

Teilprojekt B3

Leitung: Dr.-Ing. G. Neuer

Thermisches Verhalten von C/C-SiC

R. Brandt, G. Jaroma-Weiland, G. Neuer, P. Pohlmann, E. Schreiber

Vorwort

Die Forschungsaktivitäten des Sonderforschungsbereiches 259 „Hochtemperaturprobleme rückkehrfähiger Raumtransportsysteme“¹ umfassen thermophysikalische Grundlagen des Wiedereintritts von Raumflugkörpern in die Erdatmosphäre (Projektbereich A), Hochtemperaturwerkstoffe, heiße tragende Strukturen und Wärmeschutzsysteme (Projektbereich B), sowie die Hochtemperatur-Aerothermodynamik (Projektbereich C).

Der vorliegende Bericht faßt alle Ergebnisse zusammen, die im Rahmen des Teilprojekts B3 in der dritten Förderungsperiode erzielt wurden und ist als ein abgeschlossener Teil einer gemeinsamen Publikation zu betrachten.²

3.1 Ausgangsfragestellung und Kenntnisstand bei Beginn der Arbeiten

Den Schwerpunkt der früheren Arbeiten bildete die Untersuchung der Abhängigkeit der thermischen Kenngrößen von Herstellungsparametern sowie Materialvorbehandlungen z.B. zum Entsilizieren oder zur Verbesserung der Faser-Matrix-Bindung. Auf dieser Basis war das Ziel der weiteren Entwicklungen die Optimierung von Grundmaterial und Beschichtung, wobei die durch den Sonderforschungsbereich SFB 259 gegebene Verbindung mit den Materialentwicklern (INAM/MPI, A5 und DLR, B1), verknüpft mit der ausgesprochen hohen Kooperationsbereitschaft der beteiligten Mitarbeiter ein wichtiger Schlüssel zum Erfolg waren und ist. Um einen Überblick über die in den früheren und in der laufenden Förderperiode durchgeführten Untersuchungen an unbeschichtetem und beschichtetem Material zu zeigen, sind in Abschn. 3.3.1 alle wichtigen Ergebnisse zusammengefaßt.

Eine Voraussetzung für die Interpretation der Wärmeleitfähigkeit ist die Kenntnis der Leitfähigkeiten der Einzelkomponenten, wobei das schwierigste Problem die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit der Fasern quer zur Längsachse darstellt. Die Meßmethode wurde in der vorangegangenen Förderperiode entwickelt und inzwischen für verschiedene Fasern angewandt.

Neu waren die Fragestellungen hinsichtlich des thermischen Verhaltens beim Wiedereintritt und des Wärmetransports in zusammengesetzten Bauteilen. Zu beiden Komplexen sind erste Untersuchungen durchgeführt worden.

Eine wichtige meßtechnische Aufgabenstellung ist die Oberflächentemperaturmessung bei hohen Temperaturen. Ziel war es, das bisherige Verfahren durch eine neue Methode zu ersetzen (s. Abschn. 3.2). Vorversuche zum Test des Verfahrens hatten früher schon stattgefunden und es war noch die Umsetzung in ein Meßgerät zu realisieren, was sich als sehr kompliziert und aufwendig erwiesen hat.

¹ www.irs.uni-stuttgart.de/SFB/

² „Hochtemperaturprobleme rückkehrfähiger Raumtransportsysteme“ Sonderforschungsbereich 259, Arbeits- und Ergebnisbericht 1998, Universität Stuttgart

3.2 Methoden

Die Meßmethoden für Emissionsgrad (Strahlungsvergleich), für Wärmeleitfähigkeit (Komparativ, Proben bis 50 mm \varnothing und Plattenverfahren, Probendurchmesser 200 mm), Temperaturleitfähigkeit (modulierter Heizstrahl, kleine Proben, 8 mm \varnothing) und spez. Wärmekapazität (Differential-Scanning Kalorimeter, DSC) sind seit langem am IKE eingeführt. Da Messungen mit dem DSC am IKE nur bis 720 °C möglich sind, wurden die Messungen z.T. an die Fa. Netzsch vergeben, deren DSC-Gerät Messungen bis 1400 °C zuläßt.

Bei den Emissionsgradmessungen liegt die größte Meßunsicherheit in der Bestimmung der Oberflächentemperatur begründet, weshalb ein neues Verfahren eingeführt wurde:

Die Temperatur der Probe wird in einer radialen Bohrung von 1,2 mm Durchmesser und 7 mm Tiefe gemessen. Um Fehler bei der Extrapolation auf die Oberflächentemperatur zu minimieren, ist der Abstand zwischen dieser und der Bohrungsachse möglichst klein. Da die Temperatur, vor allem bei der Messung der spektralen Emissionsgrade bei kurzen Wellenlängen einen wesentlichen Beitrag zur Meßunsicherheit liefert, hängt die Gesamtmeßunsicherheit davon ab, wie hoch die Wärmeleitfähigkeit der Probe ist, und wie genau diese bekannt ist. Um diese Fehlerquelle zu vermeiden, wurde ein neues Temperaturmeßverfahren entwickelt, bei dem mit Hilfe von zwei Lasern der Wellenlängen λ_1 und λ_2 das Verhältnis der spektralen Emissionsgrade bei diesen beiden Wellenlängen bestimmt und damit die ebenfalls gemessene Verhältnistemperatur korrigiert wird. Bild 3.1 zeigt das neue Verfahren schematisch im Vergleich mit der bisher angewandten Extrapolation aus der Bohrungstemperatur.

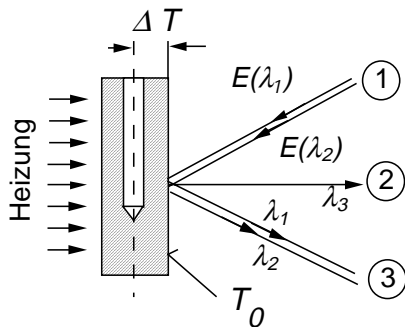
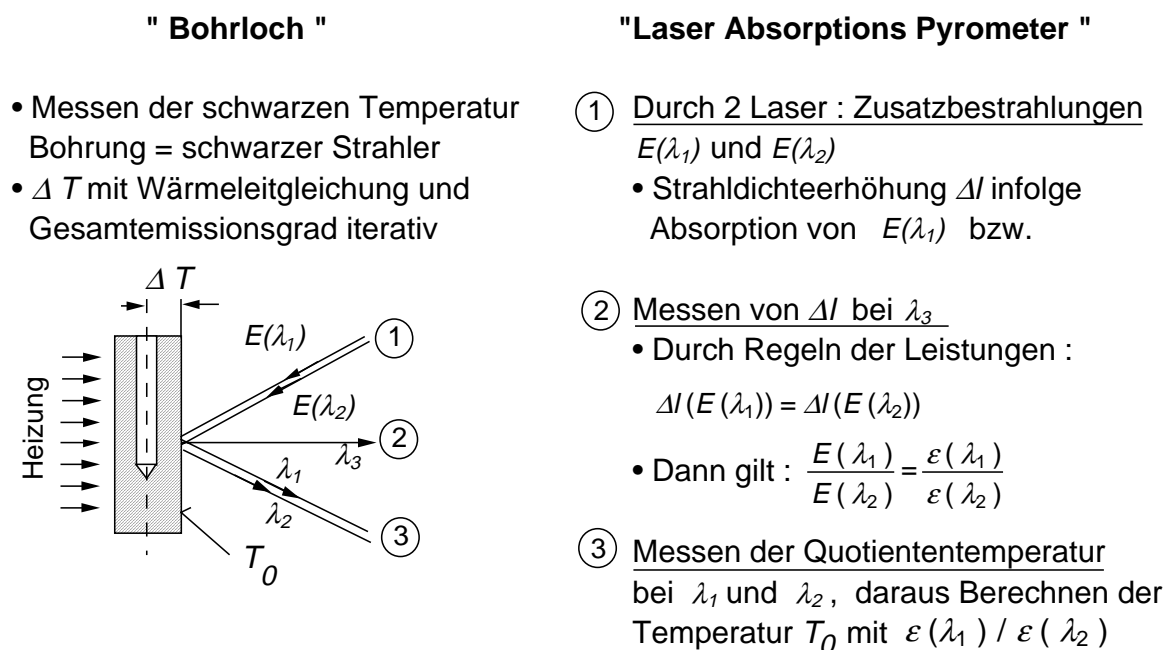


Bild 3.1: Vergleich der beiden Verfahren zur Bestimmung der Oberflächentemperatur bei Emissionsgradmessungen

3.3 Ergebnisse

Das C/C-SiC Material mit C-SiC-Matrix und C-Fasern wird bei dem DLR, Stuttgart mit einem Flüssig-Silizium-Infiltrationsverfahren (LSI) hergestellt. Dabei werden die aus C-Fasergeweben und einem organischen Precursor (XP-60) hergestellten CFK zu C/C-Verbundwerkstoffen pyrolysiert, wobei sich in Abhängigkeit von der Haftung zwischen Fasern und Matrix eine Rißstruktur ausbildet, die für die anschließende Infiltration durch Si genutzt wird.

Für die nachfolgend beschriebenen Untersuchungen wurden als Herstellungsparameter die Art der Fasern, ihre evtl. Vorbehandlung sowie die Pyrolysetemperatur variiert. Die daraus resultierenden Materialtypen sind in der nachfolgenden Tabelle beschrieben:

Typ	Faser-Art	Faser-Vorbehandlung	Pyrolysetemperatur
1	HTA	keine	900 °C
1/1650	HTA	keine	1650 °C
1/2700	HTA	keine	2700 °C
1/PyC	HTA	mit pyrol. Graphit beschichtet	900 °C
2	T800	keine	900 °C
3	T800	thermisch bei 600 °C	900 °C
4	HTA	thermisch bei 1100 °C	900 °C
5	M40	keine	900 °C

Im Verlauf der bisherigen Förderperioden sind zahlreiche Proben aus unbeschichtetem und beschichtetem Material untersucht worden. Auf Materialbeschreibungen soll hier verzichtet und auf die Darstellung im Bericht des Teilprojekts B1 bzw. A5 verwiesen werden.

3.3.1 Zusammenfassung der bisherigen Meßergebnisse

a) Emissionsgradmessungen

Tabelle 3.1: Emissionsgrad von Proben aus SiC/SiC und C/C-SiC

Meß-Nr.		1320			1303			1316		
Wellenlänge λ (μm)		SiC/SiC			C/C-SiC, Typ 0			C/C-SiC, Typ 0 geätzt		
	$T(^{\circ}\text{C}) =$	1000	1300	1600	1000	1300	1600	1000	1300	1600
	$\epsilon_{\text{ges}} =$	0,81	0,84	0,97	0,75	0,802	0,8	0,77	0,78	0,87
	$\epsilon_{\lambda} =$				0,83	0,87	0,72	0,74	0,67	0,7
0,65										
0,9					0,86	0,88	0,67			
1,3		0,94	0,94	0,96	0,83	0,85	0,8	0,88	0,845	0,87
2,1		0,87	0,86	0,9	0,87	0,86	0,83	0,9	0,87	0,88
3,5		0,81	0,835	0,85	0,75	0,77	0,74	0,73	0,78	0,81
4,3		0,77	0,785	0,82	0,68	0,71	0,69	0,64	0,7	0,76
6,3		0,74	0,76	0,79	0,62	0,65	0,64	0,55	0,61	0,65
Meß-Nr.		1417			1414					
Wellenlänge λ (μm)		C/C-SiC, Typ 1			C/C-SiC, Typ 1 thermisch entsiliziert					
	$T(^{\circ}\text{C}) =$	1000	1300	1600	1000	1300	1600			
	$\epsilon_{\text{ges}} =$	0,75	0,77	0,805	0,86	0,87				
	$\epsilon_{\lambda} =$									
0,65										
0,9										
1,3		0,88	0,85	0,86	0,88	0,9				
2,1		0,8	0,79	0,8	0,88	0,89				
3,5		0,71	0,71	0,72	0,82	0,85				
4,3		0,65	0,67	0,66	0,79	0,83				
6,3		0,63	0,63	0,65	0,77	0,8				
Meß-Nr.		1407			1438			1439		
Wellenlänge λ (μm)		C/C-SiC, Typ 2, Probe 1			C/C-SiC, Typ 2, Probe 2			C/C-SiC, Typ 2 geflogen, FOTON		
	$T(^{\circ}\text{C}) =$	1000	1300	1600	1000	1300	1600	1000	1300	1600
	$\epsilon_{\text{ges}} =$	0,81	0,86	0,86	0,83	0,9		0,89	0,89	
	$\epsilon_{\lambda} =$				0,96	0,99		0,79	0,71	
0,65										
0,9					0,93	0,98		0,87	0,77	
1,3		0,98	0,97		0,98	1,00		0,93	0,93	
2,1		0,97	0,92		0,93	0,92		0,95	0,89	
3,5		0,79	0,77		0,81	0,88		0,93	0,94	
4,3		0,67	0,74		0,76	0,83		0,93	0,94	
6,3		0,57	0,63		0,69	0,75		0,97	0,98	
Meß-Nr.		1502			1506					
Wellenlänge λ (μm)		C/C-SiC, Typ 3			C/C-SiC, Typ 3 nach PWK-Test					
	$T(^{\circ}\text{C}) =$	1000	1300	1600	1000	1300	1600			
	$\epsilon_{\text{ges}} =$	0,82	0,87		0,925	0,89				
	$\epsilon_{\lambda} =$	1	0,97		0,82	0,75				
0,65										
0,9		0,99	0,96		0,86	0,82				
1,3		0,9	0,92		0,9	0,85				
2,1		0,86	0,88		0,92	0,9				
3,5		0,79	0,84		0,94	0,9				
4,3		0,76	0,8		0,94	0,9				
6,3		0,72	0,75		0,92	0,92				

