

TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN

Vienna University of Technology

DIPLOMARBEIT

Nachbearbeitung 3D-gedruckter keramischer Bauteile

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines Diplom-Ingenieurs
unter der Leitung von

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Jürgen Stampfl

E308

Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie
Bereich Nichtmetallische Werkstoffe

eingereicht an der Technischen Universität Wien

Fakultät für Maschinenwesen und Betriebswissenschaften

von

Lisa Maria Zebenholzer
0926262
Am Scheibenhang 8
3340 Waidhofen an der Ybbs

Wien, im Juli 2014

Lisa Maria Zebenholzer

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich all jenen danken, die durch ihre Unterstützung zum Gelingen meiner Diplomarbeit beigetragen haben. Allen voran danke ich meinem Betreuer Herrn Prof. Jürgen Stampfl. Weiteren Dank möchte ich Herrn Dr. Johannes Homa von Lithoz GmbH aussprechen, der mir durch die Bereitstellung von Maschinen und Materialien die Durchführung der Diplomarbeit ermöglichte.

Bedanken möchte ich mich auch bei Herrn Dr. Martin Schwentenwein und Herrn Manfred Spitzbart, die mir mit Rat und Tat zur Seite standen und meine Fragen, sowohl chemisch als auch maschinell ausführlichst beantworteten. Weiteren Dank möchte ich dem gesamten Team von Lithoz GmbH für das nette und humorvolle Arbeitsklima aussprechen. Bedanken möchte ich mich auch bei meinen Kollegen aus der Arbeitsgruppe, die mich organisatorisch tatkräftig unterstützten.

Zuletzt möchte ich mich noch bei all meinen Freunden und ganz besonders bei meiner Familie aus tiefstem Herzen bedanken.

Kurzbeschreibung

Die folgende Diplomarbeit beschäftigt sich mit der Nachbearbeitung 3D-gedruckter keramischer Bauteile. Um konstante Produktqualität sicherzustellen, werden alle auf den Prozess einwirkenden Einflussfaktoren analysiert. Dazu werden der Herstellprozess und die gesamte Nachbearbeitung der Grünkörper untersucht. Die Herstellung der Grünkörper beruht auf einem schlickerbasierenden Prozess. Als Ausgangsmaterialien werden Photomomere eingesetzt, die mit oxidkeramischen Füllstoffen, im speziellen Aluminiumoxid und Zirkonoxid, versetzt sind. Der flüssige Schlicker wird durch selektive Belichtung schichtweise ausgehärtet. Die auf diese Weise hergestellten keramischen Grünkörper müssen anschließend von anhaftendem Restschlicker gereinigt werden, um schlussendlich mit einem auf die Formulierung abgestimmten Temperaturprofil entbindert und gesintert zu werden.

Das Ziel dieser Arbeit war, einerseits durch geeignete Versuche ein optimales Reinigungsmittel für die jeweilige Schlickerformulierung zu finden. Durch diese selektive Auswahl des passenden Reinigungsmittels kann die Nachbearbeitung der Grünkörper maßgeblich verbessert und beschleunigt werden. Andererseits sollte der für die Herstellung keramischer Produkte notwendige Entbinder- und Sinterprozess genauer untersucht werden und ein optimiertes Temperaturprogramm zusammengestellt werden.

Abstract

The following master thesis deals with the post-processing of 3D-printed ceramic components. To guarantee a constant product quality, all factors of influence having an effect on the process are analysed. For this purpose the production process and the complete post-processing of the green bodies are examined. The production of the green parts relies on a slurry-based process on the basis of photopolymerisation. Photosensitive resins which are filled with ceramic particles on the basis of alumina and zirconia are used as basic materials. The liquid slurry is structured in a layer-by-layer manner by a mask exposure process. The ceramic green bodies which were built in this way must then be cleaned from the excess slurry. The following sintering process converts the green parts into the dense ceramic bodies.

This work had two major aims: one was finding an optimal cleaning agent for the respective slurry to improve and accelerate the post-processing of the green parts. The other was the development of an optimized debinding and sintering process by conducting thermo(mechanical) experiments on the green parts and implementing the obtained results.

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung.....	1
2.	Theoretische Grundlagen	2
2.1	Keramik	2
2.1.1	Silikatkeramik	3
2.1.2	Nichtoxidkeramik.....	3
2.1.3	Oxidkeramik.....	3
2.1.3.1	Aluminiumoxid	4
2.1.3.2	Zirkonoxid.....	4
2.1.4	Herstellverfahren.....	5
2.2	Generative Fertigungsverfahren.....	6
2.2.1	Grundprinzip der Generativen Fertigung	7
2.2.2	Herstellverfahren.....	9
2.2.3	Stereolithographie	9
2.2.4	DLP	10
2.2.5	CeraFab 7500.....	10
2.2.5.1	Lithography-based Ceramic Manufacturing (LCM)-Verfahren	12
2.3	Photopolymerisation	12
2.3.1	Radikalische Photopolymerisation	13
2.4	Schlickerkomponenten	14
2.4.1	Photomomere	14
3.	Generative Fertigung der Probekörper	16
3.1	Schlickerformulierungen.....	16
3.2	Schlickeraufbereitung	17
3.3	Job-files	18
3.3.1	Parameterauswahl.....	19
3.3.2	Baujobs	20
3.4	DLP Vor- und Nachbearbeitung	22
3.5	Parametersätze A3-MS13B.....	22
3.6	Parametersätze Z2-MS31.....	26
4.	Postprocessing – Bauteilreinigung	29
4.1	Auswahl der Reinigungsmittel	29

4.2	Verträglichkeitsversuch Monomer und Reinigungsmittel.....	29
4.2.1	Auswertung Organik MS13B.....	30
4.2.2	Auswertung Organik MS31.....	30
4.3	Verträglichkeitsversuch Polymer und Reinigungsmittel.....	30
4.3.1	Ergebnisse Reinigungsmittel - Organik Kompatibilität MS13B	31
4.3.2	Ergebnisse Reinigungsmittel - Organik Kompatibilität MS31.....	33
4.4	Reinigungsverfahren.....	35
4.4.1	Druckluft.....	36
4.4.2	Reinigungsmittel.....	36
4.5	Ergebnisse der Reinigungsmittleignung für A3-MS13B.....	37
4.5.1	1.Versuchsserie – Selektion der Reinigungsmittel	37
4.5.2	2.Versuchsserie – Variation der Geometrie	43
4.5.3	3.Versuchsserie – Variation der Belichtungs-dosis.....	43
4.5.4	4.Versuchsserie – Variation des Schlickers.....	44
4.5.5	5.Versuchsserie – Variation der Temperatur	45
4.5.6	6.Versuchsserie – Feststellung der Reinigungsleistung	45
4.5.7	7.Versuchsserie – mechanische Tests	47
4.6	Ergebnisse der Reinigungsmittleignung für Z2-MS31	47
4.6.1	1.Versuchsserie – Verschiedene Geometrien	48
4.6.2	2.Versuchsserie – Mechanische und thermische Tests.....	55
5.	Temperaturbehandlung	57
5.1	Entbindern und Sintern.....	57
5.2	Entbinder- und Sinterprogramme	58
5.2.1	Thermische Prozessierung A3-MS13B.....	59
5.2.2	Thermische Prozessierung Z2-MS31	61
5.3	Sinterergebnisse	62
5.3.1	Einflussparameter auf das Sinterergebnis A3-MS13B.....	63
5.3.2	Einflussparameter auf das Sinterergebnis Z2-MS31	66
5.3.3	Dichtebestimmung	67
5.3.3.1	Dichtewerte A3-MS13B.....	68
5.3.3.2	Dichtewerte Z2-MS31	69
5.4	Thermische Analyse	69
5.4.1	Thermogravimetrische Analyse.....	69

5.4.2	Dynamische Differenz-Kalorimetrie	70
5.4.2.1	Ergebnisse A3-MS13B	70
5.4.3	Thermomechanische Analyse.....	72
5.4.3.1	Auswertung A3-MS13B	72
5.4.3.2	Auswertung A3-MS31	76
6.	Zusammenfassung und Diskussion.....	79
6.1	Ergebnisse A3-MS13B	79
6.2	Ergebnisse Z2-MS31.....	81
6.3	Ausblick.....	82
7.	ANHANG	83
8.	Tabellenverzeichnis	111
9.	Abbildungsverzeichnis	114
10.	Literaturverzeichnis.....	117

1. Einleitung

Keramische Materialien spielen eine wesentliche Rolle im täglichen Leben sowie in einer beträchtlichen Anzahl technologischer Prozesse [1]. Dies kann durch ihre besonderen Eigenschaften erklärt werden, durch welche sie sich deutlich von anderen Materialklassen abgrenzen. Dazu zählt die enorme Hitzebeständigkeit bis zu Temperaturen von über 2000°C oder ihre Korrosionsbeständigkeit. Daneben weisen sie eine sehr hohe Härte und Steifigkeit auf und besitzen eine außergewöhnliche Verschleißfestigkeit [2].

Die Produktion von keramischen Einzelbauteilen oder kleinen Serienfertigungen ist mit hohen Kosten und großem Aufwand in der Fertigung und Entwicklung verbunden, was den Einsatz solcher Bauteile in einem breiten Anwendungsgebiet stark limitiert [3]. Darüber hinaus ist die erzielbare geometrische Komplexität von Bauteilen, welche mit konventionellen keramischen Produktionstechniken, wie Pressen oder Extrudieren erzeugt werden können, stark eingeschränkt [4].

Abhilfe für diese Problematik stellen generative Fertigungstechniken dar. Mit dem von Lithoz entwickelten schlickerbasierenden Fertigungsverfahren ist es möglich, Bauteile zu fertigen, die sich in ihren Dichten und Festigkeiten kaum von konventionellen Keramiken unterscheiden [5]. Hierbei wird keramisches Pulver in einer photopolymerisierbaren organischen Matrix suspendiert und mittels selektiver Maskenbelichtung werden die Bauteile schichtweise strukturiert. Neben der kostengünstigen Produktion von Prototypen und Kleinserien innerhalb kürzester Zeit ermöglicht diese Technologie zusätzlich noch die Realisierung hochkomplexer Geometrien, die mit konventionellen Fertigungstechnologien nicht herstellbar wären [6].

Ein Nachteil generativer Fertigungsverfahren, zu denen auch noch die Verfahren Stereolithographie, Extrusionsverfahren, Schicht-Laminat-Verfahren und 3D-Drucken gehören, ist das aufwendige Post-Processing [7]. Darunter wird jener Aufwand bezeichnet, der nach dem eigentlichen generativen Prozess betrieben werden muss, um ein einsatzfähiges Bauteil zu erhalten. Das umfasst sowohl den Aufwand an manueller Arbeit als auch den Zeitaufwand [8].

Da diese Nachbehandlung meist eine manuelle Tätigkeit ist, welche gerade bei filigranen Teilen sehr viel Sorgfalt erfordert und demzufolge zeitaufwendig und kostenintensiv ist, beschäftigt sich diese Arbeit mit dem gesamten Post-Processing und der Optimierung einzelner Schritte, um den Gesamtprozess effizienter und ökonomischer zu gestalten.

2. Theoretische Grundlagen

Zu Beginn werden die für das Verständnis der Arbeit notwendigen theoretischen Grundlagen kurz erläutert.

2.1 Keramik

Überall dort, wo mit Metallen oder Kunststoffen Probleme im Zusammenhang mit z.B. Warmfestigkeit, chemischem oder mechanischem Verschleiß bestehen, sind die Anwendungsgebiete der sogenannten Hochleistungskeramik [9]. Hochleistungskeramik ist definiert als „hoch entwickelter, hochleistungsfähiger keramischer Werkstoff, der über bestimmte zweckmäßige Eigenschaften verfügt“ [10]. Diese Werkstoffe haben sich mittlerweile in vielen Bereichen der Technik etabliert und Innovationen im Maschinenbau der Medizintechnik, im Automobilbereich bis hin zur Mikroelektronik ermöglicht.

Unter dem Begriff „Keramik“ versteht man ganz allgemein Werkstoffe, die anorganisch, nichtmetallisch, in Wasser schwer löslich und zu wenigstens 30 % kristallin sind. In der Regel werden sie bei Raumtemperatur aus einer Rohmasse geformt und erhalten ihre typischen Werkstoffeigenschaften durch eine Temperaturbehandlung meist über 800°C. Gelegentlich geschieht die Formgebung auch bei erhöhter Temperatur oder gar über den Schmelzfluss mit anschließender Kristallisation [2].

Man kann die Keramik in Grob- und Feinkeramik unterteilen. Sind die Gefügebestandteile kleiner als 0,1 mm, so spricht man von Feinkeramik. Zur Feinkeramik zählen z.B. die Technische Keramik, Geschirrk Keramik, Sanitärkeramik und Schleifmittel auf keramischer Basis. Zur Grobkeramik gehören z.B. Ziegel- oder konventionelle Feuerfestwerkstoffe [1].

Die technische Keramik kann nach ihrer chemischen Zusammensetzung in folgende drei Gruppen unterteilt werden: Silikatkeramik, Oxidkeramik und Nichtoxidkeramik. In Tabelle 1 sind die drei Hauptgruppen der technischen Keramik und ihre Vertreter aufgelistet.

Tabelle 1: Unterteilung Keramische Werkstoffe [11]

Keramische Werkstoffe						
Silikatkeramik	Oxidkeramik		Nichtoxidkeramik			
	Einfache Oxide	mehrkomponentige Oxide	Carbide	Nitride	Boride	Silicide
Tongut						
Tonzeug						
Mullit	Al ₂ O ₃	Ferrite	SiC	Si ₃ N ₄	TiB ₂	MoSi ₂
Silimanit	ZrO ₂	Titanate	B ₄ C	BN	ZrB ₂	WSi ₂
Cordierit	MgO	PZT-Keramik	WC	TiN	LaB ₆	
Steatit	TiO ₂	Keram. Supraleiter	TiC	ZrN		
Glaskeramik			TaC			

2.1.1 Silikatkeramik

Die Silikatkeramik findet überwiegend Anwendung in der Feinkeramik. Sie ist die älteste Gruppe aller Keramiken. Die Bestandteile der Silikatkeramik sind Ton und Kaolin, Feldspat und Speckstein als Silikatträger. Sie setzt sich aus einer kristallinen Phase und einem hohen Anteil (> 20 %) an Glasphase zusammen. Der wesentliche Bestandteil der Glasphase ist Siliziumdioxid (SiO_2) [1].

Die Vorteile der Silikatkeramik sind die hohe Verfügbarkeit der natürlichen Rohstoffe und die relativ niedrigen Sinteremperaturen. Daher ist sie im Gegensatz zur Oxid- bzw. Nichtoxidkeramik auch wesentlich kostengünstiger.

Die Anwendungsbereiche der Silikatkeramik sind z.B. in der Wärmetechnik, Mess- und Regeltechnik, Verfahrenstechnik und Umwelttechnik und der Hoch- und Niederspannungstechnik [1]. Beispiele dafür sind Schamottsteine, Sanitärwaren, Isolatoren und Geschirr.

2.1.2 Nichtoxidkeramik

Die nichtoxidischen Keramiken werden aus synthetischen Rohstoffen bei sehr hohen Sinteremperaturen hergestellt. Zu den Nichtoxidkeramiken zählen Werkstoffe auf der Basis von Bor-, Kohlenstoff-, Stickstoff- und Siliziumverbindungen.

Zu den Eigenschaften der Nichtoxidkeramik zählen ein hoher Elastizitätsmodul, sehr hohe Festigkeit und Härte, hohe Korrosionsbeständigkeit und gute Verschleißbeständigkeit. Aufgrund des hohen Anteils an kovalenter Bindungen kann die Nichtoxidkeramik bei sehr hohen Temperaturen eingesetzt werden [1].

Zu den wichtigsten Nichtoxidkeramiken zählen Siliziumkarbid, Siliziumnitrid, Aluminiumnitrid, Borcarbid und Bornitrid. Die Nichtoxidkeramiken finden Verwendung als Feuerfestmaterialien, Ofenbauteile, in Wärmetauscher und im Automobilbau. Beispiele sind Dicht- und Lagerscheiben aus SiC , Schneidkeramik und Wälzlager aus Si_3N_4 .

2.1.3 Oxidkeramik

Die in dieser Arbeit untersuchten Keramikpulver gehören zu der Gruppe der Oxidkeramiken. Darunter versteht man Werkstoffe, die aus einphasigen und einkomponentigen Metalloxiden (> 90 %) bestehen. Die für die Herstellung der Oxidkeramik verwendeten Rohstoffe werden synthetisch hergestellt und besitzen einen hohen Reinheitsgrad [1].

Oxidkeramiken werden genauso wie Nichtoxidkeramiken bei sehr hohen Sintertemperaturen hergestellt. Dadurch entsteht ein gleichmäßiges Gefüge, welches für die hervorragenden Eigenschaften verantwortlich ist. Die typischen Eigenschaften von Oxidkeramiken sind Bruchzähigkeit, Verschleiß- und Hochtemperaturfestigkeit und Korrosionsbeständigkeit [1].

Oxidkeramiken kommen in der Elektrotechnik und Elektronik und vielfach als Strukturwerkstoff zum Einsatz. Beispiele sind Materialien für Isolatoren, Zündkerzen und Zahnimplantate aus ZrO_2 .

2.1.3.1 Aluminiumoxid

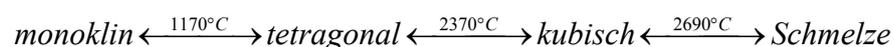
Aluminiumoxid ist die am weitesten verbreitete Oxidkeramik mit dem breitesten Anwendungsgebiet. Meist wird natürlich vorkommender Bauxit in das hochreine Al_2O_3 umgewandelt. Im Temperaturbereich von ca. $1350^\circ C$ bis $1650^\circ C$ wird der pulverförmige Rohstoff typischerweise gesintert [12]. Je nach Reinheit und Korngröße variiert dieser Wert.

Die wichtigsten Eigenschaften von dichtgesintertem Aluminiumoxid sind seine sehr hohe Festigkeit und Härte, Temperaturstabilität, hohe chemische Beständigkeit und ein hoher Verschleißwiderstand auch bei hohen Temperaturen.

2.1.3.2 Zirkonoxid

Keramiken aus Zirkonium(IV)-oxid, kurz Zirkonoxid, weisen besondere Eigenschaften wie z.B. höchste Biegebruch- und Zugfestigkeiten, hohe Bruchzähigkeit, gute Verschleiß- und Korrosionsbeständigkeit, und niedrige Wärmeleitfähigkeit auf und werden aufgrund dieser besonderen Eigenschaften in hochbelasteten Maschinenbaukomponenten und für medizintechnische Anwendungen eingesetzt [13].

Zirkonoxid tritt in drei verschiedenen Kristallmodifikationen auf. Als natürlicher oder chemisch reiner Rohstoff liegt das Zirkonoxid in der monoklinen Phase vor. Bei zunehmender Temperatur wandelt sich das Zirkonoxid in die Modifikationen tetragonal bzw. kubisch um [12].



Im der nachfolgenden Abbildung 1 sind die unterschiedlichen Modifikationen graphisch dargestellt. Im linken Bild kann man das kubische Kristallgitter erkennen, im mittleren Bild ist das tetragonale und im Bild rechts ist das monokline Kristallgitter dargestellt. Die hellen Kugeln symbolisieren das Zirkonium und die dunklen Kugeln den Sauerstoff.

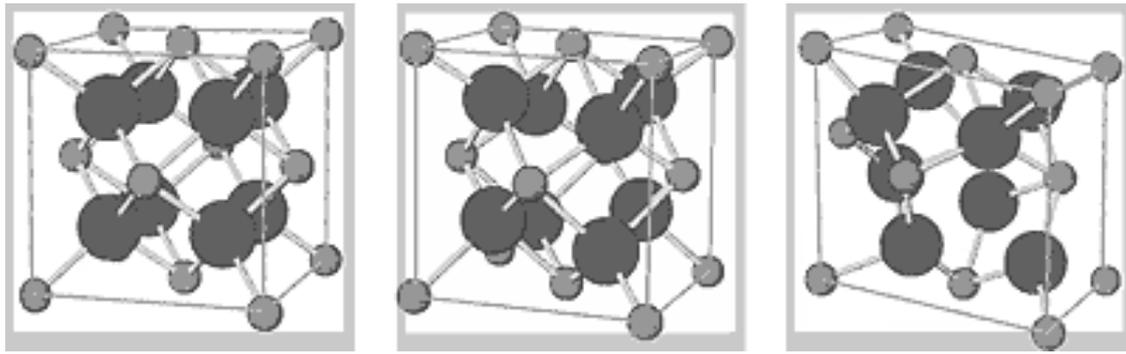


Abbildung 1: Kristallmodifikationen von Zirkonoxid: kubisches, tetragonales und monoklines Kristallgitter, helle Kugeln = Zr, dunkle Kugeln = O [1]

Der Phasenübergang von tetragonal zu monoklin erfolgt bei einer Temperatur von 950°C und es kommt dabei zu einer Volumenzunahme von 3-5 % [13].

Dicht gesinterte Bauteile lassen sich in kubischer und/oder tetragonaler Kristallmodifikation herstellen. Um die kubische Kristallmodifikation zu stabilisieren, werden dem Zirkonoxid Stabilisatoren zugesetzt. Verwendet werden hierbei z.B. Magnesiumoxid (MgO), Kalziumoxid (CaO) oder Yttriumoxid (Y_2O_3). Der Anteil beträgt üblicherweise zwischen 3 und 8 mol-% [14].

Man unterscheidet zwischen vollstabilisiertem Zirkonoxid (FSZ – fully stabilized zirconia) und teilstabilisiertem Zirkonoxid (PSZ – partly stabilized zirconia). Bei der Vollstabilisierung bleibt durch den Einbau von Fremdoxiden in das Kristallgitter die kubische Struktur auch nach dem Abkühlen erhalten und die Volumenzunahme wird unterbunden [2]. Das teilstabilisierte Pulver liegt bei Raumtemperatur in kubischer Phase mit tetragonalen Bereichen vor. Durch diese Stabilisierung wird eine Umwandlung in die monokline Phase verhindert. Daraus resultiert eine Festigkeits- und Zähigkeitssteigerung im Gefüge [1].

2.1.4 Herstellverfahren

Abbildung 2 zeigt die Vorgehensweise bei der Auswahl der Fertigungsverfahren von Keramiken. Zu den klassischen Formgebungsverfahren für keramische Hochleistungswerkstoffe zählen all jene Verfahren, die im linken Block der Grafik aufgelistet sind. Für den Spritzguss muss das Ausgangsmaterial als plastische Masse vorliegen. Für den Schlicker- und Folienguss muss das Ausgangsmaterial als Suspension vorliegen und beim isostatischen Pressen muss das Material in Pulverform vorliegen [15].

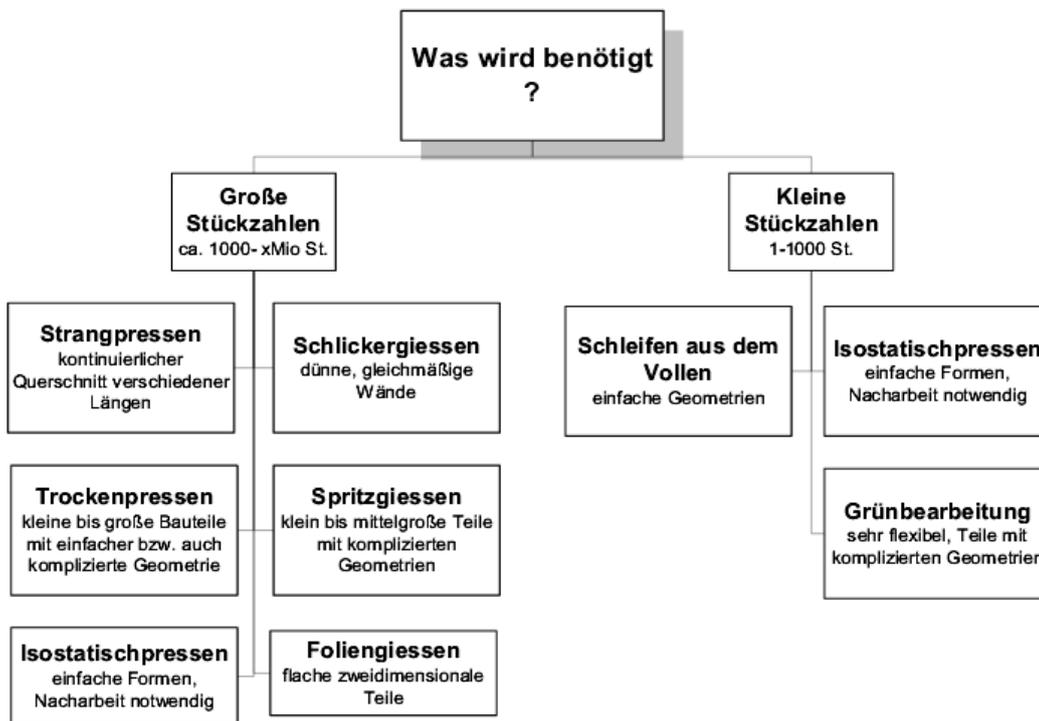


Abbildung 2: Auswahl des Fertigungsverfahrens [4]

Wie man aus Abbildung 2 erkennen kann, eignen sich konventionelle Fertigungsverfahren hauptsächlich für die Herstellung großer Stückzahlen. Die Herstellung von Kleinserien oder Prototypen ist meist nicht wirtschaftlich. Zudem ist die erzielbare geometrische Komplexität der Bauteile stark eingeschränkt [5].

Abhilfe schafft in diesem Zusammenhang der Einsatz von generativen Fertigungsverfahren. Der wohl größte Vorteil ergibt sich dahingehend, dass generative Fertigungsverfahren komplett „werkzeuglos“ arbeiten. Sie benötigen während des Bauprozesses keine auf das jeweilige Bauteil abgestimmten Werkzeuge [6]. Ein weiterer Vorteil besteht darin, dass die Herstellung beinahe beliebig komplexer Geometrien und innerer Strukturen ermöglicht wird und so eine nahezu unbegrenzte gestalterische und konstruktive Freiheit geboten wird.

2.2 Generative Fertigungsverfahren

Generative Fertigungsverfahren zählen zu den additiven Fertigungsverfahren, die die gewünschte Geometrie durch schichtweises Aneinanderfügen von Volumenelementen erzeugen. Sie zeichnen sich dadurch aus, dass die Generierung der Schichtgeometrie direkt aus den dreidimensionalen rechnerunterstützten Daten (3D-CAD) erfolgt. Zudem können Datensätze grundsätzlich in jeder beliebigen Orientierung gebaut werden.

2.2.1 Grundprinzip der Generativen Fertigung

Die Formgebung jeder Schicht erfolgt flächig in der Bauebene (x-y-Ebene). Durch das Aufeinanderfügen der Einzelschichten entsteht die dritte Dimension (z-Ebene). Generative Fertigungsverfahren zählen somit zu den 2½ D-Verfahren. Durch den schichtweisen Aufbau entsteht der sogenannte Treppenstufeneffekt (siehe Abbildung 3), der umso geringer ist, je geringer die jeweilige Schichtdicke gewählt wird, jedoch nie ganz beseitigt werden kann.

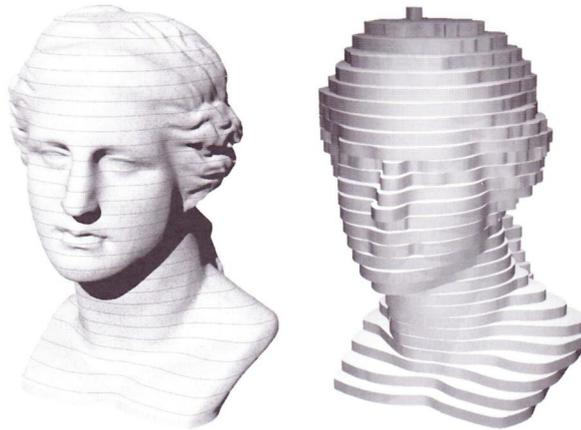


Abbildung 3: Stufige Oberfläche als Folge des Schichtbauverfahrens, Dreidimensionales Volumenmodell (links) mit angezeichneten Schichten und das daraus entwickelte Schichtmodell (rechts) [8]

Für die generative Fertigung dreidimensionaler Bauteile muss das 3D-CAD-Volumenmodell mathematisch in gleiche Schichten zerlegt werden. Für jede dieser Schichten muss die Kontur definiert vorliegen, um in der Maschine physisch umgesetzt zu werden. Der Vorgang zur Erzeugung der Schichten wird als Slicen bezeichnet [8].

Entweder wird dies durch direktes Schneiden des Volumenmodells im CAD oder durch Schneiden der mittels Triangulation erzeugten Oberflächendaten mit den jeweiligen Schichtebenen umgesetzt. Dieser Vorgang führt zum STL-Format. Die Abkürzung STL steht dabei für Standard Transformation Language oder Standard Triangulation Language. In Abbildung 4 ist das Prinzip der generativen Fertigung graphisch dargestellt.

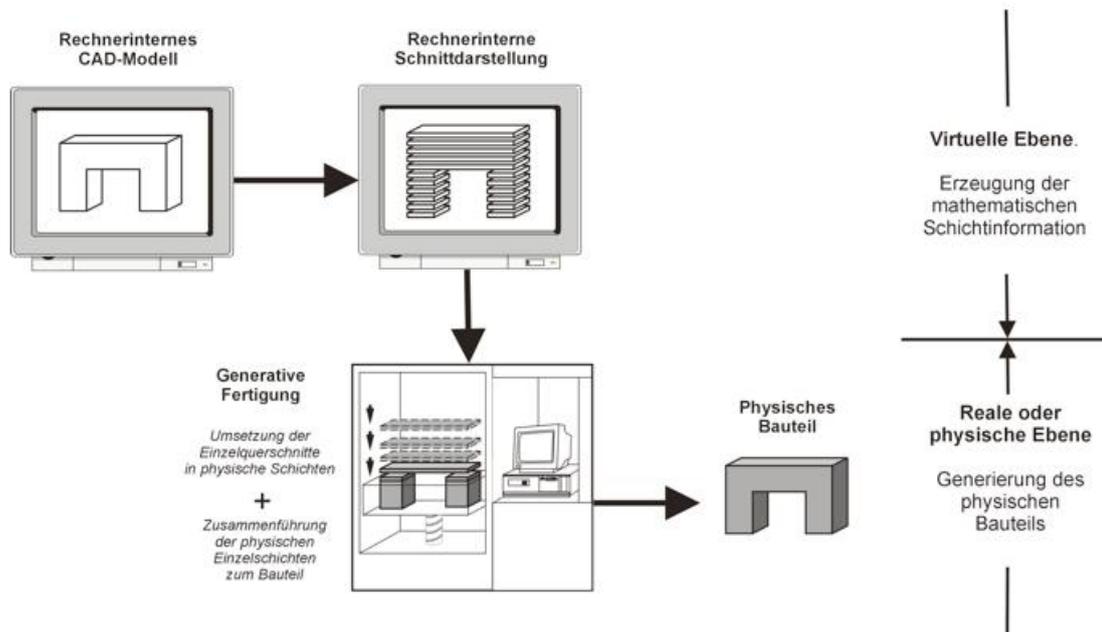


Abbildung 4: Prinzip der generativen Fertigung [8]

Neben der festgelegten Geometrie sind zur generativen Fertigung eines Bauteils auch noch material-, verfahrens-, und anlagenspezifische Daten notwendig [16]. Daten, wie z.B. die optimale Baurichtung, also die Orientierung des Bauteils im Bauraum, die Platzierung auf der Bauplattform oder verfahrensspezifische Besonderheiten wie Stützstrukturen, die nicht im CAD-Datensatz enthalten sind, werden vor dem eigentlichen generativen Bauprozess noch mit Hilfe der Frontend Software festgelegt. In Abbildung 5 ist der Datenfluss bei der generativen Fertigung Schritt für Schritt dargestellt.

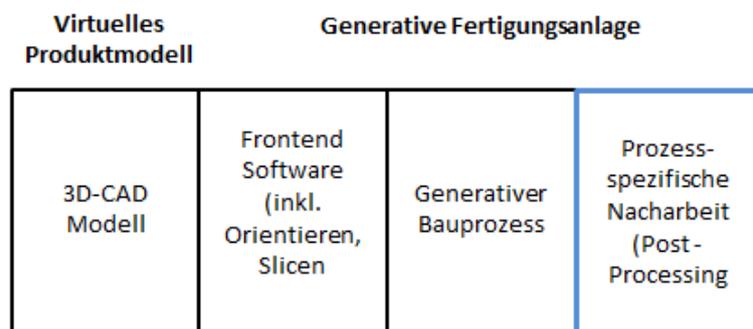


Abbildung 5: Datenfluss bei der generativen Fertigung

Die folgende Masterarbeit beschäftigte sich im Grunde mit der in Abbildung 5 blau umrahmten Thematik der prozessspezifischen Nacharbeit und der Sicherstellung festgelegter Qualitätsanforderungen.

2.2.2 Herstellverfahren

Abbildung 6 stellt einen Überblick über die generativen Fertigungsverfahren, klassifiziert nach dem Aggregatzustand des Ausgangsmaterials, dar.

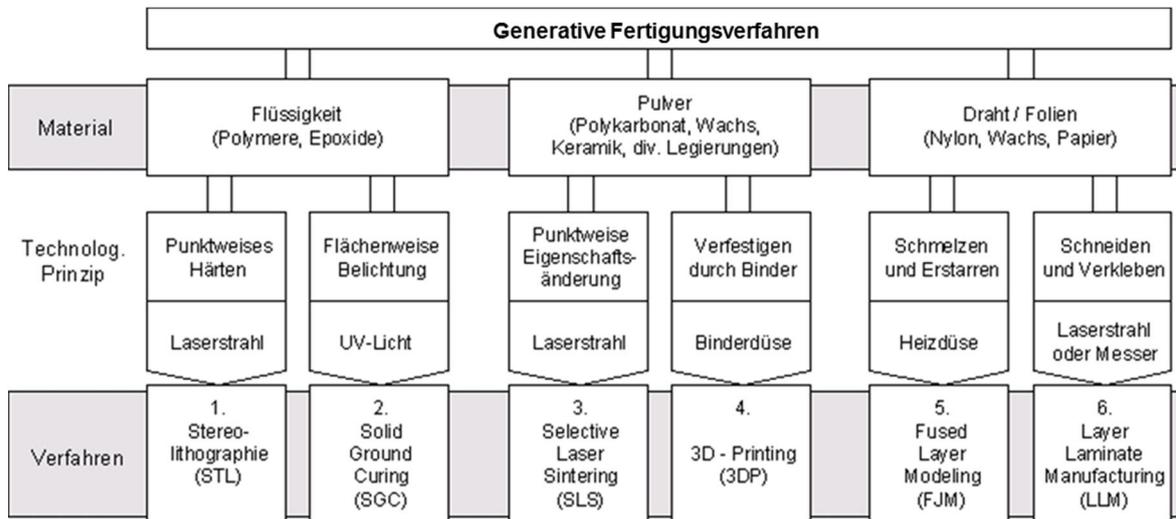


Abbildung 6: Klassifizierung der generativen Fertigungsverfahren [17]

Im Folgenden wird auf das Verfahren der Stereolithographie näher eingegangen, da dieses für das Verständnis der Arbeit notwendig ist.

2.2.3 Stereolithographie

Die Laser-Stereolithographie wurde 1986 von Charles Hull entwickelt und stellt somit das älteste generative Fertigungsverfahren dar [18]. Diese Technik, bei der eine selektive Polymerisation stattfindet, ist das Verfahren mit der höchsten Detaillierung, den besten Oberflächen und der höchsten Genauigkeit. Die Modelle entstehen durch lokale Verfestigung eines flüssigen Monomers mittels eines ultravioletten Laserstrahls (Photopolymerisation). Die Kontur des zu generierenden Bauteils wird durch eine Laser-Scanner-Einheit auf die Oberfläche eines Harzbades gezeichnet. Dort, wo der Laserstrahl auftrifft, polymerisiert, also verfestigt sich das Harz.

Nach der Verfestigung einer Schicht wird diese mit Hilfe einer Plattform in z-Richtung um den Betrag einer Schichtdicke verfahren, eine neue Harzschicht aufgetragen und diese wie oben beschrieben polymerisiert. Auf diese Weise entsteht das Bauteil von unten nach oben. Das Bauteil wird in der Maschine nicht vollständig polymerisiert und muss deshalb außerhalb der Maschine nachvernetzt und anschließend mit Lösungsmitteln gereinigt werden [8]. Das Verfahren benötigt Stützstrukturen für Überhänge, die während des Bauprozesses automatisch angefügt und nach dem Bau manuell entfernt werden müssen [7]. Eine Prinzipskizze der Laser- Stereolithographie ist in Abbildung 7 dargestellt.

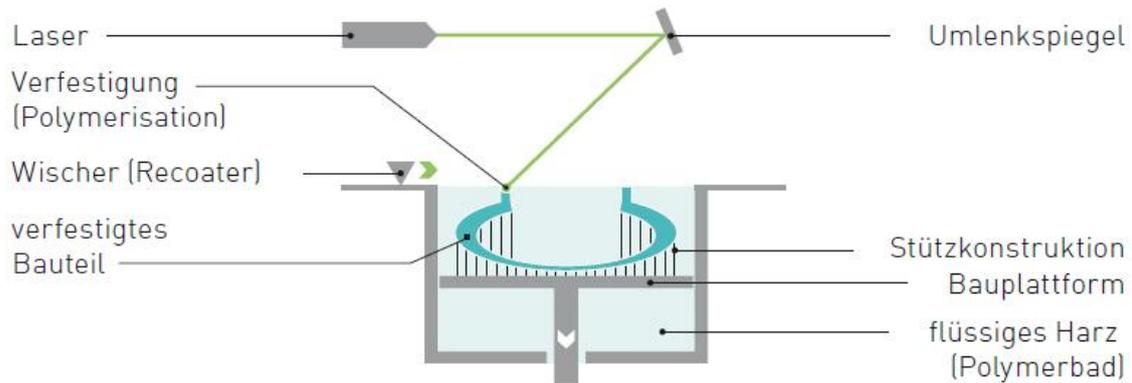


Abbildung 7: Prinzipskizze Stereolithographie [19]

2.2.4 DLP

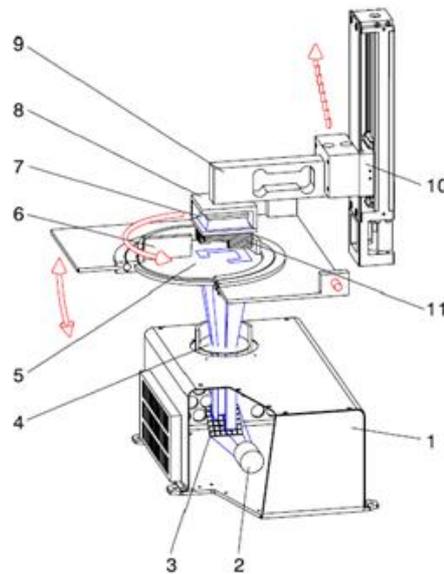
Eine Variante der Stereolithographie ist das Digital Light Processing (DLP) Verfahren, welches nach dem Masken-Verfahren arbeitet. Die Maske wird mit einem DLP-Projektor erstellt und projiziert die komplette Schichtinformation simultan auf die Bauebene [8]. Kernelement dieser Technologie ist eine Matrix aus zahlreichen Mikrosiegeln, die einzeln angesteuert werden können [20]. Sie werden als Digital Micromirror Device (DMD) Chip bezeichnet.

