Industrielle Gemeinschaftsforschung

Schlussbericht

zu IGF-Vorhaben Nr. 150 EBR

Thema

Neue Methoden für die Abscheidung und Charkaterisierung von Schichten zum Hitze- und Korrosionsschutz

Berichtszeitraum

1.1.2016 – 30.6.2018

Forschungsvereinigung

Europäische Forschungsvereinigung Dünne Schichten e.V.

Forschungseinrichtung(en)

Fst. 1: Technische Universität Dresden, Dresden Center for Nanoanalysis (DCN)

Fst. 2: Fraunhofer-Gesellschaft e.V., Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme (IKTS)

Fst. 3: Fraunhofer-Gesellschaft e.V., Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme (IKTS), Institutsteil Materialdiagnostik IKTS-MD

Dresden, 12.12.2018

Ort, Datum

Prof. Dr. Ehrenfried Zschech / Dr. André Clausner

Name und Unterschrift aller Projektleiterinnen und Projektleiter der Forschungseinrichtung(en)

Gefördert durch:

Bundesministerium für Wirtschaft und Energie

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

Forschungsnetzwerk Mittelstand

Industrielle Gemeinschaftsforschung

Schlussbericht

zu IGF-Vorhaben Nr. 150 EBR

Thema

Neue Methoden für die Abscheidung und Charkaterisierung von Schichten zum Hitze- und Korrosionsschutz

Berichtszeitraum

1.1.2016 – 30.6.2018

Forschungsvereinigung

Europäische Forschungsvereinigung Dünne Schichten e.V.

Forschungseinrichtung(en)

Fst. 1: Technische Universität Dresden, Dresden Center for Nanoanalysis (DCN)

Fst. 2: Fraunhofer-Gesellschaft e.V., Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme (IKTS)

Fst. 3: Fraunhofer-Gesellschaft e.V., Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme (IKTS), Institutsteil Materialdiagnostik IKTS-MD

Dresden, 12.12.2018

Ort, Datum

Willy Kunz

Name und Unterschrift aller Projektleiterinnen und Projektleiter der Forschungseinrichtung(en)

Gefördert durch:

Bundesministerium für Wirtschaft und Energie

aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

Forschungsnetzwerk Mittelstand

Abschlussbericht zu IGF Vorhaben Nr. 150 EBR

- Dieser Bericht ist sowohl CORNET Gesamtschlussbericht als auch IGF Schlussbericht. -

Thema: Neue Methoden für die Abscheidung und Charakterisierung von Schichten zum Hitze- und Korrosionsschutz

Berichtszeitraum: 1.1.2016 – 30.6.2018

Forschungsvereinigung:

Europäische Forschungsvereinigung Dünne Schichten e.V.

Forschungseinrichtungen:

Fst. 1: DCN: Technische Universität Dresden, Dresden Center for Nanoanalysis
Fst. 2: IKTS: Fraunhofer-Gesellschaft e.V., Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme, Dresden
Fst. 3: IKTS-MD: Fraunhofer-Gesellschaft e.V., Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme , Institutsteil Materialdiagnostik, Dresden
Fst. 4: RUT, Rzeszów University of Technology
Fst. 5: DL, Stowarzyszenie Grupy Przedsiębiorców Przemysłu Lotniczego Dolina Lotnicza, Rzeszów

Gegenüberstellung der durchgeführten Arbeiten mit den Zielen laut Projektantrag

WP/Task Fst.	geplant	durchgeführt	Begründung bei Abweichung
WP0 (all)	Koordination/Controlling	ja	
WP1.1 (IKTS)	Fabrikation von Targets	Zwei Targets für EB-PVD wurden aus Ytterbia und Silica hergestellt.	
WP1.2 (IKTS)	Herstellung monolithischer Substrate mit Sinteradditiven Yb_2O_3, Y_2O_3 und SiO_2	Nach Erarbeitung der Zielgeometrien wurden mehrere Substrate für die Beschichtung hergestellt.	
WP1.3 (IKTS)	Herstellung nicht-oxidischer keramischer Faserverbundkomposite	Mehrere flache Quader wurden für die Beschichtung hergestellt.	
WP1.4 (IKTS)	Analyse von Zusammensetzung und Gefüge	Die Gefüge der Si_3N_4-Substrate sowie der SiC/SiCN Faserkomposite wurde untersucht	
WP1.5 (RUT)	Herstellen der Pulver und Analyse der Pulvereigenschaften	Es wurden verschieden Mischpulver aus Y_2O_3 und SiO_2 sowie Yb_2O_3 und SiO_2 hergestellt. Ebenfalls wurde kommerzielles Pulver aus Yb_2SiO_5 der Fa.	

