

- Fakultät für Luft- und Raumfahrttechnik -  
- Univ. Prof. Dr.-Ing. Christian Mundt -

**BMBF-Rahmenprogramm Werkstoffinnovationen  
für Industrie und Gesellschaft**  
**WING: Höchstleistungswerkstoffe für mehr Energieeffizienz und  
CO2-Einsparung: Leistungssprünge in energetischen  
Umwandlungsprozessen**

Verbundvorhaben  
Innovative, multifunktionale Schichtsysteme für hocheffiziente  
Gasturbinen

Arbeitsanteil Universität der Bundeswehr  
**Abschlussbericht 12.03.2014**

Projektleiter (UniBwM): Prof. Dr.-Ing. Christian Mundt  
Autor und Projektwissenschaftler: Dipl.-Ing. Marco Kirschner

Laufzeit des Vorhabens: 01.10.2009 – 30.09.2012  
Kostenneutral verlängert bis: 30.09.2013

---

Berichtszeitraum: 01.10.2009 – 30.09.2013

---

Das diesem Bericht zugrunde liegende Vorhaben wurde mit Mitteln des Bundesministeriums für Bildung und Forschung unter dem Förderkennzeichen 03X3531C gefördert. Die Verantwortung für den Inhalt dieser Veröffentlichung liegt beim Autor.

# Inhaltsverzeichnis

<b>I. Kurze Darstellung</b>	<b>7</b>
I.1. Aufgabenstellung . . . . .	7
I.2. Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde . . . . .	7
I.3. Planung und Ablauf des Vorhabens . . . . .	8
I.4. Stand der Technik vor Projektbeginn . . . . .	8
I.5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen . . . . .	11
<b>II. Eingehende Darstellung</b>	<b>13</b>
II.1. Resultate des Forschungsvorhabens . . . . .	13
1.1. Messung des spektralen Emmissionsgrades . . . . .	13
1.1.1. Ergebnisse der Emmissionsgradmessung . . . . .	13
1.2. Pyrometrische Bestimmung der Oberflächentemperatur . . . . .	16
1.3. Thermozyklierung am Plasmawindkanal Phase 1 . . . . .	17
1.3.1. Ergebnisse der Thermozyklierung . . . . .	20
1.4. Thermografie Untersuchung . . . . .	25
1.4.1. Kalibrierung der Wärmebildkamera . . . . .	25
1.4.2. Ergebnisse der Thermografie Untersuchung . . . . .	26
1.5. Thermozyklierung am Plasmawindkanal Phase 2 . . . . .	29
1.5.1. Thermische Zyklierung . . . . .	29
1.5.2. Modifizierter Aufheizzyklus . . . . .	31
1.5.3. Ergebnisse der Thermozyklierung . . . . .	32
1.6. Erosionsmessungen . . . . .	38
1.6.1. Parameter der Einspritzung . . . . .	38
1.6.2. Kalibrierung und Verifizierung der Versuchsanlage . . . . .	39
1.6.3. Komponentenbeschreibung . . . . .	40
1.6.4. Pulverförderer . . . . .	40
1.6.5. Pulver . . . . .	40
1.6.6. Pulversammelsonde und Partikelflussdichte . . . . .	40
1.6.7. Partikelcharakterisierung . . . . .	41
1.6.8. Versuchsdurchführung . . . . .	42
1.6.9. Ergebnisse . . . . .	46
II.2. Vorrassichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplanes . . . . .	51
2.1. Wirtschaftliche Erfolgsaussichten nach Projektende . . . . .	51
II.3. Fortschritt auf dem Gebiet des Auftrags bei anderen Stellen . . . . .	51

---

II.4. Gesamtliste der Veröffentlichungen und Vorträge . . . . .	51
4.1.    Erfolgte und eingereichte Veröffentlichungen . . . . .	51
4.2.    Geplante Veröffentlichungen . . . . .	52
Anhang . . . . .	54
<b>A. Erfolgskontrollbericht</b>	<b>55</b>
A.1. Beitrag des Ergebnisses zu den förderpolitischen Zielen . . . . .	55
A.2. Wissenschaftlich-technisches Ergebnis des Vorhabens . . . . .	55
A.3. Fortschreibung des Verwertungsplans . . . . .	57
3.1.    Erfindungen und Schutzrechte . . . . .	57
3.2.    Wirtschaftliche Erfolgsaussichten nach Projektende . . . . .	57
3.3.    Wissenschaftliche und wirtschaftliche Anschlussfähigkeit . . . . .	57
A.4. Arbeiten die zu keiner Lösung geführt haben . . . . .	57
A.5. Einhaltung der Ausgaben/Kosten- und Zeitplanung . . . . .	58
<b>B. Schlussbericht</b>	<b>59</b>

# Abbildungsverzeichnis

II.1. Schematischer Aufbau der Strahlungsmessapparatur. . . . .	14
II.2. YSZ (18%) S2 . . . . .	15
II.3. YSZ (18%) und FSZ S2 . . . . .	15
II.4. YSZ (18%) und LAZO S2 . . . . .	16
II.5. YSZ (18%) und GLAO S2 . . . . .	16
II.6. YSZ (18%) 1000 $\mu\text{m}$ - Schicht S2 . . . . .	16
II.7. Schem. Darstellung des Plasmawindkanals mit angeschlossener Abgasstrecke	18
II.8. Übersicht über die zu testenden Proben innerhalb der ersten Projektphase entsprechend der Planung 2010 (Phase 1). . . . .	19
II.9. Übersicht des Zeitpunkts erste Schädigung, Unterbrechung und Gesamtzy- klenanzahl. . . . .	20
II.10. Übersicht der einzelnen Temperaturwerte während eines Versuchs. . . . .	21
II.11. Zeitlicher Temperaturverlauf während einer Zyklierung der Probe SYS1 M5 S2. . . . .	22
II.12. YSZ (18%) (S1 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	23
II.13. YSZ (18%) (S2 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	23
II.14. vYSZ (18%) / FSZ (S1 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	23
II.15. YSZ (18%) / FSZ (S2 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	23
II.16. YSZ (18%) / LAZO (S1 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	23
II.17. YSZ (18%) / LAZO (S2 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	23
II.18. YSZ (18%) / GLAO (S1 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	23
II.19. YSZ (18%) / GLAO (S2 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	23
II.20. YSZ (18%) (S1 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	24
II.21. YSZ (18%) (S2 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	24
II.22. YSZ (18%) / FSZ (S1 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	24
II.23. YSZ (18%) / FSZ (S2 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	24
II.24. YSZ (18%) / LAZO (S1 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	24
II.25. YSZ (18%) / LAZO (S2 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	24
II.26. YSZ (18%) / GLAO (S1 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	24
II.27. YSZ (18%) / GLAO (S2 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	24
II.28. Versuchsaufbau zur Kalibrierung der Wärmebildkamara mit Hilfe eines schwarzen Körpers. . . . .	26
II.29. Verwendete Kalibrierkurve zur Umrechnung der Grauwerte in Temperatur- werte. . . . .	27

---

II.30. Thermografie-Aufnahme der Wärmedämmschicht nach einer Versuchszeit von $t = 81$ s. . . . .	28
II.31. Thermografie-Aufnahme der Wärmedämmschicht nach einer Versuchszeit von $t = 151$ s. . . . .	28
II.32. Oberflächentemperatur der Wärmedämmschicht zu verschiedenen Versuchszeiten. . . . .	28
II.33. Temperaturabhängigkeit des spektralen Emissionskoeffizienten der YSZ-Schicht. . . . .	28
II.34. Testmatrix für Projektphase 2. . . . .	30
II.35. Schematische Darstellung des Aufwärmvorgangs und der dazugehörige Vergleich der Proben temperatur. . . . .	32
II.36. Übersicht des Zeitpunkts erste Schädigung, Unterbrechung und Gesamtzyklenanzahl (Phase 2). . . . .	33
II.37. Übersicht der einzelnen Temperaturwerte während eines Versuchs. . . . .	34
II.38. YSZ (18%) (S1 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	35
II.39. YSZ (18%) (S2 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	35
II.40. YSZ (18%) (S1 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	35
II.41. YSZ (18%) (S2 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	35
II.42. GLAO SYS3b (S1 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	35
II.43. GLAO SYS3b (S1 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	35
II.44. FSZ SYS1 (S1 500 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	36
II.45. GLAO SYS3 (S2 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	36
II.46. FSZ SYS1 (S2 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	36
II.47. TiZO SYS4 (S1 1000 $\mu\text{m}$ ) . . . . .	36
II.48. Zeitlicher Temperaturverlauf während einer Zyklisierung der Probe REFM5S1. . . . .	36
II.49. Zeitlicher Temperaturverlauf während einer Zyklisierung der Probe SYS3bM10S1. . . . .	36
II.50. Zeitlicher Temperaturverlauf während einer Zyklisierung der Probe REFM10S2. . . . .	37
II.51. Zeitlicher Temperaturverlauf während einer Zyklisierung der Probe SYS3M10S2. . . . .	37
II.52. Partikelvermischung innerhalb des Heißgasstrahls bei verschiedenen Injektorwinkeln. . . . .	39
II.53. Position der Pulversammelsonde während und nach Versuch. . . . .	40
II.54. REM-Aufnahme mit 2000-facher Vergrößerung eines Aluminiumoxidpartikels, wie vom Hersteller geliefert. . . . .	41
II.55. REM-Aufnahme mit 100-facher Vergrößerung mehrerer Aluminiumoxidpartikel, wie vom Hersteller geliefert. . . . .	41
II.56. REM-Aufnahme mit 400-facher Vergrößerung eines Aluminiumoxidpartikels, nach Aufenthalt in der Heißgasströmung. . . . .	41
II.57. REM-Aufnahme mit 2000-facher Vergrößerung mehrerer Aluminiumoxidpartikel, nach Aufenthalt in der Heißgasströmung. . . . .	41

---

II.58. Verteilung der Partikelgeschwindigkeiten bei den Standardversuchsbedingungen. . . . .	42
II.59. Parametereinstellung und Zeitskala eines Versuchs. . . . .	43
II.60. Temperaturverlauf und Versuchsdurchführung unbeschichtete Substrate. . .	44
II.61. Verwendete Versuchs- und Haltezeiten unter Zuordnung der Versuchsnummern / bei erhöhter Partikelförderrate. . . . .	45
II.62. Temperaturverlauf und Versuchsdurchführung Wärmedämmschichten. . . .	46
II.63. Abtragungsrate der MarM247 Proben bei unterschiedlichen Haltezeiten. . .	47
II.64. Aufnahme einer MarM247 Probe nach einer Versuchszeit von > 1000 s. . .	47
II.65. Aufnahme der Referenzsysteme nach einer Haltezeit von 20 s und 100 s bei einer Partikelförderrate von 2 g/min. . . . .	48
II.66. Vergleich der Abtragungsraten der unterschiedlichen Schichtsysteme und der Substrate MarM247 und Inco718 [7]. . . . .	49
II.67. Aufnahme des getesteten Schichtsystems 4. . . . .	49
II.68. Aufnahmen der getesteten Schichtsysteme nach einer Versuchszeit von > 1000 s und bei einer reduzierten Partikelförderrate von 0,2 g/min. . . . .	50
A.1. Übersicht der aktuellen Projektplanung. . . . .	58

# I. Kurze Darstellung

Ziel dieses Verbundprojektes ist die Entwicklung neuartiger und besonders leistungsfähiger Schutzschichten zum dauerhaften Schutz der Komponenten gegenüber Erosionsangriff. Darüber hinaus wird die Belastung und Art des Versagens sowie die Lebensdauer von beschichteten Komponenten bei thermischer Zyklierung untersucht. Dazu haben die Partner Einzelanträge zur Förderung für das Verbundvorhaben "Innovative multifunktionale Schichtsysteme für hocheffiziente Gasturbinen" im Rahmen des BMBF Programms "WING - Werkstoffinnovationen für Industrie und Gesellschaft - Höchstleistungswerkstoffe für mehr Energieeffizienz und CO<sub>2</sub>-Einsparung: Leistungssprünge in energetischen Umwandlungsprozessen" gestellt. Die Förderung der Einzelvorhaben von RRD, FZ Jülich und UniBwM wurde durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) mit Projektstart zum 01.10.2009 bewilligt. Alstom beteiligt sich als Partner ohne Förderung mit eigenen Mitteln an diesem Vorhaben.

## I.1. Aufgabenstellung

In zukünftigen Generationen sowohl von stationären Gasturbinen als auch von Flugtriebwerken sollen weitere Leistungs- und Wirkungsgradsteigerungen bei gleichzeitiger Verringerung der Emissionen erreicht werden. Ein gesteigerter thermischer Wirkungsgrad bei höheren Heißgastemperaturen führt zu einer Reduktion des spezifischen Brennstoffverbrauchs. Allerdings sind bei gleichen Bauteiltemperaturen gesteigerte Kühlluftmengen erforderlich, die den Gesamtwirkungsgrad negativ beeinflussen. Zur Verringerung dieses Verlustes ist es somit notwendig die Wärmeleitung in das Bauteil durch Wärmedämmschichten (WDS) zu reduzieren.

## I.2. Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

Für Wärmedämmschichten in Gasturbinen wird heute fast ausschließlich ZrO<sub>2</sub>, das zur Phasenstabilisierung 7-8 Gew.% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> enthält (YSZ), eingesetzt. Dieses Material erfüllt die Grundanforderungen für die WDS-Anwendungen, eine Kombination von einem hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten und einer niedriger Wärmeleitfähigkeit, in hervorragender Weise und wurde in jahrzehntelanger Entwicklung auf einen sehr hohen

---

Stand gebracht. Versinterung und Phaseninstabilität setzen aber ein Temperaturlimit für den Langzeiteinsatz von YSZ-Wärmedämmschichten, das ihre Anwendbarkeit stark einschränkt.

### **I.3. Planung und Ablauf des Vorhabens**

Das Ziel des Vorhabens ist die Entwicklung und Einsatzdemonstration von stabilen Schichtsystemen für den Einsatz bei Temperaturen oberhalb 1350°C. Zum Erfolg dieses Vorhabens sollen folgende Materialinnovationen beitragen:

1. Entwicklung neuer Keramikmaterialien auf der Basis von Perowskit- und Pyrochlorphasen, die in ihren Hochtemperatureigenschaften teilstabilisiertes Zirkonoxid übertreffen
2. Entwicklung neuer Materialansätze und Technologien zur Strukturierung der Grenzfläche mittels Laser- Auftragschweißen / Siebdruckverfahren
3. Entwicklung von Schichtverbundsystemen unter Verwendung dieser neuartigen Materialansätze
4. Optimierung des Verbundsystems durch Prozesssimulation und statistische Versuchsführung
5. Charakterisieren und Testen der Systemlösungen und Selektion der aussichtsreichsten Systeme
6. Durchführung von Tests an Modellbauteilen in Maschinen, d.h. in einer stationären Gasturbine und einem Hochtemperatur-Rig-Test, zur Einsatzdemonstration

Eine detaillierte Beschreibung des Projektablaufs sind dem Abschlussbericht des Projektkoordinators zu entnehmen.

### **I.4. Stand der Technik vor Projektbeginn**

Die im folgenden geschilderten Aussagen zum Stand der Technik sind ebenfalls im Projektantrag zu finden [1].

Als Standardmaterial für Wärmedämmschichten in Gasturbinen hat sich mit 7-8 Gew.% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> teilstabilisiertes ZrO<sub>2</sub> (YSZ) durchgesetzt, das eine ideale Kombination von hohem thermischem Ausdehnungskoeffizienten und niedriger Wärmeleitfähigkeit besitzt. Die Entwicklung hat einen Stand erreicht, der heute eine Serienanwendung sowohl in stationären Gasturbinen als auch in Flugtriebwerken erlaubt. In Alstom-Industriegasturbinen werden derzeit Wärmedämmschichten für Leit- und Laufschaufeln der vorderen Stufen und

---

für Brennkammerauskleidungen eingesetzt. Sie tragen durch ihre Schutzwirkung zu einer verlängerten Lebensdauer der Bauteile bei. Bei Rolls-Royce kommen in kleineren Triebwerken Wärmedämmschichten derzeit als Wandauskleidung in der Brennkammer und als Beschichtung der statischen Teile in der Turbine zum Einsatz. Diese Systeme basieren auf dünnen keramischen YSZ-Schichten, die beidseitig der Kühlung bedürfen. Bei der Entwicklung neuer Brennkammerkonzepte wird unter anderem auch die Möglichkeit der Anwendung von Schindelkonzepten berücksichtigt, die ohne Oberflächenkühlung und bei höheren Temperaturen betrieben werden sollen.

Es gibt eine Reihe unterschiedlicher Mechanismen, die zum Versagen von Wärmedämmschichten beitragen können. Trotz der großen Fortschritte, die in den letzten Jahren erzielt wurden, sind die Schadensmechanismen noch nicht völlig verstanden. Welche dieser Mechanismen im Einzelfall tatsächlich lebensdauerbegrenzend sind, hängt stark von den Betriebsbedingungen wie z.B. Temperatur, Temperaturgradienten, mechanischen Belastungen usw. ab. Außerdem ist sowohl aus einer Reihe neuerer Veröffentlichungen als auch aus laufenden eigenen Arbeiten (WDS-Lebensdauerprognose - FKZ: 0326888C) abzuleiten, dass bei APS- und bei EB-PVD-Schichten unterschiedliche Versagensmechanismen vorliegen. Zwei der wichtigsten Mechanismen, die besonders für den in diesem Förderantrag bevorzugt betrachteten Fall der APS-Wärmedämmschichten relevant sind, werden im folgenden kurz beschrieben:

### **Bondcoat-Oxidation**

Die Bildung einer thermisch gewachsenen Oxidschicht (TGO) zwischen dem Bondcoat (Haftvermittlerschicht) und der keramischen Wärmedämmschicht führt, hauptsächlich aufgrund des niedrigeren Ausdehnungskoeffizienten dieses Materials ( $Al_2O_3$ ), zu hohen lokalen Spannungen, die im Fall der APS-WDS zu einem Wachstum vorhandener Mikrorisse und damit zu einer Schädigung (Mikroschädigung) in der Nähe der Grenzfläche von Bondcoat zur WDS führt. Dadurch wird die Ausbreitung von Delaminationsrissen erleichtert und die Schicht kann durch die thermisch-induzierte Belastung abplatzen.