Tabelle 3.2: Emissionsgrad von Proben aus beschichtetem C/C-SiC

Meß-Nr.	1408						1440			
Wellenlänge	SiC-Mehrfachschicht						SiC-Mehrfachschicht geflogen, FOTON			
λ	T(°C) = 1000			1300			1600			
μm	$\epsilon_{\text{ges}} = 0,94$			0,91			0,82			
0,65	$\epsilon_{\lambda} =$									
0,9										
1,3	1,00			0,97			0,805			0,79
2,1	0,93			0,9			0,85			0,79
3,5	0,89			0,87			0,86			0,86
4,3	0,9			0,86			0,87			0,87
6,3	0,9			0,87			0,92			0,91
Meß-Nr.	1425						1426			1443
Wellenlänge	NCP + Si						NCP + SiC			T2(1) + SiC
λ	T(°C) = 1000			1300			1600			1000
μm	$\epsilon_{\text{ges}} = 0,82$			0,86			0,78			0,79
0,65	$\epsilon_{\lambda} = 1,00$									0,78
0,9	0,97						0,64			0,66
1,3	0,84			0,82			0,63			0,67
2,1	0,83			0,81			0,76			0,80
3,5	0,84			0,8			0,84			0,85
4,3	0,85			0,77			0,86			0,88
6,3	0,86			0,76			0,90			0,92
Meß-Nr.	1427						1507			1515
Wellenlänge	T2(1) + Si - 1						T2(1) + Si - 2			T2(1) + Si - 3
λ	T(°C) = 1000			1300			1600			1000
μm	$\epsilon_{\text{ges}} = 0,87$			0,86			0,73			0,84
0,65	$\epsilon_{\lambda} = 0,91$			0,8						0,85
0,9	0,91			0,83			0,85			0,86
1,3	0,88			0,82			0,66			0,81
2,1	0,88			0,87			0,66			0,83
3,5	0,91			0,88			0,73			0,86
4,3	0,94			0,88			0,78			0,88
6,3	0,95			0,9			0,83			0,93

Die meisten Ergebnisse sind veröffentlicht [1, 2, 3, 4] und sollen daher nur zusammenfassend dargestellt werden. Tab. 3.1 enthält Messungen an unbeschichtetem SiC/SiC und C/C-SiC unterschiedlicher Herstellungsart. Die Herstellungsparameter führen zu keinen wesentlichen Unterschieden, alle Proben zeigen den durch die Fasern bedingten typischen Verlauf des spektralen Emissionsgrads, der mit zunehmender Wellenlänge abnimmt. Nachbehandlung z.B. zum Entsilizieren bewirkt jedoch teilweise deutliche Veränderungen [3] des Emissionsgrads.

Bei beschichteten Proben, deren Ergebnisse in Tab. 3.2 zusammengefaßt sind, gibt es hingegen sehr große Unterschiede [4], die durch unterschiedliche chemische Zusammensetzungen der Schicht bedingt sind, was vor allem dann gilt, wenn Oxide beteiligt sind. Die höchsten Emissionsgrade wurden mit einer SiC-Schicht erzielt, die jedoch leider den Wiedereintrittsbedingungen nicht standhielt [5]. Weitere Einzelheiten zu den Ergebnissen sind in Abschn. 3.3.2 beschrieben.

b) Temperatur- und Wärmeleitfähigkeitsmessungen

In der ersten Förderperiode wurden der Einfluß von Herstellungsparametern auf die Wärmetransporteigenschaften von C/C-SiC-Proben untersucht, bei denen C-Fasern vom Typ T300

verwendet wurden. Die Ergebnisse wurden veröffentlicht [6]. Die mechanischen Eigenschaften dieser Verbundmaterialien waren jedoch unbefriedigend. Die in den nachfolgenden Förderperioden verwendeten HTA- und T800-Fasern führten hier zu einer wesentlichen Verbesserung. Die Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität der mit diesen Fasern hergestellten Verbundproben sind in Tab. 3.3 zusammengefaßt und in Abschn. 3.3.4 beschrieben.

Der Einfluß der Entsilizierung auf die Leitfähigkeit wurde ebenfalls untersucht. Während die in der ersten Förderperiode durchgeführte chemische Entsilizierung mit einem Gemisch aus Fluß- und Salpetersäure über 24 h eine Absenkung der Wärmeleitfähigkeit um bis zu 60% verursachte, wurde in der zweiten Projektphase die Ätzdauer auf 5 h reduziert. Bei den so behandelten Proben mit T300- und T800-Fasern konnte kein wesentlicher Einfluß mehr auf die Wärmeleitfähigkeit festgestellt werden. Die Ergebnisse wurden in den Arbeits- und Ergebnisberichten 1992 und 1995 sowie in [2] und [8] beschrieben.

Tabelle 3.3: Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität von C/C-SiC

C/C-SiC Typ	Temperatur								
	200 °C	400 °C	600 °C	800 °C	1000 °C	1200 °C	1400 °C	1600 °C	1800 °C
	Wärmeleitfähigkeit senkrecht zur Faserebene, in W/(m K)								
1	10,1	9,7	9,3	8,8	8,5	8,4	8,3	8,3	8,3
1/1650	11,3	10,8	10,3	9,7					
1/2700	18,2	16,6	15,0	14,0	13,1	12,4	11,7	11,0	10,5
1/PyC	20,0	18,0	16,7	15,6	15,0	14,5	14,3	14,1	14,0
2	13,9	12,7	12,0	11,2	10,8	10,6	10,5	10,4	10,4
3	12,5	11,8	11,2	10,5	10,1	10	9,9	9,9	10,0
4	18,9	17,8	16,5	15	14,6	14,2	13,9	13,7	13,6
5	19,7	18,0	16,7	15,4	14,6	14,1	13,7	13,3	13,1
	Wärmeleitfähigkeit parallel zur Faserebene, in W/(m K)								
1	18,9	19,3	19,5	19,6	19,6	19,6	19,5	19,3	19,2
1/1650	19,6	20	20,2	20					
1/2700									
1/PyC									
2	21,8	22,9	23,1	23,1	23,1	23	22,8	22,5	22,2
3	22,1	22,7	22,8	22,9	22,7	22,6	22,6	22,5	22,5
4	36,7	32,8	29,8	27,9	27	26,2	25,7	25,5	25,2
5	42,4	42,3	40,8	39,6	38,2	37,3	36,5	36	35,8
	spezifische Wärmekapazität, in J/(g K)								
3 *)	1,065	1,324	1,488	1,590	1,654	1,700	1,737	1,770	1,793
4 **)	1,034	1,231	1,365	1,446	1,500	1,541	1,580	1,615	1,638

*) auch gültig für Typen 1, 1/1650, 2, 5

***) auch gültig für Typen 1/2700, 1/PyC

3.3.2 Emissionsgrad von Schutzschichten

Im Arbeits- und Ergebnisbericht 1995 wurde über Emissionsgradmessungen an einer SiC-Schicht berichtet (mehrfach CVD-Beschichtung, Schunk, Kohlenstofftechnik, Gießen), die zwar sehr hohe Werte lieferte, jedoch im Wiedereintritts-Test nicht stabil war. Inzwischen sind im Teilprojekt A5 neue Schichten auf der Basis von kommerziellem Polysilazan (NCP) und (borhaltigem) Polyborsilazan (T2(1)), jeweils mit Si- oder SiC-Zusatz entwickelt worden. Die Polyborsilazan-Schichten mit Si-Zusatz sind in verschiedenen Präparationstechniken hergestellt worden (T2(1)+Si-1, -2 und -3), wozu auf die Ausführungen im Bericht von A5 verwiesen wird.

Wie Bild 3.2 zeigt, liegen die Gesamtemissionsgrade insgesamt niedriger als die der SiC-Schicht, wobei in beiden Fällen der Si-Zusatz sich hinsichtlich Emissionsgrad eher günstiger auswirkt. Die Schichten waren im Vakuum nur bis etwa 1600 K stabil, d.h. die Knicke der Gesamtemissionsgradkurven in diesem Bereich sind darauf zurückzuführen. Sowohl die spektralen Emissionsgrade von NCP+SiC, Bild 3.3 als auch die der Schicht T2(1)+Si-3 (kristallisiert), Bild 3.4 haben zu kurzen Wellenlängen hin abfallende Werte. Bei NCP + SiC erklärt sich dies damit, daß sich bei der Herstellung SiO_2 gebildet hat. Bei T2(1)+Si-3 konnte kein Oxid, jedoch verstärkt Si_3N_4 gefunden werden, welches ebenfalls eine ausgeprägte Abnahme der spektralen Emissionsgrade mit abnehmender Temperatur und Wellenlänge zeigt, was bei früheren Messungen festgestellt wurde [7].

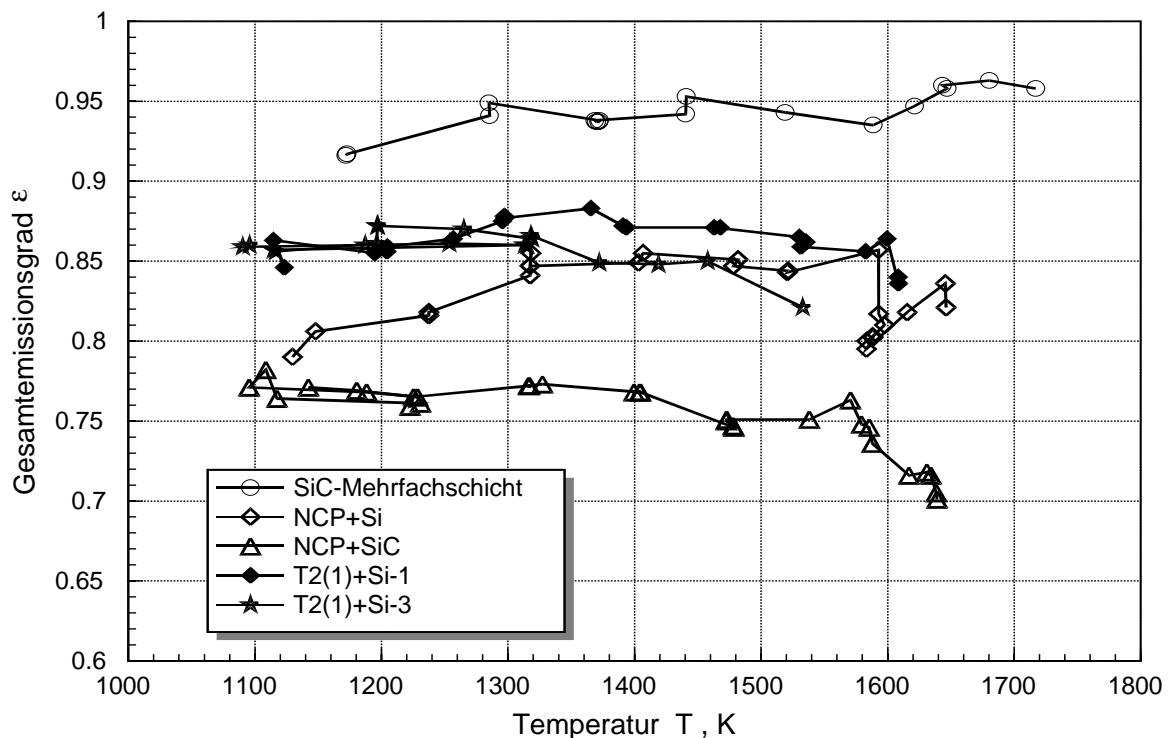


Bild 3.2: Gesamtemissionsgrad senkrecht zur Oberfläche von verschiedenen Schutzschichten