		Treibacher charakterisiert	
WP1.6 (all)	Analyse der Ergebnisse und Auswahl der optimalen Materialien für die Beschichtung	Aufgrund von im Rahmen des Projektes erzielten Ergebnissen wurde das Beschichtungssystem von Yttriumsilikat auf Ytterbiumsilikat geändert.	
WP2 (RUT)	Beschichtung mittels PS-PVD	Schicht auf Oxidkeramiken wurde hergestellt, auf Silizimumnitrid allerdings nur mit bedingtem Erfolg, Schichtherstellung mittels einer Mischung der Ausgangsoxide ist nicht möglich	
WP3 (RUT)	Beschichtung mittels EB-PVD	Versuche wurden durchgeführt, allerdings ohne Erfolg	Eine Beschichtung mittels EB-PVD war nicht möglich, da das Material bei den Versuchen keine stabile Schmelze ausbildete und der Prozess sich dadurch nicht stabilisieren ließ.
WP4 (RUT, DL)	Beschichtung mittels APS	Bestimmung von Abscheideparametern für Suspensionen aus Mischungen der Ausgangsoxide, Beschichtung auf keramischen Substraten wurden unter Verwendung von Ytterbiummonosilikat erfolgreich hergestellt	
WP5.1 (DCN)	Mikrostrukturuntersuchungen mittels µXCT und FIB/SEM	Hervorzuheben ist die Untersuchung mehrerer CMC-Substrate sowie mehrerer APS-Schichten mittels µXCT. Ausgewählte Schichten wurden ebenfalls mittels FIB/SEM untersucht.	Zusätzlich wurden Schritte unternommen, die Auflösung der µXCT Anlage zu verbessern, um für WP5.6 bessere Ausgangsdaten liefern zu können. Hierbei wurden mittel Phantomen mehrere µXCT Untersuchungen durchgeführt, um die

			Anlage besser justieren zu können.
WP5.2 (IKTS)	Mikrostrukturuntersuchung mittels FE-SEM	Mehrere APS Schichten wurden keramographisch präpariert und mittels FE-SEM sowie EDX untersucht.	Aufgrund der Ergebnisse der Schichtbildung aus den Basisoxiden war eine zusätzliche Auslagerung und nochmalige Untersuchung der Proben notwendig, um die gewünschte Phase herzustellen.
WP5.3 (IKTS)	Hochtemperatur-Korrosionstests	Mittels eines Teststands wurden die Proben annährernd Bedingungen ausgesetzt, die im Inneren von Turbinen auftreten. Anschließend wurden diese Proben in Bezug auf ihren Masseverlust charaktierisert.	
WP5.4 (DCN)	Überwachung der Barrierestruktur während der Korrosionstests	Eine Schicht wurde sowohl vor als auch nach dem Heißgastest mittels µXCT untersucht. Dabei konnte festgestellt werden, dass sich lange Risse bilden, die teilweise bis zur Schicht/zur Substratgrenzfläche laufen.	Die Lieferung rundum beschichteter Proben fand erst zu spät statt, weitere Untersuchungenwaren im Projektzeitraum nicht mehr möglich.
WP5.5 (IKTS-MD) +zusätzlich DCN	Messung mechanischer Eigenschaften	An ausgewählten Schichten wurden mittels Nano- und Mikroindentation die Eigenschaften der Schichten analysiert. Die Ergbnisse wurden in großen Messrastern aufgenommen um flächige Eigenschaftsverteilungen zu ermitteln.	Zusätzlich wurde geplant, in-situ Messungen zum Rissverhalten durchzuführen. Dafür wurde ein Indenter für das µXCT konstruiert. Aufgrund mehrwöchiger Verzögerungen bei Beschaffung und Lieferung der Komponenten konnte der Bau desselben jedoch nicht im Projektzeitraum vollendet werden.
WP5.6 (IKTS-MD)	Simulation mechanischer Eigenschaften	Es wurde eine Methode entwicklet, um 3D µXCT	