### **Sintervorgänge und Phaseninstabilität bei hohen Temperaturen**

Die bei hohen Temperaturen einsetzende Versinterung von Mikrorissen und Poren führt zu einer mit steigender Temperatur immer stärkeren Zunahme der Steifigkeit der WDS (E-Modul). Damit steigen auch die mechanischen Spannungen aufgrund der unterschiedlichen thermischen Dehnungen (unterschiedlicher Wärmeausdehnungskoeffizient) der verschiedenen Materialien des Schichtsystems. Die Versinterung führt auch dazu, dass die beschriebenen energiedissipierenden Mechanismen nicht mehr oder nur noch eingeschränkt wirksam sind. Das Materialverhalten nähert sich somit dem einer dichten und spröden Keramik an, bei der bei Überlastung vollständiges Versagen durch Abplatzen auftritt. Ein Zusatzeffekt der Versinterung ist die Zunahme der Wärmeleitfähigkeit, die zu einer höheren thermischen Belastung des Bondcoats und damit zu einer erhöhten Oxidationsgeschwindigkeit führt. Besonders durch die Versinterung und die ungenügende Phasenstabilität wird die Einsatztemperatur von Zirkonoxid-WDS begrenzt [2]. Es werden deshalb weltweit Bemühungen unternommen, neue Materialien und Konzepte für Wärmedämm-

---

schichten zu entwickeln. In [3] sind diese Ansätze beschrieben. Im folgenden wird eine Übersicht gegeben.

### **Neuartige chemische Zusammensetzungen**

Bereits in der Vergangenheit wurden andere, einfache Oxide hinsichtlich ihrer Eignung als Wärmedämmschicht untersucht. Einige Beispiele sind im folgenden genannt. Der hohe Ausdehnungskoeffizient und die niedrige Wärmeleitfähigkeit lassen CeO<sub>2</sub> für einen Einsatz als WDS geeignet erscheinen. Es zeigte sich aber in früheren Arbeiten der Antragsteller, dass die Sinterneigung dieses Materials bei hohen Temperaturen ebenso wie bei CeO<sub>2</sub>-stabilisiertem ZrO<sub>2</sub> sehr groß ist. Außerdem besteht bei diesem Material unter bestimmten Sauerstoffpartialdrücken die Gefahr des Wertigkeitswechsels zum Trioxid. Als weiterer aussichtsreicher Kandidat erschien HfO<sub>2</sub> (ebenfalls stabilisiert mit Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) wegen seiner großen chemischen Ähnlichkeit mit ZrO<sub>2</sub>. Der thermische Ausdehnungskoeffizient ist jedoch relativ niedrig und ein Vorteil gegenüber YSZ wurde nicht gefunden.

Seit einigen Jahren laufen hauptsächlich in den USA und in Deutschland Arbeiten zur Entwicklung alternativer Wärmedämmschichtmaterialien, die auf komplexere Oxide abzielen. Die Ergebnisse dieser Arbeiten wurden (und werden) zum Teil sehr vertraulich behandelt, sodass ein vollständiger Überblick nur schwer zu gewinnen ist. Informationen sind hauptsächlich aus den in jüngster Zeit erschienenen Patentveröffentlichungen zu entnehmen. Von besonderem Interesse sind Zirkonate mit Pyrochlor- oder Perowskitstruktur, die sich aus der Zugabe von Additiven zu ZrO<sub>2</sub> über das zur Stabilisierung erforderliche Maß hinaus ergeben. So wurden z.B. am Forschungszentrum Jülich BaZrO<sub>3</sub> und SrZrO<sub>3</sub> untersucht. Beide Materialien zeigten aber wegen Verlust von BaO beim Spritzen (BaZrO<sub>3</sub>) bzw. nicht tolerierbarer Phasenübergänge (SrZrO<sub>3</sub>) trotz guter Basiseigenschaften eine eingeschränkte Eignung als WDS-Material. Lanthan-Zirkonat La<sub>2</sub>Zr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> hingegen, das eine niedrige Wärmeleitfähigkeit besitzt (1.5 - 2.0 W/(mK)) bewies ein hervorragendes Potenzial [3].

Neben den Zirkonaten wurden auch Aluminate bearbeitet. Ein Beispiel dafür ist der Yttrium-Aluminium-Granat (YAG). In wurde gezeigt, dass die Wärmeleitfähigkeit von YAG durch die Dotierung mit Eisen deutlich verringert werden kann. Der resultierende Wert (> 2.4 W/(mK)) ist aber immer noch relativ hoch. Ein Aluminat mit Mg-Dotierung (Magnetoplumbitstruktur) zeigte dagegen nicht nur ein gutes Wärmeisulations- und -ausdehnungsverhalten, sondern bewies darüber hinaus auch eine hervorragende Sinterresistenz. Die Leistungsfähigkeit dieses Materials in der Wärmedämmschichtanwendung wird zurzeit näher untersucht.

### **Schichtsysteme und gradierte Zusammensetzungen**

Ein gradierter Übergang zwischen dem metallischen Bondcoat und der keramischen Wärmedämmschicht zur Verminderung der Spannungen wurde zwar verschiedentlich vorgeschlagen, die in der Übergangszone eingelagerten Metallteilchen unterliegen aber einer starken Oxidation. Spannungen, die durch die Volumenzunahme hervorgerufen werden, können das Versagen der Wärmedämmschicht aber sogar beschleunigen.

Wesentlich erfolgversprechender erscheinen Ansätze aus jüngerer Zeit, bei denen die Kera-

---

mikschicht aus mehreren Lagen besteht, die auch gradierte Übergänge aufweisen können. Ein Beispiel dafür ist ein Schichtsystem, bei dem konventionelles YSZ die Anbindung an den Bondcoat übernimmt und eine Deckschicht aus  $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ , das bei höheren Temperaturen stabiler ist, eine Absenkung der Temperaturen des YSZ-Materials übernimmt [3]. Die Lebensdauer bei Thermozyklertests übertrifft die von konventionellem YSZ.

Andere Mehrlagenansätze sehen eine dichte Deckschicht vor, welche die eigentliche Wärmedämmschicht vor dem Eindringen korrosiver Niederschläge (z.B. CMAS = Ca, Mg, Al, Si, O) schützen soll. Ein anderer Ansatz befasst sich mit sehr aufwändig hergestellten mehrlagigen EB-PVD-Wärmedämmschichten aus YSZ. Diese Systeme weisen eine deutliche reduzierte Wärmeleitfähigkeit (ca.  $1.2 \text{ W}/(\text{mK})$  bei 20 Lagen) und eine erhöhte Reflektivität besonders im Wellenlängenbereich bis  $2.5 \mu\text{m}$  auf, wodurch der Wärmetransport durch Strahlung deutlich verringert wird. Bei thermozyklischer Belastung zeigten diese Schichten eine höhere Lebensdauer als konventionelle WDS.

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass es in den letzten Jahren vielfache Anstrengungen gab, konventionelle Wärmedämmschichtmaterialien zu verbessern oder neue Materialien zu finden. In den in unmittelbarer Vergangenheit veröffentlichten Arbeiten ist besonders die Bemühung um eine reduzierte Wärmeleitfähigkeit zu erkennen, wodurch eine Gewichtseinsparung erreicht werden soll. Oft sind diese Arbeiten allerdings eindimensional auf die Verbesserung nur einer Materialeigenschaft, wie z.B. die Verringerung der Wärmeleitfähigkeit, ausgerichtet. Das komplexe Materialverhalten, das über die Leistungsfähigkeit einer Wärmedämmschicht entscheidet, wurde, soweit dies aus den zugänglichen Veröffentlichungen zu beurteilen ist, bisher nur in relativ wenigen Arbeitsprogrammen untersucht oder gar gezielt verbessert. Beispiele dafür sind die Arbeiten der Universität Stuttgart, des Forschungszentrums Jülich und der Antragsteller (MaTech 03N2017). Es muss allerdings angenommen werden, dass auch in den USA (z.B. von NASA, GE und P&W) entsprechende Aktivitäten unternommen werden.

Detaillierte Untersuchungen haben gezeigt, dass das Potenzial beschichteter Systeme maßgeblich von den Beschichtungsparametern beeinflusst wird. In früheren Förderprojekten wurde dieser Aspekt nur wenig berücksichtigt. Trotz vielversprechender thermodynamischer und thermophysikalischer Eigenschaften erreichten die Systeme nicht die erforderliche technische Reife für den kommerziellen Einsatz. Häufig sind diese Systeme den steigenden Anforderungen nicht gewachsen und zeigen bei thermozyklischer Belastung (Starts/Stops) frühzeitiges Versagen.

## **I.5. Zusammenarbeit mit anderen Stellen**

Die folgende Tabelle listet die Partner und ihre Hauptaufgaben im Projekt auf.

<b>Partner</b>	<b>Hauptaufgaben</b>
RRD	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Projektkoordinator</li> <li>● Definition der Anforderungen</li> <li>● Bewertung der Ergebnisse</li> <li>● Tests</li> </ul>
ALSTOM	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Definition der Anforderungen</li> <li>● Charakterisierung, Bewertung</li> <li>● Tests</li> <li>● Definition anwendungsorientierter Geometrien</li> </ul>
FZJ	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Schichtentwicklung</li> <li>● Fertigung von speziellen WDS-Pulvern</li> <li>● Charakterisierung</li> <li>● Thermozyklische Tests</li> <li>● CMAS-Tests</li> </ul>
BW Uni (Projektpartner)	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Charakterisierung</li> <li>● Tests optischer Eigenschaften</li> <li>● Thermozyklische Tests</li> <li>● Erosionstests</li> <li>● Tests an Proben mit bauteilnaher Geometrie</li> </ul>
FNE (Unterauftragnehmer)	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Industrieller Schichthersteller</li> <li>● Schichtentwicklung</li> <li>● Charakterisierung</li> <li>● Test von definierten Materialeigenschaften</li> </ul>
Fraunhofer IWS (Unterauftragnehmer)	<ul style="list-style-type: none"> <li>● Untersuchung des Einflusses von 3D-Grenzflächenstrukturen</li> <li>● 3D Strukturen -Laser-Auftragsschweißen</li> <li>● Optimierung der Grenzflächenstruktur</li> <li>● Entwicklung der 3D Struktur</li> <li>● Prozesssimulation</li> </ul>

Tabelle I.1.: Partner und Arbeitsfelder

# II. Eingehende Darstellung

## II.1. Resultate des Forschungsvorhabens

Wie bereits aus der Planung und Ablauf des Vorhabens hervorgeht, gliederte sich das übergeordnete Arbeitsprogramm für die Universität der Bundeswehr in die drei wesentlichen Aspekte

- Tests optischer Eigenschaften - Emissionsgradbestimmung
- Thermische Zyklisierung und Charakterisierung
- Bestimmung der Erosionsbeständigkeit

### 1.1. Messung des spektralen Emissionsgrades

Die Messung des spektralen Emissionsgrades basiert auf dem Prinzip des spektralen Strahlungsvergleichs, bei dem die emittierte Strahlung einer Probe mit der eines Referenzstrahlers verglichen wird. Unter Berücksichtigung der Proben- und Referenztemperatur kann dann aus dem Verhältnis der gemessenen Strahlungsintensitäten der spektrale Emissionsgrad berechnet werden.

Für die Messung werden die Probe und der Referenzstrahler (SiC-Hohlraum) in je einen zylinderförmigen Ofen eingebracht und auf Testtemperatur erwärmt. Nach Erreichen der Versuchstemperatur werden, im stationären Zustand, abwechselnd Probe und Referenzstrahler in Messposition gebracht und vermessen. Die emittierte Strahlung wird dabei durch einen Gittermonochromator (4 Gitter; Gitterkonstanten 1/75 mm, 1/150 mm, 1/300 mm und 1/600 mm) spektral zerlegt und durch einen sog. Vierfarbendetektor erfasst. Mit Hilfe eines Lock-In-Verstärkers erfolgt anschließend die Aufzeichnung der Signale.

Die Ermittlung der exakten Oberflächentemperatur der Probe erfolgt im Anschluss an die optischen Messungen durch eine spektrale Verhältnismethode. Die Messungen erfolgen an Luft bei konstanter Raumtemperatur von 22°C. Der Versuchsaufbau ist schematisch in Abb. II.1 dargestellt. Eine exakte Anlagen- und Methodenbeschreibung kann den Veröffentlichungen des Instituts entnommen werden [4].

#### 1.1.1. Ergebnisse der Emissionsgradmessung

Für die Emissionsgradmessungen im Rahmen des Forschungsprojekts wurden die Beschichtungen in zwei Schichtstärken (500  $\mu\text{m}$  und 1000  $\mu\text{m}$ ) auf einem kreisförmigen

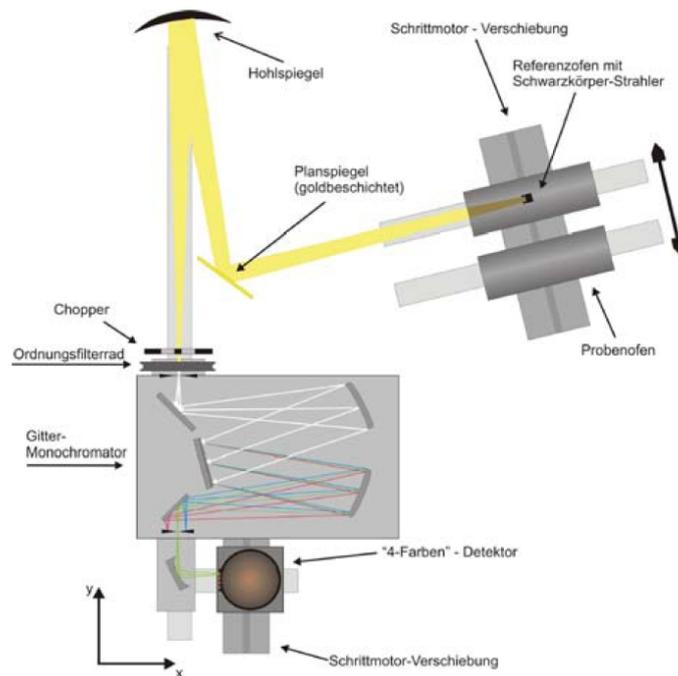


Abbildung II.1.: Schematischer Aufbau der Strahlungsmessapparatur.

Substrat (HastX) mit einem Durchmesser von 25 mm und einer Dicke von 5 mm aufgebracht. Der spektrale Emissionsgrad soll bei den Temperaturen 800°C und 950°C im Wellenlängenbereich von  $\lambda = 1 \mu\text{m}$  bis  $\lambda = 13,5 \mu\text{m}$  ermittelt werden.

Im Rahmen des Projekts konnten alle Messungen mit den gewünschten Parametern durchgeführt werden. Die Ergebnisse des spektralen Emissionsgrads sind in den folgenden Abbildungen II.2 - II.6 dargestellt. Zur einfacheren Übersicht wurde jeweils nur der Verlauf der Proben S2 dargestellt, der entsprechende Verlauf der Proben S1 ist zu S2 identisch. Für alle Systeme kann eine deutliche Zunahme des Emissionsgrades im Bereich hin zu langen Wellenlängen beobachtet werden, bei gleichzeitig geringer Temperaturabhängigkeit. Alle plasmagespritzten Proben zeigen für alle Temperaturen fast Schwarzkörper-Verhalten bei einer Wellenlänge von  $12 \mu\text{m}$ . Die anhaltende Präsenz eines lokalen Maximum bei  $3 \mu\text{m}$ , wenn auch reduziert zeigt einen OH-Absorptionspeak. In früheren Berichten war ein untypischer Einbruch des spektralen Emissionsgrades im Bereich  $\lambda = 9 - 9,5 \mu\text{m}$  zu erkennen, in den neueren Messungen konnte dies durch Verwendung eines anderen Bandpassfilters vermieden werden.

Zusammenfassend sind in Tabelle II.1 die berechneten integralen Gesamtemissionsgrade  $\epsilon(T)$  der untersuchten Beschichtungssysteme aufgeführt.

$T_{Soll}$ \ System	Probe	YSZ		FSZ		LAZO		GLAO	
800°C	1	0,339	0,341	0,340	0,344	0,384	0,385	0,462	0,465
	2	0,351	0,351	0,330	0,331	0,381	0,390	0,450	0,445
950°C	1	0,301	0,295	0,302	0,297	0,367	0,359	0,369	0,356
	2	0,305	0,303	0,273	0,283	0,363	0,366	0,356	0,356

Tabelle II.1.: Gesamtemissionsgrade  $\epsilon(T)$  der 500  $\mu\text{m}$  dicken Beschichtungssysteme in Abhängigkeit der Soll-Oberflächentemperatur.

$T_{Soll}$ \ System	Probe	YSZ	
800°C	1	0,329	0,321
	2	0,322	0,324
950°C	1	0,258	0,261
	2	0,263	0,264

Tabelle II.2.: Gesamtemissionsgrade  $\epsilon(T)$  des 1000  $\mu\text{m}$  dicken Referenzsystem in Abhängigkeit der Soll-Oberflächentemperatur.

