

# Schlussbericht

zu IGF-Vorhaben Nr. 17882 N

## Thema

**Untersuchung und Identifizierung rheologischer Wechselwirkungen tonmineralhaltiger Rohstoffe in wässrigen Systemen mithilfe der Entwicklung eines Mess- und Bewertungsverfahrens auf Basis der Rotationsviskosimetrie**

## Berichtszeitraum

1.10.2013 bis 31.03.2016 + kostenneutrale Verlängerung bis 31.09.2016

## Forschungsvereinigung

Forschungsgemeinschaft der Deutschen Keramischen Gesellschaft – FDKG  
Am Grott 7, 51147 Köln

## Forschungsstellen



Forschungsstelle 1:

Forschungsinstitut für Anorganische Werkstoffe-Glas/Keramik GmbH,  
Heinrich Meister-Straße 2, 56203 Höhr-Grenzhausen



Forschungsstelle 2:

Hochschule Koblenz, Ingenieurwesen,  
Fachrichtung Werkstofftechnik Glas und Keramik,  
Rheinstraße 56, 56203 Höhr-Grenzhausen

Höhr-Grenzhausen, 12.04.2017

Ort, Datum

Ir. Marcel Engels

Projektleiter Forschungsstelle 1

Prof. Dr.-Ing. Gernot Klein

Projektleiter Forschungsstelle 2



Forschungsnetzwerk  
Mittelstand

Gefördert durch:



Bundesministerium  
für Wirtschaft  
und Energie

aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

## Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Zusammenfassung .....</b>	<b>5</b>
<b>2</b>	<b>Einleitung und Problemstellung.....</b>	<b>6</b>
<b>3</b>	<b>Stand der Forschung .....</b>	<b>10</b>
3.1	Grundlage der rheologischen Beschreibung keramischer Schlicker .....	10
3.2	Bisherige Arbeiten der HS.....	15
3.3	Bisherige Arbeiten des FGK .....	20
<b>4</b>	<b>Zielsetzung.....</b>	<b>23</b>
4.1	Wissenschaftlich-technisches Entwicklungsziel .....	23
4.2	Wirtschaftliches Entwicklungsziel .....	24
4.3	Innovativer Beitrag der angestrebten Forschungsergebnisse .....	25
4.3.1	<b>Neues Verfahren .....</b>	<b>25</b>
4.3.2	<b>Weiterentwicklung eines Produktes .....</b>	<b>26</b>
4.4	Ergebnistransfer und beabsichtigte Umsetzung .....	26
<b>5</b>	<b>Arbeitsprogramm des Forschungsprojektes.....</b>	<b>27</b>
5.1	Dissertation.....	27
5.2	Arbeitspaket 1: Inventurphase und Versuchsvorbereitung.....	28
5.2.1	<b>Spezifikation der Anforderungen an eine prozessbezogene rheologische Messvorschrift.....</b>	<b>28</b>
5.2.2	<b>Auswahl der Rohstoffe und Additive .....</b>	<b>31</b>
5.2.3	<b>Rohstofflagerung für die Projektlaufzeit .....</b>	<b>32</b>
5.3	Arbeitspaket 2: Charakterisierung der Rohstoffe .....	32
5.3.1	<b>Chemisch-physikalische Rohstoffcharakterisierung.....</b>	<b>32</b>
5.3.2	<b>Rohstoffauswahl zur Versuchsplanung.....</b>	<b>38</b>
5.4	Arbeitspaket 3: Untersuchung der Wechselwirkungen zwischen Rohstoffeigenschaften und optimalem Feststoffgehalt .....	40
5.4.1	<b>Planung der Versuchsreihen mit Spezifizierung von möglichen Einfluss- und Messgrößen.....</b>	<b>40</b>
5.4.2	<b>Ergebnisse der Untersuchung des Feststoffanteileinflusses.....</b>	<b>41</b>
5.4.3	<b>Entwicklung einer Rheometrie-Messvorschrift zur Bewertung von Rohstoffen</b>	