+zusätzlich DCN		Daten in Finite-Elemente-Modelle zu überführen und anschließend an diesen mechanische Simulationen durchzuführen. Da die vorhandenen Softwarelösungen nicht direkt kompatibel waren, musste diese Methode neu entwickelt werden.	
WP5.7 (RUT)	Messung thermischer Eigenschaften mittels Laser-Flash Analyse	Laser-Flash-Analyse wurde für PS-PVD Schicht durchgeführt	
WP6 (all)	Öffentlichkeitsarbeit	Vortrag und Poster auf der Werkstoffwoche 2017, Poster auf der internationalen ECI Konferenz für Nanomechanisches Prüfen, Vortrag auf 5th ICEAF Conference 2018, Veröffentlichung in „Praktische Metallographie“	

Publikationen/Vorträge:
<u>FATS Sitzung der EFDS in Dresden 2017</u>
Project Presentation „Cornet ATEC“
Ehrenfried Zschech, Willy Kunz, Markus Löffler, André Clausner

<u>FATS Sitzung der EFDS in Darmstadt 2017</u>
Project Presentation „Cornet ATEC“
André Clausner, Ehrenfried Zschech, Willy Kunz, Markus Löffler

<u>Werkstoffwoche 2017</u>
Poster:
Multiskalige Charakterisierung neuartiger Barriereschichten für keramische Materialien
Markus Löffler, André Clausner, Willy Kunz, Friederich Schmid, Emre Topal, and Ehrenfried Zschech
Vortrag:
High-resolution structural-mechanical characterization and simulation of novel barrier coatings, André Clausner, Willy Kunz, Emre Topal, Markus Löffler, and Ehrenfried Zschech

Development, Fabrication and test of a silicon nitride turbine rotor
W. Kunz, H. Klemm, J. Abel, H.-P. Martin

Verwertung der F&E-Ergebnisse und Öffentlichkeitsarbeit

1. Wissenschaftliche Verwertungspotenzial

Im Rahmen der F&E-Aktivitäten erfolgte einerseits eine sehr enge Zusammenarbeit zwischen den Bereichen Materialsynthese und Materialcharakterisierung, und ebenfalls eine Interaktion zwischen den Forschergruppen in Deutschland und Polen. Es wurden wissenschaftliche Ergebnisse erzielt, die auf internationalen Tagungen vorgestellt wurden und auf Interesse gestoßen sind. So wurde z. B. Emre Topal (Doktorand innerhalb des Projektes), basierend auf seinem Posterbeitrag auf dem 6th Dresden Nanoanalysis Symposium zu einer Veröffentlichung im Journal Nanomaterials (IF 3.5) eingeladen.

Die wissenschaftlichen Ergebnisse ermöglichen einerseits eine Eingrenzung der Materialauswahl für EB/TB-Schichtsysteme, und liefern Informationen zu anwendungstechnisch wichtigen Parametern wir Adhäsion /Schichthaftung. Andererseits wurden spezielle Techniken zur Materialcharakterisierung auf die Untersuchung der keramischen CMC-Schichten optimiert und weiterentwickelt. Hier ist insbesondere die Einbeziehung von maschine learning-Algorithmen zur Auswertung von micro-XCT-Daten zu nennen (siehe E. Zschech et al, Praktische Metallographie …).

Im Rahmen der F&E-Aktivitäten zur Abscheidung und Charakterisierung von Schichten zum Hitze- und Korrosionsschutz (EB/TB) erfolgte einerseits eine sehr enge Zusammenarbeit zwischen den Bereichen Materialsynthese und Materialcharakterisierung, und ebenfalls eine Interaktion zwischen den Forschergruppen in Deutschland und Polen. Es wurden originäre wissenschaftliche Ergebnisse sowohl bezüglich der Materialauswahl für neuartige Keramikschichten als auch für deren 3D Charakterisierung erzielt. Die in dem Projekt durchgeführten wissenschaftlich-technischen Arbeiten, sowohl der der Materialsynthese (Schichtherstellung) als auch der Materialcharakterisierung (SEM, FIB, XCT, Nanoindentation) erfordern eine hohe Expertise auf dem Fachgebiet. Für das Vorhaben waren neuartige methodische Entwicklungen erforderlich, die ein sehr hohes wissenschaftliches Niveau hatten, zu mehreren wissenschaftlichen Publikationen in referierten Fachzeitschriften und Beiträgen auf nationalen und internationalen Konferenzen geführt haben. Die wissenschaftlichen Ergebnisse sind in 3 Dissertationen eingeflossen (1x Abschluss 2018, 2x Abschluss 2019 geplant).