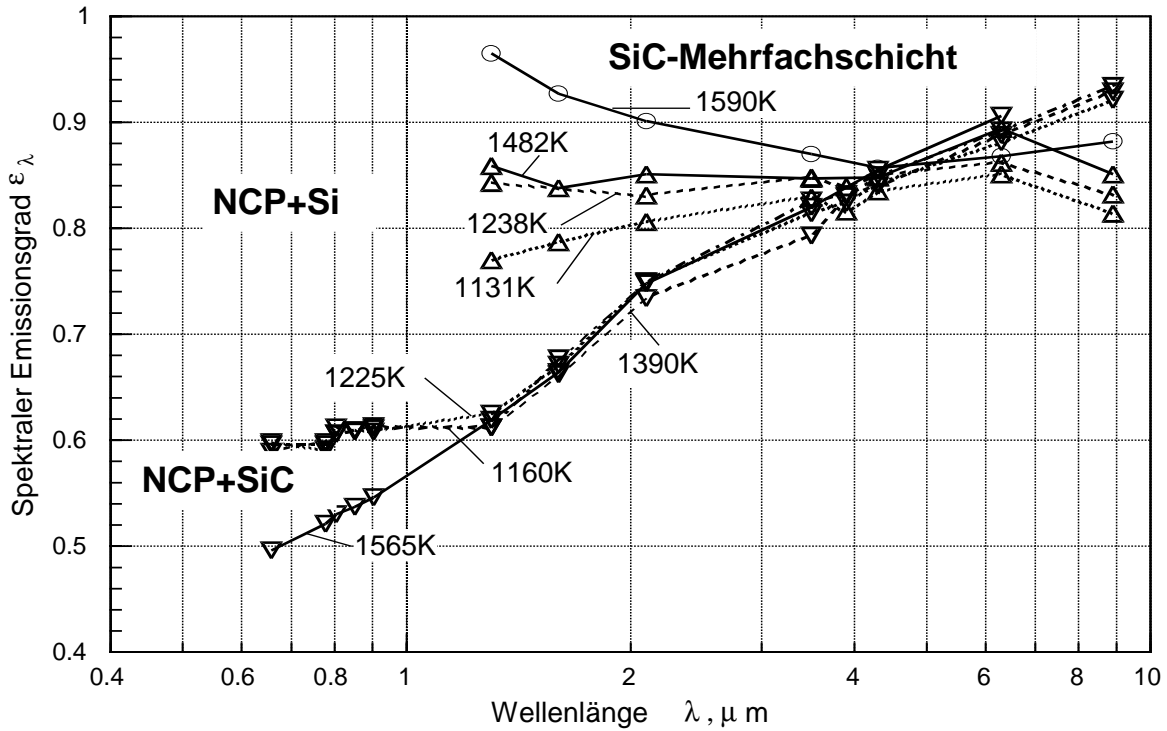


Bild 3.3: Spektraler Emissionsgrad senkrecht zur Oberfläche einer SiC-Schicht und verschiedener Polysilazan (NCP)-Schichten

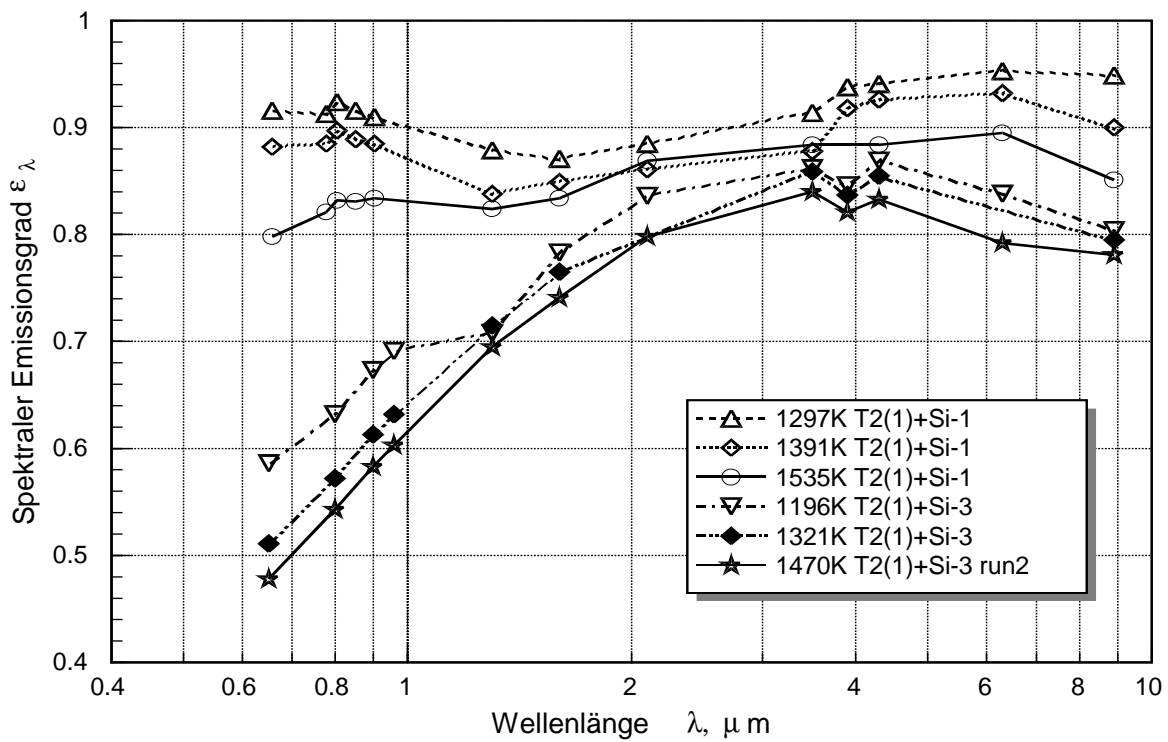


Bild 3.4: Spektraler Emissionsgrad senkrecht zur Oberfläche von verschiedenen Borhaltigen Polysilazanschichten

3.3.3 Einfluß der Wiedereintrittsbedingungen auf die thermophysikalischen Eigenschaften

Beim Wiedereintritt von Raumfahrtssystemen in die Erdatmosphäre treten infolge Thermochock, hoher Temperaturgradienten und heftiger Oberflächenreaktionen Materialveränderungen auf, die sich auch auf die thermophysikalischen Eigenschaften auswirken. Es ist zu erwarten, daß dabei vor allem der Emissionsgrad verändert wird, aber auch die Wärmeleitfähigkeit wird durch die hohe thermische Belastung des Materials beeinflusst.

a) Emissionsgrad

Im Rahmen von russischen Flugexperimenten mit einer FOTON-Kapsel, an dem das DLR mit dem im Teilprojekt B1 entwickelten C/C-SiC beteiligt war [5], konnte das Material (Typ 2) unter realen Wiedereintrittsbedingungen getestet werden. Getestet wurden sowohl Proben aus unbeschichtetem C/C-SiC als auch C/C-SiC mit einer Mehrfachsicht aus SiC, die im CVD-Verfahren aufgebracht war. Unbeschichtetes Material (Typ 3) wurde außerdem auch nach Simulationstests im PWK (TP A3) untersucht.

Bild 3.5 zeigt den Gesamtemissionsgrad jeweils vor dem Flug (Ausgangszustand) und nach einem bzw. nach zwei Flügen mit der FOTON-Kapsel. Erstaunlich ist, daß die unbeschichtete Probe nach dem Flug höhere Werte aufweist, während die beschichtete - vor allem bei hohen Temperaturen - nach unten tendiert. Erklären läßt sich dies aus dem spektralen Verlauf, Bild 3.6 bzw. Bild 3.7, vor und nach dem Flug in Verbindung mit chemischen Analysen, die in B1 durchgeführt wurden.

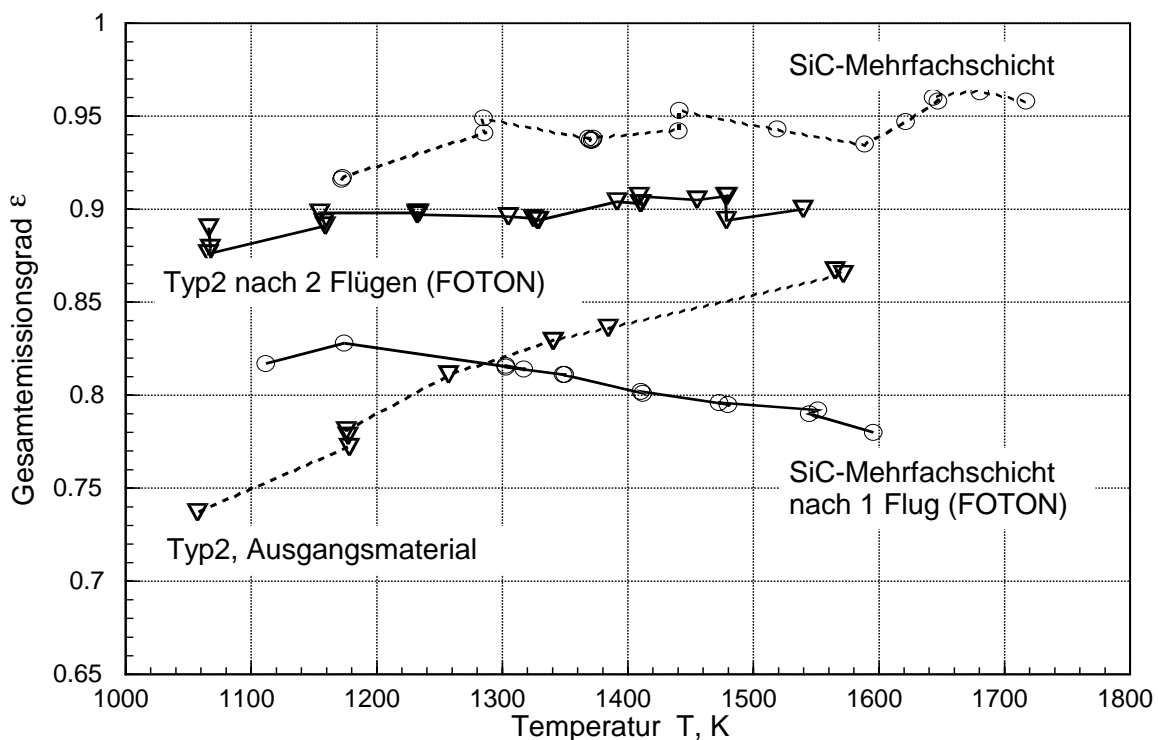


Bild 3.5: Gesamtemissionsgrad von C/C-SiC, Typ 2 und von C/C-SiC mit SiC-Mehrfach-CVD-Schicht vor und nach Flügen mit der russischen FOTON-Kapsel

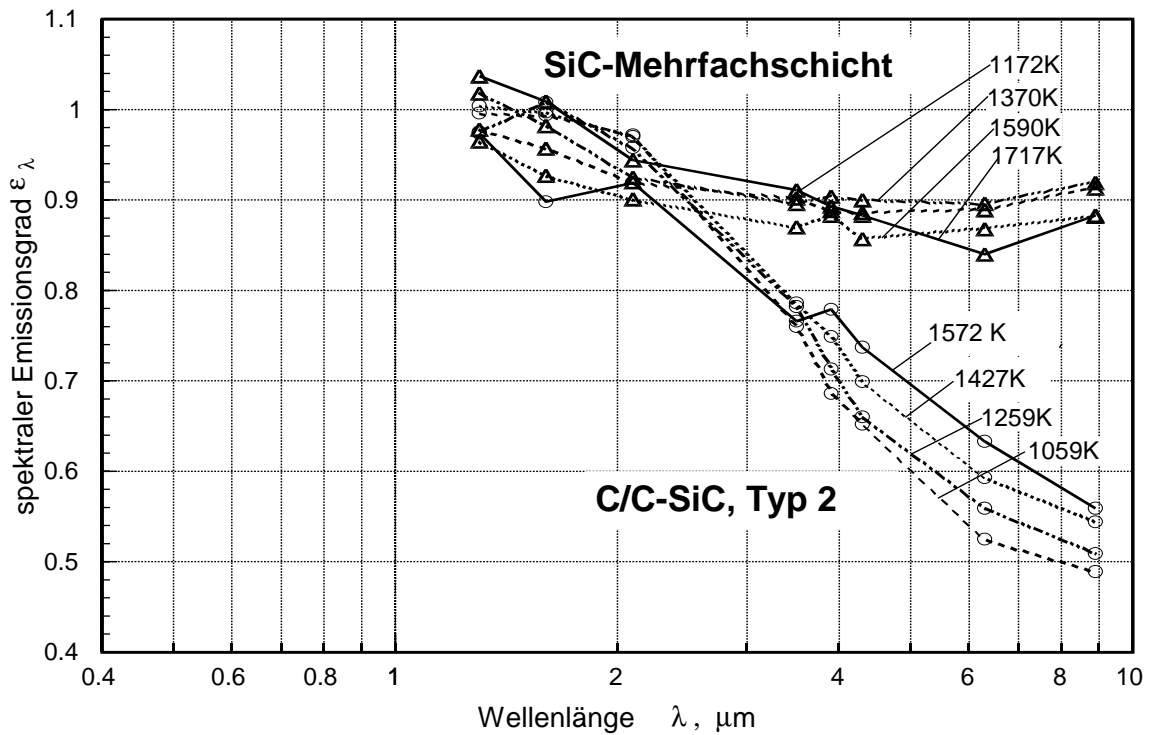


Bild 3.6: Spektraler Emissionsgrad von C/C-SiC, Typ 2 und von C/C-SiC mit SiC-Mehrfach-CVD-Schicht im Ausgangszustand

