

Diss. Nr. 3908

**Über den Einfluss der Herstellungsbedingungen
auf die physikalischen Eigenschaften
grobkeramischer Produkte**

ABHANDLUNG

zur Erlangung
der Würde eines Doktors der technischen Wissenschaften
der

EIDGENÖSSISCHEN TECHNISCHEN HOCHSCHULE
ZÜRICH

vorgelegt von

THOMAS GERSTER

dipl. Ing.-Chem. ETH
geboren am 19. April 1934
von Laufen (Kanton Bern)

Angenommen auf Antrag von
Prof. Dr. A. Guyer, Referent
P.-D. Dr. B. Böhlen, Korreferent

Juris Druck + Verlag Zürich
1967

ZUSAMMENFASSUNG

Da die Grobkeramik und mit ihr die gesamte Industrie der Steine und Erden erst in den letzten Jahren den Schritt von der Empirie zur wissenschaftlichen Forschung getan hat, ist über den Einfluss der Herstellungsbedingungen auf die technologischen Eigenschaften der Produkte sowie über die gegenseitige Abhängigkeit der die keramischen Stoffe charakterisierenden Kenngrößen sehr wenig bekannt.

Die vorliegende Arbeit verfolgte den Zweck, verschiedene Probleme, wie sie sich im Zusammenhang mit der Fabrikation grobkeramischer Stoffe im Betrieb der Tonwarenfabrik Laufen AG stellen, einer nähern wissenschaftlichen Prüfung zu unterziehen. Es wurde insbesondere angestrebt, den Einfluss verschiedener Herstellungsbedingungen wie Verformung, Trocknung und Brand auf die wichtigsten technologischen Eigenschaften, gegeben durch Frostwiderstandsfähigkeit, Druckfestigkeit, Porosität und Wasseraufnahme zu untersuchen.

Frostwiderstand, Druckfestigkeit und Wasseraufnahmefähigkeit wurden nach den Normen des Verbandes der Schweizerischen Ziegel- und Steinfabrikanten (VSZS) ermittelt. Hinsichtlich der Druckfestigkeitsmessung wurde untersucht, inwiefern es möglich ist, diese Kenngrösse anhand von normierten Segmenten von Normalsteinen zu ermitteln.

Die Bestimmung der Porositätswerte erfolgte mit Hilfe der Methode der Quecksilber-Druckpenetration.

Die Charakterisierung nicht homogener Stoffe wird dadurch erschwert, dass experimentell ermittelte Kennwerte zum Teil mit erheblichen Fehlern behaftet sind. Aus diesem Grunde wurde zuerst untersucht, welche Messwertstreuungen zu erwarten sind bei keramischen Produkten, die unter weitestgehend einheitlichen Bedingungen hergestellt wurden. Diese Messwertstreuungen gestatteten es, den Einfluss der Fabrikationsbedingungen auf die technologischen Eigenschaften der Produkte zu bewerten. Eine Relation zwischen den Streuungen von einheitlich und uneinheitlich hergestellten Produkten ermöglichte es weiter, den Einfluss uneinheitlicher Herstellungsbedingungen zu ermitteln. Die Untersuchungen führten im wesentlichen zu folgenden Erkenntnissen:

1. Eine erste Versuchsreihe befasste sich mit dem Einfluss der Verformungsbedingungen auf die technologischen Eigenschaften der Produkte. Den im Betrieb üblichen Verpressungsbedingungen (gegeben durch eine Dampfbehand-

lung entsprechend einer Massestemperatur von 40 - 42°C und Entlüftung unter einem Vakuum von ca. 80 Torr) wurde eine Masseverformung bei variabler Massestemperatur sowie mit und ohne Entlüftung gegenübergestellt.