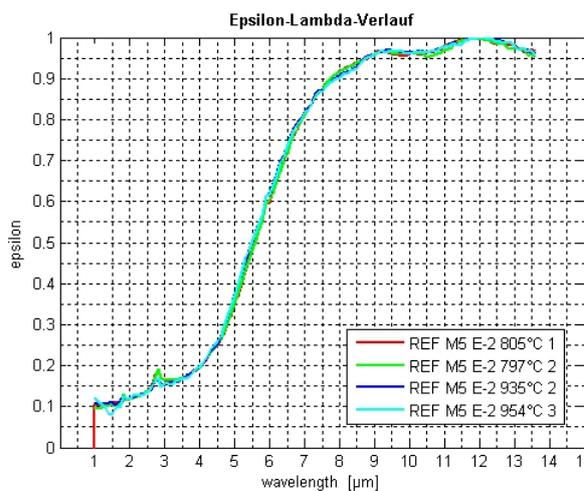


Abbildung II.2.: YSZ (18%) S2

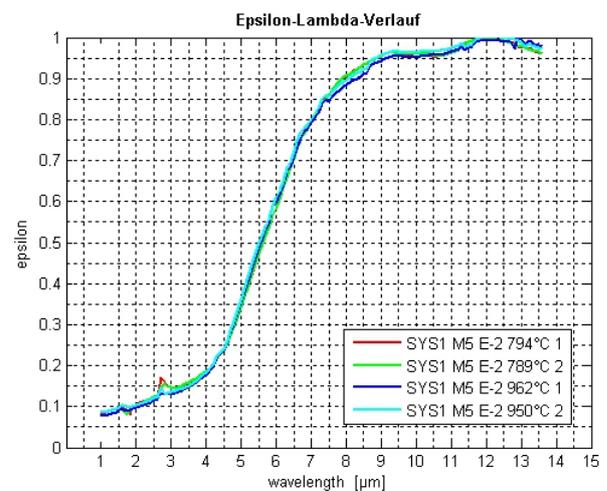


Abbildung II.3.: YSZ (18%) und FSZ S2

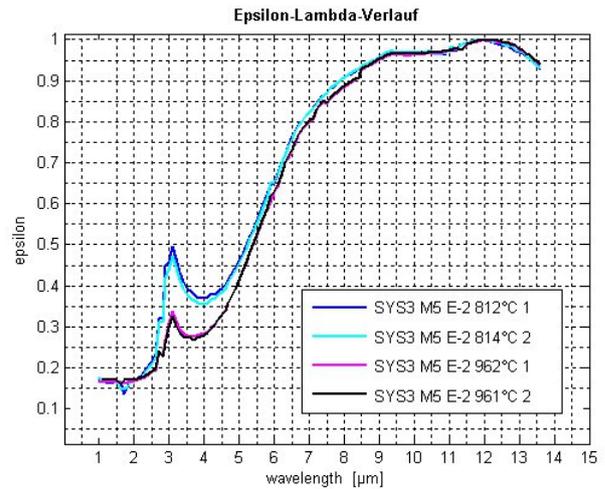
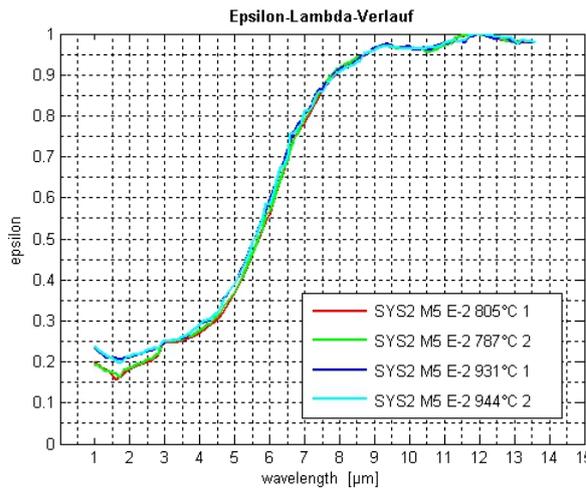


Abbildung II.4.: YSZ (18%) und LAZO S2    Abbildung II.5.: YSZ (18%) und GLAO S2

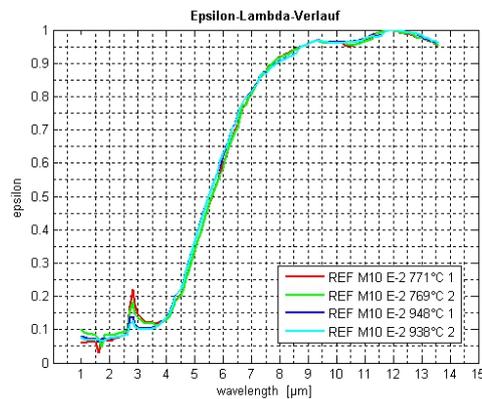


Abbildung II.6.: YSZ (18%) 1000 μm - Schicht S2

## 1.2. Pyrometrische Bestimmung der Oberflächentemperatur

Frühere Messungen (Projekt Germatec) zeigen im Vergleich zu Messungen anderer Strahlungsmessapparaturen einen niedrigeren Verlauf des spektralen Emissionsgrades. Diese Diskrepanz im Verlauf der Kurven, lässt sich vor allem auf die Bestimmung der Oberflächentemperatur der keramisch beschichteten Proben zurückführen.

Bei den früheren Messungen wurde die Temperatur mittels eines Thermoelements gemessen. Dabei wurde das Thermoelement in einer rückseitig angebrachten Bohrung angebracht und die Temperatur der Keramik an der Rückseite gemessen und mit der Vorderseiten-Oberflächentemperatur gleichgesetzt. Auf Grund der niedrigen Wärmeleitfähigkeit der Keramiken kommt es zu einem grossen Temperaturgradient entlang der Keramiksicht, so dass die Oberflächentemperatur deutlich niedriger liegt. Erste damalige Berechnungen (Wing Jahresbericht 2010) ergaben einen Temperaturgradient von 20-25 K. Neue pyrometrische Messungen ergeben jedoch einen Temperaturgradient im Bereich von 90-120 K. Dieser Temperaturunterschied ist nicht nur auf die niedrige

---

Wärmeleitfähigkeit der Schicht zurückzuführen, sondern auch auf die Messmethodik mittels des Thermoelements. Die Thermoelementmessungen müssen unter Anderen aus folgenden Gründen kritisch betrachtet werden: Thermoelemente führen in der Regel Wärme über ihre Zuleitung ab, hier wird jedoch Wärme über die Zuleitung zugeführt, was die Temperatur des Thermoelements erhöht. Das liegt zum Einen an den Thermo-elementführungen, welche aus Aluminiumoxid bestehen und eine vergleichsweise hohe Wärmeleitfähigkeit besitzen, zum Anderen an der Methode des rückseitigen Heizens, so wird die Thermoelementspitze über Wärmestrahlung miterhitzt. Die sich so einstellende Gleichgewichtstemperatur an der Thermoelementspitze, liegt somit um ein höher als die Probenvorderseite.

Für die neue Messung der Oberflächentemperatur wird das Prinzip der Quotientenpyrometrie oder auch 2-Farben-Prinzip verwendet. Bei diesem Prinzip wird emissionsgrad unabhängig an zwei nebeneinander liegenden Wellenlängen gemessen. Mit Hilfe des Plank'schen Strahlungsgesetzes und der Wien'schen Näherung lässt sich die Temperatur über gemessene Strahlungsintensitäten bestimmen. Unten stehende Gleichung (1.1) veranschaulicht die zu Grunde liegende Theorie.

$$T_P = \frac{c \cdot h \cdot (\lambda_1 - \lambda_2)}{k \cdot \lambda_2 \lambda_1 \cdot \log\left(\frac{S_1}{S_2}\right) + 5 \cdot \log\left(\frac{\lambda_1}{\lambda_2}\right) + \log\left(\frac{\epsilon_2}{\epsilon_1}\right)} \quad (1.1)$$

Ein grosser Vorteil bei der Verwendung dieser Methode ergibt sich aus der einfachen Umsetzung, da der vorhandene Messaufbau verwendet werden kann.

Die Ergebnisse der Berechnungsmethode können den vorherigen Grafiken entnommen werden, dort ist in der Legende die mit Hilfe von Gl.(1.1) berechnete Oberflächentemperatur angegeben. Eine detailliertere Beschreibung dieser Methode ist den institutseigenen Veröffentlichungen zu entnehmen.

### 1.3. Thermozyklierung am Plasmawindkanal Phase 1

Am Institut für Thermodynamik der Universität der Bundeswehr München wird ein Plasmawindkanal betrieben. Das Kernstück dieser Forschungsanlage ist der Plasmabrenner, dessen Schnittbild in Abbildung II.7 dargestellt ist. Mit ihm kann Luft über einen elektrischen Lichtbogen erhitzt und anschließend durch eine Lavaldüse entspannt werden. Die maximal zugeführte elektrische Leistung beträgt 250 kW, somit wird eine spezifische Ruheenthalpie des Gases bis zu 20 MJ/kg erreicht. Der zugeführte Gasmassenstrom kann in weiten Bereichen eingestellt werden und beträgt maximal 50 g/s. Die Betriebszeit ist lediglich durch den Gasflaschenvorrat begrenzt.

Die Versuchsplanung für die anstehende Charakterisierung wurde 2010 erstellt und mit allen Partnern und Unterauftragnehmern abgestimmt. Abbildung II.8 zeigt eine Übersicht über die zu testenden Proben innerhalb der ersten Projektphase.

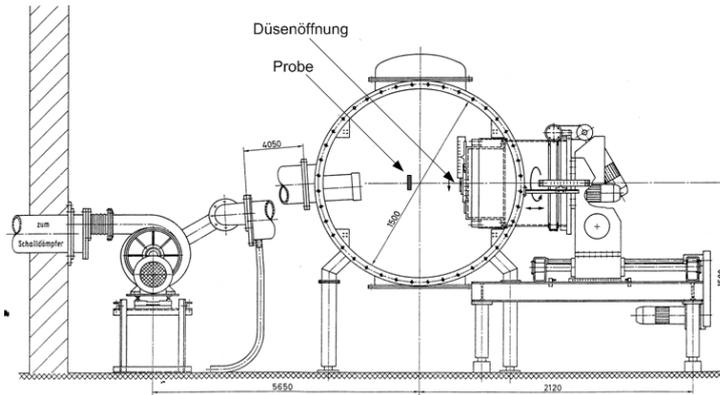


Abbildung II.7.: Schem. Darstellung des Plasmawindkanals mit angeschlossener Abgasstrecke

Die im Rahmen des Projekts zu untersuchenden Schichtsysteme wurden für die Zyklerversuche auf einem plattenförmigen, metallischen Substrat (HastX) aufgebracht und in zwei Schichtstärken ( $500\ \mu\text{m}$  und  $1000\ \mu\text{m}$ ) hergestellt. Die Substratgeometrie beträgt  $50 \times 70\ \text{mm}^2$  bei einer Dicke von  $5\ \text{mm}$ . Für die Versuche am PWK wird eine angepasste konkav/konvexe Düse mit einem Flächenverhältnis von  $A_e/A_t = 1,04$  und einem Luftmassenstrom von  $m_{ges} = 18,5\ \text{g/s}$  verwendet. Der Abstand der Probe zum Düsenaustritt beträgt ca.  $128\ \text{mm}$ .

Während der Versuche werden die Proben in den ortsfesten Heißgasstrahl eingebracht, in dem sie für eine Dauer von  $5\ \text{min}$  verbleiben. Anschließend werden die Proben aus dem Strahl bewegt und  $2\ \text{min}$  passiv gekühlt. Die Zyklisierung wird bis zum Schichtversagen durchgeführt, das anhand des optischen Eindrucks der Probenoberfläche oder eines Temperaturanstiegs an der Probenrückseite durch den Anlagenbediener beurteilt wird. Die Temperatur der Probenoberfläche wird während des Versuchs pyrometrisch (Pyrometertyp: Heitronics KT 19.II) erfasst und konstant bei ca.  $1450^\circ\text{C}$  gehalten. Die Messung der Rückseitentemperatur erfolgt durch ein Thermoelement, Typ K, das in die rückseitige Nut der Probe eingebracht ist.

Die geforderte Temperatur der Probenrückseite von ca.  $1050^\circ\text{C}$  wird am Aufbau, bei den Proben mit einer Schichtdicke von  $500\ \mu\text{m}$ , ohne zusätzliche Kühlung erreicht. Bei den Proben mit einer Schichtdicke von  $1000\ \mu\text{m}$  konnte auf Grund der verstärkten thermischen Isolierung nur eine Rückseitentemperatur von  $950^\circ\text{C}$  erreicht werden. Die Brennerleistung wurde für alle  $500\ \mu\text{m}$  starken Schichten konstant gehalten. Für die  $1000\ \mu\text{m}$  Schichten wurde zur Temperaturanpassung die Referenzprobe (REF M10 S-1) verwendet und die Brennerleistung erhöht, bis sich als Oberflächentemperatur die maximal zulässigen  $1450^\circ\text{C}$  einstellen.

Test Specimen Matrix - WING TBC Phase I												
TBC Systems	Reference Standard YSZ		System 1 YSZ + Fully Stabilized Zirconia		System 2 YSZ + Pyrochlore		System 3 YSZ + Perovskite					
	500µm	1000µm	500µm	1000µm	500µm	1000µm	500µm	1000µm	500µm	1000µm	1000µm	
ALSTOM	S	Standard FCT Tests	5	2	6	2	6	2	6	2	2	92
	V	with YPS bond coat	5	2	6	2	6	2	6	2	2	
	I	with 3D interface	5	2	6	2	6	2	6	2	2	
	P	With laser printing	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
	C	with chemistry improvement	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
R	with different roughness	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
Julich	S	Standard Burner Rig Tests	2	2	2	2	2	2	2	2	2	32
	C	with Chemistry improvement	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
	P	with laser printing	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
	R	with different roughness	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
BW Uni	S	Standard Plasma Rig Tests	2	2	2	2	2	2	2	2	2	32
	C	Emissivity with Chemistry improvement	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
	E	Emissivity	2	2	2	2	2	2	2	2	2	
Freiberg	S	Physical Properties	3	3	3	3	3	3	3	3	3	21
	C	Chemistry improvement	3	3	3	3	3	3	3	3	3	

Abbildung II.8.: Übersicht über die zu testenden Proben innerhalb der ersten Projektphase entsprechend der Planung 2010 (Phase 1).

### 1.3.1. Ergebnisse der Thermozyklierung

Sämtliche Proben aus Phase 1 konnten erfolgreich zyklert werden und die Ergebnisse sind den folgenden Grafiken zu entnehmen.

In der Abb. II.36 ist die maximale Zyklenanzahl der einzelnen Schichtsysteme übersichtlich dargestellt. Als weitere Information wurde der Zeitpunkt der ersten Schädigung und das Ende des Gasvorrats angegeben. Eine erste Schädigung kann zum Beispiel ein Abplatzen der Schicht im Randbereich sein. Dies gilt in den folgenden Versuchen nicht mehr als Versagenskriterium und die Probe wird weiter zyklert, daher liegt die Gesamtzyklenanzahl in einzelnen Fällen deutlich höher.

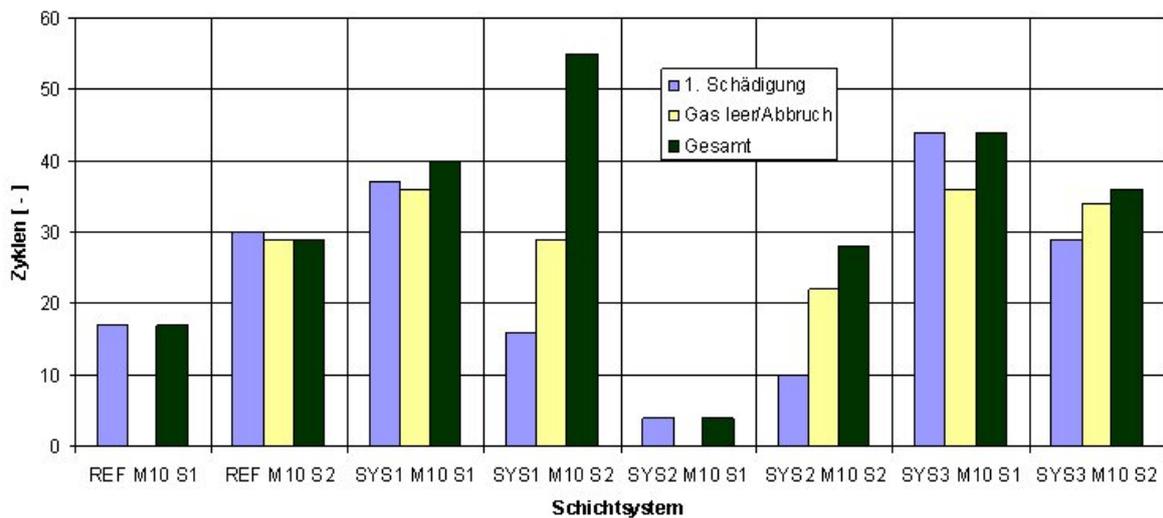
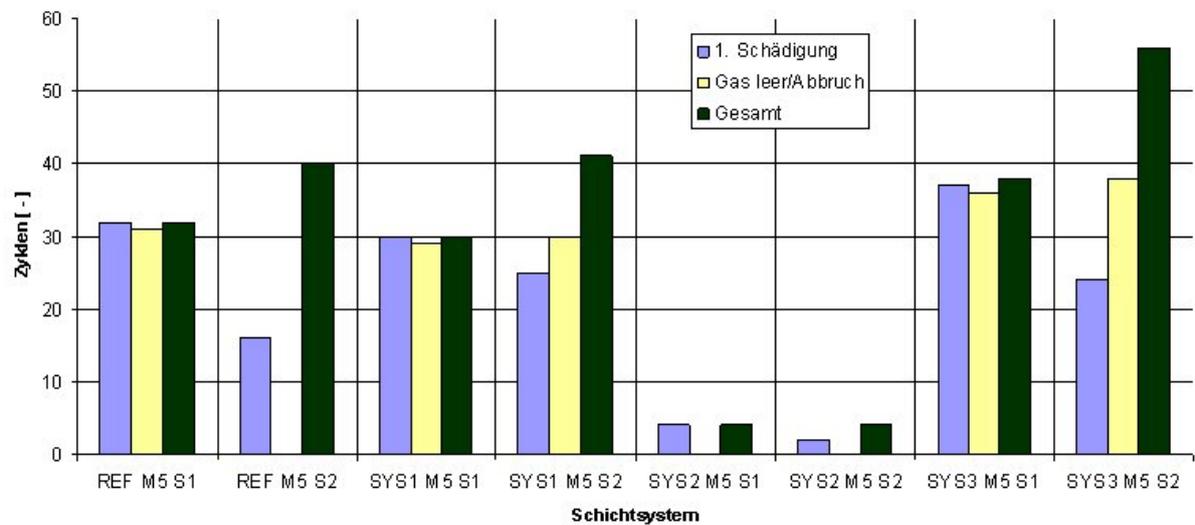


Abbildung II.9.: Übersicht des Zeitpunkts erste Schädigung, Unterbrechung und Gesamtzyklenanzahl.

Die Ergebnisse des Plasma Rig Tests stimmen mit den bisherigen Furner Cycle Testergebnissen der anderen Projektpartner sehr gut überein. Bei beiden Test lagen die

Gesamtzyklen der LAZO-Proben deutlich niedriger, verglichen zu den anderen Systemen.

In beinahe allen Fällen konnte ein erstes Schichtversagen im Randbereich des Thermoelementschlitzes beobachtet werden, ein unmittelbarer Zusammenhang ist nicht auszuschließen. So kann es auf Grund der reduzierten Materialstärke am Thermoelementschlitz zu stärkeren thermisch induzierten mechanischen Spannungen kommen, die zu einem schnelleren Abplatzen der Schicht führen. Um eventuelle ungleichmäßig auftretende Wärmeströme auf die Probe auszuschließen, welche ebenfalls zu unterschiedliche mechanische Spannungen führen können, wurden zwei Proben (Abb. II.47 und II.25) um 180° gedreht, so dass der Thermoelementschlitz sich auf der oberen Kante befindet. Dennoch wurde auch hier bei der Probe SYS1 M10 S2 ein Schichtversagen im Bereich des Randbereiches festgestellt. Für eine genauere Bewertung, müssen noch zwei weitere Proben auf diese Weise zyklert werden.