Der grundlegende Unterschied zur Laserstereolithographie besteht darin, dass die Belichtung einer ganzen Schicht in einem Arbeitsschritt erfolgt. Dadurch kann die Bauzeit erheblich reduziert werden, da die Belichtungszeit einer Einzelschicht unabhängig von der Komplexität der Bauteilgeometrie und ihrer Größe wird.

2.2.5 CeraFab 7500

Der von Lithoz entwickelte CeraFab 7500 basiert auf der Technologie der Maskenbelichtung mittels DLP. Das Herzstück der Maschine bildet ein eigens entwickeltes Projektionssystem. Dieses sorgt für die Belichtung der Schichtinformation mittels Light Emitting Diode (LED) Technologie.

Durch die spezielle Bauichtung von unten nach oben benötigt der CeraFab 7500 zudem nur so viel Material wie für den Aufbau der Schichten benötigt wird [6]. In Abbildung 8 ist die Prinzipskizze des CeraFab 7500 dargestellt. Anhand dieser Grafik werden die einzelnen Prozessschritte näher erläutert.



- | | |
|-------------------|-----------------------|
| 1 DLP-Projektor | 7 Rückwärtsbelichtung |
| 2 LED-Lichtquelle | 8 Bauplattform |
| 3 DMD Chip | 9 Kraftsensor |
| 4 Optik | 10 Linearachse |
| 5 Wanne | 11 Bauteil |
| 6 Rakel | |

Abbildung 8: Prinzipskizze CeraFab 7500 [21]

Funktionsprinzip

1. Einbauen der Wanne und Befüllen mit flüssigem Schlicker
2. Programm inkl. Parameter laden und Starten des Programms
3. Auftragen einer Schlickerschicht, durch 360° Drehung der Wanne und feststehender Rakel
4. Positionierung der Bauplattform
5. Absenken der Bauplattform mittels Linearachse von oben in die Wanne
6. Belichtung durch den DLP-Projektor, sobald der Abstand zwischen Bauplattform und Wanne der eingestellten Schichtdicke entspricht
7. Kippbewegung der Wanne nach unten, um die polymerisierte Schicht kontinuierlich von der Wanne abzulösen
8. Bewegung der Bauplattform um eine Schichtdicke in z-Richtung nach oben
9. Beförderung von frischem Material unter die Bauplattform durch eine 360° Drehung der Wanne und feststehender Rakel
10. Erzeugen einer neuen Schicht
11. Durchlaufen der Schritte 6 - 10 bis Bauteil vollständig gebaut ist
12. Nach Bauteilende verfahren der Bauplattform in Ausgangsposition
13. Ausbau der Bauplattform und Ablösen der Grünkörper

2.2.5.1 Lithography-based Ceramic Manufacturing (LCM)-Verfahren

Das von Lithoz entwickelte Lithography-based Ceramic Manufacturing (LCM)-Verfahren, wurde speziell für hochgefüllte und hochviskose keramische Materialien entwickelt [6]. Mit dieser Technologie können neben der kostengünstigen Produktion von Prototypen und Kleinserien innerhalb kürzester Zeit auch hochkomplexe Geometrien realisiert werden [5].

Die Technologie basiert auf der selektiven Lichthärtung einer photosensitiven Kunststoffmischung, in der keramische Partikel homogen dispergiert sind. Diese Mischung wird als Schlicker bezeichnet. Während des Herstellungsprozesses bilden Photopolymere das Grundgerüst des Bauteils. Sie dienen dabei als Binder zwischen den keramischen Partikeln und ermöglichen die Formgebung sowie eine hohe Gründichte. Dadurch wird in weiterer Folge auch eine hohe Sinterdichte erreicht [6].

Nach dem Herstellungsprozess liegt der Bauteil als Grünkörper vor (siehe Abbildung 9). Seine hochfeste, anorganische Struktur erhält der keramische Bauteil letztendlich erst nach einer Hochtemperaturbehandlung, welche als Sintern bezeichnet wird. Dabei entsteht ein zu 100 % keramischer Bauteil mit einer Dichte von > 99 %, der die gleichen Materialeigenschaften wie konventionell gefertigte Bauteile aufweist.

Das in der Diplomarbeit angewendete LCM-Verfahren basiert auf dem Prinzip der Photopolymerisation. Das zu Grunde liegende Reaktionsprinzip, die radikalische Kettenpolymerisation, nach der die in dieser Arbeit verwendeten Harzsysteme reagieren, wird im folgenden Kapitel näher erläutert.

2.3 Photopolymerisation

Polymere sind Makromoleküle, die sich aus gleichartigen Baueinheiten aufbauen [12]. Die zur Herstellung durchlaufenden Polyreaktionen kann man unterteilen in Polymerisation, Polykondensation und Polyaddition. Bei einer Polymerisation handelt es sich um eine Kettenwachstumsreaktion. Dabei lagert sich jeweils ein Monomermolekül an eine aktivierte Polymerkette an - die Reaktion kann nicht gestoppt werden [22]. Bei der Polykondensation und der Polyaddition handelt es sich um Stufenwachstumsreaktionen. Hierbei wird die Polymerkette über viele Einzelreaktionen stufenweise aufgebaut [22] - die Reaktion kann beliebig gestoppt und wieder gestartet werden.

Ganz allgemein versteht man unter einer Polymerisation jene chemischen Polyreaktionen, bei denen gleiche monomere Ausgangsstoffe mit reaktionsfähigen Doppelbindungen Polymere bilden [11]. Bei diesem Vorgang kommt es zu keinen Wanderungen, Umlagerungen oder zur Bildung von Nebenprodukten [14].

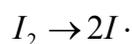
Je nach chemischem Reaktionsmechanismus unterscheidet man zwischen radikalischer Polymerisation, koordinativer Polymerisation und ionischer Polymerisation (Anionische bzw. Kationische).

Nach dem Prinzip der Photopolymerisation arbeiten alle lithographischen Verfahren, die auf der Verfestigung von flüssigen Monomeren basieren. Zur Anwendung kommen niedrig bis hochviskose Monomere, vermischt mit einem geeigneten Photoinitiator. Durch die Bestrahlung mittels Licht einer geeigneten Wellenlänge beginnt spontan eine Polymerisation, die das flüssige Monomer zu einem festen Polymer reagieren lässt [8].

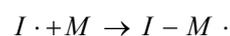
2.3.1 Radikalische Photopolymerisation

Polymerisationsreaktionen kann man prinzipiell in drei Stufen untergliedern, den Kettenstart, das Kettenwachstum und den Kettenabbruch. Für jede Polymerisation benötigt man ein Ereignis, das den Kettenstart auslöst. Im Falle der radikalischen Polymerisation ist dies die Bildung eines reaktiven Radikals, welches sich anschließend an ungesättigte Moleküle addiert [12].

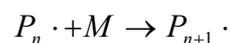
Durch äußere Energiezufuhr von Licht zerfallen die im Harz enthaltenen Initiator-moleküle I_2 in Radikale [8]. Es werden paarweise Initiatorradikale ($I\cdot$) gebildet, welche aufgrund des einzelnen ungepaarten Elektrons äußerst reaktionsfreudig sind.



Das soeben gebildete Initiatorradikal reagiert in einer Startreaktion mit einem Monomermolekül M zu einem Monomerradikal ($I-M\cdot$).



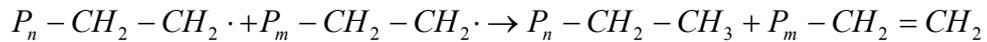
In einer Wachstumsreaktion werden fortlaufend Monomere an das Polymerradikal ($P_n\cdot$) addiert.



Durch Abbruchreaktionen wird die Polymerisation schließlich gestoppt. Man unterscheidet beim Kettenabbruch im Wesentlichen zwei Mechanismen, die Rekombination und die Disproportionierung. Bei dem Mechanismus der Rekombination kommt es zum Zusammentreffen von zwei aktiven Gruppen. Bei der Disproportionierung gehen definitionsgemäß zwei Atome mit gleicher Oxidationszahl in eines mit höherer und eines mit niedrigerer Oxidationszahl über - es kommt somit zur Bildung einer gesättigten und einer ungesättigten Verbindung [12].



Rekombination



Disproportionierung

2.4 Schlickerkomponenten

Der Schlicker besteht aus unterschiedlichen Komponenten, die verschiedene Aufgaben übernehmen. Die Hauptbestandteile sind dabei Monomere, Initiator, Dispergierhilfsmittel, Lösungsmittel und das keramische Pulver. In dieser Arbeit kamen einerseits Aluminiumoxidpulver und andererseits Zirkonoxidpulver zum Einsatz. Die Schlickerkomponenten müssen je nach Keramikpulvertyp gewichtet und aufeinander abgestimmt werden. Die chemischen und physikalischen Schlickereigenschaften, wie Reaktivität oder Viskosität, haben Einfluss auf die Verarbeitbarkeit und sollten sorgfältig angepasst werden.

2.4.1 Photomonomere

In der Schlickermischung werden mono- und polyfunktionale Monomere eingesetzt, die für die Formgebung im Bauprozess wesentlich sind. Die sich bildende Polymerstruktur mit den eingelagerten Füllstoffen wird als Grünkörper bezeichnet und ist in Abbildung 9 dargestellt.

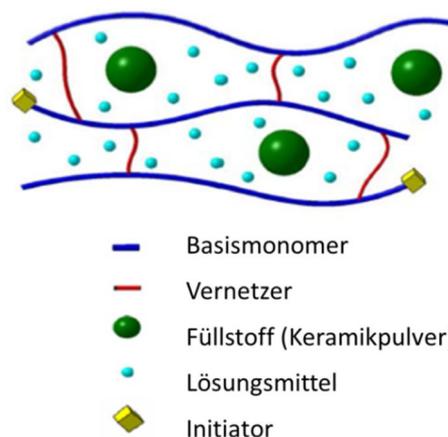


Abbildung 9: Schematische Darstellung der Grünstruktur des ausgehärteten Photopolymers [23]

Die Polymerisationszeit wird beeinflusst von der Reaktivität der verwendeten Monomere. Je höher ihre Reaktivität, umso höher auch die resultierende Verarbeitungsgeschwindigkeit.

Die Aufgabe der niedrigviskosen monofunktionellen Monomere ist es, als Reaktivverdünner zu wirken, die Schlickerviskosität zu senken, und in weiterer Folge die Verarbeitbarkeit zu verbessern. Sie besitzen die, für die radikalische Kettenpolymerisation notwendigen, freien Doppelbindungen. Als Vernetzer zwischen den linearen Polymerketten agieren die polyfunktionellen Monomere, die für die Formstabilität der Polymermatrix sorgen.

3. Generative Fertigung der Probekörper

Folgendes Kapitel beschäftigt sich mit der Auswahl und Erstellung der zu bauenden Geometrien und der anschließenden Fertigung der Probekörper. Das hierfür notwendige Material, der sogenannte Schlicker, wird nachfolgend näher erklärt.

3.1 Schlickerformulierungen

Die jeweiligen Organiken (Harz) bestanden aus einem Monomergemisch, welches während der Photopolymerisation vernetzt und für die Festigkeit des Grünkörpers verantwortlich ist. Aus einem Lösungsmittel, welches zum einen die Viskosität herabsetzt und die Schlickermischung somit fließfähiger macht. Zum anderen ist das Lösungsmittel nicht photoreaktiv und wird somit nicht vernetzt. Dadurch bilden sich feine Kanäle, die beim Entbinder- und Sintervorgang den Abtransport der Zersetzungsprodukte der restlichen Organik erleichtern. Weiters bestand die Organik aus einem Dispergator, welcher für die Feinverteilung und Stabilisierung des Pulvers in der Organik sorgt und eine Affinität sowohl zum Pulver als auch zum Monomer hat. Wenn nötig wird auch ein Absorber beigegeben. Dies ist ein organischer Farbstoff, der die Eindringtiefe des Lichts reguliert. Und schlussendlich aus einem Photoinitiator, der für den Start der radikalischen Kettenpolymerisation sorgt.

Als Füllstoff kam Aluminiumoxidpulver mit einem Füllgrad von 49 Vol.-% und Zirkonoxidpulver mit einem Füllgrad von 42 Vol.-% zum Einsatz.

Folgende vier Schlickermischungen wurden für die Testversuche verwendet: A3-MS13B_49-k, A3-MS13B_49-s, Z2-MS31_42-1P-s, Z2-MS31_42-3P-s. In Tabelle 2 befindet sich die Erklärung der einzelnen Abkürzungen der jeweiligen Schlickerbezeichnungen.

Tabelle 2: Erklärung der Abkürzungen der Schlickerbezeichnung

Abkürzung	Bedeutung
Z2	Zirkonoxidpulver
A3	Aluminiumoxidpulver
MS31	Organik für Zirkonoxidpulver
MS13B	Organik für Aluminiumoxidpulver
42/49	Füllgrad an Pulver in Vol.-%
1P/3P	Initiatormenge (einfach/dreifach)
s	nicht aufgemahlen
k	kugelmahlen

Um die Viskosität der beiden Schlickermischungen beurteilen zu können, wurden Rheologiemessungen durchgeführt. Pro Versuch wurden jeweils 30 Messpunkte an einem Rheometer (MCR 301, Anton Paar) gemessen und aufgezeichnet. Abbildung 10 stellt die Ergebnisse der Rheologiemessungen der Schlickermischungen A3-MS13B und Z2-MS31 graphisch dar.

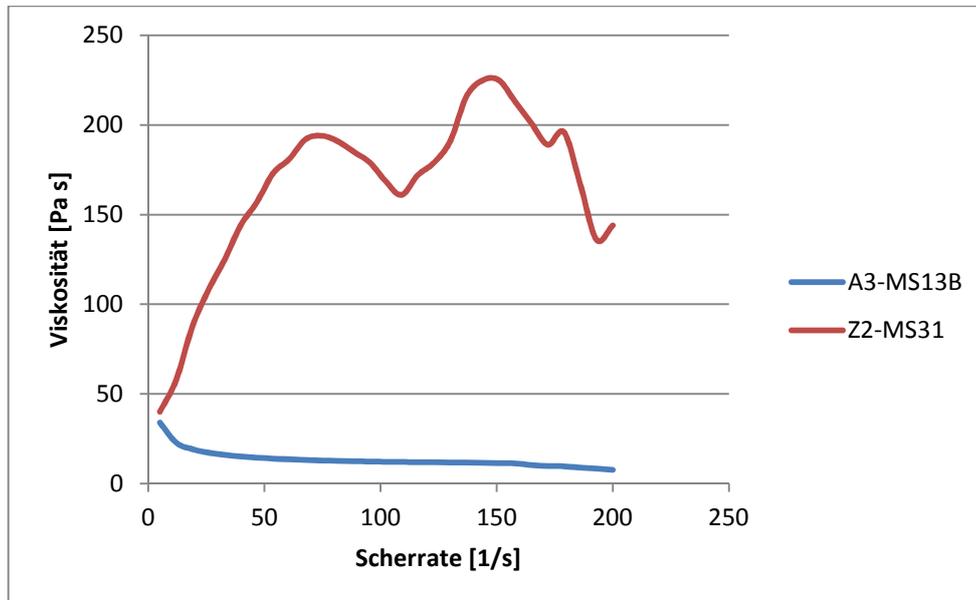


Abbildung 10: Rheologiemessung, Darstellung der Viskosität von den Schlickermischungen A3-MS13B und Z2-MS31 über der Scherrate

Wie man aus der Grafik sehr gut erkennen kann, kam es bei der Schlickermischung Z2-MS31 bei steigender Scherrate zu einem Viskositätsanstieg. Diese Art von Flüssigkeit wird als scherverdickend oder dilatant bezeichnet. Im Gegensatz dazu kam es bei der Schlickermischung A3-MS13B bei einem Anstieg der Scherrate zu einem Viskositätsabfall. Dieses Verhalten wird als scherverdünnend oder strukturviskos bezeichnet [24].

3.2 Schlickeraufbereitung

Für die Herstellung des Schlickers werden die zuvor genannten Schlickerkomponenten je nach Formulierung auf einer Waage eingewogen und in einen lichtundurchlässigen Laborbecher gefüllt. Vor der Zugabe des jeweiligen Pulvers ist wichtig, dass sich der gesamte Initiator gelöst hat. Erst dann wird das Pulver der Organik beigegeben. Im Falle des Zirkonoxidpulvers wird diese Schlickermischung in einem Zentrifugalmischer (DAC 400.1.1FVZ, Hauschild) für zwei Minuten bei einer Drehzahl von 2200 U/min homogenisiert. Die Schlickermischung mit dem Aluminiumoxidpulver wird entweder auch im Zentrifugalmischer homogenisiert oder in einer Kugelmühle (CN20-F2, Dispermat) für drei Stunden bei 3000 U/min gemahlen.

Die Vorteile des kugelmahlenden Aluminiumoxidschlickers liegen darin, dass sich Bauteile mit einer höheren Dichte und besseren mechanischen Eigenschaften ergeben. Dies ist darauf zurückzuführen, dass auf Grund des Aufbrechens der Agglomerate die Mischung feinverteilt und homogen vorliegt. Weiters sind die Bauteilqualität und die mechanischen Eigenschaften besser als von Bauteilen, die aus nicht aufgemahlenem Schlicker gebaut sind.

Für die Verwendung von nicht kugelmahlenem Schlicker spricht die erleichterte Entbinderung der Bauteile. Da hierbei durchaus größere Agglomerate vorliegen können, ergibt sich kein homogenes Bauteilgefüge. Dies ist gerade beim Entbindervorgang von Vorteil, da durch die unregelmäßigen Kanäle die Organik leichter entweichen kann. Zudem ist die Herstellung der Schlickermischung sehr rasch und einfach möglich.

3.3 Job-files

Die für den Baujob notwendigen 3D-CAD Files wurden mit dem Zeichenprogramm Solid Works (Dassault Systèmes SolidWorks Corp.) konstruiert und als stl- files abgespeichert. Da es während der Sinterung zu einem isotropen Sinterschwund kommt, müssen die Bauteile mit einem Vergrößerungsfaktor skaliert werden. Weiters kann abhängig von der Bauteilgeometrie eine Supportstruktur nötig sein, welche vorab durch spezielle Programme generiert werden muss. Davon betroffen sind Überhänge, da diese sonst keine Verbindung mit der Bauplattform hätten.

Mittels der CeraFab DP Software, welche auf die CeraFab 7500 abgestimmt ist, wurde das eigentliche Job-File erstellt. Mit der Software werden zunächst die Bauteile im stl-Format eingelesen. Das konstruierte 3D-Modell wird dabei in einzelne Schichten zerlegt und für den Produktionsprozess aufbereitet [6]. Zudem ermöglicht die CeraFab Software die individuelle Anordnung der Teile auf der Bauplattform und die Eingabe prozessrelevanter Parameter.

Die Benutzeroberfläche der Software ist in Abbildung 11 dargestellt. Die vom Benutzer zu wählenden Parameter sind in die folgenden vier Hauptgruppen allgemeine Einstellungen, Wartezeiten, Geschwindigkeiten und Verfahrswege unterteilt. Jede der vier Gruppen beinhaltet eine Reihe prozessrelevanter Daten (siehe blaues Kästchen in Abbildung 11), die vom Benutzer mit Werten versehen werden können. Alle zu wählenden Parameter sind im Anhang in den Tabelle 61 und Tabelle 62 aufgelistet.



Abbildung 11: Benutzeroberfläche CeraFab Software

3.3.1 Parameterauswahl

Zu den wichtigsten zu wählenden Parametern zählen die Belichtungs-dosis, die Belichtungsdauer der Rückwärtsbelichtung, Wartezeiten vor dem Belichten, die Drehgeschwindigkeit der Wanne, die Kippgeschwindigkeit, der Viskositätsparameter, die Anzahl der Startschichten und die Anzahl der Hauptschichten.

Einen entscheidenden Einfluss auf das Bauergebnis stellt die Belichtungs-dosis dar, mit welcher die Bauteile belichtet werden. Diese stellt das Produkt aus der Belichtungsdauer mal der gemessenen Bestrahlungsstärke dar. Um die Belichtungs-dosis zu verändern, wird meist die Belichtungsdauer variiert. Wird sie zu niedrig gewählt, erhalten die Bauteilschichten nicht die nötige Haftung, um untereinander oder an der Bauplattform zu haften. Es kann passieren, dass die Abkippkraft die Haftkraft übersteigt und so die Bauteile beim Bauprozess auseinandergerissen und zerstört werden. Wird die Belichtungs-dosis jedoch zu hoch gewählt, kann es zu Überpolymerisationen kommen, wodurch die Bauteile auch zerstört werden. Bei zu hoher Belichtungs-dosis kann es passieren, dass feine Bohrungen aufgrund des Streulichts einfach zuwachsen.

Wartezeiten vor dem Belichten haben ebenfalls Einfluss auf das Endergebnis. Beim Absenken der Bauplattform in die mit Schlicker befüllte Wanne können Luftblasen eingeschlossen werden. Werden die Wartezeiten zu kurz gewählt, wird diesen nicht genügend Zeit gegeben zu entweichen.

Beim anschließenden Belichtungsvorgang befindet sich an Stellen von Luftblasen kein Material, welches ausgehärtet werden kann, und folglich daraus entstehen Fehlerstellen im Bauteil. Die Drehgeschwindigkeit der Wanne sollte auf das gewählte Material abgestimmt werden. Bei scherverdickenden Materialien wie z.B. der Schlickermischung Z2-MS31 wird diese sehr niedrig gewählt, um das gewünschte Endergebnis zu erreichen.

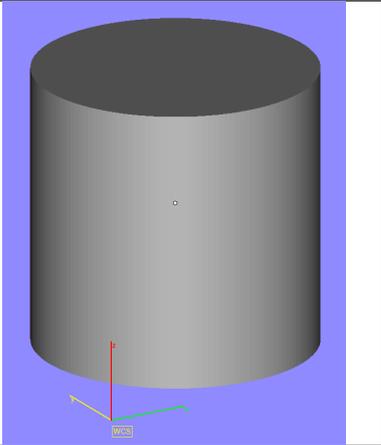
Um den Baujob optimal einzustellen, werden die Bauschichten in Startschichten und Hauptschichten eingeteilt. Diese unterscheiden sich voneinander durch unterschiedliche Bauparameter. Gerade zu Beginn wird durch eine erhöhte Belichtungs-dosis in den Startschichten erreicht, dass die Haftung an der Bauplattform gewährleistet wird. Im weiteren Bauverlauf kann die Belichtungs-dosis dann verringert werden, was zu einer Reduktion der Belichtungszeit pro Schicht führt, was wiederum den gesamten Baujob in der Dauer verkürzt und wirtschaftlicher macht.

3.3.2 Baujobs

Im Folgenden sind die vier Standardgeometrien dargestellt und Jobdetails wie Hauptabmessungen (HA), Schichtdicke (SD) und Schichtanzahl (SA) mit den jeweiligen Dimensionen Durchmesser (\varnothing), Höhe (H), Länge (L), Breite (B) und Wandstärke (s) angegeben.

Tabelle 3: Baujob Vollzylinder

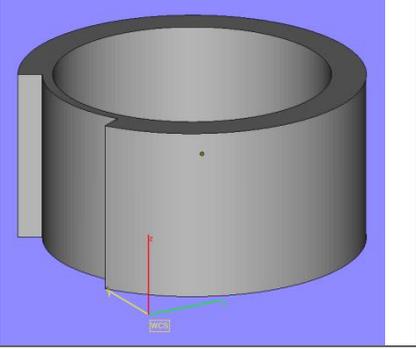
Vollzylinder	
HA [mm]	\varnothing 10 H10
SD [μm]	25
SA	400



Die sehr einfache Geometrie des Vollzylinders wurde gewählt, um Bau-, Reinigungs-, und Sinter-eigenschaften an einem massiven Bauteil zu testen. Aufgrund der sehr kompakten Form ergeben sich bei der Entbinder-ung sehr lange Diffusionswege, die überwunden werden müssen.

Tabelle 4: Baujob Hohlzylinder

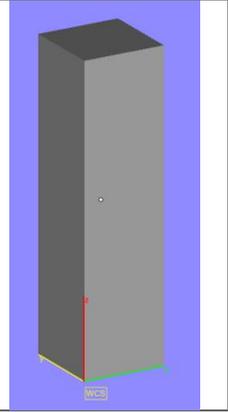
Hohlzylinder	
HA [mm]	∅ 10 H5 s1
SD [μm]	25
SA	200



Der Hohlzylinder wurde gewählt, um die Stabilität von sehr dünnwandigen Bauteilen während des Reinigungs- und Sinterprozesses zu testen. Die Wandstärke des Kreisrings beträgt 1 mm, die Nutwandstärke beträgt 0,3 mm.

Tabelle 5: Baujob Teststäbchen

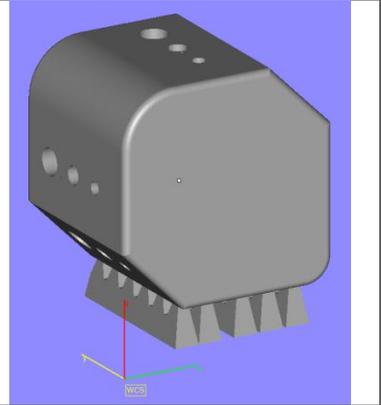
Stäbchen	
HA [mm]	LxBxH 4x4x15
SD [μm]	25
SA	600



Um eine umfassendere Aussage über die Wirkungsweise der Reinigungsmittel (RM) zu bekommen, wurden Stäbchen mit quadratischer Grundfläche erstellt, um zu testen, ob es Unterschiede bzgl. der Rissanfälligkeit nach der Reinigung zwischen runden und kantigen Bauteilen gibt.

Tabelle 6: Baujob Bohrungskörper

Bohrungskörper	
HA [mm]	LxBxH 8x6,5x8
SD [μm]	25
SA	376



Der Bohrungskörper wurde gewählt, um die Reinigungsleistung der verschiedenen RM anhand der unterschiedlichen Bohrungsgrößen zu testen. Weiters kann das streulichtbedingte Aufmaß, welches ein Zuwachsen der Durchgangslöcher bewirkt, untersucht werden. Zur leichteren Handhabung wurde die Testgeometrie auf Stützstrukturen platziert. Der Bohrungskörper besteht aus vertikalen, horizontalen und schräg verlaufenden Durchgangslöchern mit den Durchmessern (d) von $d = 0,5$ mm, $d = 0,7$ mm und $d = 1$ mm.

3.4 DLP Vor- und Nachbearbeitung

Bevor die Grünkörper gebaut werden konnten, wurden die Bauplattform und die Wanne in die Maschine eingebaut. Die Bauplattform befand sich über der Wanne und bewegte sich während des Bauprozesses mit jeder Schicht kontinuierlich nach oben. Anschließend wurde der Schlicker in die Wanne gefüllt und der Job gestartet. Durch die Rotation der Wanne und mit Hilfe einer feststehenden Rakel wurde der Schlicker gleichmäßig verteilt. Die erste Schicht, genannt Rückwärtsbelichtung, wurde von oben beleuchtet. Auf ihr wurden die Bauteile Schicht für Schicht aufgebaut. Eine Lichtquelle projizierte die gewünschte Struktur an die Unterseite der Wanne und löste dadurch in diesen Bereichen eine selektive Photopolymerisation aus, welche zu einer Verfestigung des Materials in der belichteten Fläche führte.

Nach Abschluss des Bauprozesses wurde die Bauplattform aus der Maschine ausgebaut und die Proben mit Hilfe einer Rasierklinge von der Bauplattform getrennt. Vor allem bei den Hohlkörpern war ein sorgsamer Umgang mit den Proben sehr wichtig, da besonders die Nut sehr anfällig auf Beschädigungen war. Im nächsten Schritt wurden die Bauteile von der rückwärtsbelichteten Schicht getrennt, da diese rein für den Bauprozess wichtig ist und kein Bestandteil des fertigen Bauteils. Anschließend wurden die Einzelteile von noch anhaftendem Schlicker mittels Druckluft befreit. Diese vorgereinigten Bauteile stellten die Ausgangsbasis für die anschließenden Nachbehandlungsversuche (siehe Kapitel 4) dar.

3.5 Parametersätze A3-MS13B

Im Folgenden werden die verwendeten Parametersätze erläutert und die Ergebnisse der Bauversuche präsentiert.

In Tabelle 7 sind alle Jobs, welche mit der Schlickermischung A3-MS13B_49-k gebaut wurden, zusammengefasst. Weiters sind die Belichtungsdosis der Hauptschichten und die Dauer pro Bauschicht angegeben. Alle weiteren Parameter, die für den jeweiligen Job gewählt wurden, sind im Anhang in Tabelle 61 aufgelistet.

Diese Parametersätze wurden als Standardsätze festgelegt und ausgehend von diesen Datensätzen Änderungen vorgenommen. Die Jobbezeichnung setzt sich aus der Geometrie des Bauteils, der Softwareversionsnummer, der Maschinenbezeichnung, dem Material (in diesem Falle Aluminiumoxid), der verwendeten Belichtungsdosis und der fortlaufenden Nummer des Jobs zusammen.

Tabelle 7: Auflistung durchgeführter Jobs A3-MS13B_49-k (k...kugelgemahlen)

Bezeichnung	Jobbezeichnung	Belichtungsdosis Hauptschichten	Dauer pro Bauschicht
Hohlzylinder	D10H5s1-s0_3_P-v7.62_CF7500-1- Al2O3-165-1	165 mJ/cm ²	32,5 s
Vollzylinder	D10H10_P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-80-3	80 mJ/cm ²	35,2 s
Stäbchen	4x4x15_P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-80-3	80 mJ/cm ²	35,2 s
Bohrungskörper	Reinigungsteil mit Bohrungen_P- v7.62_CF7500-1-Al2O3-100-2	100 mJ/cm ²	36,1 s

Auf die jeweiligen Kriterien und Einflussparameter für die Wahl der Belichtungsdosis aus Tabelle 7 wird bei den einzelnen Standardgeometrien im Folgenden näher eingegangen.

Die Bauteile wurden, der Belichtungsdosis angepasst, auf der Bauplattform verteilt. Da der Schlicker eine sehr gute Fließfähigkeit aufwies und ein scherverdünnendes Verhalten erkennen ließ (siehe Abbildung 10), wurde die Drehgeschwindigkeit der Wanne auf 200 U/min eingestellt.

Tabelle 8: Auflistung durchgeführter Jobs A3-MS13B_49-s (s...nicht aufgemahlen)

Bezeichnung	Jobbezeichnung	Belichtungsdosis Hauptschichten	Dauer pro Bauschicht
Vollzylinder	D10H10_P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-80-3	80 mJ/cm ²	35,2 s
Stäbchen	4x4x15_P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-80-3	80 mJ/cm ²	35,2 s

Zusätzlich wurde sowohl eine Serie Vollzylinder, als auch eine Serie Stäbchen aus einer nicht aufgemahlene Schlickermischung A3-MS13B_49-s gebaut. Durch den Vergleich der Proben aus der kugelgemahlene und der nicht aufgemahlene Schlickermischung sollten Aussagen getroffen werden, welche Herstellungsart des Schlickers sich besser für den Bau-, Reinigungs-, und Sinterjob eignet.

Vollzylinder

Bei den Vollzylindern wurde die zur Verfügung stehende Bauplattfläche unter maximaler Platzausnutzung mit Bauteilen gefüllt (siehe Abbildung 12). So konnten in einem Job 18 Bauteile hergestellt werden.

Die Belichtungsdosis wurde im ersten Herstellversuch mit 100 mJ/cm^2 zu hoch gewählt. Da die Vollzylinder sehr dicht aneinander standen und auch eine sehr große Grundfläche aufwiesen, kam es durch Streulichtdefekte zu Überpolymerisationen. Um dem Überpolymerisieren entgegenzuwirken, wurde die Belichtungsdosis reduziert und schlussendlich auf 80 mJ/cm^2 für 18 Bauteile pro Job gewählt.

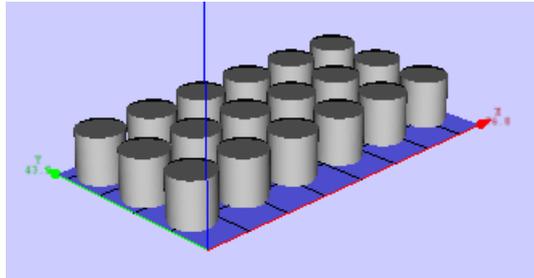


Abbildung 12: Vollzylinder, unter maximaler Platzausnutzung auf Bauplattform verteilt

Hohlzylinder

Bei den Hohlzylindern wurden ebenfalls 18 Bauteile auf der Bauplattfläche angeordnet (Abbildung 13). Da diese jedoch nur eine geringe Kreisringgrundfläche aufwiesen, die belichtet wurde, musste die Belichtungsdosis, im Gegensatz zu den Vollzylindern, erhöht werden, um die Bauteile fehlerfrei zu bauen. Es wurde eine Belichtungsdosis von 165 mJ/cm^2 für 18 Bauteile pro Job gewählt.

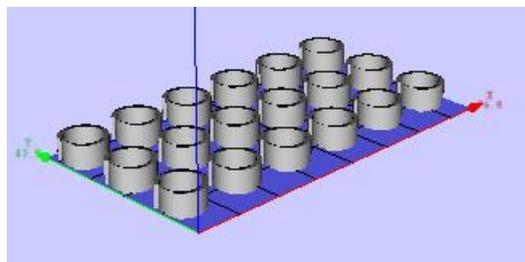


Abbildung 13: Hohlzylinder, unter maximaler Platzausnutzung auf Bauplattform verteilt

Teststäbchen

Die Serie der Teststäbchen wurde mit einer Belichtungsdosis von 80 mJ/cm^2 und 28 Stück pro Job gebaut (Abbildung 14).

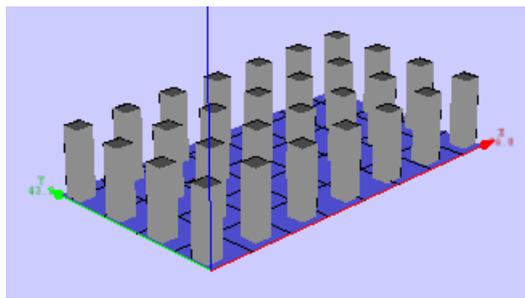


Abbildung 14: Teststäbchen, unter maximaler Platzausnutzung auf Bauplattform verteilt

Bohrungskörper

Die ideale Belichtungsdosis für die Reinigungskörper mit Bohrungen waren 100 mJ/cm^2 . Mit dieser Belichtungsdosis konnte eine optimale Haftung der Bauteilschichten aneinander und ein Zuwachsen der feinen Bohrungen verhindert werden. Die Anordnung der 18 Bauteile ist in Abbildung 15 dargestellt.

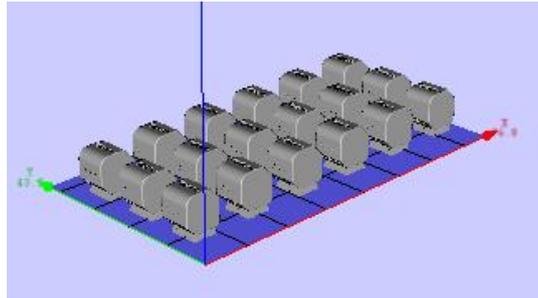


Abbildung 15: Bohrungskörper, unter maximaler Platzausnutzung auf Bauplattform verteilt

Da wie bereits zuvor erwähnt, die Belichtungsdosis einen starken Einfluss auf die Haftung der Bauteilschichten untereinander hat, wurde diese ausgehend von den Standardparametersätzen variiert und die Ergebnisse bewertet.

In Tabelle 9 sind alle Jobs aus der Schlickermischung A3-MS13B_49-k zusammengefasst, die mit minimaler und maximaler Belichtungsdosis gebaut wurden. Alle weiteren Parameter, die für den jeweiligen Job gewählt wurden, sind im Anhang in Tabelle 61 aufgelistet.

Tabelle 9: Auflistung durchgeführter Jobs A3-MS13B_49-k, Variation der Belichtungsdosis

Bezeichnung	Jobbezeichnung	Belichtungsdosis Hauptschichten	Dauer pro Bauschicht
Vollzylinder	D10H10_P-v7.62_CF7500-1- Al2O3-60-4	60 mJ/cm^2	34,6 s
Vollzylinder	D10H10_P-v7.62_CF7500-1- Al2O3-130-7	130 mJ/cm^2	37,4 s
Stäbchen	4x4x15_P-v7.62_CF7500-1- Al2O3-70-6	70 mJ/cm^2	39,0 s
Stäbchen	4x4x15_P-v7.62_CF7500-1- Al2O3-130-7	130 mJ/cm^2	37,4 s

Mittels der Variation der Belichtungsdosis wurde einerseits die Grenze des Machbaren durch Versuche herausgefunden, andererseits wurde bewertet, ob jene Bauteile, die mit minimaler Belichtungsdosis gebaut wurden, eine erhöhte Rissanfälligkeit nach der Reinigung und nach dem Sintervorgang aufweisen. Es wird angenommen, dass die RM beim Reinigungsvorgang aufgrund der geringeren Haftung der Schichten untereinander, viel leichter in das Bauteil eindringen und es negativ beeinflussen können.

Es wurde sowohl das Minimum als auch das Maximum der Belichtungsdosis, welches gerade noch zu bauen möglich ist, evaluiert. Beim Maximum wurde darauf Wert gelegt, dass die Bauteile bei der Anordnung auf der Bauplattform den größtmöglichen Abstand zueinander aufweisen. Dies ist wichtig, da es ansonsten zu einer Überlagerung der Dosis käme. Diese Intensitätssteigerung würde während des Baujobs eine zusätzliche Aushärtung an den benachbarten Bauteilen bewirken und es könnte so leicht zu Überpolymerisationen kommen.

Die Variationsversuche der Belichtungsdosis wurden anhand von Vollzylindern und Stäbchen durchgeführt. Beispielhaft wird die Anordnung der Vollzylinder bei maximaler Belichtungsdosis von 130 mJ/cm^2 in Abbildung 16 dargestellt. Durch die Anordnung auf der Bauplattform, in der die Proben maximalen Abstand zueinander aufwiesen, reduzierte sich die Anzahl der Bauteile pro Job von 18 Stück bei den Standardversuchen auf 8 Stück.

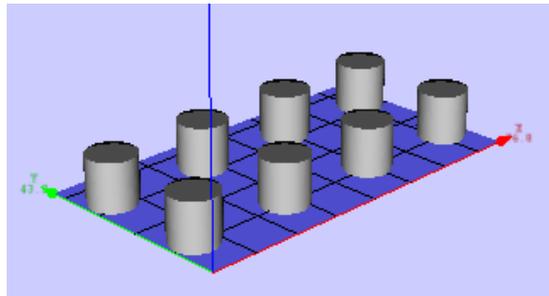


Abbildung 16: Vollzylinder auf Bauplattform verteilt bei maximaler Belichtungsdosis

Die Anordnung der Vollzylinder und Stäbchen bei minimaler Belichtungsdosis entsprach der Anordnung der Standardversuche.