- Es zeigte sich dabei, dass bei der Dampfverpressung eine erhöhte Massestemperatur den verpressten Formlingen einen grösseren Feuchtegehalt verleiht. Gleichzeitig erwiesen sich Frostwiderstand und Druckfestigkeit gegenüber den normal hergestellten Steinen als eindeutig erhöht, die Saugkraft dagegen als verringert. Eine Erhöhung der Massestemperatur hatte dagegen keine signifikante Änderung des Porenvolumens zur Folge. Die Dampfbehandlung führte zu einer geringfügigen Vergrößerung des mittleren Porendurchmessers. Die gegenseitige Abhängigkeit der einzelnen technologischen Eigenschaften erweist sich bei näherer Prüfung als sinnvoll, insbesondere wenn zusätzlich beachtet wird, dass bei Erhöhung der Verformungstemperatur eine wesentlich geringere Streuung für die einzelnen Messwerte festgestellt wird, was gleichbedeutend ist mit einer homogenen Struktur. Der Verbesserung dieser Eigenschaften steht allerdings eine geringere Masshaltigkeit nachteilig gegenüber.
- Als weitere Art der Verformung wurde der Einfluss der Vakuumverpressung untersucht. Die unter Vakuum besser gewährleistete Masseentlüftung weist bei kalten Massen nur geringfügige Auswirkungen auf die technologischen Eigenschaften auf, führt aber bei warmen Massen zu einer Erhöhung der Druckfestigkeit und des Frostwiderstandes. Entsprechend dazu verläuft eine Verkleinerung des Porenvolumens. Anhand eines Vergleichs der Messwertstreuungen konnte hingegen keine Verbesserung der Strukturhomogenität gegenüber Produkten erkannt werden, die ohne Vakuum hergestellt wurden.

2. Im weitern war es von Interesse, den Einfluss der Trocknungsbedingungen in einem Konvektionstrockner und in einer normalen Trocknungskammer auf die technologischen Eigenschaften der Produkte festzustellen.

- Die Untersuchungen führten zum Befund, dass im Konvektionstrockner mit beweglichem Ventilator die Trocknungslage praktisch keinen Einfluss auf Frostwiderstand, Druckfestigkeit, Porosität, spezifische Saugkraft und Wassergehalt hat. Dies bedeutet, dass der Trocknungsvorgang im Konvektionstrockner einen sehr ausgeglichenen und gleichmässigen Verlauf nimmt.

- In der normalen Trocknungskammer mit alternierender seitlicher Luftzu- und -wegführung wurde demgegenüber ein lageabhängiger Einfluss der Trocknung auf die erwähnten technologischen Eigenschaften gefunden. Ein deutlicher Trocknungseinfluss wurde für den Frostwiderstand und die spezifische Saugkraft insbesondere in vertikaler Richtung, für den Restwassergehalt in der Längs-, Quer- und Vertikalrichtung zugleich nachgewiesen. Die Druckfestigkeit zeigte für mittlere Lagen gegenüber den Randlagen optimale Werte. Hinsichtlich der Porosität, vor allem aber des Porenvolumens wurden nur geringfügige Unterschiede in den Messwerten festgestellt; ein eindeutiger Einfluss der Trocknungslage war damit nicht zu erkennen.

- Ein Vergleich der beiden Trocknungsarten zeigt, dass der Konvektionstrockner im Vergleich zur normalen Trocknungskammer Produkte mit besserem Frostwiderstand und geringfügig erhöhter Druckfestigkeit liefert. Die technologischen Eigenschaften werden aber auch durch die Dauer des Trocknungsvorganges zum Teil erheblich beeinflusst. Bezüglich der Wasseraufnahmefähigkeit ergibt sich mit zunehmender Trocknungsdauer für beide Trocknungssysteme eine ansteigende Tendenz. Sie erweist sich für die Konvektionstrocknung jedoch als wesentlich ausgeprägter denn für die Kammertrocknung. Eine mögliche Erklärung kann darin gefunden werden, dass der Trocknungsprozess in der normalen Kammer rascher verläuft als im Konvektionstrockner, was durch die entsprechenden Restwassergehalte bestätigt wird.

Währendem der Frostwiderstand und die Druckfestigkeit im Konvektionstrockner von der 3 Tage übersteigenden Trocknungsdauer unabhängig sind, erfährt der Frostwiderstand bei längerer Trocknung in der normalen Kammer eine Verringerung, die Druckfestigkeit dagegen eine Erhöhung. Bezüglich der Porenvolumina ergibt sich nach der Konvektionstrocknung eine abnehmende, nach normaler Trocknung hingegen eine ansteigende Tendenz.