Schichtsystem	Temperatur [°C]				Zyklenanzahl
	Mittelwert Oberfläche	Maximum Oberfläche	Mittelwert Rückseite	Maximum Rückseite	
REF M5 S-1	1450	1492	1037	1058	32 (31)
REF M5 S-2	1322	1381	1060	1087	40
SYS1 M5 S-1	1448	1553	1039	1062	30 (29)
SYS1 M5 S-2	1453	1488	1041	1062	41 (30)
SYS2 M5 S-1	1383	1440	1037	1057	4
SYS2 M5 S-2	1374	1408	995	1021	4
SYS3 M5 S-1	1369	1405	1050	1074	38 (36)
SYS3 M5 S-2	1400	1442	1043	1070	56 (38)
REF M10 S-1	1444	1499	920	944	17
REF M10 S-2	1513	1535	871	894	29 (29)
SYS1 M10 S-1	1458	1523	920	985	40 (36)
SYS1 M10 S-2	1454	1489	929	951	55 (29)
SYS2 M10 S-1	1352	1433	912	982	4
SYS2 M10 S-2	1477	1535	934	956	28 (22)
SYS3 M10 S-2	1483	1503	980	1008	36 (34)

Abbildung II.10.: Übersicht der einzelnen Temperaturwerte während eines Versuchs.

Ein Vergleich des Endes des Gasvorrates in Abb.II.36 mit der Gesamtzyklenanzahl und den Zeitpunkt des ersten Schadens zeigt, dass häufig bei Wiederaufnahme der Zyklertung, ein Schichtversagen schon während des Aufwärmvorgangs auftritt. Eine mögliche Ursache und Lösung dieses Problems gibt Kapitel 1.5.2.

Um eventuell auftretende unterschiedliche thermische Belastungen der Proben zu identifizieren, wurde in Abb.II.37 zu jeder Probe die gemittelte Temperatur und die maximale

Temperatur jeweils für die Vorder- und Rückseite angegeben. Bei den Proben mit 1000  $\mu\text{m}$  Schichtdicke liegt die Rückseitentemperatur auf Grund des reduzierten Wärmestromes durch die Probe ca. 100 K niedriger. Die grau hinterlegten Werte sind der neuesten Zyklisierung zuzuordnen. Einen exemplarischen zeitlichen Verlauf der Temperatur zeigt Abb. II.48, dabei zeigt sich, dass die geforderte Vorder- und Rückseitentemperatur sehr gut konstant gehalten werden kann.

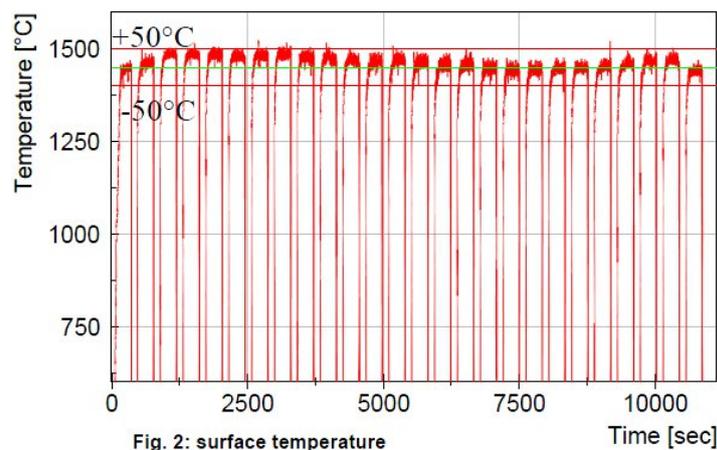
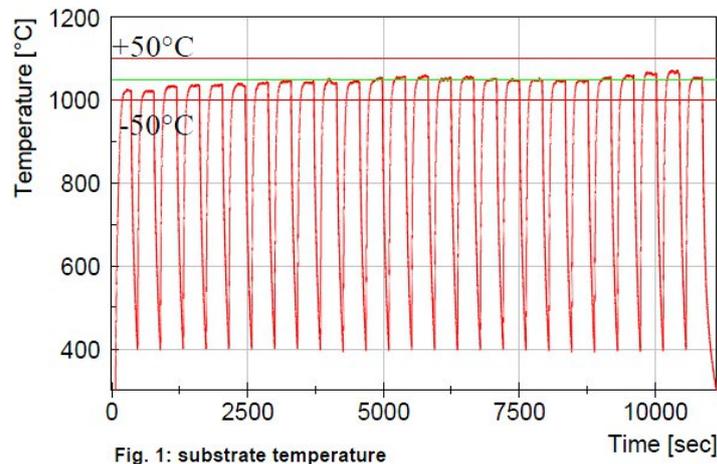


Abbildung II.11.: Zeitlicher Temperaturverlauf während einer Zyklisierung der Probe SYS1 M5 S2.

Die Schädigung der unterschiedlichen Beschichtungssystem können den folgenden Abbildungen II.40 - II.27 entnommen werden. Zusätzlich zu den Fotografien, wurde bei der neuesten Zyklisierung auch die Information aufgenommen, bei welchem Zyklus eine Schädigung eintrat. Auf diese Weise ist eine bessere Unterscheidung der einzelnen Versagenkriterien möglich. Vor allem die auftretenden Randeffecte und ein anschließendes Hineinwachsen des Schadens zur Probenmitte hin, sind im Vergleich zu einem sofortigen Schichtversagen in der Probenmitte zu unterscheiden.

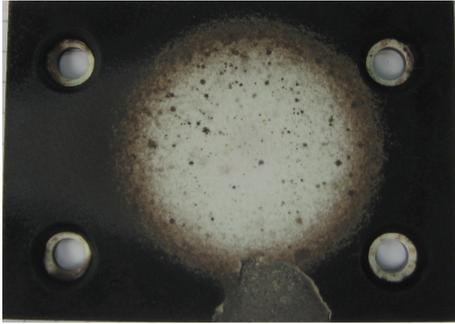


Abbildung II.12.: YSZ (18%) (S1 500  $\mu\text{m}$ )

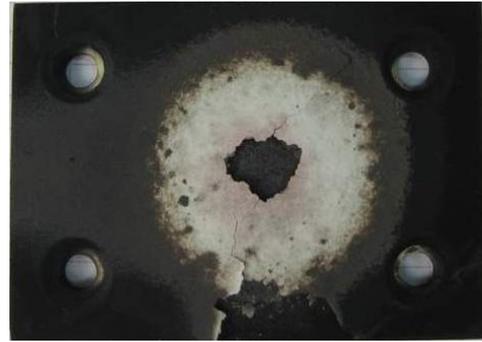


Abbildung II.13.: YSZ (18%) (S2 500  $\mu\text{m}$ )



Abbildung II.14.: YSZ (18%) / FSZ (S1 500  $\mu\text{m}$ )

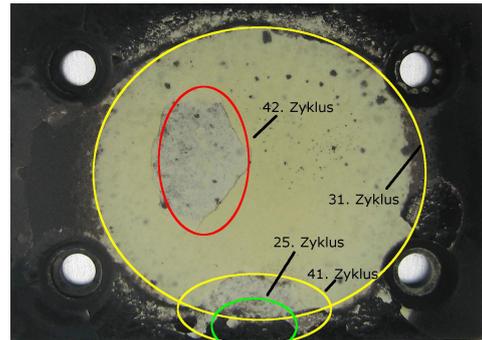


Abbildung II.15.: YSZ (18%) / FSZ (S2 500  $\mu\text{m}$ )



Abbildung II.16.: YSZ (18%) / LAZO (S1 500  $\mu\text{m}$ )



Abbildung II.17.: YSZ (18%) / LAZO (S2 500  $\mu\text{m}$ )



Abbildung II.18.: YSZ (18%) / GLAO (S1 500  $\mu\text{m}$ )

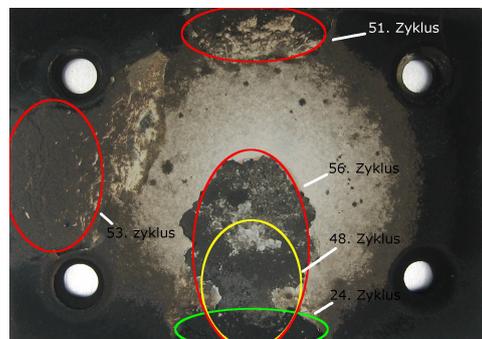


Abbildung II.19.: YSZ (18%) / GLAO (S2 500  $\mu\text{m}$ )



Abbildung II.20.: YSZ (18%) (S1 1000  $\mu\text{m}$ )

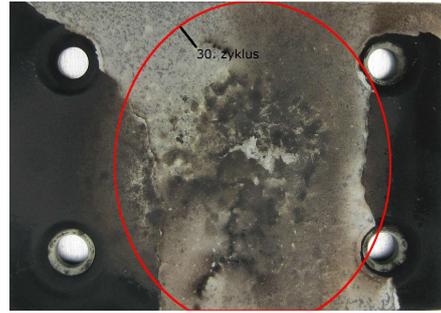


Abbildung II.21.: YSZ (18%) (S2 1000  $\mu\text{m}$ )

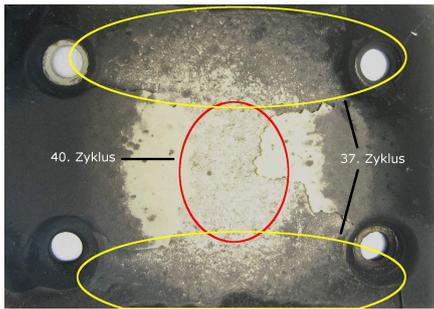


Abbildung II.22.: YSZ (18%) / FSZ (S1 1000  $\mu\text{m}$ )

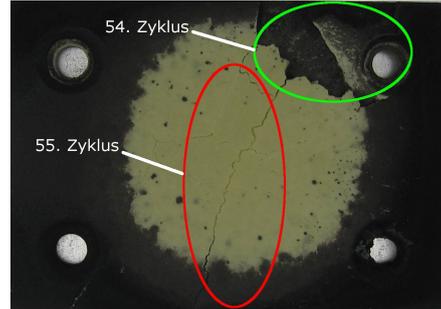


Abbildung II.23.: YSZ (18%) / FSZ (S2 1000  $\mu\text{m}$ )

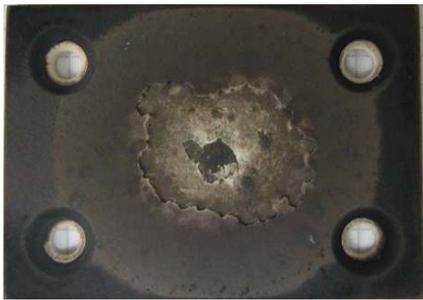


Abbildung II.24.: YSZ (18%) / LAZO (S1 1000  $\mu\text{m}$ )

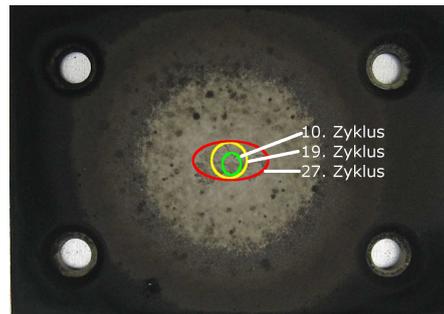


Abbildung II.25.: YSZ (18%) / LAZO (S2 1000  $\mu\text{m}$ )



Abbildung II.26.: YSZ (18%) / GLAO (S1 1000  $\mu\text{m}$ )

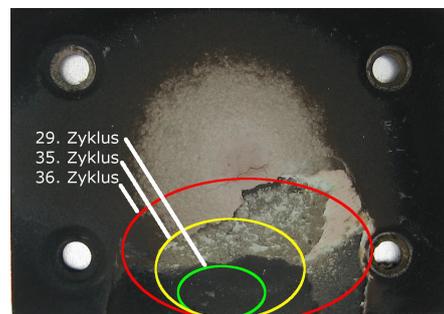


Abbildung II.27.: YSZ (18%) / GLAO (S2 1000  $\mu\text{m}$ )

---

## 1.4. Thermografie Untersuchung

Bisher konnte keine Aussage über die qualitative Temperaturverteilung auf der Probenoberfläche während des Zyklerversuchs getroffen werden. Zur besseren Charakterisierung der Versuchsbedingungen wurde hierfür eine Wärmebildkamera für die hohen Temperaturen kalibriert und in den Zyklerversuch integriert. Mit Kenntnis der qualitativen Temperaturverteilung lässt sich somit eine Aussage über die thermisch induzierten Spannungen innerhalb der Wärmedämmschicht treffen und gegebenenfalls numerisch berechnen.

### 1.4.1. Kalibrierung der Wärmebildkamera

Eine Kalibrierung ist immer dann notwendig, wenn ein Messsignal einer bestimmten physikalischen Größe zugeordnet werden soll. In diesem Fall wird jedem Pixel, entsprechend der Signalstärke, ein Grauwert zugeordnet. Die Signalantwort des Detektors bei Auftreffen von Strahlung verhält sich nicht linear, was eine Kalibrierung mit Hilfe eines Körpers bei bekannter Objekttemperatur erfordert.

Auf Grund der hohen Oberflächentemperatur der Wärmedämmschichten während des Versuchs, ist auch der Anteil der elektromagnetischen Strahlung im nahen Infrarot stark erhöht. Die hier verwendete Wärmebildkamera weist im nahen Infrarot die höchste Detektorempfindlichkeit auf, um ein Übersteuern des Detektors zu vermeiden und somit den gesamten Dynamikbereich ausnützen zu können, ist es notwendig die auf den Detektor auftreffende Strahlung mittels eines Filters abzuschwächen.

Als Kalibrierquelle diente ein schwarzer Körper in einem Ofen, dessen Temperatur mittels eines Thermoelements (Typ B) gemessen und geregelt wurde. Der verwendete schwarze Körper, wurde auch bei der Messung des spektralen Epsilons verwendet (siehe vorherige Zwischenberichte) und kann auf eine Temperatur von  $600^{\circ}\text{C}$  bis  $1300^{\circ}\text{C}$  aufgeheizt werden. Der Versuchsaufbau zur Kalibrierung wurde so gewählt, das die Gegenstandsweite der Distanz während des Zyklerversuchs entspricht. Die Blickrichtung der Wärmebildkamera wurde senkrecht zur Öffnung des schwarzen Körpers gewählt, siehe Abb. II.28. Als Filter wurde ein Polfilter verwendet und direkt vor dem Kameraobjektiv positioniert.

Für die Versuchsdurchführung wurde die kameraeigene Kalibriersoftware verwendet. Hierzu wurde die Strahlungsintensität über 80 % des Öffnungsquerschnitts (Verringerung Randeffekte) des schwarzen Körpers gemittelt und dem Ofen-Körper-System zum Erreichen eines konstanten Temperaturniveaus ausreichend Zeit gegeben, um somit eventuellen Schwankungen des Messwertes vorzubeugen. Für die Aufnahme einer Kalibrierkurve erfolgte eine schrittweise Temperaturerhöhung um  $100^{\circ}\text{C}$ , wobei zu jedem Temperaturwert der zugehörige Grauwert erfasst wurde. Nach dem genügend Messpunkte vorhanden waren, konnte mit Hilfe der Kamerasoftware eine Kalibrierkurve ermittelt werden (Abb. II.29).

Auf Grund der Schwarzkörper Kalibrierung besteht nun eine unmittelbarer Zusammenhang von Grauwert zu Temperatur und ein Übersteuern der Kamera, bei den hohen Temperaturen am Plasmawindkanal, kann ausgeschlossen werden. Auf diese Weise wird

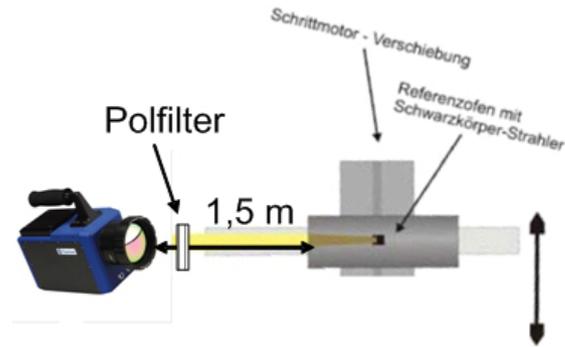


Abbildung II.28.: Versuchsaufbau zur Kalibrierung der Wärmebildkamara mit Hilfe eines schwarzen Körpers.

der volle Dynamikbereich der Kamera ausgenutzt und die Messwerte hin zu höheren Temperaturen können extrapoliert werden.

Weitere Unsicherheitsfaktoren bei der Messung mit der Wärmebildkamera sind der Emissionskoeffizient und die Winkelabhängigkeit des Selbigen. Da die Kalibrierung an einem Schwarzkörper ( $\epsilon_\lambda = 1$ ) erfolgte und die winkelabhängigkeit des Emissionskoeffizienten der Wärmedämmschicht im Spektralbereich ( $2,5 \mu m - 5,1 \mu m$ ) nicht bekannt ist, erfolgt eine Temperaturanpassung mit Hilfe der parallel durchgeführten Pyrometermessung. Hierzu wurde das mit der Wärmebildkamera gemessene Temperaturprofil so angepasst, dass es mit der punktförmigen Pyrometermessung übereinstimmt. Die Nichtlinearität der Grauwert-Temperatur-Abhängigkeit wird somit weiterhin berücksichtigt und die Winkelabhängigkeit ist bei einem festen Versuchsaufbau nicht mehr relevant.

Kameramodell	FLIR Titanium
Detektor Empfindlichkeitsbereich [ $\mu m$ ]	2,5 bis 5,1
Dynamischer Bereich	16 bit
Auflösung	320 x 256 pixel
Frequenz [Hz]	25 - 300

Tabelle II.3.: Techn. Spezifikationen der verwendeten Wärmebildkamera FLIR Titanium.

#### 1.4.2. Ergebnisse der Thermografie Untersuchung

Während der ersten Zyklisierung der Referenzprobe (REF-M5-S1) wurden Thermografiebilder der Wärmedämmschicht aufgenommen und mit der Pyrometermessung gekoppelt.

In Abbildung II.30 und II.31 ist die qualitative Temperaturverteilung zu unterschiedlichen Versuchszeiten dargestellt. Insbesondere zu Beginn des Aufheizvorgangs bildet sich ein parabelförmiger Temperaturverlauf auf der Probenoberfläche aus, mit einem Maximum in der Mitte und einer zu den Probenrändern hin stark abfallenden Temperaturflanke.