2. Wirtschaftliches Verwertungspotenzial

Die im Rahmen dieser Zusammenarbeit entstandenen wissenschaftlichen Ergebnisse sind nicht nur für die Weiterentwicklung des Wissenschaftsgebietes wichtig, sondern können in Optimierungsprozesse der Schichthersteller einfließen und Entwicklungszeiten reduzieren. Dies gilt insbesondere für die Eingrenzung der Materialzusammensetzung der CMC-Schichtsysteme und die Prozessoptimierungen zur Erzielung einer guten Adhäsion/Schichthaftung.

Die in dem F&E-Vorhaben für die speziellen Fragestellungen der CMC-Schichtanalytik angewandten und weiterentwickelten Charakterisierungsverfahren sind für die Industrie verfügbar und können auf weitere keramische Schichtsysteme angewandt werden. Dies gilt insbesondere auch für Algorithmen zur Modellierung und Simulationen, vor allem für die flexible Rekonstruktionssoftware, um die räumliche Auflösung der 3D-Daten und damit auch von Modellen zu verbessern sowie für die Umwandlung von 3D-Daten in Finite-Elemente-Modelle.

Die wissenschaftlichen Ergebnisse ermöglichen einerseits eine Eingrenzung der Materialauswahl für EB/TB-Schichtsysteme, und liefern Informationen zu anwendungstechnisch wichtigen Parametern wie Adhäsion /Schichthaftung als auch Maschinenparametern für die Herstellung selbst. Andererseits wurden spezielle Techniken zur Materialcharakterisierung auf die Untersuchung der keramischen Schichten optimiert und weiterentwickelt. Hier ist insbesondere die Einbeziehung von machine-learning-Algorithmen zur Auswertung von micro-XCT-Daten zu nennen. Diese Ergebnisse sind bei Industriepartnern gegenwärtig in der Evaluierung. Die Eingrenzung der Materialzusammensetzung der Schichtsysteme und die Prozessoptimierungen zur Erzielung einer guten Adhäsion/Schichthaftung müssen für jeden „use case“ und unter Berücksichtigung der vorhandenen Anagentechnik optimiert werden. Des Weiteren sind die in dem F&E-Vorhaben für die speziellen Fragestellungen der Analytik angewandten und weiterentwickelten Charakterisierungsverfahren für die Industrie verfügbar und können auf weitere keramische Systeme angewandt werden. Dies gilt insbesondere auch für Algorithmen zur Modellierung und Simulation, vor allem für die flexible Rekonstruktionssoftware, um die räumliche Auflösung der 3D-Daten und daraus abgeleiteten Finite-Elemente-Modellen zu verbessern, sowie für die optimierte Umwandlung von 3D-Daten in Modelle.

3. Ergebnistransfer in die Wirtschaft

Zeitraum	Aktivität	Ziel	Verantwortlich
Ab Projektstart	Information der Projektpartner, Projekt treffen mit dem projektbegleitenden Ausschuss: - 14./15.12.2016, 01.-02.08.2017 14.06.2018	Information des projektbegleitenden Ausschusses: - erfolgt	Alle Partner - alle Partner involviert
Ab 2016	Vorträge und Posterpräsentationen bei internationalen Konferenzen und Workshops	Informationsweitergabe und -Austausch mit wissenschaftlicher Gemeinschaft	Alle Partner
2018	Wissenschaftliche Publikation in wissenschaftlicher Fachzeitschrift	Informationsweitergabe und -austausch mit wissenschaftlicher Gemeinschaft	Alle Partner
Ab 2016	Präsentation der Ergebnisse in eigenen Webseiten - https://cfaed.tu-dresden.de/dcn/dcn-projects/project-atec	Informationen mit besonderem Schwerpunkt auf KMU	Alle Partner
2017	Präsentation der Ergebnisse und illustrativen Materialien auf Messen (Werkstoffwoche 2017)	Netzwerkaufbau zur Industrie	Alle Partner

Ehrenfried Zschech

Digital unterschrieben von Ehrenfried Zschech
Datum: 2019.02.21 14:35:55 +01'00'