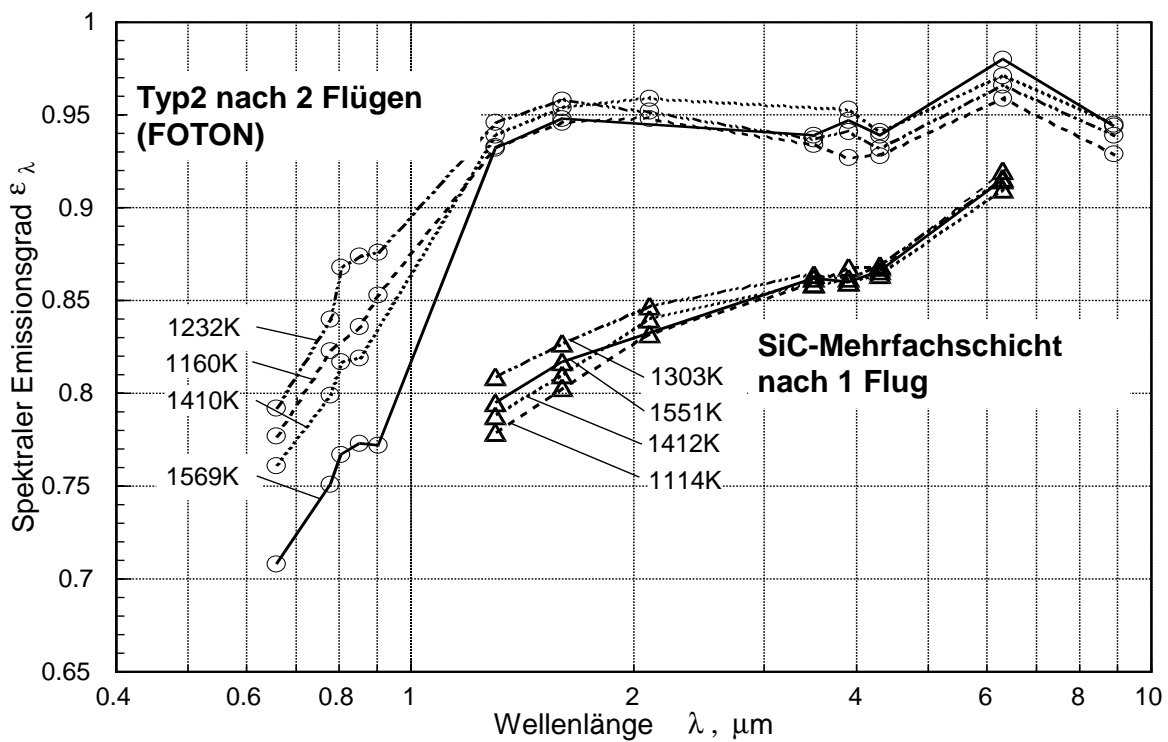


Bild 3.7: Spektraler Emissionsgrad von C/C-SiC, Typ 2 und von C/C-SiC mit SiC-Beschichtung nach Flügen mit der russischen FOTON-Kapsel

Die spektralen Emissionsgrade von C/C-SiC steigen bei langen Wellenlängen infolge der Oberflächenreaktion deutlich an, d.h. der durch die Fasern im Ausgangszustand bedingte typische Verlauf verliert sich – ähnlich wie dies bei thermisch vorbehandeltem Material (s. Arbeits- und Ergebnisbericht 1995 bzw. Tab. 3.1, Meßnr. 1414 und 1417) beobachtet wurde. D.h. die Faserstruktur wird zerstört, was sich auch auf die Wärmeleitfähigkeit auswirkt (s. Abschn. 3.3.4). Hinzu kommt eine SiO₂-Bildung, die bei den beschichteten Proben noch erheblich stärker war. Dies führt dazu, daß der spektrale Emissionsgrad mit kürzeren Wellenlängen abnimmt. Wegen des Wienschen Verschiebungsgesetzes ist damit eine Abnahme des Gesamtemissionsgrads mit zunehmender Temperatur verbunden.

Unbeschichtetes Material (Typ 3) wurde auch im PWK getestet, und, wie Bild 3.8 und Bild 3.9 zeigen, sind die Auswirkungen nahezu dieselben wie bei den Flugexperimenten. Die Ergebnisse weisen darauf hin, daß sich hinsichtlich der Emissionsgrade die Materialien C/C-SiC, Typ 2 und Typ 3 nicht wesentlich unterscheiden.

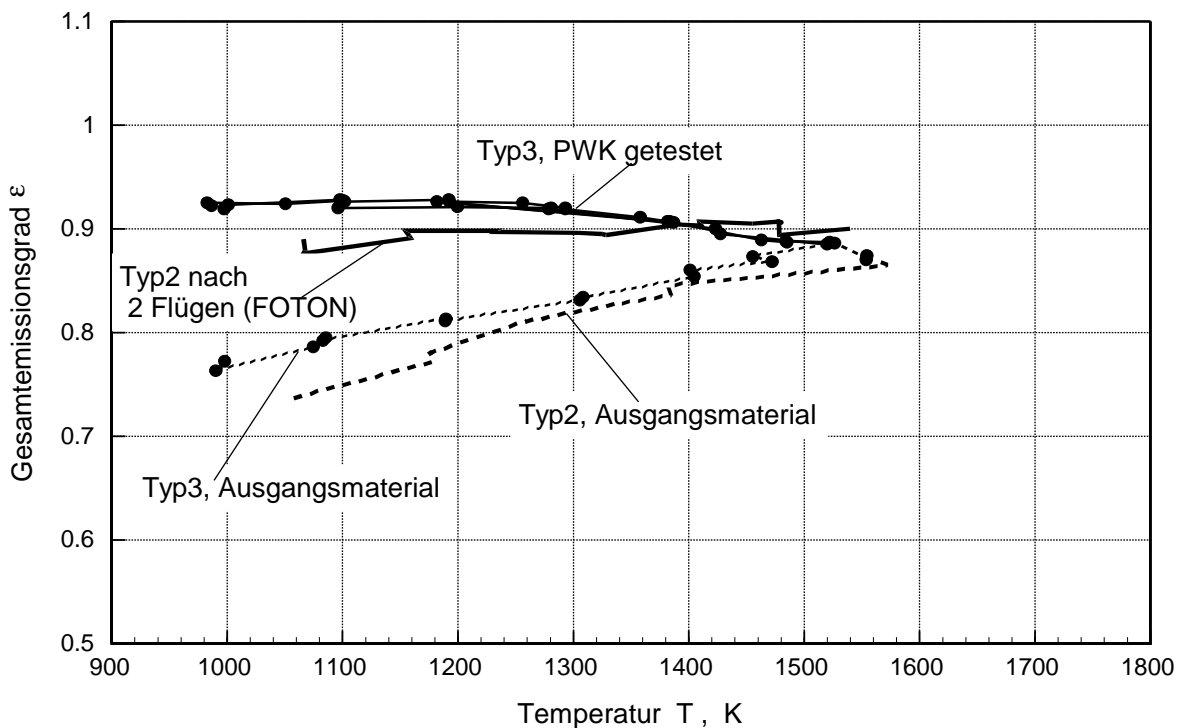


Bild 3.8: Gesamtemissionsgrad von C/C-SiC, Typ 3 vor und nach Wiedereintrittstests im PWK, im Vergleich mit dem Material, Typ 2 vor und nach Flügen mit der russischen FOTON-Kapsel

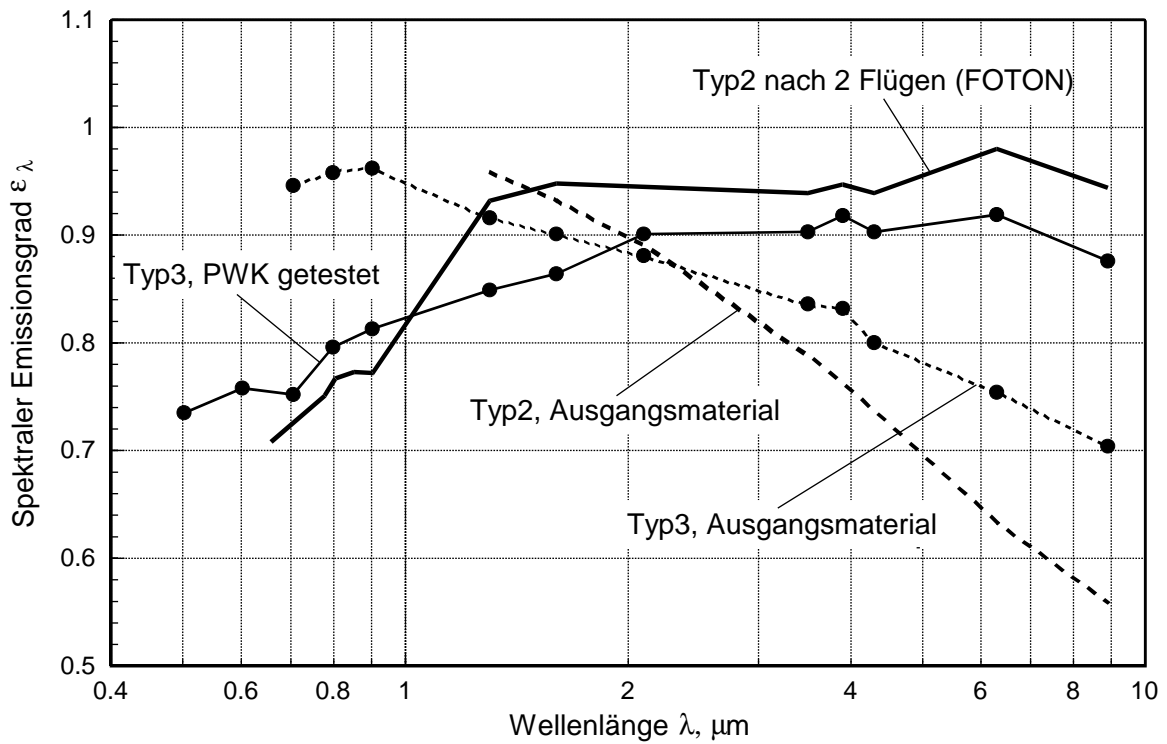


Bild 3.9: Spektraler Emissionsgrad von C/C-SiC, Typ 3 vor und nach Wiedereintrittstests im PWK, im Vergleich mit dem Material, Typ 2 vor und nach Flügen mit der russischen FOTON-Kapsel

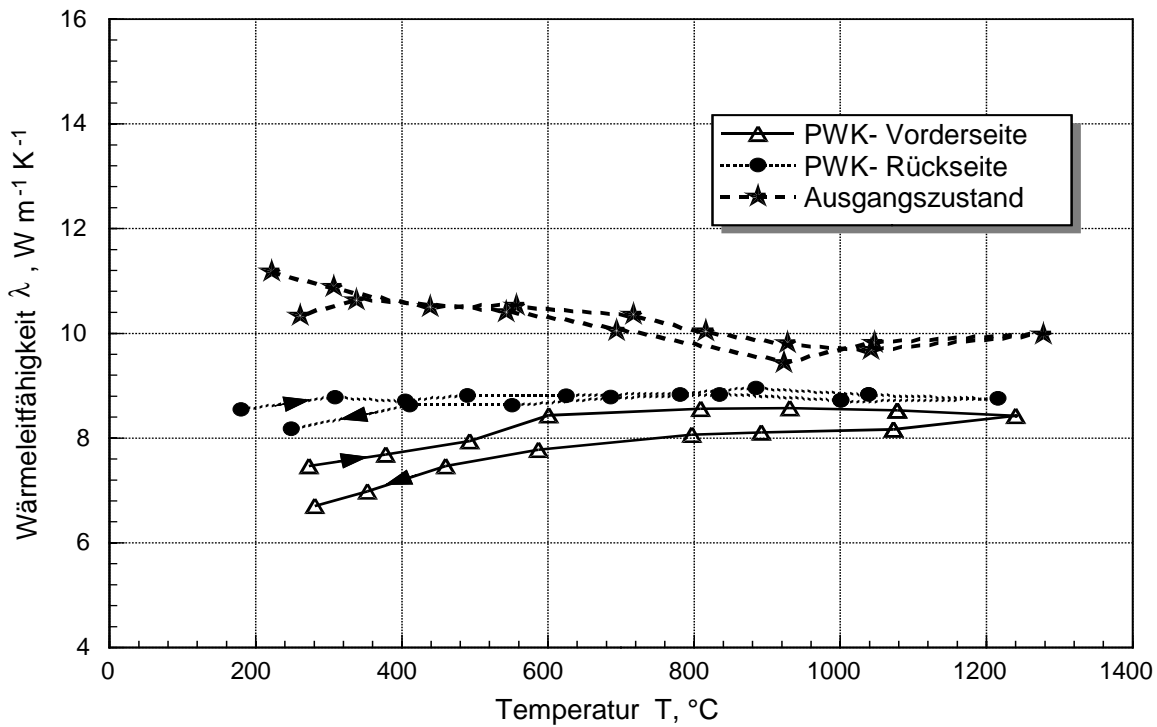


Bild 3.10: Wärmeleitfähigkeit von C/C-SiC (Typ 3) senkrecht zur Faserebene im Originalzustand und nach Wiedereintrittstests im PWK auf der dem Plasmastrahl zugewandten (Vorderseite) und abgewandten Probenoberflächenschicht (Rückseite).

b) Wärmeleitfähigkeit

Eine Scheibe von ca. 30 mm Durchmesser und 5 mm Dicke des Materials des Typs 3 wurde im PWK mit einer Stirnfläche dem Plasmastrahl ausgesetzt. Anschließend wurden aus der Vorder- und der Rückseite jeweils 1 Probe von 1,5 mm Dicke für Temperaturleitfähigkeitsmessungen entnommen. Die Messungen (s. Bild 3.10) zeigen, daß sich auf der dem Plasmastrahl ausgesetzten Vorderseite die Wärmeleitfähigkeit gegenüber dem Ausgangsmaterial in Abhängigkeit von der Temperatur um ca. 35 – 15% verringert hat, auf der Rückseite nur um 25-10%. Der Grund hierfür dürfte zum einen im Ausdampfen des überschüssigen Siliziums liegen. Auf der Vorderseite kommt noch eine teilweise Oxidation der Kohlenstoff-Fasern und des nicht silizierten Kohlenstoffs der Matrix hinzu, die eine Zunahme der Porosität bewirkt.