3. Da der Brennprozess eine wichtige Fabrikationsphase bei der Herstellung keramischer Güter darstellt, wurde der Einfluss von Brennlage und Brenndauer in einem Tunnelofen auf die technologischen Eigenschaften der Produkte untersucht. Dabei wurden im wesentlichen folgende Erkenntnisse gewonnen:
- Hinsichtlich der Brennlage konnte ein geringer, aber deutlich erkennbarer Einfluss auf die technologischen Eigenschaften erkannt werden. Die Messer-

gebnisse für die drei Kenngrößen Frostwiderstand, Druckfestigkeit und Porenvolumen zeigten in Richtung der Kernzone eine gleichsinnige abnehmende Tendenz. Die spezifische Saugkraft zeigte demgegenüber eine Zunahme, währenddem das Wasseraufnahmevermögen kaum beeinflusst wurde.

- Da die Brenndauer den im Betrieb gegebenen Variationsmöglichkeiten angepasst werden musste, konnte die Brennzeit lediglich im Bereich von 8 bis 10 Stunden verändert werden. Es ist wohl dieser Tatsache zuzuschreiben, dass damit der Einfluss auf die technologischen Eigenschaften durchwegs sehr gering ausfiel, besonders wenn zusätzlich die durch den zeitlich veränderten Brennprozess bedingten Temperaturschwankungen und die dadurch erhöhten Messwertstreuungen für die Beurteilung in Berücksichtigung gezogen werden. Immerhin konnte festgestellt werden, dass eine kürzere Verweilzeit des Gutes in der Brennzone Frostwiderstand und Druckfestigkeit ungünstig beeinflusst.
4. Zu Vergleichszwecken sowie zur nähern Abklärung physikalischer Vorgänge beim Trocknen und Brennen wurden Proben im Laboratoriumsmaßstab unter genau definierten Bedingungen behandelt und untersucht.
- Für drei verschiedene Massen wurde der Wasserverlust in Abhängigkeit von der Trocknungs- und Brenntemperatur (100 bis 1000°C) bestimmt. Die Geschwindigkeit des Wasseraustrittes wies im Temperaturbereich von 450 bis 600°C durchwegs eine Verzögerung auf als Folge endothermer chemischer Umwandlungs-Reaktionen.
 - Porositätsmessungen führten weiter zum Befund, dass eine rasche Porenvolumen-Zunahme erst bei Temperaturen oberhalb der im Bereich von 500 bis 600°C zu erwartenden Umwandlungstemperatur einsetzt, eine Porenvergrößerung dagegen erst bei Temperaturen oberhalb 700°C zu beobachten ist. Auf Grund der Tatsache, dass bei Brenntemperaturen über 800°C eine Porenvolumen-Verminderung mit stetig anwachsender Porengröße eintritt, kann auf den Beginn von Sintervorgängen geschlossen werden.
 - Der Frostwiderstand wurde nach einem normierten Verfahren bestimmt. Prüfkörper werden dabei der Befrostung entweder in trockenem oder wassergetränktem Zustand ausgesetzt. Die Tränkung kann durch Lagerung in Wasser bei Normaldruck oder bei Unterdruck erfolgen. Bei Anwendung von Unterdruck zeigte sich, dass die Wasseraufnahme mit abnehmendem

Restdruck erhöht wurde, der Frostwiderstand aber in umgekehrtem Sinn dazu verlief, womit er sich als weitgehend abhängig vom Porenfüllungsgrad erwies. Eine Ausnahmeerscheinung ergab sich bei der Tränkung unter Normaldruck, indem der Frostwiderstand trotz hohem Porenfüllungsgrad entgegen den Erwartungen hohe Werte lieferte.

- Im Zusammenhang mit der Bestimmung des Frostwiderstandes war sodann von Interesse, inwieweit sich die Befrostung auf die übrigen technologischen Eigenschaften der Prüfkörper auswirkt. Dabei wurde festgestellt, dass mit zunehmender Anzahl Frost-Tauwechsel eine Verminderung der Druckfestigkeit sowie eine Erhöhung der Wasseraufnahmefähigkeit und des Porenvolumens eintrat, was auf ein Fortschreiten der Strukturdefekte zurückgeführt werden muss.