3.6 Parametersätze Z2-MS31

In Tabelle 10 sind alle Jobs, welche mit der Schlickermischung Z2-MS31_42-s gebaut wurden, zusammengefasst. Weiters sind die Belichtungsdosis der Hauptschichten und die Dauer pro Bauschicht angegeben. Alle weiteren Parameter, die für den jeweiligen Job gewählt wurden, sind im Anhang in Tabelle 62 aufgelistet.

Die Jobbezeichnung setzt sich aus der Geometrie des Bauteils, der Softwareversionsnummer, der Maschinenbezeichnung, dem Material (in diesem Falle Zirkonoxid), der verwendeten Belichtungsdosis und der fortlaufenden Nummer des Jobs zusammen.

Tabelle 10: Auflistung durchgeführter Jobs Z2-MS31_42-s

Bezeichnung	Jobbezeichnung	Belichtungs-dosis Hauptschichten	Dauer pro Bauschicht
Hohlzylinder	D10H5s1-s0_3_P-v7.62-CF7500-1-Z2-MS31_42-3P-s-89-7	89 mJ/cm ²	61,2 s
Vollzylinder	D10H10_P-v7.62-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-100-10	100 mJ/cm ²	51,9 s
Stäbchen	4x4x15_P-v7.62-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-120-11	120 mJ/cm ²	55,4 s
Bohrungskörper	Reinigungsteil mit Bohrungen_P-v7.62-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-120-12	120 mJ/cm ²	60,7 s

Da der Schlicker sehr zähflüssig war und ein scherverdickendes Verhalten aufwies, wurde die Drehgeschwindigkeit der Wanne auf 100 U/min eingestellt. Die Bauteile wurden wie die Standardversuche in Kapitel 3.5 auf der Bauplattform angeordnet. Lediglich die Belichtungs-dosis wurde auf die Schlickermischung Z2-MS31_42-s abgestimmt.

Wie man aus Tabelle 10 erkennen kann, wurde die Belichtungs-dosis für den Bau der Hohlzylinder geringer gewählt als die Belichtungs-dosis für den Bau der Vollzylinder. Dies rührt aus der Initiator-menge, die dem jeweiligen Schlicker beigemischt wird. Für die ersten Testversuche wurde ein Schlicker mit 3-facher Initiator-menge verwendet. Dies ist in der Schlickerbezeichnung durch die Abkürzung 3P ersichtlich. Durch die erhöhte Menge an Initiator kam es zu einer rascheren Bildung von Polymerketten. Dementsprechend wurde die Belichtungs-dosis angepasst und geringer gewählt.

Die Versuchsserie der Vollzylinder wurde zu Beginn ebenfalls mit der Schlickermischung Z2-MS31_42-3P-s gestartet, jedoch keine Bauergebnisse damit erzielt. Daraus folgend wurde ein neuer Schlicker mit einfacher Initiator-menge hergestellt und die Versuche erneut gestartet. Da die Belichtungs-dosis bei den Vollzylindern mit Schlickermischung Z2-MS31_42-1P-s zuerst zu hoch gewählt wurde, kam es zu dem Phänomen der Überpolymerisation. In Abbildung 17 ist diese bildlich dargestellt.



Abbildung 17: Vollzylinder Z2-MS31_42-1P-s auf Bauplattform, teilweise unvollständiger Bau der Zylinder, Grund dafür ist die Überpolymerisation

Wie man auf dem Bild sehr gut erkennen kann, kam es besonders im mittleren Teil der Bauplattform zum unvollständigen Bau der Zylinder bzw. zum Einbau von zusätzlichem Material (blauer Kreis). Da kein zufriedenstellendes Ergebnis mit fehlerfreien Bauteilen mit dieser Belichtungsdosis erreicht werden konnte, wurde die Belichtungsdosis schlussendlich auf 100 mJ/cm^2 reduziert. In Abbildung 18 ist das Bauergebnis der Vollzylinder mit Belichtungsdosis 100 mJ/cm^2 dargestellt. Wie man im Vergleich zu Abbildung 17 sehr gut erkennen kann, wurden bei diesem Job alle Zylinder fehlerfrei hergestellt.



Abbildung 18: Vollzylinder Z2-MS31_42-1P-s auf Bauplattform, fehlerfreie Herstellung aller Zylinder

4. Postprocessing – Bauteilreinigung

Im ersten Teil der Masterarbeit wurde das Augenmerk auf die Reinigung der Grünkörper von anhaftendem Restschlicker gelegt, Schwerpunkt stellte dabei die chemische Reinigung dar. Zu diesem Zwecke wurde eine Liste an verschiedensten RM erstellt und nachfolgend Versuche mit diesen durchgeführt.

Die ersten Testreihen beschäftigten sich mit der Verträglichkeit der Organik, vorliegend als Monomer und als Polymer und den ausgewählten RM. Hierzu wurden zwei unterschiedliche Organikmischungen herangezogen und getestet. Die Mischung mit der Bezeichnung MS13B stellte die Basis für einen Aluminiumoxidschlicker dar, die andere mit der Bezeichnung MS31 die Basis für einen Zirkonoxidschlicker.

Anschließend an die Testserien wurden die eigentlichen chemischen Reinigungsversuche an den Grünkörpern, die wie in Kapitel 3.4 beschrieben, bereits hergestellt und von der Bauplattform getrennt wurden, durchgeführt. Zur Reinigung verwendet wurden die bereits an der Organik untersuchten und erprobten RM.

4.1 Auswahl der Reinigungsmittel

Die Auswahl der Reinigungsmittel erfolgte nach unterschiedlichen Gesichtspunkten. Zum einen wurde eine breite Palette an Chemikalien zusammengestellt, welche unterschiedliche Polaritäten aufwiesen, zum anderen wurden die Bedienerverträglichkeit und der Umweltaspekt berücksichtigt. In Summe wurden 22 RM von Aromaten, Estern bis hin zu Alkoholen für die folgenden Versuche ausgewählt. Im Anhang in Tabelle 26 sind alle RM aufgelistet, welche zur Reinigung der Grünkörper verwendet wurden.

4.2 Verträglichkeitsversuch Monomer und Reinigungsmittel

Die erste Testreihe befasste sich mit der Verträglichkeit der Organik, vorliegend als Monomergemisch und dem RM. Von den zuvor ausgewählten RM wurden jeweils 0,5 ml in je ein Glasröhrchen gefüllt. Dieses wurde mit weiteren 0,5 ml der jeweiligen Organik (MS13B oder MS31) aufgefüllt und mit einem Stoppel verschlossen. Die Röhrchen wurden im Anschluss kräftig geschüttelt, auf ihr Äußeres bewertet und eventuelle Auffälligkeiten notiert. Nach weiteren 24 Stunden wurde das Gemisch nochmals visuell bewertet, um anschließend Rückschlüsse auf das Verträglichkeitsverhalten treffen zu können.

Falls sich RM und Organik homogen vermischen und es zu keiner nachfolgenden Phasentrennung kommt, ist die Verträglichkeit gegeben.

4.2.1 Auswertung Organik MS13B

In Abbildung 19 sind Röhrchen mit 1:1 Mischung der Organik MS13B mit E14 dargestellt. Links im unvermischten Zustand ist die Phasentrennung zwischen den Substanzen sehr gut ersichtlich. Rechts, bereits nach dem Schüttelvorgang ergab sich eine homogene Flüssigkeit ohne Phasentrennung.

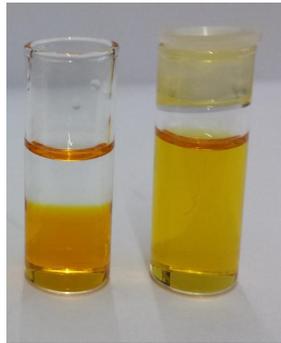


Abbildung 19: Analyseröhrchen mit E14 und Organik gefüllt, links zweiphasig vor und rechts homogen nach dem Schütteln

Die Verträglichkeit von dem Monomer MS13B und RM war bei allen getesteten RM gegeben. Die einzige Abweichung stellte 2H2 dar, welches nach dem Vermischen eine Trübung aufwies und nicht klar durchscheinend vorlag.

4.2.2 Auswertung Organik MS31

Die Verträglichkeit der Organik MS31 mit den ausgewählten RM war ebenfalls bei allen RM gegeben. Hierbei führten die Versuche mit 2H2 und mit 2H3 zu getrübbten Mischungen.

4.3 Verträglichkeitsversuch Polymer und Reinigungsmittel

Die zweite Testreihe befasste sich mit der Verträglichkeit der Organik, vorliegend als Polymer und dem RM. Dazu wurden vorab aus den zu prüfenden Organiken MS13B und MS31 Teststäbchen hergestellt.

Für die Herstellung der Stäbchen wurde im ersten Schritt mittels einer Pipette ein Volumen von 0,5 ml der Organik in eine vorgefertigte Form eingefüllt. Die gefüllte Form wurde anschließend für 5 Minuten in eine UV-Kammer gestellt und die Organik ausgehärtet. Es ergaben sich Stäbchen mit einer Länge von 55 mm und einer Breite von 4,5 mm. Anschließend wurden die Stäbchen entformt und in drei gleichgroße Teile geteilt. Je ein Stäbchen der jeweiligen Organik wurde vorab abgewogen, in ein Glasröhrchen gegeben, mit 2 ml RM aufgefüllt und einem Stoppel verschlossen.

Nach 24 Stunden wurden die Teststäbchen aus dem RM genommen, vorsichtig abgewischt und abermals abgewogen. Zudem wurden die Stäbchen auf ihr Äußeres begutachtet und Auffälligkeiten notiert. Danach wurden die Stäbchen in leere Glasröhrchen gefüllt und ohne Stoppel für weitere 24 Stunden an der Luft stehen gelassen. Anschließend wurden sie wieder abgewogen und das Gewicht notiert. Nach erfolgter Abwaage wurden die gesammelten Daten miteinander verglichen und festgestellt, ob die Stäbchen ihre Form und ihr Gewicht beibehielten, oder ob es zu einer Quellung oder Schrumpfung kam.

Ein Schrumpfvorgang ist darauf zurückzuführen, dass es zu Austauschvorgängen zwischen der Organik und dem RM kommt. Hierbei werden nicht reaktive Bestandteile, welche sich in der Organik befinden, durch das RM, welches niedermolekularer ist, verdrängt. Während des Austauschs verliert das Stäbchen an Gewicht. Da die nicht reaktiven Bestandteile wie ein Weichmacher wirken, tritt zudem die Problematik der Versprödung auf, da diese beim Austauschvorgang aus dem Stäbchen entweichen. Zudem kann es passieren, dass das RM nach erfolgter Aufnahme im Bauteil wieder daraus verdampft, wenn es an der Luft gelagert wird. Dies hätte zur Folge, dass das Bauteil nochmals an Gewicht verlieren würde und eine zusätzliche Versprödung bzw. sogar eine Zerstörung verursachen könnte.

4.3.1 Ergebnisse Reinigungsmittel - Organik Kompatibilität MS13B

Die hergestellten Teststäbchen aus der Organik MS13B (siehe Abbildung 20, linke Probe) wiesen eine gewisse Steifigkeit auf, waren nur geringfügig biegsam und nicht dehnbar. Zudem waren sie an der Oberfläche nicht klebrig, was die weitere Handhabung sehr erleichterte.

In Abbildung 20 sind ausgewählte Proben dargestellt, welche zuvor für 24 Stunden in verschiedenen RM gelagert wurden. Aus der Grafik ist sehr gut ersichtlich, dass es bei jenen Stäbchen, die mit K4 und A7 behandelt wurden, es zu einer Schrumpfung kam. Die Behandlung mit H6 zeigte jedoch eine Gewichtszunahme, die durch eine leichte Vergrößerung des Stäbchens im Vergleich zum Ausgangsstäbchen, welches unbehandelt vorlag, ersichtlich ist.

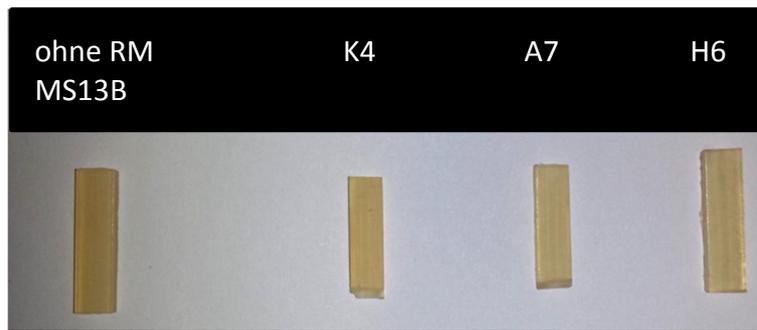


Abbildung 20: Quellung und Schrumpfung von Stäbchen, die zuvor 24 h in verschiedenen RM gelagert wurden

Abbildung 21 zeigt die verschiedensten Farbänderungen der Stäbchen, welche zuvor 24 Stunden im RM gelagert wurden. Die gelb-orange Färbung des unbehandelten Stäbchens rührt von einem Farbstoff, welcher der Organik beigegeben wird und als Absorber wirkt. Bei den Stäbchen, die mit H4 und E4 behandelt wurden, trat eine Weißverfärbung auf, die auf Poren und die daraus resultierende Lichtbrechung zurückzuführen ist. Diese war zudem mit einer zusätzlichen Verhärtung der beiden Stäbchen gekoppelt. Die Behandlung mit E9 führte zu einer verstärkten Trübung des Stäbchens.

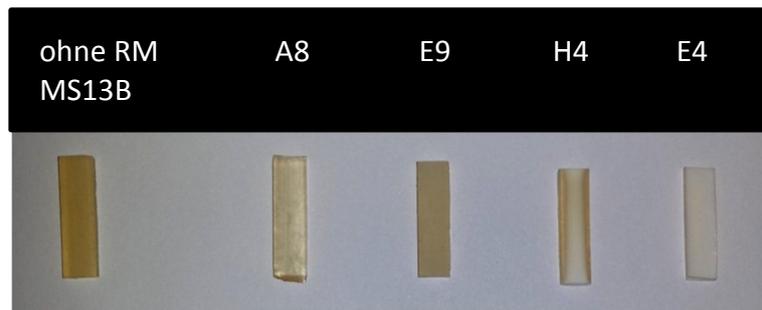


Abbildung 21: Farbänderung von Polymerstäbchen MS13B nach erfolgter Behandlung mit unterschiedlichen RM

Tabelle 11 stellt eine Übersicht der Eigenschaften aller Polymerstäbchen dar, welche visuell ermittelt wurden. Unter ‚formstabil‘ wurde verstanden, dass die Haptik des Teststäbchens dem Ausgangsstäbchen gleich war. Die Trübung wurde in eine leichte Trübung (x) und in eine verstärkte Trübung (xx) unterteilt.

Tabelle 11: Beschreibung der Oberflächenbeschaffenheit und Optik der Polymerstäbchen MS13B

Bezeichnung	nicht gequollen	gequollen	trüb	formstabil	Bemerkung
A8	x			x	
K6	x		x	x	
E8	x		xx	x	
L4	x		xx	x	
H6		x	x		biegsam
H4	x			x	Hart, weiß verfärbt
E16	x		x	x	

E12	x		x	x	
E14	x		x	x	
S2	x		x	x	
T4	x		xx	x	
2H2	x		x	x	
E3	x		x	x	
E10	x		xx	x	Hart
E9	x		xx	x	
K4	x		xx	x	
E4	x			x	Hart, weiß verfärbt
E7	x		xx	x	
E6	x		xx	x	
C3	x		x	x	
2H3	x		x	x	
A7	x			x	

Im Anhang in Tabelle 27 sind alle gesammelten Auswaagen der Polymerstäbchen MS13B mit diversen RM inkl. einer Gewichtsänderung in Prozent bezogen auf das Herstellgewicht der Polymerstäbchen zusammengefasst. All jene Prozentwerte, die einen positiven Wert aufweisen, stellen eine Quellung des Materials dar. Die negativen Prozentwerte repräsentieren eine Schrumpfung des Bauteils. Zudem wurde eine weitere Abwaage nach 10 Stunden bei einer Wärmebehandlung von 50°C durchgeführt. Hierbei wurde getestet, ob noch leichter flüchtige Komponenten in den Stäbchen vorhanden sind, die unter Wärmezufuhr verdampfen können.

Wichtig zu erwähnen ist, dass es bei keinem der Polymerstäbchen zu Zerstörungseffekten und Rissen kam. Die Teststäbchen behielten ihre Ausgangsform während der gesamten Versuchsserie bei.

4.3.2 Ergebnisse Reinigungsmittel - Organik Kompatibilität MS31

Die hergestellten Teststäbchen aus der Organik MS31 (siehe Abbildung 22, linke Probe) wiesen eine gummiartige Konsistenz auf. Sie waren sehr weich, äußerst biegsam und dehnbar. Zudem war die Oberfläche sehr klebrig, was die weitere Handhabung erschwerte, da die Bauteile sehr leicht aneinander haften blieben.

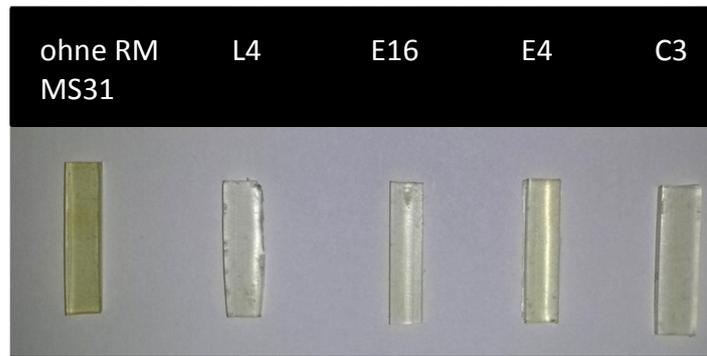


Abbildung 22: Farbänderung von Polymerstäbchen MS31 nach erfolgter Behandlung mit unterschiedlichen RM

Abbildung 22 zeigt die verschiedenen Farbänderungen der Stäbchen, welche zuvor 24 Stunden im RM gelagert wurden. Wie sehr schön zu erkennen ist, kam es bei den Stäbchen aus der Organik MS31 zu keinen Trübungen. Die gesamte Serie der Stäbchen blieb während der Versuchsserie durchscheinend.

Abbildung 23 zeigt unterschiedliche Zerstörungen an den Probestäbchen. T4 wirkte derart aggressiv auf das Polymerstäbchen ein, sodass es sich mittig spaltete. Die Probe, welche mit K4 behandelt wurde, wies über die gesamte Oberfläche kleine feine Risse auf. Zudem verlor diese Probe ihre anfängliche Biegsamkeit und schrumpfte zusammen. Das Polymerstäbchen, welches mit A7 behandelt wurde, bekam eine geleeartige Konsistenz und musste äußerst vorsichtig behandelt werden, um es nicht zu zerbrechen.



Abbildung 23: Zerstörungsformen von Polymerstäbchen MS31 nach Behandlung mit unterschiedlichen RM

Tabelle 12 stellt eine Übersicht der Eigenschaften aller Polymerstäbchen dar, welche visuell ermittelt wurden. Unter ‚formstabil‘ wurde verstanden, dass die Haptik des Teststäbchens dem Ausgangsstäbchen gleich war. Die Quellung wurde in leichte Quellung (x) und starke Quellung (xx) unterteilt.

Tabelle 12: Beschreibung der Oberflächenbeschaffenheit und Optik der Polymerstäbchen MS31

Bezeichnung	gequollen	geschrumpft	rissfrei	rissig/zerstört	formstabil	Bemerkung
A8				x		
K6	x			x		gespalten
E8				x		

L4	xx		x			
H6	xx			x		
H4			x		x	
E16			x		x	
E12				x	x	
E14			x		x	
S2	xx			x		
T4	x			x		gespalten
2H2			x		x	
E3	x			x		gespalten
E10		x	x			
E9			x		x	
K4		x		x		
E4			x		x	
E7			x		x	
E6				x		gespalten
C3			x		x	
2H3			x		x	
A7				x		

Im Anhang in Tabelle 28 sind alle gesammelten Auswaagen der Polymerstäbchen MS31 mit diversen RM inkl. einer Gewichtsänderung in Prozent bezogen auf das Herstellgewicht der Polymerstäbchen zusammengefasst. Man sieht, dass die Lagerung in manchen RM dazu führte, dass die Polymerstäbchen auf das Doppelte ihrer Größe aufquollen.

Da die Handhabung einiger Polymerstäbchen nach 24 Stunden im RM äußerst schwierig war und ein Großteil der Proben bereits rissig vorlag, wurde auf eine nachfolgende Wärmebehandlung (50°C, 10 h) inklusive einer Abwaage verzichtet.

Bei all jenen Polymerstäbchen, die bereits durch die Behandlung mit diversen RM zerstört vorlagen, lässt sich darauf schließen, dass bei anschließender Anwendung dieser RM auf die Grünkörper die Verträglichkeit auch nicht gegeben sein wird und in weiterer Folge es zu Zerstörungen der Proben kommen wird.

4.4 Reinigungsverfahren

Da die Bauteile während der Fertigung aus einem Schlickerbad heraus Schicht für Schicht aufgebaut werden und die meisten verwendeten Schlickermischungen äußerst viskos sind, haften an der Oberfläche der Bauteile meist größere Mengen Restschlicker an.

Diese müssen vor den weiteren Entbinder- und Sintervorgängen möglichst effektiv und rasch entfernt werden, da der Restschlicker nach dem Sintervorgang zu einer Verschlechterung der Oberflächengüte führt.

Weiters können größere Mengen nicht ausgehärteter Schlicker, wie dies z.B. in Hohlräumen oder Bohrungen der Fall ist, bei erhöhten Temperaturen thermisch nachpolymerisieren. Die daraus entstehende Kontraktion führt zu Spannungen im Bauteil, die wiederum zu einer erhöhten Rissanfälligkeit beim Entbindervorgang führen. Während der Temperaturbehandlung beginnen sich die organischen Bestandteile thermisch zu zersetzen, meist einhergehend mit einer Drucksteigerung und einer abrupten Längenänderung, die in weiterer Folge zu Rissen führt. Jede zusätzliche Anhäufung an Material wirkt sich negativ auf diesen Vorgang aus. Daher entsteht die Notwendigkeit den Restschlicker bestmöglich zu entfernen.

Für die Nachbehandlung der Grünkörper stand eine Reihe von Verfahren zur Verfügung. Diese wurden entweder einzeln oder in Kombination angewendet und die daraus resultierenden Ergebnisse bewertet. Im Folgenden werden die einzelnen Möglichkeiten kurz erläutert.

4.4.1 Druckluft

Das Maß an Druckluft wurde an die Geometrie des Bauteils angepasst. Bei sehr dünnwandigen und filigranen Proben muss auf Grund der geringen Stabilität der Teile die Druckluft gering eingestellt werden, um Zerstörungen zu vermeiden. Bei kompakten Teilen, wie z.B. Vollzylindern, wird die Druckluft so eingestellt, dass innerhalb kurzer Zeit größtenteils der gesamte Restschlicker vom Grünkörper entfernt ist. Die Druckluft eignet sich bestens für die Vorreinigung der Proben inkl. vorhandener Bohrungen, zudem kann sie dazu verwendet werden, bereits chemisch vorbehandelte Proben nachfolgend abzublasen und zu trocknen.

4.4.2 Reinigungsmittel

Einwegpipetten

Mit Hilfe von Einwegpipetten konnte man feine Bohrungen einfach mit dem jeweiligen RM durchspülen. Mit dieser einfachen Methode wurden gute Ergebnisse erzielt, jedoch mussten die Bohrungen vorab mit der Druckluft vorgereinigt werden.

Ultraschallbad

Hierbei wurde die jeweilige Probe in einen kleinen Behälter gelegt, welches mit einem zu testenden RM gefüllt war. Dieser wurde anschließend in ein Ultraschallbad gestellt und für 5 Minuten mit Ultraschallwellen behandelt.

Bringt man Ultraschall in Flüssigkeiten ein, so werden mikroskopisch kleine Vakuubläschen an der Oberfläche der Probe erzeugt, die sofort wieder implodieren und dabei sehr effektiv Verunreinigungen ablösen. Mit dieser Art der Reinigung können Schlickerspuren sehr rasch und einfach entfernt werden, jedoch wirken die Ultraschallwellen äußerst intensiv auf die Bauteile ein und können somit das Bauteil zerstören.

Wärme

Die Proben wurden in das jeweilige RM eingelegt und jeweils für 24 Stunden bei 60°C auf eine Heizplatte gestellt. Mit Hilfe dieser Versuche sollte herausgefunden werden, ob die bei erhöhter Temperatur rascher ablaufenden Diffusionsvorgänge und die verringerte Viskosität des anhaftenden Restschlickers den Reinigungsvorgang begünstigen, und somit ein erwärmtes RM eine verbesserte Reinigungskraft aufweist.

4.5 Ergebnisse der Reinigungsmittleignung für A3-MS13B

Im Folgenden sind alle Testreihen aufgelistet, welche mit den Aluminiumoxidgrünkörpern durchgeführt wurden, um die Reinigungsleistung und Reinigungsmittleignung zu selektieren. In der 1.Versuchsserie wurden 21 RM an den beiden Standardgeometrien Vollzylinder und Hohlzylinder getestet. Diejenigen RM, welche rissfreie Resultate lieferten, wurden in den nächsten Versuchen weiter getestet und auf ihre Reinigungsleistung hin bewertet. Zudem wurden Versuchsserien bei erhöhter Temperatur und Ultraschall durchgeführt.

In Kapitel 4.5.1 ist die Auswertung der Messergebnisse für die Vollzylinder d10/h10 schematisch dargestellt. Die zugehörigen Tabellen der weiteren Versuchsserien sind im Anhang Tabelle 29 bis Tabelle 39 dargestellt. Die Tabellen umfassen jeweils alle gesammelten Auswaagen inkl. einer Gewichtsänderung in Prozent bezogen auf das Herstellgewicht der Probekörper. All jene Prozentwerte, die einen positiven Wert aufweisen, stellen eine Quellung des Materials dar. Die negativen Prozentwerte repräsentieren eine Schrumpfung der Bauteile.

4.5.1 1.Versuchsserie – Selektion der Reinigungsmittel

Mit den vorpräparierten Proben (siehe Kapitel 3.4) wurde die 1.Versuchsserie gestartet. Je RM wurden jeweils zwei Stück der Vollzylinder d10/h10 (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²) und Hohlzylinder d10/h5 (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 165 mJ/cm²) in separaten Versuchen getestet.

Dazu wurden beide Proben auf einer Analysenwaage abgewogen und das Gewicht notiert. Anschließend wurden die Proben in ein leeres, kleines Probengefäß gegeben und soweit mit RM aufgefüllt, sodass die Proben vollständig mit Flüssigkeit bedeckt waren. Abschließend wurde das Gefäß mit einem Deckel verschlossen und die Uhrzeit aufgezeichnet. Dieser Vorgang wurde sowohl für die Vollzylinder als auch für die Hohlzylinder mit allen 21 RM wiederholt.

Nach 24 Stunden wurden die Proben aus dem RM herausgenommen und vorsichtig mit Druckluft abgeblasen bis sie trocken waren. Anschließend wurden die Proben wieder abgewogen und auf ihr Äußeres bewertet. Hierbei lag das Augenmerk auf der Reinigungsleistung, der Oberflächenbeschaffenheit und etwaigen Auffälligkeiten, wie z.B. Rissmustern. Danach wurden die Proben für weitere 24 Stunden an der Luft gelagert. Mit einem erneuten Abwiegen und notieren der Messwerte, konnte herausgefunden werden, ob nachträglich Bestandteile aus den Proben entweichen und sich das Gewicht dabei verändert.

Im Anhang in Tabelle 29 sind alle Messwerte für die Vollzylinder d10/h10 (A3-MS13B_49-k, Belichtungs dosis 80 mJ/cm²) zusammengefasst. Tabelle 13 beinhaltet eine Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit und eine Rissbewertung für die Vollzylinder d10/h10 (A3-MS13B_49-k, Belichtungs dosis 80 mJ/cm²). Weiters wurden alle jene RM, deren Behandlung keine Risse hervorrief, grün unterlegt. All jene RM, die eine gute Reinigungsleistung aufwiesen, führten meist zu einer sauberen Oberfläche der Zylinder. Diese war dann gegeben, wenn keine Restschlickerspuren an der Oberfläche mehr erkennbar waren.

Tabelle 13: Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungs dosis 80 mJ/cm²

Bezeichnung RM	Bemerkung zur Oberflächenbeschaffenheit					Waschflüssigkeit		sonstige Bemerkung
	matte Oberfläche	saubere Oberfläche	keine Risse	rissig	gute RL	trüb	klar	
A8	x	x	x		x	x		
	x	x	x		x	x		
K6	x	x		x	x	x		
	x	x		x	x	x		
E8				x		x		komplett zerstört
				x		x		komplett zerstört
L4	x	x		x	x	x		
	x	x		x	x	x		
H4				x			x	komplett zerstört

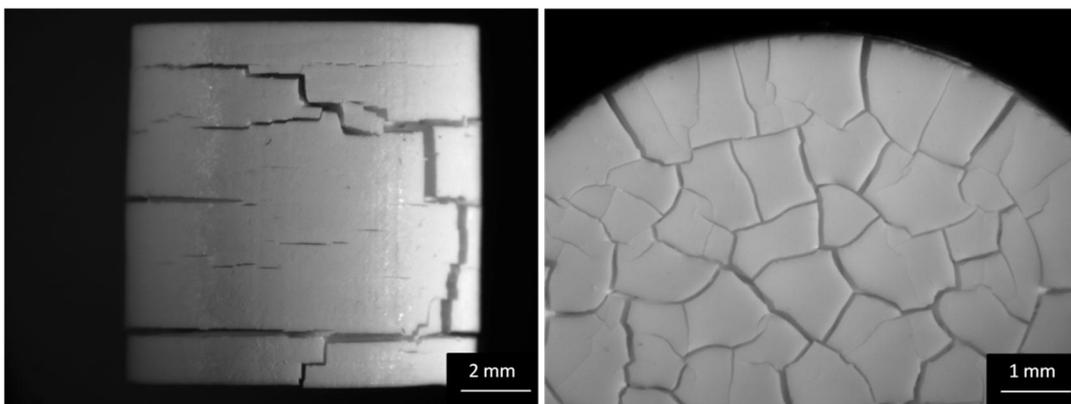
				x			x	komplett zerstört
E16	x	x	x		x		x	
	x	x	x		x		x	
E12	x	x	x		x	x		
	x	x	x		x	x		
S2	x	x	x		x	x		
	x	x	x		x	x		
T4				x		x		komplett zerstört
				x		x		komplett zerstört
2H2	x	x	x		x		x	
	x	x	x		x		x	
E10	x	x		x	x		x	
	x	x		x	x		x	
K4	x	x		x	x	x		
	x	x		x	x	x		
E4	x	x		x			x	
	x	x		x			x	
E7	x	x		x	x	x		
	x	x		x	x	x		
E6	x	x		x	x	x		
	x	x		x	x	x		
C3	x	x	x		x	x		
	x	x	x		x	x		
2H3	x	x	x		x	x		
	x	x	x		x	x		
E3	x	x		x		x		
	x	x		x		x		
A7	x			x		x		komplett zerstört
	x			x		x		komplett zerstört
E9	x			x		x		
	x			x		x		
H6	x	x	x		x		x	
	x	x	x		x		x	

Wie man weiters aus Tabelle 13 herauslesen kann, wirkten manche RM derart stark auf die Proben ein, dass sie diese komplett zerstörten.

In der Bilderserie in Abbildung 24 sind lichtmikroskopische Aufnahmen unterschiedlicher Rissarten, die dabei entstanden, dargestellt. Hierbei wurden jeweils Vollzylinder aus der Schlickermischung A3-MS13B_49-k für 24 Stunden in RM behandelt und anschließend auf Risse bewertet.

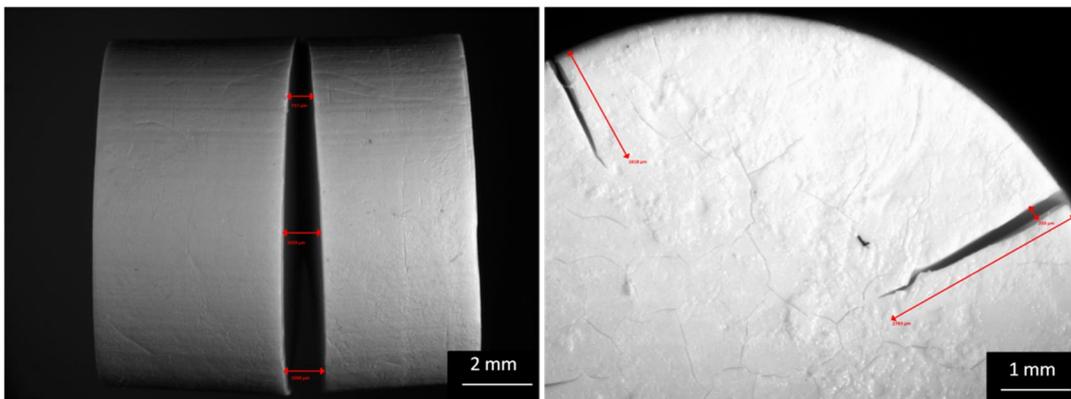
Folgende Längs- und Querrisse entstanden nach der Behandlung mit dem RM (a) H4 (Mantelfläche), (b) T4 (Deckfläche), (c) E9 (Mantelfläche), (d) E3 (Deckfläche), (e) E7 (Mantelfläche), und (f) A7 (Mantelfläche).

Wie man aus Abbildung 24 erkennen kann, reichte die Ausbildung der Risse von sehr feinen am Umfang verteilten Rissen (e) bis hin zu richtigen Versetzungen des Bauteils (a). Durch die Behandlung mit E9 (c) kam es zu Delaminationen, aufgrund zu geringer Schichthaftung der einzelnen Schichten, die zu einer regelrechten Aufspaltung der Probe führte. Der Großteil der zerstörten Proben wies die Risse sowohl am Umfang als auch auf der Grund- und der Deckfläche auf.



a)

b)



c)

d)

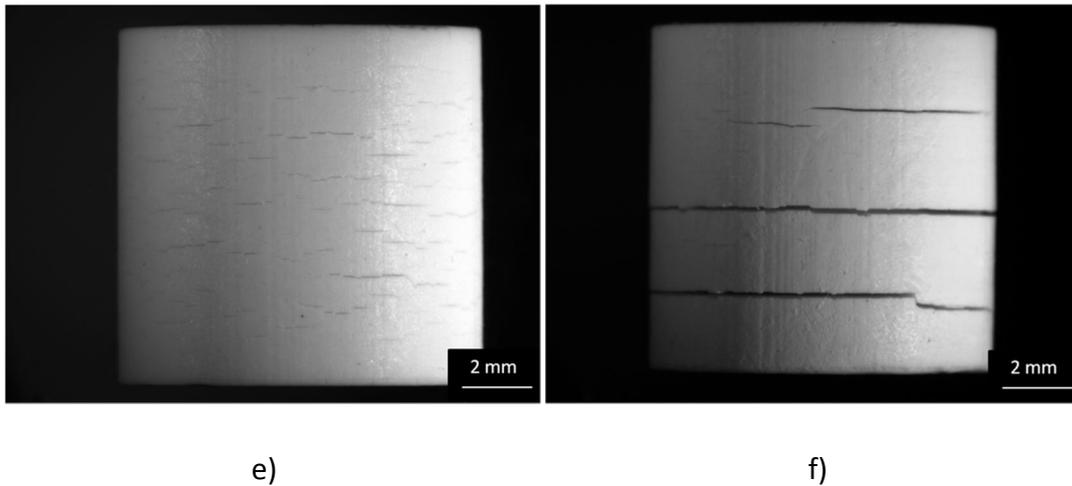


Abbildung 24: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Vollzylinder d10/h10 aus A3-MS13B_49-k nach 24 h Behandlung mit unterschiedlichen RM im Grünzustand a) H4 b) T4 c) E9 d) E3 e) E7 f) A7

In Abbildung 25 sind mikroskopische Aufnahmen von rissfreien Proben dargestellt. Dabei handelte es sich ebenfalls um Vollzylinder d10/h10 aus der Schlickermischung A3-MS13B_49-k, die für 24 Stunden in RM behandelt wurden. Die Bauteile aus nachfolgender Grafik wurden mit E16 behandelt. In (a) ist die Deckfläche und in (b) die Mantelfläche dargestellt.

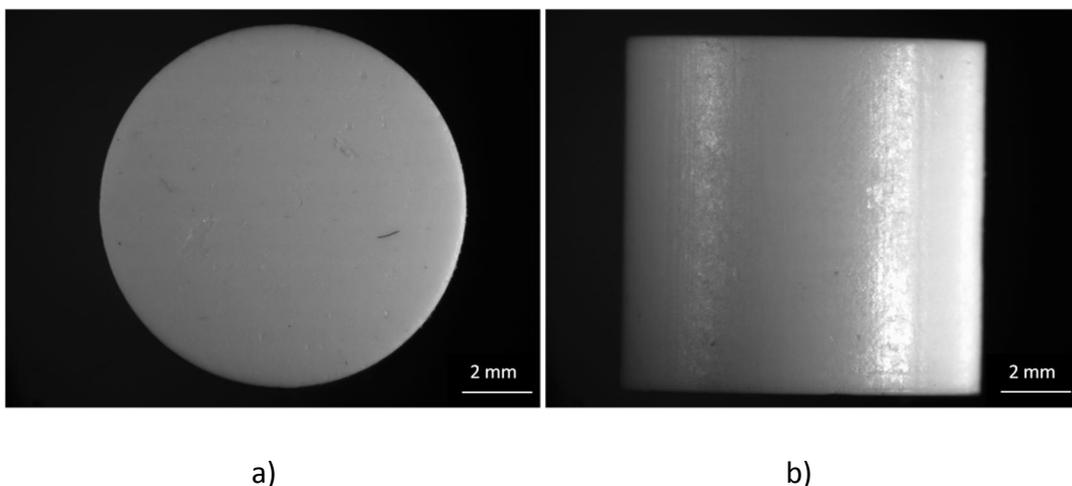


Abbildung 25: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Vollzylinder d10/h10 aus A3-MS13B_49-k nach 24 h Behandlung mit E16 im Grünzustand a) Deckfläche b) Mantelfläche

Selbiger Bewertungsvorgang, wie oben für die Vollzylinder beschrieben, wurde auch für die Hohlzylinder d10/h5 durchgeführt. Die Messwerte, eine Bewertungen der Oberflächenbeschaffenheit und eine Rissbewertung für die Hohlzylinder d10/h5 (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 165 mJ/cm²) sind im Anhang in Tabelle 30 und Tabelle 31 zusammengefasst. Vergleicht man Tabelle 13 mit Tabelle 31 so ist zu erkennen, dass andere Kriterien zur Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit ausgewählt wurden.

