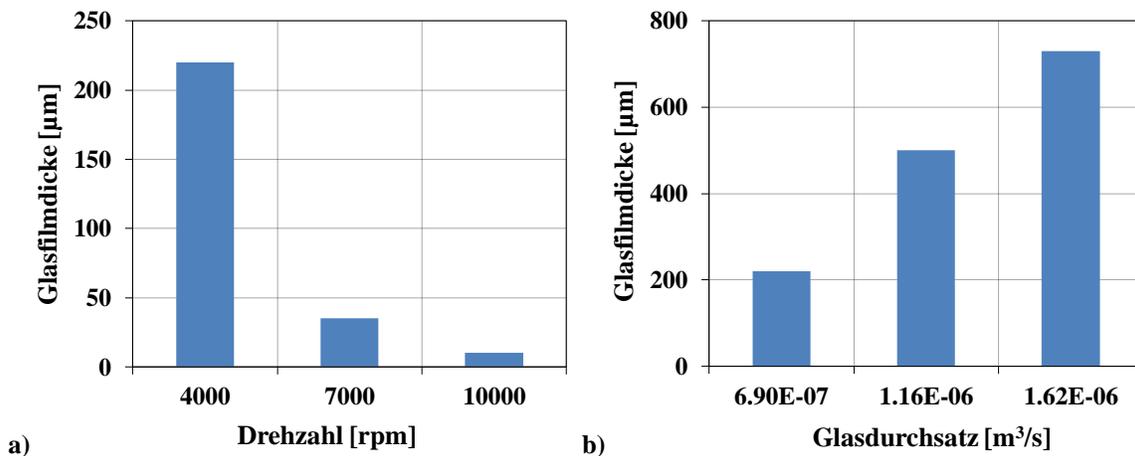


Abbildung 5.8: Glasfilmdicke am Zerstäuberrand in Abhängigkeit von a) Drehzahl und b) Glasdurchsatz

Abbildung 5.8b zeigt die Abhängigkeit der Glasfilmdicke vom Glasdurchsatz. Um die Glasfilmdicke zu reduzieren muss ebenfalls der Glasdurchsatz reduziert werden. Ein weiterer Parameter, der die Glasfilmdicke beeinflusst, ist die Viskosität der Glasschmelze bzw. die Glastemperatur. Eine Erhöhung der Temperatur von 1100 $^{\circ}\text{C}$ auf 1200 $^{\circ}\text{C}$ reduziert die Glasfilmdicke erheblich von 180 μm auf 50 μm (Abbildung 5.9a).

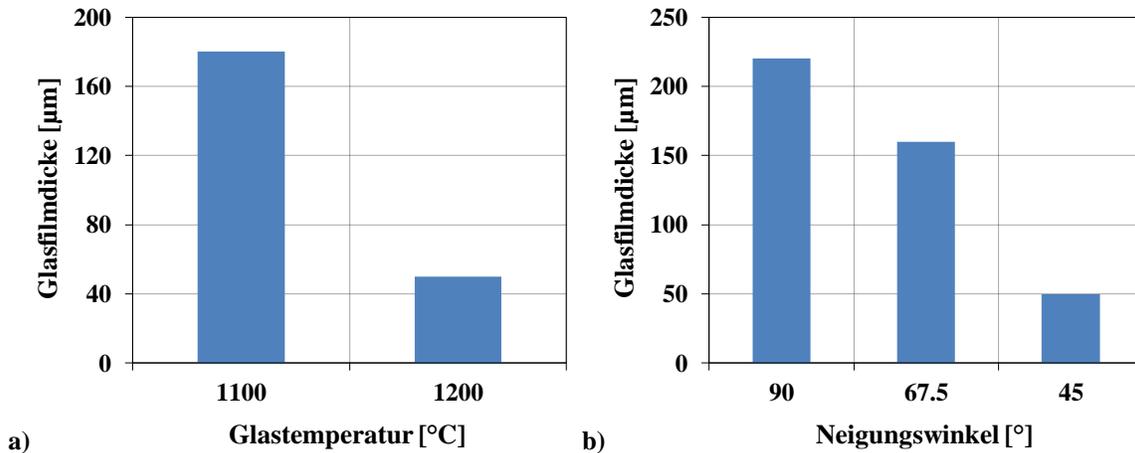


Abbildung 5.9: Glasfilmdicke am Zerstäuberrand in Abhängigkeit von a) Glasktemperatur und b) Neigungswinkel

Auch eine Verringerung des Neigungswinkels der horizontalen Zerstäuberwand kann die Glasfilmdicke reduzieren (Abbildung 5.9b). Beispielweise beträgt die Glasfilmdicke 50 µm bei einem Neigungswinkel von 45 ° und 220 µm bei einem Neigungswinkel von 90 °.

5.1.3 Berechnung der Filmdicke mittels eines analytischen Modells

Die Gültigkeit des analytischen Modells ist sehr stark von der Dominanz der Zentrifugalkräfte gegenüber den Trägheitskräften abhängig. Der Faktor $\frac{dF_i}{dF_s}$ beschreibt das Verhältnis der Zentrifugalkräfte zu den Trägheitskräften und sollte möglichst klein sein. Für alle hier vorgestellten Berechnungen ist $\frac{dF_i}{dF_s} < 6 \cdot 10^{-6}$ und das analytische Modell gilt als gültig [81].

Die ersten Berechnungen der Filmdicke wurden ohne Berücksichtigung der Abkühlung der Glasschmelze durchgeführt. Abbildung 5.10a zeigt den Verlauf der Glasfilmdicke für unterschiedliche Ausgangstemperaturen der Glasschmelze. Auf der x-Achse ist die Glasfilmdicke in µm eingetragen und auf der y-Achse der normalisierte Radius. Die Drehzahl des Zerstäubers beträgt 10 000 rpm und der Durchsatz der Glasschmelze $83 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$. Die Dicke der Glasschmelze nimmt mit größerem Abstand von der Zerstäuberbechermitte sehr stark ab und beträgt nach dem Verlassen des Zerstäuberrandes $< 1 \text{ µm}$. Außerdem ist aus dem Diagramm zu entnehmen, dass die Ausgangstemperatur der Glasschmelze keinen Einfluss auf die Glasfilmdicke hat.

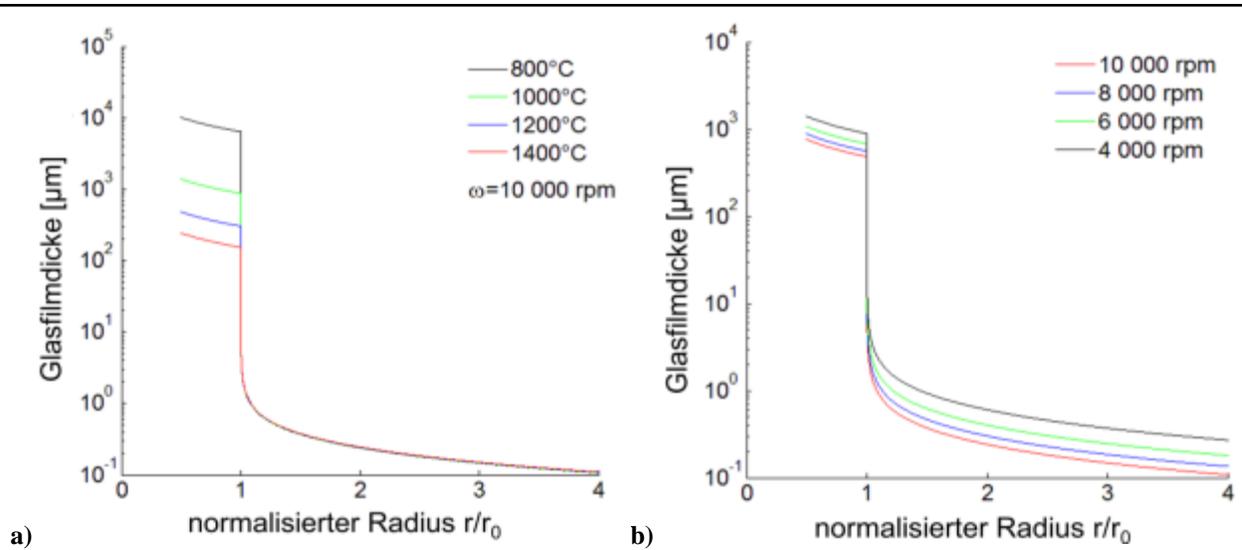


Abbildung 5.10: Berechnete Glasfilmdicke für Zerstäuberdurchmesser (50 mm) bei verschiedenen a) Glas-temperaturen und b) Drehzahlen bei einem Glasdurchsatz von $1.83 \times 10^{-6} \text{ m}^3/\text{s}$ [85]

Weiterhin wurde die Glasfilmdicke in Abhängigkeit der Drehzahl ermittelt (Abbildung 5.10a). Im Gegensatz zur Glasktemperatur hat die Drehzahl einen starken Einfluss auf die Entwicklung der Filmdicke. Mit steigender Drehzahl nimmt die Glasfilmdicke sehr stark ab.

Die nächsten zwei Diagramme in Abbildung 5.11a und b zeigen die Änderung der Glasfilmdicke in Abhängigkeit von dem Durchmesser des Zerstäubers und dem Durchsatz des Glases. Die x-Achse stellt die Glasfilmdicke in μm dar und die y-Achse den Abstand von dem Zerstäuberrand in mm.

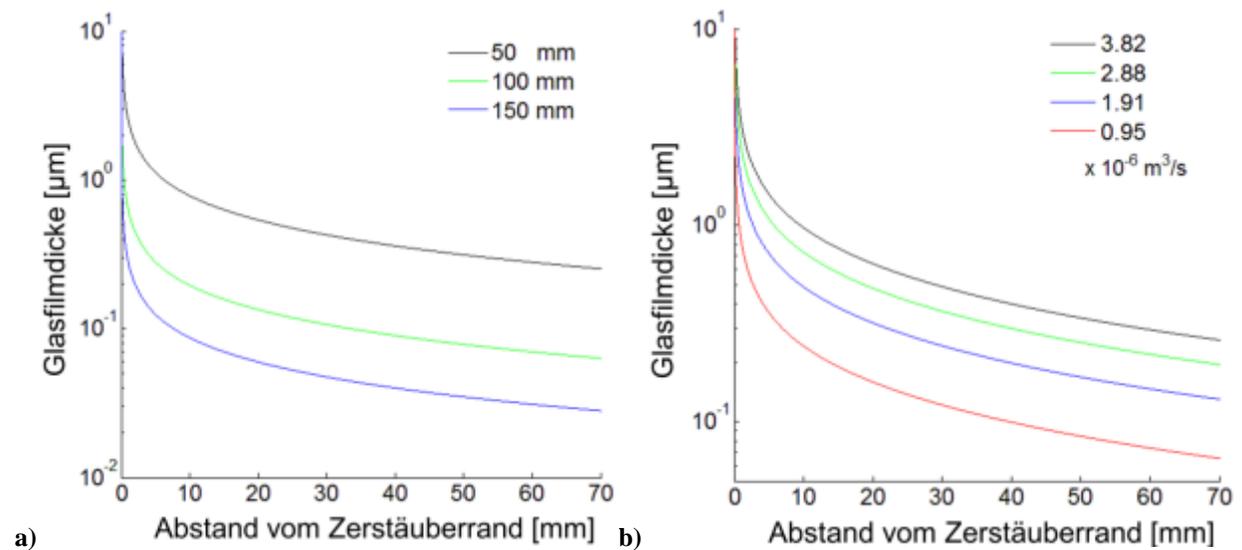


Abbildung 5.11: Berechnete Glasfilmdicke für $\omega = 10\,000 \text{ rpm}$ bei verschiedenem a) Durchmesser des Zerstäubers und b) Durchsatz des Glases

Die Dicke des Glasfilms nimmt mit Erhöhung des Zerstäuberdurchmessers ab. Beispielweise führt die Erhöhung des Zerstäuberdurchmessers von 50 mm auf 150 mm zu einer Filmdicke $< 1 \mu\text{m}$. Es wird zudem ersichtlich, dass die Glasfilmdicke mit Abnahme des Glasdurchsatzes erheblich verringert werden kann.

Um den Einfluss der Temperatur auf die Glasfilmdicke zu ermitteln, wird nun die Glasfilmdicke unter Berücksichtigung der Abkühlung der Glasschmelze betrachtet. Abbildung 5.12a zeigt die Temperatur des Glasfilms entlang des Abstands vom Zerstäuberrand bei Drehzahlen von 4000 bis 10 000 rpm. Die Ausgangstemperatur der Glasschmelze beträgt $1200 \text{ }^\circ\text{C}$. Die Abkühlung des Glasfilms ist so stark, dass die Temperatur bereits wenige Millimeter nach dem Zerstäuberrand unter $500 \text{ }^\circ\text{C}$ abfällt. Die Drehzahl des Zerstäubers hat jedoch kaum Einfluss auf die Glasfilmtemperatur.

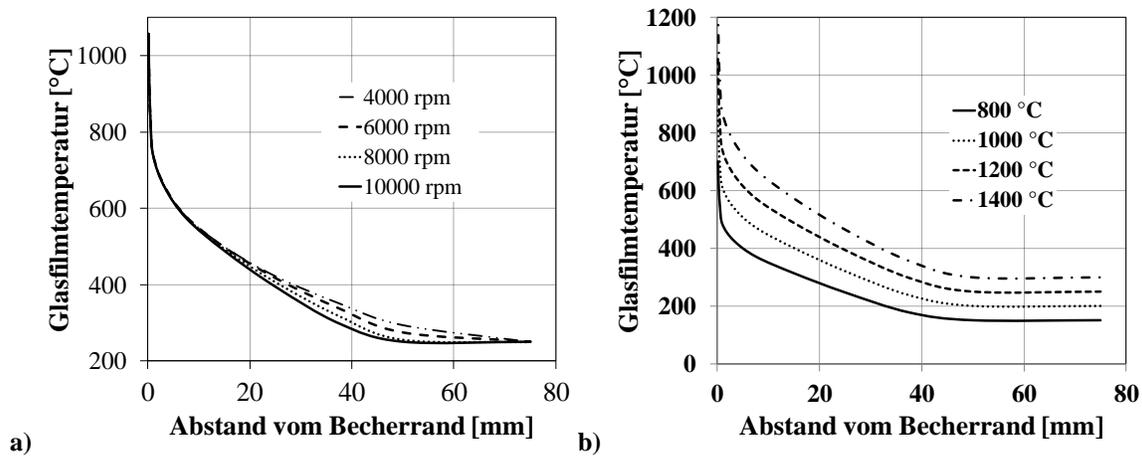


Abbildung 5.12: Berechnete Glasfilmdicke unter Berücksichtigung der Abkühlung für verschiedenen a) Drehzahlen und b) Ausgangstemperaturen [85]

Abbildung 5.12b gibt den Temperaturverlauf des Glasfilms für unterschiedliche Ausgangstemperaturen bei 10000 rpm an. Das Abkühlverhalten der Glasfilme sieht sehr ähnlich aus. In den ersten wenigen Millimetern findet zuerst eine steile Abkühlphase statt, dann aber verläuft die Abkühlung allmählich langsamer, der Wärmeverlust durch Strahlung geht über zur Abkühlung durch Leitung und Konvektion.

Nun wird das Modell zur Berechnung der endgültigen Glasfilmdicke betrachtet. Die Annahme war, dass unterhalb des Erweichungspunktes des Glases ($\log(\eta [\text{Pa}\cdot\text{s}]) = 6.6$) keine weitere Ausdünnung der Glasschmelze stattfindet. Abbildung 5.13a zeigt den Verlauf der Glasfilmdicke innerhalb ($r/r_0 < 1$) und außerhalb ($r/r_0 \geq 1$) des Zerstäubers als Funktion der Drehzahl des Zerstäubers. Die Legende zeigt die resultierende Flakedicke. Mit einer Drehzahl von 12000 rpm und 14000 rpm ist es möglich die Glasflakes mit jeweils $1 \mu\text{m}$ und $0.9 \mu\text{m}$ Dicke herzustellen.

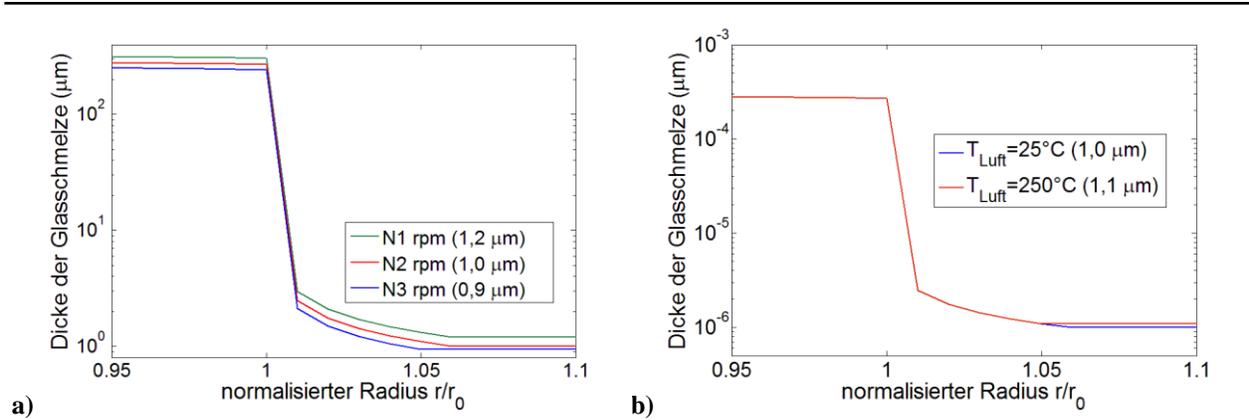


Abbildung 5.13: Berechnete Glasfilmdicke a) bei Zerstäuberdrehzahlen $N_1=10\,000$ rpm, $N_2=12\,000$ rpm und $N_3=14\,000$ rpm und b) für die Umgebungstemperatur $T_{\text{Luft}}=25^\circ\text{C}$ und $T_{\text{Luft}}=250^\circ\text{C}$ [86]

Die Umgebungstemperatur hat ebenfalls einen Einfluss auf die Glasfilmdicke, da die Abkühlrate der dünnen Glasfilmschmelze durch die Temperaturunterschiede beeinflusst wird. Die Erhöhung der Lufttemperatur von 25°C auf 250°C führt zur Erhöhung der Dicke des Glasfilms von $1\,\mu\text{m}$ auf $1,1\,\mu\text{m}$ (Abbildung 5.13b).

Das Modell berücksichtigt ebenfalls die Geschwindigkeit der Luft zwischen zwei parallelen Platten im Rotationsflaker (im Ringkanal). Den Einfluss der Luftgeschwindigkeit auf die Glasfilmdicke zeigt das Diagramm in Abbildung 5.14a. Die Erhöhung der Luftgeschwindigkeit führt zur Erhöhung der Flakedicke. Dieser Effekt ist auf die stärkere Abkühlung der Glasschmelze durch die Erhöhung der Luftgeschwindigkeit zurückzuführen.

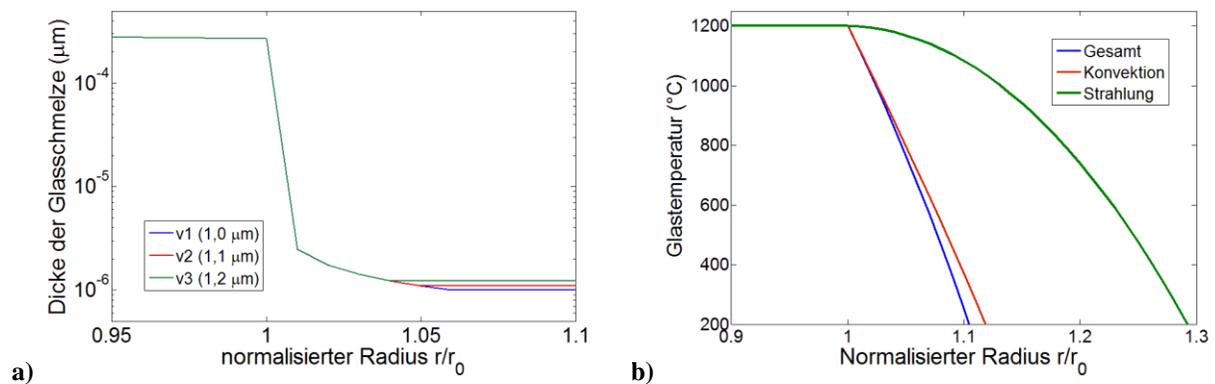


Abbildung 5.14: a) Berechnete Glasfilmdicke in Abhängigkeit der Luftgeschwindigkeit ($v_1=10\text{m/s}$, $v_2=30\text{m/s}$ und $v_3=60\text{m/s}$) in dem Rotationsflaker b) Gesamtwärmeverlust der Glasschmelze außerhalb des Zerstäubers und die Anteile von Strahlung und Konvektion am Gesamtwärmeverlust

Der Gesamtwärmeverlust besteht aus der Abkühlung durch Wärmestrahlung und Konvektion. Abbildung 5.14b stellt die Anteile der Strahlung und Konvektion am Gesamtwärmeverlust dar. Den Hauptanteil des gesamten Wärmeverlustes stellt die konvektive Abkühlung mit 95 % dar. Die Wärmestrahlung hat somit lediglich einen 5 %-Anteil am Wärmeverlust.

Die Verifizierung des Modells erfolgt anhand experimenteller Daten. Tabelle 5.2 stellt die Ergebnisse der berechneten Flakedicken (mit und ohne Abkühlung) im Vergleich zur experimentell bestimmten Flakedicken für unterschiedliche Rotationsgeschwindigkeiten des Zerstäubers dar.

Tabelle 5.2: Berechnete und experimentell bestimmte Flakedicken (d_{50}) für das Glas11

Filmdicke der Glasflakes (d_{50})	4000 rpm	6000 rpm	10000 rpm
Modell ohne Abkühlung	0.1 μm	0.1 μm	0.1 μm
Modell mit Abkühlung	4.1 μm	3.1 μm	2.3 μm
Experimentell	4.0 μm	3.0 μm	2.4 μm
Modell ohne Abkühlung	0.1 μm	0.6 μm	0.6 μm
Modell mit Abkühlung	7.2 μm	4.6 μm	1.5 μm
Experimentell	7.1 μm	4.0 μm	2.1 μm

Die Rotationsgeschwindigkeiten betragen 4000, 6000 und 10 000 rpm. Die experimentelle Arbeit wurde mit dem *Glas11* für sechs unterschiedliche Versuche realisiert. Die zum Vergleich herangezogene Flakedicke ist der Medianwert (d_{50}) der Flakedickenverteilung. Die berechnete Filmdicke des Glases mit dem Modell ohne Abkühlung beträgt für alle Versuche $< 1 \mu\text{m}$. Dagegen berechnet das Modell mit berücksichtigter Abkühlung die Glasfilmdicke mit guter Übereinstimmung mit den experimentell bestimmten Ergebnissen. Die Abweichung zwischen den berechneten und gemessenen Medianwerten beträgt lediglich $0.1 \mu\text{m}$. Die Abweichung der letzten zwei Versuche beträgt $0.6 \mu\text{m}$. Diese Abweichungen könnten durch die folgenden Annahmen verursacht werden:

- Keine Desintegration des frei fliegenden Glasfilms.
- Die berechneten Materialparameter des Glases.
- Isotherme Bedingungen in dem Zerstäuber.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die Berechnung der Filmdicke mit Berücksichtigung der Abkühlung mit dem hier entwickelten Modell geeignet ist zur Vorhersage der Filmdicke in Abhängigkeit der Material- und Prozessparameter. Außerdem ermöglicht dieses Modell die parameterabhängige Filmdickeberechnung ohne gegenseitige Abhängigkeit der Herstellungsparameter. Abbildung 5.15 zeigt den Einfluss des einzelnen Herstellungsparameters auf die Dicke der Glasflakes. Dafür wird die Dicke der Glasflakes bei Änderung eines Parameters um ± 20 berechnet.

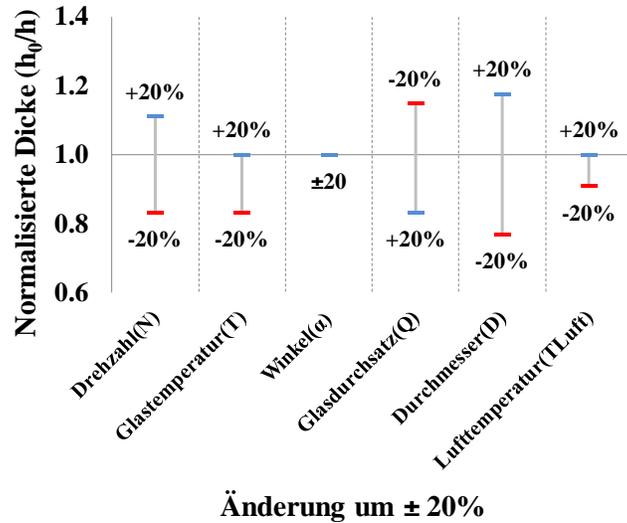


Abbildung 5.15: Änderung der Glasfilmdicke mit der Änderung der Prozessparameter um ± 20 [86]

Die dünne Flakes können vor allem durch höhere Drehzahlen und Zerstäuberdurchmesser sowie geringere Glasdurchsätze realisiert werden. Die Erhöhung der Glas- und Lufttemperatur hat keinen wesentlichen Einfluss auf die Flakedicke gezeigt. Der Neigungswinkel des Zerstäubers bei gleichbleibendem Durchmesser hat überhaupt keinen Einfluss auf die Flakedicke.

5.2 Mechanische Charakterisierung des Zerstäubers

Die strukturmechanische Berechnung wurde zuerst für den Zerstäuber aus dem Material *Alloy 800HT* mit unterschiedlichen Geometrien durchgeführt. Die erste Zerstäubervariante hat einen Durchmesser von 48 mm und wird als „Standard Geometrie“ bezeichnet. Die modifizierte Geometrie hat lediglich eine Verstärkung der Wandung von 2.6 mm bei einem identischen Innenprofil. Danach wurde die mechanische Simulation für den Zerstäuber aus dem Material *CM186LC* mit modifizierter Geometrie berechnet. Die Abbildung 5.16 zeigt die Berechnungsschritte im Überblick.