5.4.3.1	Festlegung einer definierten Vorgehensweise zur Probenvorbereitung.....	44
5.4.3.2	Eingesetzte Messgeräte.....	46
5.4.3.3	Design der rheologischen Messvorschriften .....	47
5.4.3.4	Auswertung der Fließkurve .....	50
5.4.3.5	Auswertung des Sprungversuchs .....	52
5.5	Arbeitspaket 4: Untersuchung der Wechselwirkungen zwischen Feststoffgehalt und Elektrolytkonzentration in Rohstoffmischungen .....	56
5.5.1	Versuchsreihe Kaoline .....	56
5.5.2	Versuchsreihe Tone .....	60
5.5.3	Versatzuntersuchungen.....	60
5.6	Arbeitspaket 5: Verfahrenstechnische Versatzoptimierung .....	61
5.7	Arbeitspaket 6: Erstellen der „Rohstoffbenchmark 1.0“ .....	63
5.7.1	Abschließende Definition eines Leitfadens zur rheologischen Charakterisierung	66
5.7.1.1	Probenvorbereitung .....	67
5.7.1.2	Messregimes zur Beurteilung des belastungsabhängigen Fließverhaltens: Fließkurve .....	69
5.7.1.3	Messregimes zur Beurteilung des zeitabhängigen Fließverhaltens: Sprungversuch .....	72
5.7.1.4	Messregime zum Schnelltest: Visk@s .....	73
5.7.2	Abgeleitete Kennzahlen zur Bewertung des rheologischen Verhaltens von tonmineralhaltigen Suspensionen.....	74
5.7.3	Abschließende Zusammenstellung eines rheologischen Messregimes zur QS und Prozesskontrolle .....	77
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Vergleich der Ergebnisse mit der Forschungszielsetzung .....</b>	<b>79</b>
6.1	Zusammenfassung der Ergebnisse .....	79
6.2	Die Ergebnisse im Vergleich zur Zielsetzung .....	80
6.2.1	Wissenschaftlich-technische Ergebnisse .....	80
6.2.2	Wirtschaftliche Ergebnisse .....	81
6.3	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit.....	82
<b>7</b>	<b>Verwertungsplan .....</b>	<b>84</b>

---

7.1	Nutzung der Forschungsergebnisse in KMU. ....	85
7.2	Beitrag zur Steigerung der Wettbewerbsfähigkeit der KMU .....	85
7.3	Wirtschaftliche und technische Erfolgsaussichten nach Projektende .....	86
7.4	Einschätzung der Finanzierbarkeit der anschließenden industriellen Umsetzung ..	86
8	Schlusswort .....	87
9	Literaturverzeichnis .....	88
10	Tabellenverzeichnis.....	90
11	Abbildungsverzeichnis.....	92
12	Veröffentlichungen/Vorträge .....	94

## 1 Zusammenfassung

In der keramischen Industrie und insbesondere in den keramischen klein- und mittelständische Unternehmen (KMU) besteht die Notwendigkeit, die traditionelle Prozesskontrolle mittels übertragbare, standardisierte und aussagekräftige rheologische und kolloidchemische Kennzahlen, die die Eigenschaften der Rohstoffe und Schlicker, sowie deren Wechselwirkungen unter realen Verfahrensbedingungen abbilden können, zu erweitern. Es fehlt eine standardisierte, wissensbasierte Bewertungsgrundlage der Einflüsse der materialtechnischen Rohstoffkenngrößen auf rheologische Verahreenseigenschaften.

Mithilfe der Rotationsviskosimetrie können mit hoher Messgenauigkeit und Reproduzierbarkeit physikalische-chemische Verahreenseinflüsse in Echtzeit ermittelt werden, es fehlt aber einer standardisierten, prüfmittelfähigen und aussagekräftigen Messvorschrift für eine grundlegenden Untersuchung der Zusammenhänge des Rohstoffspektrums mit den verahreentechnisch relevanten rheologischen Eigenschaften als Basis für eine „Rohstoff-Benchmark“.

Die Ziele des AiF/IGF-Vorhabens „Untersuchung und Identifizierung rheologischer Wechselwirkungen tonmineralhaltiger Rohstoffe in wässrigen Systemen mithilfe der Entwicklung eines Mess- und Bewertungsverfahrens auf Basis der Rotationsviskosimetrie“ anerkannt als „besonders branchenrelevantes Projekt“, eine prüfmittelfähige rheologische Prüfmethodik mithilfe der Rotationsviskosimetrie auf der Basis rheologischer Modelle und des Einbezugs verahreentechnischer Parameter zu entwickeln konnten in enger Zusammenarbeit mit der Industrie (insbesondere Projektbegleitender Ausschuss) weitgehend erreicht werden.