Bei den Hohlzylindern stellte die Steifigkeit der Proben nach der Behandlung mit den RM ein entscheidendes Kriterium dar. Eine Quellung der Probe führte teilweise zu sehr biegsamem Verhalten, ein Schrumpfen hingegen zu äußerst harten und spröden Proben. Beide Arten sind bei der Nachbehandlung unerwünscht, da sie die Handhabung der Proben sehr erschweren und ein äußerst sorgsamer Umgang notwendig ist, um die Probe nicht zu zerstören.

Ein Schrumpfvorgang ist darauf zurückzuführen, dass es zu Austauschvorgängen zwischen der Organik und dem RM kommt. Hierbei werden nicht reaktive Gruppen, welche sich in der Organik befinden, durch das RM, welches niedermolekularer ist, verdrängt. Während des Austauschs verliert der Grünkörper an Gewicht. Da die nicht reaktiven Gruppen wie ein Weichmacher wirken, tritt zudem die Problematik der Versprödung auf, da diese beim Austauschvorgang aus dem Grünkörper entweichen. Zudem kann es passieren, dass das RM nach erfolgter Aufnahme im Bauteil wieder daraus verdampft, wenn es an der Luft gelagert wird. Dies hätte zur Folge, dass das Bauteil nochmals an Gewicht verlieren würde und eine zusätzliche Versprödung entstehen könnte.

Ein Quellvorgang ist darauf zurückzuführen, dass das RM mit den Polymerketten interagiert. Ist die Kompatibilität zwischen Organik und dem RM gegeben, so lagern sich die Reinigungsmittelmoleküle im bestehenden Polymernetzwerk ein und es entsteht ein weitmaschigeres Netzwerk. Dieses führt einerseits zu einer Volumszunahme des Bauteils und andererseits auf ein biegsameres Verhalten.

In Abbildung 26 sind Ausschnitte von lichtmikroskopischen Aufnahmen der rissigen Hohlzylinder dargestellt. Hierbei wurden jeweils Bauteile aus der Schlickermischung A3-MS13B_49-k für 24 Stunden in RM behandelt und anschließend auf Risse bewertet. Folgende Risse entstanden nach der Behandlung mit (a) T4 und (b) A7.

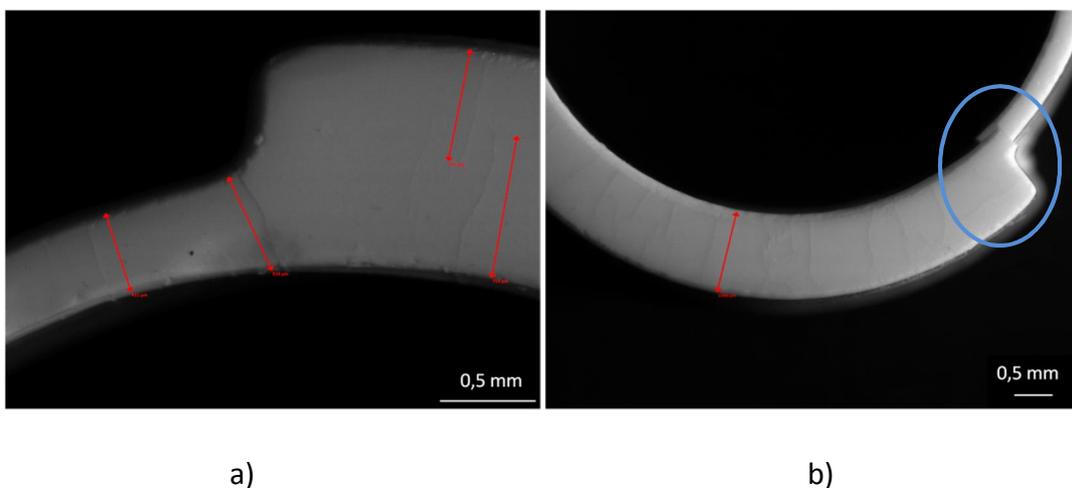


Abbildung 26: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Hohlzylinder d10/h5 aus A3-MS13B_49-k nach 24 h Behandlung mit RM im Grünzustand a) T4 b) A7

Wie man aus Abbildung 26 erkennen kann, entstanden die meisten Risse normal zum Kreisring. Zudem stellt der Übergang der Wandstärken von 1 mm auf 0,3 mm (blauer Kreis) eine bevorzugte Rissanfälligkeit dar. Ein Großteil der Proben, der laut Tabelle 31 zerbrochen vorlag, wies eine Beschädigung an genau dieser Stelle auf.

Als Resultat der 1.Versuchsserie lieferten bei den Hohlzylindern neun unterschiedliche RM rissfreie Proben. Im Gegensatz dazu wurden bei den Vollzylindern (siehe Tabelle 13) nur mit acht RM rissfreie Proben erreicht. Da H6 sehr stark zur Quellung der Bauteile führte, wurde dieses RM, obwohl es keine Rissbildung verursachte, nicht für die weiteren Testversuche herangezogen. So blieben in Summe sieben RM für die weiteren Versuchsserien bestehen.

4.5.2 2.Versuchsserie – Variation der Geometrie

Die 2.Versuchsserie wurde nur mit jenen RM durchgeführt, welche während der 1.Versuchsserie rissfreie Resultate lieferten. Dabei handelte es sich um folgende sieben RM: A8, E16, E12, S2, 2H2, C3 und 2H3.

Der Versuchsablauf war identisch mit jenem aus Kapitel 4.5.1, einziger Unterschied war, dass die Versuche mit Stäbchen 4x4x15 (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²) durchgeführt wurden. Im Anhang in Tabelle 32 sind alle Messwerte für die Stäbchen zusammengefasst.

Wie zu erwarten war, erhielt man bei dieser Versuchsserie nur rissfreie Proben. Da sowohl bei den Vollzylindern, als auch den Hohlzylindern und den Stäbchen jeweils alle der sieben RM rissfreie Ergebnisse lieferten, kam man zu dem Schluss, dass die Verträglichkeit bei Anwendung dieser ausgewählten RM auf anderen Geometrien auch gegeben ist. Auf dieser Erkenntnis aufbauend wurden nun weitere Versuche durchgeführt. Zum einen mit jenen Proben, bei denen die Belichtungs-dosis auf das Minimum und das Maximum variiert wurde und zum anderen mit Proben, die aus nicht kugelmahlenem Schlicker hergestellt wurden.

4.5.3 3.Versuchsserie – Variation der Belichtungs-dosis

In diesem Kapitel soll herausgefunden werden, ob die Belichtungs-dosis wie in Kapitel 3.5 bereits angenommen, einen Einfluss auf die Rissanfälligkeit nach der Behandlung mit den RM hat. Zu diesem Zwecke wurden sowohl Vollzylinder als auch Stäbchen getestet, da sich diese beiden Geometrien am besten für die Testversuche eigneten. Es wurden von den Vollzylindern je zwei Stück mit minimaler Belichtungs-dosis (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 60 mJ/cm²) und zwei Stück mit maximaler Belichtungs-dosis (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 130 mJ/cm²) für die Tests verwendet.

Von den Stäbchen wurden für den Versuch je zwei Stück mit minimaler Belichtungs-dosis (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 70 mJ/cm²) und zwei Stück mit maximaler Belichtungs-dosis (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 130 mJ/cm²) eingesetzt. Der Versuchsablauf und die Auswertung der Tabellen ist ident mit jenen aus Kapitel 4.5.1.

Der Vergleich der Gewichtsänderungen in Prozent der Abwaagen nach 24 Stunden Behandlung im RM sowohl bei den Vollzylinder als auch den Stäbchen zeigt, dass die Proben, welche mit einer minimalen Belichtungs-dosis von 60 mJ/cm² gebaut wurden, verhältnismäßig stärker aufquollen, als jene, die mit einer maximalen Belichtungs-dosis von 130 mJ/cm² hergestellt wurden. Dies ist darauf zurückzuführen, dass eine geringere Belichtungs-dosis zu einem geringeren Vernetzungsgrad und zu einer geringeren Haftung der Bauteilschichten untereinander führt. Dadurch kommt es zu einem erleichterten Eindringen der RM in das Netzwerk und daraus folgend zu einer verstärkten Bauteilquellung. Somit ist die Annahme, dass die Belichtungs-dosis einen Einfluss auf die Güte der Nachbehandlungsschritte hat, bestätigt. Da die Quellung der Bauteile möglichst gering gehalten werden sollte, weil sie sich negativ auf das Bauteil auswirken kann und eine verstärkte Rissbildung zu erwarten ist, sollte bei der Parameterauswahl die Belichtungs-dosis auf jeden Fall nicht zu gering gewählt werden.

Die gesammelten Messdaten sowohl für die Vollzylinder als auch für die Stäbchen sind im Anhang in den Tabelle 33 bis Tabelle 36 aufgelistet.

4.5.4 4.Versuchsserie – Variation des Schlickers

Die Proben der Versuchsreihen 1-3 (Kapitel 4.5.1 bis 4.5.3) bestanden jeweils aus der kugelmahlenden Schlickermischung A3-MS13B_49-k. Die 4.Versuchsserie wurde mit Proben aus dem nicht aufgemahlenden Schlicker A3-MS13B_49-s durchgeführt. Dazu wurden je zwei Vollzylinder d10/h10 (A3-MS13B_49-s, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²) und zwei Stäbchen 4x4x15 (A3-MS13B_49-s, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²) je RM getestet. Der Versuchsablauf und die Auswertung der Tabellen ist ident mit jenen aus Kapitel 4.5.1.

Vergleicht man die Ergebnisse der Vollzylinder aus kugelmahlenden (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²) mit den Vollzylindern aus nicht aufgemahlendem Material (A3-MS13B_49-s, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²) so sind keine markanten Unterschiede erkennbar. Beide Schlickermischungen reagieren ähnlich auf die verwendeten RM. Im Anhang in Tabelle 37 und Tabelle 38 sind die gesammelten Abwaagen der Vollzylinder und Stäbchen aus nicht aufgemahlendem Schlicker aufgelistet.

4.5.5 5.Versuchsserie – Variation der Temperatur

Die 5.Versuchsserie beschäftigte sich mit der Variation der Temperatur. Hierbei wurden jeweils zwei Hohlzylinder (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 165 mJ/cm²), ein Vollzylinder (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²) und ein Stäbchen (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²) getestet. Die Proben wurden für 24 Stunden bei 60°C in dem jeweiligen RM behandelt. Mittels dieser Testserie sollte herausgefunden werden, ob eine erhöhte Reinigungsmitteltemperatur zu einer verbesserten Reinigungsleistung führt und ob die Temperatur Einfluss auf die Rissentstehung hat.

Bei der Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit konnte nicht der erwartete zusätzliche Reinigungseffekt festgestellt werden. Auf diese Tatsache aufbauend stellt die Verwendung einer Heizplatte nur einen Mehraufwand dar und bringt kein verbessertes Ergebnis. Im Anhang in Tabelle 39 sind die gesammelten Abwaagen der Probekörper aufgelistet.

4.5.6 6.Versuchsserie – Feststellung der Reinigungsleistung

In diesem Kapitel werden die sieben gewählten RM (siehe Tabelle 14) an dem Bohrungskörper getestet und das Ergebnis bewertet. Dazu wurden die Bohrungskörper, ohne vorheriges Abblasen mit Druckluft, in eines der sieben RM eingelegt und für 30 Minuten darin liegen gelassen. Anschließend wurden die Proben herausgenommen und auf die Reinigungsleistung bewertet. Da ein Großteil der feinen Bohrungen jedoch noch mit Restschlicker verschlossen war, wurden die Bauteile daraufhin mit Druckluft ab- und die Bohrungen, soweit wie möglich, ausgeblasen.

Die endgültige Bewertung ist in Tabelle 14 dargestellt. Das Kriterium für die Reinigungsleistung war die Anzahl der durchgängigen also von Restschlicker befreiten Bohrungen.

Tabelle 14: Bewertung der Reinigungsleistung unterschiedlicher RM an Bohrungskörper

Bezeichnung RM	Reinigungsleistung
2H2	Schlecht
2H3	Schlecht
S2	Gut
E12	Gut
A8	Sehr gut
E16	Sehr gut
C3	Sehr gut

In Abbildung 27 sind mikroskopische Aufnahmen von zwei mit unterschiedlichen RM behandelten Bohrungskörpern, welche bereits gesintert wurden, dargestellt. In (a) und (b) wurde E16 verwendet, bei (c) und (d) wurde mit C3 getestet. Beim direkten Vergleich von (a) und (c) ist erkennbar, dass in (a) die kleinste Bohrung mit einem Durchmesser von 0,5 mm nicht durchgehend gereinigt wurde, im Gegensatz dazu diese bei (c) vollständig frei vorliegt. Die Reinigungsleistung von E16 ist also bei gleicher Behandlungsdauer weniger effektiv als die von C3.

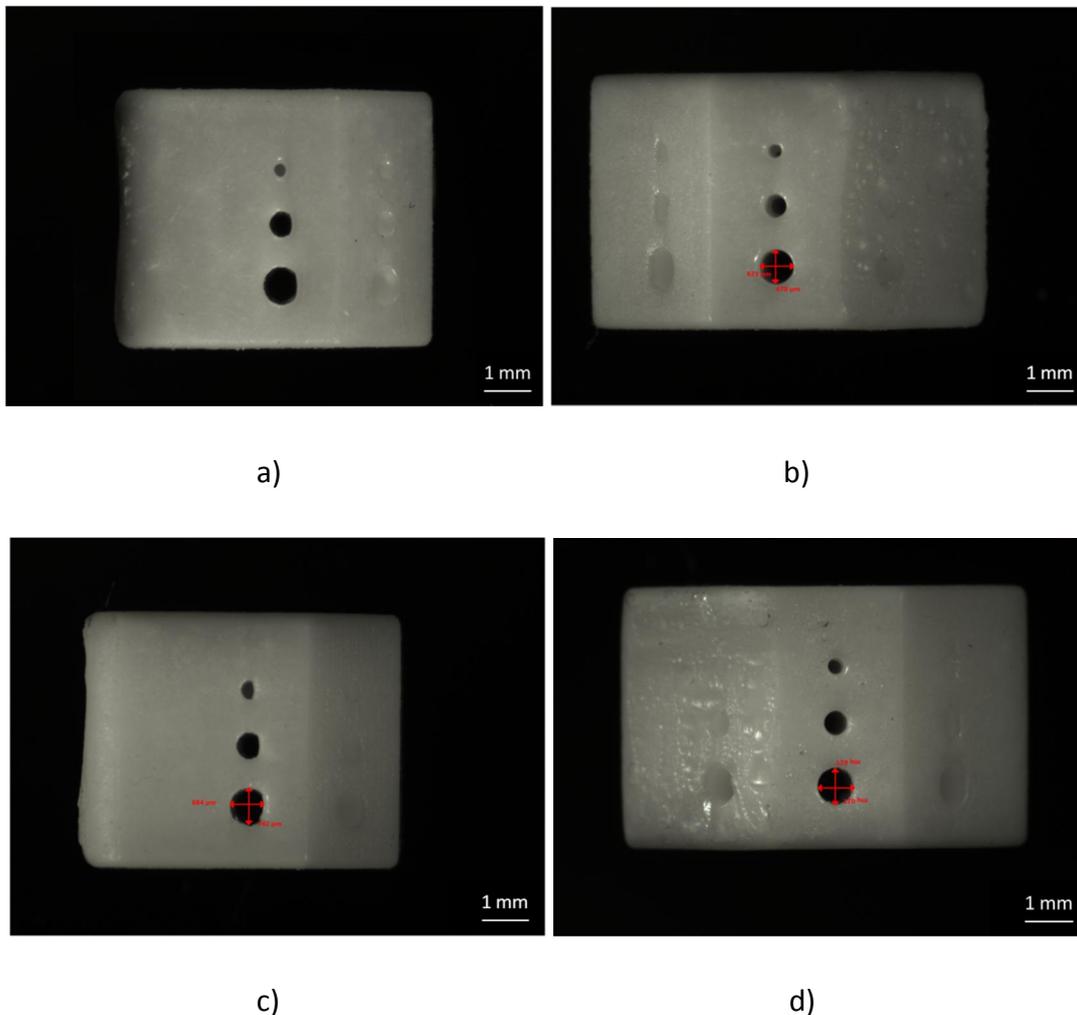


Abbildung 27: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Bohrungskörper aus A3-MS13B_49-k nach 30 min Behandlung mit RM (gesinterten Zustand) a, b) E16 c, d) C3

Betrachtet man Abbildung 27 etwas genauer, so fällt auf, dass die Bohrungsform in (a) und (c) keinen idealen Kreis darstellt, die Form ähnelt eher einem abgeflachten Ei. Dies rührt von der Bauweise der Bohrungskörper. Zum leichteren Verständnis dient die Prinzipskizze der Bohrungskörper aus Tabelle 6. Der Bauteil wird über Kopf auf der Stützstruktur hängend gebaut. Jene Bohrungen, die schräg oder senkrecht zur Bauplattform angeordnet sind, behalten ihre kreisrunde Form (siehe Abbildung 27 (b) und (d)).

Sind die Bohrungen jedoch parallel zur Bauplattform angeordnet, so kommt es während des Baujobs unweigerlich zur Ausbildung der abgeflachten Form. Wird die Belichtungs-dosis zu hoch gewählt, so kann es passieren, dass die Aushärtung des Schlickers durch mehrere Schichten hindurchgeht. Jener Restschlicker, der sich in den Bohrungen ansammelt, führt durch diesen Effekt zum Zuwachsen der Bohrungen.

4.5.7 7.Versuchsserie – mechanische Tests

Als Testobjekte für die 7.Versuchsserie wurden jeweils zwei Hohlzylinder (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 165 mJ/cm²), ein Vollzylinder (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²) und ein Stäbchen (A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²) getestet. Als Testchemikalien für die Versuche wurden jene sieben ausgewählten RM aus Kapitel 4.5.2 verwendet.

Für die mechanischen Tests wurden die oben genannten Proben ohne vorheriges Abwiegen in ein leeres, kleines Probengefäß gegeben und soweit mit RM aufgefüllt, sodass die Proben vollständig mit Flüssigkeit bedeckt waren. Dieser Vorgang wurde für alle RM durchgeführt. Anschließend wurden die Gefäße abwechselnd in ein Ultraschallbad gestellt und für 5 Minuten mit Ultraschallwellen behandelt.

Abschließend wurden alle Proben aus dem RM genommen, getrocknet und auf Risse und ihre Reinigungsleistung hin bewertet. Alle Probekörper blieben während der Behandlung rissfrei und konnten im nächsten Schritt (Kapitel 5) gesintert werden.

4.6 Ergebnisse der Reinigungsmittleignung für Z2-MS31

Im Folgenden sind alle Testreihen aufgelistet, welche mit den Zirkonoxidgrünkörpern durchgeführt wurden, um die Reinigungsleistung und Reinigungsmittleignung zu ermitteln. In den Versuchsserien wurden 21 RM an den Standardgeometrien Vollzylinder, Hohlzylinder und Stäbchen getestet. Abschließend wurden Versuche bei erhöhter Temperatur und Ultraschall durchgeführt.

In Kapitel 4.6.1 ist die Auswertung der Messergebnisse für die Vollzylinder d10/h10 schematisch dargestellt. Die zugehörigen Tabellen der weiteren Versuchsserien sind im Anhang Tabelle 40 bis Tabelle 44 dargestellt. Die Tabellen umfassen jeweils alle gesammelten Auswaagen inkl. einer Gewichtsänderung in Prozent bezogen auf das Herstellgewicht der Probekörper. All jene Prozentwerte, die einen positiven Wert aufweisen, stellen eine Quellung des Materials dar. Die negativen Prozentwerte repräsentieren eine Schrumpfung der Bauteile.

4.6.1 1.Versuchsserie – Verschiedene Geometrien

Die Nachbehandlung der Zirkonoxidproben war im Gegensatz zu den Aluminiumoxidproben um einiges aufwendiger, da der Restschlicker aufgrund der sehr hohen Zähigkeit stark an der Bauteiloberfläche anhaftete. Die Bauteile wurde wie in Kapitel 3.4 erläutert zwar von der Bauplattform mit Hilfe von Rasierklingen getrennt, jedoch war vor allem bei den Hohlzylinder, die sehr filigran waren, das Entfernen der Rückwärtsbelichtung oftmals unmöglich, ohne die Proben dadurch zu zerstören. Zudem stellte die Vorreinigung mittels Druckluft nicht den gewünschten Reinigungseffekt dar und wurde somit weggelassen. Die Proben wurden durch oftmaliges Abwischen mit Reinigungspapier so gut wie möglich vom Restschlicker gereinigt.

Mit diesen vorbereiteten Proben wurde die 1.Versuchsserie gestartet. Je RM wurden jeweils zwei Stück der Vollzylinder d10/h10 (Z2-MS31_42-1P-s, Belichtungs-dosis 100 mJ/cm^2) und Hohlzylinder d10/h5 (Z2-MS31_42-3P-s, Belichtungs-dosis 89 mJ/cm^2) und je ein Stück der Stäbchen 4x4x15 (Z2-MS31_42-1P-s, Belichtungs-dosis 120 mJ/cm^2) in einem separatem Versuch getestet.

Dazu wurden die Proben auf einer Analysewaage abgewogen und das Gewicht notiert. Anschließend wurden die Proben in ein leeres, kleines Probengefäß gegeben und soweit mit RM aufgefüllt, sodass die Proben vollständig mit Flüssigkeit bedeckt waren. Abschließend wurde das Gefäß mit einem Deckel verschlossen und die Uhrzeit aufgezeichnet. Dieser Vorgang wurde für alle Proben und alle RM wiederholt.

Nach 24 Stunden wurden die Proben aus dem RM herausgenommen und vorsichtig mit Reinigungspapier abgewischt, bis sie trocken waren. Anschließend wurden die Proben wieder abgewogen und auf ihr Äußeres bewertet. Hierbei lag das Augenmerk auf der Reinigungsleistung, der Oberflächenbeschaffenheit und etwaigen Auffälligkeiten, wie z.B. Rissmustern. Danach wurden die Proben für weitere 24 Stunden an der Luft gelagert. Mit einem erneuten Abwiegen und notieren der Messwerte konnte herausgefunden werden, ob nachträglich Bestandteile aus den Proben entweichen und sich das Gewicht dabei verändert.

Im Anhang in Tabelle 40 sind alle Messwerte für die Vollzylinder d10/h10 (Z2-MS31_42-1P-s, Belichtungs-dosis 100 mJ/cm^2) zusammengefasst. Die Behandlung der Proben mit S2 führte zu einer sehr starken Quellung. In Abbildung 28 ist der Bohrungskörper ohne Behandlung mit RM und nach 24 Stunden in S2 behandelt dargestellt. Man kann bereits mit freiem Auge die merkliche Volumszunahme der Probe erkennen. Zudem wies die Probe eine gummiartige Konsistenz auf. Beide Eigenschaften sind bei der Nachbehandlung der Zirkonoxidproben unerwünscht und daher die Reinigung mit S2 nicht sinnvoll und zielführend.

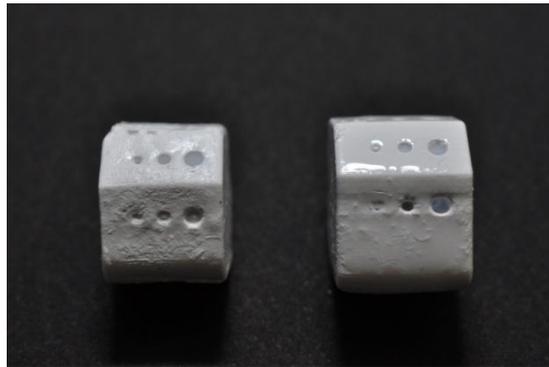


Abbildung 28: Quellung von Bohrungskörper Z2-MS31_42-1P-s im Grünzustand, links: ohne RM, rechts: S2

Tabelle 15 beinhaltet eine Bewertungen der Oberflächenbeschaffenheit und eine Rissbewertung für die Vollzylinder d10/h10 (Z2-MS31_42-1P-s, Belichtungs-dosis 100 mJ/cm²). Weiters wurden alle jene RM, deren Behandlung keine Risse hervorrief, grün unterlegt.

Tabelle 15: Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit Vollzylinder d10/h10, Z2-MS31_42-1P-s, Belichtungs-dosis 100 mJ/cm²

Bezeichnung RM	Bemerkung zur Oberflächenbeschaffenheit					
	matte Oberfläche	glatte Oberfläche	biegsam	hart, spröde	keine Risse	rissig
A8	x	x	x			x
	x	x	x			x
K6	x	x	x			x
	x	x	x			x
E8	x	x		x		x
	x	x		x		x
L4	x	x	x			x
	x	x	x			x
H4	x					x
	x					x
E16	x	x		x	x	
	x	x		x	x	
E12	x	x		x	x	
	x	x		x		x
S2		x			x	
		x				x
T4	x			x		x
	x			x		x
2H2	x	x				x
	x	x				x
E10	x	x				x

	x	x				x
K4	x	x				x
	x	x				x
E4	x	x		x		x
	x	x		x		x
E7	x					x
	x					x
E6	x	x	x			x
	x	x	x			x
C3	x	x				x
	x	x				x
2H3	x			x		x
	x			x		x
E3	x	x	x			x
	x	x	x			x
A7	x			x		x
	x			x		x
E9	x			x		x
	x			x		x
H6	x	x			x	
	x	x			x	

Wie man aus Tabelle 15 erkennen kann, kam es lediglich bei 4 der 21 verwendeten RM zu keiner Rissausbildung. Der Großteil der verwendeten RM führte zur Zerstörung der Zirkonoxidproben. In der Bilderserie in Abbildung 29 sind lichtmikroskopische Aufnahmen unterschiedlicher Rissarten, die dabei entstanden, dargestellt. Hierbei wurden jeweils Vollzylinder aus der Schlickermischung Z2-MS31_42-1P-s für 24 Stunden in RM behandelt und anschließend auf Risse bewertet.

Folgende Längs- und Querrisse entstanden nach der Behandlung mit RM (a) E3 (Mantelfläche), (b) E10 (Mantelfläche), (c) K4 (Mantelfläche), (d) E7 (Mantelfläche), (e) E7 (Mantelfläche) und (f) A7 (Deckfläche).

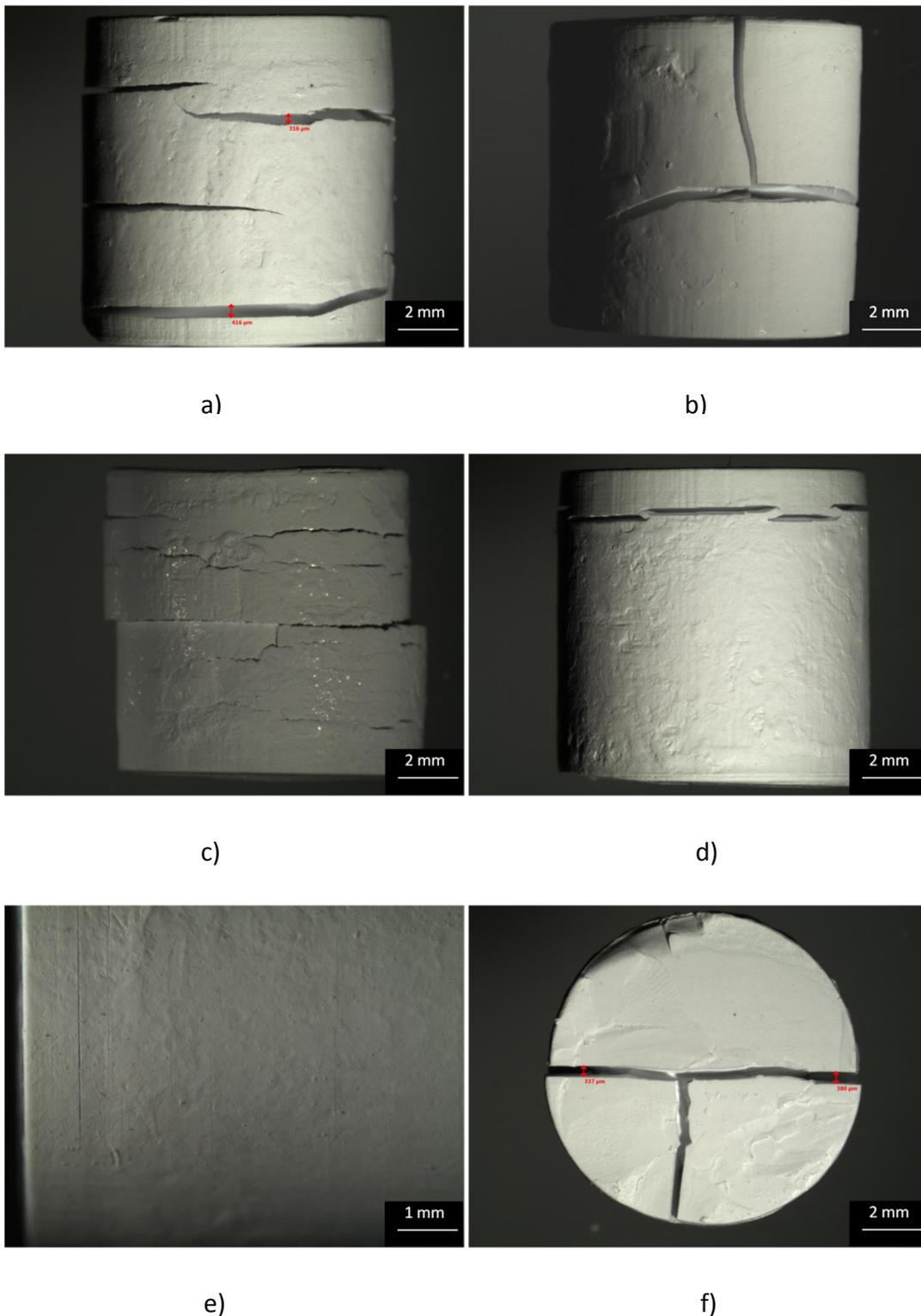


Abbildung 29: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Vollzylinder d10/h10 aus Z2-MS31_42-1P-s nach 24 h Behandlung mit unterschiedlichen RM im Grünzustand a) E3 b) E10 c) K4 d) E7 e) E7 f) A7

Wie man aus Abbildung 29 erkennen kann, reichte die Ausbildung der Risse von sehr feinen am Umfang verteilten Rissen (e) bis hin zu katastrophalem Bauteilversagen (b) und (f). Typische Delaminationsrisse traten bei der Behandlung mit K4 und E7 auf.

Der Großteil der zerstörten Proben wies die Risse sowohl am Umfang als auch auf der Grund- und der Deckfläche auf. In Abbildung 30 sind mikroskopische Aufnahmen von rissfreien Zirkonoxidproben dargestellt. Dabei handelte es sich ebenfalls um Vollzylinder d10/h10 aus der Schlickermischung Z2-MS31_42-1P-s, die für 24 Stunden in RM behandelt wurden. Die Bauteile aus der folgenden Grafik wurden mit E16 behandelt.

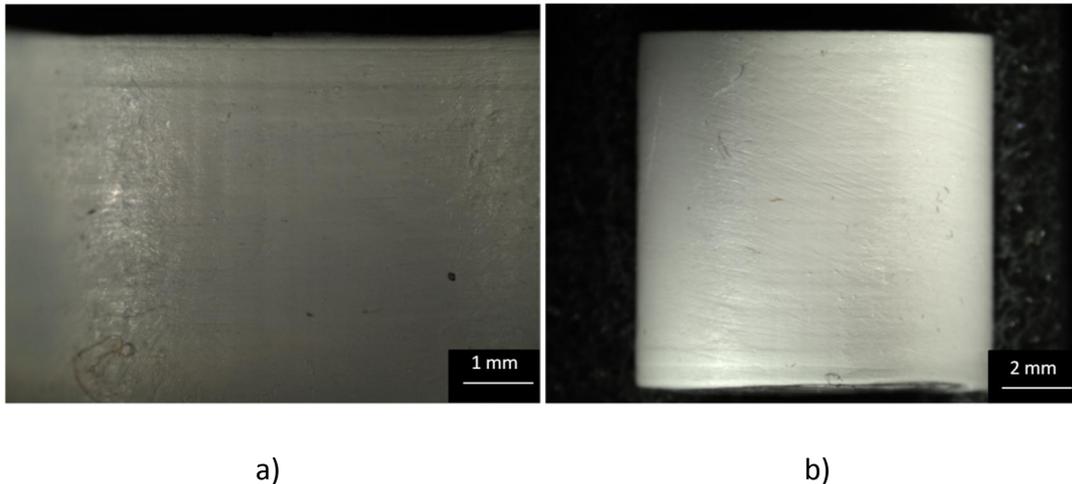


Abbildung 30: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Vollzylinder d10/h10 aus Z2-MS31_42-1P-s nach 24 h Behandlung mit E16 im Grünzustand

Die Messwerte, eine Bewertungen der Oberflächenbeschaffenheit und eine Rissbewertung für die Hohlzylinder d10/h5 (Z2-MS31_42-3P-s, Belichtungs dosis 89 mJ/cm²) sind im Anhang in Tabelle 41 und Tabelle 42 zusammengefasst.

Bei der Auswertung und dem Vergleich der Ergebnisse der Vollzylinder und Hohlzylinder kristallisierte sich ein markanter Unterschied heraus. Erreichte man bei den Vollzylindern nur in 4 von 21 Fällen rissfreie Proben, so erhielt man im Gegensatz dazu bei den Hohlzylindern in 18 von 20 Fällen ein rissfreies Endergebnis. Daraus kann man schließen, dass die Geometrie einen starken Einfluss auf die Rissentwicklung hat. Da bei den Hohlzylindern zum Großteil rissfreie Ergebnisse erzielt werden konnten, wurde diese Versuchsserie gleich dazu verwendet, die unterschiedliche Reinigungsleistung der RM an den Proben auszuwerten. Da auf Grund der sehr zähen Schlickermischung der Restschlicker nur sehr mühsam von der Oberfläche zu beseitigen war, wäre ein RM, welches eine gute bis sehr gute Reinigungsleistung aufweist und zudem rissfreie Proben liefert der Idealfall.

In Tabelle 16 ist die Auswertung der Reinigungsleistung an den Hohlzylindern aus Zirkonoxid zusammengefasst. Bewertet wurde das Maß an Reinheit von schlecht über mäßig bis hin zu gut und sehr gut. Eine sehr gute Reinigungsleistung wiesen RM dann auf, wenn die gesamten Schlickerreste einwandfrei von der Bauteiloberfläche beseitigt wurden. Blieben einzelne Rückstände an der Probe bestehen, so wurde das RM in die Kategorie gutes RM eingeordnet.

Mäßig gute RM entfernten die Schlickerreste mittelmäßig. Bei den RM, welche eine schlechte Reinigungsleistung aufwiesen, wurde der oberflächlich anhaftende Restschlicker kaum entfernt und es blieben großflächige Schlickerspuren an den Proben zurück.

Tabelle 16: Bewertung der Reinigungsleistung an Hohlzylindern d10/h5, Z2-MS31_42-3P-s, Belichtungs-dosis 89 mJ/cm²

Bezeichnung RM	Reinigungsleistung am Bauteil		
	Bewertung	Schlickerrückstände (Streifen)	Bemerkung
A8	schlecht	x	
	schlecht	x	
K6	schlecht	x	
	schlecht	x	
E8	schlecht	x	
	schlecht	x	
L4	mäßig	teilweise	biegsam wie Gummi
	mäßig	teilweise	biegsam wie Gummi
H4	mäßig	teilweise	
	mäßig	teilweise	
E16	schlecht	x	
	schlecht	x	
E12	schlecht	x	
	schlecht	x	
S2	schlecht	x	biegsam wie Gummi
	schlecht	x	biegsam wie Gummi
T4	sehr gut		
	sehr gut		
2H2	gut		biegsam wie Gummi
	gut		biegsam wie Gummi
E10	gut	teilweise	
	gut	teilweise	
K4	sehr gut		
	sehr gut		
E4	sehr gut		
	sehr gut		
E7	sehr gut		
	sehr gut		
E6	sehr gut		
	sehr gut		
C3	sehr gut		biegsam wie Gummi
	sehr gut		biegsam wie Gummi

2H3	gut		biegsam wie Gummi
	gut		biegsam wie Gummi
E3	gut		
	gut		
A7	gut		
	gut		
E9	gut	teilweise	
	gut	teilweise	

In Abbildung 31 sind mikroskopische Aufnahmen von zwei Hohlzylindern aus Z2-MS31_42-3P-s dargestellt, welche für 24 Stunden mit unterschiedlichen RM gereinigt wurden. Die Probe am linken Bild wurde mit K6 behandelt. Wie man sowohl aus der Grafik als auch aus Tabelle 16 erkennen kann, war die Reinigungsleistung diese RM schlecht und die Schlickerrückstände wurden wenig bis kaum entfernt. Es blieb über den gesamten Umfang ein ca. 2 mm breiter Restschlickerstreifen übrig.

Im Gegensatz dazu stellt das rechte Bild ein positives Reinigungsergebnis dar. Die dargestellte Probe wurde mit E7 gereinigt, welches eine sehr gute Reinigungsleistung aufweist. Die gesamten Schlickerrückstände konnten rückstandsfrei entfernt werden. Betrachtet man Abbildung 31 genauer, so fällt auf, dass die Oberfläche beider Proben nicht fließend verläuft, sondern auf der rechten Seite einen ca. 0,5 mm breiten leicht abgesetzten Bereich aufweist. Dieser entsteht durch den schichtweisen Bauvorgang. Die Proben wurden von rechts nach links kontinuierlich hergestellt.

Da man zu Beginn einen erhöhten Schichtzusammenhalt benötigt, um ein fehlerfreies Bauteil herzustellen, wird in den Startschichten die Belichtungsdosis erhöht, um eine bessere Durchhärtung zu erreichen. Durch die erhöhte Belichtungsdosis kommt es in weiterer Folge zu einem leichten Überpolymerisierungsvorgang, welcher sich in dem vergrößerten Durchmesser äußert.

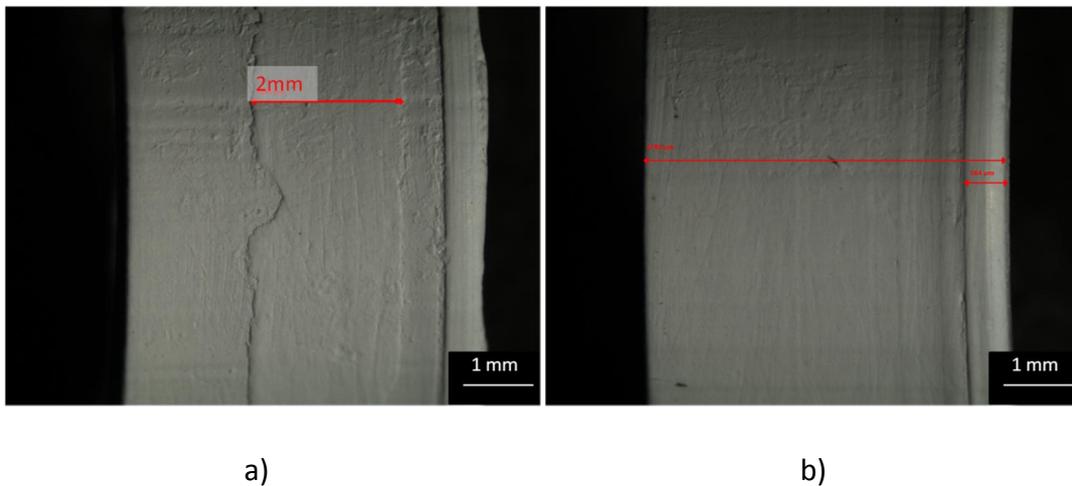


Abbildung 31: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Hohlzylinder d10/h5 aus Z2-MS31_42-3P-s nach 24 h Behandlung mit a) K6 (schlechte RL - Schlickerrückstände) b) E7 (sehr gute RL - keine Schlickerrückstände)

Da die Rissentstehung scheinbar auch von der Geometrie abhängig ist, wurde mit den gewählten RM noch eine Versuchsserie mit der Bauteilgeometrie von Stäbchen durchgeführt und die Ergebnisse bewertet. Hierbei konnten mit 8 von 21 RM rissfreie Ergebnisse erreicht werden.