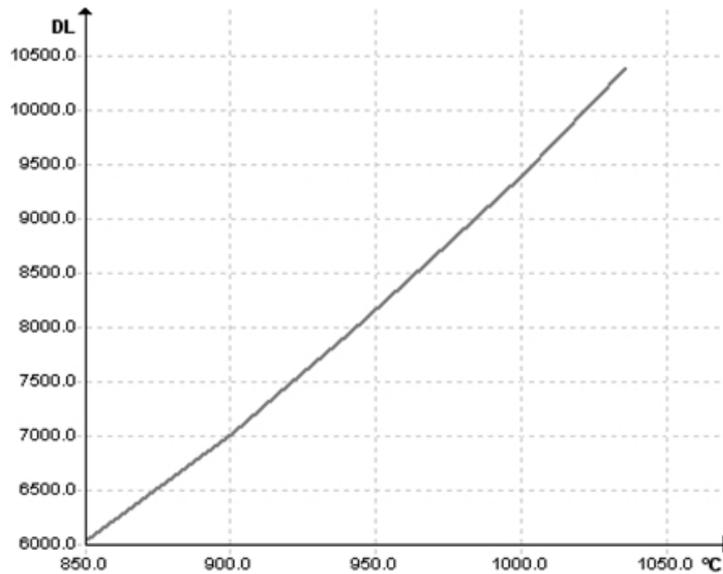


Abbildung II.29.: Verwendete Kalibrierkurve zur Umrechnung der Grauwerte in Temperaturwerte.

Durch die im Vergleich zu dem geringeren Querschnitt des Staubereichs große Probenoberfläche, kommt es zu einem erhöhten nach außen gerichteten radialen Wärmetransport, wodurch sich nur eine kleine Fläche konstanter heißer Oberflächentemperatur ausbildet. Mit zunehmender Versuchszeit nimmt auch die Temperatur an den Flanken zu und der Temperaturgradient entlang der Oberfläche reduziert sich leicht. Weiterhin ist der Abb. II.30 der Messflächenquerschnitt des Pyrometers zu entnehmen, hier in schwarz (Probenmitte) angedeutet. Der Wert  $t = 81$  s entspricht der Dauer, die benötigt wird, bis sich ein stationärer Temperaturwert in der Probenmitte eingestellt hat.

Quantitative Temperaturwerte radial zur Oberfläche sind der Abb. II.32 zu entnehmen, jeweils zu einer Versuchszeit  $t = 80$  s und  $t = 120$  s. Mit zunehmender Versuchszeit zeigt sich in der Probenmitte ein scheinbarer Temperatureinbruch, welcher mit Hilfe der parallel durchgeführten Pyrometermessung nicht nachgewiesen werden konnte. Eine mögliche Ursache für diesen Einbruch könnte ein erniedrigter Emissionskoeffizient sein, wodurch weniger Strahlung auf den Detektor gelangt und ein scheinbarer Temperatureinbruch gemessen wird. Bekräftigt wird diese Annahme durch die früheren Messungen des spektralen Epsilons, hier zeigte sich ebenfalls bei erhöhter Probenoberfläche ein reduzierter Emissionskoeffizient im Wellenlängenbereich  $2,5 \mu\text{m} - 3,5 \mu\text{m}$ , was sich mit dem Empfindlichkeitsbereich der Wärmebildkamera deckt (Abb. II.33).

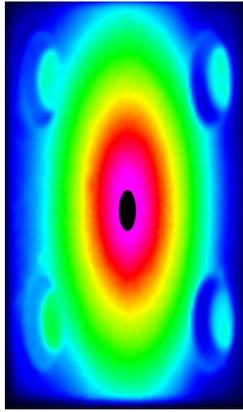


Abbildung II.30.: Thermografie-Aufnahme der Wärmedämmschicht nach einer Versuchszeit von  $t = 81$  s.

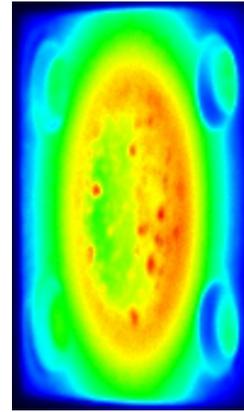


Abbildung II.31.: Thermografie-Aufnahme der Wärmedämmschicht nach einer Versuchszeit von  $t = 151$  s.

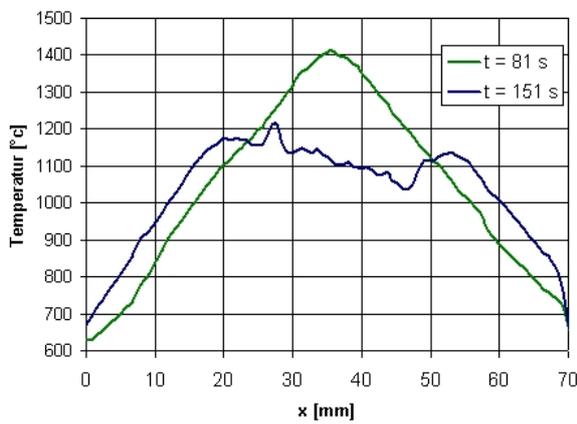


Abbildung II.32.: Oberflächentemperatur der Wärmedämmschicht zu verschiedenen Versuchszeiten.

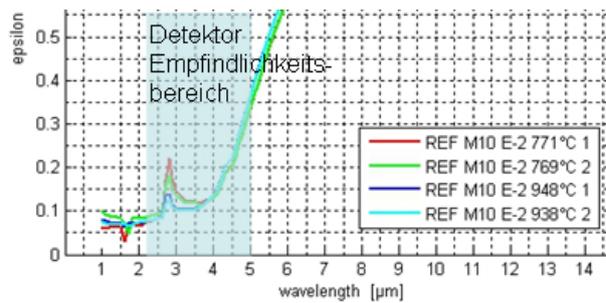


Abbildung II.33.: Temperaturabhängigkeit des spektralen Emissionskoeffizienten der YSZ-Schicht.

---

## 1.5. Thermozyklierung am Plasmawindkanal Phase 2

Auf Basis der Ergebnisse aus Phase I des Projekts wurde im Mai 2012 gemeinschaftlich entschieden, die Untersuchungen an den Systemen 1 (FYSZ) und 3 (GLAO) weiterzuführen. Des Weiteren sollte ein GLAO-System mit verbesserter chemischer Zusammensetzung (System 3b) sowie Titanzirkonat (TiZO; System 4) untersucht werden (vgl. Abbildung 1). Bei den bekannten Systemen wurde das Schichtdickenverhältnis Zwischenschicht / Deckschicht gegenüber Phase I verändert.

Die aktualisierte Testmatrix für die Projektphase II wurde bereits im Zwischenbericht VI (RRD) (1.1.2012 - 31.6.2012) präsentiert und ist an dieser Stelle erneut gezeigt (vgl. II.34).

Die im Rahmen des Projekts zu untersuchenden Schichtsysteme wurden für die Zyklerversuche auf einem plattenförmigen, metallischen Substrat (HastX) aufgebracht und in zwei Schichtstärken (500  $\mu\text{m}$  und 1000  $\mu\text{m}$ ) hergestellt. Die Substratgeometrie beträgt  $50 \times 70 \text{ mm}^2$  bei einer Dicke von 5 mm. Für die Versuche am PWK wird eine angepasste konkav/konvexe Düse mit einem Flächenverhältnis von  $A_e/A_t = 1,04$  und einem Luftmassenstrom von  $m_{ges} = 18,5 \text{ g/s}$  verwendet. Der Abstand der Probe zum Düsenaustritt beträgt ca. 128 mm.

Während der Versuche werden die Proben in den ortsfesten Heißgasstrahl eingebracht, in dem sie für eine Dauer von 5 min verbleiben. Anschließend werden die Proben aus dem Strahl bewegt und 2 min passiv gekühlt. Die Zyklierung wird bis zum Schichtversagen durchgeführt, das anhand des optischen Eindrucks der Probenoberfläche oder eines Temperaturanstiegs an der Probenrückseite durch den Anlagenbediener beurteilt wird. Die Temperatur der Probenoberfläche wird während des Versuchs pyrometrisch (Pyrometertyp: Heitronics KT 19.II) erfasst und konstant bei ca.  $1450^\circ\text{C}$  gehalten. Die Messung der Rückseitentemperatur erfolgt durch ein Thermoelement (Typ K), das in die rückseitige Nut der Probe eingebracht ist.

Die geforderte Temperatur der Probenrückseite von ca.  $1050^\circ\text{C}$  wird am Aufbau, bei den Proben mit einer Schichtdicke von 500  $\mu\text{m}$ , ohne zusätzliche Kühlung erreicht. Bei den Proben mit einer Schichtdicke von 1000  $\mu\text{m}$  konnte auf Grund der verstärkten thermischen Isolierung nur eine Rückseitentemperatur von ca.  $910^\circ\text{C}$  erreicht werden. Die Brennerleistung wurde für alle 500  $\mu\text{m}$  und 1000  $\mu\text{m}$  starken Schichten konstant gehalten.

### 1.5.1. Thermische Zyklierung

Für Phase 2 wurden folgende Schichtsysteme und Schichtdickenverhältnisse für die thermische Zyklierung verwendet:

Als exemplarische Beschreibung der Tabelle II.4 wird die TiZO-Probe mit der Schichtdicke 500  $\mu\text{m}$  gewählt, hierbei besteht die erste Keramikschicht nach der Haftvermittlerschicht aus 333  $\mu\text{m}$  (2/3 von 500  $\mu\text{m}$ ) YSZ und die zweite oberste Keramikschicht aus 167  $\mu\text{m}$  (1/3 von 500  $\mu\text{m}$ ) TiZO.

## Test Specimen Matrix - WING TBC Phase II

TBC Systems	Reference Standard YSZ		System 1 YSZ + Fully Stabilized Zirconia <i>1/2 YSZ, 1/2 FYSZ</i>		System 3 YSZ + GLAO <i>1/2 YSZ, 1/2 GLAO</i>		System 3b YSZ + improved GLAO <i>1/3 YSZ, 2/3 GLAO</i>		System 4 YSZ + TiZO <i>2/3 YSZ, 1/3 TiZO</i>	
	500µm	1000µm	500µm	1000µm	500µm	1000µm	500µm	1000µm	500µm	1000µm
ALSTOM	Total Ceramic Thickness									
	S1		2	2	2	2	1	1	1	1
	S2		2	2	2	2	1	1	1	1
Jülich	I	3	3	3	3	3	2	2	2	2
	K	4	4	4	4	4	2	2	2	2
		4	4	4	4	4	2	2	2	2
BW Uni	S	2	2	2	2	2	1	1	1	1
	E	4	4	2	2	2	1	1	1	1
Freiberg	PP	10	10	10	10	10	5	5	5	5
RRD	K	2	2	2	2	2	1	1	2	2
	S3	2	2	2	2	2	1	1	2	2

Thickness ratio 2/3 YSZ and 1/3 TiZO fixed  
 Thickness ratio for other systems tbd. maybe 1/2 YSZ and 1/2 top coat material for FYSZ and GLAO  
 Thickness ratio for improved GLAO 1/3 YSZ and 2/3 improved GLAO fixed

Abbildung II.34.: Testmatrix für Projektphase 2.

Schichtdicke	System	FSZ	GLAO	GLAO impr.	TiZO
500 $\mu\text{m}$	YSZ	1/2	1/2	1/3	2/3
	System	1/2	1/2	2/3	1/3
1000 $\mu\text{m}$	YSZ	1/2	1/2	2/3	2/3
	System	1/2	1/2	1/3	1/3

Tabelle II.4.: Für die Phase 2 verwendeten Schichtsysteme und Schichtdickenverhältnisse, exklusive der zwei Referenzproben für jede Schichtdicke.

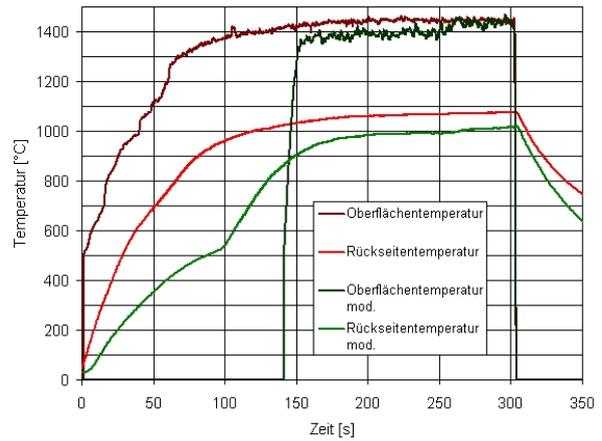
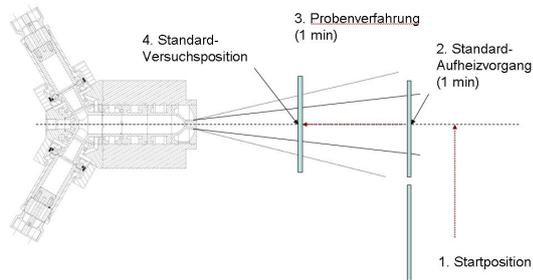
### 1.5.2. Modifizierter Aufheizzyklus

Für den Plasma-Rig-Test ist der Gasvorrat begrenzt und die Zyklisierung muss unterbrochen werden, um die Gasflaschen wieder durch den Kompressor zu befüllen. Bei der Zyklisierung der Proben aus Phase 1 zeigte sich, dass die Lebensdauer der Proben höher ist, als die zur Verfügung stehende Versuchszeit. Nach der Wiederaufnahme der Zyklisierung und bei Beginn des Aufwärmzyklus kam es häufig zu einem plötzlichen Abplatzen der Schicht, entweder nur in den Randbereichen oder aber mittig, so dass die Zyklisierung beendet werden musste.

Eine Ursache dieses plötzlichen Schichtversagens können starke Temperaturgradienten radial zur Probenoberfläche sein. Zu Beginn des Aufwärmzyklus befindet sich die Probe auf Raumtemperatur und eine Erwärmung der Probe findet zunächst mittig statt. Auf diese Weise sind die Randbereiche der Probe noch auf beinahe Raumtemperaturniveau, während die Mitte der Probe schon auf ca. 500°C aufgeheizt wurde. Dieser Temperaturgradient führt wiederum zu starken mechanischen Spannungen innerhalb der Schicht, welche ein vorzeitiges Versagen hervorrufen können.

Eine Lösung dieses Problems bietet ein modifizierter Aufwärmvorgang, bei dem die Probe mit einem größeren Abstand zur Düsenöffnung in den Freistrahls gefahren wird. Auf diese Weise ist der Querschnitt des Freistrahls deutlich größer, was wiederum zu einer gleichmäßigeren Erhitzung der Probe führt. Anschließend werden die Gasmassenströme und die elektrische Leistung auf den gewünschten Wert eingestellt und die Probe langsam auf Versuchsposition gefahren. Eine schematische Darstellung dieses Vorgangs zeigt Abb. II.35. Der modifizierte Aufwärmvorgang unterscheidet sich zum Vorherigen nur durch eine vergrößerte Distanz Düse-Probe. Nach dem einminütigen ( $t_v = 1 \text{ min}$ ) Standardaufwärmvorgang an der Position 2, wird die Probe innerhalb einer Minute auf die Standardversuchsposition gefahren.

Den unterschiedlichen Temperaturverlauf während des Aufheizens zeigt Abb. II.35, mit Hilfe des modifizierten Aufwärmzyklus steigt die Probenrückseitentemperatur deutlich langsamer an, wodurch auch die thermisch induzierten Spannungen in der Schicht verringert werden.



(a) Schematische Darstellung des Aufwärmvorgangs.

(b) Vergleich alter und modifizierter Aufwärmvorgang.

Abbildung II.35.: Schematische Darstellung des Aufwärmvorgangs und der dazugehörige Vergleich der Proben temperatur.

Die Temperatur auf der Probenvorderseite kann zu Beginn des Aufwärmzykluses nicht bestimmt werden, da das Pyrometer über einen Spiegel auf der Probenvorderseite misst und die Spiegelposition erst mit der Verfahren des Brennerkopfes in Probenrichtung erreicht wird. Dennoch ist der Abbildung II.35 zu entnehmen, dass nach Erreichen der Versuchsposition die Oberflächentemperatur nur geringfügig, zu der des alten Standardaufheizvorgangs, abweicht. Im weiteren Versuchsverlauf ist keinerlei Abweichung im Temperaturverlauf mehr zu erkennen.

### 1.5.3. Ergebnisse der Thermozyklierung

In der Abb. II.36 ist die maximale Zyklenanzahl der einzelnen Schichtsysteme übersichtlich dargestellt. Als weitere Information wurde der Zeitpunkt der ersten Schädigung und das Ende des Gasvorrats angegeben. Eine erste Schädigung kann zum Beispiel ein Abplatzen der Schicht im Randbereich sein, dies gilt nicht mehr als Versagenskriterium und die Probe wird weiter zyklert, daher liegt die Gesamtzyklenanzahl in einzelnen Fällen deutlich höher.

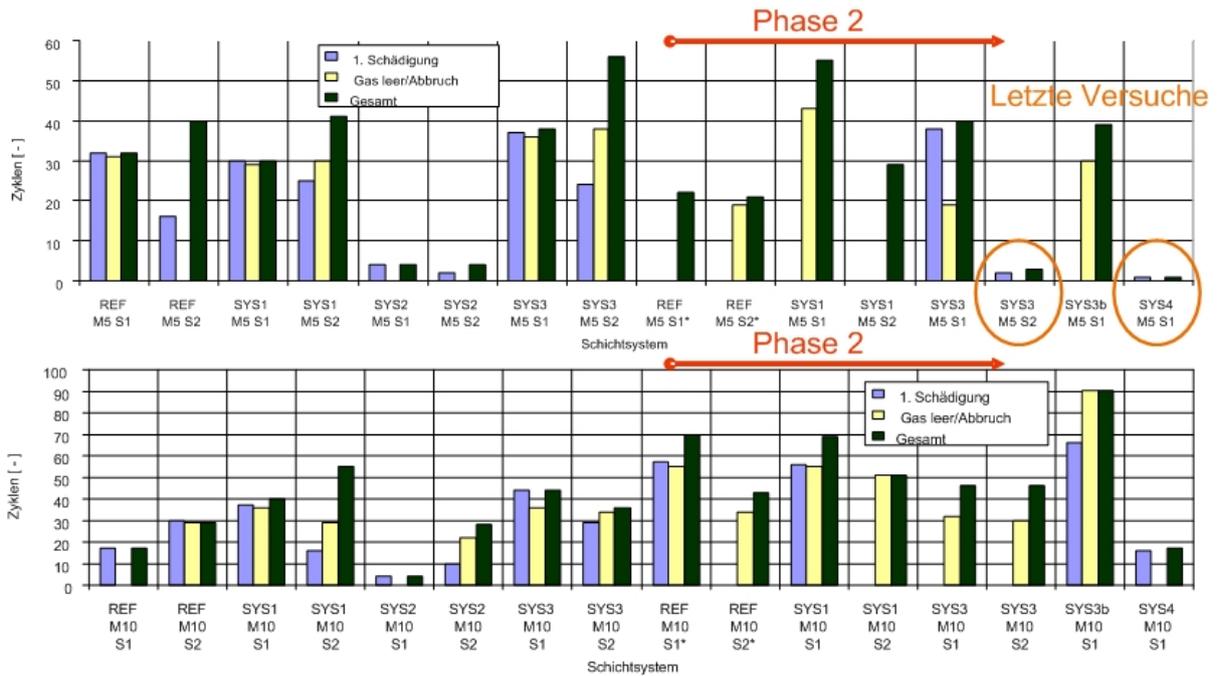


Abbildung II.36.: Übersicht des Zeitpunkts erste Schädigung, Unterbrechung und Gesamtzyklenanzahl (Phase 2).