Abbildung 5.16: Für die mechanische Simulation verwendete Zerstäubergeometrien und Materialien: Standard und modifizierte Geometrien

Ergebnisse

Der Zerstäuber hat eine konische Bohrung in der Mitte zur formschlüssigen Befestigung auf der Motoraufnahme. Der Konusdurchmesser am Zerstäuberboden beträgt 13 mm. Die mechanische Simulation zur Berechnung der inneren Spannung infolge der Rotation wurde lediglich für den Zerstäuber durchgeführt, ohne Berücksichtigung der Befestigung zur Motoraufnahme.

Alloy 800HT

Für eine strukturmechanische Simulation unter Berücksichtigung der Elastoplastizität müssen dafür geeignete Daten wie die Spannungs-Dehnungs-Kurven bei der entsprechenden Temperatur vorliegen. Aus der Literatur [99] liegen die dafür benötigten Daten lediglich für $900 \pm 20 \text{ °C}$ vor (s. Abbildung 4.5a). Deshalb konnte die Simulation der Strukturmechanik ausschließlich für die Temperatur von 900 °C durchgeführt werden.

Bilder 5.17a und b zeigen die von Mises-Spannungen in dem Bauteil mit der Standard-Geometrie bei Drehzahlen von 10 000 rpm und 36 000 rpm. Die höchsten Spannungen entstehen an der unteren Konuskante der Bohrung und betragen jeweils 17.8 MPa und 138.2 MPa.

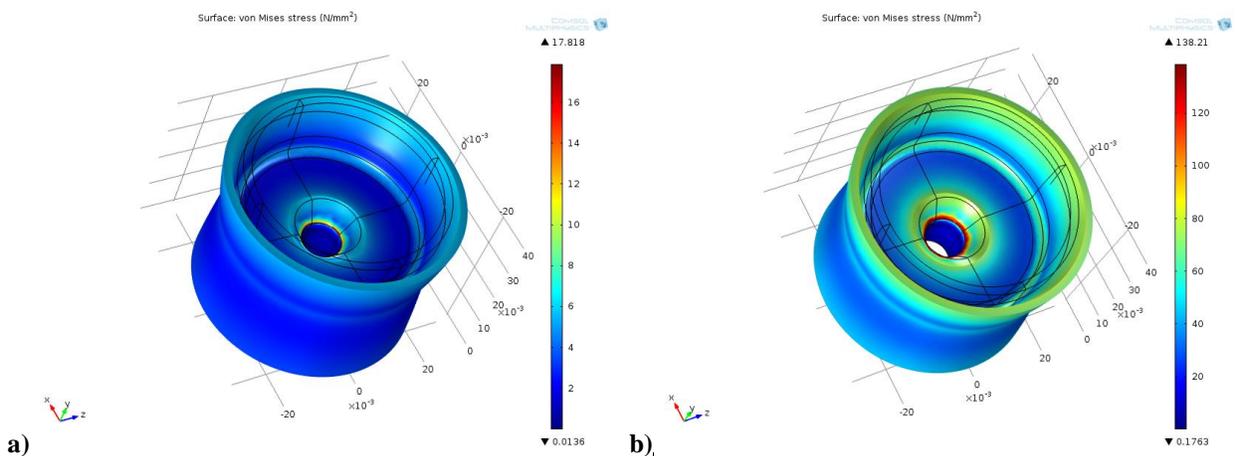


Abbildung 5.17: Berechnete von Mises-Spannungen an dem Zerstäuber mit Standardgeometrie bei a) 10 000 rpm und b) 36 000 rpm

In der Wandung des Zerstäubers, die einer über dem Umfang homogen verteilten Fliehkraft unterworfen ist, entstehen die höchsten Spannungen. Die ursprüngliche Zerstäuberwandung ist in einer Drahtansicht zu sehen, wobei die Aufweitung der Wandung in einer übertrieben dargestellten Skala zu sehen ist.

Bilder 5.18a und b zeigen von Mises-Spannungen in dem Bauteil mit einer geometrisch erweiterten Wandung. Es ist zu erkennen, dass die höchsten Spannungen in der unteren Bohrungskante entstehen. Im Vergleich zur „Standard-Geometrie“ ist allerdings ein deutlicher Anstieg der Spannungen zu sehen, der auf die Erhöhung der Gesamtmasse durch die Verstärkung der Wandung zurückzuführen ist.

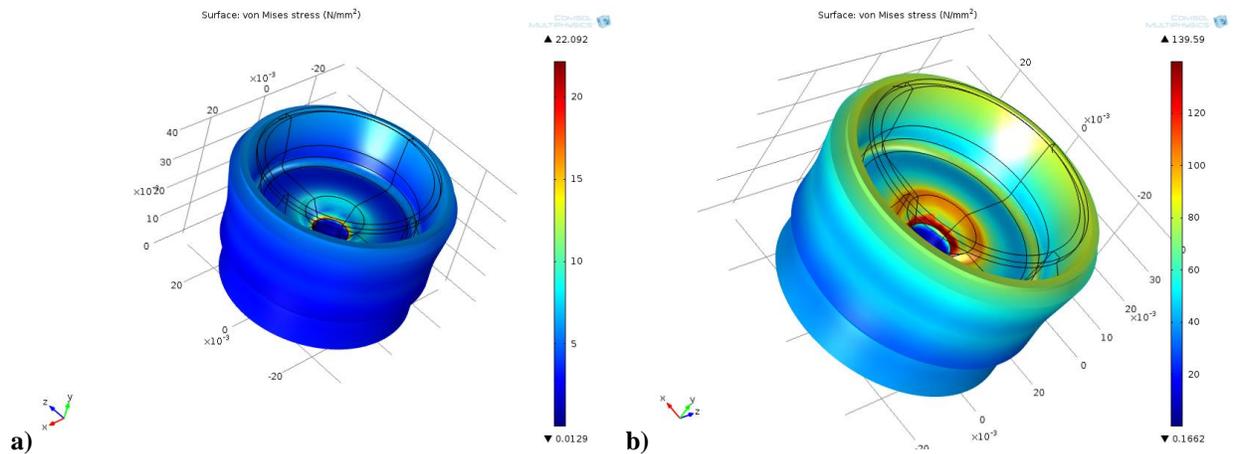


Abbildung 5.18: Berechnete von Mises-Spannungen an dem Zerstäuber mit modifizierter Geometrie bei a) 10 000 rpm und b) 36 000 rpm

Vergleicht man nun die maximalen Spannungen der beiden Geometrien für die Drehzahlen von 10 000 rpm bis 36 000 rpm, dann ist eine nichtproportionale Erhöhung der Spannungen für die modifizierte Geometrie festzustellen (Abbildung 5.19). Ab der Drehzahl 26 000 rpm für Standard-Geometrie und ab 28 000 rpm für die modifizierte Geometrie ist dieser Anstieg relativ klein.

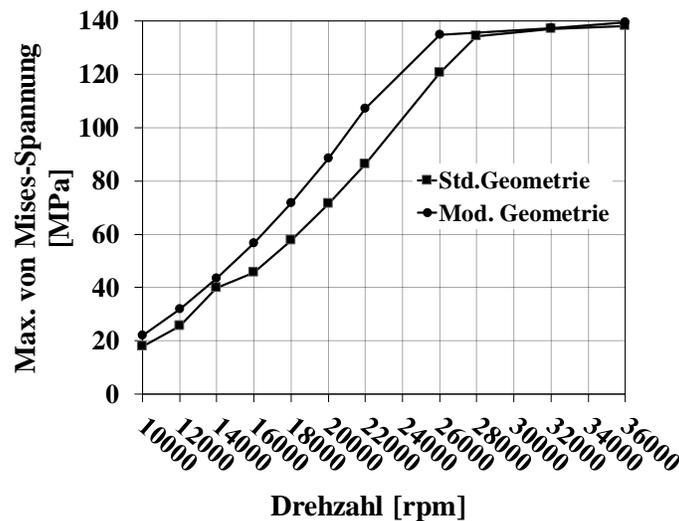


Abbildung 5.19: Maximale Spannungen in dem Bauteil in Anhängigkeit von der Drehzahl für zwei unterschiedliche Geometrien

Basierend auf den ermittelten Daten soll die zulässige Drehzahl für den Zerstäuber aus den gewonnenen Daten ermittelt werden. Die aus den mechanischen Werkstoffeigenschaften (s. Abbildung 4.5) interpolierte Zugfestigkeit und Dehngrenze beträgt jeweils 120 MPa und 90 MPa für 900 °C. Es wurde ein Sicherheitsfaktor von 2 gewählt, um die dauerhafte mechanische Integrität unter Lastwechselbeanspruchung zu erhalten [108]. Legt man die Zugfestigkeit des Materials als Kriterium für die Auswahl der Drehzahl fest, dann folgt daraus die maximal zulässige Drehzahl für

Ergebnisse

den Zerstäuber von 18 000 rpm. Wurde die 0.2 %-Dehngrenze als Sicherheitskriterium ausgewählt, so fällt die maximal zulässige Drehzahl auf 16 000 rpm. Um irreversible Verformungen zu vermeiden, darf die Dehngrenze nicht überschritten werden. Betrachtet man dazu den Zufluss der heißen Glasschmelze, die inhomogen verteilten Temperaturen in dem Zerstäuber mit teilweise Temperaturen höher als 900 °C, so ist eine endgültige maximal zulässige Drehzahl von 14 000 rpm festzulegen.

Eine andere Möglichkeit ist die Berechnung der elasto-plastischen Verformungen in dem Bauteil aufgrund der Rotation. Die Bilder 5.20a und b zeigen exemplarisch die berechneten Aufweitungen in dem Zerstäuber für die „Standard-Geometrie“.

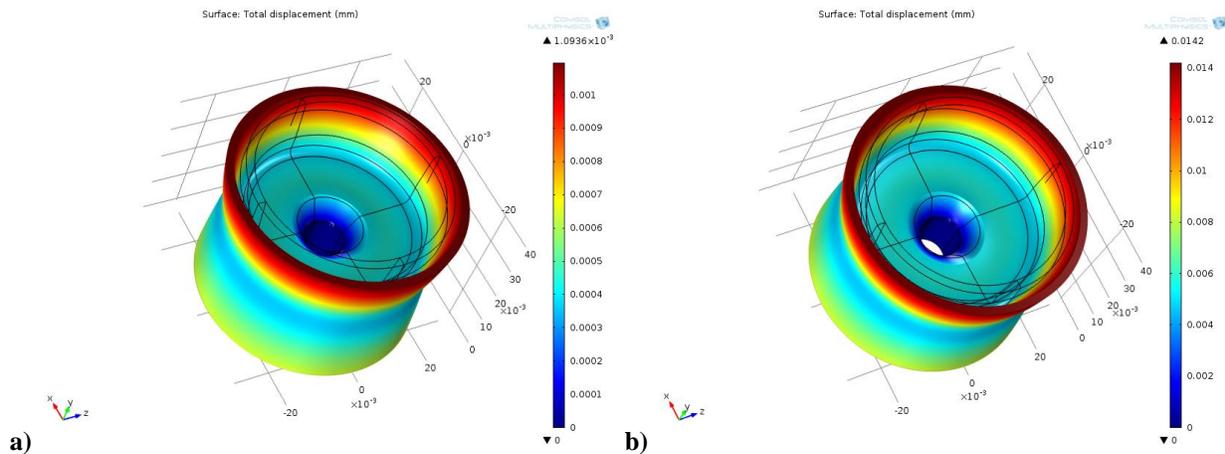


Abbildung 5.20: Berechnete Aufweitungen in dem Zerstäuber mit einer Standard-Geometrie bei a) 10 000 rpm b) 36 000 rpm

Die größten Deformationen entstehen an dem oberen Rand des Bauteils und betragen 1.09 μm und 14.2 μm jeweils für Umdrehungen von 10 000 rpm und 36 000 rpm. Durch die Verstärkung der Wandung erhöhen sich die Deformationen und betragen 1.24 μm und 16.1 μm jeweils für Umdrehungen von 10 000 rpm und 36 000 rpm (Abbildung 5.21).

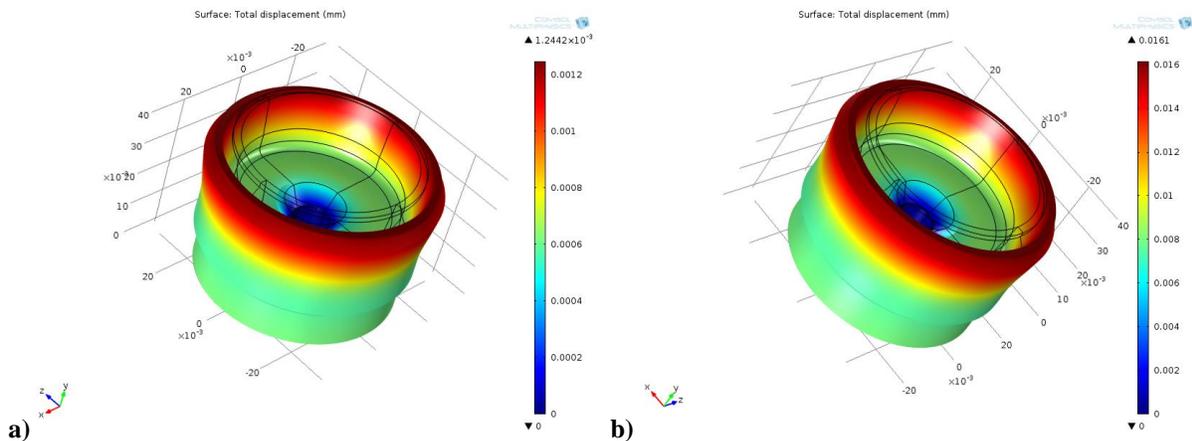


Abbildung 5.21: Berechnete Aufweitungen in dem Zerstäuber mit einer modifizierten Geometrie bei a) 10 000 rpm b) 36 000 rpm

Die maximalen Verformungen an dem oberen Rand des Zerstäubers gegenüber der Rotationsgeschwindigkeit sind in Diagramm 5.22 zusammengefasst.

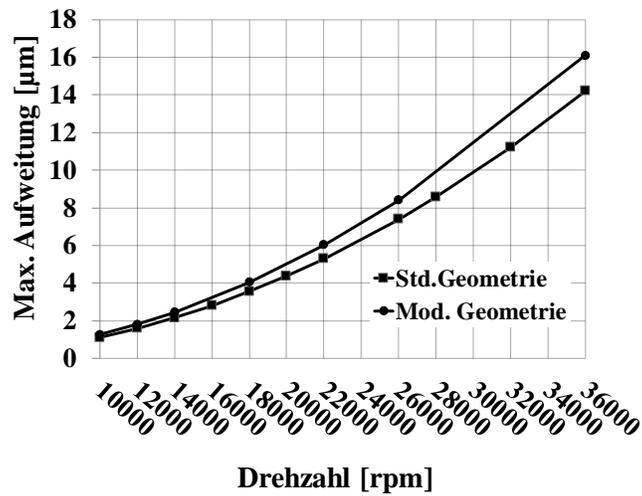


Abbildung 5.22: Maximale Aufweitungen in dem Bauteil in Abhängigkeit von der Drehzahl für zwei unterschiedliche Geometrien

Für die festgelegte maximale Rotationsgeschwindigkeit von 14 000 rpm betragen die Deformationen für die „Standard-Geometrie“ und modifizierte Geometrie jeweils 2.14 µm (0.004 %-Dehnung) und 2.44 µm (0.005 %-Dehnung). So bleiben die Dehnungen für beide Geometrien deutlich unter der Elastizitätsgrenze $R_{p,0.2}$. Somit ist eine Drehzahl von 14 000 rpm ohne weiteres möglich.

Der Zerstäuber aus einer Nickel-Basis-Superlegierung wurde infolge der rotationssymmetrischen Geometrie durch spanendes Drehverfahren mechanisch bearbeitet. Als Grundmaterial diente eine polykristalline Ni-Basis-Superlegierung *CM186LC*, die für die weitere Bearbeitung vom Lehrstuhl für Metallische Werkstoffe (*Universität Bayreuth, Prof. Dr. Uwe Glatzel*) zur Verfügung gestellt wurde. Nachdem der Zerstäuber in seine Bauteilform gebracht worden war, erfolgte die Einstellung der optimalen mechanischen Eigenschaften durch eine Wärmebehandlung. Bei der Wärmebehandlung handelt es sich um eine zweistufige thermische Ausscheidungsbehandlung mit einer Lösungs- und Homogenisierungsglühung mit rascher Abkühlung auf Raumtemperatur (Stufe 1) und einer Ausscheidungshärtung mit einem Abschrecken auf Raumtemperatur unter Ar-Gas (Stufe 2) (Abbildung 5.23) [109].

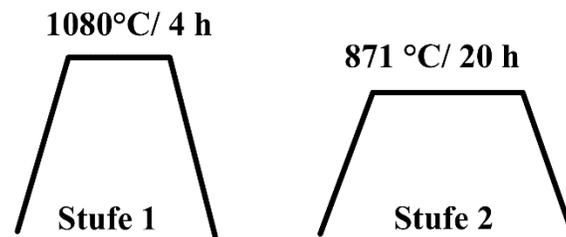


Abbildung 5.23: 2-stufige Wärmebehandlung zur Ausscheidungshärtung der γ' -gehärteten CM186LC Legierung

Die elektronenmikroskopischen Aufnahmen (Bilder 5.24a und b) zeigen die Mikrostruktur der *CM186LC*-Legierung nach der vollständigen Ausscheidungsbehandlung. Abbildung 5.24a zeigt die sekundären Dendritenarme mit γ/γ' -eutektischen Bereichen in interdendritischen Gebieten, Abbildung 5.24b zeigt die kubische γ' -Ausscheidung in γ -Matrix in einem dendritischen Bereich.

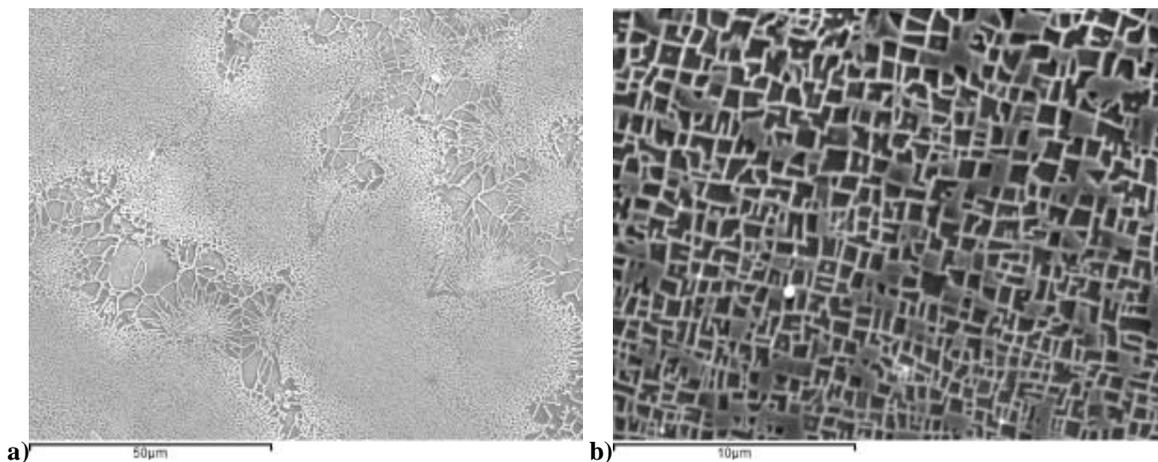


Abbildung 5.24: Elektronenmikroskopische Aufnahmen zeigen die Mikrostruktur der CM186LC-Legierung im wärmebehandelten Zustand: a) eine Übersichtsaufnahme der Mikrostruktur mit feinem und grobem γ/γ' -Gebiet b) helle γ -Phase eingebettet in dunklen γ' -Phase

Um eine thermische Aufhärtung infolge der Wärmebehandlung auszuschließen, wurde die Mikrohärtigkeit des Werkstoffs nach Vickers ermittelt. Die gemessene Mikrohärtigkeit und die aus der Literatur [110] stammenden Härtewerte sind in Tabelle 5.3 angegeben. Es ist eine sehr gute Übereinstimmung der gemessenen Härte mit den Literaturwerten festzustellen und somit eine Aufhärtung des Bauteils auszuschließen.

Tabelle 5.3: Gemessene Mikrohärtigkeit der ausscheidungsgehärteten (1080°C/4h – 871°C/20h) CM186LC Probe im Vergleich zu den Literaturwerten

Probe	Mikrohärtigkeit [HV]
CM186LC (gemessen)	402.2
CM186LC (001)	418.3
CM186LC (011)	405.2

Das Vorhandensein von Lunkern oder Poren im Zerstäuber muss vor dem Einsatz zerstörungsfrei untersucht werden, da das Rohmaterial im Gusszustand solche Hohlräume haben kann. Zur Detektion solcher Hohlräume wurde ein Röntgendurchleuchtungsgerät eingesetzt. Zusätzlich wurden Prüfnadeln mit definierter Geometrie zur vergleichenden Analyse von Lunkergrößen und zur Prüfung der vollständigen Durchleuchtung während der Aufnahme hinter den Zerstäuber gelegt. Somit konnte der Zerstäuberboden durchgeleuchtet werden. Durch die begrenzte Eindringtiefe der Röntgenstrahlung konnte die Wandung des Zerstäubers nicht geprüft werden.



Abbildung 5.25: Röntgenaufnahme des Zerstäubers aus CM186LC (Draufsicht). Im Bild: Prüfnadeln zur vergleichenden Identifikation von Hohlräumen

Die Prüfnadeln haben eine Dicke von 0.5 mm bis zu 2 mm. In Abbildung 5.25 sind keine Lunker größer als 0.5 mm zu erkennen und damit ist der Zerstäuber für die Herstellung von Glasflakes einsetzbar.

Ergebnisse

Bilder 5.26 a und b zeigen exemplarisch von Mises-Spannungen in dem Zerstäuber aus Ni-Basis-Legierung. Die von der Mitte nach außen steigende Zentrifugalkraft verursacht die höchsten Spannungen in der unteren Bohrungskante. Die höchste Spannung in dem Bauteil bei einer Rotation von 10 000 rpm beträgt 24.3 MPa und bei einer Rotation von 36 000 rpm erhöht sich die Spannung auf 317.2 MPa.

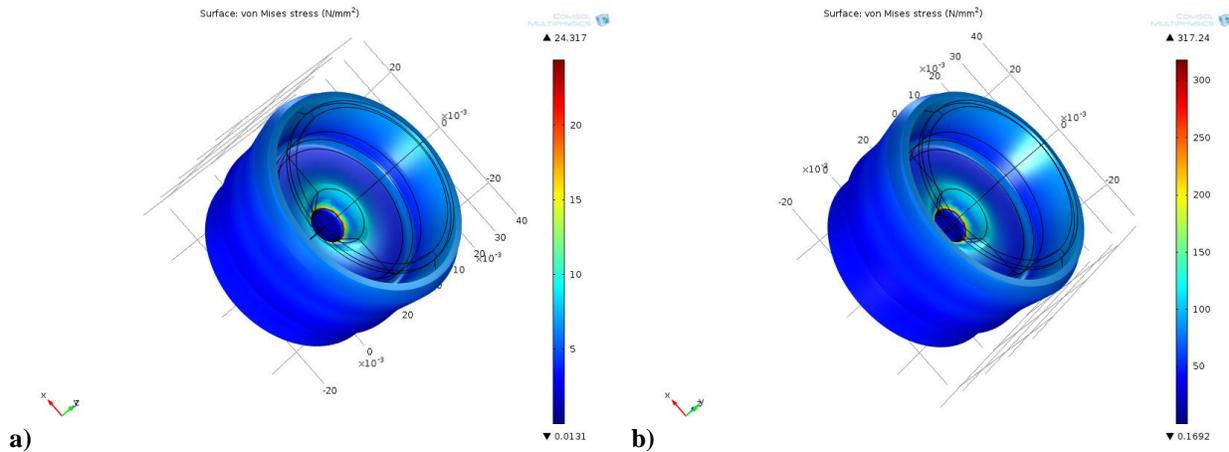


Abbildung 5.26: Berechnete von Mises-Spannungen an dem Zerstäuber aus CM186LC mit der modifizierten Geometrie a) bei 10 000 rpm b) 36 000 rpm

Die in dem Zerstäuber entstehenden maximalen Spannungen gegenüber Rotationsgeschwindigkeit sind im Diagramm 5.27 abgebildet.