Die Messwerte, eine Bewertungen der Oberflächenbeschaffenheit und eine Rissbewertung für die Stäbchen 4x4x15 (Z2-MS31_42-1P-s, Belichtungs-dosis 120 mJ/cm²) sind im Anhang in Tabelle 43 und Tabelle 44 zusammengefasst.

4.6.2 2.Versuchsserie – Mechanische und thermische Tests

Wie sich während der 1.Versuchsserie herauskristallisierte, erhielt man mit unterschiedlichen Geometrien variierte Ergebnisse, bei welchen RM Risse auftraten. Da sich die Vollzylinder unter den geprüften Proben am empfindlichsten auf die Behandlung mit den RM herausstellten, wurden jene vier RM, welche ein rissfreies Ergebnis lieferten, für die folgende 2.Versuchsserie herangezogen. Da jedoch S2 sehr stark zum Quellen der Bauteile neigte, wurde dieses aus der Testserie herausgenommen. Somit wurde die 2.Versuchsserie mit E16, E12, E14 und H6 durchgeführt.

Als Testobjekte für die 2.Versuchsserie wurden jeweils pro Versuch zwei Stück der Stäbchen 4x4x15 (Z2-MS31_42-1P-s, Belichtungs-dosis 120 mJ/cm²) und zwei Stück der Bohrungskörper (Z2-MS31_42-1P-s, Belichtungs-dosis 120 mJ/cm²) herangezogen.

Für die Versuche mit erhöhter Temperatur wurden die zuvor genannten Proben ohne vorheriges Abwiegen in ein leeres, kleines Probengefäß gegeben und soweit mit RM aufgefüllt, sodass die Proben vollständig mit Flüssigkeit bedeckt waren. Abschließend wurde das Gefäß mit einem Deckel verschlossen und die Uhrzeit aufgezeichnet. Dieser Vorgang wurde für alle vier RM durchgeführt.

Anschließend wurden die vier Probengefäße auf eine Heizplatte bei 60°C für 24 Stunden gestellt. Nach Ablauf der 24 Stunden wurden die Proben aus dem Becher genommen, getrocknet und auf Risse und ihre Reinigungsleistung hin untersucht. H6 wies eine sehr gute Reinigungsleistung auf, führte jedoch zu einer starken Quellung der Proben. E16, E12 und E14 reinigten mäßig bis gut. Alle 16 Proben blieben während der Temperaturbehandlung rissfrei.

Für die Versuche mit dem Ultraschallbad wurden die oben genannten Proben ohne vorheriges Abwiegen in ein leeres, kleines Probengefäß gegeben und soweit mit RM aufgefüllt, sodass die Proben vollständig mit Flüssigkeit bedeckt waren. Dieser Vorgang wurde für alle vier RM durchgeführt. Anschließend wurden die Gefäße abwechselnd in das Ultraschallbad gestellt und für 5 Minuten ultraschallbehandelt. Abschließend wurden alle 16 Proben wieder auf Risse und die vorherrschende Reinigungsleistung bewertet. Es ergab sich eine ähnliche Bewertung der Reinigungsleistung, wie bei den zuvor durchgeführten Versuchen bei erhöhter Temperatur. H6 reinigte am besten und E16 wies die schlechteste Reinigungswirkung auf. Auch hier blieben alle Proben während der Behandlung rissfrei und konnten im nächsten Schritt (Kapitel 5) gesintert werden.

5. Temperaturbehandlung

Der zweite große Themenblock der Masterarbeit beschäftigte sich mit den thermischen Nachbehandlungsverfahren für die mittels LCM-Verfahren hergestellten Grünkörper. Zum einen wurden mittels thermomechanischer Analyse (TMA) temperaturabhängige Dimensionsänderungen der Proben analysiert, zum anderen mit Entbinder- und Sinterprogrammen basierend auf thermogravimetrischen Messungen (TGA) die Probekörper gesintert und anschließend auf Risse bewertet.

5.1 Entbindern und Sintern

Der bereits hergestellte Grünling wird einer Hochtemperaturbehandlung unterzogen. Zunächst wird bei Temperaturen um 150°C – 400°C der organische Anteil ausgebrannt und anschließend bei Temperaturen zwischen 1350°C – 1650°C das anorganische Pulver zum dichten keramischen Bauteil gesintert. Während der Sinterung entwickelt der Bauteil seine typischen keramischen Materialeigenschaften. Die während des Entbinderns- und Sinterns durchlaufenen Prozessschritte sind in Abbildung 32 dargestellt.

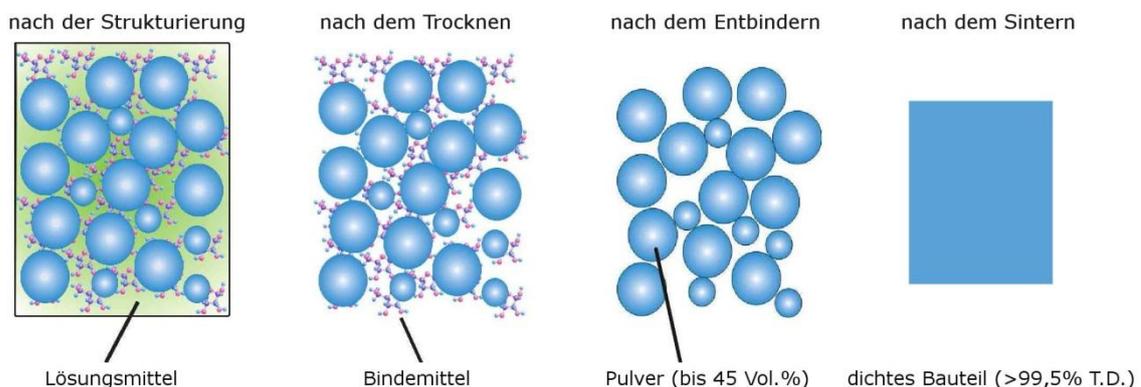


Abbildung 32: Prozessschritte zur Herstellung dichter Keramiken [25]

Das Lösungsmittel bildet einen wesentlichen Bestandteil des Grünlings. Während des Trocknungsvorgangs entweicht dieses aus dem Grünkörper und es bleibt eine poröse Struktur, bestehend aus der Polymermatrix und dem keramischen Füllstoff, zurück. Diese ist für die anschließende Entbinderung von entscheidender Bedeutung und ermöglicht den Austritt der Gase, welche während der Verbrennung der Polymermatrix entstehen. Dadurch kann eine Reduktion des Gasdruckes innerhalb des Bauteils erzielt werden, welche eine Voraussetzung zur Erzeugung rissfreier Bauteile darstellt.

Bei steigender Temperatur erfolgt das Entbindern, hierbei kommt es zur Zersetzung der organischen Komponenten. Die zur Entbinderung verwendeten Temperaturprofile werden auf die jeweilige Materialzusammensetzung abgestimmt.

Entscheidend hierbei ist, dass dem Binder genügend Zeit gegeben wird aus dem Bauteil zu entweichen. Ist dies nicht der Fall, kommt es zur Zerstörung des Bauteils. Mit optimierten Heizraten und Halteplateaus wirkt man diesem Vorgang entgegen. Die dazu nötigen Vorkenntnisse werden aus Versuchen mit Hilfe von thermischen Analysemethoden gewonnen.

Nach der Entbinderung besteht das Bauteil nur noch aus Keramikpulver, welches zwar formstabil ist, jedoch äußerst geringe Festigkeitswerte aufweist. Im nachfolgenden Sinterschritt kommt es infolge der Erhitzung auf die spezifische Sintertemperatur zu einem Zusammenwachsen der Pulverpartikel. Während dieses Prozessschritts erhält das Bauteil seine typischen keramischen Materialeigenschaften. Auf Grund der Verdichtung des Gefüges während des Sintervorgangs kommt es zu einer Schrumpfung des Bauteils [2]. Aufgrund dessen wird bei der Generierung des Geometriedatensatzes das Modell um diesen Faktor maßstäblich vergrößert.

Während des Sintervorgangs kommt es allgemein zu einer Bewegung von Atomen aus energetisch ungünstigen Lagen in energetisch günstigere. Die treibende Kraft ist dabei die Differenz der freien Energie zwischen Anfangs- und Endzustand. Systeme mit einer großen freien Energie werden in einen stabileren Zustand und weniger porösen Körper überführt. Dabei kommt es zur Eliminierung von Hohlräumen und Poren im Gefüge und zu Kornwachstumsvorgängen [26].

5.2 Entbinder- und Sinterprogramme

Die wie zuvor in Kapitel 4 beschriebenen mit RM vorbehandelten rissfreien Proben wurden mit Temperaturprogrammen, basierend auf TGA-Messungen, entbindert und gesintert. Die jeweiligen Sinterprogramme wurden passend zu den unterschiedlichen Pulvertypen gewählt. In Tabelle 17 sind die verwendeten Entbinder- und Sinteröfen der Firma Nabertherm aufgelistet. Die Zirkonoxidbauteile wurden in einem Ofen und in einem Arbeitsgang entbindert und gesintert, im Gegensatz dazu wurden die Aluminiumoxidbauteile zuerst in einem Ofen entbindert und anschließend in einem anderen fertig gesintert.

Tabelle 17: Modellbezeichnung von Entbinder- und Sinteröfen der Firma Nabertherm

Material	Temperaturbehandlung	Modellbezeichnung
A3-MS13B	Entbindervorgang	LT5/11HA
A3-MS13B	Sintervorgang	LHT 0417
Z2-MS31	Entbinder- und Sintervorgang	HTCT 0816

5.2.1 Thermische Prozessierung A3-MS13B

Das Standardentbinderungsprogramm für die Aluminiumoxidproben ist in Tabelle 18 dargestellt. Dabei wurden jeweils die Start- und Endtemperaturen angegeben. Über die entsprechende Dauer lässt sich die jeweilige Heiz- oder Kühlrate berechnen.

Ist die Heiz- oder Kühlrate 0 K/min, so handelt es sich um einen Haltepunkt. Dieser isotherme Vorgang ist wichtig, um der sich bei bestimmten Temperaturen zu zersetzenden Polymermatrix ausreichend Zeit zu geben, aus dem Bauteil zu entweichen, ohne dass dabei im Inneren zu großer Druck aufgebaut wird, der zur Zerstörung des Bauteils führen würde. Die Proben wurden bis 900°C aufgeheizt und anschließend wieder auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Gesamtdauer des Entbinderungsprogramms betrug 151 Stunden.

Tabelle 18: Standardentbinderungsprogramm A3-MS13B

Zeitpunkt [h]	Temperatur [°C]	Rate [K/min]
0	25	0,208
4	75	0,000
25	75	0,208
29	125	0,000
99	125	0,333
103	205	0,000
127	205	0,375
137	430	1,306
143	900	-1,823
151	25	

Abbildung 33 stellt die Entbinderkurve für die Schlickermischung A3-MS13B graphisch dar. Wie man sehr gut erkennen kann, erfolgte die Erwärmung bis ca. 400°C äußerst langsam, da bis zu dieser Grenztemperatur die gesamte organische Matrix aus dem Bauteil entweichen muss. Anschließend daran wurde die Probe relativ rasch bis 900°C weitererhitzt.

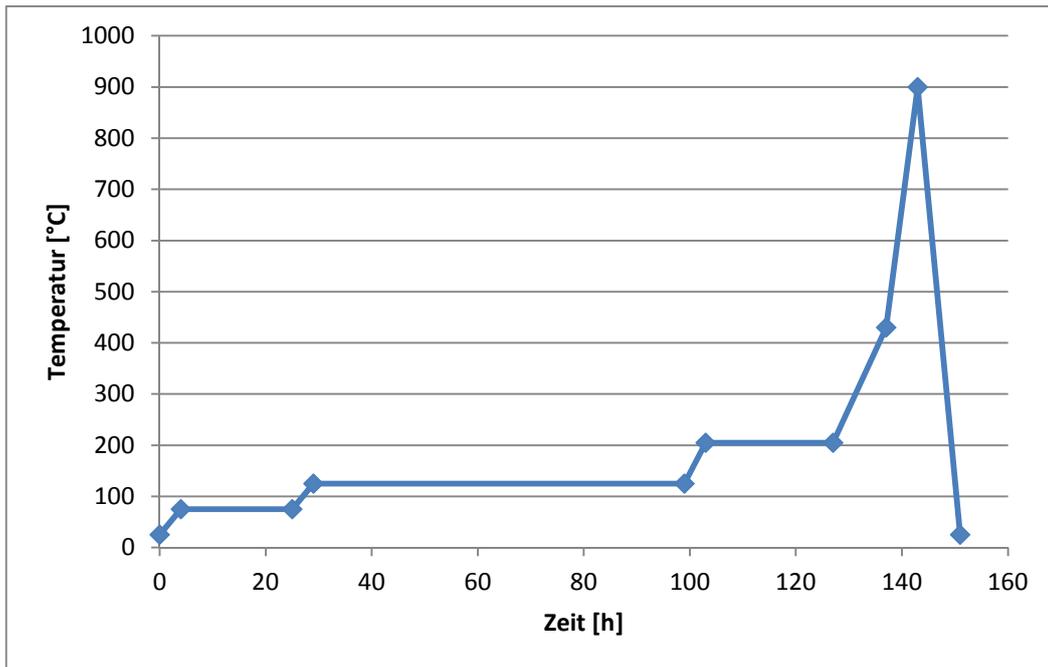


Abbildung 33: Standardentbinderungsprogramm A3-MS13B

Die entbinderten Bauteile wiesen, obwohl bereits die gesamte Polymermatrix entwichen war, nach erfolgter Temperaturbehandlung eine ausreichende Festigkeit auf, da es bereits zu einer Vorsinterung und Ausbildung erster Sinterhalse kam. Dadurch konnten die Proben ohne Probleme in den Sinterofen umgesetzt und mit dem Sinterprogramm, dargestellt in Tabelle 19, dicht gesintert werden. Die Gesamtdauer des Sinterprogramms betrug 46 Stunden.

Tabelle 19: Standardsinterprogramm A3-MS13B

Zeitpunkt [h]	Temperatur [°C]	Rate [K/min]
0	40	2,667
1	200	0,667
11	600	1,528
17	1150	0,833
26	1600	-0,833
34	1200	-1,597
46	50	

Abbildung 34 stellt die Sinterkurve für die Schlickermischung A3-MS13B graphisch dar. In Summe nahm die thermische Nachbehandlung der Aluminiumoxidproben knapp 200 Stunden Zeit in Anspruch.

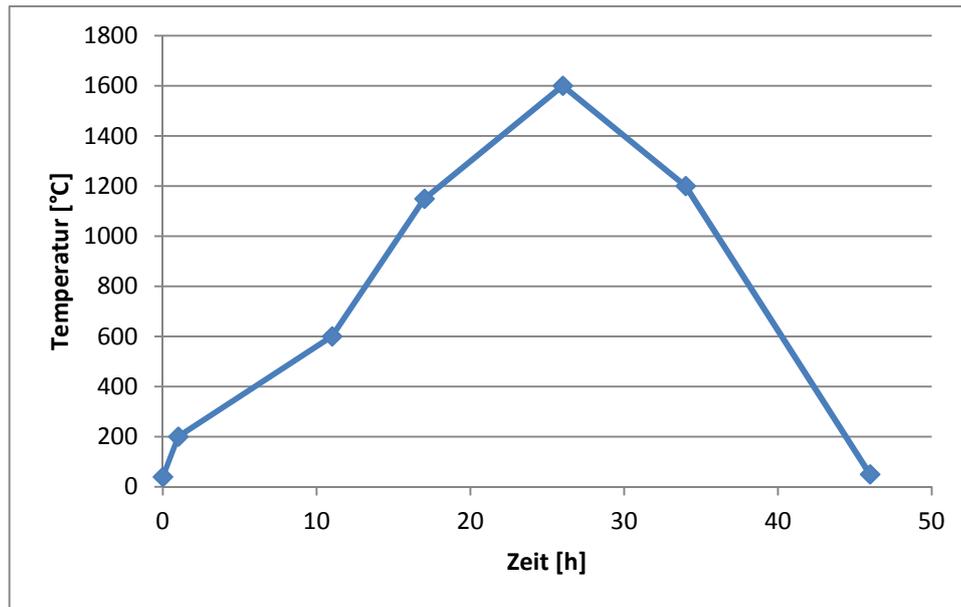


Abbildung 34: Standardsinterungsprogramm A3-MS13B

5.2.2 Thermische Prozessierung Z2-MS31

Die rissfreien gereinigten Zirkonoxidproben wurden in einem Schritt entbindert und gesintert. Das Standardprogramm ist in Tabelle 20 aufgelistet. Dabei wurden jeweils die Start- und Endtemperaturen angegeben. Über die entsprechende Dauer lässt sich die jeweilige Heiz- oder Kühlrate berechnen. Die Gesamtdauer des Programms betrug 120,5 Stunden.

Tabelle 20: Standardentbinder- und Sinterprogramm Z2-MS31

Zeitpunkt [h]	Temperatur [°C]	Rate [K/min]
0	25	0,208
4	75	0,000
10	75	0,264
16	170	0,000
24	170	0,125
28	200	0,000
34	200	0,155
48	330	0,000
54	330	0,139
60	380	0,000
66	380	0,250
74	500	1,667
81,5	1250	3,333
82,5	1450	0,000
84,5	1450	-0,660
120,5	25	

Abbildung 35 stellt die Standardentbinder- und Sinterkurve für die Schlickermischung Z2-MS31 graphisch dar. Der Temperaturverlauf zeigt sehr gut, dass die Erwärmung bis ca. 500°C sehr langsam verläuft und ca. 60 % der Gesamtdauer ausmacht. Dieser Bereich wird bezüglich der Rissentstehung als kritisch angesehen, da in diesem Bereich die gesamte organische Matrix aus dem Bauteil entweichen muss und sollte dementsprechend äußerst langsam gefahren werden. Weiters ist zu erkennen, dass bei kritischen Temperaturpunkten Halteplateaus eingefügt wurden. Von 500°C wird die Probe relativ rasch auf 1250°C geheizt und bis 1450°C dicht gesintert. Abschließend erfolgt das Abkühlen auf Raumtemperatur.

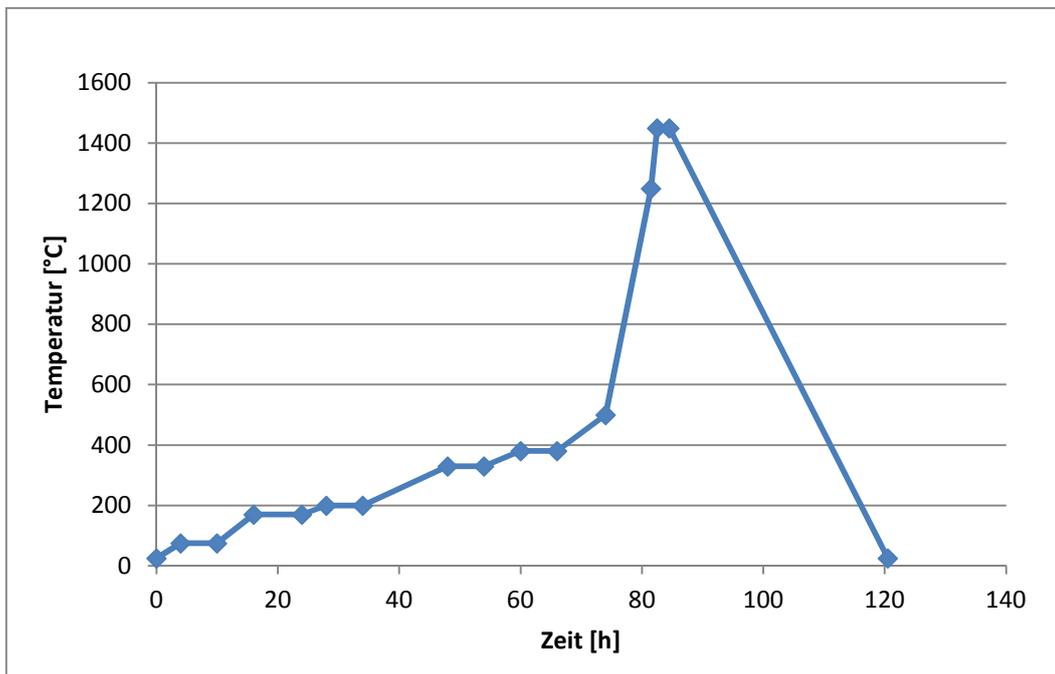


Abbildung 35: Standardentbinder- und Sinterprogramm Z2-MS31

5.3 Sinterergebnisse

Die dicht gesinterten Bauteile wurden anschließend aus dem Ofen genommen, abgewogen und mit dem freien Auge auf Risse untersucht. Mit dem Mikroskop wurden anschließend oberflächliche Risse detektiert und die Proben auf eventuell vorhandene Gefügeunregelmäßigkeiten untersucht. Dazu gehören z.B. lokale Anhäufungen von Mikroporen.

Bei all jenen Proben, die rissfrei gesintert werden konnten, wurde anschließend die Dichte bestimmt und die Messergebnisse in die Bauteilcharakterisierungstabellen im Anhang Tabelle 45 bis Tabelle 60 eingetragen. Neben der ermittelten Dichte umfassen die Tabellen zudem das Gewicht der Proben nach der Sinterung und eine Bewertung auf Vorhandensein von Rissen.

Die detektierten Risse der jeweiligen gesinterten Probekörper werden im folgenden Kapitel hinsichtlich Geometrie, Nachbehandlungsverfahren und RM ausgewertet.

5.3.1 Einflussparameter auf das Sinterergebnis A3-MS13B

Die Rohdaten aus Tabelle 21 und Tabelle 22 stammen aus den Tabelle 45 bis Tabelle 55 aus dem Anhang. Für die Auswertung herangezogen wurden jeweils jene Proben, die rissfreie Ergebnisse lieferten und die Gesamtanzahl aller geprüften Proben. Die Unterteilung erfolgte nach Geometrie, Schlickermischung, gebauter Belichtungs-dosis und speziell angewendeten Nachbehandlungsverfahren.

Tabelle 21: Auflistung aller getesteter Geometrien, Gegenüberstellung rissfreie Proben und Gesamtanzahl geprüfter Proben A3-MS13B

Abk.	Geometrie, Schlickerbezeichnung, Belichtungs-dosis, Nachbehandlungsart	rissfreie Proben	Gesamtanzahl geprüfter Proben	% - Anteil rissfreier Proben
A	Hohlzylinder, A3-MS13B_49-k, 165mJ/cm ²	16	16	100
B	Hohlzylinder, A3-MS13B_49-k, 165mJ/cm ² 5min Ultraschallbad	12	14	86
C	Hohlzylinder, A3-MS13B_49-k, 165mJ/cm ² 60°C Reinigungsmitteltemperatur	11	14	79
D	Stäbchen, A3-MS13B_49-k, 130mJ/cm ²	13	16	81
E	Stäbchen, A3-MS13B_49-k, 70mJ/cm ²	8	16	50
F	Stäbchen, A3-MS13B_49-k, 80mJ/cm ²	9	14	64
G	Stäbchen, A3-MS13B_49-k, 80mJ/cm ² 5min Ultraschallbad	7	7	100
H	Stäbchen, A3-MS13B_49-k, 80mJ/cm ² 60°C Reinigungsmitteltemperatur	2	6	33
I	Stäbchen, A3-MS13B_49-s, 80mJ/cm ²	4	16	25
J	Vollzylinder, A3-MS13B_49-k, 130mJ/cm ²	0	16	0
K	Vollzylinder, A3-MS13B_49-k, 60mJ/cm ²	1	16	6
L	Vollzylinder, A3-MS13B_49-k, 80mJ/cm ²	5	14	36
M	Vollzylinder, A3-MS13B_49-k, 80mJ/cm ² 5min Ultraschallbad	2	7	29
N	Vollzylinder, A3-MS13B_49-k, 80mJ/cm ² 60°C Reinigungsmitteltemperatur	0	7	0
O	Vollzylinder, A3-MS13B_49-s, 80mJ/cm ²	0	16	0

Wie man aus Tabelle 21 und Abbildung 36 ganz eindeutig erkennen kann, war die Sinterung der Hohlzylinder mit dem Standardsinterprogramm am einfachsten umzusetzen, da aufgrund der sehr dünnen Wandstärken nur sehr kurze Diffusionswege resultieren. In Folge kam es zu den wenigsten Rissentstehungen und es konnten bei den Hohlzylindern in 88 % aller Testversuche rissfreie Proben erzeugt werden. Bei den Stäbchen wurde in 57 % aller Fälle rissfrei gesintert. Grund für den verringerten Prozentsatz rissfreier Proben im Gegensatz zu den Hohlzylindern stellt die Geometrie der Stäbchen dar. An den Ecken kommt es zu Spannungsspitzen und zu vermehrter Bauteilschädigung.

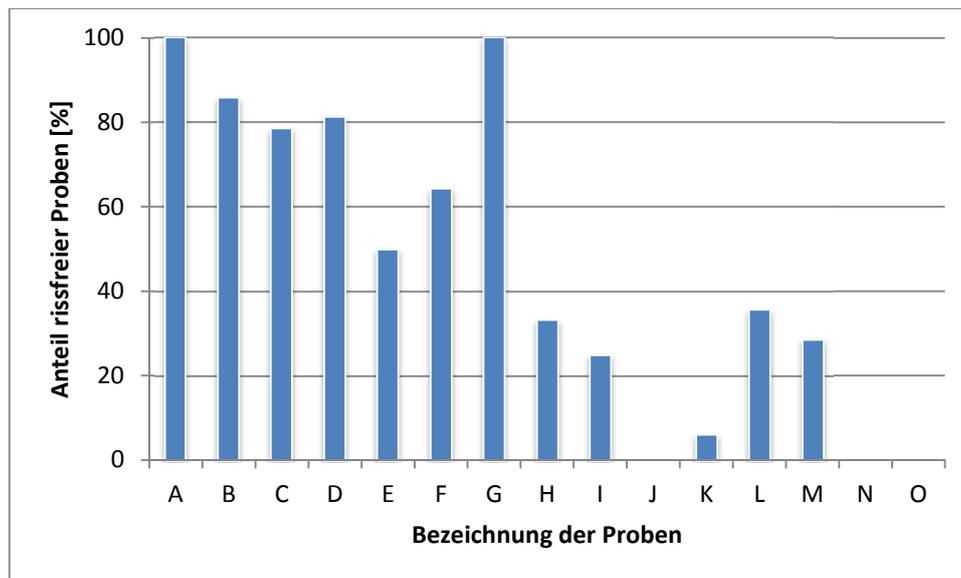


Abbildung 36: Prozentueller Anteil rissfreier Proben A3-MS13B je Geometrie, Schlickermischung, Belichtungsdosis, Nachbehandlungsart

Nur 10,5 % an rissfreien Proben wurden bei den Vollzylindern erreicht. Je massiver der Probekörper, umso länger die Diffusionswege, die die Gase benötigen, um aus dem Bauteil zu entweichen und umso höher die Rissanfälligkeit in Folge des hohen Druckaufbaus im Bauteilinneren. Die Sinterung dieser kompakten Geometrien war mit dem Standardsinterprogramm nur unzureichend umsetzbar. Um ein zufriedenstellendes Ergebnis zu erreichen, wäre die Anpassung des Entbinder- und Sinterprogramm an die massiven Geometrien notwendig.

Bei der Auswertung stellte sich zudem heraus, dass die Behandlung mit 60°C Reinigungsmitteltemperatur den geringsten Anteil an rissfreien Bauteilen lieferte. Aufbauend auf die Fragestellung aus Kapitel 4.5.5 wurde somit belegt, dass die Wärme einen negativen Einfluss auf die Rissentstehung hat.

Gegen aller Erwartungen führten die Testversuche mit dem nicht aufgemahlene Schlicker zu keinem akzeptablem Ergebnis. Nur 12,5 % an rissfreien Proben wurden mit dieser Schlickermischung erreicht.

Da aus Praxisversuchen jedoch passable Sinterergebnisse bekannt sind, liegt die Vermutung nahe, dass die 24 stündige Behandlung mit dem jeweiligen RM das Netzwerk der Proben derart verändert, sodass eine nachfolgende Entbinderung und Sinterung nur unzureichend umgesetzt werden kann.

Tabelle 22 stellt alle getesteten RM und deren Anteil an rissfreien zu rissigen Bauteilen gegenüber.

Tabelle 22: Auflistung aller getesteter RM, Gegenüberstellung rissfreie Proben und Gesamtanzahl geprüfter Proben, alle Geometrien, A3-MS13B

RM Bezeichnung	rissfreie Proben	Gesamtanzahl geprüfter Proben	% - Anteil rissfreier Proben
A8	9	26	35
E16	16	26	62
E12	13	26	50
E14	6	12	50
S2	10	26	38
2H2	11	26	42
C3	10	26	38
2H3	13	25	52

Es wurden je RM alle getesteten Proben aufgelistet und bewertet, wie groß der Anteil an rissfreien Proben war. Mittels E14 wurden in Summe nur 12 Proben unterschiedlicher Geometrie getestet. Bei allen anderen RM wurden jeweils 26 Stück bestehend aus Vollzylindern, Hohlzylindern und Stäbchen getestet, Ausnahme war 2H3, bei dem 25 Stück getestet wurden. E16 erreicht mit 61 % den größten Anteil an rissfreien Proben.

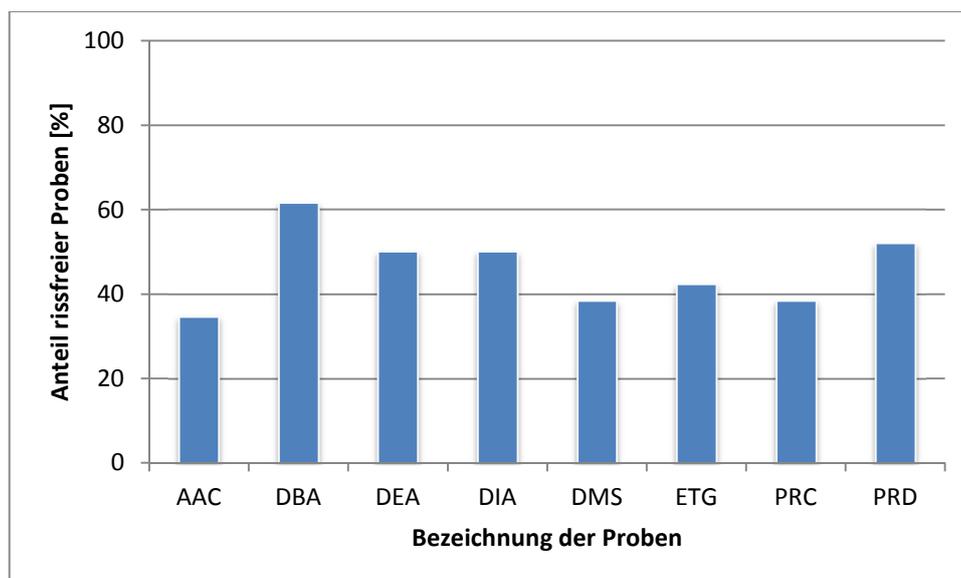


Abbildung 37: Reinigungsmittelauswertung, prozentueller Anteil rissfreier Proben A3-MS13B, alle getesteten Geometrien

In Abbildung 38 sind lichtmikroskopisch aufgenommene Delaminationsrisse an einem gesinterten Stäbchen aus A3-MS13B_49-s dargestellt. Dabei handelt es sich um feine Risse zwischen benachbarten Schichten, die während des Entbindervorgangs entstanden. Vorrangig traten diese Risse bei Bauteilen auf, welche aus einem nicht aufgemahlenen Schlicker hergestellt wurden.

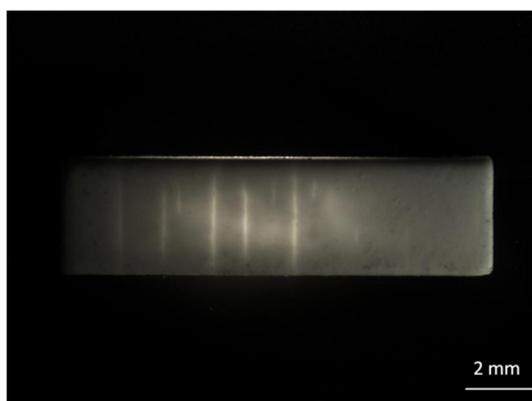


Abbildung 38: Delaminationsrisse an einem gesinterten Stäbchen aus A3-MS13B_49-s

5.3.2 Einflussparameter auf das Sinterergebnis Z2-MS31

Die Rohdaten aus Tabelle 23 stammen aus den Tabelle 56 bis Tabelle 60 aus dem Anhang. Für die Auswertung herangezogen wurden jeweils jene Proben, die rissfreie Ergebnisse lieferten und die Gesamtanzahl aller geprüften Proben. Die Unterteilung erfolgte nach Geometrie und speziell angewendeten Nachbehandlungsverfahren.

Tabelle 23: Auflistung aller getesteter Geometrien, Gegenüberstellung rissfreie Proben und Gesamtanzahl geprüfter Proben Z2-MS31

Abk.	Geometrie, Schlickerbezeichnung, Belichtungs-dosis, Nachbehandlungsart	rissfreie Proben	Gesamtanzahl geprüfter Proben	% - Anteil rissfreier Proben
A	Hohlzylinder, Z2-MS31-3P, 89mJ/cm ²	34	40	85
B	Stäbchen, Z2-MS31-1P, 120mJ/cm ²	6	8	75
C	Vollzylinder, Z2-MS31-1P, 120mJ/cm ²	1	7	14
D	Stäbchen, Z2-MS31-1P, 120mJ/cm ² 5min Ultraschallbad	1	8	13
E	H6rungskörper, Z2-MS31-1P, 120mJ/cm ² 5min Ultraschallbad	7	8	88
F	Stäbchen, Z2-MS31-1P, 120mJ/cm ² 60°C Reinigungsmitteltemperatur	5	8	63
G	H6rungskörper, Z2-MS31-1P, 120mJ/cm ² 60°C Reinigungsmitteltemperatur	4	8	50

Auch bei den Zirkonoxidproben zeigte sich, dass je dünnwandiger die Struktur ist, umso leichter die nachfolgende Entbinderung und Sinterung. So konnte bei der Sinterung der Hohlzylinder in 85 % der Fälle rissfreie Proben erreicht werden. Im Vergleich dazu führte die Sinterung der massiven Vollzylinder in ca. 15 % der Fälle zu rissfreien Ergebnissen.

Über eine bevorzugte Nachbehandlung mittels erhöhter Reinigungsmitteltemperatur oder Ultraschall lässt sich keine eindeutige Aussage treffen. Um detailliertere Angaben geben zu können, wäre eine größere Anzahl an Versuchsdurchläufen mit verschiedenen Geometrien notwendig.

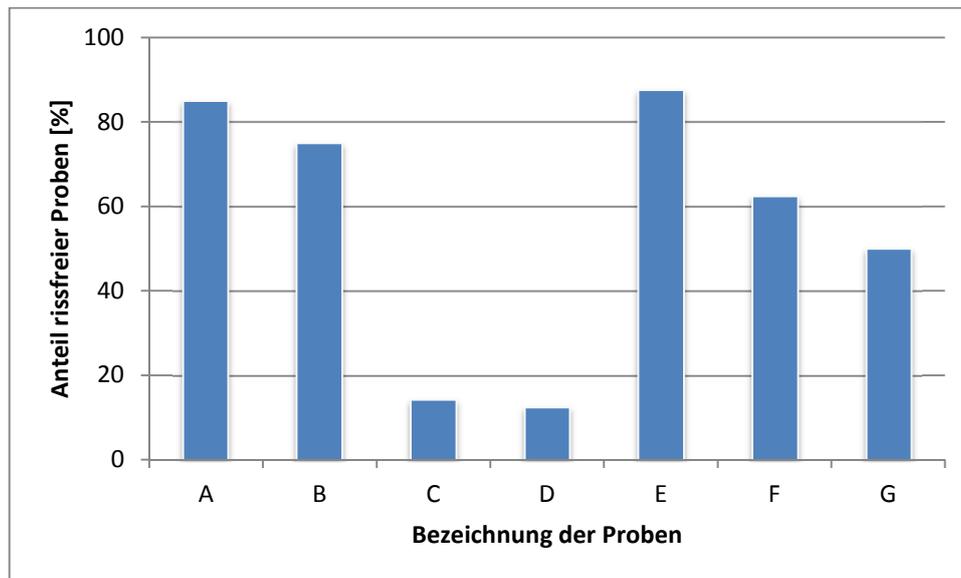


Abbildung 39: Prozentueller Anteil rissfreier Proben Z2-MS31 je Geometrie, Schlickermischung, Belichtungsdosis, Nachbehandlungsart

Die Analyse der RM ausgewertet anhand der Rissbildung nach der Sinterung zeigte wie im Kapitel davor auch bei den Aluminiumoxidproben, dass mit E16 die größten Anteile, rund 85 %, an rissfreien Proben erreicht werden konnten.

5.3.3 Dichtebestimmung

Die Berechnung der Dichte erfolgte nach dem Archimedischen Prinzip, welches besagt, dass ein vollständig in einer Flüssigkeit eingetauchter Körper eine Auftriebskraft erfährt. Diese ist gleich groß, wie die Gewichtskraft des Volumens der verdrängten Flüssigkeit. Der Messaufbau ist in Abbildung 40 dargestellt.

Zu Beginn wird die Masse des Bauteils an der Luft ($m_{\text{Probe,Luft}}$) bestimmt. Anschließend wird die Probe in dem dafür vorgesehenem Behälter in destilliertem Wasser vollständig untergetaucht und abermals die Masse ($m_{\text{Probe,Wasser}}$) festgestellt. Die unterschiedlichen Messergebnisse rühren von den unterschiedlichen Dichten, in denen die Messung durchgeführt wird.