3.3.4 Einfluß der Herstellungsparameter auf die thermophysikalischen Eigenschaften

Spezifische Wärmekapazität, Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit von insgesamt 8 verschiedenen C/C-SiC-Qualitäten wurden untersucht. Die Beschreibung dieser 8 Materialvariationen erfolgt im TP B1.

a) Spezifische Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität wurde von 3 Proben am IKE (80 °C bis 720 °C) und von 7 Proben bei Fa. Netzsch (150 °C bis 1400 °C) gemessen (Bild 3.11). Daraus ist zu ersehen, daß sich die untersuchten Materialvariationen hinsichtlich der c_p -Werte in 2 Gruppen aufteilen lassen, die sich bei 700 °C um ca. 10% unterscheiden. Aus der Materialbeschreibung der untersuchten Qualitäten geht hervor, daß dafür neben dem Fasergehalt hauptsächlich die Silizium-Aufnahme bei der Silizierung verantwortlich ist. Bei den Qualitäten mit hohem c_p beträgt der Fasergehalt ca. 60 Gew.% und die Si-Aufnahme zwischen 30 und 40 Gew.% (Typen 1, 1/1650, 2, 3, 5); bei denen mit niedrigerem c_p dagegen wird der Fasernanteil mit 43 Gew.% und die Si-Aufnahme zu 70 bis 80 % angegeben (Typen 1/2700, 1/PyC, 4). Bei den Proben mit hoher Siliziumaufnahme ist eher mit einer vollständigen Silizierung der C-Matrix und mit einem höheren Anteil von Rest-Silizium zu rechnen.

Allerdings ist aus Bild 3.11 auch ersichtlich, daß im gemeinsamen Meßbereich bis 700 °C die Meßwerte des IKE systematisch höher liegen als die der Fa. Netzsch. Zur Absicherung der Meßergebnisse wurden an der Universität Ulm (Sektion Kalorimetrie) Kontrollmessungen an 2 Qualitäten durchgeführt, die die Ergebnisse des IKE bestätigen. Außerdem stimmen diese sehr gut mit den nach der Mischungsregel unter Verwendung von Literaturwerten für die Komponenten C, SiC, und Si berechneten c_p -Werten überein (Bild 3.12). Für die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit bei hohen Temperaturen aus der Temperaturleitfähigkeit wurden deshalb einstweilen die aus der Mischungsregel gewonnenen c_p -Werte verwendet, bis die

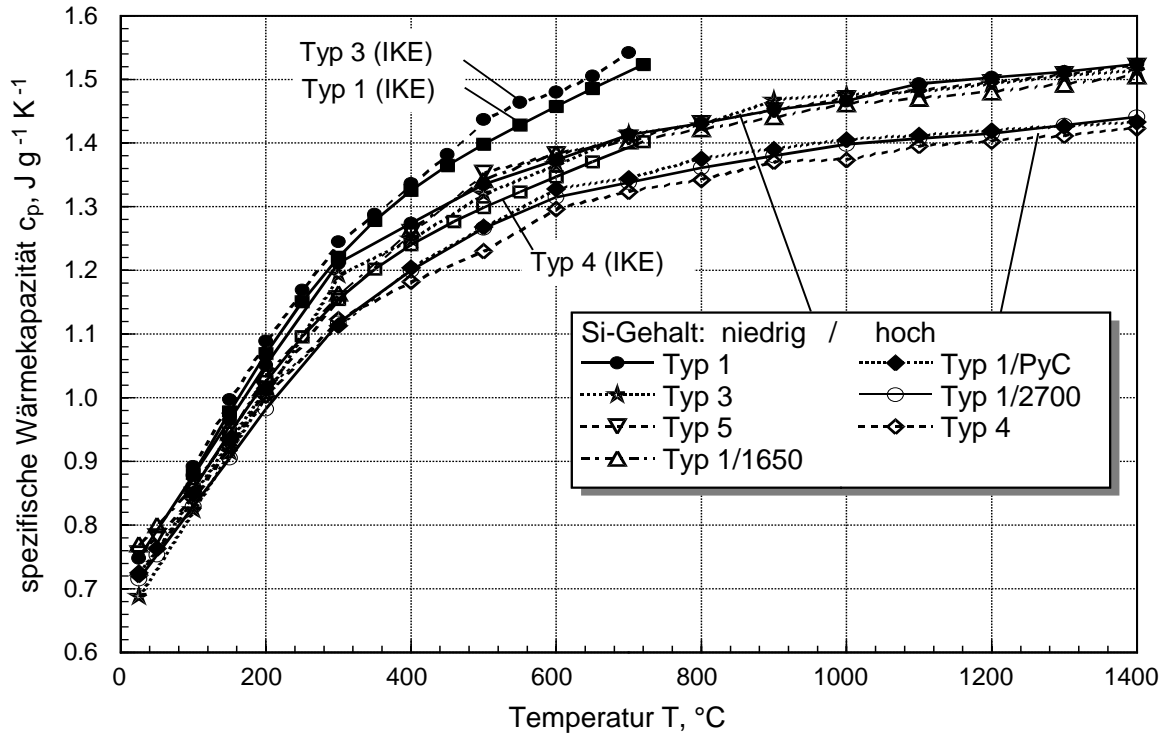


Bild 3.11: Spezifische Wärmekapazität von verschiedenen C/C-SiC Qualitäten. Meßergebnisse des IKE (bezeichnet) und der Fa. Netzsch (übrige Kurven).

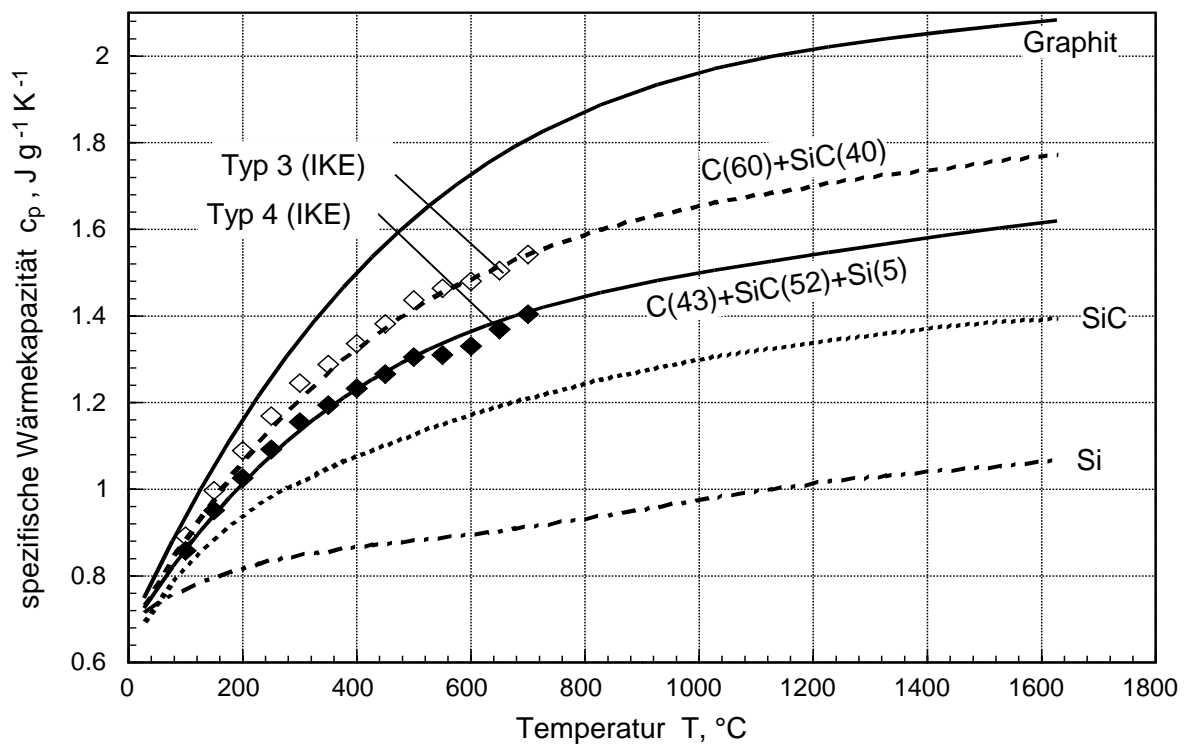


Bild 3.12: Spezifische Wärmekapazität von Graphit, SiC und Si (Literaturwerte), sowie die daraus berechnete spezifische Wärmekapazität von C/C-SiC mit hohem Faseranteil und ohne Rest-Si (Typ 1 und 3) und mit geringerem Faseranteil und überschüssigem Si (Typ 4). Vergleich mit den Meßergebnissen des IKE.

Ursache für die gefundene Diskrepanz durch systematische Vergleichsmessungen gefunden ist. Dazu sollen neben den benutzten dynamischen Meßverfahren (DSC) auch ein stationäres Verfahren (Einwurfkalorimeter) eingesetzt werden.

c) Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit

Der Einfluß der Herstellungsparameter auf die Wärmeleitfähigkeit von C/C-SiC wurde durch direkte Messung an 6 Qualitäten im Temperaturbereich 200 °C bis 800 °C untersucht, und zwar sowohl senkrecht als auch parallel zu den Faserebenen (durchgezogene Linien in den Bildern 3.13 und 3.14). Für den Verlauf bei höheren Temperaturen wurde die Temperaturleitfähigkeit bis 1800 °C an den gleichen 6 sowie 2 weiteren Qualitäten gemessen, die mit Hilfe der im vorigen Abschnitt beschriebenen Werte der spezifische Wärmekapazität und der jeweiligen Dichte in Wärmeleitfähigkeit umgerechnet wurden (gestrichelte Linien in den Bildern 3.13. und 3.14).

Die geringste Leitfähigkeit besitzt Typ 1 (HTA-Fasern, Pyrolyse bei 900 °C)). Durch Pyrolyse bei höheren Temperaturen (1650 °C bzw. 2700 °C) kann die Leitfähigkeit etwas bzw. wesentlich verbessert werden. Bei den Qualitäten vom Typ 2 und 3 (beide T800-Fasern, beim Typ 3 bei 600 °C vorbehandelt) liegt die Wärmeleitfähigkeit um 15-35% höher. Typ 4 besitzt zwar auch HTA-Fasern, die jedoch bei 1100 °C vorbehandelt wurden. Dadurch erreicht das Verbundmaterial eine erhöhte Siliziumaufnahme und eine wesentlich höhere Dichte (2,4 g/cm³ anstatt 1,9 g/cm³ bei Typ 1), die in etwa eine Verdopplung der Wärmeleitfähigkeit bewirkt. Eine ähnlich hohe Wärmeleitfähigkeit wird auch beim Typ 1/PyC erreicht, bei dem die HTA-Fasern vor der Pyrolyse mit pyrolytischem Kohlenstoff beschichtet wurden. Auch durch Verwendung der hochleitenden M40-Faser (Typ 5) wird die Leitfähigkeit gegenüber Typ 1 in etwa verdoppelt, in Richtung parallel zu den Faserebenen sogar mehr. Der Anisotropiefaktor, d. h. das Verhältnis der Wärmeleitfähigkeiten parallel und senkrecht zu den Faserebenen ist mit einem Wert von 1,8 bis 2,3 für die untersuchten Qualitäten nur schwach temperatur- und qualitätsabhängig, mit Ausnahme von Typ 5 (M40-Faser), bei dem der Faktor mit steigender Temperatur bis auf 2,7 ansteigt (s. auch Abschn. 3.3.5).

Bei einigen der gemessenen Verbundproben (Typen 1, 2, 3) lag die aus der Temperaturleitfähigkeit berechnete Wärmeleitfähigkeit beim ersten Aufheizen der kleinen Proben wesentlich tiefer als die direkt an den größeren Proben gemessene. Diese Diskrepanz zwischen stationären und instationären Messungen war bei den Messungen parallel zu den Faserebenen stärker ausgeprägt als senkrecht dazu. Als Beispiel wurde deshalb in Bild 3.16 die Veränderung der Wärmeleitfähigkeit parallel zu den Faserebenen (aus der gemessenen Temperaturleitfähigkeit berechnet) von 3 Proben (Typ 2) mit steigender Temperatur dargestellt: Probe 1 wurde vor der Messung von ursprünglich 2,3 mm auf 1,5 mm abgeschliffen.