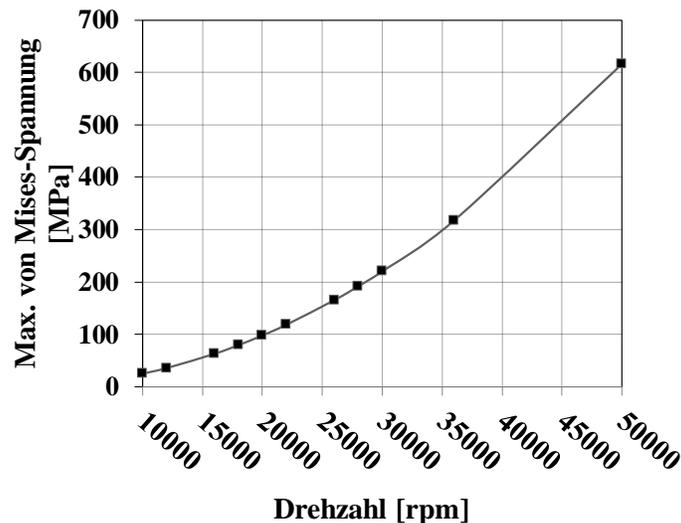


Abbildung 5.27: Maximale Spannungen in dem Bauteil aus CM186LC in Abhängigkeit von der Drehzahl (Modifizierte Geometrie)

Aus diesen Daten wird nun die zulässige Belastung auf den Zerstäuber ermittelt, bei der es nicht zum Materialversagen des Zerstäubers kommen darf. Die Legierung *CM186LC*, die als Material

Ergebnisse

für den Zerstäuber verwendet wurde, ist ein polykristalliner Werkstoff. Es waren keine mechanischen Daten aus der Literatur für die polykristalline Ni-Basis-Superlegierung *CM186LC* zu ermitteln. Deshalb wurden die Daten des gerichtet erstarrten Werkstoffs *CM186LC* für die Simulation verwendet. Dieser Werkstoff hat eine Zugfestigkeit von 1018 MPa und eine Streckgrenze von 722 MPa (s. Abbildung 4.6a). Da der Zerstäuber aus einem polykristallinen *CM186LC* besteht, wurde als Sicherheit gegen Dauerbruch des Zerstäubers ein Sicherheitsfaktor von 3 ausgewählt [108]. Legt man die Zugfestigkeit als Kriterium für die Auswahl der Drehzahl fest, so ist eine maximal zulässige Drehzahl von 37 000 rpm festzulegen. Wenn die 0.2%-Streckgrenze als Sicherheitskriterium ausgewählt wird, beträgt die maximal zulässige Drehzahl 20 000 rpm. Hierbei muss beachtet werden, dass das Verbindungselement zwischen Zerstäuber und Motorwelle aus dem Material *Alloy 800HT* besteht. Außerdem kann eine nicht mehr vernachlässigbare Unwucht zu Stande kommen, weil die Verteilung der Glasschmelze in dem Zerstäuber nicht uniform ist und die Temperatur des Zerstäubers teilweise 900°C überschreiten kann. Aus diesen Gründen wurde die maximal zulässige Drehzahl von 14 000 rpm wie bei der Verwendung der Legierung *Alloy 800 HT* festgelegt.

Die Bilder 5.28a und b zeigen exemplarisch die berechneten Aufweitungen in dem Zerstäuber für 12 000 rpm und 30 000 rpm.

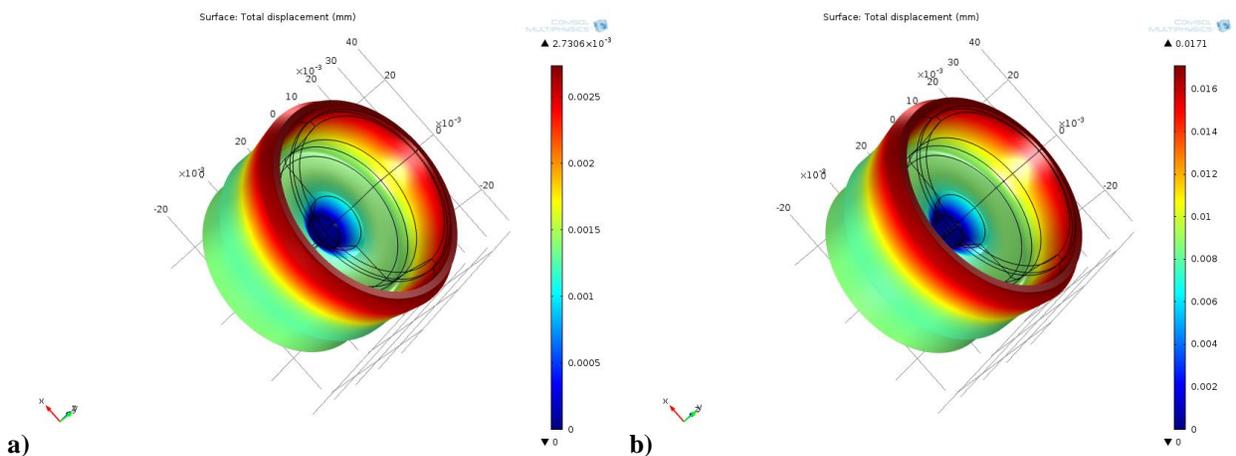


Abbildung 5.28: Berechnete Aufweitungen in dem Zerstäuber aus CM186LC mit einer modifizierten Geometrie bei a) 12 000 rpm b) 30 000 rpm

Die größten Deformationen entstehen an dem oberen Rand des Bauteils und betragen 2.73 μm und 17.10 μm jeweils für Umdrehungen von 10 000 rpm und 36 000 rpm. Die maximalen Verformungen an dem oberen Rand des Zerstäubers mit der Rotationsgeschwindigkeit sind in Diagramm 5.29 dargestellt.

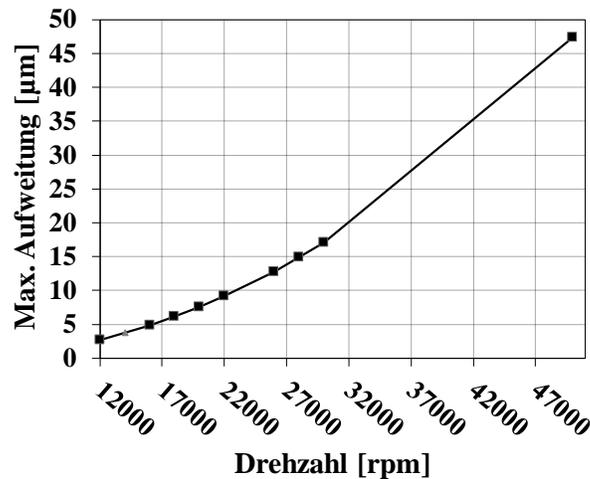


Abbildung 5.29: Maximale Aufweitungen in dem Bauteil aus CM186LC in Abhängigkeit von der Drehzahl (Modifizierte Geometrie)

Für die festgelegte maximale Rotationsgeschwindigkeit von 14 000 rpm beträgt die Deformation für den Zerstäuber $3.9 \mu\text{m}$. D.h. die Dehnung beträgt in diesem Fall 0.008% und bleibt somit deutlich unter der Elastizitätsgrenze $R_{p,0.2}$.

5.3 Optimierung des Wärmemanagements an dem Zerstäuber

5.3.1 Brenner Beheizung: Wärmeübergangskoeffizienten

Wie bereits in Kapitel 3.3. erwähnt, erfolgt die Bestimmung der Wärmeübergangskoeffizienten an den äußeren Zerstäubergrenzen aus der Anpassung der berechneten Temperaturen an die gemessenen Temperaturen infolge der Beheizung mit einem Gasbrenner. Abbildung 5.30a stellt exemplarisch die gemessenen Temperaturen gegenüber der Zeit an dem mit 4000 rpm rotierenden Zerstäuber dar. Die Messung der Temperatur mit einem Pyrometer läuft wie folgt ab: Zuerst wird der Messpunkt auf die Mitte des rotierenden Zerstäubers fokussiert (Punkt 1, Abbildung 3.6a). Danach wird der Gasbrenner mit erwünschter Einstellung gezündet. Es wird die Temperatur am Punkt 1 solange gemessen bis eine stationäre Temperatur erreicht wird, d.h. der Zerstäuber sich in einem stationären thermischen Zustand befindet. Danach werden die Temperaturen auf den nächsten zwei Messpunkten erfasst (Punkt 2 und Punkt 3, Abbildung 3.6a). Gleicherweise werden die Temperaturen an den charakteristischen drei Punkten bei verschiedenen Rotationen aufgezeichnet. Abbildung 5.30b visualisiert diese gemessenen Temperaturen für Umdrehungsgeschwindigkeiten von 4000 rpm, 6000 rpm, 8000 rpm und 10000 rpm.

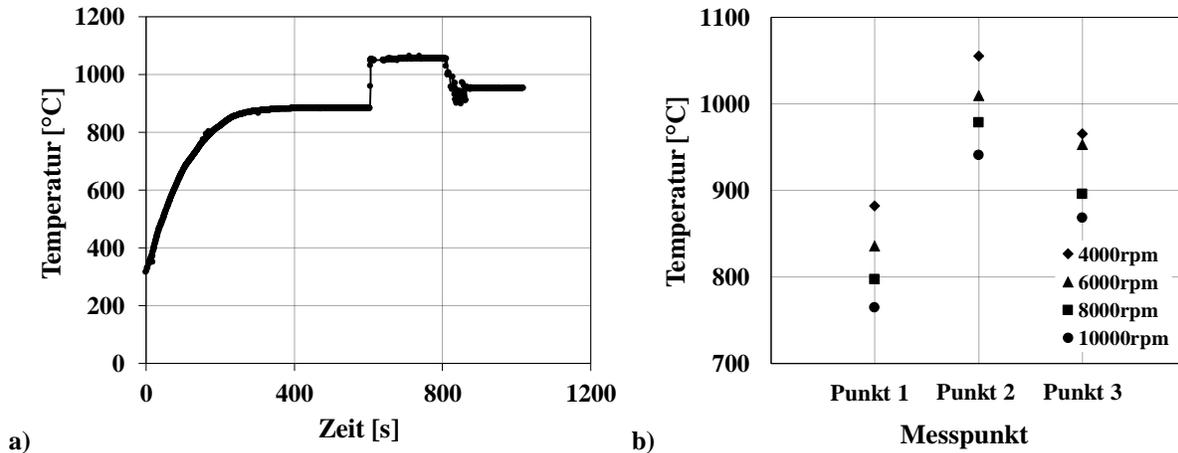


Abbildung 5.30: a) Die gemessene Temperatur des Zerstäubers (4000 rpm) in Abhängigkeit der Zeit b) Die gemessenen Temperaturen an drei charakteristischen Punkten auf der Zerstäuberoberfläche bei unterschiedlichen Drehzahlen

Mit Erhöhung der Drehzahl sinkt die Temperatur des Zerstäubers aufgrund der steigenden erzwungenen Konvektion um den Zerstäuber. Es ist ersichtlich, dass die gesamte innere Oberfläche des Zerstäubers, die in Kontakt mit der heißen Glasschmelze kommt, inhomogen beheizt wird. Die Temperaturunterschiede in dem Zerstäuber können bis zu 180 K betragen.

Bild 5.31a stellt die simulierte Temperaturverteilung mit ausgewählten Wärmeübergangskoeffizienten im stationären Zustand in dem 2D-Querschnitt des Zerstäubers dar. Die höchsten Temperaturen entstehen wie erwartet an der äußeren Stelle, an der der Wärmeeintrag stattfindet (Randbedingung 7, s. Abbildung 3.6b). Abbildung 5.31b gibt die aus der Simulation ermittelte Temperatur entlang der inneren Zerstäuberkontur, von der Mitte nach außen, an. Dazu werden die gemessenen Temperaturen an den drei Stellen zum Vergleich abgebildet. Außerdem sind die Temperaturdifferenzen zwischen gemessenen und berechneten Temperaturen an den drei Messstellen verdeutlicht. Mit einer Temperaturdifferenz von $\Delta T = 2$ K ist eine gute Übereinstimmung festzustellen und die festgelegten Wärmeübergangskoeffizienten werden für andere Modelle übernommen.

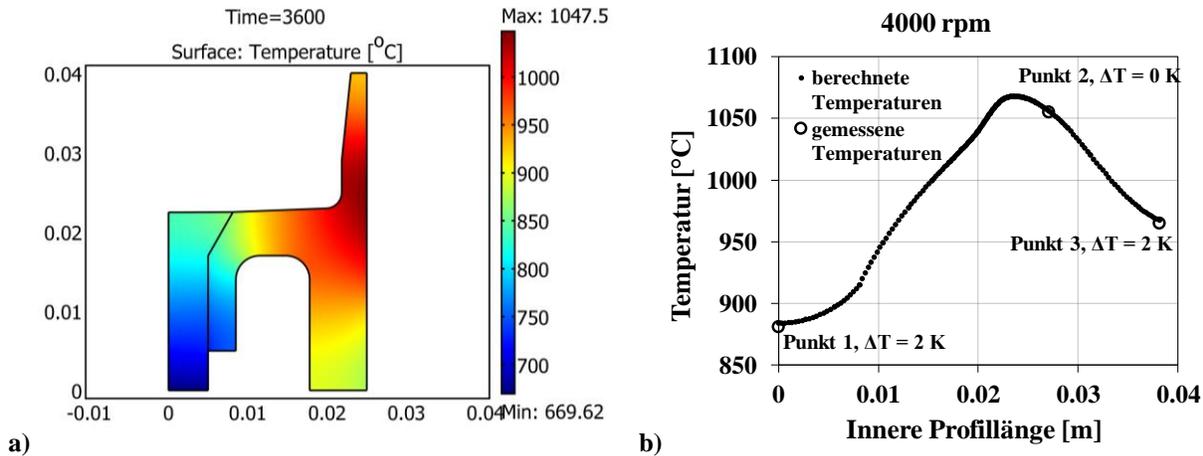


Abbildung 5.31: a) Temperaturverteilung an dem 2D – Querschnitt als Simulationsergebnis der Brennerflammenbeheizung b) Berechnete Temperatur entlang der Innenkontur des Zerstäubers im Vergleich zu den gemessenen Temperaturen an den drei Punkten

Analog zur oben geschilderten Vorgehensweise werden die Wärmeübergangskoeffizienten für die Rotationen von 6000 rpm, 8000 rpm und 10 000 rpm bestimmt. Die berechneten (T_b) und gemessenen Temperaturen (T_g) und ihre Differenzen (ΔT) sind in Tabelle 5.4 angegeben.

Tabelle 5.4: Vergleich der realen T_g mit den simulierten Temperaturen im Zerstäuberinneren T_b

Rotation	Punkt 1	Punkt 2	Punkt 3
4000 rpm	$T_g = 881\text{ °C}/T_b = 883\text{ °C}$ $\Delta T = 2\text{ K}$	$T_g = 1055\text{ °C}/T_b = 1055\text{ °C}$ $\Delta T = 0\text{ K}$	$T_g = 965\text{ °C}/T_b = 965\text{ °C}$ $\Delta T = 0\text{ K}$
6000 rpm	$T_g = 835\text{ °C}/T_b = 839\text{ °C}$ $\Delta T = 4\text{ K}$	$T_g = 1009\text{ °C}/T_b = 1012\text{ °C}$ $\Delta T = 3\text{ K}$	$T_g = 953\text{ °C}/T_b = 968\text{ °C}$ $\Delta T = 15\text{ K}$
8000 rpm	$T_g = 797\text{ °C}/T_b = 796\text{ °C}$ $\Delta T = -1\text{ K}$	$T_g = 978\text{ °C}/T_b = 980\text{ °C}$ $\Delta T = 2\text{ K}$	$T_g = 897\text{ °C}/T_b = 894\text{ °C}$ $\Delta T = -3\text{ K}$
10000 rpm	$T_g = 765\text{ °C}/T_b = 756\text{ °C}$ $\Delta T = -9\text{ K}$	$T_g = 941\text{ °C}/T_b = 950\text{ °C}$ $\Delta T = 9\text{ K}$	$T_g = 869\text{ °C}/T_b = 860\text{ °C}$ $\Delta T = -9\text{ K}$

Die Wärmeübergangskoeffizienten konnten so gut angepasst werden, dass die Temperaturdifferenzen für die Rotationsgeschwindigkeiten von 4000 rpm, 6000 rpm und 8000 rpm kleiner als 3 K betragen (außer Punkt 3 bei 6000 rpm, wobei $\Delta T = 15\text{ K}$ ist). Für die Rotation von 10 000 rpm betragen die Temperaturdifferenzen ΔT in drei Punkten jeweils 9 K. Dennoch sind die Abweichungen für weitere Simulationen akzeptabel.

Die Abbildungen 5.32a und b zeigen die Wärmeübergangskoeffizienten für alle 8 Randbedingungen in Abhängigkeit der Rotationsgeschwindigkeit. Die inneren Randbedingungen von 1 bis 5 (s. Kapitel 3.3) wurden als konstant angenommen, da die inneren Ränder des Zerstäubers weniger von der Luftkonvektion betroffen sind. Im Gegensatz dazu sind die äußeren Ränder starken Luftströmungen ausgesetzt und die Wärmeübergangskoeffizienten sind daher nicht konstant.

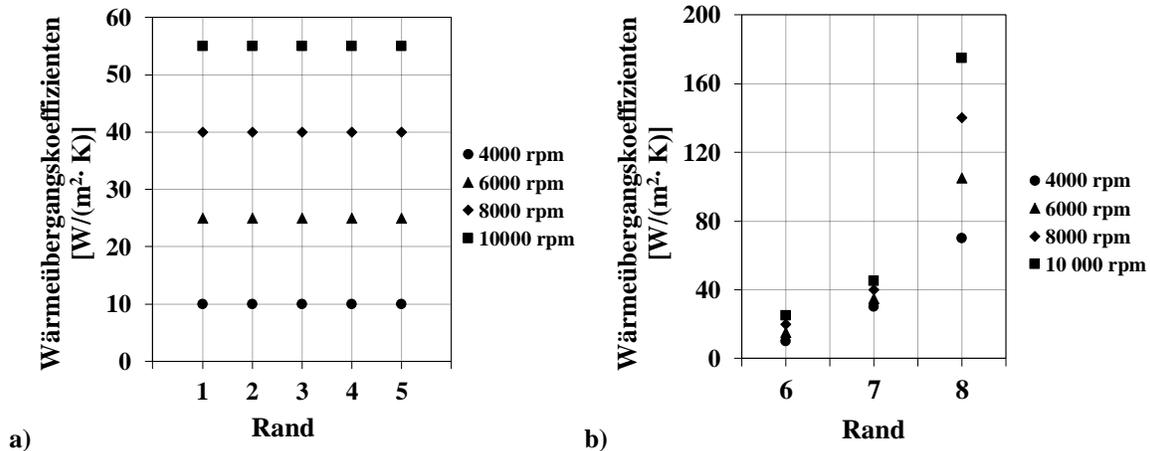


Abbildung 5.32: Wärmeübergangskoeffizienten an den Randbedingungen a) 1 bis 5 b) 6 bis 8 bei vier Rotationsgeschwindigkeiten

Der Einfluss der Zerstäuberrotation ist in den Wärmeübergangskoeffizienten eingeschlossen. Die ermittelten Wärmeübergangskoeffizienten werden für die weiteren Modellierungen adaptiert, um möglichst reale Bedingungen zu simulieren.

5.3.2 Elektrothermische Simulation

Die Modellierung der induktiven Beheizung des Zerstäubers ermöglicht deren Überprüfung ohne zeit- und kostenaufwändige experimentelle Arbeit. Zuerst wird geprüft, ob die induktive Heizung mit einer Leistung von 1.5 kW dafür eingesetzt werden kann, um die innere Oberfläche des Zerstäubers auf die gewünschte Temperatur zu erhitzen und an dieser Oberfläche eine möglichst homogene Temperaturverteilung zu gewährleisten. Da diese Oberfläche des Zerstäubers zuerst in Berührung mit der Glasschmelze kommt, ist es wichtig, genau diese innere Oberfläche selektiv zu heizen.

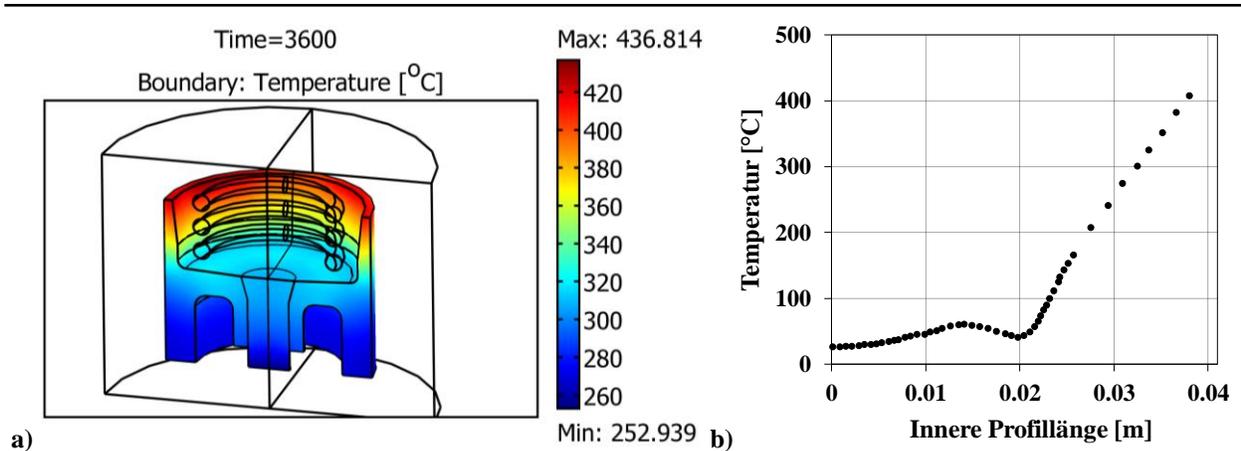


Abbildung 5.33: a) Temperaturverteilung infolge einer Induktionserwärmung in dem Zerstäuber. Induktor mit drei Windungen im Inneren des Zerstäubers b) Temperaturverlauf entlang der Hälfte der inneren Profillänge

Mit dieser Auslegung konnte die erwünschte Zerstäubertemperatur von 800-1000 °C nicht erreicht werden. Die höchste Temperatur im Inneren des Zerstäubers betrug lediglich 385 °C. Die abrupte Abkühlung der Glasschmelze kann somit nicht vermieden werden. Außerdem ist die Beheizung der inneren Oberfläche extrem inhomogen, da die Mitte des Zerstäubers innerhalb von 10 min auf 30°C und die obere Kante des Zerstäubers auf 385°C erhitzt werden konnten. Die schlechte Erwärmung bei dieser Anordnung ist darauf zurückzuführen, dass das zu erwärmende Werkstück sich im Außenfeld der Induktionsspule befindet, wo der Wirkungsgrad der Energieübertragung sehr niedrig ist.

In den weiteren Schritten der Simulation wurde die Anordnung so gestaltet, dass der Zerstäuber von einem stromführenden Leiter umschlossen wird. Hierbei wird die Windungsanzahl variiert, um eine optimale Erwärmung des Werkstücks zu erreichen.

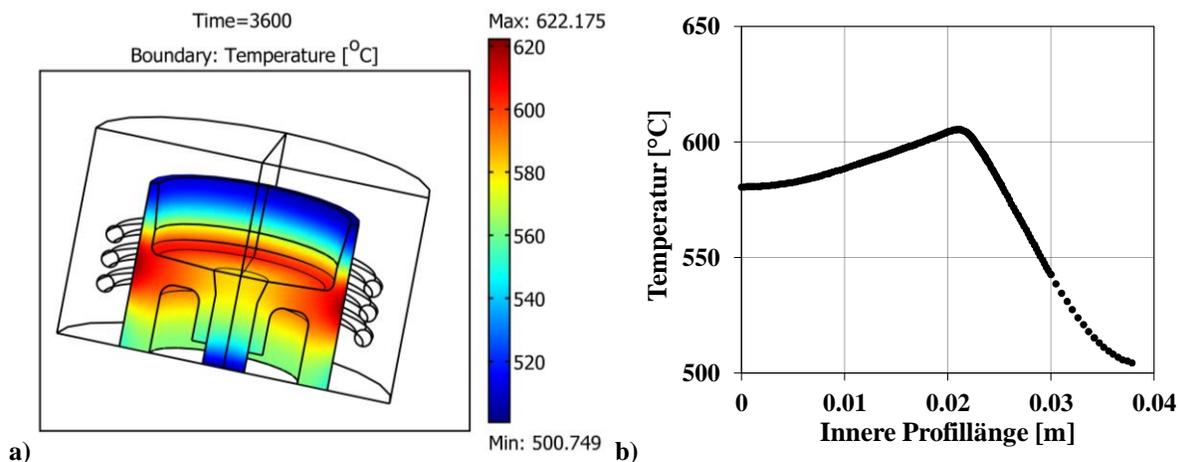


Abbildung 5.34: a) Temperaturverteilung infolge einer Induktionserwärmung in dem Zerstäuber. Induktor mit drei Windungen im Äußeren des Zerstäubers b) Temperaturverlauf entlang der Hälfte der inneren Profillänge

Abbildung 5.34a zeigt die aufgrund der induktiven Beheizung entstehende Temperaturverteilung in dem Zerstäuber. Hierfür wurde eine Kupferspule mit drei Windungen verwendet. Wie das Ergebnis zeigt, konnte mit dieser Auslegung die Beheizung des Zerstäubers verbessert werden und die Maximaltemperatur betrug nun 605 °C an der unteren inneren Kante des Zerstäubers. Trotz einer Verbesserung reicht die Temperatur von 605 °C für die Herstellung von Glasflakes nicht aus. Jedoch konnten die Temperaturdifferenz ($\Delta T_{\text{Max}} = 100 \text{ K}$) im Inneren des Zerstäubers erniedrigt werden. Für die verbesserte Erwärmung ist eine Erhöhung der Windungszahl erforderlich. Dazu wurden weitere numerische Simulationen zur Induktionsheizung mit 4 und anschließend mit 5 Windungen durchgeführt.