Die Ergebnisse des Plasma Rig Tests stimmen mit den bisherigen Furnace Cycle Testergebnissen der Projektpartner FZ-Jülich und Alstom sehr gut überein. Bei beiden Tests lagen die Gesamtzyklen der TiZO-Proben deutlich niedriger und die Zyklenzahl des Schichtsystems SYS1 ähnlich hoch wie die des Referenzsystems. Die höchsten Zyklenzahlen weist das System SYS3b auf, dass mit 90 Zyklen noch keine Schädigung aufweist.

Durch Verwendung des modifizierten Aufwärmzykluses kam es zu keinem Schichtversagen im Randbereich, auch ein generelles Schichtversagen nach einem erneuten Aufheizen der kalten Probe konnte nicht mehr festgestellt werden. Dadurch sind die Proben und deren Zyklenzahlen untereinander besser zu vergleichen.

Schichtsystem	Temperatur [°C]				Mittelwert Bondcoat	Zyklusanzahl
	Mittelwert Oberfläche	Maximum Oberfläche	Mittelwert Rückseite	Maximum Rückseite		
REF M5 S-1	1423	1473	1062	1083	1209	23
REF M5 S-2	1407	1435	1051	1096	1196	21
SYS1 M5 S-1	1371	1399	1046	1077	1170	55
SYS1 M5 S-2	1459	1495	1026	1053	1191	29
SYS3 M5 S-1	1400	1477	1048	1077	1206	40
SYS3 M5 S-2	1300	1338	934	951	1098	2
SYS3b M5 S-1	1392	1440	1057	1092	1207	70
SYS4 M5 S-1	1250	1277	1025	1036	1125	1
REF M10 S-1	1444	1503	909	938	1046	70
REF M10 S-2	1428	1483	911	945	1043	43
SYS1 M10 S-1	1404	1454	930	965	1041	61
SYS1 M10 S-2	1456	1523	901	927	1031	69
SYS3 M10 S-1	1416	1474	943	970	1080	46
SYS3 M10 S-2	1422	1462	940	967	1079	45
SYS3b M10 S-1	1409	1466	1022	1058	1134	90
SYS4 M10 S-1	1459	1633	877	908	1042	17

Abbildung II.37.: Übersicht der einzelnen Temperaturwerte während eines Versuchs.

Um unterschiedliche thermische Belastungen der Proben zu identifizieren, wurde in oben stehender Tabelle zu jeder Probe die gemittelte Temperatur und die maximale Temperatur jeweils für die Vorder- und Rückseite angegeben. Bei den Proben mit 1000  $\mu\text{m}$  Schichtdicke liegt die Rückseitentemperatur auf Grund des reduzierten Wärmestromes durch die Probe ca. 100 K niedriger.

Einen exemplarischen zeitlichen Verlauf der Temperatur zeigen Abb. II.48 bis II.51, dabei zeigt sich, dass die geforderte Vorder- und Rückseitentemperatur sehr gut und in sehr engen Grenzen konstant gehalten werden kann.

Für das Schichtsystem SYS3b (GLAO - modifizierte Chemie) ergab sich, im Vergleich zu den vorherigen Referenzschichten, ein untypischer Temperaturgradient entlang der Schichtdicke. Die Brennerleistung und der Gasmassenstrom waren für das Schichtsystem SYS3b ähnlich und die zeitliche Abfolge der Versuche sah folgend aus - REF-M5-S1, SYS3b-M5-S1, REF-M10-S1, SYS3b-M10-S1. Dennoch zeigte sich bei SYS3b eine deutlich erhöhte Probenrückseitentemperatur, bei vergleichsweise niedrigerer Vorderseitentemperatur. Der Temperaturverlauf während des Versuch ist der Abb. II.49 zu entnehmen, die erhöhte Rückseitentemperatur lässt sich leicht erkennen. Eine mögliche Ursache könnte in einer erhöhten Wärmeleitfähigkeit und/oder reduzierter Porosität der Schicht liegen. Des Weiteren kam es laut Fertigungsprotokoll bei den SYS3b-M10 Proben zu Beschichtungsfehlern, dabei ergab sich ein Schichtdickenverhältnis von 15/100 YSZ und 85/100 improved GLAO, was ebenfalls einen wesentlichen Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit des Verbundsystems hat. Eine Mikrostrukturuntersuchung der Probe SYS3b-M10-S1 ist nach Abschluss der Zyklisierung geplant.

Eine erhöhte Rückseitentemperatur konnte auch bei dem Schichtsystem 3 festgestellt werden, auch hier ist dies auf die höhere Wärmeleitfähigkeit der GLAO-Schicht zurück-

---

zuführen.

Während der Zyklisierung des Schichtsystems 4 kam es zu Spannungsschwankungen des Lichtbogens, wodurch zeitweise ( $< 5$  s) eine höhere Vorderseitentemperatur gemessen wurde, die Rückseitentemperatur stieg dabei nur leicht an, wie der Abbildung II.37 zu entnehmen ist. Die TiZO-Probe weist auf der Oberfläche viele Risse auf und lässt eine starke Sinterung erkennen.

Die Schädigung der unterschiedlichen Beschichtungssystem können den folgenden Abbildungen II.40 - II.47 entnommen werden.

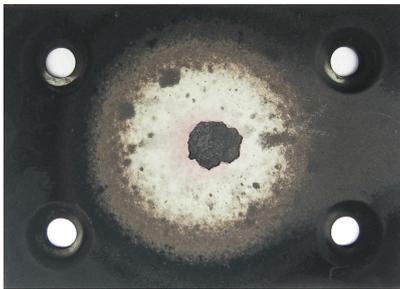


Abbildung II.38.: YSZ (18%) (S1 500  $\mu\text{m}$ )

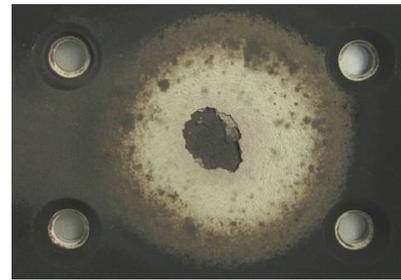


Abbildung II.39.: YSZ (18%) (S2 500  $\mu\text{m}$ )

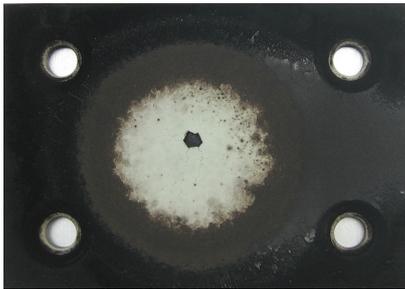


Abbildung II.40.: YSZ (18%) (S1 1000  $\mu\text{m}$ )



Abbildung II.41.: YSZ (18%) (S2 1000  $\mu\text{m}$ )

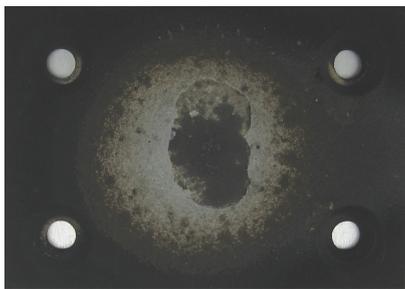


Abbildung II.42.: GLAO SYS3b (S1  
500  $\mu\text{m}$ )

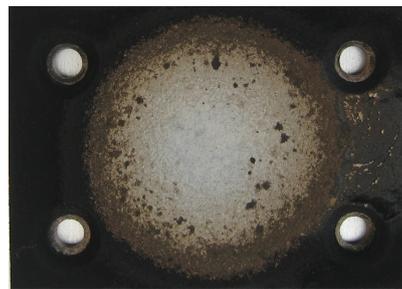


Abbildung II.43.: GLAO SYS3b (S1  
1000  $\mu\text{m}$ )

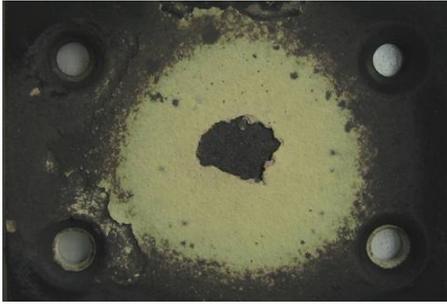


Abbildung II.44.: FSZ SYS1 (S1 500  $\mu\text{m}$ )

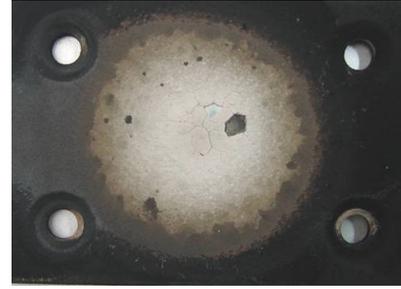


Abbildung II.45.: GLAO SYS3 (S2 1000  $\mu\text{m}$ )



Abbildung II.46.: FSZ SYS1 (S2 1000  $\mu\text{m}$ )



Abbildung II.47.: TiZO SYS4 (S1 1000  $\mu\text{m}$ )

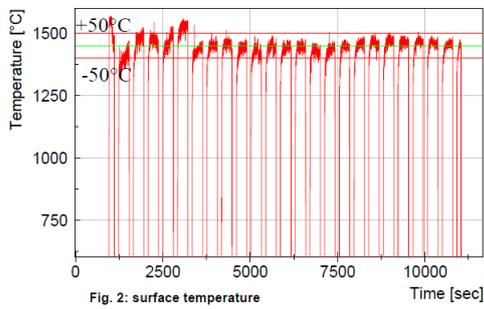
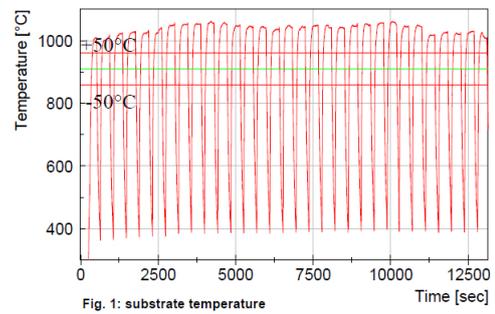
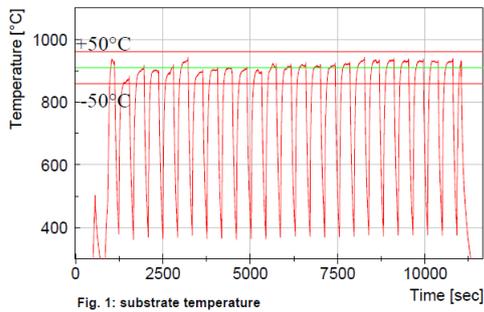


Abbildung II.48.: Zeitlicher Temperaturverlauf während einer Zyklisierung der Probe REF5M5S1.

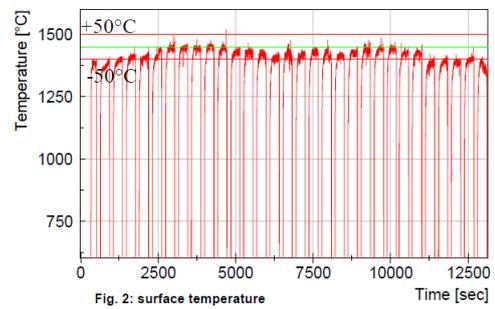


Abbildung II.49.: Zeitlicher Temperaturverlauf während einer Zyklisierung der Probe SYS3bM10S1.

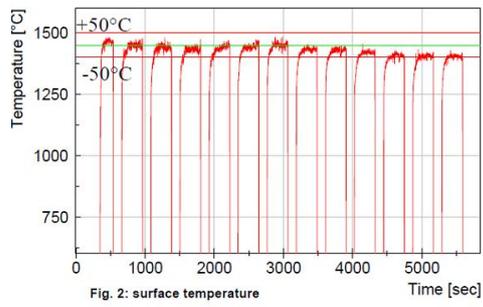
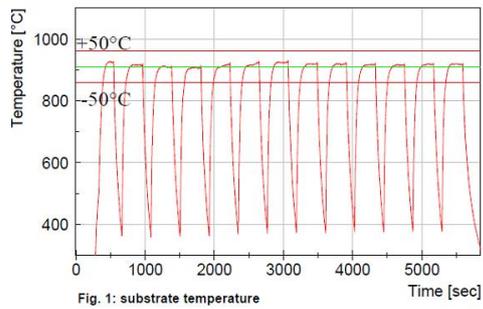


Abbildung II.50.: Zeitlicher Temperaturverlauf während einer Zyklisierung der Probe REF M10S2.

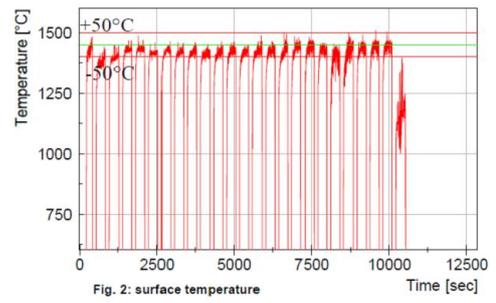
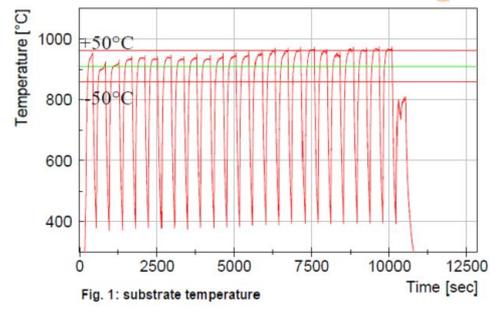


Abbildung II.51.: Zeitlicher Temperaturverlauf während einer Zyklisierung der Probe SYS3M10S2.

---

## 1.6. Erosionsmessungen

Der Hochtemperatur-Erosionsteststand wurde entwickelt, um das Erosionsverhalten verschiedener Materialien in einem breiten Temperaturbereich zu untersuchen. Die Leistungsfähigkeit der Anlage besteht in der Erzeugung eines Hochenthalpiefreistrahls, durch den unter Anderem die Bedingungen in einer Turbinenstufe nachgestellt werden können. Des Weiteren können Erosionsparameter eingestellt werden, die aus aerodynamischer Sicht als wichtig eingestuft werden. Dazu gehören Partikelgeschwindigkeit, Partikelgröße und Partikelkonzentration.

Das Aufgabengebiet der Voruntersuchungen umfasst folgende Themen:

- Charakterisierung der Partikel (Geschwindigkeit, Struktur)
- Parameter der Einspritzung (Winkel, Gasmassenstrom)
- Messung der Partikelflussdichte (Erzeugung konstanter Versuchsbedingungen)
- Validierung anhand MarM247 Proben
- Erosionsmessung erster Referenzproben

Mit Abschluss der Voruntersuchungen wurden die vorher definierten Messzyklen an den unbeschichteten Substraten MarM247, Inco718 und den Wärmedämmschichten durchgeführt.

### 1.6.1. Parameter der Einspritzung

Die vollständige Beschreibung der Einspritzbedingungen sind der *Standard Operating Procedure* (SOP) zu entnehmen, der Vollständigkeit halber sind die für den Erosionsversuch vorgesehenen Bedingungen der unten stehenden Tabelle II.5 zu entnehmen.

Für eine gleichmäßige Vermischung der Partikel innerhalb des Heißgasstrahls und die Einstellung einer möglichst horizontalen Trajektorie, ist hauptsächlich der Injektorwinkel zu verstellen. Eine rein visuelle Bewertung der Partikelinjektion erfolgte im Rahmen der Messung der Partikelgeschwindigkeit. Hierzu wurde die Partikelströmung mittels eines Lasers visualisiert und mit einer CCD-Kamera aufgenommen. Mittels einer Parametervariation konnte somit eine optimale Vermischung der Partikel sichergestellt werden, siehe Abb. II.52.

Pulverförderer	TWIN 10 C
Massenstrom Trägergas	11 slm
Gasvordruck	2,2 bar
Abstand Düse-Probe	$x = 128 \text{ mm}$
Innendurchmesser Pulverinjektor	1,7 mm
Injektorwinkel	$\alpha = 64^\circ$
Injektorabstand	$I_x = 64 \text{ mm}, I_y = 28 \text{ mm}$
Partikelförderrate	2 g/min

Tabelle II.5.: Parameterwahl im Rahmen des Erosionsversuchs.

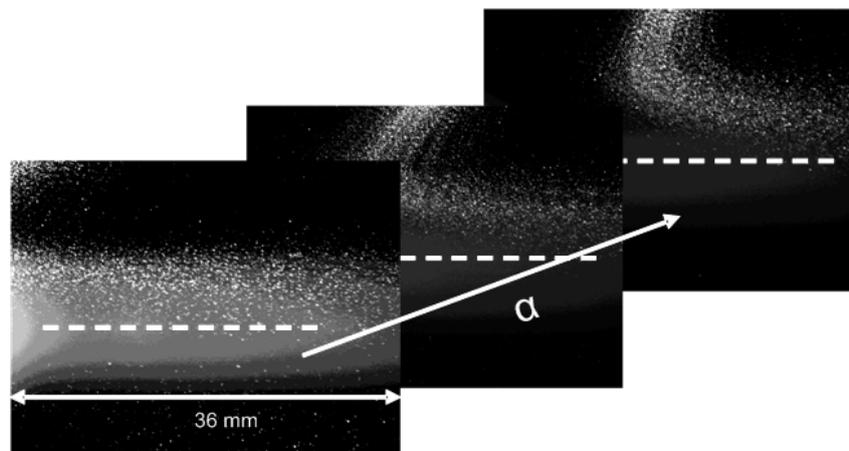


Abbildung II.52.: Partikelvermischung innerhalb des Heißgasstrahls bei verschiedenen Injektorwinkeln.

### 1.6.2. Kalibrierung und Verifizierung der Versuchsanlage

Für die Kalibrierung und Verifizierung des Hochtemperatur-Erosionsteststands werden Proben des Typs MarM247 und Inco718 verwendet. Diese Nickel-Basis-Legierungen werden auch als Substratwerkstoff für Wärmedämsschichten verwendet.