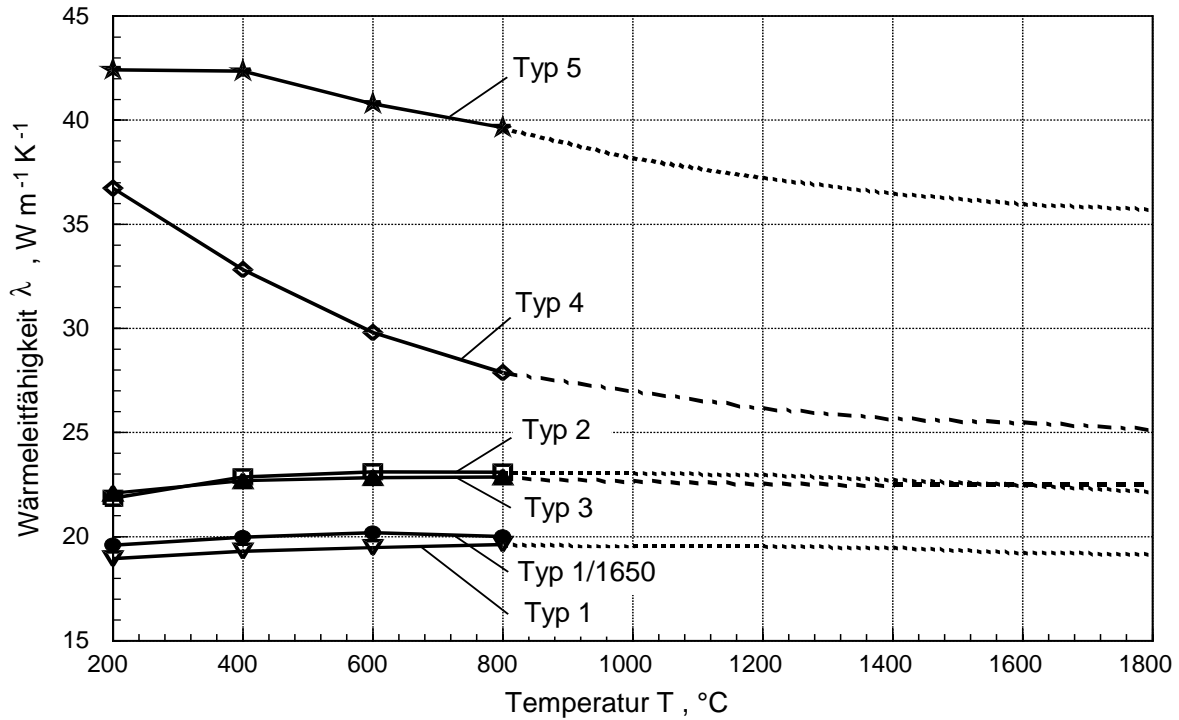


Bild 3.13: Wärmeleitfähigkeit von verschiedenen C/C-SiC Qualitäten senkrecht zu den Faserebenen (durchgezogen: direkte Wärmeleitfähigkeitsmessung, gestrichelt: aus Temperaturleitfähigkeitsmessungen extrapoliert)

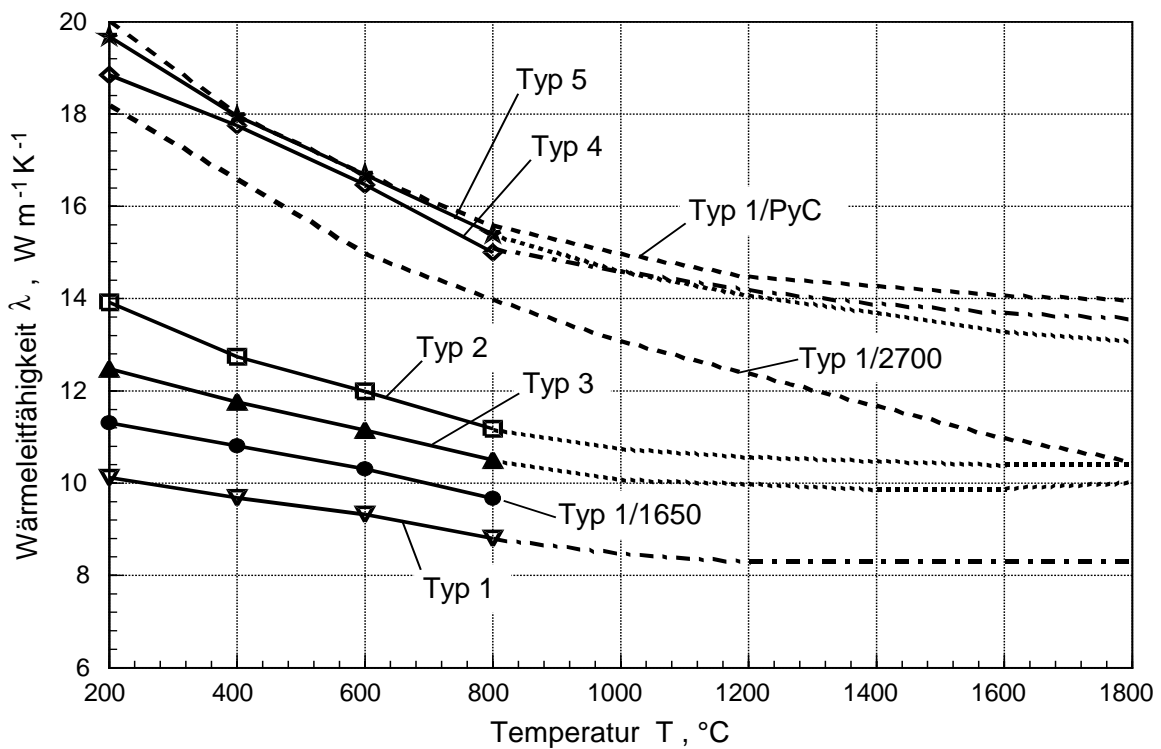


Bild 3.14: Wärmeleitfähigkeit von verschiedenen C/C-SiC Qualitäten parallel zu den Faserebenen (durchgezogen: direkte Wärmeleitfähigkeitsmessung, gestrichelt: aus Temperaturleitfähigkeitsmessungen extrapoliert)

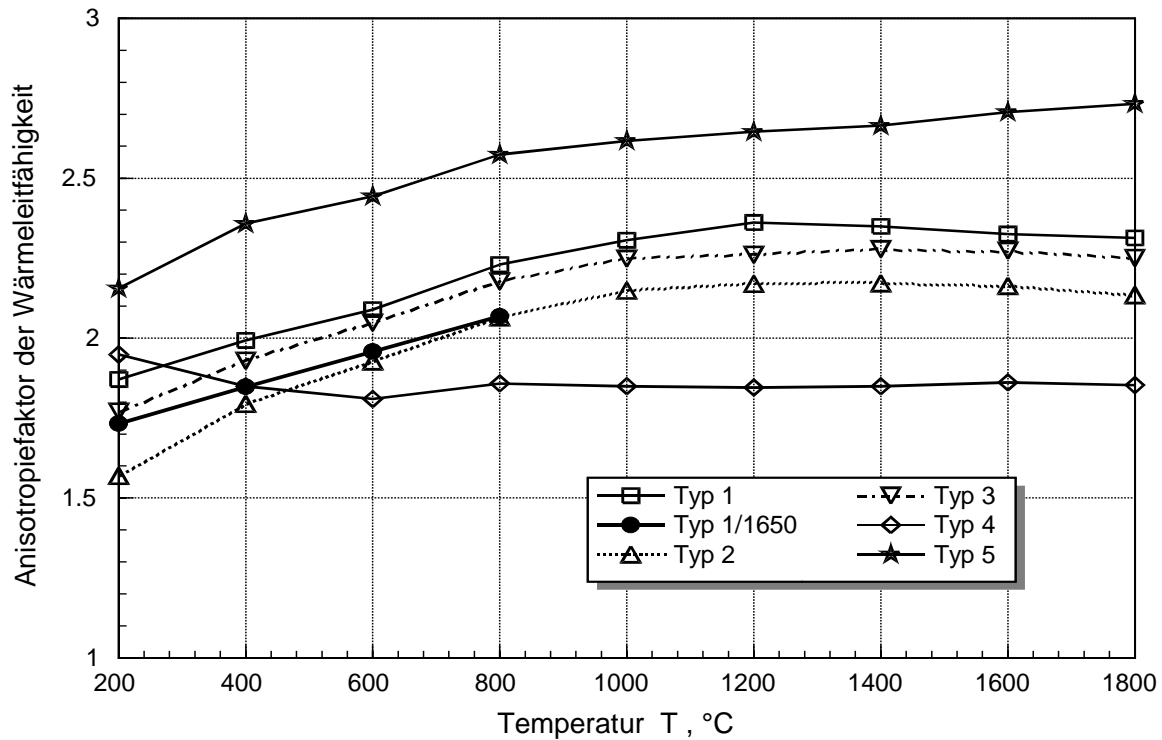


Bild 3.15: Anisotropiefaktor der Wärmeleitfähigkeit von verschiedenen C/C-SiC Qualitäten

Während des Aufheizens steigt die Leitfähigkeit irreversibel an, erreicht jedoch nicht die Werte der stationären Messungen. Probe 2 wurde nicht abgeschliffen, die Meßwerte liegen schon zu Beginn der Messung etwas höher und erreichen nach Aufheizen bis 1700 °C nahezu die Werte der stationären Messung. Probe 3 wurde ebenfalls nicht abgeschliffen, jedoch erst 1 Jahr nach Herstellung gemessen. Bei ihr liegen die Anfangswerte deutlich höher. Eine Ursache für diese zunächst viel zu geringe Leitfähigkeit und die irreversible Veränderung mit steigender Temperatur konnte anhand von mikroskopischen Untersuchungen bisher nicht gefunden werden. Sie sind mit Sicherheit nicht auf Meßfehler zurückzuführen, es ist jedoch möglich, daß bei der Präparation der für die Temperaturleitfähigkeitsmessungen benötigten kleinen Proben deren Struktur beschädigt worden ist.

Aus diesen Messungen an den Typen 1, 2 und 3 kann deshalb keine Aussage über eine Veränderung der Wärmeleitfähigkeit durch die Wärmebehandlung bei hohen Temperaturen gemacht werden. Aus den Messungen der Typen 4 und 5, bei denen die instationären Messungen mit den stationären Werten übereinstimmen, konnte keine wesentliche Veränderung der Wärmeleitfähigkeit durch Wärmebehandlung bis 1700 °C festgestellt werden. Bei den Proben vom Typ 1/2700 und 1/PyC konnte nach Erhitzen auf 1700 °C eine Zunahme um ca. 10 bis 15 % beobachtet werden.

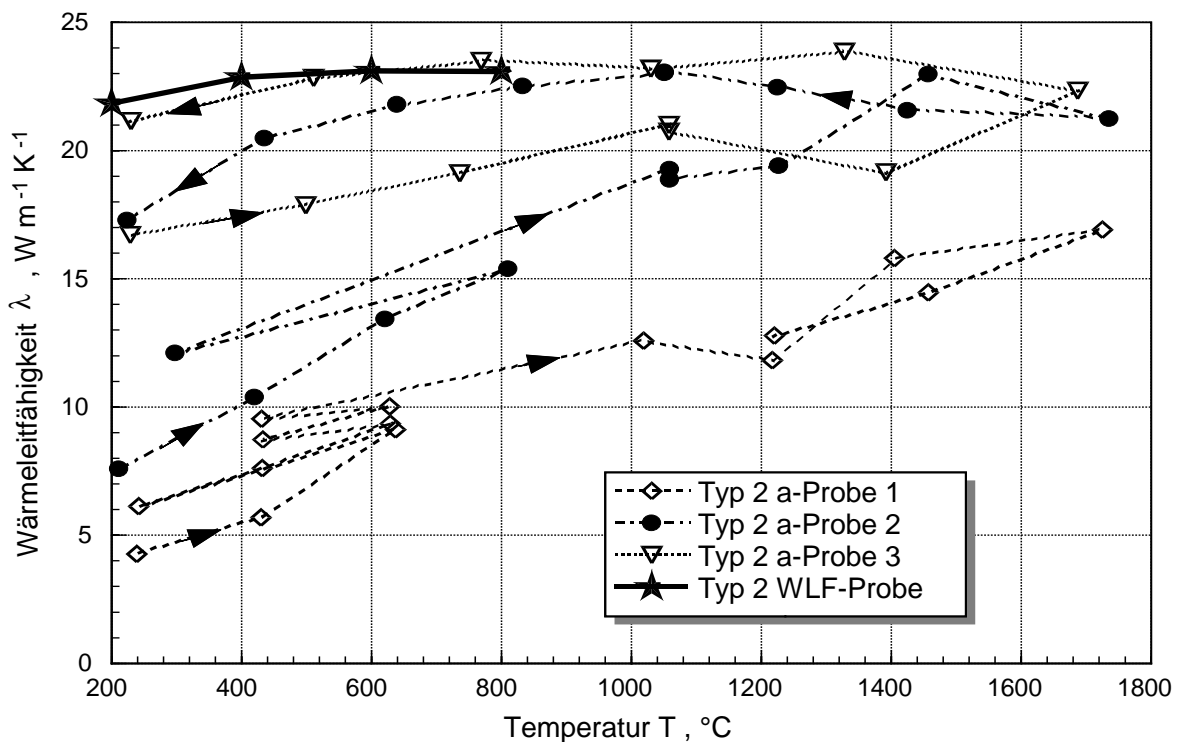


Bild 3.16: Wärmeleitfähigkeit von C/C-SiC (Typ 2) parallel zu den Faserebenen. Unterschiede zwischen den direkt gemessenen (WLF-Probe) und den aus der Temperaturleitfähigkeit (a-Proben) bestimmten Meßwerten; Erläuterungen s. Text