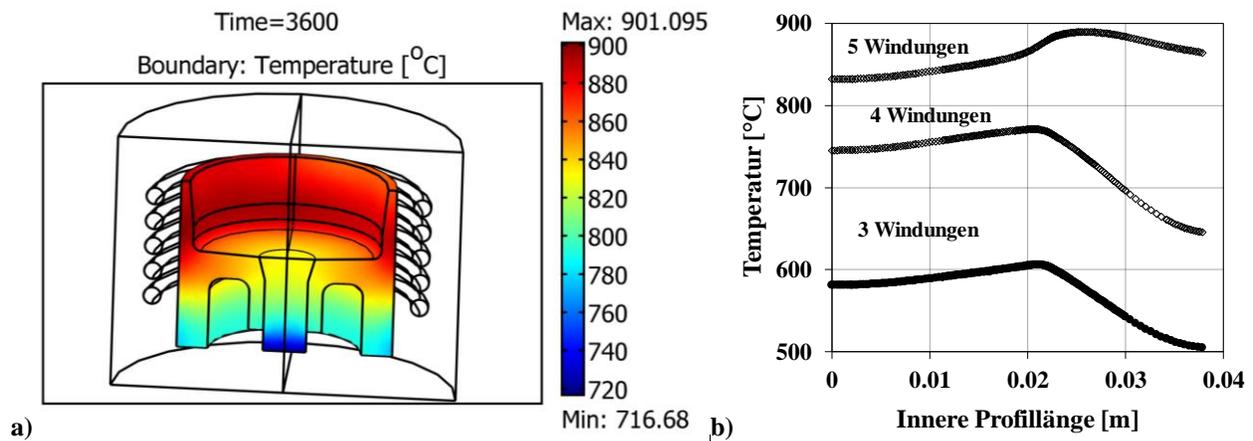


Abbildung 5.35: a) Temperaturverteilung infolge einer Induktionserwärmung in dem Zerstäuber. Induktor mit 5 Windungen im Äußeren des Zerstäubers b) Temperaturverlauf entlang der Hälfte der inneren Profillänge für 3, 4 und 5 Windungen

Das Bild 5.35a zeigt die Temperaturverteilung bei der Verwendung eines Induktors mit 5 Kupferspulen. Es sind Temperaturen von 800-900 °C erreichbar. Diese Temperaturen sind für den Flakeprozess geeignet. Die Temperatur entlang der inneren Kontur für 3, 4 und 5 Windungen ist im Vergleich zu sehen (Abbildung 5.35b). Mit 5 Windungen können einheitlichere Temperaturen an der inneren Oberfläche des Zerstäubers erreicht werden, der Temperaturunterschied beträgt 58 K. Die Ergebnisse der elektro-thermischen Simulation haben ergeben, dass die Induktionserwärmung mit einer vergleichbaren Leistung wie eine Brennerheizung den Zerstäuber auf für den Flakeprozess erforderliche Temperaturen aufheizen kann. Außerdem ist die Temperaturverteilung im Inneren des Zerstäubers deutlich einheitlicher. Basierend auf diesen Ergebnissen wurde ein Hochfrequenz-Umrichter mit 8 kW Leistung für die experimentelle Arbeit eingesetzt. Die hohe Leistung ermöglicht auch einen Einsatz von Induktoren mit einer geringeren Anzahl an Windungen.

5.3.3 Experimentelle Verifizierung der Induktionsheizung

Bedingt durch die technischen und baulichen Restriktionen im Rotationsflaker, erfolgt die experimentelle Verifizierung mit der in Abbildung 5.35a gezeigten Anordnung und einem Induktor mit drei Windungen.

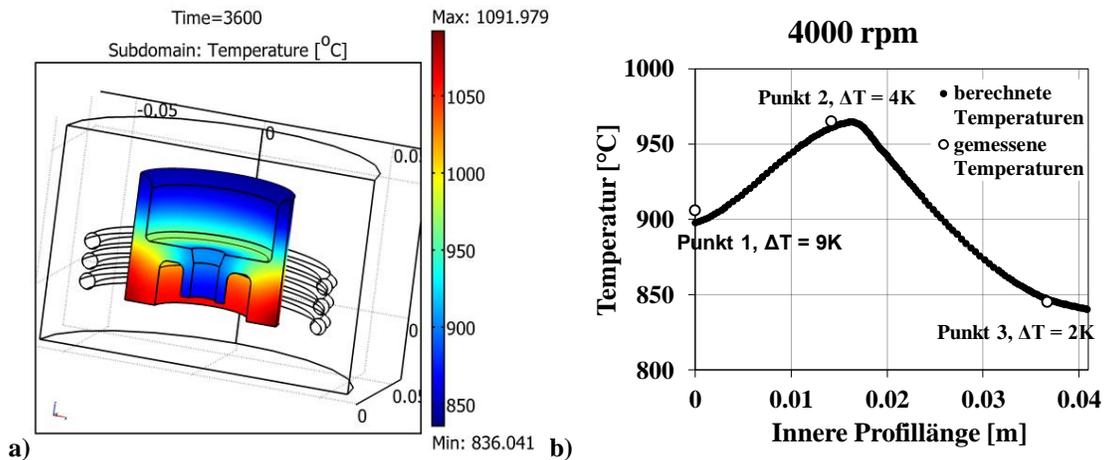


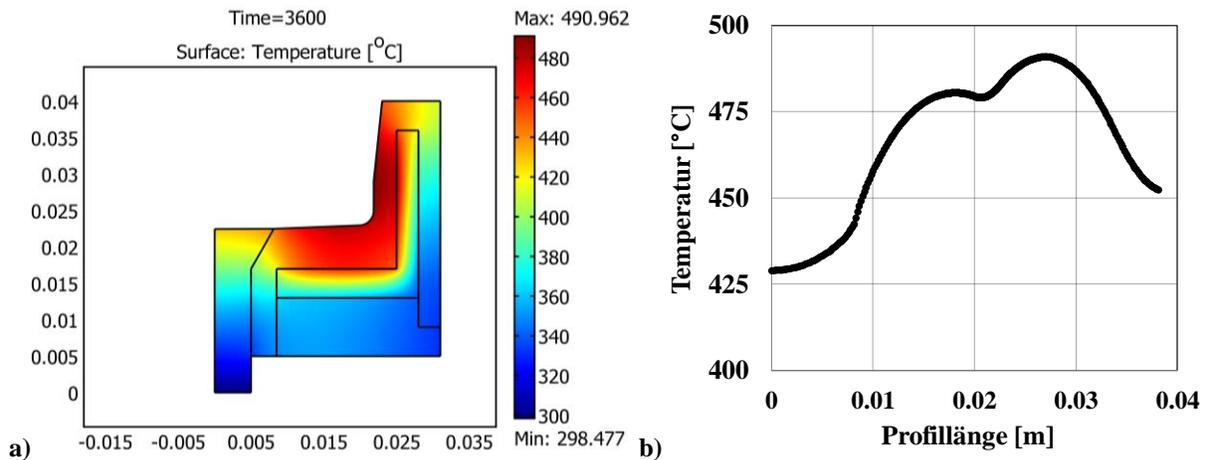
Abbildung 5.36: a) Temperaturverteilung im Zerstäuber bei Einsatz eines Induktors mit 3 Windungen im Äußeren des Zerstäubers b) Temperaturverlauf entlang der Hälfte der inneren Profillänge für 3 Windungen im Vergleich zu den gemessenen Temperaturen an den drei Punkten

Die gemessenen Temperaturen an den drei Punkten betragen jeweils 906 °C, 965 °C und 845 °C. Vergleicht man diese Temperaturen mit den berechneten Temperaturen, ist deren gute Übereinstimmung festzustellen. Die Temperaturunterschiede an den zu verifizierenden drei Punkten betragen jeweils 9 K, 4 K und 2 K (Abbildung 5.36b).

5.3.4 Isolierungskonzept

Mit numerischer Simulation konnte überprüft werden, ob das betrachtete Isolierungskonzept die Bedingungen für einen störungsfreien Herstellungsprozess erfüllt, ohne jeglichen experimentellen Aufwand betreiben zu müssen. Verfahrenstechnisch soll der Zerstäuber zuerst auf die Betriebstemperatur (1100 °C) aufgeheizt werden. Anschließend folgt der Flake-Prozess ohne externe Erwärmung. Ab diesem Zeitpunkt ist die thermische Energie der heißen Glasschmelze die einzige Wärmequelle, die den Zerstäuber auf Betriebstemperatur halten muss.

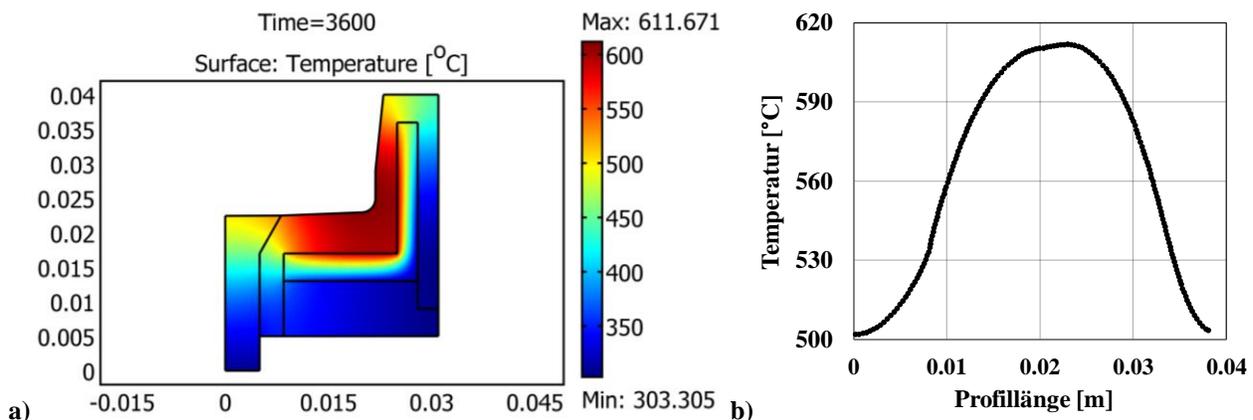
Die Simulationen wurden für 6000 rpm durchgeführt. Für die erste Simulation wurde die Wärmeleitfähigkeit der Isolierungsschicht in dem Zerstäuber als 1 W/(m·K) (z.B. Cordierit) angenommen. Die Anfangstemperatur des gesamten Zerstäubers beträgt 1100 °C und die transiente Simulation berechnet die Temperaturverteilung in dem Zerstäuber ohne externe Wärmequelle. Abbildung 5.37a zeigt die Temperaturverteilung nach 3600 s. Wie deutlich zu erkennen ist, erfüllt die Isolierung ihre Funktion und verlangsamt den Wärmestrom nach außen. Allerdings beträgt die höchste Temperatur in dem Zerstäuber lediglich 490 °C.



**Abbildung 5.37: a) Temperaturverteilung an dem 2D-Querschnitt des Zerstäubers mit Isolierungsschicht
b) Berechnete Temperatur entlang der Innenkontur des Zerstäubers**

Die Temperatur entlang der inneren Kontur ist in Abbildung 5.37b zu sehen. Diese Temperatur erreicht 430-490 °C - kein für den Prozess ausreichendes Temperaturniveau. Der einzige Vorteil der Isolierungsschicht in diesem Fall ist die homogenere Temperaturverteilung auf der inneren Oberfläche mit einer Temperaturdifferenz von $\Delta T = 60$ K.

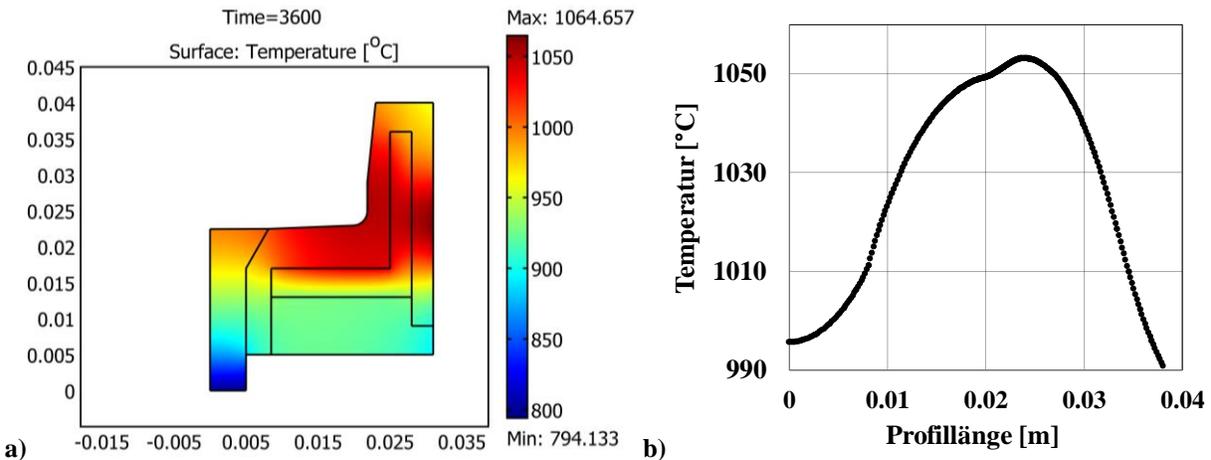
Bei der zweiten Simulation wird die Wärmeleitfähigkeit der Isolierung auf 0.1 W/(m·K) verringert (z.B. Alsiflex von Promat GmbH). Die transiente Simulation wurde gleicherweise mit einer Anfangstemperatur von 1100 °C ohne jegliche externe Wärmequelle durchgeführt. Die höchste Temperatur ist in diesem Fall ca. 110 °C höher und beträgt 611 °C. Wie aus Bild 5.38a erkennbar ist, besteht ein deutlich steilerer Temperaturgradient durch die eingesetzte Isolierung mit der niedrigeren Wärmeleitfähigkeit. Jedoch ist das Temperaturniveau der inneren Oberfläche immer noch gering (500–611 °C) und nicht ausreichend für die Herstellung von Glasflakes.



**Abbildung 5.38: a) Temperaturverteilung an dem 2D-Querschnitt des Zerstäubers mit Isolierungsschicht
b) Berechnete Temperatur entlang der Innenkontur des Zerstäubers**

Ergebnisse

Die dritte Simulation wurde mit einer externen Wärmequelle mit gleicher Wärmestromdichte wie die der Brennerheizung durchgeführt. Die Wärmeleitfähigkeit der Isolierung beträgt $1 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$ wie bei der ersten Simulation. Aus Abbildung 5.39a ergibt sich, dass die höchste Temperatur $1065 \text{ }^\circ\text{C}$ beträgt. Die innere Oberfläche des Zerstäubers ist thermisch deutlich homogener, als Beheizung mit Brennerflammen ohne Isolierung.



**Abbildung 5.39: a) Temperaturverteilung an dem 2D-Querschnitt des Zerstäubers mit Isolierungsschicht
b) Berechnete Temperatur entlang der Innenkontur des Zerstäubers**

Der Temperaturverlauf entlang der inneren Kontur zeigt (Abbildung 5.39b), dass die Temperaturdifferenz ca. 57 K beträgt. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Wärmestromdichte der Glasschmelze die Temperatur des Zerstäubers nicht auf einem Temperaturniveau von $800\text{-}1100 \text{ }^\circ\text{C}$ halten kann. Allerdings bietet eine Isolierung eine deutlich homogenere Temperaturverteilung entlang der inneren Kontur des Zerstäubers.

5.4 Experimentelle Versuchsergebnisse der Flakeherstellung

5.4.1 Voruntersuchung der verwendeten Gläser

Das in einem Al_2O_3 -Tiegel bei $1000\text{ }^\circ\text{C}$ geschmolzene Glas mit einem mittig applizierten rechteckigen Feuerfeststein (ZAC) wird nach der Abkühlung auf Raumtemperatur mit Epoxidharz übergossen und gehärtet. Dies ist notwendig um die Glasprobe beim Halbieren des Tiegels mit einer Säge zusammenzuhalten. Sobald der Querschliff angefertigt ist, wird er unter dem Stereomikroskop nach Kristallisationserscheinungen untersucht (Abbildungen 5.40a, b und c).

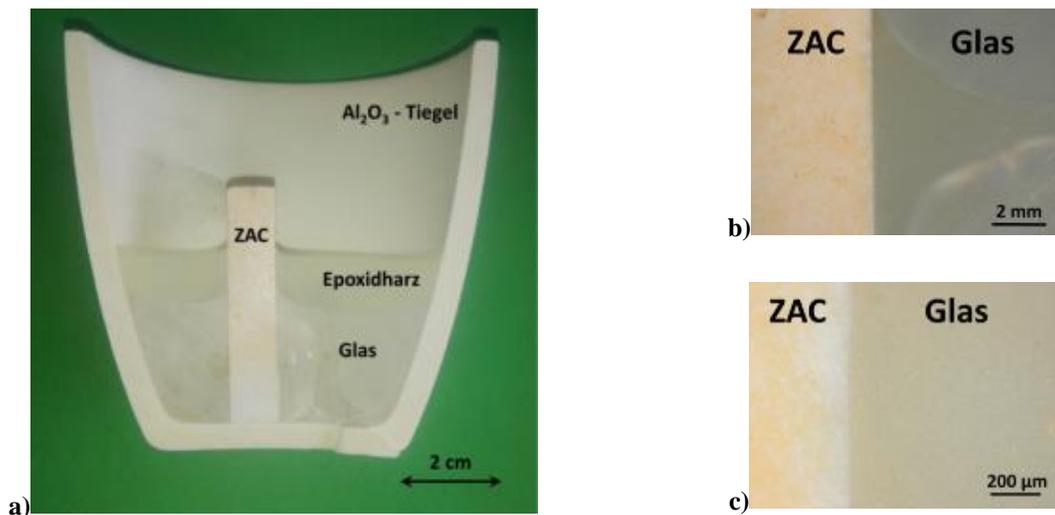


Abbildung 5.40: a) Querschnitt des keramischen Tiegels mit Glas und Feuerfeststein b) und c) Lichtmikroskopische Aufnahmen der Grenzflächen bei 10-facher und 100-facher Vergrößerungen

Das Glas enthält keine optisch nachweisbaren kristallisierten Phasen, aber die Grenzfläche zwischen Glas und Feuerfeststein ist deutlich korrodiert. Deshalb ist zwar eine Kristallisation bei dieser Temperatur auszuschließen, jedoch muss damit gerechnet werden, dass sich im Glas Al_2O_3 und ZrO_2 gelöst haben. Das gleiche Vorgehen wurde für die Proben aus *Glas11*, *Glas13* und *Glas4* bei den Temperaturen von $900\text{ }^\circ\text{C}$ und $1000\text{ }^\circ\text{C}$ wiederholt. Die Haltezeit bei Maximaltemperatur beträgt bei allen Versuchen 5 h. Die Proben zeigen einheitlich keine Kristallisationserscheinung im Glas in Wechselwirkung mit dem Feuerfeststein (s. Tabelle 5.5).

Tabelle 5.5: Ergebnisse der Untersuchung zur Kristallisationsneigung der Gläser in Wechselwirkung mit dem Feuerfeststein bei unterschiedlichen Temperaturen für eine Haltezeit von 5 h bei Maximaltemperatur

Glas	Kristallisation	
	$900\text{ }^\circ\text{C}/5\text{ h}$	$1000\text{ }^\circ\text{C}/5\text{ h}$
Glas 11	keine	keine
Glas 13	keine	keine
Glas 4	keine	keine

5.4.2 Charakterisierung der hergestellten Flakes: Parameterstudie

Eine Übersicht über die durchgeführten Experimente ist dem Anhang 9.2 zu entnehmen. Die Parameterstudie wurde durchgeführt, um eine Korrelation zwischen Versuchsgrößen und der Dicke der Glasflakes herzustellen. Wie bereits im Kapitel 4.4.2 gezeigt, wurden die Glasflakes in zwei Fraktionen, $x_0 < 125 \mu\text{m}$ und $125 \mu\text{m} < x_0 < 250 \mu\text{m}$, bezüglich der Dickenverteilung analysiert. Zum Vergleich wird lediglich die Dickenverteilung der Fraktion $x_0 < 125 \mu\text{m}$ herangezogen.

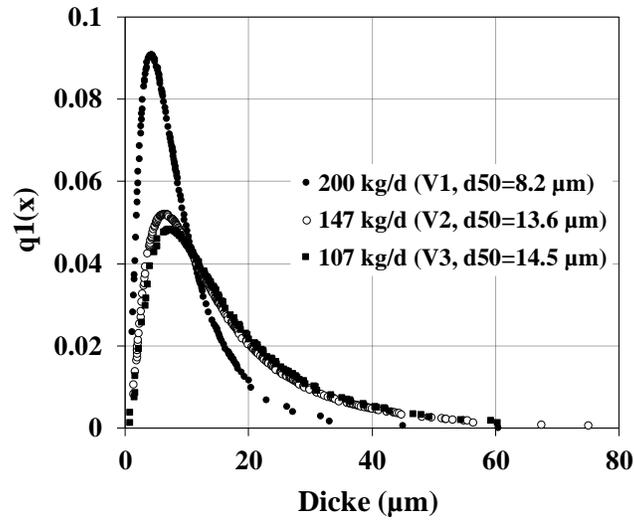


Abbildung 5.41: Dickenverteilung der Glasflakes bei drei verschiedenen Durchsätzen der Glasschmelze

Der Einfluss des Glasdurchsatzes auf die Dickenverteilung ist in Abbildung 5.41 dargestellt. Erst bei einem höheren Durchsatz von 200 kg/d ändert sich die Flakedicke merklich. Im Gegensatz zur Simulation zeigt die Praxis, dass die Flakedicke mit steigendem Durchsatz geringer wird. Die Ursache hierfür, ist die Temperatur des Glases, die mit der Erhöhung des Glasdurchsatzes steigt. Außerdem spielt die Temperatur des Zerstäubers sehr große Rolle, denn diese steigt mit steigender Zufuhr der Glasschmelze und kann die Viskosität der Glasschmelze ändern.

Weiterhin hat die Temperatur des Glases einen entscheidenden Einfluss auf die Dicke der Glasflakes. Die Erhöhung der Glasktemperatur führt zur Entstehung von dünneren Glasflakes. Dies ist aus dem Vergleich zweier Versuche V4 und V5 zu entnehmen (Abbildung 5.42). Bei diesen zwei Versuchen wurden alle anderen Parameter konstant gehalten.

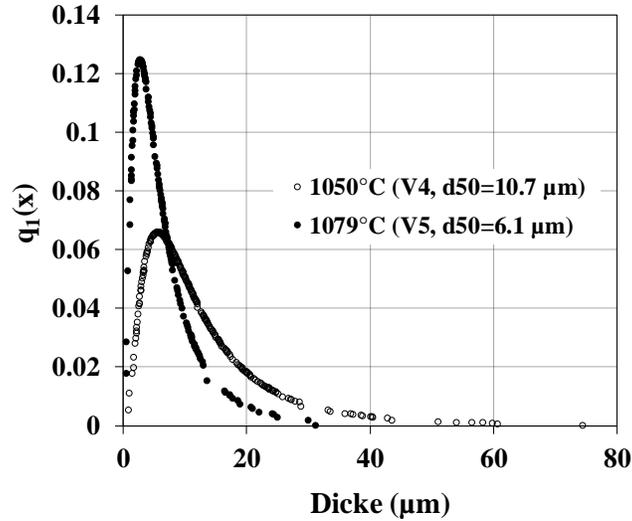


Abbildung 5.42: Dickenverteilung der Glasflakes bei zwei verschiedenen Temperaturen der Glasschmelze

Als nächste Parametervariation erfolgte die Variation der Rotationsgeschwindigkeit des Zerstäubers. Der erste Vergleich zeigt die Dickenverteilung der Glasflakes bei 4000 rpm und 6000 rpm bei einer kontinuierlichen Zufuhr der Glasschmelze in den Zerstäuber. Mit Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit verringert sich der Medianwert der Flakes von 5.6 µm auf 3.8 µm. Außerdem ist damit ein engeres Verteilungsspektrum erzielbar (Abbildung 5.43a).

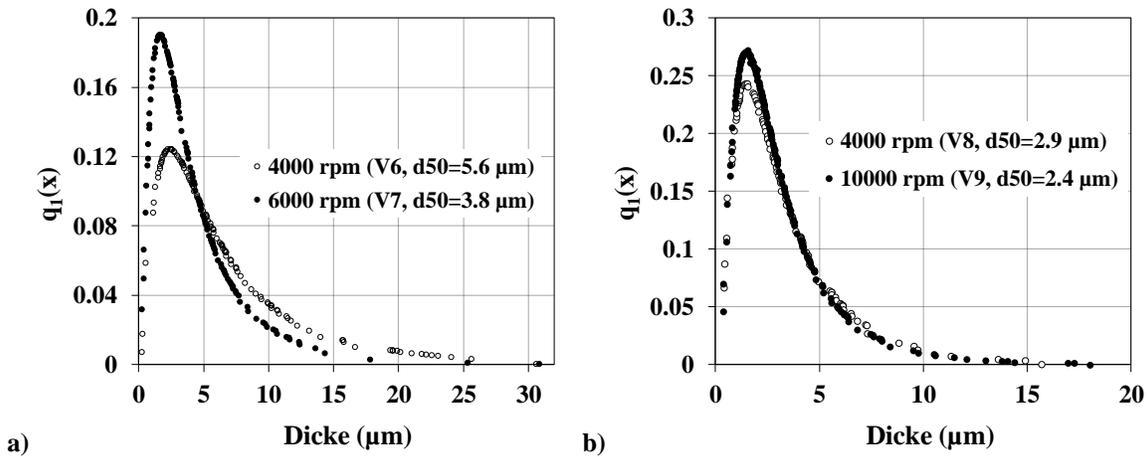


Abbildung 5.43: Dickenverteilung der Glasflakes bei zwei verschiedenen Rotationsgeschwindigkeiten a) bei einer kontinuierlichen Glaszufuhr b) bei einer diskontinuierlichen Glaszufuhr

Auch bei einer diskontinuierlichen Zufuhr der Glasschmelze hat die Rotationsgeschwindigkeit einen Einfluss auf die Dicke der Glasflakes. Im Vergleich zur kontinuierlichen Zufuhr der Glasschmelze ist der Einfluss allerdings relativ gering (Abbildung 5.43b). Mit Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit von 4 000 rpm auf 10 000 rpm, verringert sich der Medianwert von 2.9 µm auf 2.4 µm. Das Verteilungsspektrum ändert sich geringfügig.