Die Dichte des zu prüfenden Bauteils kann nun über die Differenz beider Messungen berechnet werden. Die Dichte von Wasser (ρ_{Wasser}) ist von der Temperatur abhängig und kann aus Datenblättern abgelesen werden. Da die Dichte von Luft sehr viel kleiner als die Dichte von Wasser ist, kann man die vereinfachte Formel für die Berechnung der Dichte der Probe (ρ_{Probe}) verwenden.

$$\rho_{\text{Probe}} = \frac{m_{\text{Probe,Luft}} * \rho_{\text{Wasser}}}{m_{\text{Probe,Luft}} - m_{\text{Probe,Wasser}}}$$

Die theoretische Dichte von Al_2O_3 liegt bei $\rho = 3,9851 \text{ kg/m}^3$ [27]. Die theoretische Dichte von Yttrium-stabilisiertem ZrO_2 liegt bei $\rho = 6,06785 \text{ kg/m}^3$ [28].

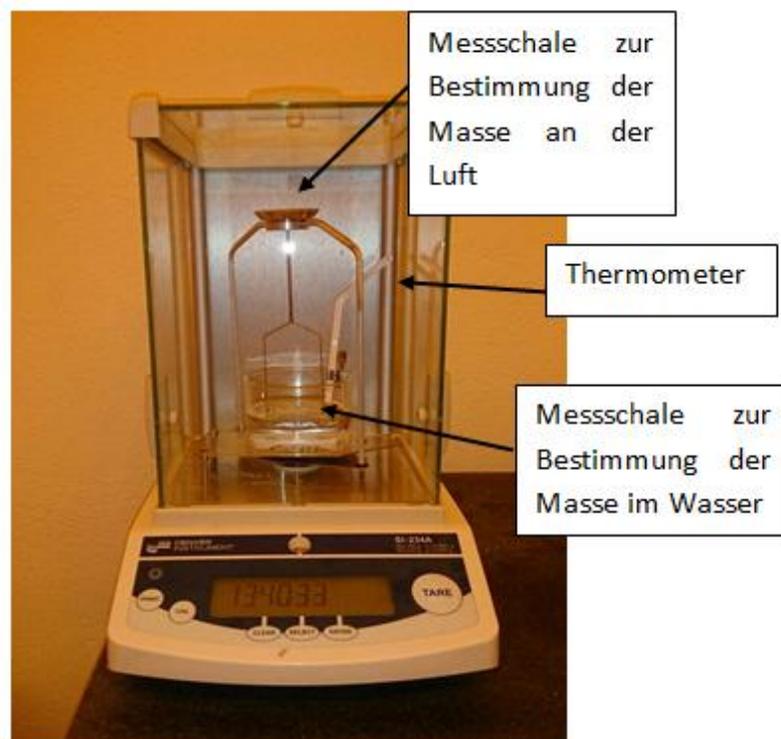


Abbildung 40: Messaufbau zur Bestimmung der Dichte

5.3.3.1 Dichtewerte A3-MS13B

Bei den Aluminiumoxidproben konnten je nach RM und nach Art der Reinigung theoretische Dichtewerte von 98,0 % bis hin zu 99,8 % erreicht werden. Die durchgehend höchsten Dichten erreichten Bauteile unterschiedlichster Geometrie, die mit E16 gereinigt wurden.

Ein Zusammenhang zwischen eingestellter Belichtungs-dosis und daraus resultierender Dichte konnte nicht festgestellt werden. Alle ermittelten Dichtewerte sind im Anhang in Tabelle 45 bis Tabelle 55 aufgelistet.

5.3.3.2 Dichtewerte Z2-MS31

Bei den Zirkonoxidproben konnten je nach RM und nach Art der Reinigung theoretische Dichtewerte von 98,5% bis hin zu 99,9% erreicht werden. Die Verwendung von E16 erreichte bei der Behandlung der Zirkonoxidproben den größten Anteil an rissfreien Proben. Wie auch bei den Aluminiumoxidproben erreichte man zudem mit E16 durchgehend die höchsten Dichten. Alle ermittelten Dichtewerte sind im Anhang in Tabelle 56 bis Tabelle 60 aufgelistet.

5.4 Thermische Analyse

Unter dem Begriff der thermischen Analyse wird eine Gruppe von Methoden verstanden, bei denen physikalische und chemische Eigenschaften einer Substanz oder eines Gemisches während des Durchlaufens eines geregelten Temperaturprogramms als Funktion der Temperatur oder Zeit gemessen werden [29].

Die verschiedenen Methoden verfügen über eine Vielfalt von Einsatzmöglichkeiten, da nahezu jeder physikalische Vorgang und jede chemische Reaktion damit untersucht werden können. Die Methoden dienen zur Untersuchung von Phasenübergängen und Zersetzungs- oder Abbaureaktionen sowie zur thermischen Charakterisierung neuer synthetisierter Verbindungen [30].

Im Folgenden werden die in dieser Masterarbeit verwendeten thermischen Analyseverfahren näher erläutert und die Ergebnisse der thermischen Untersuchung der verwendeten Schlickermischungen mittels TGA, TMA und DSC präsentiert.

Die Temperaturverläufe beim Entbinderungsprozess waren von besonderem Interesse, da sich die einzelnen Aufheizgeschwindigkeiten und Haltephasen sehr stark auf die Rissentstehung und das Risswachstum auswirkten. Aufgrund des hohen Füllgrades können Gase nur schwer aus dem Probenkörper entweichen, wodurch sich ein Druck im Probeninneren aufbaut. Dieser Überdruck würde ohne Haltephasen zu vermehrter Rissbildung führen. Durch die konstante Temperatur während der Halteperiode wird dem Probenkörper die Möglichkeit gegeben, den Überdruck und die daraus resultierenden Spannungen langsam abzubauen, um so die Rissentstehung zu reduzieren.

5.4.1 Thermogravimetrische Analyse

Mit Hilfe der Thermogravimetrie (TGA) wird die Masse bzw. die Massenänderung einer Probe in Abhängigkeit von der Temperatur und/oder der Zeit gemessen. Massenänderungen treten bei Verdampfungs- oder Zersetzungs Vorgängen auf [31]. Die Messungen wurden am Gerät der Firma TA Instruments Modell TGA 2050 durchgeführt.

5.4.2 Dynamische Differenz-Kalorimetrie

Die Dynamische Differenz-Kalorimetrie (Differential Scanning Calorimetrie DSC) ist eine Technik, bei der Wärmestromdifferenzen zwischen der Probensubstanz und einem Referenzmaterial als Funktion der Temperatur gemessen werden, während die Substanz und das Referenzmaterial einem geregelten Temperaturprogramm unterworfen werden [30].

Mit der DSC können Reaktionen und Umwandlungen untersucht werden, bei denen Wärme frei oder verbraucht wird, oder eine Änderung der spezifischen Wärmekapazität auftritt. Aus einer derartigen Messung können charakteristische Daten wie Reaktionstemperaturen und Reaktionswärmen, Art der Reaktion (exotherm oder endotherm) und die spezifische Wärmekapazität oder deren Änderung erhalten werden.

Die Messungen wurden am Gerät der Firma TA Instruments Modell 2920 CE durchgeführt.

5.4.2.1 *Ergebnisse A3-MS13B*

Die Versuche wurden unter Luft mit einer Aufheizrate von 2 K/min durchgeführt. Zur besseren Auswertung wurde die DSC-Kurve mit einer bereits bestehenden Kurve eines TGA-Versuchs desselben Schlickermaterials mit denselben Prüfbedingungen überlagert. Dargestellt sind die überlagerten Kurvenverläufe in Abbildung 41. Bei jenen Peaks, die sich in den Bereich eines negativen Wärmestroms erstrecken, handelt es sich um exotherme Vorgänge.

Getestet wurde bei dem in Abbildung 41 dargestellten Kurvenverlauf eine bereits auspolymerisierte Probe aus dem Material A3-MS13B. Da Photopolymerisationen nie vollständig ablaufen und so immer noch reaktive Gruppen vorhanden sind, sollte mittels DSC-Versuchs herausgefunden werden, ob die Probe noch thermisch nachpolymerisiert. Zudem konnte festgestellt werden, bei welchen Temperaturen es zu Zersetzungsvorgängen kam.

Im Temperaturbereich von ca. 144°C beim ersten auftretenden Peak kam es zu einer exothermen Reaktion. Da in diesem Bereich noch keine Massenabnahme stattgefunden hat, findet bei dieser Temperatur eine Nachpolymerisation statt. Zu ersten Zersetzungsvorgängen kam es in einem Temperaturbereich von ca. 180°C einhergehend mit einem Massenverlust von ca. 1,8 %. Weitere Zersetzungen der Organik fanden bei Temperaturen um ca. 340°C und ca. 450°C statt.

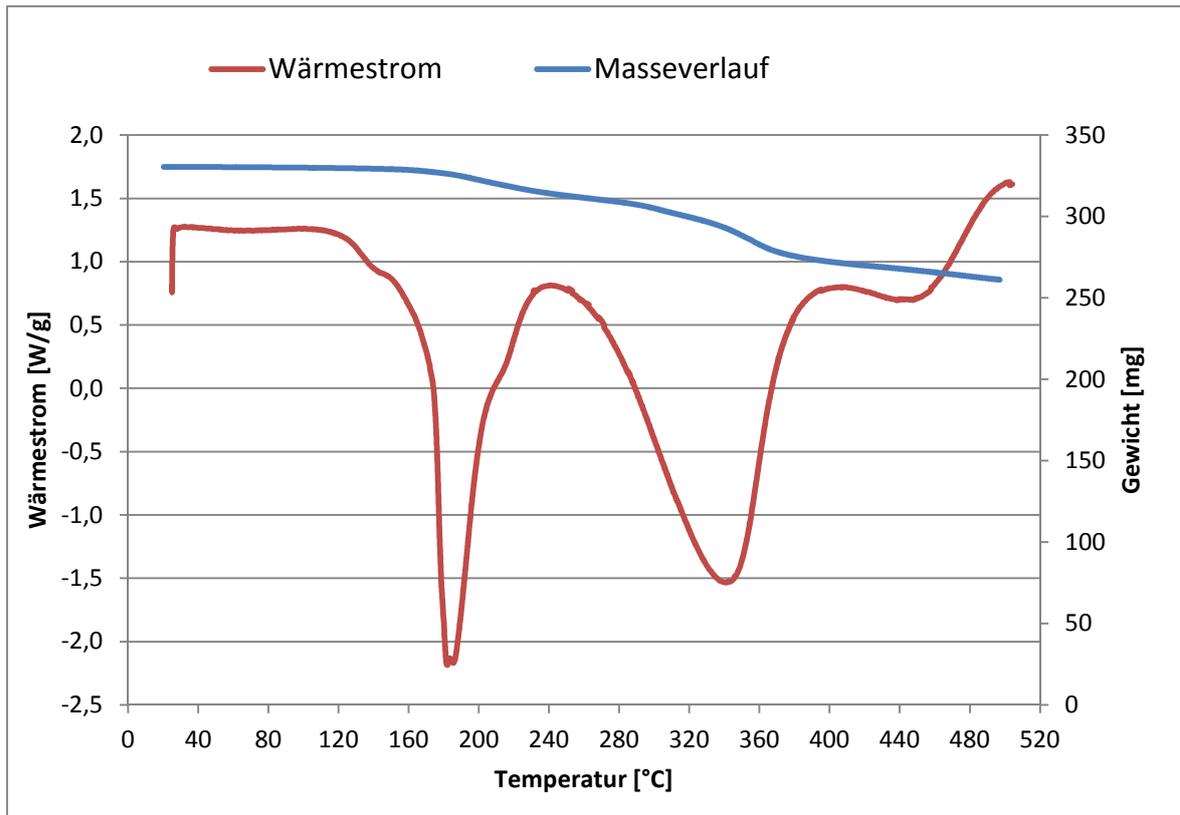


Abbildung 41: DSC- Kurve und TGA- Kurve bis 500°C überlagert, Aufheizrate 2 K/min unter Luft, A3-MS13B auspolymerisierte Probe

Ein weiterer DSC-Versuch wurde an einer flüssigen Schlickermischung A3-MS13B durchgeführt. Dargestellt ist der Messverlauf in Abbildung 42 (blaue Kurve). Um Aussagen zwischen flüssiger und bereits auspolymerisierte Probe treffen zu können, wurden die beiden Kurvenverläufe überlagert und sind in Abbildung 42 dargestellt. Aus der Grafik ist sehr schön erkennbar, dass in etwa bei gleichen Temperaturen bei beiden Testversuchen Peaks auftreten, die durch exotherme Vorgänge zustande kommen.

Die Peakausprägungen der flüssigen Probe sind weitaus markanter als diejenigen der auspolymerisierten Probe. Beim ersten Peak bei etwa 145°C kommt es bei der flüssigen Probe zu einer deutlich ausgeprägten Polymerisation, bei der auspolymerisierten Probe hingegen nur zu einer Nachpolymerisation. Auch der zweite Peak, bei einer Temperatur von ca. 183°C ist bei der flüssigen Probe merklich steiler und schmaler. Diese Form ergibt sich aus der Tatsache, dass die flüssige Probe ein definierteres Gemisch darstellt als die bereits auspolymerisierte Probe.

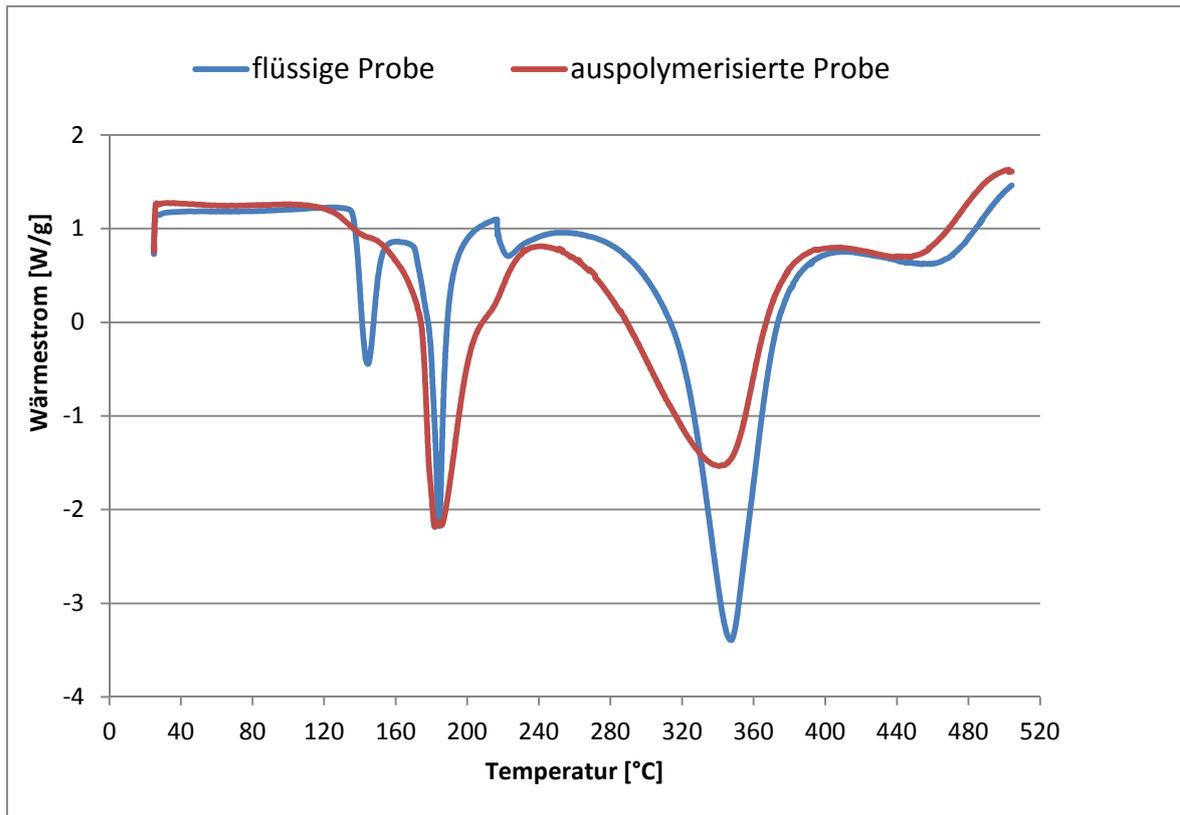


Abbildung 42: DSC-Kurve bis 500°C, Aufheizrate 2 K/min unter Luft, A3-MS13B auspolymerisierte Probe und flüssiger Schlicker

5.4.3 Thermomechanische Analyse

Bei der thermomechanische Analyse (TMA) werden Dimensionsänderungen von Feststoffen und Flüssigkeiten als Funktion der Temperatur und/oder der Zeit unter definierter mechanischer Belastung bestimmt. Viele Materialien ändern beim Aufheizen oder Abkühlen ihre thermomechanischen Eigenschaften, z.B. die thermische Ausdehnung. TMA-Untersuchungen geben somit wertvolle Hinweise auf Zusammensetzung, Struktur, Herstellungsbedingungen oder Einsatzmöglichkeiten von Werkstoffen [32].

Die Messungen wurden am Gerät der Firma TA Instruments Modell TMA 2940 durchgeführt.

5.4.3.1 Auswertung A3-MS13B

Die thermischen Untersuchungen mittels TMA wurden bei den Aluminiumoxidproben A3-MS13B_49-k an Standardzylindern mit den Abmaßen d10/h10 durchgeführt.

Die Vorgehensweise bei allen TMA-Versuchen dieser Reihe war iterativ. Der jeweils durchgeführte Versuch wurde analysiert und dahingehend modifiziert, dass das Temperaturprogramm an Dimensionsänderungen angepasst wurde.

Bei zu schneller Erwärmung entstand auf Grund der sich zersetzenden Organik ein zu hoher Druck, welcher sich nicht mehr ausreichend langsam durch die vorhandenen Mikrokanäle abbauen ließ und in Folge die Probe zerstörte. Um dem entgegenzuwirken wurde in Bereichen zu hoher Aufheizgeschwindigkeit die Aufheizrate reduziert. Eine weitere Maßnahme bildete an Stellen mit sprunghaft auftretender Längenänderung die Einführung von Halteplateaus. Allen Versuchen war gleich, dass immer dieselbe Abkühlrate von 1 K/min beibehalten wurde.

Der erste Versuchsdurchgang wurde mit einer Aufheizrate von 0,09 K/min von Raumtemperatur auf 150°C gefahren und anschließend mit einer Abkühlrate von 1 K/min auf 30°C abgekühlt. Bis zu einer Temperatur von ca. 100°C kam es auf Grund des Längenausdehnungskoeffizienten zu einer minimalen stetigen Ausdehnung des Prüfkörpers von ca. 0,4 %. Anschließend daran kam es zu einer Längenabnahme, welche rund 2 % betrug. Der sich doch deutlich ergebende Schrumpf ist auf das Entweichen eines Teils der Organik zurückzuführen.

Da bei diesem Versuch keine Auffälligkeiten wie z.B. Risse detektiert werden konnten, wurde der zweite Versuch mit einer rascheren Aufheizrate von 0,12 K/min bis 200°C gefahren und anschließend wieder mit einer Abkühlrate von 1 K/min auf 30°C abgekühlt. Das gewünschte Ergebnis stellte sich dabei nicht ein, da es aufgrund der zu schnellen Erwärmung zu sprunghaften Längenänderungen kam, welche mit Rissen einhergingen.

Aufbauend auf diese Erkenntnis wurde der dritte Versuch, welcher beispielhaft in Abbildung 43 dargestellt ist, wieder mit reduzierter Aufheizrate von 0,09 K/min kontinuierlich bis 250°C gefahren. Auffallend bei dieser Grafik ist die spontane Längenzunahme im Temperaturbereich von 155°C. Vergleicht man diese Zunahme mit jener sprunghaften Längenzunahme des zweiten Versuchs so kann hierbei mit der Reduktion der Aufheizrate von 0,12 K/min auf 0,09 K/min eine Verringerung von ca. 3 % auf 0,05 % in einem Zeitintervall von ca. 12 Minuten erreicht werden.

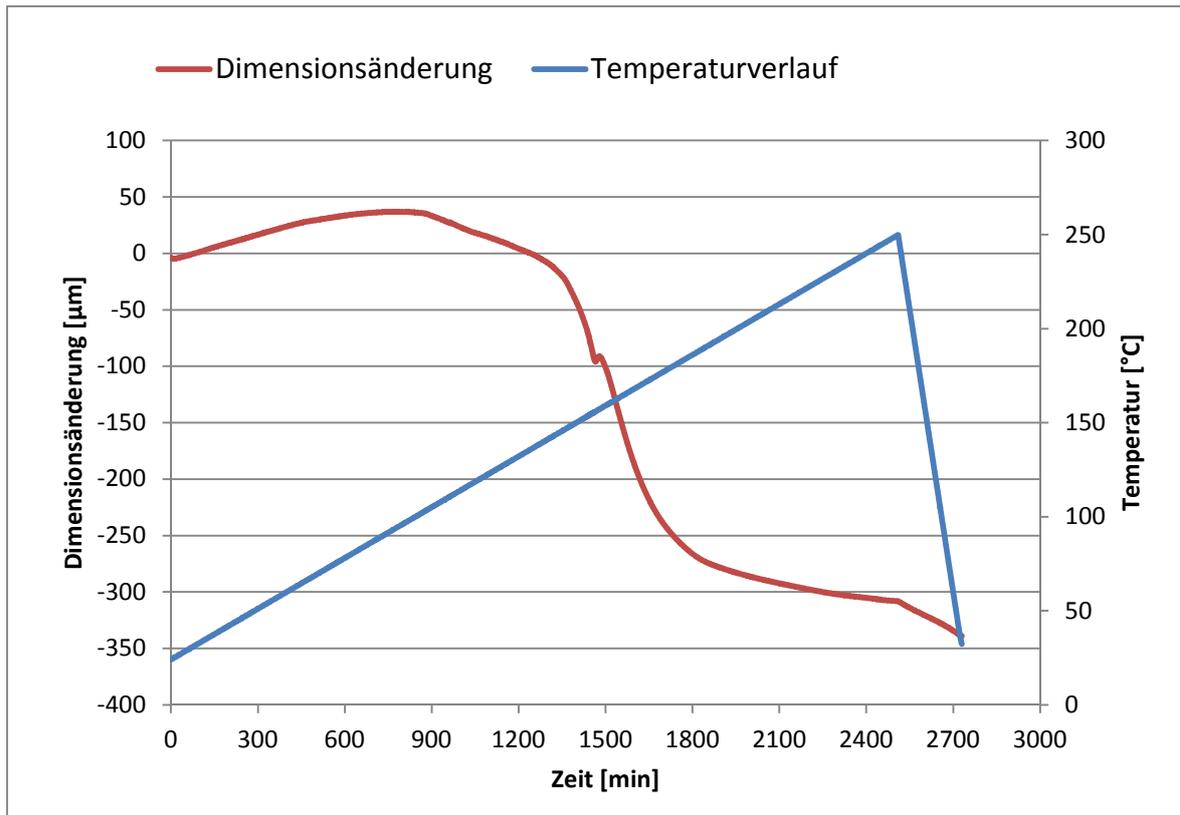


Abbildung 43: TMA - Kurve bis 250°C, A3-MS13B, Vollzylinder d10/h10

Da der kontinuierliche Aufheizvorgang des dritten Versuchsdurchgangs jedoch kein rissfreies Bauteil lieferte, wurde das Profil aus Abbildung 43 an kritischen Punkten modifiziert und unterschiedlich rasche Aufheizraten und Haltepunkte eingefügt.

Die weiteren Versuche dienten dazu, bis zu einer Maximaltemperatur von 500°C aufzuheizen und mögliche heikle Punkte herauszufiltern. Ab einer Temperatur von etwa 500°C sollten alle organischen Komponenten aus dem Probenkörper entwichen sein. Das optimierte, finale Temperaturprofil des siebten Versuchs ist in Abbildung 44 dargestellt. Die dazugehörigen Temperatur- und Zeitverläufe der TMA aus Abbildung 44 sind in Tabelle 24 aufgelistet.

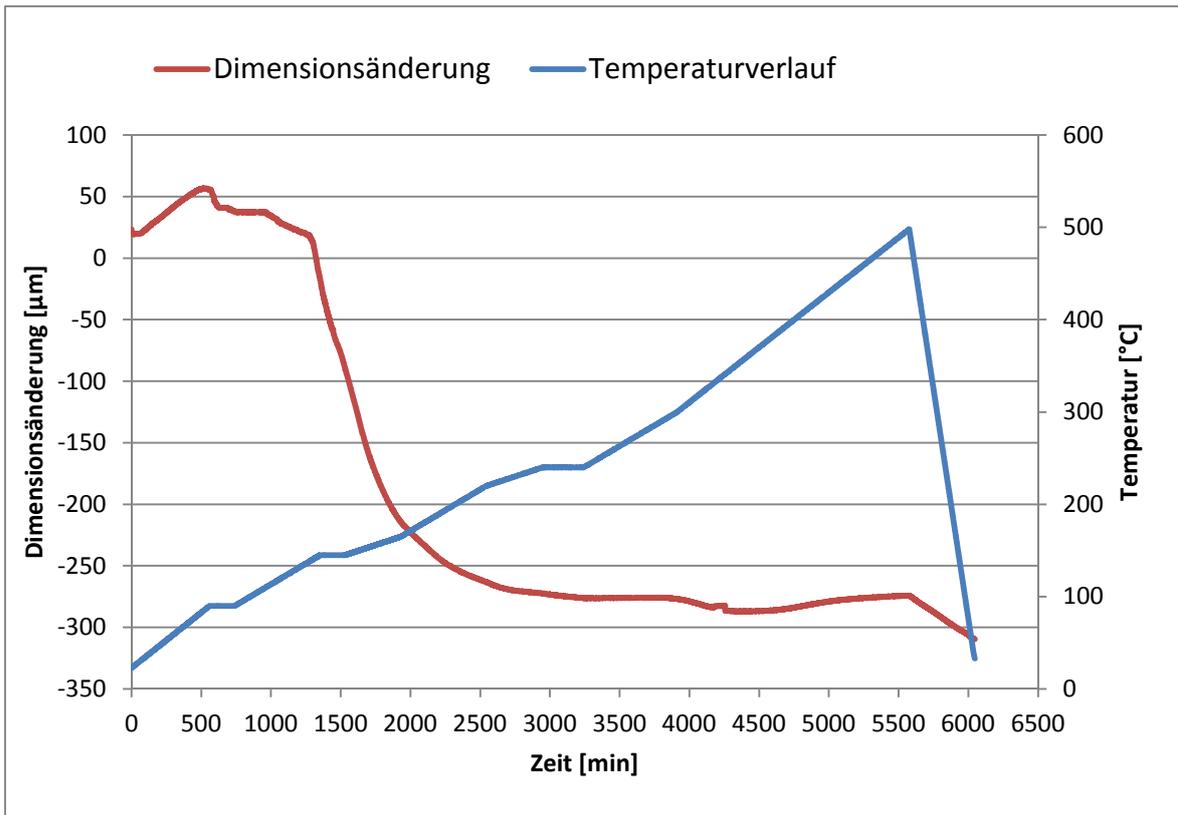


Abbildung 44: TMA - Kurve bis 500°C, kontinuierliche Aufheizraten und Halteprofile, A3-MS13B, Vollzylinder d10/h10

Wie man aus Abbildung 44 erkennen kann, wurden an drei speziellen Temperaturpunkten Halteplateaus eingefügt, um der Rissentstehung vorzubeugen. In diesen Temperaturintervallen entweichen Bestandteile der Organik aus der Probe.

Tabelle 24: Temperatur- und Zeitverläufe der TMA – Kurve aus Abbildung 44

Zeitpunkt [h]	Temperatur [°C]	Rate [K/min]
0	24	0,122
9	90	0,000
12	90	0,092
22	145	0,000
25	145	0,050
31,7	165	0,092
41,7	220	0,050
48,4	240	0,000
53,4	240	0,091
64,4	300	0,120
92,2	500	-1,004
100	30	

Die TMA des siebten Versuchs lieferte als Ergebnis eine rissfreie Probe und wurde somit nicht mehr weiter modifiziert. Zudem zeigt die Grafik nach einer anfänglichen Längenausdehnung auf Grund der linearen Wärmeausdehnung eine stetige Längenabnahme ohne sprunghafte Längenänderungen. Das anfängliche Ziel ein optimales Entbinderprogramm mittels TMA zu entwerfen, welches rissfreie Bauteile liefert, wurde mit diesem Kurvenverlauf umgesetzt.

Vergleicht man Abbildung 33 mit Abbildung 44 bis zu einer Temperatur von 500°C so ist zudem eine Reduktion der Programmdauer von knapp 35 Stunden zu erkennen, wodurch der gesamte Entbinderungsprozess auch wirtschaftlicher wird. Da die TMA- Versuche mit massiven Vollzylindern mit den Außenmaßen d10/h10 durchgeführt wurden, ist das daraus resultierende Entbinderprogramm auch auf dünnwandigere Bauteile ohne weiteres anwendbar.



Abbildung 45: Farbveränderung von Vollzylinder aus A3-MS13B nach TMA – Versuchen bis zu unterschiedlichen Temperaturen v.l.n.r. 150°C, 200°C, 250°C, 300°C

Wie man aus Abbildung 45 erkennen kann, kam es während dem Entbinderungsprozess zu einer farblichen Veränderung der Probenkörper. Die anfänglich weißen Grünkörper verfärbten sich während des Aufheizvorgangs ins bräunliche. Ursache dafür ist das Verbrennen der Organik. Aufgrund der Trocknung und Entbinderung der Polymermatrix veränderte sich die glänzende Oberfläche. Zudem schrumpften die Proben und erhielten eine matte, pulvrige Oberfläche.

5.4.3.2 Auswertung A3-MS31

Weitere TMA-Versuche wurden für die Schlickermischung A3-MS31-s durchgeführt, welche bevorzugt zur Strukturierung von dünnwandigen Bauteilen verwendet wird. Dabei handelt es sich um eine Mischung aus der Organik des Zirkonoxidschlickers Z2-MS31 mit Aluminiumoxidpulver, welches für den Aluminiumoxidschlicker A3-MS13B verwendet wurde.

Getestet wurden wie in Kapitel 5.4.3.1 Vollzylinder mit den Abmaßen d10/h10. Auch der Modus der Versuchsreihen war dem vorigen Kapitel dahingehend ähnlich, dass immer die letzte Auswertung herangezogen, analysiert und dahingehend modifiziert wurde, dass das Temperaturprogramm an Dimensionsänderungen angepasst wurde. Allen Versuchen war gleich, dass immer dieselbe Abkühlrate von 1 K/min beibehalten wurde.

Der erste Versuchsdurchgang wurde mit einer Aufheizrate von 0,09 K/min von Raumtemperatur auf 150°C gefahren und anschließend mit einer Abkühlrate von 1 K/min auf 30°C abgekühlt. Bis zu einer Temperatur von ca. 100°C kam es auf Grund des Längenausdehnungskoeffizienten zu einer minimalen stetigen Ausdehnung des Prüfkörpers von ca. 0,4 %. Ab einer Temperatur von 145°C folgte eine abrupte Ausdehnung auf eine Gesamtlängenzunahme von 1,2 %. Der bei dieser Temperatur vorherrschende spontane Längenänderungssprung um 0,04 % führte zur Zerstörung der Probe (siehe Grafik grüner Kreis). Nach Beendigung der TMA nahm die Probe wieder ihre ursprüngliche Länge ein. Die Auswertung des ersten TMA-Versuchs ist in Abbildung 46 dargestellt.

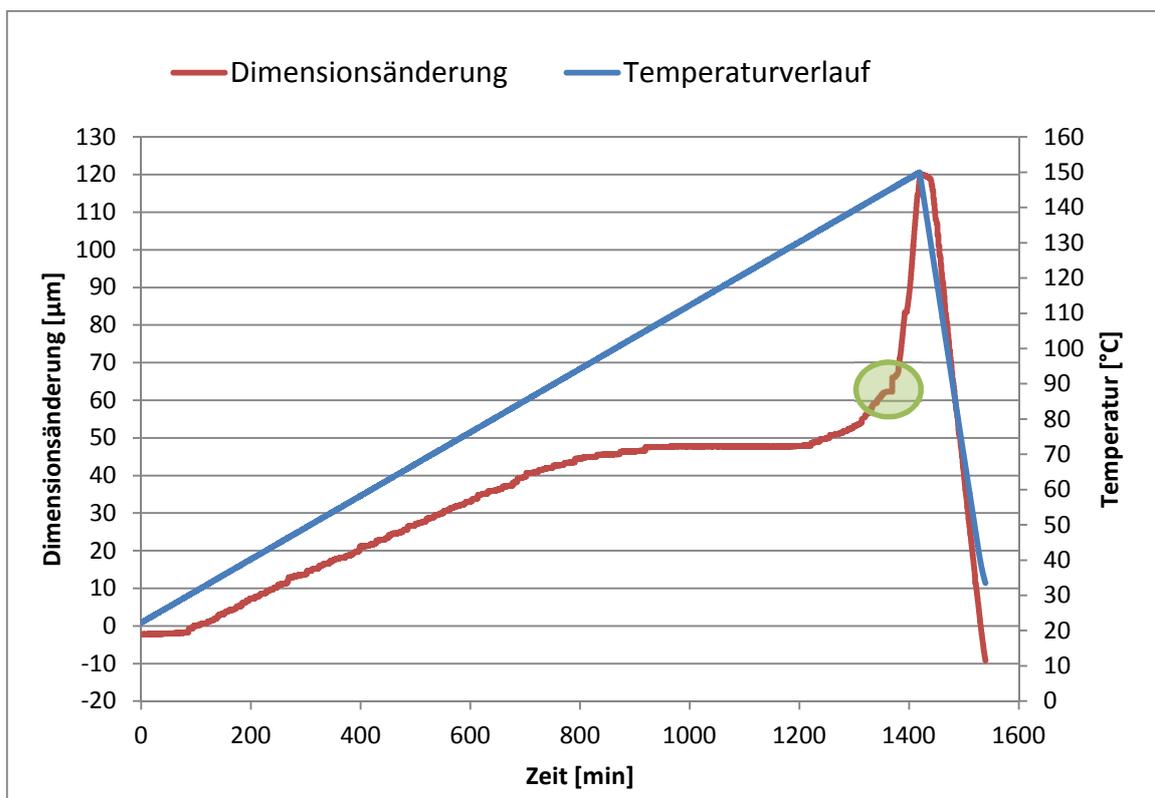


Abbildung 46: TMA - Kurve bis 150°C, kontinuierliche Aufheizraten und Halteprofile, A3-MS31, Vollzylinder d10/h10

Da der erste Versuch mit einer zu raschen Aufheizrate gefahren wurde, wurde diese bei den folgenden Versuchsreihen reduziert und Halteplateaus eingefügt. Beim dritten Versuchsdurchgang ergab sich zwar noch keine rissfreie Probe, jedoch konnte die Rissausbreitung und die Rissgröße der vorherigen Versuche deutlich reduziert werden.

Nach weiteren vier Versuchsdurchgängen war zwar eine Verbesserungstendenz erkennbar, jedoch erreichte man selbst mit dem mittlerweile sehr aufwendigen Temperaturprofil, dargestellt in Abbildung 47, keine rissfreien Proben. Auf Grund der Tatsache, dass die bis dahin durchgeführten Analysen sehr zeitintensiv waren, wurden keine weiteren Versuche arrangiert.

Weitere Lösungsansätze, um rissfreie Bauteile zu erhalten, wären längere Entbinderzyklen, eine Modifikation der organischen Matrix oder Variationen des Füllgrads. Das somit optimierte, finale Temperaturprofil des siebten Versuchs ist in Abbildung 47 dargestellt. Die dazugehörigen Temperatur- und Zeitverläufe der TMA aus Abbildung 47 sind in Tabelle 25 aufgelistet.

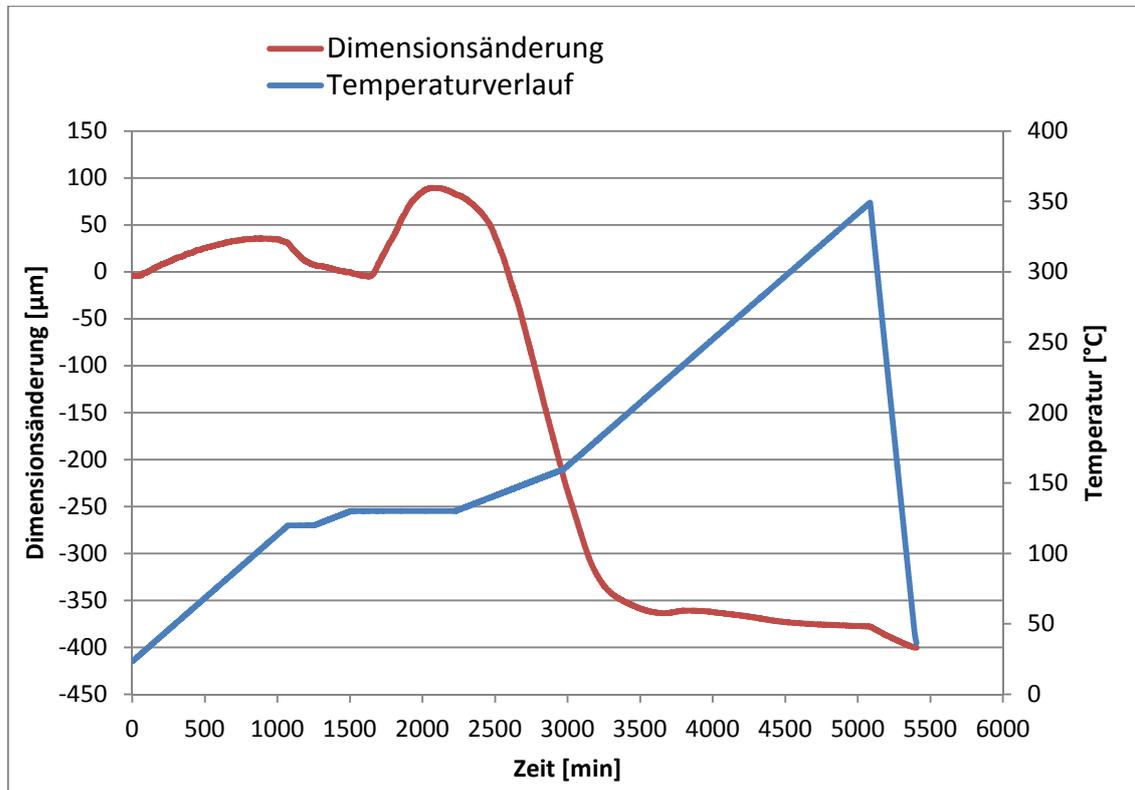


Abbildung 47: TMA - Kurve bis 350°C, kontinuierliche Aufheizraten und Halteprofile, A3-MS31, Vollzylinder d10/h10

Wie man aus obiger Grafik erkennen kann, erhielt man auch hier wieder die typische minimale stetige Ausdehnung des Prüfkörpers von ca. 0,4 %, infolge des Ausdehnungskoeffizienten. Während des Halteplateaus bei einer Temperatur von 130°C kam es zu einer Längenausdehnung von ca. 0,9 %. Danach folgte eine stetige Längenabnahme ohne sprunghafte Längenänderungen.