3.3.5 Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von C-Fasern

Da es bis jetzt kein Verfahren zur direkten Messung der Wärmeleitfähigkeit der Fasern senkrecht zur Faserachse gibt, wurde in der letzten Förderperiode ein indirektes Verfahren entwickelt und im Arbeit- und Ergebnisbericht 1995 beschrieben, bei dem die Wärmeleitfähigkeit der Faser aus der Leitfähigkeit von Verbundproben unterschiedlichen Fasergehaltes (0%, 40% und 60%) berechnet werden kann. Die so berechnete Wärmeleitfähigkeit von C-Fasern des Typs „HTA“ aus Temperaturleitfähigkeitsmessungen von CFK- und C/C-Proben wurden ebenfalls im A+E-Bericht 1995 sowie in [6] beschrieben und ist nochmals in Bild 3.17 dargestellt. Diese Untersuchungen wurden jetzt mit CFK- und C/C-Proben der hochleitenden Faser „M40“ fortgeführt. Wegen Beschichtungsproblemen bei den CFK-Proben konnten die Temperaturleitfähigkeitsmessungen nicht zur Auswertung herangezogen werden. Zusätzliche stationäre Wärmeleitfähigkeitsmessungen lieferten jedoch brauchbare Ergebnisse im Temperaturbereich 80 °C bis 300 °C, ab 400 °C fingen die C/C-Proben wegen des schlechten Vakuums an zu oxidieren. Die Ergebnisse für die M40-Fasern sind ebenfalls in Bild 3.17 aufgezeichnet, zusammen mit Literaturwerten für die Wärmeleitfähigkeit der HTA- und M40-Fasern parallel zur Probenachse. Aus dem Verhältnis der Wärmeleitfähigkeiten parallel und senkrecht zur Probenachse wurde der Anisotropiefaktor AF für die beiden Fasern ermittelt, für die HTA-Faser beträgt er zwischen 4 und 5 und ist nur wenig temperaturabhängig, während die M40-Faser eine ausgeprägte, mit der Temperatur zunehmende Anisotropie von ca. 18 bis

22 im untersuchten Temperaturbereich aufweist. Dies erklärt auch die erhöhte Anisotropie der mit M40-Fasern hergestellten C/C-SiC Qualität Typ 5 (s. Bild 3.15).

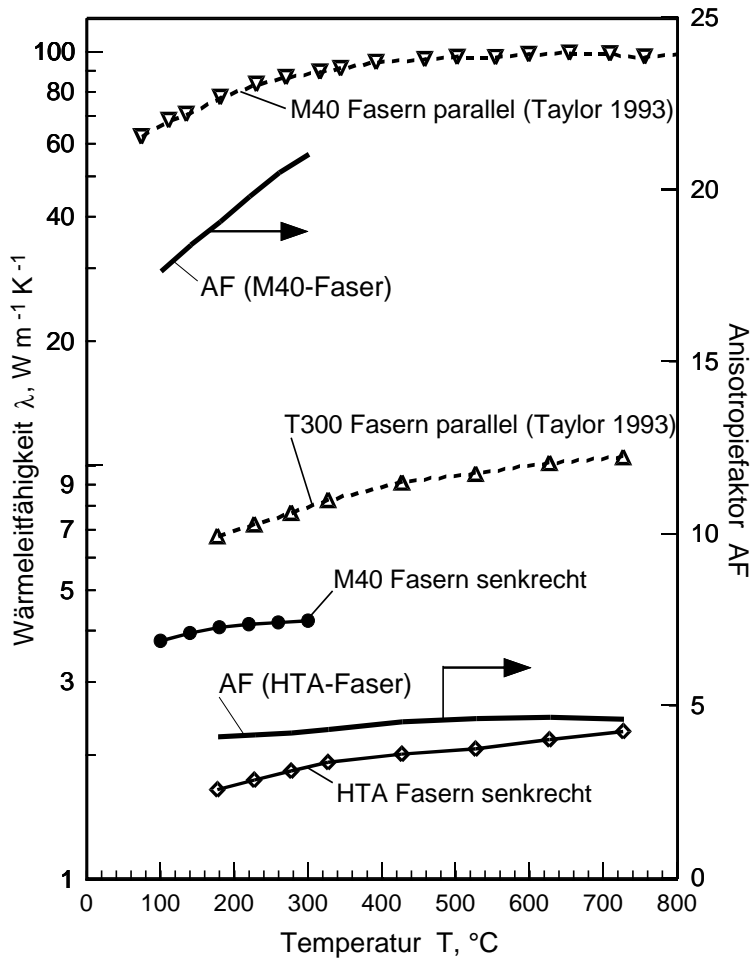


Bild 3.17:

Wärmeleitfähigkeit der C-Fasern „HTA“ und „M40“

senkrecht (eigene Messungen) und parallel zur Faserachse (Literaturwerte).

3.3.6 Einfluß von Klebeverbindungen auf die Wärmeleitfähigkeit

Dazu wurde für stationäre Wärmeleitfähigkeitsmessungen eine insitu aus 3 Schichten gefügte Probe ($\varnothing 25 \times 25$ mm) vom Typ 1 hergestellt und die Wärmeleitfähigkeit im Bereich 200 °C bis 800 °C gemessen. Im Vergleich zu einer homogenen Probe des gleichen Typs war die Wärmeleitfähigkeit der gefügten Probe (2 Fügeflächen) um ca. 25 bis 30 % höher, was nach Informationen des DLR durch einen erhöhten SiC-Anteil im Bereich der Fügeflächen erklärt werden kann.

3.3.7 Laser-Absorptions-Pyrometer

Der optisch-mechanische Aufbau wurde im Arbeits- und Ergebnisbericht 1995 beschrieben und über erste Versuche liegt eine Veröffentlichung [9] vor.

Ein wesentliches Problem bei der Realisierung des Laser-Absorptions-Pyrometers ist die Messung der Detektorsignale. Drei unterschiedliche Meßaufgaben fallen bei der Realisierung des Meßablaufs des Laser-Absorptions-Pyrometers an :

1. Messung der Strahldichtemodulation, die durch die Modulation der Laserstrahlung an der Meßoberfläche verursacht wird.
2. Messung der Strahldichte des Meßobjektes bei ausgeschalteten Lasern.
3. Messung der Laserleistung, die den Meßkopf verläßt.

Aufgabe 1:

Die zu messende Strahldichtemodulation wird durch eine geringe Temperaturerhöhung aufgrund der modulierten Laserstrahlung verursacht. Die Laserleistung ist jedoch auf etwa 100 mW begrenzt, so daß die Temperaturmodulation bei Materialien mit hoher Temperaturleitfähigkeit und/oder geringem Emissionsgrad sehr klein sein kann. Aus diesem Grund muß mit Strahldichtemodulationen von weniger als 0.5 % gerechnet werden. Für das Meßprinzip des Laser-Absorptions-Pyrometers ist es allerdings erforderlich, diese Modulation mit einer relativen Genauigkeit von mindestens 1% zu messen. Es wird daher eine Signalverarbeitung mit extrem hoher Auflösung benötigt.

Wegen des unvermeidlichen Rauschens von Meßobjekt, Photodiode und Elektronik kann ein brauchbarer Signal/Rauschabstand für diese Messung nur durch den Einsatz von digitaler Filterung bzw. digitaler Korrelation erreicht werden. Hat die somit benötigte Analog/Digital-Umsetzung eine unzureichende Auflösung, so kann durch eine sehr geringe Temperaturdrift des Meßobjektes eine Modulation vorgetäuscht werden, da sich das niedrigstwertige Bit des Meßsignals schrittweise verändert. Da eine (geringe) Temperaturdrift im allgemeinen nicht ausgeschlossen werden kann, muß von der Signalverarbeitung gefordert werden, daß das Quantisierungsrauschen sehr viel kleiner als das Signalauschen der Photodiode ist. Für die Praxis bedeutet dies, daß der Analog/Digital-Umsetzer eine Auflösung von mindestens 20 bit besitzen muß.

Aufgabe 2:

Für das Laser-Absorptions-Pyrometer werden aus praktischen Gründen momentan die Laserwellenlängen 532 nm und 1064 nm eingesetzt. Die präzise Strahldichtemessung bei 532 nm stellt insofern ein Problem dar, daß der Photostrom an der unteren Grenze des gewünschten Temperaturbereichs des Laser-Absorptions-Pyrometers extrem klein ist. Mit anderen Worten, die niedrigste Meßtemperatur des Laser-Absorptions-Pyrometers wird durch das Rauschen der Signalverarbeitung bei 532 nm bestimmt. Es muß daher das Ziel sein, das Rauschen der Signalverarbeitung bis an die theoretisch zu erwartende Grenze zu verringern. Ein großes Problem stellt dabei dar, daß mit kurzen Wellenlängen wie 532 nm eine hohe Signaldynamik von mehr als 5 Dekaden verbunden ist.

Aufgabe 3:

Bei der Laserleistungsmessung ist das Meßsignal im Gegensatz zur ersten Messaufgabe zu 100% moduliert. Um die digitale Korrelation zwischen Laserleistung und Strahldichtemodulation zu ermöglichen, muß die Signalverarbeitung den Signalsprung mit vernachlässigbarem Einschwingverhalten wiedergeben. Die Anforderungen an das zeitliche Verhalten sind daher sehr streng.

Unglücklicherweise ist kein kommerzielles System erhältlich, mit dem alle drei der oben beschriebenen Meßaufgaben durchgeführt werden können. Zumindest bei der Wellenlänge, bei der die Temperaturmodulation gemessen wird, muß die Signalverarbeitung die Meßaufgaben

1 und 2 gleichzeitig erfüllen. Zur Realisierung eines verbesserten Laser-Absorptions-Pyrometers war es daher erforderlich, eine geeignete Signalverarbeitungselektronik zu entwickeln. Der Aufwand für diese Entwicklung war - bedingt durch die extremen Anforderungen - sehr hoch.

Realisierung der Signalverarbeitung des Laser-Absorptions-Pyrometers

a) Mechanik

Wegen den sehr kleinen Photoströmen muß die Signalverarbeitung im Meßkopf des Laser-Absorptions-Pyrometers untergebracht werden. Koaxialkabel, die zur Verbindung zwischen Meßkopf und Signalverarbeitungselektronik dienen, weisen den störenden Effekt auf, daß sie bei mechanischer Bewegung oder bei Druckschwankungen Ladungsverschiebungen bzw. Verschiebungsströme erzeugen, wobei diese Ströme größer als das zu messende Signal sein können. Um reproduzierbare Meßergebnisse zu erzielen, müssen die Kabel stabil montiert sein, was nur innerhalb des Meßkopfes garantiert werden kann. Aus mechanischen Gründen ist der Platz innerhalb des Meßkopfes begrenzt, so daß die Signalverarbeitung für eine Photodiode mit Hilfe der SMD-Technik auf eine Platine der Größe 90 mm · 39 mm konzentriert werden mußte.

b) Elektronik

Das einzige Meßverfahren, mit dem das erste Meßproblem zufriedenstellend gelöst werden kann, ist das Delta-Sigma-Umsetzungsverfahren, welches in der Praxis frei von Quantisierungsrauschen ist. Der Dynamikbereich dieses Verfahrens ist aber wesentlich zu klein für die Photostrommessung bei kurzen Wellenlängen (Aufgabe 2). Weiterhin ist es ungeeignet zur Messung des 100%-modulierten Signals bei der Laserleistungsmessung (Aufgabe 3).

Um allen Anforderungen zu genügen, wird neben dem Delta-Sigma-Verfahren ein weiteres, völlig unterschiedliches Digitalisierungsverfahren eingesetzt. Das zweite Verfahren wertet die Spannungsänderung pro Zeiteinheit an dem Eingangstromintegrator aus, um einen Meßwert zu erhalten. Der Vorteil dieses Verfahrens ist, daß es schnell und genau auf große Änderungen des Eingangssignals reagieren kann. Nachteilig ist aber, daß dieses Verfahren ein kleines, aber nicht vernachlässigbares Quantisierungsrauschen von etwa 300 ppm (relativ) aufweist. Aus diesem Grund wird es nur zur Messung der modulierten Laserleistung und zur Photostrommessung bei hohen Strömen eingesetzt.

Nur durch die Kombination beider Verfahren können alle oben genannten Anforderungen erfüllt werden. Der Unterschied zwischen beiden Verfahren beruht in einer unterschiedlichen Software, die in einem Microcontroller gespeichert ist, d.h. beide Verfahren verwenden die gleiche Hardware. Aus diesem Grund ist im Hochohmbereich der Elektronik keine Modifikation notwendig, um zwischen beiden Verfahren umzuschalten, so daß ein sehr kompakter Aufbau erreicht werden kann.