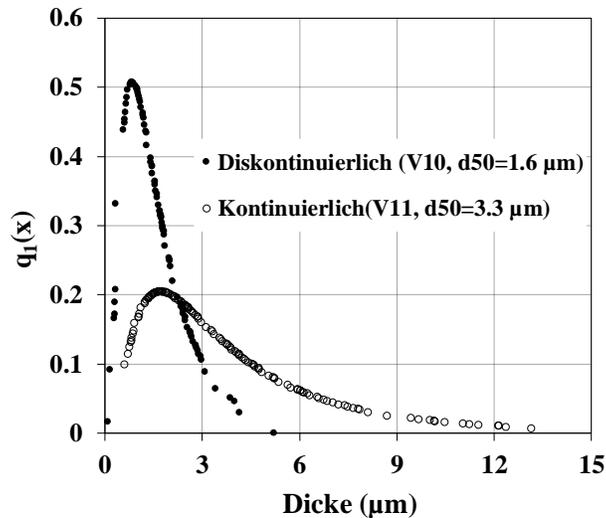


Abbildung 5.44: Dickenverteilung der Glasflakes bei einer kontinuierlichen und einer diskontinuierlichen Zufuhr der Glasschmelze bei 6000 rpm

Ein direkter Vergleich zwischen der diskontinuierlichen und kontinuierlichen Zufuhr der Glasschmelze war nicht möglich, denn es ist nicht möglich bei exakt gleichen Parametereinstellungen zu vergleichen. Jedoch ist es möglich zwei Versuche zu vergleichen, die die Parameter im gleichen Bereich haben. Das Diagramm in Abbildung 5.44 zeigt diesen Vergleich. Es ist deutlich zu erkennen, dass bei einer diskontinuierlichen Zufuhr der Glasschmelze ein engeres Verteilungsspektrum der Flakedicke mit einem geringen Medianwert von 1.6 µm vorliegt.

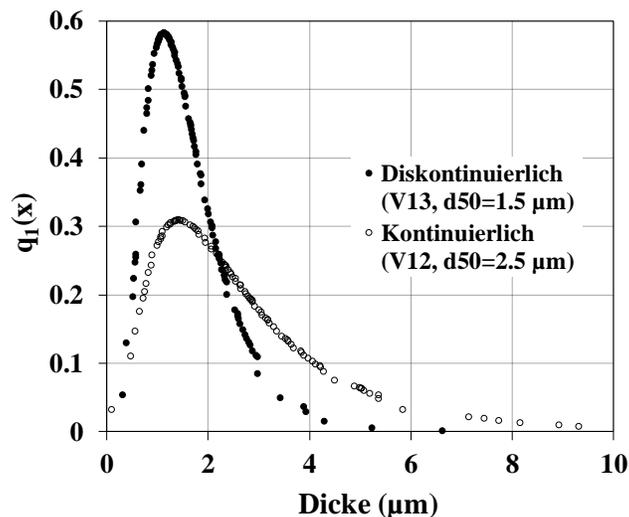


Abbildung 5.45: Dickenverteilung der Glasflakes bei kontinuierlicher und diskontinuierlicher Zufuhr der Glasschmelze bei 10 000 rpm

Diesen Zusammenhang bestätigt der Vergleich zwischen zwei Zufuhrarten bei 10 000 rpm. Mit der diskontinuierlichen Zufuhr des Glases erreicht die Dicke (Medianwert) der Flakes einen niedrigen Wert von 1.5 µm. Wohingegen bei der kontinuierlichen Zufuhr der Glasschmelze der Medianwert

2.5 μm beträgt. Die diskontinuierliche Glaszufuhr durch Schneiden des Glasstrangs in Tropfen ergibt ein enges Verteilungsspektrum der Glasflakes mit einer geringen mittleren Dicke. Die Ursache liegt darin begründet, dass bei einer diskontinuierlichen Speisung die Wärmeverluste der Glaschmelze auf der Strecke zwischen der Auslaufdüse und dem Auftreffen auf dem Zerstäuber aufgrund des günstigeren Oberfläche- zu Volumen Verhältnisses um ca. 80 % verringert werden. Um die Materialeigenschaften in der Parameterstudie zu variieren, wurden drei unterschiedliche Gläser verwendet: *Glas4*, *Glas11* und *Glas14*. Abbildung 5.46 vergleicht die besten Ergebnisse, die mit der Verwendung unterschiedlicher Gläser erzielt werden konnten.

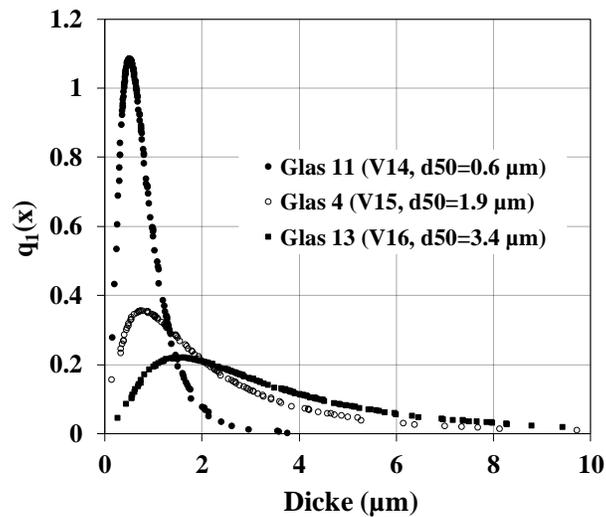


Abbildung 5.46: Dickenverteilung der Glasflakes für unterschiedliche Gläser

6 Diskussion

6.1 Bewertung der *FEM*-Simulation

Betrachtet man die Dichte bei $t = 3.5$ s (s. Abbildung 6.1), so stellt man fest, dass zwischen Luft (blauer Bereich) und Glasschmelze (roter Bereich) ein Übergangsbereich (bunter Bereich) vorhanden ist. Dieser Übergangsbereich stellt eine diffuse Grenzschicht zwischen Glasschmelze und Luft dar. Die Dicke dieser Grenzschicht beträgt ca. $1000 \mu\text{m}$. Die diffuse Grenzschicht ist durch eine stetige und monotone Phasenfeldfunktion beschrieben. Diese im Raum und Zeit kontinuierliche Phasenfeldfunktion ist für die numerische Regulierung der Grenzschicht zuständig, um die Wahrung eines kontinuierlichen Modells zwischen beiden Phasen zu gewährleisten.

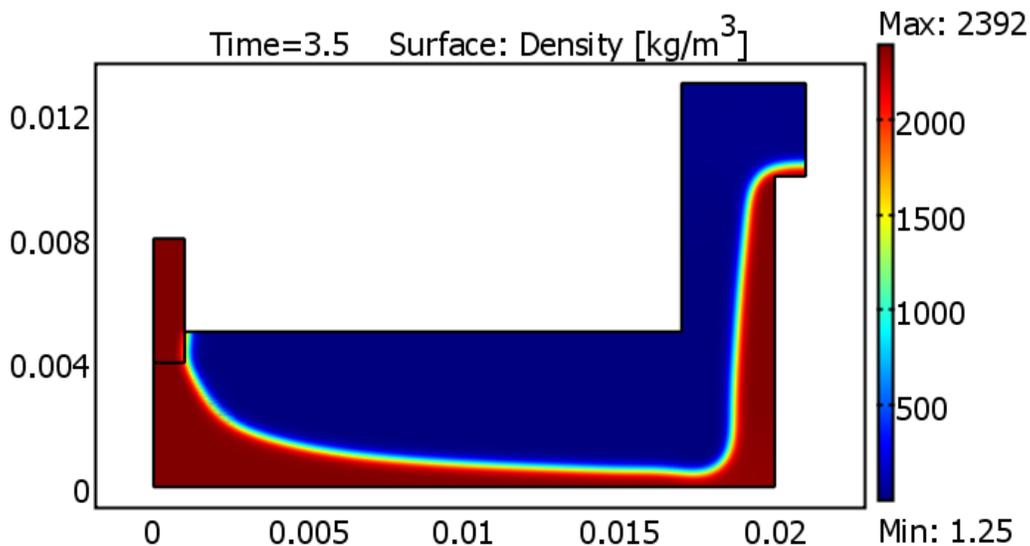


Abbildung 6.1: Ermittelte Dichte der Glasschmelze und Luft bei $t=3.5$ s bei 10 000 rpm

Grundsätzlich liegen zwei Multiskalenprobleme (*engl.: multiscale problem*) bei der Simulation der Luft- und Glasschmelzeströmung in dem Zerstäuber vor.

- Geometrisch bedingte Multiskalen-Problematik
- Material bedingte Multiskalen-Problematik

Die geometrische Multiskalen-Problematik entsteht dadurch, dass die Dicke der Glasschmelze von der Mitte des Zerstäubers nach außen hin sehr stark abnimmt. Die Abnahme der Dicke verläuft extrem steil, in mehreren Größenordnungen von cm- bis zu μm -Bereich. Mit einer Netzverfeinerung ist es möglich, die Effizienz der diffusen Grenzschicht zu verbessern. Eine Netzverfeinerung ist direkt mit dem Rechenaufwand verbunden und daher bei gegebener Rechenleistung (8 GB

RAM, 2.83 GHz Quad-Core-Prozessor) nicht beliebig einstellbar. Beispielweise steigert die Auswahl einer Meshgröße des Netzes von $1\ \mu\text{m}$ die Rechenzeiten extrem bis auf $> 100\ \text{h}$. Außerdem tritt eine Verschlechterung des Konvergenzverhaltens auf. Aus diesen Gründen wurden keine Simulationen mit verfeinerten Meshgrößen des Netzes durchgeführt. Die Dicke der Grenzschicht bei den durchgeführten *FEM*-Simulationen betrug ca. $50\ \mu\text{m}$. Betrachtet man den experimentellen Versuch z.B. VI, so stellt man fest, dass die Dicke der Glasflakes $d_{50} = 8.2\ \mu\text{m}$ beträgt, welche zur fehlerhaften Genauigkeit der Glasfilmdicke führt.

Die zweite Multiskalen-Problematik resultiert aus den voneinander stark abweichenden Materialeigenschaften wie Dichte und Viskosität der Luft und des Glases. Die Dichte der Luft beträgt bei STP-Bedingung $1.2\ \text{kg/m}^3$ und die Dichte der Glasschmelze $2400\ \text{kg/m}^3$, was einem Faktor $2 \cdot 10^3$ entspricht. Die Viskosität der Luft bei STP-Bedingung beträgt $1.8 \cdot 10^{-5}\ \text{Pa}\cdot\text{s}$ und die Viskosität der Glasschmelze $10^{2.52}\ \text{Pa}\cdot\text{s}$, was einem Faktor $1.8 \cdot 10^7$ entspricht. Die Unterschiede der Materialeigenschaften in mehreren Größenordnungen erschweren einen scharfen Übergang zwischen zwei Phasen. Eine direkte Modifizierung der Übergangsfunktion in Comsol Multiphysics ist nicht gegeben.

Aufbau und Durchführung einer *FEM*-basierten *CFD*-Simulation hat gezeigt, dass das Zweiphasenmodell aus Glasschmelze und Luft durch die oben ausführlich beschriebene Multiskalen-Problematik eine sehr niedrige Präzision aufweist. Deswegen wurde von einer numerischen Lösung des Problems abgesehen und stattdessen eine analytische Lösung aufgebaut. Die Ergebnisse der *FEM*-Simulation können allerdings für eine tendenzielle Schlussfolgerung der Abhängigkeit der Filmdicke von den Prozessparametern genutzt werden.

6.2 Bewertung der Parameterstudie

Die Parameter sind grundsätzlich in zwei Gruppen aufzuteilen: die Betriebsparameter wie Glasktemperatur, Glasdurchsatz, Rotationsgeschwindigkeit des Zerstäubers, Geometrie des Zerstäubers, Spalthöhe des Ringkanals, Glasflussart, Temperatur des Zerstäubers und von der Glassorte abhängige Materialparameter wie Dichte, Viskosität und spezifische Wärmekapazität.

Bei der Durchführung der experimentellen Arbeit zur Herstellung der Glasflakes sind nicht alle Parameter unabhängig von anderen Prozessgrößen einstellbar. Das eindeutige Beispiel hierfür ist der Zusammenhang zwischen Glasktemperatur und dem Glasdurchsatz. Außerdem ist die Temperatur des Zerstäubers in gewissem Maße von der Glasktemperatur und Glasdurchsatz abhängig.

Im Mini-Melter kann der Durchsatz des Glasflusses aus der Auslaufdüse lediglich über deren thermische Regulierung eingestellt werden. Mit der Beheizung des Glases sinkt die Viskosität und damit kann die Strömung der Glasschmelze beeinflusst werden. Der Durchsatz der Glasschmelze steigt bzw. sinkt mit sinkender bzw. steigender Viskosität. Es besteht ein Zusammenhang zwischen der Temperatur und dem Durchsatz der Glasschmelze.

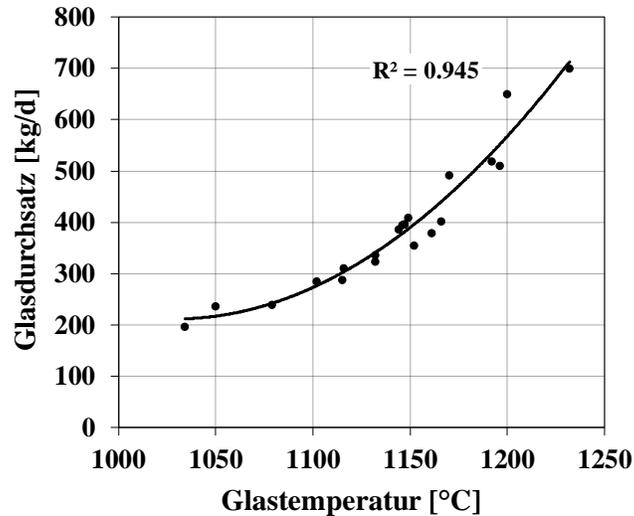


Abbildung 6.2: Zusammenhang zwischen dem Glasdurchsatz und der Glasterperatur

Abbildung 6.2 zeigt diesen Zusammenhang. Die polynomische Trendlinie beschreibt diesen Zusammenhang mit einem hohen Bestimmtheitsmaß von 95 %. Der Durchsatz ist darüber hinaus von der Kombination mehrerer Parameter wie der Auslauffröhrtemperatur, der Auslaufdüsentemperatur, der Düsenspitzentemperatur, der Glaswannentemperatur und von dem Füllpegel der Glasschmelzwanne und natürlich von der Glassorte abhängig. Die Kopplung zwischen dem Glasdurchsatz und der Glasterperatur kann nur innerhalb der engen Grenzen aufgehoben werden, um den Einfluss der einzelnen Parameter auf die Flakedicke zu untersuchen. Beispielsweise bei dem Versuch V4 mit dem Glasdurchsatz von 237 kg/d beträgt die Glasterperatur 1050°C. Die Glasterperatur des Versuchs V5 mit dem fast identischen Glasdurchsatz von 237 kg/d beträgt 1079 °C. Eine Entkopplung der beiden Parameter in einem breiten Bereich war nicht möglich.

Eine weitere Kopplung besteht zwischen der Zerstäubertemperatur und der Glasterperatur. Die voreingestellte Temperatur des Zerstäubers ändert sich mit der Zuführung der Glasschmelze in den Zerstäuber. Um diesen Effekt zu beobachten, wurde die Temperatur des Zerstäubers während der Herstellung von Glasflakes in-situ erfasst. Dabei wurde eine diskontinuierliche Zuführung der Glasschmelze gewählt, um die Temperaturerhöhung des Zerstäubers genau bestimmen zu können. Der Glasfluss mit einem Durchsatz von 418 kg/d wird mit 100 Schnitte/min geschnitten und tropfenweise in den Zerstäuber dosiert. Die bei dieser Einstellung und Anordnung gemessenen Temperaturen mit der Zeit sind in Diagramm 6.3 abgebildet.

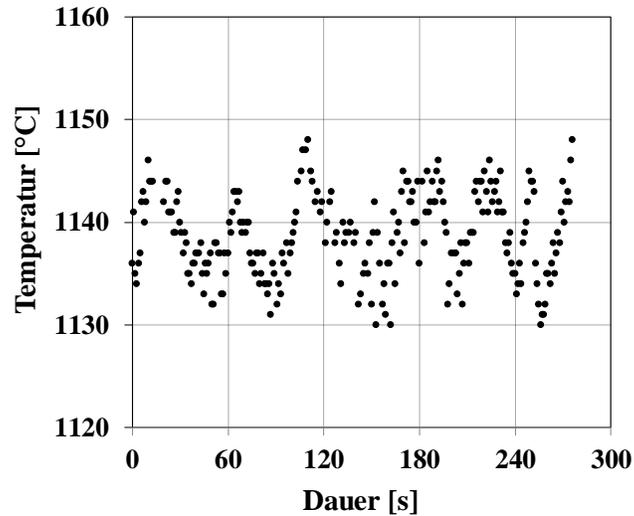


Abbildung 6.3: Gemessene Temperatur der inneren Oberfläche des Zerstäubers während der Herstellung von Glasflakes mit einer tropfenweisen Dosierung der Glasschmelze

Der auf 1130 °C vorgeheizte Zerstäuber wärmt sich auf ca. 1146-1149 °C auf. Sobald die Glasschmelze den Zerstäuber verlässt, kühlt sich der Zerstäuber auf ca. 1130-1134 °C ab. Die Temperaturänderung beträgt demnach ca. 20 K. Die Temperaturerhöhung des Zerstäubers ist stark von dem Durchsatz der Glasschmelze abhängig. Dies deutet darauf hin, dass die Datenanalyse bei Glasdurchsatz und Zerstäubertemperatur kritisch ist, da die beiden Parameter miteinander gekoppelt sind.

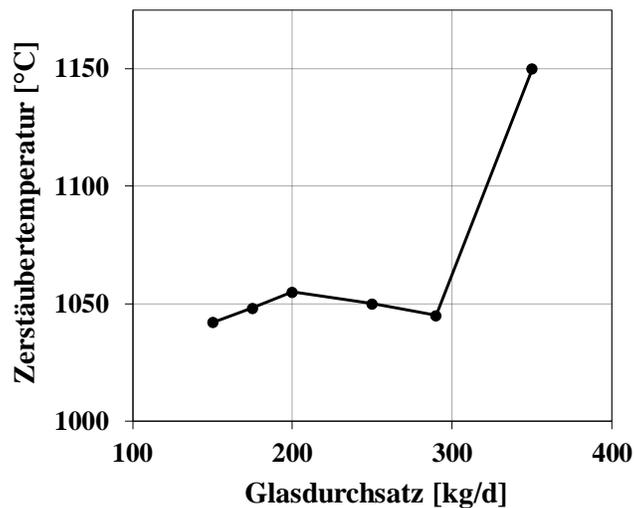


Abbildung 6.4: Zusammenhang zwischen dem Glasdurchsatz und der Zerstäubertemperatur

Zwischen der Zerstäubertemperatur und dem Glasdurchsatz besteht ein nicht linearer Zusammenhang. Die Abbildung 6.4 zeigt, dass die Zerstäubertemperatur erst bei höherem Glasdurchsatz (bei

350 kg/d) einen sprunghaften Anstieg erfährt. Bei niedrigeren Glasdurchsätzen wird die Zerstäubertemperatur nur gering von dem Glasdurchsatz beeinflusst.

Diese gegenseitige Abhängigkeit zwischen verschiedenen Parameter erschwert die Ermittlung der Flakequalität durch den Einfluss eines einzigen Parameters. Um einen Vergleich zwischen den durchgeführten Versuchen zu ermöglichen, wurden deshalb die Versuche miteinander verglichen, die voneinander nicht weit entfernte Parameter haben.

6.3 Bewertung der experimentellen Verifizierung des analytischen Modells

Bei der Verifizierung des analytischen Modells müssen die Fehlerquellen bei der Berechnung und bei der experimentellen Auswertung der Glasflakedicke berücksichtigt werden.

Fehlerquelle bei der Vermessung der Flakedicke

Für die Bildung einer Dickenverteilungskurve der Glasflakes wird die Dicke von mindestens 100 Flakes gemessen. Die Abbildung 6.5 zeigt die Querschnitte von drei Glasflakes. Die Flakes sind uniform und planar entlang der gesamten Länge und weisen hohe Aspektverhältnisse auf.

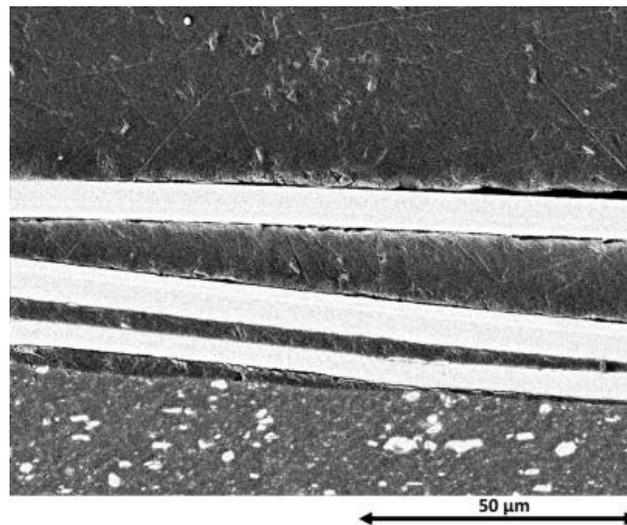


Abbildung 6.5: REM-Aufnahme des Querschnitts von Glasflakes (Versuch V3)

Neben solchen Glasflakes können teilweise gewölbte und verzweigte Glasflakes entstehen (Abbildung 6.6). Dies ist auf die hohe Temperatur zurückzuführen, bei der sich der schmelzviskose Glasfilm nach dem Verlassen des Zerstäuberrandes stark verformt. Darüber hinaus können die zerfallenen einzelnen Glaslamellen miteinander verkleben und bilden auf diese Weise Verzweigungen. Bei dem Vermessen der Dicke des gewölbten Flakes wird diese in der Mitte gemessen. Und bei

dem Vermessen der Dicke der verzweigten Flakes, wird sie in der Mitte der beiden Verzweigungen gemessen.

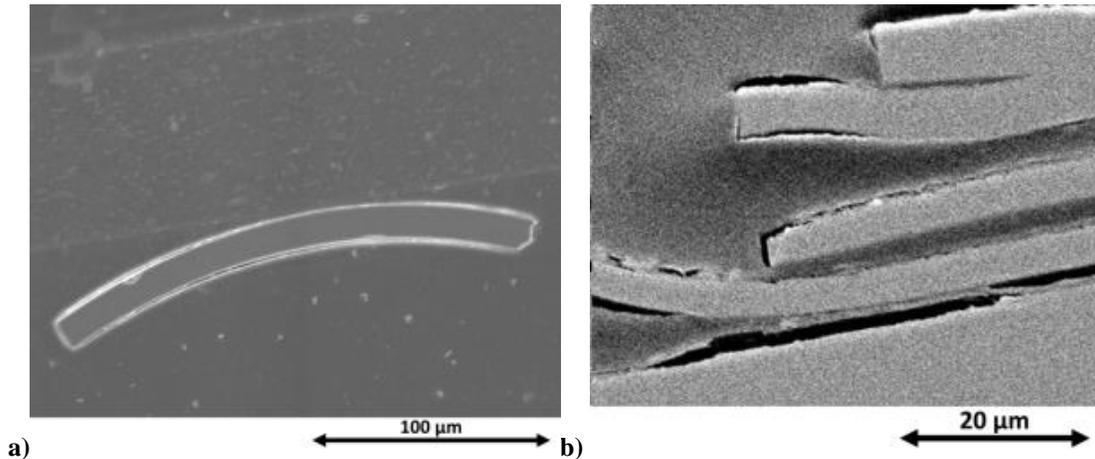


Abbildung 6.6: REM-Aufnahme des Querschnitts a) der gewölbten Glasflakes und b) der verzweigten Glasflakes

Die Messung der Flakedicke ist mit einem Fehler verbunden, der quantifiziert werden muss. Dafür wurden ein uniformer Flake, ein gewölbter Flake und ein verzweigter Flake zur Untersuchung herangezogen. Um eine statistische Fehlerabschätzung zu bestimmen, wurde die Dicke der Flakes an 50 Stellen entlang der Länge gemessen. Die Tabelle 6.1 gibt die Werte der Fehlerabschätzung an.

Tabelle 6.1: Gemessenen Daten zur einen Fehlerabschätzung.

Flake	Mittelwert [µm]	Standardabweichung [µm]	Messunsicherheit [µm/%]
Uniform	0.14	0.0034	0.0005 / 0.34
Gewölbt	14.15	0.40	0.0570 / 0.40
Verzweigt	5.29	0.40	0.0570 / 1.08

Die Messunsicherheit (u_m) wird aus der Standardabweichung (s) und Anzahl (n) der zur Untersuchung herangezogenen Flakes wie folgt bestimmt:

$$u_m = \frac{s}{n} \quad (6.1)$$

Für den uniformen Glasflake ist die Messunsicherheit am geringsten und beträgt lediglich 0.34 %. Für den gewölbten Glasflake beträgt die Messunsicherheit 0.40 % und für den verzweigten Flake 1.08 %. Da die uniformen und planaren Glasflakes den größten Teil der hergestellten Glasflakes ausmachen, ist anzunehmen, dass die Messunsicherheit stets unter 1 % liegt.

Fehlerquelle bei der Berechnung der Glaseigenschaften

Für die Berechnung der Glaseigenschaften wurde die Methode *Priven2000* in SciGlass Calculator verwendet. Die Genauigkeit der Berechnung ist stark von der Glaszusammensetzung abhängig. Um die Genauigkeit der Methode *Priven2000* zu betrachten, wurde die Viskosität für ein unter dem Namen *E-Glass* bekanntes Glas berechnet. Die experimentell bestimmten Viskositätsdaten sind aus der Literatur [120] zu entnehmen. Die Abbildung stellt den Vergleich zwischen den gemessenen und berechneten Viskositätsdaten dar.