Da das unbeschichtete Substratmaterial dem Heißgasstrahl ausgesetzt wird und bei unveränderter Probenposition die thermische Belastung zu groß wäre, erfolgt eine Verschiebung in positiver X-Richtung. Dabei wird die Probe so weit verschoben, dass sich eine Oberflächentemperatur von  $815^\circ\text{C}$  einstellt. Die Wahl der Oberflächentemperatur orientiert sich hierbei an Literaturwerten, auf diese Weise können die unterschiedlichen Anlagen miteinander verglichen werden [5].

Die Testprozedur für den Substratwerkstoff entspricht der in Kapitel 1.6.8 beschriebenen. Um eine stationäre Abtragungsrate zu bestimmen, werden jeweils neue Proben bei unterschiedlichen Haltezeiten getestet. Anschließend werden die unterschiedlichen Massenverluste über die Versuchsdauer aufgetragen und die Steigung der Geraden berechnet, wodurch sich schließlich die Abtragungsrate nach Gl.(1.2) ergibt.

### 1.6.3. Komponentenbeschreibung

### 1.6.4. Pulverförderer

Hersteller	:	Twin 10 C
förderbare Pulver	:	2 bis 200 [ $\mu\text{m}$ ] (fliessend und nicht fliessend)
Drehzahl Pulverteller	:	0,1 bis 10 [U/min]
Dimension Dosierrille	:	Höhe : 0,6 mm, Breite : 5 mm
Trärgas	:	Luft
Temperatur Trärgas	:	ca. 17°C
Massenstrom Trärgas	:	10 slm
Innendurchmesser Pulverinjektor	:	1,7 mm

### 1.6.5. Pulver

Hersteller	:	Ceram GmbH Ingenieurkeramik [[8]]
Lot-Nr.	:	110544
Typ	:	$\text{Al}_2\text{O}_3$ 99 geschmolzen
Partikeldurchmesser	:	-70 +20 $\mu\text{m}$ (mesh size*)
Schüttdichte	:	1,67 $\frac{\text{g}}{\text{cm}^3}$

\* Bezeichnung nach Siebweite, alle Partikel passen durch ein Sieb mit Weite 70  $\mu\text{m}$  und alle Partikel verbleiben in einem Sieb mit Weite 20  $\mu\text{m}$ .

### 1.6.6. Pulversammelsonde und Partikelflussdichte

Für das Auffangen der Partikel im Heißgasstrahl und zur Messung der Partikelflussdichte wird die Pulversammelsonde für eine definierte Versuchszeit in den Heißgasstrahl gefahren und sammelt somit alle auftreffenden Partikel, siehe Abb. II.53. Nach dem Ende der Versuchszeit wird die Sonde hinter ein Prallblech gefahren, um ein mögliches Auftreffen weiterer Partikel zu vermeiden.

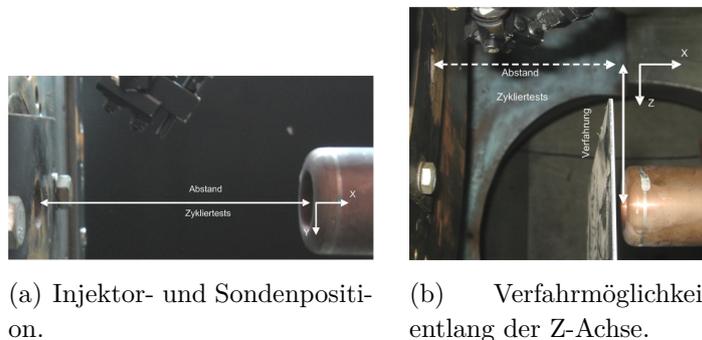


Abbildung II.53.: Position der Pulversammelsonde während und nach Versuch.

### 1.6.7. Partikelcharakterisierung

Zur besseren Charakterisierung der Aluminiumoxidpartikel wurden am 'Institut für Werkstoffe des Bauwesens' Rasterelektronenmikroskopaufnahme (REM) angefertigt. Vor allem der Einfluss der Heißgasströmung auf die Aluminiumoxidpartikel wurde untersucht, um eine Aussage zu treffen, ob sich die Partikel in ihrer Struktur (Schmelzen der Kanten) verändern, oder ob es zur Verunreinigung der Heißgasströmung durch Kupferpartikel der Elektroden kommt.

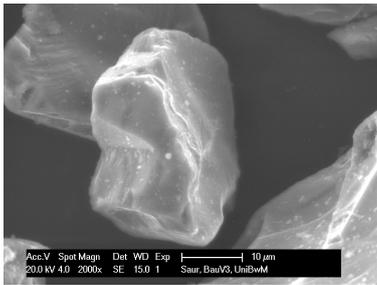


Abbildung II.54.: REM-Aufnahme mit 2000-facher Vergrößerung eines Aluminiumoxidpartikels, wie vom Hersteller geliefert.

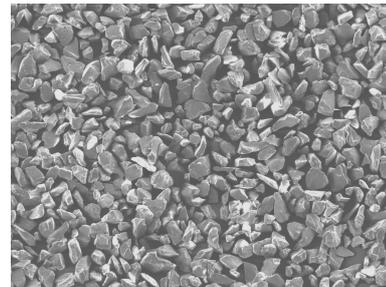


Abbildung II.55.: REM-Aufnahme mit 100-facher Vergrößerung mehrerer Aluminiumoxidpartikel, wie vom Hersteller geliefert.

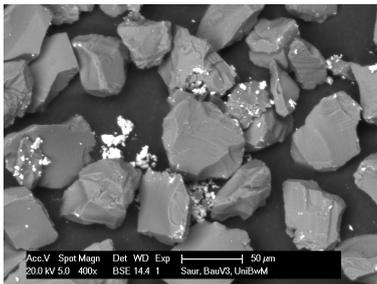


Abbildung II.56.: REM-Aufnahme mit 400-facher Vergrößerung eines Aluminiumoxidpartikels, nach Aufenthalt in der Heißgasströmung.

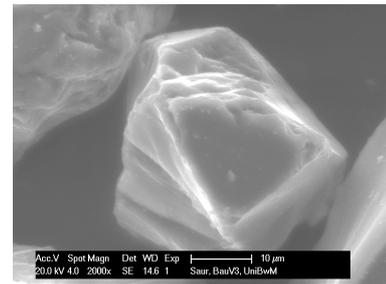


Abbildung II.57.: REM-Aufnahme mit 2000-facher Vergrößerung mehrerer Aluminiumoxidpartikel, nach Aufenthalt in der Heißgasströmung.

Den Abb. II.54 und II.55 ist zu entnehmen, dass die Herstellerangabe kantig/gebrochene Partikel zutrifft und ein breiter Größenbereich der Partikel vorliegt. Verunreinigungen des Pulvers sind ebenfalls nicht feststellbar.

Die Abb. II.57 und II.56 zeigen, dass die mit Hilfe der Pulversammelsonde aufgefangenen Partikel nach dem Einfluss der Heißgasströmung. Eine Veränderung der Struktur oder ein Schmelzen der Kanten sind nicht beobachtet worden, weshalb davon auszugehen ist, dass auch während des Erosionsversuches sich die Partikel in keinem kritischen Temperaturbereich (Phasenumwandlung) befinden. Weiterhin lässt sich auf der Abb. II.56 erkennen, dass es zu Verunreinigung der Partikel durch Kupferoxid (in weiß dargestellt)

kommt. Der Nachweis der Kupferoxid Partikel erfolgte hierbei mittels Energiedispersiver Röntgenanalyse-Aufnahmen (EDX). Der Anteil der Kupferpartikel ist aber als marginal einzustufen und stellt keinen nennenswerten Faktor bei den Erosionsmessungen dar.

Die Messung der Partikelgeschwindigkeiten innerhalb des Freistrahls wurden mit einem PIV-System durchgeführt, die genaue Versuchsbeschreibung ist der Veröffentlichung [6] zu entnehmen. In Abbildung II.58 ist die ermittelte Geschwindigkeitsverteilung zu erkennen. Die breite Streuung der Geschwindigkeiten ist auf die Partikelgrößenverteilung zurückzuführen, hierbei besitzen kleinere Partikel deutlich höhere Geschwindigkeiten als größere Partikel.

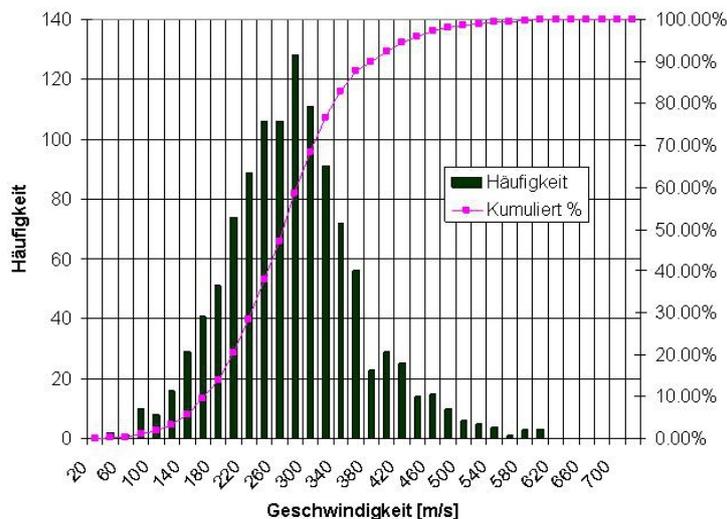


Abbildung II.58.: Verteilung der Partikelgeschwindigkeiten bei den Standardversuchsbedingungen.

### 1.6.8. Versuchsdurchführung

Um gleichbleibende Versuchsbedingungen zu gewährleisten, wird zunächst ein stationärer Zustand der Anlage eingestellt. Dazu wird der Plasmabrenner mit den Einstellungen betrieben, die für den Aufheizvorgang zum Zeitpunkt  $t = t_0$  der Probe notwendig sind. Besonders wichtig ist, dass der Pulverförderer mindestens 5 Minuten vor dem eigentlichen Erosionsversuch eingeschaltet wird, da die Drehzahl des Drehtellers erst nach längerer Zeit konstant ist.

Zu Beginn der eigentlichen Messkampagne wird mit Hilfe der Sonde der Partikelfluss bestimmt. Dazu wird die Sondenöffnung auf Höhe der Probenposition eingerichtet und nach Erreichen der stationären Versuchsbedingungen wird die Sonde für eine definierte Haltezeit  $t_H$  in den Heißgasstrahl gefahren. Genau wie bei den Proben, wird dabei auch der Aufheizvorgang  $t_V$  durchlaufen. Nach Ablauf der Haltezeit wird die Sonde aus dem Heißgasstrahl bewegt. Eine Darstellung des Aufheizvorgangs und der Versuchszeit ist in Abbildung II.59 dargestellt. Anschließend wird die Partikelflussdichte wie in Kapitel 1.6.6 berechnet.

## Unbeschichtete Substrate

Zum Einstellen der Versuchsbedingungen und zur Validierung der Messung wurden unbeschichtete MarM247 Platten verwendet. Die Geometrie (50 x 70 mm) der Platten entspricht den Rechteckproben die bei der thermischen Zyklierung verwendet wurden. Die Probentemperatur wurde mit einem Thermoelement Typ K gemessen, wobei das Thermoelement auf der Probenrückseite angebracht wurde. Auf Grund der hohen Wärmeleitfähigkeit der MarM247 Proben entspricht die Temperatur der Rückseite annähernd der Probenvorderseite.

Die MarM247 Proben wurden ohne Aufheizzyklus und für eine definierte Haltezeit in den Heißgasstrahl gefahren.

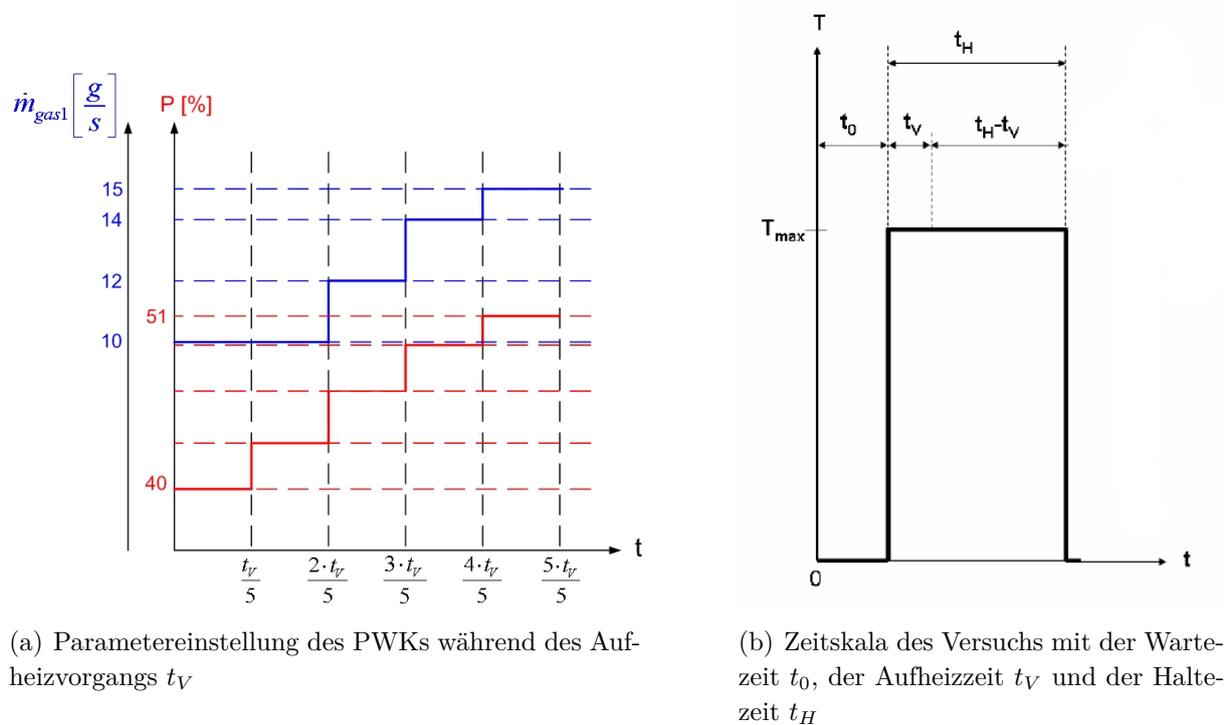


Abbildung II.59.: Parametereinstellung und Zeitskala eines Versuchs.

Nach Ende der Haltezeit wurden die Proben sofort hinter das Prallblech gefahren, wodurch das Auftreffen weiterer Partikel sofort unterbrochen werden kann. Anschließend wurden die Proben passiv auf Raumtemperatur heruntergekühlt und vorsichtig aus der Halterung demontiert.

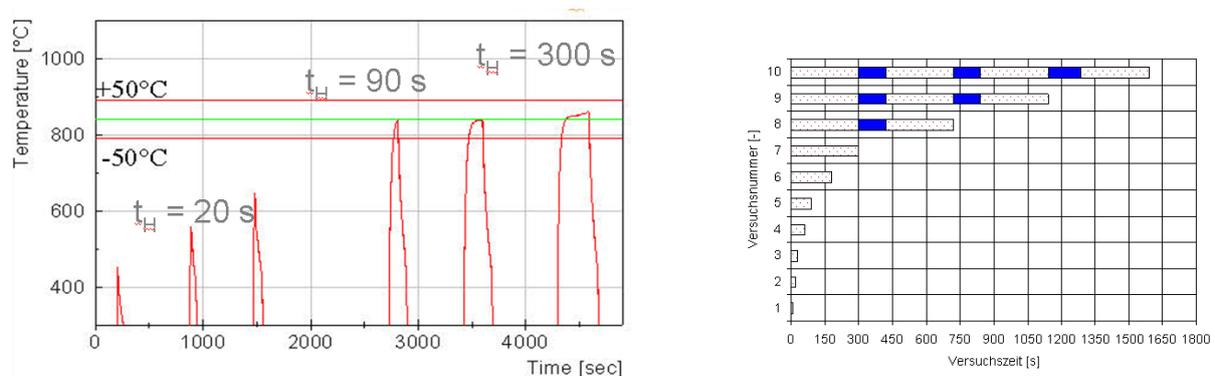
Zur Ermittlung der Abtragungsrate wurden die Proben jeweils unmittelbar vor und nach dem Versuch gewogen. Als Abtragungsrate (erosion rate) wird der Massenverlust  $\Delta m$  einer Probe geteilt durch die Gesamtmasse  $m_{p,ges}$  der in der Versuchszeit auftreffenden Partikel bezeichnet, siehe Gleichung (1.2). Die Abtragungsrate findet häufig Anwendung in der Darstellung mit dem Aufprallwinkel der Partikel.

$$E_r = \frac{\Delta m}{m_{p,ges}} \left[ \frac{\text{mg}}{\text{g}} \right] \quad (1.2)$$

Um den Einfluss der Proben­temperatur und der Versuchszeit auf die Ab­tragungsrate zu verifizieren, wurden die Versuchszeiten entsprechend der Abbildung II.60 variiert. Jede Haltezeit ist dabei einer entsprechenden Versuchsnummer zugeordnet, wie der Abbildung zu entnehmen ist, wurden Haltezeiten bis zu 4 Zyklen realisiert.

Mit zunehmender Versuchszeit steigt auch die maximale Temperatur der Probenoberfläche, bis sich nach ca. 120 s Haltezeit ein stationärer Zustand zwischen zugeführtem und abgeführten Wärmestrom einstellt und die Proben­temperatur nicht weiter ansteigt. Den zur Versuchszeit passenden Temperaturverlauf ist der Abbildung II.60 zu entnehmen.

Für den Nachweis der Reproduzierbarkeit der Messungen wurden mehrere MarM247 Proben verwendet, jede Probe durchlief dabei den selben Messzyklus.



(a) Verlauf der Proben­temperatur bei unterschiedlicher Haltezeit (Messung bei Haltezeit  $t = 60$  s fehlt).

(b) Verwendete Versuchs- bzw. Haltezeiten unter Zuordnung der Versuchsnummern.

Abbildung II.60.: Temperaturverlauf und Versuchsdurchführung unbeschichtete Substrate.

Zusammenfassend sind die wichtigsten Versuchsdaten in der unten stehenden Tabelle II.6 dargestellt.

### Wärmedämmschichten

Zur Bestimmung der Ab­tragungsrate der Wärmedämmschichten wurde der Messzyklus verändert durchgeführt. Da auf Grund der keramischen Deckschichten ein hoher Temperaturgradient zwischen Vorder- und Rückseite auftritt, können thermische Spannungen auftreten, welche ein vorzeitiges Schichtversagen zur Folge haben. Alle Wärmedämmschichten durchliefen deshalb zunächst einen Aufheizzyklus, wie er auch schon bei der thermischen Zyklierung verwendet wurde. Während dieses Aufheizzykluses findet keine Beimengung durch Zugabe von Partikeln statt und mit dem Ende des Aufheizzykluses wird die Probe wieder hinter das Prallblech gefahren und für 120 s passiv abgekühlt.