Die ersten Messungen der Eigenschaften der Signalelektronik haben gezeigt, daß mit dem Delta-Sigma-Verfahren genau der Rauschstrom erreicht wird, der aus theoretischen Gründen erwartet werden muß, d.h. eine weitere Verringerung des Rauschens wäre nur bei Einsatz anderer, evtl. gekühlter Photodiodentypen möglich. Als nächster Schritt wird die Signalverarbeitung des Laser-Absorptions-Pyrometers mit der neuentwickelten Technik ausgestattet, um dieses Pyrometer auf den bestmöglichen meßtechnischen Stand zu bringen.

3.3.8 Literaturrecherche

Die Literatur über die Wärmetransporteigenschaften von faserverstärkten keramischen Hochtemperaturwerkstoffen wird im Teilprojekt B3 routinemäßig gesammelt und mit der Datenbank THERSYST erfaßt. Es konnten mehr als 300 Datensätze über Materialien, die von verschiedenen Produzenten mit unterschiedlichen Verfahren hergestellt wurden, gefunden werden. Die Datensätze beinhalten vor allem Wärmeleitfähigkeit, Temperaturleitfähigkeit, spezifische Wärmekapazität und Emissionsgrad von C/C (142 Datensätze), C/SiC (40), SiC/SiC (50) und SiC/Si₃N₄ (69).

Die Eigenschaften von C/SiC und SiC/SiC, die dem im SFB259 untersuchten Materialien entsprechen, sind in den Veröffentlichungen [10-13] zu finden. Die Temperaturleitfähigkeit von C/SiC, das bei SEP (Bordeaux, Frankreich) mit CVD Verfahren hergestellt wurde, ist im Bild 18 zusammen mit den eigenen Meßergebnissen an C/C-SiC (Typ 4) dargestellt. Bei den CVD Proben zeigt sich deutlich der Einfluß der Materialdichte und der thermischen Behandlung. Die Temperaturleitfähigkeit steigt mit der Verdichtung der Matrix und die Abkühlkurve nach dem Aufheizen der Probe bis 1600 °C liegt 10 bis 20 % höher [10]. Ähnliches Verhalten wurde bei der Untersuchungen von [11] beobachtet, obwohl die Effekte nicht so ausgeprägt sind, – für dieses Material wurden andere Fasern verwendet. Ein direkter Vergleich der Literaturdaten mit eigenen Messungen ist problematisch, da C/C-SiC durch Infiltration des C/C-Verbundes mit flüssigem Silizium hergestellt und die Kohlenstoffmatrix während dieses Vorganges nur teilweise siliziert wird. Die Matrix besteht damit aus drei Komponenten: *Kohlenstoff* umhüllt von *Siliziumkarbid* mit einem Überschuß aus freiem *Silizium*. Dennoch sind sowohl der Temperaturverlauf als auch die absoluten Werte der Temperaturleitfähigkeit des flüssiginfiltrierten C/C-SiC ähnlich wie die der CVD C/SiC-Proben. Der Einfluß der Fasern und der Faservorbehandlung auf das Wärmetransportverhalten des Verbundes, was ein wichtiges Thema des Teilprojektes B3 ist, wurde von anderen Autoren nicht untersucht.

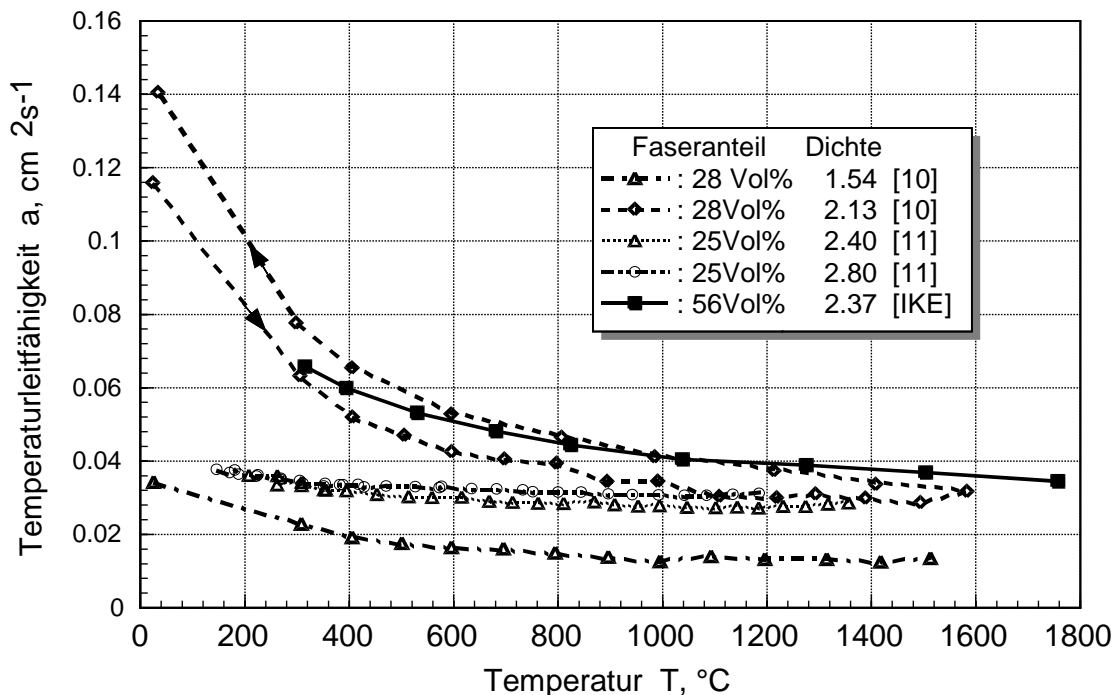


Bild 3.18: Temperaturleitfähigkeit des CVD und flüssiginfiltrierten C-faserverstärkten SiC senkrecht zur Faserebene; Vergleich von Literaturdaten mit eigenen Messungen

Während der letzten Förderperiode des SFB 259 wurden nur einzelne neue Messungen an keramischen faserverstärkten Stoffen veröffentlicht. Verstärktes Interesse galt aber der Entwicklung von Modellen zur Beschreibung der Feldeigenschaften von Verbundwerkstoffen mit Verstärkung in Form eines Gewebes. Basierend auf der thermo-elektrischen Analogie haben Ning und Chou [14] ein analytisches Model vorgeschlagen, mit dem der Wärmewiderstand eines Netzwerkes senkrecht zur Faserebene berechnet werden kann. Dasgupta und Mitarb. [15] haben die Finite-Elemente-Methode für das dreidimensionale Netzwerkmodell angewendet, um damit die effektive Wärmeleitfähigkeit zu bestimmen. Beide Modelle zeigen eine gute Übereinstimmung mit experimentellen Messungen an Verbundwerkstoffen mit Polymermatrix – Materialien die nur aus zwei Komponenten bestehen: homogene, isotrope Matrix und Verstärkung. Eine Anwendung dieser Modelle für die im SFB-259 entwickelten Materialien ist nur beschränkt möglich, da sie die Komplexität der Matrix und herstellungsbedingte Porosität nicht berücksichtigen. Eine Studie über Einfluß der Geometrie und Größe der Poren als auch der Anisotropie der Matrix auf die Wärmeleitfähigkeit wurde für C/C mit unidirektionalen Fasern durchgeführt [16].

3.3.9 Literatur

- [1] Neuer, G., Hoch, M.: Spectral emittance and temperature determination of carbon/SiC and SiC/SiC composites. *Thermochimica Acta* 218 (1993) S. 305-315
- [2] Arendts, F.J., Theurer, A., Maile, K., Kuhnle, J., Neuer, G., Brandt, R.: Thermomechanical and thermophysical properties of liquid siliconized C/C – SiC. *ZFW* 19 (1995) S. 189 - 196
- [3] Neuer, G., Kochendörfer, R., Gern, F.: High temperature behaviour of the spectral and total emissivity of CMC-materials. *High Temp. – High Press.* 27/28 (1995/1996) S. 183-189
- [4] Neuer, G., Jaroma-Weiland, G.: Spectral and total emissivity of high temperature materials. Wird veröffentlicht in: *Int. J. Thermophys.*
- [5] Hald, H., Winkelmann, P.: TPS development by ground and reentry flight testing of CMC-materials and structures. In *Proceedings of 3rd Eur. Workshop Thermal Protection Syst. ESA-WPP-103* (ESA, Paris, 1995) S. 117-122
- [6] Brandt, R., Neuer, G.: Determination of thermal conductivity of carbon fibres perpendicular to their axis. *High Temp. - High Press* 27/28 (1995/1996) S. 267 bis 272
- [7] Neuer, G.: Spectral and total emissivity measurements of highly emitting materials. *Int. J. Thermophys.* 16 (1995) S. 257-265
- [8] Brandt, R., Leiber, W., Neuer, G.: Thermal diffusivity and emissivity of CMC-materials at high temperatures. In: *Proc. 8th CIMTEC Conference*; Ed. P.Vincenzini, Technica Srl. Faenza 1995, S.783-790
- [9] Schreiber, E., Neuer, G.: The Laser Absorption Pyrometer for simultaneous measurement of surface temperature and emissivity. In: *Proceedings of Tempmeko '96*. Hrsg. P. Marcarino, Levretto & Bella, Turin, 1997. S. 365-370
- [10] Tawil, H., Bentsen, L.D., Baskaran, S., Hasselman, D.P.H.: Thermal diffusivity of chemically vapour deposited silicon carbide reinforced with silicon carbide or carbon fibres. *J.Mater.Sci.* 20 (1985) S. 3201-3212

- [11] Taylor, R., Piddock, V.: Thermal diffusivity of three-dimensionally reinforced carbon-fiber/silicon-carbide-matrix composites. *High Temp.-High Pressures* 21 (1989) S. 97-104
- [12] Naslin, R., Quenisset, J.M., Rossignol, J.S., Hannache, H., Lamicq, P., Choury J.J.: An analysis of the properties of some ceramic-ceramic composite materials obtained by CVI-densification of 2D-C-C preforms. in: *Proc. Int. Conf. on Composite Materials V*, San Diego 1985, S. 499-514
- [13] Dauchier, M., Lamicq, P., Mace J.: Comportement thermomecanique des composites ceramique-ceramique. *Rev.Int.Hautes Temp.Refract.* 19 (1982), S. 285-299
- [14] Ning, Q.-G., Chou, T.-W.: A closed-form solution for the transverse effective thermal conductivity of woven fabric composites. *J. Composite Mater.* 29 (1995), S. 2280-2294
- [15] Dasgupta, A., Agarwal, R.K., Bhandarkar, S.M.: Three-dimensional modeling of woven-fabric composites for effective thermo-mechanical and thermal properties. *Composites Science and Technology* 56 (1996), S. 209-223
- [16] Krach, A., Advani, S.D.: Influence of void shape, void volume and matrix anisotropy on effective thermal conductivity of a three-phase composite. *J. Composite Mater.* 30 (1996) S. 933-946

3.4 Offene Fragen

Hinsichtlich der Meßunsicherheit sowohl der Temperaturleitfähigkeit an kleinen Proben als auch der spezifischen Wärmekapazität bei hohen Temperaturen sind im Verlauf der letzten Förderperiode Fragen aufgetreten, die noch geklärt werden müssen. Auch die Meßgenauigkeit bei Emissionsgradmessungen soll durch den geplanten Einsatz des Laser-Absorptions-Pyrometers verbessert werden. Eine wesentliche Ursache für die festgestellten Probleme ist die Struktur der zu untersuchenden Faser-Verbundwerkstoffe, die sowohl die Probenpräparation als auch die experimentellen Randbedingungen beeinflussen.

Eine wichtige Frage, die erst im Ansatz geklärt werden konnte, ist die Bewertung der Untersuchungen der Wärmetransporteigenschaften von zusammengesetzten Komponenten z.B. Platten mit Steg- oder Bolzenverbindungen. Erste Versuche und Vergleiche mit Modellrechnungen (s. dazu Bericht des Teilprojekts B7) deuten darauf hin, daß das vorhandene Plattenverfahren mit großen Proben (200 mm Ø) hierfür modifiziert werden kann.

3.5 Ausblick

Die offenen experimentellen Fragen sollen als nächstes gelöst werden, wobei die Zusammenarbeit mit externen Forschungsstellen, insbesondere mit zwei französischen Instituten genützt werden soll, um Messungen unter Anwendung verschiedener Methoden zu vergleichen bzw. zu ergänzen.

Die begleitenden Untersuchungen zur Fertigungsoptimierung in den Teilprojekten A5 und B1 werden weitergeführt. Darüber hinaus soll in Zukunft die Zusammenarbeit mit weiteren Teilprojekten verstärkt werden, wobei folgende Arbeitsziele angestrebt werden:

- Zusammenhang zwischen Temperaturleitfähigkeit und mechanischen Eigenschaften (B2)

- thermophysikalische Eigenschaften für die thermodynamische Modellierung von Oberflächen (A6) und Berechnung aero-thermodynamischer Lasten (C3) unter Wiedereintrittsbedingungen
- thermische Auslegung von Bauteilen (B7 und B8)
- Messungen an PWK-getesteten Proben und Messungen mit dem Laser-Absorptions-Pyrometer am PWK (A2, A3)