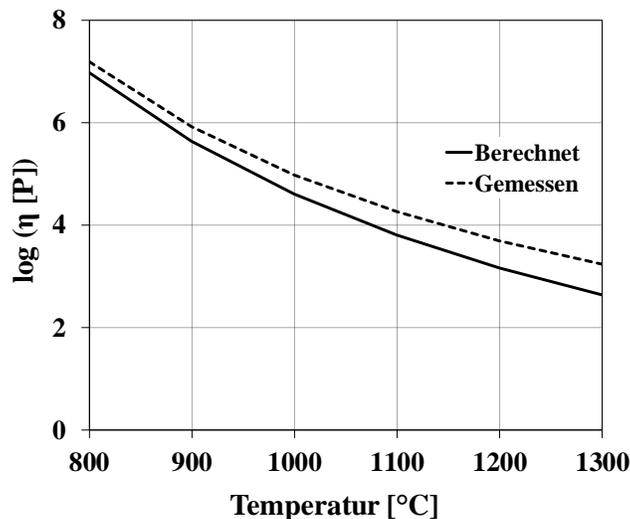


Abbildung 6.7: Gemessene Viskosität für E-Glas im Vergleich zu den berechneten Werten

Es ist eine relativ gute Übereinstimmung der berechneten und gemessenen Viskositätswerte festzustellen. Somit ist festzuhalten, dass *Priven2000* qualitativ gute Ergebnisse für die Glaseigenschaften liefern kann. Eine quantitative Fehleranalyse der Berechnung für die in dieser Arbeit verwendeten Gläser ist nicht möglich, da keine gemessenen Daten der Gläser vorhanden sind.

Die folgenden Annahmen, die bei der Erstellung des analytischen Modells, getroffen wurden, können auch als mögliche Fehlerquellen auftreten:

- Newtonsches Verhalten der Glasschmelze in dem rotierenden Zerstäuber
- keine weitere Verstreckung und Verdünnung des dünnen Glasfilms unterhalb des Erweichungspunktes

7 Zusammenfassung

Die Herstellung von dünnen plättchenförmigen Glaspartikeln erfolgte über ein Schleuderverfahren, in dem die Glasschmelze mittels eines schnellrotierenden Zerstäubers aufgrund der Zentrifugalkräfte zur Bildung einer dünnen Glaslamelle gebracht wird. Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Prozessentwicklung zur Herstellung von Glasflakes vorangetrieben. Zu diesem Zweck kamen sowohl experimentelle, als auch simulationsbasierte Methoden zum Einsatz. Die Ergebnisse dieser Arbeit führten zu einem Detailverständnis von fluiddynamischen Vorgängen innerhalb und außerhalb des Zerstäubers mit und ohne Berücksichtigung der starken Abkühlung des Glasfilms. Die Entwicklung der Glasschmelze im Flakeprozess ist mit einer entsprechenden mathematischen Modellierung möglich. Hierfür wurde zuerst eine *FEM*-basierte numerische Simulation zur Gewinnung der prozessrelevanten Erkenntnisse durchgeführt. Zur Vereinfachung des Modells wurde die rotationssymmetrische Geometrie vorteilhaft ausgenutzt und eine zweidimensionale Modellgeometrie verwendet. Die Strömung der Glasschmelze in dem Zerstäuber wurde als Zweiphasenströmung simuliert. Die zweite Phase ist in diesem Fall die Luftströmung. Zur Lösung der Strömung mit zwei Phasen wurde eine in der Numerik bekannte Phasenfeldmethode eingesetzt. Dieses Verfahren verwendet eine Phasenfeldfunktion, die kontinuierlich in Raum und Zeit ist, um die Grenzfläche zwischen Luft und Glasschmelze zu beschreiben. Extrem steile Abnahmen der Filmdicke in mehreren Größenordnungen vom cm- bis zum μm -Bereich und der voneinander stark abweichenden Dichte und Viskosität der Luft und der Glasschmelze resultieren oftmals mit einer schlechten Konvergenz und einer geringen Präzision in der Problemlösung. Aufgrund dessen wurde der eingeschlagene Realisierungsweg nicht mehr weiterverfolgt. Dennoch bietet die *FEM*-Lösung trotz inexakter Genauigkeit eine tendenzielle Schlussfolgerung der Abhängigkeit der Filmdicke von Material- und Betriebsparametern. Beispielsweise um die Dicke der Glaslamelle bzw. des Glasfilms zu reduzieren, ist eine Reduzierung des Glasdurchsatzes bzw. der Glasviskosität und eine Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit bzw. des Durchmessers des Zerstäubers erforderlich.

Um die Modellierung der Zerstäubung weiterzuverfolgen, wurde eine analytische Modellgleichung zur Berechnung der Glasfilmdicke und -temperatur erstellt. Dieses analytische Modell beruht auf einer Kräftebilanz zwischen den auf das Fluid wirkende Zentrifugalkraft und viskoser Kraft. Für die Geltung dieses Modells musste angenommen werden, dass

- die Glasschmelze ein Newtonsches Fluid darstellt,
- die Glasschmelze in dem Zerstäuber isotherm ist,
- die Coriolis- und Gravitationskräfte im Vergleich zu Zentrifugalkräften vernachlässigbar sind,
- unter Erweichungspunkt des Glases ($\log(\eta [\text{Pa}\cdot\text{s}]) = 6.6$) keine weitere Verstreckung bzw. Verdünnung des Glasfilms stattfindet,
- keine vorläufige Desintegration der Glaslamelle stattfindet.

Dabei wird auf die Abkühlung der Glaslamelle außerhalb des Zerstäubers großen Wert gelegt, da die Viskosität der Glasschmelze mit der abnehmenden Temperatur in mehreren Größenordnungen ansteigt. Für die Berechnung der Temperaturänderung der dünnen Glaslamelle nach dem Wegschleudern von dem Zerstäuber wurden sowohl die Wärmeabgabe durch Luftkonvektion als auch die Wärmeabgabe durch Wärmestrahlung berücksichtigt. Für eine genauere Modellierung wurden die temperaturabhängigen Glasdaten wie Viskosität, Dichte und spezifische Wärmekapazität verwendet. Die rechnerische Arbeit wurde mittels MATLAB durchgeführt. Der Verlauf der Glasfilmdicke ohne und mit einer Abkühlung wurde in Abhängigkeit von Betriebsparametern wie Rotationsgeschwindigkeit, Glasdurchsatz und Glastemperatur berechnet. Berücksichtigt man keine Temperaturabnahme des Glasfilms, so nimmt die Dicke des Glasfilms einen Wert unter $1\ \mu\text{m}$ an und beträgt z.B. bei einem Borosilikatglas (10000 rpm) lediglich $0.1\ \mu\text{m}$. Die analytische Modellierung mit der Berücksichtigung der Temperaturabnahme zeigt deutlich, dass der dünne Glasfilm einer abrupten Abkühlung ausgesetzt ist und die Temperatur des Glasfilms unter $500\ ^\circ\text{C}$ nur in 2-3 mm Abstand vom Zerstäuberrand beträgt. Außerdem hat die anfängliche Temperatur $> 760\ ^\circ\text{C}$ des Glases kaum einen Einfluss auf die Dicke des Glasfilms. Die Simulation hat gezeigt, dass je größer der Durchmesser des Zerstäubers ist, desto dünnere Flakes möglich sind. Vergleicht man beispielweise zwei unterschiedliche Zerstäuberdurchmesser, nämlich 50 mm und 100 mm, so stellt man fest, dass die Dicke der Flakes bei 50 mm Durchmesser $0.8\ \mu\text{m}$ und bei 100 mm Durchmesser $0.2\ \mu\text{m}$ beträgt. Das wichtigste Ergebnis der analytischen Modellierung ist nicht nur die Berechnung der Filmdicke, sondern auch die Sensitivitätsanalyse der Abhängigkeit der Filmdicke von den Prozessbedingungen. So eine Sensitivitätsanalyse ist experimentell nicht möglich, da bei der experimentellen Arbeit einige Parameter voneinander abhängig sind. Beispielweise wird der Glasdurchsatz durch die Glastemperatur geregelt, was großen Einfluss auf die Glasviskosität hat.

Die experimentelle Arbeit besteht hauptsächlich aus der Herstellung der Glasflakes und ihrer Auswertung nach der Größe und Dicke. Für die experimentelle Arbeit wurden drei unterschiedliche Gläser verwendet. Die Parameterstudie wird vor allem dazu verwendet, den Einfluss der einzelnen Parameter auf die Flakequalität zu bestimmen und die experimentellen Ergebnisse für die Verifizierung der analytischen Modellierung zu verwenden. Die Verifizierung der analytischen Modellierung wurde an einem Borosilikatglas durchgeführt. Vergleicht man die gemessene und die berechnete Flakedicke der insgesamt sechs Versuche, ist eine Abweichung von $0.1\ \mu\text{m}$ und bei zwei Versuchen $0.6\ \mu\text{m}$ festzustellen. Somit wurde eine gute Übereinstimmung der analytischen Modellierung mit den Experimenten erzielt.

Darüber hinaus kommt die Simulation zur weiteren verfahrenstechnischen Prozessoptimierung zum Einsatz. Zum einen wird das Wärmemanagement an dem Zerstäuber optimiert. Da der Zerstäuber von außen beheizt werden muss, um die Glasviskosität im Verarbeitungsbereich zu halten, wurde anfänglich ein Gasbrenner mit vier Brennerdüsen verwendet. Dadurch wird der Zerstäuber allerdings inhomogen beheizt und die turbulenten Brenngase rufen deutliche Deformationen an der

Glaslamelle hervor. Um diese und andere Probleme auszuschließen, wurde die induktive Heizung des Zerstäubers mittels einer numerischen Modellierung simuliert und später experimentell realisiert. Ein anderes Konzept zum Wärmemanagement war die Verwendung eines Zerstäubers mit einer Isolierungsschicht. Die Idee dahinter ist zu überprüfen, ob die Wärmestromdichte der Glaslamelle den Zerstäuber bei einer passenden Isolierung auf gewünschter Temperatur halten kann. Somit könnte auf die Beheizung des Zerstäubers teilweise oder gänzlich verzichtet werden. Zum anderen musste die strukturmechanische Berechnung des schnellrotierenden Zerstäubers durchgeführt werden, um die Grenzen der Betriebsparameter festzustellen und somit ein abruptes Materialversagen zu vermeiden. Die strukturmechanische Berechnung wurde nicht nur für elastische Verformungen, sondern auch für plastische Deformationen durchgeführt. Somit könnte man die mechanisch belastbaren Grenzen des Zerstäubers aus dem ausgewählten Material vorhersagen.

8 Conclusion

The manufacturing of thin plate-shaped glass particles was carried out by a centrifugal spinning process, in which the molten glass is brought to form a thin glass film by means of a rapidly rotating cup-like atomizer due to centrifugal forces. In this work, the process development of glass flakes production was performed. For this purpose, experimental and simulation-based methods were used. The results of this work led to a detailed understanding of fluid-dynamic processes in and outside of the spinning cup with consideration of the strong cooling down of the glass film. The development of the molten glass flow in the flaking process was made possible with a corresponding mathematical model. Hence, FEM-based numerical simulation was performed to obtain detailed understanding about the process in the spinning cup. To simplify the model, the rotationally symmetric geometry was utilized advantageously, and a two-dimensional model geometry was applied. The flow of the molten glass in the spinning cup was simulated as a two-phase flow. The second phase, in this case, is the air flow. To achieve the flow of two phases, a well-known phase field method was used. FEM-Simulation was performed with the simulation tool Comsol Multiphysics. To simulate the flow of two phases, a phase field function was used, which is continuous in space and time and describes the interface between air and glass melt. Extremely steep decrease in film thickness in several orders of magnitude from cm-range down to the μm -range and the big differences in densities and viscosities between the air and the glass melt often result in poor convergence and precision in the problem solving. For this reason, the proposed realization path was not conducted further. Nevertheless, the FEM-solution, despite inexact precision, offers a tendential solution for the dependence of the film thickness from material and process parameters. For example, to reduce the thickness of the glass film, a reduction in glass flow rate and viscosity of the glass and an increase in the rotational speed or diameter of the spinning cup are required. To follow up the modeling of the atomization, an analytical approach for calculating the glass film thickness, glass temperature and glass film velocity is used. For the validity of this model, it is assumed that:

- the glass melt is a Newtonian fluid,
- the glass melt in the spinning cup is isothermal,
- the Coriolis and gravitational forces compared to centrifugal forces are negligible,
- under softening point of glass ($\log \eta = 6.6 \text{ Pa}\cdot\text{s}$) there is no further stretching or thinning of the glass film,
- no preliminary disintegration of the glass plate takes place.

The important part of this analytical approach is that, this approach takes into account the role of the cooling process on film formation, because the viscosity of the glass melt with the decreasing temperature rises in several orders of magnitude. The calculation of temperature change of glass

Conclusion

film flying off the rotating cup includes cooling due to the convection as well as the radiation. For a more accurate modeling of the film thickness, the temperature-dependent glass parameters such as viscosity, density and specific heat capacity were implied. The computational work was done using MATLAB. The development of the glass film thickness was calculated with and without cooling with changing the following parameters: rotational speed of the cup, temperature and mass flow rate of the glass melt. The model without cooling of the thin glass film gives the thickness of the glass film always less than 1 μm . For instance, the thickness calculation for borosilicate glass at 10 000 rpm results in only 0.1 μm . The analytical approach with consideration of the temperature change clearly shows that the thin glass film is exposed to an abrupt cooling and the temperature of the glass film is under 500 $^{\circ}\text{C}$ and that is only in 2 – 3 mm distance from rotating cup lip. In addition, the initial temperature of the glass ($T_{\text{glass}} > 760$ $^{\circ}\text{C}$) has any influence on the thickness of the glass film. The simulation has shown a possibility that the larger the diameter of the atomizer the thinner are flakes.

Comparing, for example, two different cup diameters, namely 50 mm and 100 mm, it was found that the thickness of the flakes at 50 mm diameter is 0.8 μm and at 100 mm is 0.2 μm . The most important result of the analytical modeling is not only the calculation of the film thickness, but also the sensitivity analysis of the dependence of film thickness on the process parameters. Thus, a sensitivity analysis is experimentally not possible as in the experimental work some parameters are interdependent. For example, the glass flow rate is controlled by the glass temperature, which has great influence on the glass viscosity. The sensitivity analysis using modeling showed that thinner glass flakes can be achieved by higher speeds and lower glass atomizer diameter and throughputs. The experimental work consists mainly of the manufacturing of glass flakes and their evaluation according to the size and thickness. For experimental work, three different glass types were used. The parametric study is mainly used to determine the influence of the individual parameters on the flake quality and use of experimental results for the verification of the analytical modeling. The verification of the analytical modeling was performed on a borosilicate glass. If to compare the measured and calculated flake thickness of a total of six experiments, there is a deviation of 0.1 μm and at two experiments it is of 0.6 μm . Thus, a good agreement between the analytical modeling with experiments was achieved.

In addition, the simulation for further technical process optimization was used. Firstly, the thermal management of the rotating cup was optimized. Since the rotating cup needs to be heated from the outside to keep the glass viscosity in the processing range, a gas burner with four burner nozzles was used initially.

This atomizer, however, was heated inhomogeneous and the turbulent combustion gases generate significant deformation of the glass film. To exclude these and other problems, the inductive heating of the atomizer was simulated by means of a numerical modeling and later realized experimentally. Another concept for thermal management was the use of a rotating cup with an insulation

Conclusion

layer. The idea is to examine, if the heat flux density of the molten glass can hold the spinning cup with a suitable insulation at the desired temperature. Thus, the heating of the rotating cup could be partially or wholly waived. On the other hand, the structural mechanical calculation of the rapidly rotating atomizer had to be performed to determine the limits of the operating parameters, thereby avoiding an abrupt failure of the material. The structure-mechanical computation was carried out not only for elastic deformation, but also for plastic deformation. Thus, one could predict the mechanical reliable limits of the atomizer from the selected material.

9 Anhang

9.1 Abkürzungsverzeichnis

A	Ampere
AC	Wechselstrom (engl.:alternating current)
BET	gemessene spezifische Oberfläche mittels Gasadsorption
BFS	Bayerische Forschungstiftung
CFD	numerische Strömungsmechanik (engl.: Computational Fluid Dynamics)
DC	Gleichstrom (engl.:direct current)
E-Modul	Elastizitätsmodul
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie (engl.: energy dispersive X-ray spectroscopy)
FORGLAS	Forschungsverbund Glas
FEM	Finite Elemente Methode
fsp	Bild pro Sekunde (frame per second)
GEH	Gestaltsänderungshypothese
HF	Hochfrequenz
IR	Infrarot
kW	Kilowatt
MHz	Megahertz
PBT	Polybutylenterephthalat
PET	Polyethylenterephthalat
PMMA	Polymethylmethacrylat
PP	Polypropylen
PTFE	Polytetrafluorethylen
RAM	Direktzugriffsspeicher (engl.: random access memory)
REM	Rasterelektronenmikroskop
RIM	reaction injection molding
rpm	Umdrehungen pro Minute (engl.: revolutions per minute)
STP	engl.: Standard Temperature and Pressure
VFT	Vogel-Fulcher-Tammann-Gleichung
UV	Ultraviolett

9.2 Symbolverzeichnis

Großbuchstaben

A	Querschnittsfläche (m^2)
B,C, T_0 , ρ_0	Konstanten
$^{\circ}\text{C}$	Celsius
C_p	spezifische Wärmekapazität ($\text{J}/(\text{kg}\cdot\text{K})$)
D	Durchmesser des Zerstäubers (mm)
E	Elastizitätsmodul (GPa)
E_A	Aktivierungsenergie
$E_{b\lambda}$	spektrale Intensität
F_{Zf}	Zentrifugalkraft (N)
I_{max}	Maximalstrom (A)
G	Schubmodul (Gpa)
K	Kelvin
Nu	dimensionslose Nusselt-Zahl
P	Druck (Pa)
P_{el}	elektrische Leistung (kVA)
Pr	dimensionslose Prandtl-Zahl
Q	Volumenstrom (m^3/s)
Q_c	konvektiver Wärmeverlust
Q_r	Wärmeverlust durch Wärmestrahlung
Q_t	der gesamte Wärmeverlust
R	Elektrischer Widerstand (Ω)
Re	dimensionslose Reynolds-Zahl
R_G	Gaskonstante
T	Temperatur ($^{\circ}\text{C}$)
ΔT	Temperaturgradient
ΔT	Temperaturänderung
$T_{c,i}$	berechnete Temperatur an dem Punkt i ($^{\circ}\text{C}$)
T_{Glas}	Glastemperatur ($^{\circ}\text{C}$)
T_i	Temperatur am Knotenpunkt i ($^{\circ}\text{C}$)
T_{Luft}	Lufttemperatur ($^{\circ}\text{C}$)
$T_{m,i}$	Gemessene Temperatur an dem Punkt i ($^{\circ}\text{C}$)
T_r	Referenztemperatur ($^{\circ}\text{C}$)
T_s	Schmelztemperatur
U_{max}	maximale Spannung (V)

V	Volumenstromkennzahl
V_f	Volumenanteil
V_i, V_j	Geschwindigkeitskomponenten (m/s)
We	Weber-Zahl
Z	Zerstäuber-Zahl

Kleinbuchstaben

c_1, c_2	Williams-Landel-Ferry-Konstanten
c_p	spezifische Wärmekapazität
d_s	Spalthöhe (mm)
g	Gravitationsbeschleunigung (9.807 m/s ²)
h_c	Wärmeübergangskoeffizient (W/(m ² ·K))
h_d	Filmdicke
l	Länge
m	Masse
n	Brechungsindex
q_{konv}	konvektiver Wärmestrom (W)
\dot{q}	Wärmestromdichte (W/m ²)
r	Radialabstand
r_0	Radius (mm)
t	Zeit (s)
u	Geschwindigkeit des Fluids (m/s)
v_d	divergente Geschwindigkeit (m/s)
v_s	Geschwindigkeit in Neigungsrichtung (m/s)
v_t	tangentiale Geschwindigkeit (m/s)
x_i, x_j	örtliche Koordinaten

Griechische Buchstaben

α	Neigungswinkel der Zerstäuberwand
α_L	Längenausdehnungskoeffizient (1/K)
γ_{Sch}	Scherung (Pa)
γ	Mobilität (m ³ ·s/kg)
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit
ϵ	1.Grenzschichtdicke(m) 2.Dielektrizitätskonstante (F/m)
$\dot{\epsilon}$	Dehngeschwindigkeit
ϵ_D	Dehnung (%)
$\epsilon_{thermisch}$	thermische Dehnung (%)

Anhang

η	dynamische Viskosität (Pa·s)
κ	spezifische elektrische Leitfähigkeit (S/m)
κ_λ	monochromatische Absorptionskoeffizient
λ	1. Wärmeleitfähigkeit (W/(mK)) 2. Mischenergiedichte(N)
$\lambda_{Strahlung}$	Strahlungsleitfähigkeit
μ_0	Permeabilität im Vakuum
μ_r	Relative Permeabilität
ρ	Dichte (kg/m ³)
$\rho_{El.}$	spezifischer elektrischer Widerstand
σ	Spannung (MPa), Dichte (kg/m ³)
σ	1. Oberflächenspannung 2. Stefan-Boltzmann-Konstante
σ_z	Zugspannung (MPa)
$\dot{\sigma}$	Ableitung der Spannung nach der Zeit
\dot{t}	Ableitung nach der Zeit
τ_{ij}	viskose Spannungstensor
τ_{Sch}	Schubspannung (MPa)
ν_P	Poissonszahl
ϕ	Phasenfeld-Variable (-1≤φ≤1)
ψ	Hilfsvariable zur Phasenfeld-Variable
Ψ	Übergangszahl
Ω	1. Winkelgeschwindigkeit 2. Winkelfrequenz
∇	Gradient, mathematischer Operator

9.3 Abbildungsverzeichnis

Abb. 2.1a	Schematische Schnittdarstellung eines Glasflakes	Seite 3
Abb. 2.1b	REM-Aufnahme des Querschliffs eines Glasflakes	Seite 3
Abb. 2.2	Elektronenmikroskopische Übersichtsaufnahme von Glasflakes	Seite 4
Abb. 2.3	Anlage zur Herstellung blattartiger Glasplättchen	Seite 7
Abb. 2.4	Formgebung des Glasfilms im Schleuderverfahren	Seite 8
Abb. 2.5	Spezifische Volumen bzw. Enthalpieänderung einer Schmelze	Seite 9
Abb. 2.6	Schematische zweidimensionale Zeichnung von Quarz	Seite 10
Abb. 2.7	Schematische Darstellung der Struktur eines Glases mit Natriumoxid	Seite 12
Abb. 2.8	E-Modul eines Kalk-Natron-Glases Abhängigkeit der Temperatur	Seite 13
Abb. 2.9	Das Hooke-Element für ideale Elastizität	Seite 13
Abb. 2.10	Maxwellscher Körper: Reihenschaltung von Feder und Dämpfungszyylinder	Seite 14
Abb. 2.11	Temperaturabhängigkeit der Viskosität für Kalk-Natron-Glas	Seite 15
Abb. 2.12	Verlauf des spezifischen Widerstandes von Borosilikat.- und Natriumsilikatglases	Seite 18
Abb. 2.13	Die effektive Wärmeleitfähigkeit eines Glases	Seite 20
Abb. 2.14	Absorption der Strahlung über Weglänge ds	Seite 22
Abb. 3.1	Drei Ablösemechanismen am Rand des rotierenden Zerstäubers	Seite 25
Abb. 3.2	2D-Modellgeometrie der Zerstäuberhälfte und nach unten fließender Glasstrang	Seite 28
Abb. 3.3	Darstellung der Ausbreitung der Schmelze innerhalb und außerhalb des Zerstäubers	Seite 29
Abb. 3.4a	Draufsicht des beheizten Zerstäubers und des Ringbrenners	Seite 33
Abb. 3.4b	Temperatur entlang des Innenprofils des Zerstäubers	Seite 33
Abb. 3.5	Übersicht der einzelnen Schritte zur wärmetechnischen Optimierung des Zerstäubers	Seite 34
Abb. 3.6a	Mit 4 Brennerflammen beheizter rotierender Zerstäuber und die Messpunkte	Seite 35
Abb. 3.6b	2D-Modell der Zerstäuberhälfte zur Simulation der Beheizung mit Brennerflammen	Seite 35
Abb. 3.7	3D-Darstellung zur Simulation der induktiven Beheizung des Rotationszerstäubers	Seite 37
Abb. 3.8	Der experimentelle Aufbau zur induktiven Erwärmung des Rotationszerstäubers	Seite 38
Abb. 3.9	Isolierungskonzept für den Zerstäuber	Seite 39
Abb. 4.1	Die physikalischen Eigenschaften der verwendeten Gläser	Seite 41
Abb. 4.2	Temperaturabhängige mech. Eigenschaften von Hochtemperaturoedelstahllegierungen	Seite 42
Abb. 4.3	Vergleich von Dehnungen zwischen Alloy 800HT und 803	Seite 43
Abb. 4.4	Therm. Eigenschaften der Legierung Alloy 800HT in Abhängigkeit der Temperatur	Seite 44
Abb. 4.5	Mechanische Eigenschaften von Alloy 800HT	Seite 44
Abb. 4.6	Temperaturabhängige mechanische Eigenschaften der CM186LC Legierung	Seite 46
Abb. 4.7	Zeitstandfestigkeit der Legierung CM186LC bei verschiedenen Temperaturen	Seite 46
Abb. 4.8	Schematischer Ablauf der Herstellung von Glasflakes	Seite 47
Abb. 4.9	Übersicht über die Anlage zur Glasflake Herstellung	Seite 48
Abb. 4.10	Schema-Zeichnung der Glasschmelzanlage an der Uni Bayreuth	Seite 49
Abb. 4.11	Zusammenhang von Schmelztemperatur und Prozessdaten	Seite 51
Abb. 4.12	Schematische Darstellung des Rotationsflakers	Seite 52
Abb. 4.13	Ein typischer Verlauf der Wannentemperatur: Aufheizen und Abkühlen	Seite 55
Abb. 4.14	Rotationsflaker im Einsatz: freier Glasstrang fließt in den Zerstäuber hinein	Seite 55
Abb. 4.15	In der Siebanalyse verwendeten Fraktionen	Seite 57