Tabelle 25: Temperatur- und Zeitverläufe der TMA – Kurve aus Abbildung 47

Zeitpunkt [h]	Temperatur [°C]	Rate [K/min]
0	24	0,090
17,8	120	0,000
20,8	120	0,040
25	130	0,000
37	130	0,040
49,5	160	0,090
84,7	350	-1,006
90	30	

6. Zusammenfassung und Diskussion

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde die gesamte Nachbearbeitung von Grünkörpern, die mit Hilfe des LCM-Verfahrens erzeugt wurden, untersucht und analysiert. Das Postprocessing wurde auf Bauteile aus zwei in der Praxis bewährten Schlickermischungen angewendet. Dies waren zum einen Grünkörper aus Aluminiumoxidschlicker und zum anderen Bauteile aus Zirkonoxidschlicker.

Im ersten Schritt der Masterarbeit wurde eine Vielzahl an unterschiedlichen RM an Grünkörpern getestet. Das Hauptaugenmerk lag dabei auf der Reinigungsmittelverträglichkeit und auf der Reinigungsleistung. Die Auswirkungen der Reinigungsmittelbehandlung auf die Bauteile werden im Folgenden zuerst an den Grünkörpern und danach an den Sinterkörpern untersucht. Die Wahl des optimalen RM kann erst nach erfolgter Sinterung getroffen werden, da dieser Schritt das Ende der Prozesskette, der Einfluss auf die Rissentstehung hat, darstellt. Im zweiten Schritt wurde mit Hilfe von thermischen Analysemethoden ein optimales Entbinderprogramm entwickelt.

6.1 Ergebnisse A3-MS13B

Der Aluminiumoxidschlicker A3-MS13B wies eine gute Fließfähigkeit auf. Daraus resultierend ergab sich eine erleichterte Handhabung beim Bau und bei der anschließenden Reinigung. Es wurden zahlreiche Versuchsserien mit dem Material durchgeführt, um umfangreiche Resultate zu erhalten.

Grüнкörper

Von den 22 zur Verfügung stehenden RM wurden mit 8 RM rissfreie Bauteile erreicht. Dabei handelte es sich um folgende RM A8, E16, E12, E14, S2, 2H2, C3 und 2H3. Jene 8 RM angewendet auf die Standardgeometrien Vollzylinder, Hohlzylinder und Stäbchen lieferten gleichermaßen dieselben Ergebnisse. Somit hat die Geometrie keinen Einfluss auf das Endergebnis und die obengenannten RM eignen sich zur allgemeinen Grüнкörperreinigung.

Bezogen auf die Reinigungsleistung wiesen 2H2 und 2H3 ein schlechtes Ergebnis auf. Eine gute Reinigung konnte mit S2 und E12 erreicht werden. A8, E16, E14 und C3 entfernten die Schlickerrückstände auf den Grüнкörpern am besten. Um weitere Einflussparameter zu generieren, wurde der Schlicker auf unterschiedliche Art und Weise hergestellt. Die Reinigungsmittelversuche angewendet auf Bauteile aus nicht aufgemahlene und kugelmahlene Schlicker lieferten keine detaillierten Aussagen und eine weitere Auswertung konnte erst nach erfolgter Sinterung getroffen werden.

Die Variation der zum Bau verwendeten Belichtungs-dosis zeigte bereits im Grünkörperzustand eine unterschiedliche Auswirkung. Jene Proben, welche mit einer minimalen Belichtungs-dosis von 60 mJ/cm^2 gebaut wurden, quollen verhältnismäßig stärker auf, als jene, die mit einer maximalen Belichtungs-dosis von 130 mJ/cm^2 hergestellt wurden. Da die Quellung der Bauteile möglichst gering gehalten werden sollte, weil sie sich negativ auf das Bauteil auswirken kann und eine verstärkte Rissbildung zu erwarten ist, sollte bei der Parameterauswahl die Belichtungs-dosis auf jeden Fall nicht zu gering gewählt werden. Die Erhöhung der Reinigungsmitteltemperatur auf 60°C lieferte nicht die erwartete verbesserte Reinigungsleistung. Die zusätzliche Anwendung von Ultraschall zur Probenreinigung führte in Summe zwar zu rissfreien Ergebnissen, detailliertere Aussagen konnten jedoch keine getroffen werden.

Sinterkörper

War es bei der Reinigung der Grünkörper noch egal, auf welche Geometrie sie angewendet wurde, so zeigte sich nach erfolgter Sinterung ganz eindeutig, dass die Hohlzylinder aufgrund der geringen Wandstärke mit dem Standardsinterprogramm am einfachsten umzusetzen waren und die geringste Rissentstehung zu vermerken war. Hierbei konnten in 88 % aller Testversuche rissfreie Proben erreicht werden. Bei den Stäbchen wurde in 57 % aller Fälle rissfrei gesintert. Nur 10,5 % an rissfreien Proben wurden bei den Vollzylindern erreicht. Die Sinterung dieser massiven Geometrien war mit dem Standardsinterprogramm nur unzureichend umsetzbar.

Weiters zeigte die Auswertung nach der Sinterung, dass gegen aller Erwartungen die Testversuche mit dem nicht aufgemahlten Schlicker zu keinem akzeptablem Ergebnis führten. Nur 12,5 % an rissfreien Proben wurden mit dieser Schlickermischung erreicht. Da aus Praxisversuchen jedoch passable Sinterergebnisse bekannt sind, liegt die Vermutung nahe, dass die 24 stündige Behandlung mit dem jeweiligen RM das Netzwerk der Proben derart verändert, sodass eine nachfolgende Entbinderung und Sinterung nur unzureichend umgesetzt werden kann.

Die Bewertung der gesinterten Proben, welche mit einer Reinigungsmitteltemperatur von 60°C behandelt wurden, lieferte in Summe den geringsten Anteil an rissfreien Bauteilen. Daraus kann man schließen, dass die Wärme einen negativen Einfluss hat und die Rissentstehung fördert. Die Auswertung der zuvor im Ultraschallbad behandelten Proben ergab nach der Sinterung einen Anteil an rissfreien Bauteilen von 75 %.

Der bereits bei der Reinigung der Grünkörper aufgetretene Einfluss der Belichtungs-dosis spiegelt sich auch bei den gesinterten Proben wider. Hierbei erreichten von den mit minimaler Belichtungs-dosis gebauten Bauteilen nur 28 % rissfreie Ergebnisse. Im Gegensatz dazu erhielt man bei den mit maximal möglicher Belichtungs-dosis hergestellten Teilen in 40 % aller Fälle rissfreie Resultate.

Bei der Gegenüberstellung der Reinigungsleistung mit der Reinigungsmittleignung im Hinblick auf rissfreie Proben setzte sich E16 mit einem Anteil von 61 % an rissfreien Proben, gefolgt von E14 (50 % rissfrei), C3 (38 % rissfrei) und abschließend A8 (34 % rissfrei) durch. Auch bei den gemessenen Dichtewerten, die je nach RM und nach Art der Reinigung von 98,0 % bis hin zu 99,8 % reichten, wurden mit E16 durchgehend die höchsten Dichten erreicht.

Somit eignet sich für die Reinigung der Aluminiumoxidgrünkörper von anhaftendem Schlicker E16 am besten und stellt im Hinblick auf erreichbare Dichten und Reinigungsmittleistung das Optimum dar. Ebenfalls gut geeignet sind E14 und C3.

Thermische Analyse

Die Versuche der thermomechanischen Analyse ergaben in Summe ein Temperaturprofil, mit dem Vollzylinder d10/h10 rissfrei entbindert werden konnten. Zudem stellte das Programm im Vergleich zum Standardentbinderprogramm eine Reduktion der Dauer von knapp 35 Stunden dar, wodurch der gesamte Entbinderungsprozess wirtschaftlicher wird. Da die TMA- Versuche mit massiven Vollzylindern durchgeführt wurden, ist das daraus resultierende Entbinderprogramm auch auf dünnwandigere Bauteile ohne weiteres anwendbar.

6.2 Ergebnisse Z2-MS31

Der Zirkonoxidschlicker Z2-MS31 wies im Vergleich zum Aluminiumoxidschlicker eine verminderte Fließfähigkeit auf, daraus resultierend ergab sich eine erschwerte Handhabung beim Bau und bei der anschließenden Reinigung. Daraus ergab sich im Gegensatz zum Aluminiumoxidschlicker eine verringerte Versuchsanzahl und reduzierte Aussagekraft.

Grünkörper

Die Anwendung der 21 zur Verfügung stehenden RM ergab bei den Vollzylindern nur in 4 Fällen rissfreie Ergebnisse. Dabei handelte es sich um die RM H6, E16, E12 und S2. Im Gegensatz dazu erhielt man bei den Stäbchen in 8 von 21 Fällen und bei den Hohlzylindern in 18 von 20 Fällen ein rissfreies Endergebnis. Daraus kann man schließen, dass sowohl die Geometrie als auch die Belichtungsdosis einen starken Einfluss auf die Rissentwicklung haben. H6 stellte die beste Reinigungsleistung dar, am schlechtesten ließen sich die Schlickerspuren mit E16 entfernen. Die Erhöhung der Reinigungsmitteltemperatur auf 60°C lieferte nicht die erwartete verbesserte Reinigungsleistung. Die Anwendung von Ultraschall zur Probenreinigung führte in Summe zwar zu rissfreien Ergebnissen, detailliertere Aussagen konnten jedoch keine getroffen werden.

Sinterkörper

Auch bei den Zirkonoxidproben zeigte sich, dass je dünnwandiger die Struktur ist, umso leichter die nachfolgende Entbinderung und Sinterung. Bei den Hohlzylindern erreichte man in 85 % der Fälle rissfreie Proben, im Vergleich dazu führte die Sinterung der massiven Vollzylinder in ca. 15 % der Fälle zu rissfreien Ergebnissen. Auf Grund der geringen Anzahl an Probekörper war es schwierig qualitative Aussagen über eine bevorzugte Nachbehandlung mittels erhöhter Reinigungsmitteltemperatur oder Ultraschall zu treffen. Um detailliertere Angaben tätigen zu können, wäre eine größere Anzahl an Versuchsdurchläufen mit verschiedenen Geometrien notwendig.

Die Analyse der RM ausgewertet anhand der Rissbildung nach der Sinterung zeigte, dass mit E16 die größten Anteile, rund 85 %, an rissfreien Proben erreicht werden konnten. Auch bei den gemessenen Dichtewerten die je nach RM und nach Art der Reinigung von 98,5 % bis hin zu 99,9 % reichten, wurden mit E16 durchgehend die höchsten Werte erreicht.

Obwohl die Reinigungsleistung von E16 mäßig ist, stellt es im Hinblick auf erreichbare Dichten und den prozentuellen Anteil an rissfreien Proben trotzdem das Optimum für die Reinigung der Zirkonoxidgrünkörper dar.

Wie die vorangegangene Auswertung sehr gut zeigte, hängt die Wahl des idealen Reinigungsmittels für generativ gefertigte Bauteile von mehreren Einflussfaktoren ab. Den stärksten Einfluss stellt die verwendete Schlickermischung dar. Eine Anpassung des RM auf die jeweilige Organik ist somit von größter Wichtigkeit. Zudem spielt die verwendete Belichtungs-dosis eine große Rolle. Wird sie zu niedrig gewählt, kann auch mit einem erprobten RM das gewünschte Endergebnis nicht erreicht werden. Die Auswertung der thermomechanischen Analysen zeigte, dass die richtigen Aufheizraten und der Einsatz von Halteplateaus an den richtigen Stellen den Schlüssel zu rissfreien Proben darstellen und dass das Temperaturprofil für die Entbinderung und Sinterung an jede Schlickermischung individuell angepasst werden muss.

6.3 Ausblick

Da eine ganze Reihe von Faktoren auf das Endergebnis Einfluss haben, wären für detailliertere Erkenntnisse die Nachbearbeitung von Grünkörpern betreffend eine höhere Varianz an Bauparametern, eine größere Geometrievielfalt und eine gezieltere Versuchsplanung sinnvoll.

7. ANHANG

Tabelle 26: Liste aller zur Reinigung der Grünkörper verwendeten Reinigungsmittel

Abkürzung	Reinigungsmittelbezeichnung
A8	Essigsäurebenzylester
K6	Acetophenon
E8	Essigsäure-n-butylester
L4	Butyrolacton
H6	Benzylalkohol
H4	tert. Butanol
E16	Dibutyladipat
E12	Diethyladipat
E14	Diisobutyladipate
S2	Dimethylsulfoxid
T4	1,4-Dioxan
2H2	Ethylenglycol
E3	Milchsäureethylester
E10	Hexylacetat
E9	Essigsäureisoamylester
K4	2-Butanon
E4	Methyl tert. Butylether
E7	Propylenglycoldiacetat
E6	Propylenglycolacetat Monomethylether
C3	Propylencarbonat
2H3	1,2-Propandiol
A7	Toluol

Tabelle 27: Abwaage von Polymerstäbchen MS13B mit diversen RM

RM	Herstell- gewicht	Abwaage nach 24h in RM		Abwaage nach 24h an Luft		nach 10h Wärme- behandlung (50°C)	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	0,1458	0,1569	7,6	0,1581	8,4	0,1495	2,5
K6	0,1560	0,1728	10,8	0,1418	-9,1	0,1067	-31,6
E8	0,1230	0,1102	-10,4	0,1108	-9,9	0,0795	-35,4
L4	0,1579	0,1736	9,9	0,1732	9,7	0,1604	1,6
H6	0,1525	0,1764	15,7	0,1610	5,6	0,1569	2,9

H4	0,1880	0,1718	-8,6	0,1706	-9,3	0,1126	-40,1
E16	0,1412	0,1408	-0,3	0,1396	-1,1	0,1363	-3,5
E12	0,1820	0,1876	3,1	0,1881	3,4	0,1822	0,1
E14	0,1601	0,1595	-0,4	0,1578	-1,4	0,1592	-0,6
S2	0,1844	0,2055	11,4	0,2046	11,0	0,1825	-1,0
T4	0,1798	0,1880	4,6	0,1920	6,8	0,1235	-31,3
2H2	0,2060	0,2120	2,9	0,2126	3,2	0,2016	-2,1
E3	0,1355	0,1401	3,4	0,1397	3,1	0,0893	-34,1
E10	0,1846	0,1722	-6,7	0,1730	-6,3	0,1343	-27,2
E9	0,1375	0,1087	-20,9	0,1263	-8,1	0,0882	-35,9
K4	0,1755	0,1522	-13,3	0,1523	-13,2	0,1122	-36,1
E4	0,2006	0,1702	-15,2	0,1650	-17,7	0,1211	-39,6
E7	0,1941	0,2040	5,1	0,2048	5,5	0,1865	-3,9
E6	0,1784	0,1741	-2,4	0,1758	-1,5	0,1199	-32,8
C3	0,1881	0,2062	9,6	0,2070	10,0	0,2004	6,5
2H3	0,1613	0,1625	0,7	0,1620	0,4	0,1515	-6,1
A7	0,1220	0,1254	2,8	0,1133	-7,1	0,1096	-10,2

Tabelle 28: Abwaage von Polymerstäbchen MS31 mit diversen RM

RM	Herstellgewicht [g]	Abwaage nach 24h in RM		Abwaage nach 24h an Luft	
		[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	0,1738	0,1955	12,5	0,1627	-6,4
K6	0,2141	0,4843	126,2	0,4606	115,1
E8	0,1580	0,1450	-8,2	0,1372	-13,2
L4	0,1514	0,4596	203,6	0,4482	196,0
H6	0,2023	0,3790	87,3	0,3520	74,0
H4	0,2114	0,2420	14,5	0,2262	7,0
E16	0,1644	0,1640	-0,2	0,1663	1,2
E12	0,1776	0,2054	15,7	0,2072	16,7
E14	0,1940	0,1926	-0,7	0,1942	0,1
S2	0,1852	0,5763	211,2	0,5491	196,5
T4	0,1830	0,4163	127,5	0,1713	-6,4
2H2	0,1856	0,2282	23,0	0,2306	24,2
E3	0,2000	0,4473	123,7	0,4094	104,7
E10	0,1645	0,1730	5,2	0,1707	3,8
E9	0,1802	0,1941	7,7	0,1902	5,5
K4	0,1534	0,1532	-0,1	0,0976	-36,4
E4	0,1678	0,1917	14,2	0,1802	7,4

E7	0,1820	0,2286	25,6	0,2266	24,5
E6	0,1588	0,2450	54,3	0,2094	31,9
C3	0,1609	0,3144	95,4	0,3164	96,6
2H3	0,1675	0,2052	22,5	0,2069	23,5
A7	0,2073	0,2371	14,4	0,2084	0,5

Tabelle 29: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 80 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	1,9770	2,0568	4,0	1,9679	-0,5
	1,9947	2,0770	4,1	1,9828	-0,6
K6	1,9892	2,0803	4,6	2,0361	2,4
	1,9893	2,0836	4,7	2,0370	2,4
E8	1,9866	1,9845	-0,1	1,8755	-5,6
	1,9758	1,9742	-0,1	1,8656	-5,6
L4	1,9875	2,0588	3,6	2,0274	2,0
	1,9514	2,0217	3,6	1,9905	2,0
H4	1,9717	1,9593	-0,6	1,8937	-4,0
	1,9903	1,9842	-0,3	1,9172	-3,7
E16	1,9672	1,9801	0,7	1,9824	0,8
	1,9896	1,9979	0,4	2,0050	0,8
E12	1,9692	2,0006	1,6	1,9926	1,2
	2,0045	2,0373	1,6	2,0278	1,2
S2	1,9982	2,0712	3,7	1,9422	-2,8
	1,9791	2,0555	3,9	1,9272	-2,6
T4	1,9877	2,0995	5,6	1,8770	-5,6
	1,9762	2,0860	5,6	1,8647	-5,6
2H2	1,9772	1,9709	-0,3	1,9597	-0,9
	1,9769	1,9700	-0,3	1,9583	-0,9
E10	1,9662	1,9660	0,0	1,9111	-2,8
	1,9906	1,9911	0,0	1,9335	-2,9
K4	1,9944	1,8750	-6,0	1,8477	-7,4
	1,9844	1,8636	-6,1	1,8363	-7,5
E4	2,0059	1,9169	-4,4	1,8888	-5,8
	1,9712	1,8806	-4,6	1,8548	-5,9
E7	1,9780	2,0182	2,0	1,9933	0,8
	1,9892	2,0257	1,8	2,0038	0,7
E6	1,9782	1,9957	0,9	1,9025	-3,8
	1,9967	2,0130	0,8	1,9199	-3,8

C3	1,9824	2,0307	2,4	1,9962	0,7
	1,9880	2,0368	2,5	2,0043	0,8
2H3	1,9388	1,9294	-0,5	1,9122	-1,4
	1,9848	1,9794	-0,3	1,9617	-1,2
E3	1,9633	2,0135	2,6	1,9231	-2,0
	1,9863	2,0363	2,5	1,9451	-2,1
A7	1,9735	1,9204	-2,7	1,8428	-6,6
	1,9820	1,9285	-2,7	1,8534	-6,5
E9	1,9858	1,9568	-1,5	1,8970	-4,5
	1,9674	1,9360	-1,6	1,8808	-4,4
H6	1,9809	2,0692	4,5		
	1,9838	2,0758	4,6		

Tabelle 30: Abwaagen Hohlzylinder d10/h5, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 165 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	0,3739	0,3824	2,3	0,3695	-1,2
	0,3592	0,3678	2,4	0,3584	-0,2
K6	0,3715	0,3823	2,9	0,3639	-2,0
	0,3587	0,3680	2,6	0,3505	-2,3
E8	0,3513	0,3364	-4,2	0,3188	-9,3
	0,3730	0,3654	-2,0	0,3450	-7,5
L4	0,3856	0,3939	2,2	0,3778	-2,0
	0,3629	0,3706	2,1	0,3550	-2,2
H4	0,3747	0,3648	-2,6	0,3460	-7,7
	0,3759	0,3660	-2,6	0,3475	-7,6
E16	0,3790	0,3756	-0,9	0,3744	-1,2
	0,3738	0,3702	-1,0	0,3690	-1,3
E12	0,3888	0,3899	0,3	0,3886	-0,1
	0,3697	0,3701	0,1	0,3691	-0,2
S2	0,3778	0,3853	2,0	0,3675	-2,7
	0,3567	0,3635	1,9	0,3456	-3,1
T4	0,3690	0,3674	-0,4	0,3396	-8,0
	0,3394	0,3298	-2,8	0,3047	-10,2
2H2	0,3585	0,3542	-1,2	0,3535	-1,4
	0,3652	0,3593	-1,6	0,3597	-1,5
E10	0,3635	0,3549	-2,4	0,3420	-5,9
	0,3543	0,3461	-2,3	0,3333	-5,9
K4	0,3754	0,3660	-2,5	0,3446	-8,2

	0,3612	0,3542	-1,9	0,3321	-8,1
E4	0,3391	0,3241	-4,4	0,3150	-7,1
	0,3418	0,3262	-4,6	0,3172	-7,2
E7	0,3555	0,3571	0,5	0,3434	-3,4
	0,3796	0,3828	0,8	0,3699	-2,6
E6	0,3498	0,3483	-0,4	0,3252	-7,0
	0,3664	0,3637	-0,7	0,3408	-7,0
C3	0,3611	0,3661	1,4	0,3626	0,4
	0,3663	0,3703	1,1	0,3677	0,4
2H3	0,3607	0,3577	-0,8	0,3570	-1,0
	0,3446	0,3403	-1,2	0,3395	-1,5
E3	0,3567	0,3616	1,4	0,3350	-6,1
	0,3586	0,3627	1,1	0,3352	-6,5
A7	0,3652	0,3595	-1,6	0,3394	-7,1
	0,3573	0,3501	-2,0	0,3319	-7,1
E9	0,3460	0,3407	-1,5	0,3226	-6,8
	0,3721	0,3676	-1,2	0,3474	-6,6
H6	0,4010	0,4124	2,8		
	0,3639	0,3792	4,2		

Tabelle 31: Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit Hohlzylinder d10/h5, A3-MS13B_49-k, Belichtungs dosis 165 mJ/cm²

RM	Bemerkung zur Oberflächenbeschaffenheit						sonstige Bemerkung
	matte Oberfläche	saubere Oberfläche	biegsam	hart, spröde	keine Risse	rissig	
A8	x	x	x		x		
	x	x	x		x		
K6	x	x				x	
	x	x				x	
E8	x	x		x		x	zerbrochen
	x	x		x		x	
L4	x	x	x		x		
	x	x	x		x		
H4	x	x		x		x	
	x	x		x		x	
E16	x	x		x	x		
	x	x		x	x		
E12	x	x			x		
	x	x			x		
S2	x	x			x		
	x	x			x		

T4	x	x		x		x	zerbrochen
	x	x		x		x	
2H2	x	x		x	x		
	x	x		x	x		
E10	x	x		x		x	zerbrochen
	x	x		x		x	
K4	x	x		x		x	zerbrochen
	x	x		x		x	
E4	x	x		x		x	
	x	x		x		x	
E7	x	x	x			x	
	x	x	x			x	
E6	x	x	x			x	
	x	x	x			x	
C3	x	x	x		x		
	x	x	x		x		
2H3	x	x		x	x		
	x	x		x	x		
E3	x	x		x		x	zerbrochen
	x	x		x		x	zerbrochen
A7	x	x		x		x	zerbrochen
	x	x		x		x	zerbrochen
E9	x	x		x		x	
	x	x		x		x	
H6	x	x	x		x		
	x	x	x		x		

Tabelle 32: Abwaagen Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 80 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	0,5768	0,5960	3,3	0,5885	2,0
	0,5987	0,6184	3,3	0,6120	2,2
E16	0,5904	0,5910	0,1	0,5882	-0,4
	0,5939	0,5951	0,2	0,5925	-0,2
E12	0,6050	0,6146	1,6	0,6105	0,9
	0,5717	0,5809	1,6	0,5755	0,7
S2	0,6007	0,6197	3,2	0,5857	-2,5
	0,5899	0,6087	3,2	0,5749	-2,5
2H2	0,5996	0,5962	-0,6	0,5970	-0,4

	0,5877	0,5847	-0,5	0,5850	-0,5
C3	0,6004	0,6156	2,5	0,6131	2,1
	0,5960	0,6117	2,6	0,6067	1,8
2H3	0,5957	0,5916	-0,7	0,5903	-0,9
	0,5806	0,5758	-0,8	0,5777	-0,5

Tabelle 33: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 60 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht t Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	1,8814	1,9770	5,1	1,9628	4,3
	1,9187	2,0015	4,3	1,9840	3,4
E16	1,9168	1,9229	0,3	1,9230	0,3
	1,9159	1,9220	0,3	1,9229	0,4
E12	1,9222	1,9641	2,2	1,9596	1,9
	1,9164	1,9470	1,6	1,9443	1,5
E14	1,9149	1,9151	0,0	1,9142	0,0
	1,9151	1,9212	0,3	1,9219	0,4
S2	1,9262	2,0117	4,4	1,9319	0,3
	1,9160	1,9845	3,6	1,9141	-0,1
2H2	1,9185	1,9087	-0,5	1,9080	-0,5
	C3	1,9146	1,9630	2,5	1,9633
1,9231		1,9650	2,2	1,9664	2,3
2H3	1,9111	1,9066	-0,2	1,9075	-0,2
	1,9070	1,9021	-0,3	1,9006	-0,3

Tabelle 34: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 130 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
E16	2,0020	2,0020	0,0	2,0016	0,0
	1,9986	2,0005	0,1	2,0005	0,1
E12	2,0047	2,0258	1,1	2,0139	0,5
	2,0016	2,0232	1,1	2,0122	0,5
E14	2,0022	1,9978	-0,2	1,9966	-0,3
	1,9968	1,9972	0,0	1,9964	0,0
S2	2,0045	2,0638	3,0	1,9889	-0,8
	1,9968	2,0530	2,8	1,9812	-0,8
2H2	2,0068	1,9986	-0,4	1,9950	-0,6

	2,0053	1,9956	-0,5	1,9935	-0,6
C3	2,0068	2,0368	1,5	2,0313	1,2
	1,9940	2,0275	1,7	2,0251	1,6
2H3	2,0108	2,0022	-0,4	1,9975	-0,7
	2,0026	1,9966	-0,3	1,9939	-0,4

Tabelle 35: Abwaagen Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 70 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	0,5674	0,5880	3,6	0,5836	2,9
	0,5753	0,5937	3,2	0,5863	1,9
E16	0,5821	0,5823	0,0	0,5810	-0,2
	0,5893	0,5900	0,1	0,5873	-0,3
E12	0,5855	0,5935	1,4	0,5840	-0,3
	0,5689	0,5775	1,5	0,5701	0,2
E14	0,5884	0,5874	-0,2	0,5851	-0,6
	0,5795	0,5798	0,1	0,5782	-0,2
S2	0,5846	0,6036	3,3	0,5703	-2,4
	0,5823	0,6026	3,5	0,5692	-2,2
2H2	0,5849	0,5797	-0,9	0,5792	-1,0
	0,5886	0,5810	-1,3	0,5805	-1,4
C3	0,5730	0,5870	2,4	0,5828	1,7
	0,5787	0,5938	2,6	0,5898	1,9
2H3	0,5787	0,5732	-1,0	0,5737	-0,9
	0,5795	0,5773	-0,4	0,5772	-0,4

Tabelle 36: Abwaagen Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 130 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	0,6107	0,6288	3,0		
	0,6095	0,6267	2,8		
E16	0,6189	0,6175	-0,2	0,6136	-0,9
	0,6211	0,6194	-0,3	0,6160	-0,8
E12	0,6126	0,6163	0,6	0,6102	-0,4
	0,6206	0,6254	0,8	0,6189	-0,3
E14	0,6213	0,6191	-0,4	0,6157	-0,9
	0,6129	0,6114	-0,2	0,6048	-1,3

S2	0,6201	0,6358	2,5	0,6044	-2,5
	0,6067	0,6208	2,3	0,5920	-2,4
2H2	0,6128	0,6064	-1,0	0,6053	-1,2
	0,6051	0,5992	-1,0	0,5982	-1,1
C3	0,6195	0,6317	2,0	0,6271	1,2
	0,6156	0,6285	2,1	0,6238	1,3
2H3	0,6126	0,6079	-0,8	0,6052	-1,2
	0,6217	0,6165	-0,8	0,6140	-1,2

Tabelle 37: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-s, Belichtungsdosis 80 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	2,0051	2,0814	3,8	2,0642	2,9
	2,0081	2,0854	3,8	2,0677	3,0
E16	2,0075	2,0077	0,0	2,0084	0,0
	2,0018	1,9996	-0,1	1,9998	-0,1
E12	2,0095	2,0322	1,1	2,0280	0,9
	2,0109	2,0329	1,1	2,0285	0,9
E14	2,0224	2,0145	-0,4	2,0148	-0,4
	2,0248	2,0154	-0,5	2,0157	-0,4
S2	2,0047	2,0658	3,0	2,0055	0,0
	2,0161	2,0723	2,8	2,0139	-0,1
2H2	2,0095	1,9951	-0,7	1,9954	-0,7
	1,9837	1,9726	-0,6	1,9722	-0,6
C3	2,0001	2,0339	1,7	2,0352	1,8
	2,0193	2,0513	1,6	2,0528	1,7
2H3	2,0005	1,9858	-0,7	1,9876	-0,6
	2,0077	1,9954	-0,6	1,9970	-0,5

Tabelle 38: Abwaagen Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-s, Belichtungsdosis 80 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	0,6085	0,6262	2,9	0,6202	1,9
	0,6006	0,6180	2,9	0,6124	2,0
E16	0,6097	0,6064	-0,5	0,6043	-0,9
	0,5952	0,5927	-0,4	0,5904	-0,8
E12	0,5994	0,6047	0,9	0,5988	-0,1

	0,6066	0,6129	1,0	0,6066	0,0
E14	0,5981	0,5934	-0,8	0,5918	-1,1
	0,5925	0,5884	-0,7	0,5867	-1,0
S2	0,6018	0,6151	2,2	0,5870	-2,5
	0,6114	0,6245	2,1	0,5945	-2,8
2H2	0,5989	0,5916	-1,2	0,5910	-1,3
	0,6051	0,5988	-1,0	0,5975	-1,3
C3	0,6062	0,6180	1,9	0,6138	1,3
	0,6048	0,6154	1,8	0,6114	1,1
2H3	0,5955	0,5892	-1,1	0,5895	-1,0
	0,5893	0,5812	-1,4	0,5814	-1,3

Tabelle 39: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, Hohlzylinder d10/h5, Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, 60°C Reinigungsmitteltemperatur

RM	Bauteil	Herstell- gewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
		[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	Hohl1	0,3354	0,3428	2,2	0,3340	-0,4
	Hohl2	0,3568	0,3642	2,1	0,3558	-0,3
	Zylinder	1,9800	2,0516	3,6	2,0413	3,1
	Stäbchen	0,5885	0,6054	2,9	0,5975	1,5
E16	Hohl1	0,3543	0,3472	-2,0	0,3420	-3,5
	Hohl2	0,3489	0,3419	-2,0	0,3474	-0,4
	Zylinder	1,9763	1,9794	0,2	1,9816	0,3
	Stäbchen	0,5897	0,5836	-1,0	0,5841	-0,9
E12	Hohl1	0,3608	0,3601	-0,2	0,3596	-0,3
	Hohl2	0,3555	0,3558	0,1	0,3553	-0,1
	Zylinder	1,9782	2,0181	2,0	2,0120	1,7
	Stäbchen	0,5981	0,6020	0,7	0,6018	0,6
S2	Hohl1	0,3324	0,3396	2,2	0,3251	-2,2
	Hohl2	0,3521	0,3600	2,2	0,3439	-2,3
	Zylinder	1,9790	2,0615	4,2	1,9491	-1,5
	Stäbchen	0,5927	0,6139	3,6	0,5810	-2,0
2H2	Hohl1	0,3644	0,3555	-2,4	0,3269	-10,3
	Hohl2	0,3378	0,3292	-2,5	0,3544	4,9
	Zylinder	1,9820	1,9636	-0,9	1,9642	-0,9
	Stäbchen	0,5972	0,5846	-2,1	0,5847	-2,1
C3	Hohl1	0,3468	0,3520	1,5	0,3483	0,4
	Hohl2	0,3704	0,3757	1,4	0,3715	0,3
	Zylinder	1,9816	2,0455	3,2	2,0429	3,1

	Stäbchen	0,5794	0,5920	2,2	0,5898	1,8
2H3	Hohl1	0,3583	0,3516	-1,9	0,3463	-3,3
	Hohl2	0,3523	0,3477	-1,3	0,3454	-2,0
	Zylinder	1,9930	1,9926	0,0	1,9911	-0,1

Tabelle 40: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, Z2-MS31-1P, Belichtungsdosis 100 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	2,5858	2,6128	1,0	2,6077	0,8
	2,5932	2,6273	1,3	2,6234	1,2
K6	2,6201	2,7097	3,4	2,6982	3,0
	2,5967	2,6882	3,5	2,6770	3,1
E8	2,5959	2,6048	0,3	2,5504	-1,8
	2,6158	2,6243	0,3	2,5687	-1,8
L4	2,5794	2,7744	7,6	2,7704	7,4
	2,6027	2,7880	7,1	2,7872	7,1
H4	2,6126	2,6053	-0,3	2,5829	-1,1
	2,6018	2,5956	-0,2	2,5694	-1,2
E16	2,5814	2,5609	-0,8	2,5550	-1,0
	2,5941	2,5744	-0,8	2,5688	-1,0
E12	2,5824	2,5784	-0,2	2,5800	-0,1
	2,5857	2,5813	-0,2	2,5835	-0,1
S2	2,6240	2,9549	12,6	2,9735	13,3
	2,5453	2,8681	12,7	2,8760	13,0
T4	2,6423	2,8420	7,6	2,6127	-1,1
	2,5540	2,7570	7,9	2,5294	-1,0
2H2	2,6274	2,6386	0,4	2,6286	0,0
	2,5750	2,5844	0,4	2,5861	0,4
E10	2,6295	2,6037	-1,0	2,5701	-2,3
	2,6057	2,5843	-0,8	2,5534	-2,0
K4	2,6104	2,6616	2,0	2,4553	-5,9
	2,6150	2,7121	3,7	2,4838	-5,0
E4	2,5597	2,5316	-1,1	2,5036	-2,2
	2,5959	2,5672	-1,1	2,5403	-2,1
E7	2,5939	2,6055	0,4	2,5981	0,2
	2,6154	2,6226	0,3	2,6143	0,0
E6	2,6147	2,6522	1,4	2,5978	-0,6
	2,6131	2,6508	1,4	2,5974	-0,6

C3	2,5938	2,6268	1,3	2,6293	1,4
	2,5875	2,6211	1,3	2,6239	1,4
2H3	2,6577	2,6673	0,4	2,6713	0,5
	2,5644	2,5608	-0,1	2,5628	-0,1
E3	2,6106	2,7021	3,5	2,6594	1,9
	2,6100	2,6928	3,2	2,6505	1,6
A7	2,5984	2,5932	-0,2	2,5411	-2,2
	2,5933	2,5858	-0,3	2,5352	-2,2
E9	2,6407	2,6277	-0,5	2,5824	-2,2
	2,6316	2,6112	-0,8	2,5685	-2,4
H6	2,6191	2,6843	2,5	2,6811	2,4
	2,6715	2,7228	1,9	2,7164	1,7

Tabelle 41: Abwaagen Hohlzylinder d10/h5, Z2-MS31-3P, Belichtungsdosis 89 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
	[g]	[g]	Gewichts- änderung [%]	[g]	Gewichts- änderung [%]
A8	0,4884	0,4767	-2,4	0,4676	-4,3
	0,4611	0,4546	-1,4	0,4448	-3,5
K6	0,4682	0,4749	1,4	0,4495	-4,0
	0,4703	0,4790	1,8	0,4548	-3,3
E8	0,4768	0,4486	-5,9	0,4306	-9,7
	0,4954	0,4641	-6,3	0,4460	-10,0
L4	0,4644	0,5044	8,6	0,4842	4,3
	0,4862	0,5194	6,8	0,4959	2,0
H4	0,4782	0,4650	-2,8	0,4488	-6,1
	0,4809	0,4731	-1,6	0,4569	-5,0
E16	0,4634	0,4482	-3,3	0,4464	-3,7
	0,4711	0,4570	-3,0	0,4555	-3,3
E12	0,4834	0,4709	-2,6	0,4616	-4,5
	0,4905	0,4765	-2,9	0,4672	-4,8
S2	0,4801	0,5582	16,3	0,5164	7,6
	0,4870	0,5586	14,7	0,5170	6,2
T4	0,4551	0,4760	4,6	0,4245	-6,7
	0,4398	0,4658	5,9	0,4140	-5,9
2H2	0,4621	0,4787	3,6	0,4678	1,2
	0,5066	0,5164	1,9	0,5075	0,2
E10	0,4416	0,4250	-3,8	0,4052	-8,2
	0,4643	0,4461	-3,9	0,4237	-8,7
K4	0,4430	0,4337	-2,1	0,4118	-7,0

	0,4552	0,4460	-2,0	0,4223	-7,2
E4	0,4407	0,4184	-5,1	0,4053	-8,0
	0,4592	0,4338	-5,5	0,4202	-8,5
E7	0,4560	0,4646	1,9	0,4540	-0,4
	0,4575	0,4668	2,0	0,4580	0,1
E6	0,4661	0,4542	-2,6	0,4361	-6,4
	0,4582	0,4488	-2,1	0,4300	-6,2
C3	0,4633	0,4914	6,1	0,4906	5,9
	0,4761	0,4996	4,9	0,4988	4,8
2H3	0,4757	0,4815	1,2	0,4827	1,5
	0,4611	0,4721	2,4	0,4735	2,7
E3	0,4721	0,4903	3,9	0,4436	-6,0
	0,4810	0,5063	5,3	0,4577	-4,8
A7	0,4536	0,4344	-4,2	0,4176	-7,9
	0,4736	0,4477	-5,5	0,4293	-9,4
E9	0,4606	0,4361	-5,3	0,4131	-10,3
	0,4479	0,4302	-4,0	0,4071	-9,1

Tabelle 42: Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit Hohlzylinder d10/h5, Z2-MS31-3P, Belichtungs-dosis 89 mJ/cm²

RM	Bemerkung zur Oberflächenbeschaffenheit						Waschflüssigkeit	
	matte Oberfläche	glatte Oberfläche	biegsam	hart, spröde	keine Risse	rissig	trüb	klar
A8	x	x			x		x	
	x	x			x		x	
K6	x	x	x		x		x	
	x	x	x		x		x	
E8	x	x		x	x		x	
	x	x		x	x		x	
L4	x	x	x		x		x	
	x	x	x		x		x	
H4	x		x		x			x
	x		x		x			x
E16	x	x		x	x			x
	x	x		x	x			x
E12	x	x		x	x			x
	x	x		x	x			x
S2	x	x	x			x		x
	x	x	x			x		x
T4	x	x	x		x		x	
	x	x	x		x		x	

2H2	x	x	x		x			x
	x	x	x		x			x
E10	x	x		x	x		x	
	x	x		x	x		x	
K4	x	x	x		x			x
	x	x	x		x			x
E4	x	x		x	x			x
	x	x		x	x			x
E7	x	x			x		x	
	x	x			x		x	
E6	x	x	x		x		x	
	x	x	x		x		x	
C3	x	x	x		x		x	
	x	x	x		x		x	
2H3	x	x	x		x		x	
	x	x	x		x		x	
E3	x	x	x		x		x	
	x	x	x		x		x	
A7	x	x			x		x	
	x	x			x		x	
E9	x	x		x	x		x	
	x	x		x	x		x	