An Hand eines zu diesem Zweck ausgewähltes, praxisrelevantes Spektrum tonmineralhaltigen Rohstoffe sollte mithilfe der statistischen Untersuchung der Wechselwirkungen eine rheologisch-mathematischen Modellbeschreibung, eine Benchmark bzw. eine qualitative und quantitative rheologische Bewertungsgrundlage auf Grund der Rohstoffeigenschaften erstellt werden. Korrelationsdiagramme, „Masterkurven“ der rheologischen Kenngrößen mit einzelnen Rohstoffparametern sollten dabei eine direkte Vergleichsbasis etablieren.

Die Komplexität der Auswertung der Korrelationen zu den rheologischen Merkmalen der silikatischen Rohstoffe, die erst nach der Entwicklung der auf Grund der ersten Untersuchungen notwendigen Erweiterung der rheologischen Messprozedur erfasst werden konnte, hat dazu geführt, dass der avisierte Rohstoffbenchmark, außer der Darstellung des rheologischen Verhaltens der einzelnen untersuchten Rohstoffe in Abhängigkeit des Feststoffanteils und der Verfüssigermenge und eine indikative Beschreibung der Wechselwirkungen nicht gemäß der eigenen Vorstellungen in dessen Komplexität erstellt werden konnte. Die für die Entwicklung notwendige Verlagerung des Schwerpunktes auf die Entwicklung einer neuartigen Messvorschrift hat jedoch zu einer erstmaligen wesentlichen

Vertiefung der Beschreibung des rheologischen Verhaltens geführt, was neue grundlegende Einsichten lieferte.

Ferner hat die erstmalige wesentliche Vertiefung der Beschreibung des belastungs- und zeitabhängigen rheologischen Verhaltens mittels einer im Rahmen des Vorhabens durchgeführten Dissertationsarbeit neue Einsichten geliefert, die das Potential dieser Auswertung bei der Charakterisierung silikatischer Rohstoffe aufweisen. Die Dissertation „Beitrag zur Identifizierung rheologischer Wechselwirkungen von Kaolinen in wässrigen Systemen“ des Projektmitarbeiters Pascal Seffern der Hochschule Koblenz lag allerdings zum Zeitpunkt der Erstellung des vorliegenden Berichts noch nicht vor. Es wird, wo zutreffend, zusammenfassend auf die Ergebnisse, dargestellt in der Dissertation verwiesen.

Das Potential dieser Auswertung wurde im der Charakterisierung der kaolinitischen Rohstoffe und eines Produktionsschlickers nachgewiesen. Durch Bewilligung einer kostenneutralen Verlängerung des Projektzeitraums konnten indikativ auch ausgewählte Tonrohstoffe bewertet werden. Zudem konnte in der Verlängerung die Anwendung der rheologischen Arbeitsvorschrift für die Praxisanwendung in der Industrie in einem Ringversuch geprüft und bewertet werden.

Die Ergebnisse konnten während und nach der Projektlaufzeit direkt über die geplanten Transfermaßnahmen durch Aufrüstung der in der Industrie vorhandenen Messsysteme bzw. durch analytische Unterstützung im Rahmen der Beratung und Dienstleistung der HS und des FGK umgesetzt werden. Mithilfe der zu entwickelnden Plattform der Industrie-Verbände (VKI, BKRI) und der Deutschen Keramischen Gesellschaft (DKG) soll die Weiterentwicklung und der Ausbau des Benchmarks sowie die Umsetzung in einer standardisierten Prüfmethodik vorangetrieben werden.

## **2 Einleitung und Problemstellung**

In der keramischen Industrie und insbesondere in den keramischen klein- und mittelständische Unternehmen (KMU) führt die stetig steigende Prozessgeschwindigkeit bei immer komplexeren Produkten und Vorgängen beim Schlickergussverfahren zu hohen Ausschussquoten von 5 – 10 %, für Einzelchargen auch noch erheblich höher.

Sowohl bei der Formgebung mittels des modernen Druckgusses als auch mittels konventioneller Gießformgebung besteht daher die Notwendigkeit, die traditionelle Prozesskontrolle mittels übertragbare, standardisierte und aussagekräftige rheologische und kolloidchemische Kennzahlen, die die Eigenschaften der Rohstoffe und Schlicker, sowie deren Wechselwirkungen unter realen Verfahrensbedingungen abbilden können, zu erweitern, was sich bis jetzt noch den Möglichkeiten der keramischen KMU entzieht. Es fehlt zudem bei der Rohstoffauswahl eine standardisierte, wissenschaftliche Bewertungsgrundlage der Einflüsse der materialtechnischen Rohstoffkenngrößen auf rheologische Verfahrenseigenschaften. Eine solche Bewertungsgrundlage, basierend auf verlässlichen