Abb. 4.16	Kontinuierliche Darstellung von Partikeldickenverteilung	Seite 59
Abb. 5.1	Übergangszahl 1.77 von einer Faden- zu einer Lamellenbildung	Seite 61
Abb. 5.2	Die Zerstäubung der Modellflüssigkeit D1000 bei 4000 rpm	Seite 62
Abb. 5.3	Die berechneten $Z^{0.167}$ - und $V \cdot We^{0.6}$ -Werte für die Modellversuche	Seite 63
Abb. 5.4	Berechneten $Z^{0.167}$ - und $V \cdot We^{0.6}$ -Werte für die Glasschmelze	Seite 63
Abb. 5.5	Die zeitliche Entwicklung der Glasschmelze im Zerstäuber	Seite 65
Abb. 5.6	Die Dicke der Glasschmelze in dem Zerstäuber entlang der inneren Oberfläche	Seite 66
Abb. 5.7	Das Geschwindigkeitsfeld der Strömung von Glasschmelze und Luft im Zerstäuber	Seite 66
Abb. 5.8	Glasfilmdicke am Zerstäuberrand in Abhängigkeit von Drehzahl und Glasdurchsatz	Seite 67
Abb. 5.9	Glasfilmdicke am Zerstäuberrand in Abh. von Glastemperatur und Neigungswinkel	Seite 68
Abb. 5.10	Berechnete Glasfilmdicke bei verschiedenen Glastemperaturen und Drehzahlen	Seite 69
Abb. 5.11	Berechnete Glasfilmdicke für $\omega = 10\,000$ rpm bei verschiedenen Parameter	Seite 69
Abb. 5.12	Berechnete Glasfilmdicke unter Berücksichtigung der Abkühlung	Seite 70
Abb. 5.13	Berechnete Glasfilmdicke bei verschiedenen Zerstäuberdrehzahlen und Temperaturen	Seite 71
Abb. 5.14a	Berechnete Glasfilmdicke in Abhängigkeit der Luftgeschwindigkeit im Rotationsflaker	Seite 71
Abb. 5.14b	Gesamtwärmeverlust der Glasschmelze außerhalb des Zerstäubers	Seite 71
Abb. 5.15	Änderung der Glasfilmdicke mit der Änderung der Prozessparameter um ± 20	Seite 73
Abb. 5.16	Für die mechanische Simulation verwendete Zerstäubergeometrien und Materialien	Seite 73
Abb. 5.17	Berechnete von Mises-Spannungen an dem Zerstäuber mit Standardgeometrie	Seite 74
Abb. 5.18	Berechnete von Mises-Spannungen an dem Zerstäuber mit modifizierter Geometrie	Seite 75
Abb. 5.19	Maximale Spannungen in dem Bauteil in Anhängigkeit von der Drehzahl	Seite 75
Abb. 5.20	Berechnete Aufweitungen in dem Zerstäuber mit einer Standard-Geometrie	Seite 76
Abb. 5.21	Berechnete Aufweitungen in dem Zerstäuber mit einer modifizierten Geometrie	Seite 76
Abb. 5.22	Maximale Aufweitungen in dem Bauteil in Anhängigkeit von der Drehzahl	Seite 77
Abb. 5.23	2-stufige Wärmebehandlung zur Ausscheidungshärtung der CM186LC Legierung	Seite 78
Abb. 5.24	Elektronenmikroskopische Aufnahmen der Legierung im wärmebehandelten Zustand	Seite 78
Abb. 5.25	Röntgenaufnahme des Zerstäubers aus CM186LC	Seite 79
Abb. 5.26	Berechnete Aufweitungen in dem Zerstäuber mit der modifizierten Geometrie	Seite 80
Abb. 5.27	Maximale Spannungen in dem Bauteil aus CM186LC in Abh. von der Drehzahl	Seite 80
Abb. 5.28	Berechnete Aufweitungen in dem Zerstäuber mit einer modifizierten Geometrie	Seite 81
Abb. 5.29	Maximale Aufweitungen in dem Bauteil aus CM186LC in Abh. von der Drehzahl	Seite 82
Abb. 5.30a	Die gemessene Temperatur des Zerstäubers (4000 rpm) in Abhängigkeit der Zeit	Seite 83
Abb. 5.30b	Die gemessenen Temperaturen an den drei Punkten auf der Zerstäuberoberfläche	Seite 83
Abb. 5.31a	Temperaturverteilung am Querschnitt der Brennerflammenbeheizung	Seite 84
Abb. 5.31b	Temperaturverlauf entlang der Innenkontur des Zerstäubers	Seite 84
Abb. 5.32	Wärmeübergangskoeffizienten an den Randbedingungen	Seite 85
Abb. 5.33a	Temperaturverteilung infolge einer Induktionserwärmung in dem Zerstäuber	Seite 86
Abb. 5.33b	Temperaturverlauf entlang der Hälfte der inneren Profillänge	Seite 86
Abb. 5.34a	Temperaturverteilung Induktor mit drei Windungen im Äußeren des Zerstäubers	Seite 86
Abb. 5.34b	Temperaturverlauf entlang der Hälfte der inneren Profillänge	Seite 86
Abb. 5.35a	Temperaturverteilung: Induktor mit 5 Windungen im Äußeren des Zerstäubers	Seite 88
Abb. 5.35b	Temperaturverlauf entlang der Hälfte der inneren Profillänge für 3, 4 und 5 Windungen	Seite 88
Abb. 5.36a	Temperaturverteilung: Induktor mit 3 Windungen im Äußeren des Zerstäubers	Seite 89
Abb. 5.36b	Temperaturverlauf entlang der Hälfte der inneren Profillänge für 3 Windungen	Seite 89

Anhang

Abb. 5.37a	Temperaturverteilung an dem 2D-Querschnitt des Zerstäubers mit Isolierungsschicht	Seite 90
Abb. 5.37b	Berechnete Temperatur entlang der Innenkontur des Zerstäubers	Seite 90
Abb. 5.38a	Temperaturverteilung an dem 2D-Querschnitt des Zerstäubers mit Isolierungsschicht	Seite 90
Abb. 5.38b	Berechnete Temperatur entlang der Innenkontur des Zerstäubers	Seite 90
Abb. 5.39a	Temperaturverteilung an dem 2D-Querschnitt des Zerstäubers mit Isolierungsschicht	Seite 91
Abb. 5.39b	Berechnete Temperatur entlang der Innenkontur des Zerstäubers	Seite 91
Abb. 5.40	Querschnitt des keramischen Tiegels mit Glas und Feuerfeststein	Seite 92
Abb. 5.41	Dickenverteilung der Glasflakes bei drei verschiedenen Durchsätzen der Glasschmelze	Seite 93
Abb. 5.42	Dickenverteilung der Glasflakes bei zwei verschiedenen Temperaturen der Glasschmelze	Seite 94
Abb. 5.43a	Dickenverteilung der Glasflakes bei einer kontinuierlichen Glaszufuhr	Seite 94
Abb. 5.43b	Dickenverteilung der Glasflakes bei einer diskontinuierlichen Glaszufuhr	Seite 94
Abb. 5.44	Dickenverteilung der Glasschmelze bei 6000 rpm	Seite 95
Abb. 5.45	Dickenverteilung der Glasschmelze bei 10000 rpm	Seite 95
Abb. 5.46	Dickenverteilung der Glasflakes für unterschiedliche Gläser	Seite 96
Abb. 6.1	Ermittelte Dichte der Glasschmelze und Luft bei $t=3.5$ s bei 10 000 rpm	Seite 97
Abb. 6.2	Zusammenhang zwischen dem Glasdurchsatz und der Glastemperatur	Seite 99
Abb. 6.3	Temperatur der inneren Oberfläche des Zerstäubers bei der Herstellung von Glasflakes	Seite 100
Abb. 6.4	Zusammenhang zwischen dem Glasdurchsatz und der Zerstäubertemperatur	Seite 100
Abb. 6.5	REM-Aufnahme des Querschnitts von Glasflakes (Versuch V3)	Seite 101
Abb. 6.6	REM-Aufnahme des Querschnitts der gewölbten und der verzweigten Glasflakes	Seite 102
Abb. 6.7	Gemessene Viskosität für E-Glas im Vergleich zu den berechneten Werten	Seite 103
Abb. 9.1	Die Zerstäubung der Modellflüssigkeit D100 bei unterschiedlichen Drehzahlen	Seite 120
Abb. 9.2	Die Zerstäubung der Modellflüssigkeit D350 bei unterschiedlichen Drehzahlen	Seite 121
Abb. 9.3	Simulationsflüssigkeit Silo D1000 bei verschiedenen Drehzahlen	Seite 122
Abb. 9.4	Rechenschritte zur Bestimmung der Glasfilmdicke bei Abkühlung	Seite 123

9.4 Tabellenverzeichnis

Tabelle 2.1	Strahlungskonstante	Seite 21
Tabelle 3.1	Die Eigenschaften für die Zerstäubung verwendeter Fluide	Seite 26
Tabelle 3.2	Die Eigenschaften der verwendeten Silikonöle	Seite 26
Tabelle 4.1	Die chemische Zusammensetzung der verwendeten Silikat-Gläser	Seite 40
Tabelle 4.2	Chemische Zusammensetzung von Alloy 800HT	Seite 43
Tabelle 4.3	Chemische Zusammensetzung der CM186LC Ni-Basis-Superlegierung	Seite 45
Tabelle 4.4	Überblick über die wichtigsten Anlagenbestandteile der Kompaktschmelzanlage	Seite 49
Tabelle 4.5	Zusammensetzung der ZAC 1711 Feuerfeststein	Seite 50
Tabelle 4.6	Überblick über die wichtigsten Anlagenbestandteile des Rotationsflakers	Seite 52
Tabelle 4.7	Die Absaugsysteme und Prozesseigenschaften	Seite 53
Tabelle 4.8	Die variablen Parameter bei der Versuchsdurchführung	Seite 56
Tabelle 5.1	Die Desintegrationsmechanismen für Modellflüssigkeiten	Seite 62
Tabelle 5.2	Berechnete und experimentell bestimmte Flakedicken (d_{50}) für das Glas 11	Seite 72
Tabelle 5.3	Gemessene Mikrohärtigkeit der ausscheidungsgehärteten CM186LC Probe	Seite 79
Tabelle 5.4	Vergleich der realen T_g mit den simulierten Temperaturen im Zerstäuberinneren T_b	Seite 84
Tabelle 5.5	Ergebnisse der Untersuchung zur Kristallisationsneigung der Gläser	Seite 92
Tabelle 6.1	Gemessenen Daten zur Fehlerabschätzung.	Seite 102
Tabelle 9.1	Die Ablösungsform und Übergangszahl Ψ für die Silikonöle	Seite 118
Tabelle 9.2	Liste der durchgeführten experimentellen Versuche	Seite 119

9.5 Tabellen und Bilder

Tabelle 9.1: Die Ablösungsform und Übergangszahl Ψ für die Silikonöle bei unterschiedlichen Drehzahlen

Versuche Silikonöl / Drehzahl	Flüssigkeitsform	Ψ
D100 / 4000 rpm	Faden	7.4
D100 / 6000 rpm	Übergang Faden/Lamelle	12.1
D100 / 8000 rpm	Lamelle	17.0
D100 / 10 000 rpm	Lamelle	22.3
D350 / 4000 rpm	Faden	9.1
D350 / 6000 rpm	Übergang Faden/Lamelle	14.9
D350 / 8000 rpm	Lamelle	21.0
D350 / 10 000 rpm	Lamelle	27.4
D1000 / 4000 rpm	Übergang Faden/Lamelle	14.5
D1000 / 6000 rpm	Lamelle	23.6
D1000 / 8000 rpm	Lamelle	33.3
D1000 / 10 000 rpm	Lamelle	43.6

Tabelle 9.2: Liste der durchgeführten experimentellen Versuche mit Versuchsparametern und Ergebnissen für zwei Fraktionen

Versuch	Rotation [rpm]	Durchsatz [kg/d]	Glassorte	Glastemperatur [°C]	Zerstäuber-temperatur [°C]	Glaszufuhr	Schnittfrequenz [1/Min.]	d_{50} ($x_0 < 125$)	d_{50} ($x_0 > 125$)
V1	3 700	200	Glas11	1035	k.A.	kont.	-	8.2	18.8
V2	3 700	147	Glas11	1050	k.A.	kont.	-	13.6	32.3
V3	3 700	107	Glas11	1045	k.A.	kont.	-	14.5	47.6
V4	3 700	237	Glas11	1050	k.A.	kont.	-	10.7	21.6
V5	3 700	239	Glas11	1079	k.A.	kont.	-	6.1	10.7
V6	4 000	337	Glas11	1132	853	kont.	-	5.6	8.8
V7	6 000	396	Glas11	1147	818	kont.	-	3.8	5
V8	4 000	266	Glas11	1200	k.A.	disk.	100	2.9	5.2
V9	10 000	230	Glas11	1166	k.A.	disk.	100	2.4	4.4
V10	6 000	216	Glas11	1156	788	disk.	100	1.6	4.6
V11	6 000	288	Glas11	1115	843	kont.	-	3.3	6.5
V12	10 000	700	Glas11	1232	937	kont.	-	1.8	2.5
V13	10 000	511	Glas11	1196	975	disk.	100	1.5	1.5
V14	12 000	633	Glas11	1140	996	disk.	100	0.6	0.7
V15	10 000	439	Glas4	1264	895	disk.	100	1.9	5.8
V16	10 000	319	Glas13	1235	k.A.	kont.	-	3.4	3.7

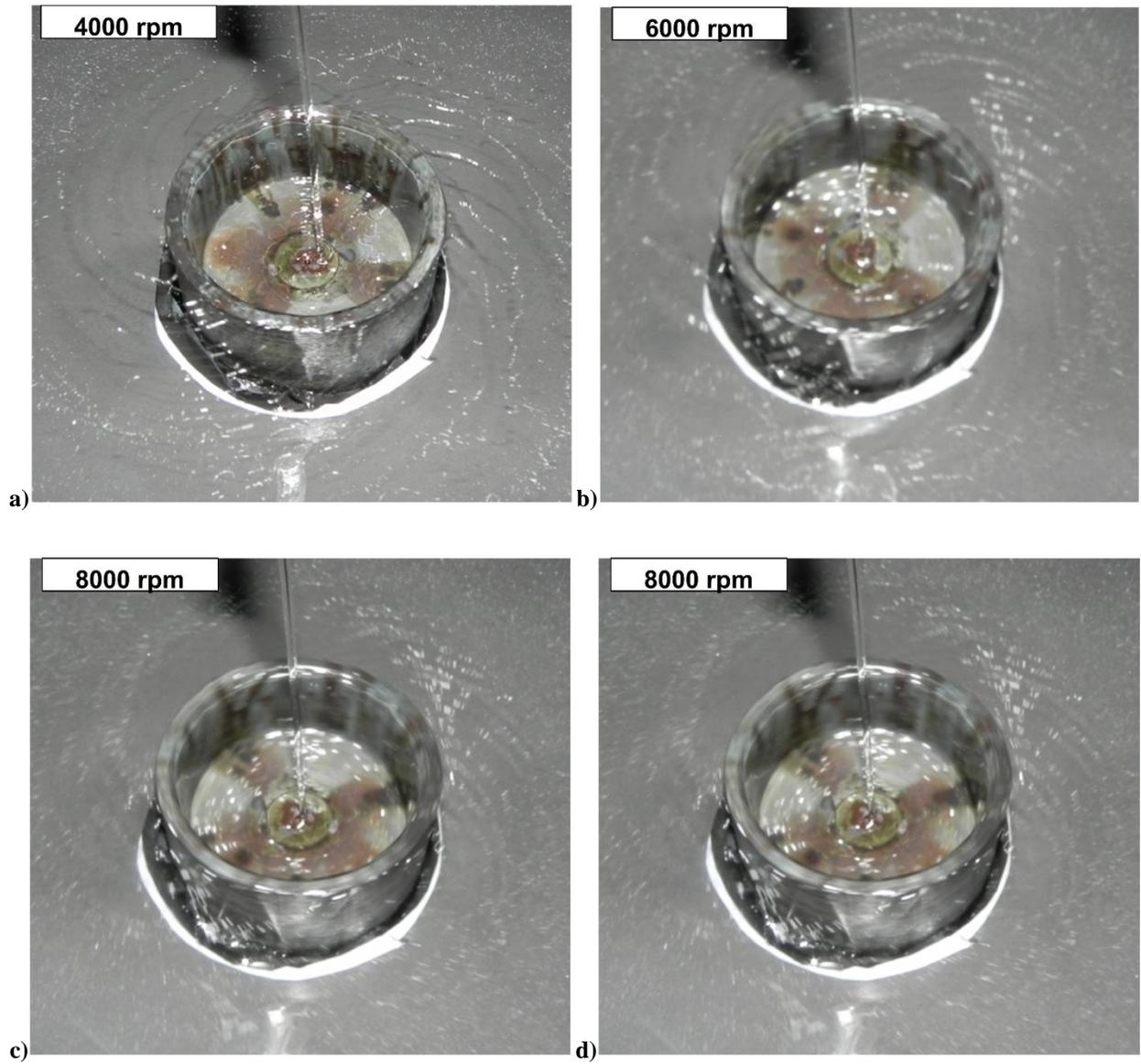


Abbildung 9.1: Die Zerstäubung der Modellflüssigkeit D100 bei Drehzahlen 4000 rpm, 6000 rpm, 8000 rpm und 10 000 rpm

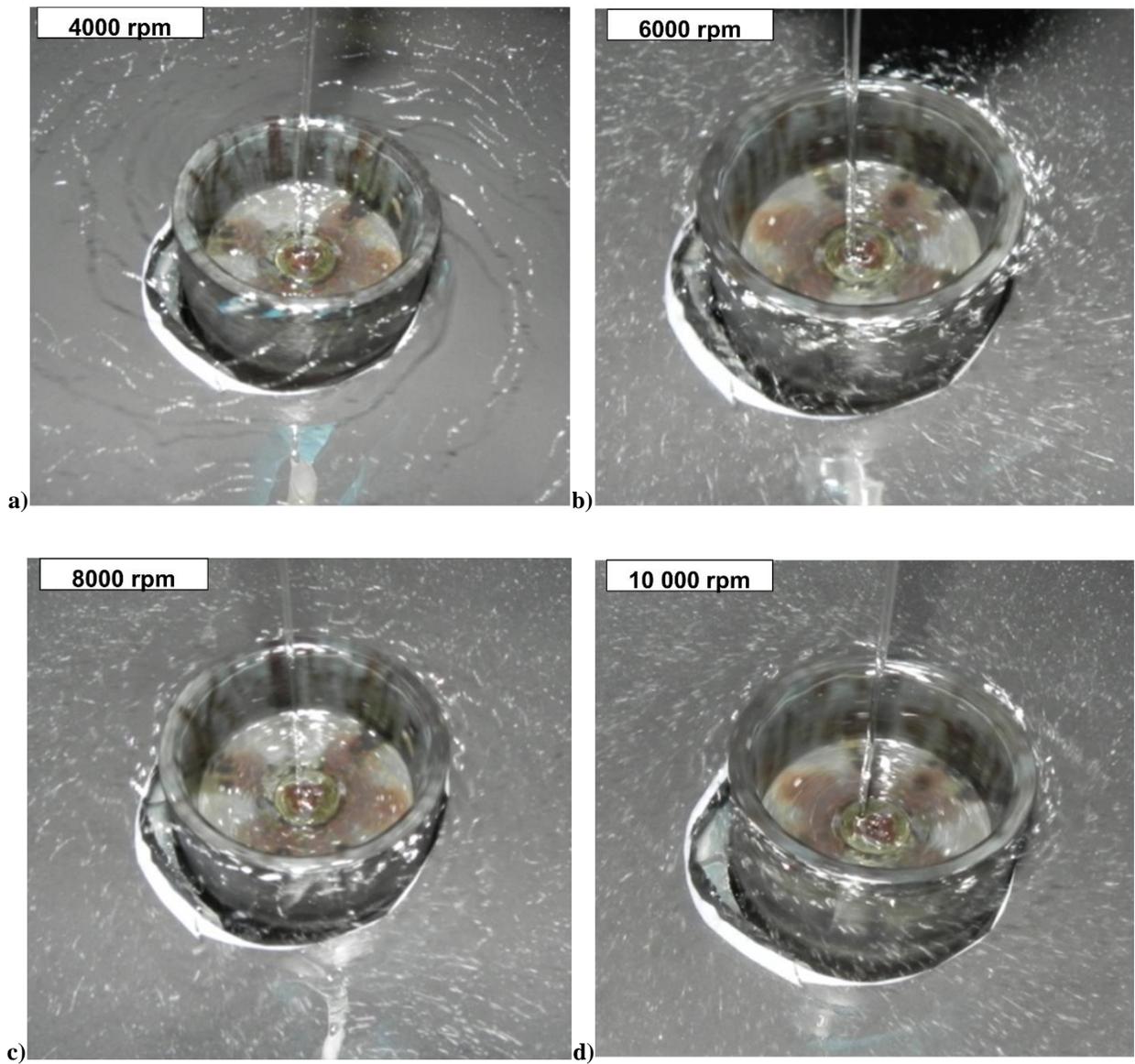


Abbildung 9.2: Die Zerstäubung der Modellflüssigkeit D350 bei Drehzahlen 4000 rpm, 6000 rpm, 8000 rpm und 10 000 rpm

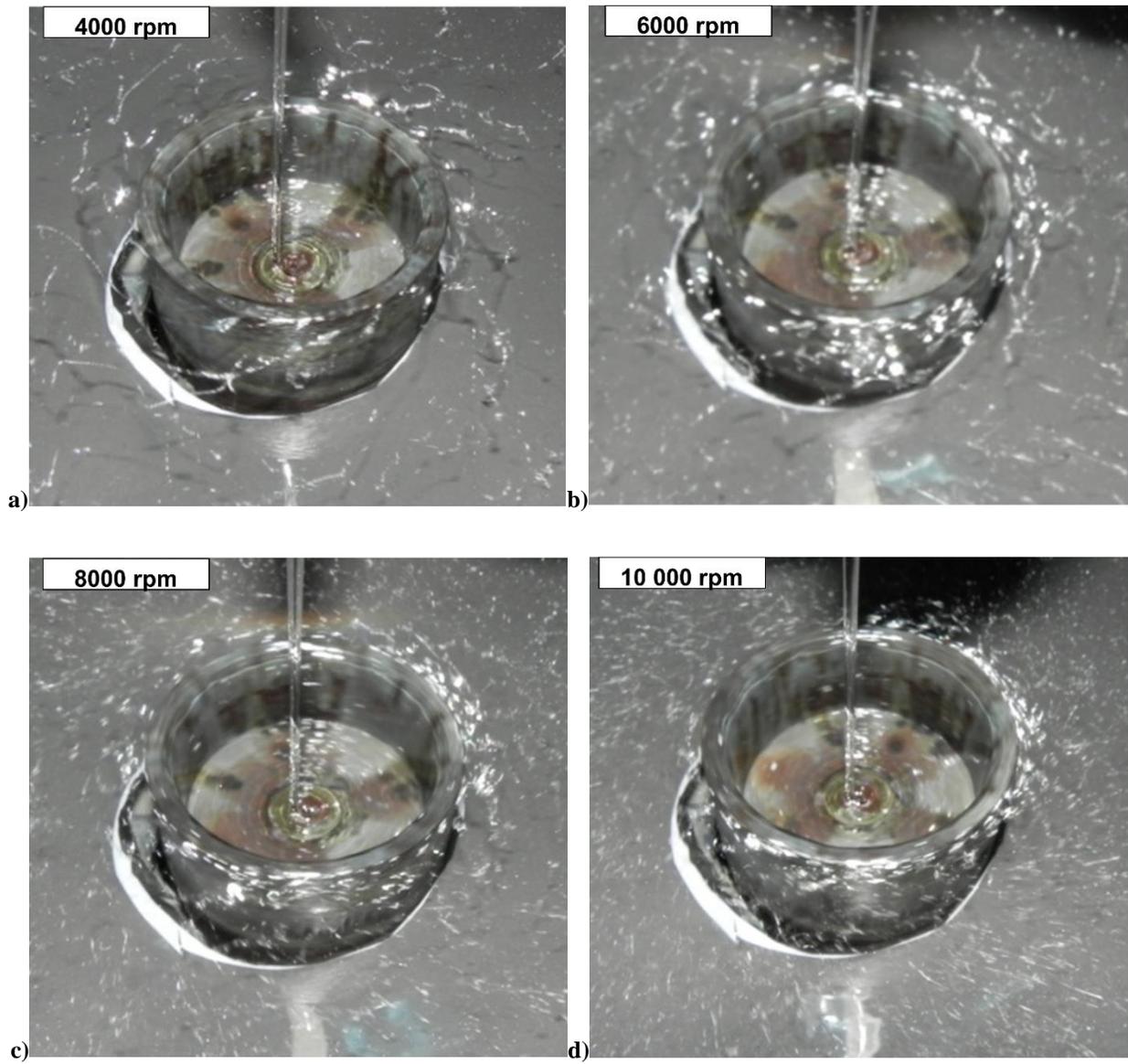


Abbildung 9.3: Die Zerstäubung der Modellflüssigkeit D1000 bei Drehzahlen 4000 rpm, 6000 rpm, 8000 rpm und 10 000 rpm

9.6 Algorithmus des Matlab-Codes zur Berechnung der Glasfilmdicke

Rechenschritte zur Berechnung der Glasfilmdicke mit Berücksichtigung der Abkühlung des Glasfilms. Die Berechnung der Abkühlung enthält die konvektive Abkühlung sowie die Abkühlung durch Strahlung.