Tabelle 43: Abwaagen Stäbchen 4x4x15, Z2-MS31-1P, Belichtungs-dosis 120 mJ/cm²

RM	Herstellgewicht Grünkörper	Abwaage nach 24 h in RM		Abwaage nach 24 h an Luft	
		[g]	[g]	Gewichtsänderung [%]	[g]
A8	0,7955	0,8084	1,6	0,8056	1,3
K6	0,7447	0,7895	6,0	0,7845	5,3
E8	0,7989	0,7909	-1,0	0,7623	-4,6
L4	0,7891	0,8827	11,9	0,8770	11,1
H4	0,7978	0,7899	-1,0	0,7748	-2,9
E16	0,7758	0,7628	-1,7	0,7630	-1,6
E12	0,7428	0,7409	-0,3	0,7408	-0,3
S2	0,7721	0,9069	17,5	0,8921	15,5
T4	0,7484	0,7978	6,6	0,6986	-6,7
2H2	0,7900	0,7955	0,7	0,7959	0,7
E10	0,7755	0,7626	-1,7	0,7476	-3,6
K4	0,7719	0,7716	0,0	0,7230	-6,3
E4	0,7763	0,7574	-2,4	0,7434	-4,2

E7	0,7918	0,7933	0,2	0,7907	-0,1
E6	0,7689	0,7918	3,0	0,7565	-1,6
C3	0,7482	0,7655	2,3	0,7670	2,5
2H3	0,7636	0,7689	0,7	0,7715	1,0
E3	0,7919	0,8422	6,4	0,8031	1,4
A7	0,7756	0,7653	-1,3	0,7411	-4,4
E9	0,7911	0,7784	-1,6	0,7549	-4,6
H6	0,8059	0,8505	5,5	0,8434	4,7

Tabelle 44: Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit Stäbchen 4x4x15, Z2-MS31-1P, Belichtungs dosis 120 mJ/cm²

RM	Bemerkung zur Oberflächenbeschaffenheit						
	matte Oberfläche	glatte Oberfläche	biegsam	hart, spröde	keine Risse	rissig	gute RL
A8	x	x	x			x	x
K6	x	x	x		x		x
E8	x	x		x	x		
L4	x	x	x		x		x
H4	x					x	
E16	x	x		x	x		x
E12	x	x		x		x	x
S2		x			x		
T4	x			x		x	x
2H2	x	x				x	
E10	x	x			x		
K4	x	x				x	x
E4	x	x		x	x		
E7	x					x	
E6	x	x	x			x	
C3	x	x				x	x
2H3	x			x		x	
E3	x	x	x			x	
A7	x			x		x	
E9	x			x		x	
H6	x	x			x		x

Tabelle 45: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 80 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet		Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
			Längsriss	Delaminationsriss am Umfang		
A8	1,5480		x	x		
	1,5308			x		
E16	1,5497			x		
	1,5329	x			3,949	99,10
E12	1,5578			x		
	1,5304	x			3,941	98,89
S2	1,5372		x			
	1,5504			x		
2H2	1,5410			x		
	1,5387	x			3,952	99,18
C3	1,5406			x		
	1,5439	x			3,954	99,22
2H3	1,5436			x		
	1,5039	x			3,954	99,22

Tabelle 46: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 60 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
A8	1,4843		x		
	1,4611		x		
E16	1,4892	x		3,954	99,21
	1,4907		x		
E12	1,4927		x		
	1,4827		x		
E14	1,4900		x		
	1,4858		x		
S2	1,4811		x		
	1,4965		x		
2H2	1,4927		x		
C3	1,4926		x		
	1,4883		x		

2H3	1,4877		x		
	1,4820		x		

Tabelle 47: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 130 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	
			Längsriss	Delaminationsriss am Umfang
A8	1,5418		x	
E16	1,5547			x
	1,5570			x
E12	1,5511			x
	1,5523			x
E14	1,5553			x
	1,5546			x
S2	1,5498		x	
	1,5475		x	
2H2	1,5607			x
	1,5625			x
C3	1,5583			x
	1,5526			x
2H3	1,5628			x
	1,5586			x

Tabelle 48: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-s, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	
			Längsriss, Querriss	Delaminationsriss am Umfang
A8	1,5474		x	
	1,5528		x	
E16	1,5547			x
	1,5570			x
E12	1,5511		x	
	1,5523		x	
E14	1,5663			x
	1,5662			x
S2	1,5508		x	
	1,5450		x	

2H2	1,5601		x	
	1,5423		x	
C3	1,5624		x	
	1,5492		x	
2H3	1,5473			x
	1,5557			x

Tabelle 49: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
A8	0,4634		x		
	0,4464		x		
E16	0,4572	x		3,937	98,79
	0,4596	x		3,945	98,99
E12	0,4412	x		3,933	98,69
	0,4696	x		3,954	99,21
S2	0,4641	x		3,937	98,80
	0,4554	x		3,931	98,64
2H2	0,4580	x		3,939	98,85
	0,4667	x		3,935	98,74
C3	0,4592		x		
	0,4634		x		
2H3	0,4612		x		
	0,4510	x		3,949	99,09

Tabelle 50: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 70 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
A8	0,4424		x		
	0,4396		x		
E16	0,4559	x		3,952	99,17
	0,4508	x		3,943	98,95
E12	0,4378	x		3,948	99,06
	0,4488	x		3,949	99,08
E14	0,4485	x		3,939	98,85
	0,4540	x		3,932	98,67
S2	0,4501	x		3,943	98,94
	0,4505		x		
2H2	0,4533		x		

	0,4548	x		3,951	99,14
C3	0,4408		x		
	0,4462		x		
2H3	0,4474		x		
	0,4503		x		

Tabelle 51: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 130 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
A8	0,4732		x		
	0,4740		x		
E16	0,4797	x		3,954	99,21
	0,4782	x		3,956	99,28
E12	0,4778	x		3,951	99,15
	0,4709	x		3,948	99,08
E14	0,4716	x		3,944	98,97
	0,4796	x		3,942	98,91
S2	0,4662	x		3,943	98,94
	0,4759		x		
2H2	0,4695	x		3,936	98,76
	0,4749	x		3,936	98,76
C3	0,4769	x		3,940	98,86
	0,4751	x		3,925	98,49
2H3	0,4742	x		3,941	98,88
	0,4810	x		3,936	98,76

Tabelle 52: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-s, Belichtungsdosis 80 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
A8	0,4631		x		
	0,4678		x		
E16	0,4582		x		
	0,4696		x		
E12	0,4607		x		
	0,4666		x		
E14	0,4575	x		3,930	98,68
	0,4600	x		3,925	98,50
S2	0,4605		x		
	0,4664		x		

2H2	0,4678		X		
	0,4622		X		
C3	0,4631		X		
	0,4651		X		
2H3	0,4593	X		3,907	98,03
	0,4537	X		3,916	98,26

Tabelle 53: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Hohlzylinder d10/h5, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 165 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
A8	0,2762	x		3,924	98,46
	0,2871	x		3,39	98,62
E16	0,2932	x		3,934	98,72
	0,2890	x		3,935	98,74
E12	0,2844	x		3,932	98,66
	0,2990	x		3,934	98,73
S2	0,2915	x		3,927	98,55
	0,2748	x		3,935	98,73
2H2	0,2830	x		3,932	98,66
	0,2783	x		3,914	98,20
C3	0,2777	x		3,958	99,31
	0,2811	x		3,948	99,07
2H3	0,2796	x		3,945	98,99
	0,2660	x		3,967	99,54

Tabelle 54: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Nachbehandlung 60°C, A3-MS13B_49-k, Vollzylinder Belichtungsdosis 80mJ/cm², Stäbchen 80mJ/cm², Hohlzylinder 165mJ/cm²

RM	Bauteil-bezeichnung	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
A8	Hohl1	0,2747	x		3,948	99,07
	Hohl2	0,2582	x		3,945	98,98
	Zylinder	1,5423		x	3,931	98,64
	Stäbchen	0,4565	x		3,938	98,81
E16	Hohl1	0,2696	x		3,922	98,42
	Hohl2	0,2740	x		3,921	98,40
	Zylinder	1,5413		x	3,925	98,48
	Stäbchen	0,4597	x		3,943	98,94
E12	Hohl1	0,2745	x		3,935	98,75

	Hohl2	0,2776		x	3,938	98,83
	Zylinder	1,5418		x	3,943	98,94
	Stäbchen	0,4647		x	3,935	98,75
S2	Hohl1	0,2709	x		3,922	98,41
	Hohl2	0,2557		x	3,931	98,64
	Zylinder	1,5469		x	3,936	98,76
	Stäbchen	0,4608		x	3,928	98,56
2H2	Hohl1	0,2618	x		3,930	98,61
	Hohl2	0,2828		x	3,929	98,59
	Zylinder	1,5469		x	3,936	98,76
	Stäbchen	0,4647		x	3,931	98,65
C3	Hohl1	0,2672	x		3,951	99,13
	Hohl2	0,2856	x		3,945	98,99
	Zylinder	1,5433		x	3,938	98,81
	Stäbchen	0,4489		x	3,922	98,42
2H3	Hohl1	0,2736	x		3,932	98,67
	Hohl2	0,2774	x		3,918	98,31
	Zylinder	1,5543		x	3,937	98,80

Tabelle 55: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Nachbehandlung 5 Minuten Ultraschallbad, A3-MS13B_49-k, Vollzylinder Belichtungs-dosis 80mJ/cm², Stäbchen 80mJ/cm², Hohlzylinder 165mJ/cm²

RM	Bauteil-bezeichnung	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
A8	Hohl1	0,2707	x		3,951	99,15
	Hohl2	0,2622	x		3,96	99,38
	Zylinder	1,5323	x		3,949	99,08
	Stäbchen	0,4616	x		3,94	98,87
E16	Hohl1	0,2657	x		3,976	99,76
	Hohl2	0,2728	x		3,941	98,88
	Zylinder	1,5441		x		
	Stäbchen	0,4520	x		3,944	98,97
E12	Hohl1	0,2692	x		3,955	99,25
	Hohl2	0,2696		x		
	Zylinder	1,5337	x		3,945	99,00
	Stäbchen	0,4519	x		3,943	98,96
S2	Hohl1	0,2717	x		3,947	99,05
	Hohl2	0,2683	x		3,964	99,47
	Zylinder	1,5401		x		
	Stäbchen	0,4519	x		3,937	98,79
2H2	Hohl1	0,2801	x		3,947	99,04

	Hohl2	0,2676		x		
	Zylinder	1,5432		x		
	Stäbchen	0,4610	x		3,932	98,68
C3	Hohl1	0,2527	x		3,937	98,78
	Hohl2	0,2728	x		0,3927	98,54
	Zylinder	1,5454		x		
	Stäbchen	0,4570	x		3,93	98,61
2H3	Hohl1	0,2785	x		3,93	98,63
	Hohl2	0,2758	x		3,928	98,57
	Zylinder	1,5463		x		
	Stäbchen	0,4497	x		3,928	98,57

Tabelle 56: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Hohlzylinder d10/h5, Z2-MS31-3P, Belichtungsdosis 89 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
A8	0,3576	x		6,058	99,85
	0,3750	x		6,056	99,80
K6	0,3580	x		6,062	99,91
	0,3618	x		6,05	99,70
E8	0,3900	x		6,049	99,69
	0,3770		x		
L4	0,3488	x		6,043	99,59
	0,3590	x		6,016	99,14
H4	0,3750	x		6,036	99,47
	0,3812	x		6,024	99,28
E16	0,3579	x		6,062	99,90
	0,3649	x		6,053	99,76
E12	0,3696	x		6,046	99,64
	0,3747	x		6,045	99,63
S2	0,3624		x		
	0,3622		x		
T4	zerbrochen		x		
	0,3574	x		6,015	99,13
2H2	0,3543	x		6,046	99,64
	0,3830		x		
E10	0,3659	x		6,045	99,63
	0,3489	x		6,039	99,53
K4	0,3548	x		6,053	99,75
	0,3645	x		6,055	99,79
E4	zerbrochen		x		

	0,3537	x		6,034	99,44
E7	0,3597	x		6,059	99,85
	0,3574	x		6,029	99,38
E6	0,3654	x		6,064	99,94
	0,3602	x		6,026	99,31
C3	0,3619	x		6,009	99,03
	0,3560	x		6,027	99,33
2H3	0,3635	x		5,984	98,62
	0,3597	x		6,015	99,13
E3	0,3772	x		6,044	99,61
	0,3671	x		6,03	99,38
A7	0,3735	x		6,028	99,35
	0,3634	x		6,054	99,78
E9	0,3606	x		6,03	99,38
	0,3549	x		6,062	99,91

Tabelle 57: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Stabchen 4x4x15, Z2-MS31-1P, Belichtungs-dosis 120 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Broll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
K6	0,5840	x		6,059	99,85
E8	0,6288	x		6,041	99,56
L4	0,5406	x		6,016	99,14
E16	0,6073	x		6,024	99,27
S2	0,5993	x		5,987	98,67
E10	0,6122		x		
E4	0,6182	x		6,016	99,15
H6	0,6137		x		

Tabelle 58: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Vollzylinder d10/h10, Z2-MS31-1P, Belichtungs-dosis 100 mJ/cm²

RM	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Broll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
E16	2,0354	x		6,006	98,99
	2,0248		x		
E12	2,0289		x		
	2,0322		x		
S2	1,9607		x		
H6	2,0167		x		
	zerbrochen		x		

Tabelle 59: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Nachbehandlung 60°C, Z2-MS31-1P, Stäbchen 120mJ/cm², Bohrungskörper 120mJ/cm²

RM	Bauteilbezeichnung	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
H6	Stäbchen 1	0,6095		x		
	Stäbchen 2	0,6090		x		
	Bohrungskörper 1	0,9078		x		
	Bohrungskörper 2	0,9040		x		
E16	Stäbchen 1	0,6231	x		6,020	99,21
	Stäbchen 2	0,6341	x		5,979	98,53
	Bohrungskörper 1	0,9666	x			
	Bohrungskörper 2	0,9468	x			
E12	Stäbchen 1	0,6294		x		
	Stäbchen 2	0,6298	x		6,010	99,05
	Bohrungskörper 1	0,9456		x		
	Bohrungskörper 2	0,9533		x		
E14	Stäbchen 1	0,6154	x		6,022	99,24
	Stäbchen 2	0,6223	x		6,018	99,19
	Bohrungskörper 1	0,9578	x			
	Bohrungskörper 2	0,9524	x			

Tabelle 60: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Nachbehandlung 5 Minuten Ultraschallbad, Z2-MS31-1P, Stäbchen 120mJ/cm², Bohrungskörper 120mJ/cm²

RM	Bauteilbezeichnung	Gewicht nach Sinterung [g]	rissfrei	rissbehaftet	Dichte nach Bröll	Prozent der theoretischen Dichte [%]
H6	Stäbchen 1	0,6037		x		
	Stäbchen 2	0,5924		x		
	Bohrungskörper 1	0,9347		x		
	Bohrungskörper 2	0,8894	x			
E16	Stäbchen 1	0,5975		x		
	Stäbchen 2	0,5942	x		6,034	99,45
	Bohrungskörper 1	0,9316	x			
	Bohrungskörper 2	0,9548	x			
E12	Stäbchen 1	0,5981		x		
	Stäbchen 2	0,5922		x		
	Bohrungskörper 1	0,8961	x			
	Bohrungskörper 2	0,9293	x			
E14	Stäbchen 1	0,5965		x		
	Stäbchen 2	0,5975		x		
	Bohrungskörper 1	0,9454	x			
	Bohrungskörper 2	0,9439	x			

Tabelle 61: verwendete Parametersätze A3-MS13B

Bezeichnung	Schichtdicke [μm]	Wandstärke Stützstruktur [μm]	Belichtungsdauer Rückwärtsbelichtung [s]	Belichtungsdauer Startschichten [s]	Belichtungsdauer Hauptschichten [s]	Belichtungsintensität Startschichten [%]
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-165-1	25	300	1,8	7,7	6,4	100
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-100-2	25	300	1,8	6,4	3,9	100
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-80-3	25	300	1,8	5	3,1	100
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-60-4	25	300	1,8	3,5	2,3	100
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-70-6	25	300	1,8	3,6	2,7	100
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-130-7	25	300	1,8	6,4	5,1	100
Bezeichnung	Belichtungsintensität Hauptschichten [%]	Anzahl Startschichten	Viskositätsparameter	Abkippen Startschichten [steps/s]	Abkippen Hauptschichten [steps/s]	Rückkippen Startschichten [steps/s]
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-165-1	100	5	10	10	20	10
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-100-2	100	5	10	10	20	10
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-80-3	100	5	10	10	20	10
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-60-4	100	5	10	10	20	10
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-70-6	100	5	10	10	10	10
P-v7.62_CF7500-1-Al2O3-130-7	100	5	10	10	20	10

Bezeichnung	Rückkippen Hauptschichten [steps/s]	Drehgeschwindigkeit Startschichten [steps/s]	Drehgeschwindigkeit Hauptschichten[steps/s]	Drehwinkel Startschichten [steps/s]	Drehwinkel Hauptschichten [steps/s]	Wartezeit Rückwärtsbelichtung [s]
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-165-1	20	200	200	360	360	120
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-100-2	20	200	200	360	360	120
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-80-3	20	200	200	360	360	120
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-60-4	20	200	200	360	360	120
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-70-6	20	200	200	360	360	120
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-130-7	20	200	200	360	360	120
Bezeichnung	Wartezeit Startschichten [s]	Wartezeit Hauptschichten [s]	Kontaktier- Geschwindigkeit [steps/s]	Projektorintensität 100%		
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-165-1	30	4	10	25000		
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-100-2	30	10	10	25000		
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-80-3	30	10	10	25000		
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-60-4	30	10	10	25000		
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-70-6	30	10	10	25000		
P-v7.62_CF7500-1-AI2O3-130-7	30	10	10	25000		

Tabelle 62: verwendete Parametersätze Z2-MS31

Bezeichnung	Schichtdicke [μm]	Wandstärke Stützstruktur [μm]	Belichtungsdauer Rückwärtsbelichtung [s]	Belichtungsdauer Startschichten [s]	Belichtungsdauer Hauptschichten [s]	Belichtungsintensität Startschichten [%]
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-3P-s-7	25	400	0,8	5,2	3,2	100
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-10	25	400	0,8	5,4	4,2	100
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-11	25	400	0,8	6,4	5	100
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-12	25	400	0,8	6,4	5	100
Bezeichnung	Belichtungsintensität Hauptschichten [%]	Anzahl Startschichten	Viskositätsparameter	Abkippen Startschichten [steps/s]	Abkippen Hauptschichten [steps/s]	Rückkippen Startschichten [steps/s]
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-3P-s-7	100	10	8	10	7	10
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-10	100	4	8	10	10	10
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-11	100	4	8	10	10	10
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-12	100	10	8	5	10	10
Bezeichnung	Rückkippen Hauptschichten [steps/s]	Drehgeschwindigkeit Startschichten [steps/s]	Drehgeschwindigkeit Hauptschichten [steps/s]	Drehwinkel Startschichten [steps/s]	Drehwinkel Hauptschichten [steps/s]	Wartezeit Rückwärtsbelichtung [s]
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-3P-s-7	7	100	100	360	360	240

P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-10	10	100	100	360	360	240
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-11	10	75	75	360	360	240
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-12	10	50	50	360	360	240
Bezeichnung	Wartezeit Startschichten [s]	Wartezeit Hauptschichten [s]	Kontaktier-Geschwindigkeit [steps/s]	Projektorintensität 100%		
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-3P-s-7	60	10	10	27500		
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-10	60	10	10	22500		
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-11	60	10	10	22500		
P-CF7500-1-Z2-MS31_42-1P-s-12	60	10	10	22500		

8. Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Unterteilung Keramische Werkstoffe [11].....	2
Tabelle 2: Erklärung der Abkürzungen der Schlickerbezeichnung	16
Tabelle 3: Baujob Vollzylinder	20
Tabelle 4: Baujob Hohlzylinder	21
Tabelle 5: Baujob Teststäbchen.....	21
Tabelle 6: Baujob Bohrungskörper	21
Tabelle 7: Auflistung durchgeführter Jobs A3-MS13B_49-k (k...kugelmahlen).....	23
Tabelle 8: Auflistung durchgeführter Jobs A3-MS13B_49-s (s...nicht aufgemahlen).....	23
Tabelle 9: Auflistung durchgeführter Jobs A3-MS13B_49-k, Variation der Belichtungsdosis	25
Tabelle 10: Auflistung durchgeführter Jobs Z2-MS31_42-s	27
Tabelle 11: Beschreibung der Oberflächenbeschaffenheit und Optik der Polymerstäbchen MS13B.....	32
Tabelle 12: Beschreibung der Oberflächenbeschaffenheit und Optik der Polymerstäbchen MS31.....	34
Tabelle 13: Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit Vollzylinder d10/h10, A3- MS13B_49-k, Belichtungsdosis 80 mJ/cm ²	38
Tabelle 14: Bewertung der Reinigungsleistung unterschiedlicher RM an Bohrungskörper	45
Tabelle 15: Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit Vollzylinder d10/h10, Z2- MS31_42-1P-s, Belichtungsdosis 100 mJ/cm ²	49
Tabelle 16: Bewertung der Reinigungsleistung an Hohlzylindern d10/h5, Z2-MS31_42- 3P-s, Belichtungsdosis 89 mJ/cm ²	53
Tabelle 17: Modellbezeichnung von Entbinder- und Sinteröfen der Firma Nabertherm... 58	
Tabelle 18: Standardentbinderungsprogramm A3-MS13B	59
Tabelle 19: Standardsinterprogramm A3-MS13B	60
Tabelle 20: Standardentbinder- und Sinterprogramm Z2-MS31	61
Tabelle 21: Auflistung aller getesteter Geometrien, Gegenüberstellung rissfreie Proben und Gesamtanzahl geprüfter Proben A3-MS13B	63
Tabelle 22: Auflistung aller getesteter RM, Gegenüberstellung rissfreie Proben und Gesamtanzahl geprüfter Proben, alle Geometrien, A3-MS13B	65
Tabelle 23: Auflistung aller getesteter Geometrien, Gegenüberstellung rissfreie Proben und Gesamtanzahl geprüfter Proben Z2-MS31	66
Tabelle 24: Temperatur- und Zeitverläufe der TMA – Kurve aus Abbildung 44	75
Tabelle 25: Temperatur- und Zeitverläufe der TMA – Kurve aus Abbildung 47	78
Tabelle 26: Liste aller zur Reinigung der Grünkörper verwendeten Reinigungsmittel.....	83
Tabelle 27: Abwaage von Polymerstäbchen MS13B mit diversen RM	83
Tabelle 28: Abwaage von Polymerstäbchen MS31 mit diversen RM	84
Tabelle 29: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 80 mJ/cm ²	85
Tabelle 30: Abwaagen Hohlzylinder d10/h5, A3-MS13B_49-k, Belichtungsdosis 165 mJ/cm ²	86

Tabelle 31: Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit Hohlzylinder d10/h5, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 165 mJ/cm ²	87
Tabelle 32: Abwaagen Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm ² ..	88
Tabelle 33: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 60 mJ/cm ²	89
Tabelle 34: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 130 mJ/cm ²	89
Tabelle 35: Abwaagen Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 70 mJ/cm ² ..	90
Tabelle 36: Abwaagen Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 130 mJ/cm ²	90
Tabelle 37: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-s, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm ²	91
Tabelle 38: Abwaagen Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-s, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm ² ..	91
Tabelle 39: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, Hohlzylinder d10/h5, Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, 60°C Reinigungsmitteltemperatur.....	92
Tabelle 40: Abwaagen Vollzylinder d10/h10, Z2-MS31-1P, Belichtungs-dosis 100 mJ/cm ²	93
Tabelle 41: Abwaagen Hohlzylinder d10/h5, Z2-MS31-3P, Belichtungs-dosis 89 mJ/cm ² ...	94
Tabelle 42: Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit Hohlzylinder d10/h5, Z2-MS31-3P, Belichtungs-dosis 89 mJ/cm ²	95
Tabelle 43: Abwaagen Stäbchen 4x4x15, Z2-MS31-1P, Belichtungs-dosis 120 mJ/cm ²	96
Tabelle 44: Bewertung der Oberflächenbeschaffenheit Stäbchen 4x4x15, Z2-MS31-1P, Belichtungs-dosis 120 mJ/cm ²	97
Tabelle 45: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm ²	98
Tabelle 46: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 60 mJ/cm ²	98
Tabelle 47: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 130 mJ/cm ²	99
Tabelle 48: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Vollzylinder d10/h10, A3-MS13B_49-s, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm ²	99
Tabelle 49: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm ²	100
Tabelle 50: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 70 mJ/cm ²	100
Tabelle 51: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 130 mJ/cm ²	101
Tabelle 52: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Stäbchen 4x4x15, A3-MS13B_49-s, Belichtungs-dosis 80 mJ/cm ²	101
Tabelle 53: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Hohlzylinder d10/h5, A3-MS13B_49-k, Belichtungs-dosis 165 mJ/cm ²	102
Tabelle 54: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Nachbehandlung 60°C, A3-MS13B_49-k, Vollzylinder Belichtungs-dosis 80mJ/cm ² , Stäbchen 80mJ/cm ² , Hohlzylinder 165mJ/cm ²	102

Tabelle 55: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Nachbehandlung 5 Minuten Ultraschallbad, A3-MS13B_49-k, Vollzylinder Belichtungs-dosis 80mJ/cm ² , Stäbchen 80mJ/cm ² , Hohlzylinder 165mJ/cm ²	103
Tabelle 56: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Hohlzylinder d10/h5, Z2-MS31- 3P, Belichtungs-dosis 89 mJ/cm ²	104
Tabelle 57: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Stäbchen 4x4x15, Z2-MS31-1P, Belichtungs-dosis 120 mJ/cm ²	105
Tabelle 58: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Vollzylinder d10/h10, Z2-MS31- 1P, Belichtungs-dosis 100 mJ/cm ²	105
Tabelle 59: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Nachbehandlung 60°C, Z2-MS31- 1P, Stäbchen 120mJ/cm ² , Bohrungskörper 120mJ/cm ²	106
Tabelle 60: Bauteilcharakterisierung nach Sinterung, Nachbehandlung 5 Minuten Ultraschallbad, Z2-MS31-1P, Stäbchen 120mJ/cm ² , Bohrungskörper 120mJ/cm ²	106
Tabelle 61: verwendete Parametersätze A3-MS13B	107
Tabelle 62: verwendete Parametersätze Z2-MS31	109

9. Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Kristallmodifikationen von Zirkonoxid: kubisches, tetragonales und monoklines Kristallgitter, helle Kugeln = Zr, dunkle Kugeln = O [1]	5
Abbildung 2: Auswahl des Fertigungsverfahrens [4]	6
Abbildung 3: Stufige Oberfläche als Folge des Schichtbauverfahrens, Dreidimensionales Volumenmodell (links) mit angezeichneten Schichten und das daraus entwickelte Schichtmodell (rechts) [8]	7
Abbildung 4: Prinzip der generativen Fertigung [8]	8
Abbildung 5: Datenfluss bei der generativen Fertigung	8
Abbildung 6: Klassifizierung der generativen Fertigungsverfahren [17]	9
Abbildung 7: Prinzipskizze Stereolithographie [19]	10
Abbildung 8: Prinzipskizze CeraFab 7500 [21]	11
Abbildung 9: Schematische Darstellung der Grünstruktur des ausgehärteten Photopolymers [23]	14
Abbildung 10: Rheologiemessung, Darstellung der Viskosität von den Schlickermischungen A3-MS13B und Z2-MS31 über der Scherrate	17
Abbildung 11: Benutzeroberfläche CeraFab Software	19
Abbildung 12: Vollzylinder, unter maximaler Platzausnutzung auf Bauplattform verteilt	24
Abbildung 13: Hohlzylinder, unter maximaler Platzausnutzung auf Bauplattform verteilt	24
Abbildung 14: Teststäbchen, unter maximaler Platzausnutzung auf Bauplattform verteilt	24
Abbildung 15: Bohrungskörper, unter maximaler Platzausnutzung auf Bauplattform verteilt	25
Abbildung 16: Vollzylinder auf Bauplattform verteilt bei maximaler Belichtungsdosis	26
Abbildung 17: Vollzylinder Z2-MS31_42-1P-s auf Bauplattform, teilweise unvollständiger Bau der Zylinder, Grund dafür ist die Überpolymerisation	28
Abbildung 18: Vollzylinder Z2-MS31_42-1P-s auf Bauplattform, fehlerfreie Herstellung aller Zylinder	28
Abbildung 19: Analyseröhrchen mit E14 und Organik gefüllt, links zweiphasig vor und rechts homogen nach dem Schütteln	30
Abbildung 20: Quellung und Schrumpfung von Stäbchen, die zuvor 24 h in verschiedenen RM gelagert wurden	32
Abbildung 21: Farbänderung von Polymerstäbchen MS13B nach erfolgter Behandlung mit unterschiedlichen RM	32
Abbildung 22: Farbänderung von Polymerstäbchen MS31 nach erfolgter Behandlung mit unterschiedlichen RM	34

Abbildung 23: Zerstörungsformen von Polymerstäbchen MS31 nach Behandlung mit unterschiedlichen RM	34
Abbildung 24: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Vollzylinder d10/h10 aus A3-MS13B_49-k nach 24 h Behandlung mit unterschiedlichen RM im Grünzustand a) H4 b) T4 c) E9 d) E3 e) E7 f) A7.....	41
Abbildung 25: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Vollzylinder d10/h10 aus A3-MS13B_49-k nach 24 h Behandlung mit E16 im Grünzustand a) Deckfläche b) Mantelfläche	41
Abbildung 26: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Hohlzylinder d10/h5 aus A3-MS13B_49-k nach 24 h Behandlung mit RM im Grünzustand a) T4 b) A7 ..	42
Abbildung 27: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Bohrungskörper aus A3-MS13B_49-k nach 30 min Behandlung mit RM (gesinterten Zustand) a, b) E16 c, d) C3	46
Abbildung 28: Quellung von Bohrungskörper Z2-MS31_42-1P-s im Grünzustand, links: ohne RM, rechts: S2	49
Abbildung 29: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Vollzylinder d10/h10 aus Z2-MS31_42-1P-s nach 24 h Behandlung mit unterschiedlichen RM im Grünzustand a) E3 b) E10 c) K4 d) E7 e) E7 f) A7	51
Abbildung 30: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Vollzylinder d10/h10 aus Z2-MS31_42-1P-s nach 24 h Behandlung mit E16 im Grünzustand	52
Abbildung 31: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Hohlzylinder d10/h5 aus Z2-MS31_42-3P-s nach 24 h Behandlung mit a) K6 (schlechte RL - Schlickerrückstände) b) E7 (sehr gute RL - keine Schlickerrückstände)	55
Abbildung 32: Prozessschritte zur Herstellung dichter Keramiken [25]	57
Abbildung 33: Standardentbinderungsprogramm A3-MS13B	60
Abbildung 34: Standardsinterungsprogramm A3-MS13B.....	61
Abbildung 35: Standardentbinder- und Sinterprogramm Z2-MS31	62
Abbildung 36: Prozentueller Anteil rissfreier Proben A3-MS13B je Geometrie, Schlickermischung, Belichtungs-dosis, Nachbehandlungsart.....	64
Abbildung 37: Reinigungsmittelauswertung, prozentueller Anteil rissfreier Proben A3-MS13B, alle getesteten Geometrien	65
Abbildung 38: Delaminationsrisse an einem gesinterten Stäbchen aus A3-MS13B_49-s..	66
Abbildung 39: Prozentueller Anteil rissfreier Proben Z2-MS31 je Geometrie, Schlickermischung, Belichtungs-dosis, Nachbehandlungsart.....	67
Abbildung 40: Messaufbau zur Bestimmung der Dichte.....	68
Abbildung 41: DSC- Kurve und TGA- Kurve bis 500°C überlagert, Aufheizrate 2 K/min unter Luft, A3-MS13B auspolymerisierte Probe.....	71
Abbildung 42: DSC-Kurve bis 500°C, Aufheizrate 2 K/min unter Luft, A3-MS13B auspolymerisierte Probe und flüssiger Schlicker.....	72
Abbildung 43: TMA - Kurve bis 250°C, A3-MS13B, Vollzylinder d10/h10.....	74

Abbildung 44: TMA - Kurve bis 500°C, kontinuierliche Aufheizraten und Halteprofile, A3-MS13B, Vollzylinder d10/h10.....	75
Abbildung 45: Farbveränderung von Vollzylinder aus A3-MS13B nach TMA – Versuchen bis zu unterschiedlichen Temperaturen v.l.n.r. 150°C, 200°C, 250°C, 300°C	76
Abbildung 46: TMA - Kurve bis 150°C, kontinuierliche Aufheizraten und Halteprofile, A3-MS31, Vollzylinder d10/h10.....	77
Abbildung 47: TMA - Kurve bis 350°C, kontinuierliche Aufheizraten und Halteprofile, A3-MS31, Vollzylinder d10/h10.....	78

10. Literaturverzeichnis

- [1] e. V. d. K. Industrie, Brevier - Technische Keramik, Lauf: Fahner Verlag, 2003.
- [2] H. Salmang , H. Scholze und R. Telle, Keramik, Berlin: Springer Verlag, 2007.
- [3] A. Hiemann, „ Kostensituation bei verschiedenen Herstellverfahren und keramischen Werkstoffen,“ Think Ceramics - Technische Keramik , [Online]. Available: <http://www.keramverband.de/keramik/pdf/07/sem07-7.pdf>. [Zugriff am 17 07 2014].
- [4] I. Durmann, „Kundenspezifische Bauteile: Hersteller-Service bringt Wirtschaftlichkeit,“ Keramikverband, [Online]. Available: http://www.keramverband.de/keramik/pdf/05/sem05_03.pdf. [Zugriff am 17 07 2014].
- [5] U. Traussnigg, „Tag der Mechatronik 2012,“ Arbeitsgemeinschaft Mechatronik Plattform, 22 09 2012. [Online]. Available: http://www.mechatronikplattform.at/home/wp-content/uploads/2012/09/Campus-Tagungsband_2012a.pdf. [Zugriff am 24 06 2014].
- [6] „Lithoz,“ [Online]. Available: <http://www.lithoz.com/>. [Zugriff am 16 07 2014].
- [7] A. Gebhardt, „Forum für Rapid Technologie,“ RTEjournal , 2012. [Online]. Available: <http://www.rtejournal.de/aufsaeetze/Grundlagen>. [Zugriff am 14 06 2014].
- [8] A. Gebhardt, Generative Fertigungsverfahren, Rapid Prototyping - Rapid Tooling - Rapid Manufacturing, München: Carl Hanser Verlag, 2007.
- [9] P. Stingl, „Einführung in die Technische Keramik,“ Think Ceramics- Technische Keramik, [Online]. Available: http://www.keramverband.de/keramik/pdf/05/sem05_02.pdf. [Zugriff am 18 07 2014].
- [10] „Informationszentrum Technische Keramik,“ [Online]. Available: <http://www.keramverband.de/keramik/deutsch/fachinfo/werkstoffe/definitionen.htm>. [Zugriff am 18 07 2014].
- [11] H. Briehl, Chemie der Werkstoffe, Wiesbaden: Teubner Verlag, 2008.

- [12] G. Kickelbick, Chemie für Ingenieure, München: Pearson Studium, 2008.
- [13] W. Kollenberg, Technische Keramik Grundlagen - Werkstoffe - Verfahrenstechnik, Essen: Vulkan Verlag, 2009.
- [14] S. Seidler und V.-M. Archodoulaki, Werkstoffkunde Nichtmetallischer Werkstoffe, Wien : Technische Universität Wien, 2013.
- [15] H.-D. Tietz, Technische Keramik- Aufbau, Eigenschaften, Herstellung, Düsseldorf: VDI-Verlag, 1994.
- [16] A. H. Fritz und G. Schulze, „Fertigungstechnik,“ Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 2008.
- [17] „IMK - Institut für Maschinenkonstruktion,“ [Online]. Available: <http://ikt.mb.uni-magdeburg.de/?page=frp>. [Zugriff am 18 07 2014].
- [18] C. Hull, „Apparatus for production of three-dimensional objects by stereolithography“. Patent US4575330 A, 11 03 1986.
- [19] J. Breuninger, R. Becker, A. Wolf, S. Rommel und A. Verl, Generative Fertigung mit Kunststoffen, Berlin Heidelberg: Springer Vieweg, 2013.
- [20] T. Instruments, „DLP Technologie,“ Texas Instruments, [Online]. Available: <http://www.dlp.com/de/technology/how-dlp-works/default.aspx>. [Zugriff am 23 06 2014].
- [21] J. Patzer, „Generative Fertigung von keramischen Bauteilen für dentale Anwendungen,“ TU Wien, Wien, 2011.
- [22] M. Brahm, Polymerchemie kompakt Grundlagen - Struktur der Makromoleküle - Technisch wichtige Polymere und Reaktivsysteme, Leipzig: S.Hirzel Verlag Stuttgart, 2005.
- [23] J. Stampfl, S. Baudis, C. Heller, R. Liska , A. Neumeister, R. Kling, A. Ostendorf und M. Spitzbart, „Photopolymers with tunable mechanical properties processed by laser-based high-resolution stereolithography,“ Journal of Micromechanics and Microengineering Vol.18 Nr.12, 2008.
- [24] H. Kuhlmann, Strömungsmechanik, München: Pearson Studium, 2007.

- [25] J. Stampfl, „Solid Freeform Fabrication,“ Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie E308 der TU Wien, Wien, 2011.
- [26] W. Schatt , Sintervorgänge Grundlagen, Düsseldorf: VDI Verlag, 1992.
- [27] Bröll, „Werkstoffeigenschaften - material properties,“ Bröll Solid Advanced Ceramics Solutions, [Online]. Available: <http://www.broell.com/downloads/material-data.pdf>. [Zugriff am 24 06 2014].
- [28] „Ceramaret,“ [Online]. Available: <http://www.ceramaret.com/keramik-zirkonoxid.php>. [Zugriff am 24 06 2014].
- [29] W. Hemminger und H. Cammenga, Methoden der Thermischen Analyse, Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 1989.
- [30] W. Bensch, „Thermische Analysemethoden,“ Uni Kiel, [Online]. Available: <http://www.uni-kiel.de/anorg/bensch/methoden/therm.htm>. [Zugriff am 18 06 2014].
- [31] „Thermogravimetrie,“ Ikt Uni Erlangen, [Online]. Available: http://www.ikt.uni-erlangen.de/publikationen/buecher/Leseprobe_ptak.pdf. [Zugriff am 18 06 2014].
- [32] „Netzsch,“ [Online]. Available: http://www.netzsch-thermal-analysis.com/de/produkte-loesungen/thermomechanische-analyse.html?tx_solr%5Bfilter%5D%5B0%5D=productCategory%253AThermomechanische%2BAAnalyse&tx_solr%5Bfilter%5D%5B1%5D=productPurpose%253AAllgemeines. [Zugriff am 24 06 2014].