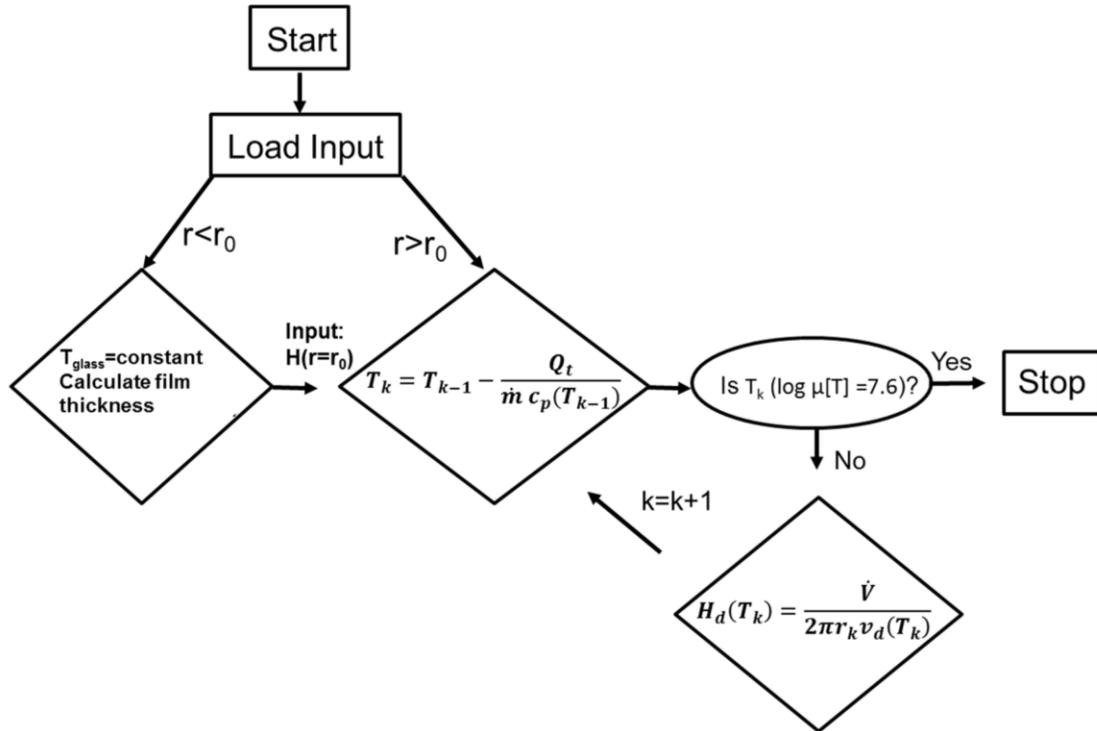


Abbildung 9.4: Rechenschritte zur Bestimmung der Glasfilmdicke unter Berücksichtigung der Abkühlung

9.7 Veröffentlichungliste

1. C.H. Konrad, M. Brunner, K. Kyrgyzbaev, R. Völkl, U. Glatzel. Determination of heat transfer coefficient and ceramic mold material parameters for alloy IN738LC investment castings. *Journal of Materials Processing Technology*, Volume 211, Issue 2, 1 February 2011, pp. 181-186.
2. K Kyrgyzbaev, A. Rosin, T. Gerdes, M. Willert-Porada. Influence of Temperature on the Thickness of Ultra-Thin Glass Films. Abstracts 11th ESG Conference & 86th Annual Meeting of the DGG, June 2012.
3. T. Gerdes; K. Kyrgyzbaev; M. Willert-Porada. In-Situ purification of waste glass during the re-melting process. Abstracts 90. Glastechnische Tagung, June 2016.
4. K. Kyrgyzbaev; M. Willert-Porada, A. Saberi; T. Gerdes. Development and Characterization of Cu and Sn doped Glass for Luminescent Down Conversion. Abstracts 90. Glastechnische Tagung, June 2016.
5. K. Kyrgyzbaev, A. Rosin, M. Willert-Porada. Influence of temperature on the thickness of ultrathin particulate glass platelets. *European Journal of Glass Science and Technology Part A*, Volume 57, Number 3, June 2016, pp. 95-100(6)

10 Literaturverzeichnis

- [1] Duden (Hrsg.): *Das grosse Wörterbuch der deutschen Sprache. Einl-Geld. 3. völlig neu bearb. und erw. Aufl.* Mannheim: Dudenverlag 1999. ISBN 978-3411047635
- [2] McColm, I. J.: *Dictionary of Ceramic Science and Engineering.* Dordrecht: Springer Netherlands 2013, S.185, 208. ISBN 978-94-007-0915-7
- [3] Ciullo, P. A. (Hrsg.): *Industrial Minerals and Their Uses. A Handbook and Formulary.* Westwood, N.J: Noyes Publications 1996, S.135. ISBN 0-8155-1408-5
- [4] Schwartz, M. M.: *Encyclopedia of Materials, Parts, and Finishes.* Boca Raton: CRC Press 2002, S.41, 421. ISBN 1-56676-661-3
- [5] Kogel, J. E., Trivedi, N. C., Barker, J. M.,Krukowski, S. T. (Hrsg.): *Industrial Minerals & Rocks. Commodities, Markets, and Uses. 7th ed.* Littleton, Colo: Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. 2006, S.1307. ISBN 9780873352338
- [6] NIIR Board of Consultants & Engineers (Hrsg.): *The Complete Technology Book on Expanded Plastics, Polyurethane, Polyamide and Polyester Fibres.* Delhi: Asia Pacific Business Press Inc. 2006. ISBN 81-7833-001-6
- [7] Pfeifer, M.: *Materials Enabled Designs. The Materials Engineering Perspective to Product Design and Manufacturing.* Oxford: Butterworth-Heinemann 2009, S.105. ISBN 9780750682879
- [8] Xanthos, M. (Hrsg.): *Functional Fillers for Plastic.* Weinheim: Wiley-VCH 2005. ISBN 9783527310548
- [9] Xanthos, M.: *Mica Flakes.* In: Xanthos, M. (Hrsg.): *Functional Fillers for Plastic.* Weinheim: Wiley-VCH 2005. ISBN9783527310548
- [10] Schlanz W. John,Tanner Jr. James T: *Mica.* In: Kogel, J. E., Trivedi, N. C., Barker, J. M.,Krukowski, S. T. (Hrsg.): *Industrial Minerals & Rocks. Commodities, Markets, and Uses.* Littleton, Colo: Society for Mining, Metallurgy, and Exploration, Inc. 2006. ISBN9780873352338
- [11] Wheeler, I.: *Metallic Pigments in Polymers.* Shawbury, U.K: Rapra Technology Ltd. 1999. ISBN 1859571662
- [12] Klein, G. A.: *Industrial Color Physics.* Springer series in optical sciences, Bd. 154. New York: Springer 2010. ISBN 9781441911964
- [13] Neikov, O. D., Naboychenko, S. S., Murashova Irina V., Gopienko Victor G., Frischberg Irina V., Lotsko, D. V.: *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders. Technologies and Applications.* Oxford, UK, New York, NY: Elsevier 2009. ISBN 781856174220
- [14] Booz, D. A.: *Metal Flake Production,* US40650660. 27.12.1977

-
- [15] Faulkner, E. B., Schwartz, R. J. (Hrsg.): *High Performance Pigments*. 2nd, completely rev. and extended ed. Weinheim: Wiley-VCH 2009. ISBN 978-3-527-31405-8
- [16] Smith, H. M. (Hrsg.): *High Performance Pigments*. Weinheim: Wiley-VCH 2002. ISBN 3527302042
- [17] Wißling, P.: *Metallic Effect Pigments. Fundamentals and Applications*. European coatings literature. Hannover: Vincentz Network 2006. ISBN 3878701713
- [18] Mukhopadhyay, M.: *Mechanics of Composite Materials and Structures*. Hyderabad: Universities Press 2004. ISBN 81 7371 477 0
- [19] Leygraf, C., Wallinder, O. I., Tidblad, J., Graedel, T. E.: *Atmospheric Corrosion*. Hoboken, New Jersey 2016. ISBN 9781118762271
- [20] Thomas, D. O., Terry, A. B.: *Apparatus for Cutting Polymer Flake*, US4009629 A. 01.03.1977
- [21] Irfan, M. H.: *Chemistry and Technology of Thermosetting Polymers in Construction Applications*. Dordrecht: Springer Netherlands 1998. ISBN 9789401060790
- [22] Watkinson, Charles, J: *Glass Flake - Not Just an Additive but an Extraordinary Performance Improver*. In: High performance fillers 2005. 1st International Conference Focusing on Fillers for Polymers. Shawbury, Shrewsbury: Rapra Technology 2005, Paper 20. ISBN1859575005
- [23] Watkinson, C. J., Elvidge, K. J. H.: *Method and Apparatus for Glass Flakes*, EP0289240 A1. 02.11.1988
- [24] Watkinson, Charles, J: *Glass Flake Pigments and Substrates*, CA2700076 A1. 26.03.2009
- [25] Watkinson, Charles, J: *Glass Flake. Extraordinary Performance Improver*. PCI Paints & Coatings Industry 31 (2015) 7
- [26] Watkinson, Charles, J: *Understanding and Use of Glass Flake*. PCI Paints & Coatings Industry 25 (2009) 3, S. 22–31
- [27] Bouti, A., Vu-Khanh, T., Fisa, B.: *Injection Molding of Glass Flake Reinforced Polypropylene: Flake Orientation and Stiffness*. Polymer Composites 10 (1989) 5, S. 352–359
- [28] Vu-Khanh, T.: *Toughness of Flake-Reinforced Polypropylene*. Journal of Thermoplastic Composite Materials 4 (1991) 1, S. 46–57
- [29] Nejatian, T., Johnson, A., van Noort, R.: *Reinforcement of Denture Base Resin*. Advances in Science and Technology 49 (2006), S. 124–129
- [30] Pajarito, B. B., Kubouchi, M., Aoki, S., Sakai, T.: *Effect of Flake Orientation Anisotropy on Aging and Durability of Glass/Epoxy Composites*. 18th International Conference on Composite Materials. Jeju Island, South Korea 2011

-
- [31] Yang, P. C., Lee, W. M.: *Fracture Mechanism Study of Flake Glass Filled RIM Urethane Systems*. Journal of Elastomers and Plastics 19 (1987) 2, S. 120–146
- [32] Vu-Khanh, T., Denault, J.: *Toughness of Reinforced Ductile Thermoplastics*. Journal of Composite Materials 26 (1992) 15, S. 2262–2277
- [33] Watkinson, Charles, J.: *Heavy Duty Glass Flake Coatings for Arduous Anti-Corrosion Service*. NACE, International Corrosion 2009 Conference & Expo. Atlanta, GA 2009
- [34] Katz, H. S., Ehrenreich, L.: *Glass Fillers*. In: Seymour, R. B. (Hrsg.): Additives for Plastics. New York: Academic Press 1978, S. 17–24. ISBN 978-0-12-637501-5
- [35] Bastiani, A.: *Practical Experience*. In: Smith, C., Siewert, T., Mishra, B., Olson, D., Lassiegné, A. (Hrsg.): Coatings for Corrosion Protection: Offshore Oil and Gas Operation Facilities, Marine Pipeline and Ship Structures. NIST Special Publication 1035. Biloxi, Mississippi 2004, S. 29–33
- [36] Greenwood-Sole, G.: *Recent Developments in Glassflake Technology*. In: Polymers in Aggressive and Corrosive Environments (PACE). Rapra Conference Proceedings. Shawbury: Rapra Technology 2004. ISBN 9781859574492
- [37] Greenwood-Sole, G.: *Glassflake Coatings for Corrosion Protection*. In: Khanna, A. S. (Hrsg.): High-performance Organic Coatings. Woodhead Publishing in materials. Cambridge: Woodhead Publishing Ltd. 2008, S. 201–210. ISBN 9781845692650
- [38] Khanna, A. S.: *Glassflake Epoxy: An Excellent System for Offshore Platforms Splash Zone*. In: SSPC 2005 Conference Proceedings. 2005
- [39] Pajarito, B. B., Kubouchi, M., Tomita, H., Aoki, S.: *Microstructural Dependency of Diffusion in Glass Flake-Reinforced Vinyl Ester Resins*. ASEAN Journal of Chemical Engineering 12 (2012) 1, S. 11–19
- [40] Thomas, N. L.: *The Barrier Properties of Paint Coatings*. Progress in Organic Coatings 19 (1991) 2, S. 101–121
- [41] Liu, H. W., Xie, K. F., Yang, Z. B., Dai, H. M.: *The Advantages of Basalt Glass Flake Coating for Marine Anticorrosion*. Advanced Materials Research 332-334 (2011), S. 1619–1622
- [42] Wang, G., Yang, J.: *Influences of Glass Flakes on Fire Protection and Water Resistance of Waterborne Intumescent Fire Resistive Coating for Steel Structure*. Progress in Organic Coatings 70 (2011) 2-3, S. 150–156
- [43] Pfaff, G.: *The History of Pearl Lustre Pigments*. In: Zorll, U. (Hrsg.): Special Effect Pigments. European coatings literature. Hannover: Vincentz 1998, S. 11–12. ISBN 3-87870-541-7

-
- [44] Pfaff, G. (Hrsg.): *Spezielle Effektpigmente. Grundlagen und Anwendungen*. Technologie des Beschichtens. 2., überarb. Aufl. Hannover: Vincentz Network 2007. ISBN 3-86630-895-7
- [45] Guo, Y., Du, S. G., Yan, J., Wang, B.: *Preparation and Characterization of TiO₂ Film on Glass Flake*. Key Engineering Materials 537 (2013), S. 220–223
- [46] Maile, F. J., Pfaff, G., Reynders, P.: *Effect Pigments—Past, Present and Future*. Progress in Organic Coatings 54 (2005) 3, S. 150–163
- [47] Higashide, F., Omata, K., Nozawa, Y., Yoshioka, H.: *Permeability to Oxygen of Poly(methyl methacrylate) Films Containing Silane-Treated Glass Flakes*. Journal of Polymer Science: Polymer Chemistry Edition 15 (1977) 8, S. 2019–2028
- [48] Slayter, G., Snow, H.: *Apparatus for Making Glass Film*, US2457785 A. 28.12.1948
- [49] Aclin, J. J., Klahs, L. J., Manemelt, F. E., Snyder, A. D.: *Development of Manufacturing Methods for Glass Flake Reinforced Plastics. Final Technical Engineering Report*, Ohio 1962
- [50] Ashgriz, N., Yarin, A. L.: *Capillary Instability of Free Liquid Jets*. In: Ashgriz, N. (Hrsg.): *Handbook of Atomization and Sprays. Theory and Applications*. New York: Springer 2011. ISBN 9781441972637
- [51] Le Bourhis, E.: *Glass. Mechanics and technology*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag 2008. ISBN 9783527315499
- [52] Schaeffer, H. A., Langfeld, R.: *Werkstoff Glas. Alter Werkstoff mit Großer Zukunft*. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag 2014. ISBN 978-3-642-37231-5
- [53] Weller, B., Härth, K., Tasche Silke, Unnewehr, S.: *Glass in Building. Principles, Applications, Examples*. Detail practice. Regensburg: Aumüller Druck 2009. ISBN 9783920034249
- [54] El-Meliegy, E., van Noort, R.: *Glasses and Glass Ceramics for Medical Applications*. New York, NY: Springer New York 2012. ISBN 978-1-4614-1227-4
- [55] Fanderlik, I.: *Silica Glass and Its Application*. Glass science and technology, v. 11. Amsterdam, New York: Elsevier 1991. ISBN 9780444987556
- [56] Vogel, W.: *Struktur und Kristallisation der Gläser*. Leipzig: Deutscher Verlag f. Grundstoffindustrie VEB 1971
- [57] Mortimer, R. G.: *Physical Chemistry*. Amsterdam, Boston: Academic Press/Elsevier 2008. ISBN 9780123706171
- [58] Vogel, W.: *Glass chemistry*. Berlin, New York: Springer-Verlag 1994. ISBN 3540575723
- [59] Varshneya, A. K.: *Fundamentals of Inorganic Glasses*. Boston: Academic Press 1994. ISBN 9780127149707

-
- [60] Teschner, R.: *Glasfasern*. Berlin Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg 2013. ISBN 978-3-642-38329-8
- [61] Loch, H., Krause, D. (Hrsg.): *Mathematical Simulation in Glass Technology*. Schott Series on Glass and Glass Ceramics, Science, Technology, and Applications, 1431-7907. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg 2002. ISBN 978-3-642-55966-2
- [62] McGraw, D. A.: *A Method for Determining Young's Modulus of Glass at Elevated Temperatures*. Journal of The American Ceramic Society 35 (1952) 1, S. 22–27
- [63] Shelby, J. E.: *Introduction to Glass Science and Technology*. Cambridge: Royal Society of Chemistry 2005. ISBN 978-0-85404-639-3
- [64] Serway, R. A., Jewett, J. W., Perroomian, V.: *Physics for Scientists and Engineers*. ISBN 978-1133954149
- [65] Trier, W.: *Glassschmelzöfen. Konstruktion und Betriebsverhalten*. Berlin, New York: Springer-Verlag 1984. ISBN 3540124942
- [66] Mazurin, O. V., Prokhorenko, O. A.: *Electrical Conductivity of Glass Melts*. In: Pye, D. L., Montenero, A., Joseph, I. (Hrsg.): *Properties of Glass Formation Melts*. Hoboken: CRC Press 2005. ISBN 1-57444-662-2
- [67] Stanek: *Electric melting of glass*. Glass science and technology, Bd. 1. Amsterdam u.a.: Elsevier 1977. ISBN 0-444-99813-6
- [68] Pye, D. L., Montenero, A., Joseph, I. (Hrsg.): *Properties of Glass Formation Melts*. Hoboken: CRC Press 2005. ISBN 1-57444-662-2
- [69] Prokhorenko, O. A.: *Radiative Thermal Conductivity of Melts*. In: Seward, T. P., Vascott, T. (Hrsg.): *High Temperature Glass Melt Property Database for Process Modeling*. Westerville, Ohio: American Ceramic Society 2005. ISBN 978-1-57498-225-1
- [70] Choudhary, M. K., Potter, R. M.: *Heat Transfer in Glass-Forming Melts*. In: Pye, D. L., Montenero, A., Joseph, I. (Hrsg.): *Properties of Glass Formation Melts*. Hoboken: CRC Press 2005. ISBN 1-57444-662-2
- [71] Hahn, U.: *Physik für Ingenieure*. München [u.a.]: Oldenbourg 2009. ISBN 978-3486275209
- [72] Howell, J. R., Siegel, R., Mengüç, M. P.: *Thermal Radiation Heat Transfer*. ISBN 978-1439805336
- [73] Dang-Cuong-Phan: *Optimierung Thermischer Prozesse bei der Glasproduktion durch Modellierung und Simulation*. Thermodynamik, Bd. 13. Berlin: Logos-Verl 2007. ISBN 9783832517731
- [74] Lentès, F. T., Siedow, N.: *Three-Dimensional Radiative Heat Transfer in Glass Cooling Processes*. Glastechnische Berichte - Glass Science and Technology 72 (1999), S. 188–196

-
- [75] Field, R. E., Viskanta, R.: *Measurement and Prediction of the Dynamic Temperature Distributions in Soda-Lime Glass Plates*. Journal of the American Ceramic Society 73 (1990) 7, S. 2047–2053
- [76] Hinze, J. O., Milbourn, H.: *Atomization of Liquids by Means of a Rotating Cup*. Journal of Applied Mechanics 17 (1950) 2, S. 145–153
- [77] COMSOL AB: *Chemical Engineering Module User's Guide. Version 3.5*, 2008
- [78] Kim, J.: *Phase-Field Models for Multi-Component Fluid Flows*. Communications in Computational Physics 12 (2012) 03, S. 613–661
- [79] COMSOL AB: *Chemical Engineering Module Model Library. Version 3.5*, 2008
- [80] Kumar, K. L.: *Engineering mechanics*. New Delhi, India: Tata McGraw-Hill 2003. ISBN 0070494738
- [81] Zhao, Y. Y.: *Analysis of Flow Development in Centrifugal Atomization: Part I. Film Thickness of a Fully Spreading Melt*. Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering 12 (2004) 5, S. 959–971
- [82] Lüdecke, C., Lüdecke, D.: *Thermodynamik. Physikalisch-chemische Grundlagen der thermischen Verfahrenstechnik*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg 2000, S.S. 39-49. ISBN 978-3-642-63100-9
- [83] Kraus, A. D.: *Basic Concepts*. In: Bejan, A., Kraus, A. D. (Hrsg.): *Heat Transfer Handbook*. New York: J. Wiley 2003. ISBN 978-0-471-39015-2
- [84] *Heat transfer and fluid flow data books*. ISBN 978-0931690020
- [85] *Multifunktionale Werkstoffe aus Glas für energieeffiziente Gebäudetechnologien. Laufzeit: 01.12.2009-30.11.2012 (3 Jahre)*. Bayreuth: Bayerischer Forschungsverbund FORGLAS c/o Lehrstuhl für Werkstoffverarbeitung, Univ 2011. ISBN 9783981416411
- [86] *Multifunktionale Werkstoffe aus Glas für energieeffiziente Gebäudetechnologien. Abschlussbericht FORGLAS ; Laufzeit: 1.12.09 - 30.11.12*. Bayreuth: FORGLAS 2012. ISBN 9783981416428
- [87] Rieg, F., Hackenschmidt, R., Alber-Laukant, B.: *Finite Elemente Analyse für Ingenieure*. München: Hanser 2012. ISBN 3446434690
- [88] Terock, M.: *Modelluntersuchungen an einem Rotationsflaker zur Ausbreitung dünner Fluidfilme und zu neuen Beheizungskonzepten*, Universität Bayreuth Studienarbeit. Bayreuth 2011
- [89] Chander, S., Ray, A.: *Heat Transfer Characteristics of Laminar Methane/Air Flame Impinging Normal to a Cylindrical Surface*. Experimental Thermal and Fluid Science 32 (2007), S. 707–721

-
- [90] Davies, J.: *Conduction and induction heating*. IEE power engineering series, Bd. 11. London, U.K: P. Peregrinus Ltd. on behalf of the Institution of Electrical Engineers 1990. ISBN 0863411746
- [91] Benkowsky, G.: *Induktionserwärmung. Härten, Glühen, Schmelzen, Löten, Schweißen ; Grundlagen und Praktische Anleitungen für Induktionserwärmungsverfahren, insbesondere auf dem Gebiet der Hochfrequenzerwärmung*. Berlin: Verl. Technik 1990. ISBN 3341008136
- [92] COMSOL AB: *AC/DC Module Model Library. Version 3.5*, 2008
- [93] Chari, M. V. K., Salon, S. J.: *Numerical Methods in Electromagnetism (Academic Press series in electromagnetism)*. Academic Press 2000
- [94] Davis, J. R. (Hrsg.): *ASM Materials Engineering Dictionary*. Ohio: ASM International 1992. ISBN 0871704471
- [95] Special Metals Corporation: *Incoloy Alloy 803. Publication Number SMC-033*, 2004
- [96] Special Metals Corporation: *Inconel Alloy 600. Publication Number SMC-027*, 2008
- [97] Dieter, G. E., Kuhn, H. A., Semiatin, S. L.: *Handbook of workability and process design*. Materials Park, OH: ASM International 2003. ISBN 0871707780
- [98] Cverna, F. (Hrsg.): *ASM ready reference*. ASM materials data series. Materials Park, Ohio: ASM International 2002. ISBN 978-0-87170-768-0
- [99] Schnaas, A., Grabke, H. J.: *Veränderung der Werkstoffeigenschaften austenitischer CrNiFe-Legierungen durch Aufkohlung*. Werkstoffe und Korrosion 29 (1978), S. 635–644
- [100] Valbruna Edel Inox GmbH: *Valbruna AN1 / Alloy 800 (H/HT) / 1.4876. Werkstoffdatenblatt*, 2014
- [101] Gobrecht, J.: *Werkstofftechnik Metalle*. Oldenbourg-Lehrbücher für Ingenieure. München: Oldenbourg 2001. ISBN 978-3486248036
- [102] Harris, K., Erickson, G. L., Sikkenga, S. L., Brenthall, W.D., Aurrecoechea, J.M., et al.: *Development of the Rhenium Containing Superalloys CMSX-4@ & CM186LC@ for Single Crystall Blade and Directionally Solidified Vane Applications in Advanced Turbine Engines* 1992
- [103] Strang, A., Banks, W. M., Conroy, R. D., McColvin, G., Neal, J. C., Simpson, S. (Hrsg.): *Parsons 2000 Advanced Materials for 21st Century Turbine and Power Plants. Development of new high strength corrosion resistant single crystal superalloys for industrial gas turbine applications*. London 2000
- [104] Lorenz, L.: *Parameterstudie zur Herstellung von Glasflakes mit einem Rotationsflaker*, Universität Bayreuth Studienarbeit. Bayreuth 2011

-
- [105] Martens, H.: *Recyclingtechnik. Fachbuch für Lehre und Praxis*. Heidelberg: Spektrum Akad. Verl 2011. ISBN 978-3-8274-2640-6
- [106] Rhodes, M. J.: *Principles of powder technology*. Chichester, England, New York: Wiley 1990. ISBN 0471924229
- [107] Kunz, B.: *Lexikon der Lebensmitteltechnologie*. Springer 2012. ISBN 9783642480553
- [108] Decker: *Maschinenelemente. Funktion, Gestaltung und Berechnung*. München: Hanser Verlag 2011. ISBN 978-3-446-42988-8
- [109] Jo, C. Y., Jones, N., Choe, S. J., Knowles, D.: *High Temperature Mechanical Properties and Creep Crack Initiation of DS CM186LC for Nozzle Guide Vane*. Metals and Materials 4 (1998) 5, S. 1017–1025
- [110] Kakehi, K., Fu, X., Latief, F. H.: *Influence of Surface Orientation on Oxidation Resistance of Ni-based Single Crystal Superalloy CM186LC at 1100°C in Air*. International Journal of Electrochemical Science 7 (2012), S. 7608–7618