Temperatur Vorderseite	$\approx T_{Rückseite}$
Temperatur Rückseite	815°C bei $t_H \geq 120s$
Aufheizzeit $t_V$	Keine
Haltezeit $t_H$	variabel
Anzahl Zyklen	variabel
Probengeometrie	70 × 50 × 5 mm
Abstand Düse-Probe	x = 150 mm
Injektorwinkel	$\alpha = 64^\circ$
Injektorabstand	$I_x = 64$ mm, $I_y = 28$ mm
Partikelförderrate	2 g/min und 0,2 g/min

Tabelle II.6.: Parameterwahl im Rahmen des Erosionsversuchs bei Verwendung der MarM247 und Inco Proben.

Mit dem Ende der Abkühlphase befindet sich die Probe immer noch auf ca. 400°C und kann bei voller Brenner-Nennleistung (Abb. II.59) und Partikelstrom in den Heißgasstrahl gefahren werden (Abbildung II.61).

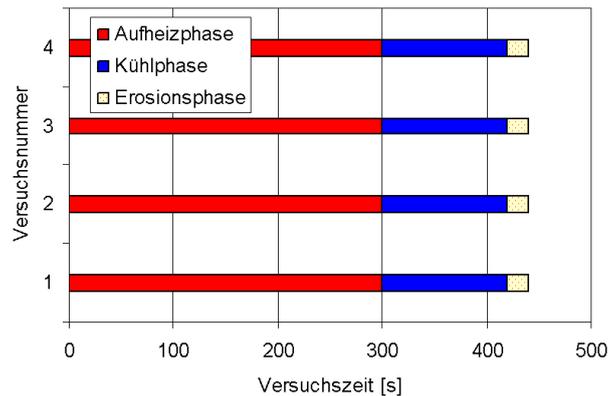


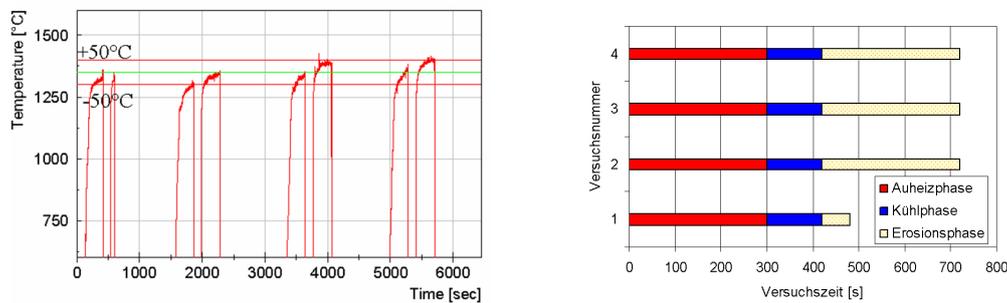
Abbildung II.61.: Verwendete Versuchs- und Haltezeiten unter Zuordnung der Versuchsnummern / bei erhöhter Partikelförderrate.

Allerdings zeigte sich sehr schnell, dass schon bei einer Haltezeit von 60 s die oberste Wärmedämmschicht (Top Coat) vollständig abgetragen wurde und die darunter liegende Wärmedämmschicht zu sehen war. Da nach solch einer kurzen Versuchszeit die erforderlichen Temperaturen an der Vorder- und Rückseite nicht zu erreichen sind, wurde die Partikelförderrate auf 1/10 bzw. auf 0,2 g/min reduziert. Auf diese Weise konnten längere Versuchszeiten realisiert werden und die Temperaturen waren mit denen der thermischen Zyklierung vergleichbar, siehe Abbildung II.62.

Zur Erfassung der Standardabweichung der Abtragungsrate wurden bei einer Haltezeit jeweils drei Messungen durchgeführt. Die zugehörigen Parameter während des Erosionsversuches sind der unten stehenden Tabelle II.7 zu entnehmen.

Temperatur Vorderseite	1450°C
Temperatur Rückseite	910°C
Aufheizzeit $t_V$	1 min
Haltezeit $t_H$	60 s und 3 x 300 s
Anzahl Zyklen	1
Probengeometrie	70 × 50 × 5 mm
Abstand Düse-Probe	x = 128 mm
Injektorwinkel	$\alpha = 64^\circ$
Injektorabstand	$I_x = 64$ mm, $I_y = 28$ mm
Partikelförderrate	0,2 g/min

Tabelle II.7.: Parameterwahl im Rahmen des Erosionsversuchs bei Verwendung der Wärmedämmschichten.



(a) Verlauf der Probentemperatur Vorderseite bei je einem Aufheiz- und Messzyklus.

(b) Verwendete Versuchs- bzw. Haltezeiten unter Zuordnung der Versuchsnummern.

Abbildung II.62.: Temperaturverlauf und Versuchsdurchführung Wärmedämmschichten.

## 1.6.9. Ergebnisse

### Unbeschichtete Substrate

Mit zunehmender Haltezeit steigt auch die maximale Probentemperatur, nach ca. 120 s Haltezeit stellt sich ein stationärer Zustand bei der Probentemperatur ein. Dieses Verhalten spiegelt sich auch bei der Abtragungsrate wider, was auf die temperaturabhängigkeit der Festigkeit zurückzuführen ist. Mit steigender Temperatur sinkt die Festigkeit der MarM247 Proben und die Erosionsbeständigkeit nimmt ab, den Verlauf der Abtragungsraten in Abhängigkeit der Haltezeit zeigt Abbildung II.63. Die Bezeichnung [3] und [6] bezieht sich hierbei auf unterschiedliche Proben und der verwendeten Partikelförderrate 2 g/min, die Probe mit der Bezeichnung [3]\*1 wurde mit der reduzierten Partikelförderrate von 0,2 g/min gemessen.

In Abbildung II.64 ist die MarM247 Probe [3] zu sehen, nach einer Versuchszeit > 1000 s. Der Abbildung ist deutlich zu entnehmen, dass alle Partikel auf die Probe treffen. Insbesondere in der Mitte der Probe kommt es zu einem vermehrten Materialabtrag auf

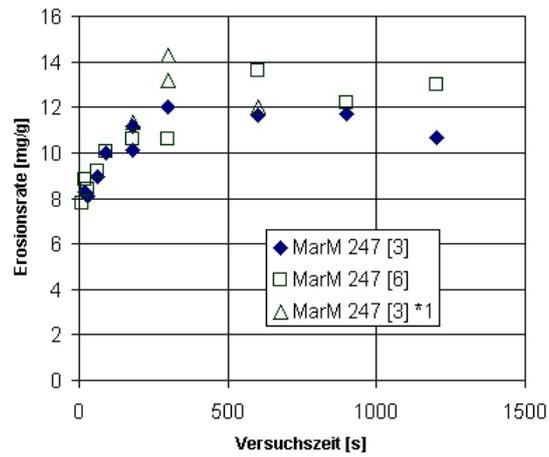


Abbildung II.63.: Abtragungsrate der MarM247 Proben bei unterschiedlichen Haltezeiten.

Grund der dort höheren Temperaturen und auch der höheren Partikelgeschwindigkeiten.

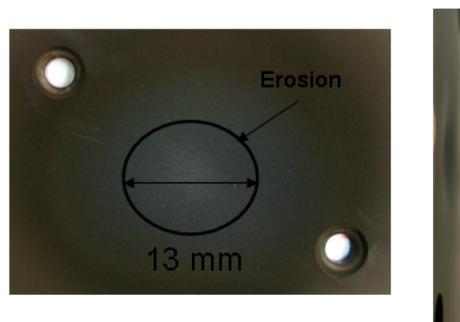


Abbildung II.64.: Aufnahme einer MarM247 Probe nach einer Versuchszeit von > 1000 s.

---

## Wärmedämmschichten

Die ersten Versuche mit Wärmedämmschichten und einer Partikelförderrate von 2 g/min zeigten, dass die Proben ein schnelles Schichtversagen aufwiesen und keine genauen Messungen möglich waren. In Abbildung II.65 ist zu sehen, dass nach ca. 60 s Haltezeit bereits die komplette Schicht bis zum Bondcoat abgetragen wurde.

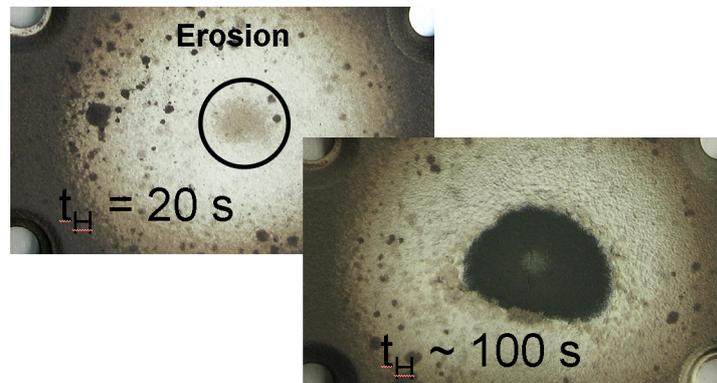


Abbildung II.65.: Aufnahme der Referenzsysteme nach einer Haltezeit von 20 s und 100 s bei einer Partikelförderrate von 2 g/min.

Mit der reduzierten Partikelförderrate von 0,2 g/min konnten für alle Wärmedämmschichtsysteme geeignete Messungen durchgeführt werden. Die in der Abbildung II.66 dargestellten Abtragungsraten sind Mittelwerte aus drei Einzelmessungen bei einer Haltezeit von  $t = 300$  s, die zugehörige Standardabweichung ist durch die entsprechenden Balken ober- und unterhalb des Mittelwertes angegeben.

Im Vergleich zu den Referenzproben schneiden das System 3 und 3b deutlich schlechter ab, die Abtragungsraten liegen mehr als doppelt so hoch. Die Abtragungsrates des Systems 1 beträgt etwa  $2/3$  des Referenzsystems.

Das Schichtsystem 4 versagte bereits mit Einfahren in den Heißgasstrahl und es konnte keine Abtragungsrate bestimmt werden.

Ausgewählte Proben eines jeden Schichtsystems wurden metallographisch bei der GfE Fremat GmbH analysiert.

Zum Vergleich wurden der Abbildung II.66 auch Messwerte der MarM247 und Inco Proben beigefügt, auf Grund der deutlich höheren Porosität der Keramiken gegenüber den Metallen, liegen die Abtragungsraten der unbeschichteten Substrate deutlich unterhalb der Schichtsysteme.

Den Ergebnissen ist weiterhin zu entnehmen, dass es nur eine geringe Streuung der Abtragungsraten unter den verschiedenen Schichtsystemen gibt und die Messungen sehr gut reproduzierbar sind.

Messungen mit der Partikelsammelsonde haben gezeigt, dass es zu Schwankungen in der Partikelflussdichte von 6 - 10 % kommt, dies führt wiederum zu einer höheren Standardabweichung bei der Ermittlung der Abtragungsraten. Die Standardabweichung der

Abtragungsrate bei den Wärmedämsschichten beträgt dabei zwischen 6,5 % - 12 % und die der unbeschichteten Substrate ca. 14 %.

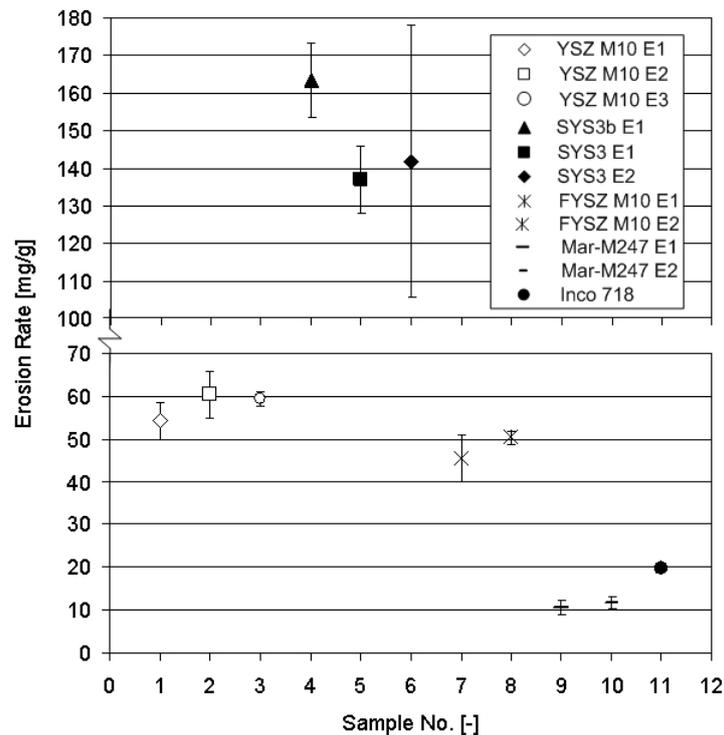


Abbildung II.66.: Vergleich der Abtragungsraten der unterschiedlichen Schichtsysteme und der Substrate MarM247 und Inco718 [7].

Nach einer durchschnittlichen Gesamtversuchszeit von 1000 s ( 3 Zyklen) konnte bei allen Schichtsystemen festgestellt werden, das bereits die oberste Keramikschicht abgetragen wurde und die darunter liegende YSZ-Schicht zu sehen war. Da sich die Abtragungsraten nur auf die oberste Keramikschicht beziehen, wurden die Messungen daraufhin beendet, in Abbildung II.68 und II.67 sind die fertig zyklierten Proben zu sehen. Insbesondere bei dem Schichtsystem 3 lässt sich die darunterliegende YSZ-Schicht gut erkennen.



Abbildung II.67.: Aufnahme des getesteten Schichtsystems 4.

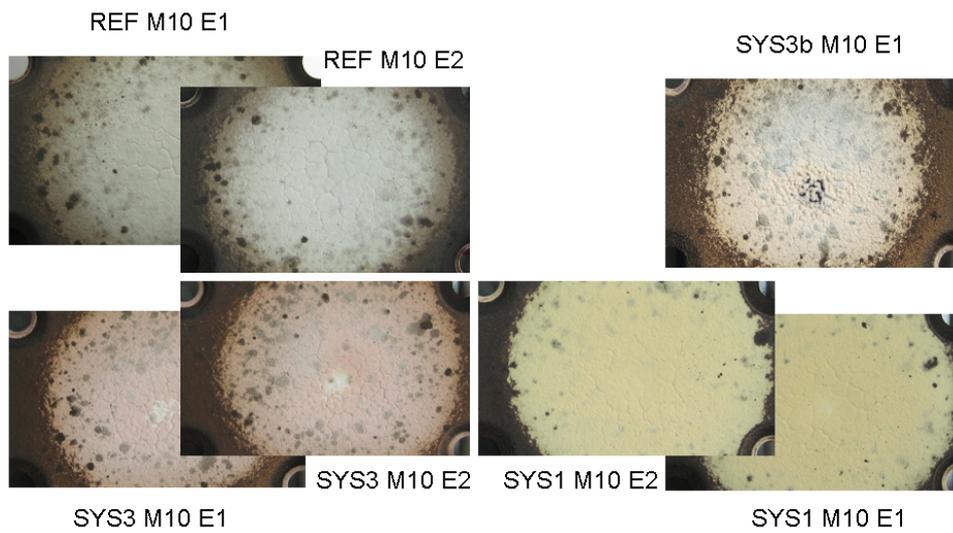


Abbildung II.68.: Aufnahmen der getesteten Schichtsysteme nach einer Versuchszeit von > 1000 s und bei einer reduzierten Partikelförderrate von 0,2 g/min.

---

## **II.2. Vorrussichtlicher Nutzen und Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplanes**

Die Verwertbarkeit der Ergebnisse ist in vollem Umfang gegeben. Ebenso stellt sich die wissenschaftliche und wirtschaftliche Anschlussfähigkeit des Projektes als aussichtsreich dar.

Die UniBwM als Projektpartner bearbeitete einen Teil des gesamten Arbeitspakets, wodurch die volle Verwertbarkeit der Ergebnisse vorrangig auf industrieller Seite statt findet, hierbei sind RRD und Alstom genannt.

### **2.1. Wirtschaftliche Erfolgsaussichten nach Projektende**

Die wirtschaftlichen Erfolgsaussichten nach Projektende sind gegenüber der im Antrag beschriebenen Situation unverändert.

Da die genannten Beschichtungssysteme in Komponenten der Hochdruckturbine zum Einsatz kommen und somit als Schlüsselkomponenten fungieren, besitzt das vorliegende Projekt ein hohes wirtschaftliches Potenzial mit optimaler Hebelwirkung, um energieeinsparende und klimaschutzrelevante Produktinnovationen auszulösen.

## **II.3. Fortschritt auf dem Gebiet des Auftrags bei anderen Stellen**

Ergebnisse von dritter Seite, die für die Durchführung des Vorhabens relevant sind, wurden nicht identifiziert.

## **II.4. Gesamtliste der Veröffentlichungen und Vorträge**

### **4.1. Erfolgte und eingereichte Veröffentlichungen**

- M. Kirschner, T. Wobst, B. Rittmeister, Ch. Mundt, *Erosion Testing of Thermal Barrier Coatings in a High Enthalpy Wind Tunnel*, Proceedings of ASME Turbo Expo 2014: Turbine Technical Conference and Exposition GT2014, Düsseldorf, Germany, 2014
- M. Kirschner, Ch. Mundt, *Particle Tracking Velocimetry in einem Hochenthalpiefreistrahler*, 15th DLR STAB-Workshop, Göttingen, 2011

---

## 4.2. Geplante Veröffentlichungen

-

# Literaturverzeichnis

- [1] RollsRoyce, Alstom, Jülich, Gfe-Fremat, IFW-Dresden, *Innovative multifunktionale Schichtsysteme für hocheffiziente Gasturbinen*, Verbundprojektantrag, 2009
- [2] G. Witz, V. Shklover, W. Steurer, S. Bachegowda, H.P. Bossmann, *Phase Evolution in Yttria-Stabilized Zirconia Thermal Barrier Coatings Studied by Rietveld Refinement of X-Ray Powder Diffraction Patterns*, Journal of the American Ceramic Society, 2007
- [3] R. Vaßen, X. Cao, F. Tietz, D. Basu, D. Stöver, *Zirconates as New Materials for Thermal Barrier Coatings*, J. Am. Ceram. Soc., 83 (8), 2000, pp. 2023-2028
- [4] S. Hatzl, M. Kirschner, V. Lippig, T. Sander, Ch. Mundt, M.Pfitzner, *Direct Measurements of Infrared Normal Spectral Emissivity of Solid Materials for High-Temperature Applications*, International Journal of Thermophysics, 2013
- [5] W. Tabakoff, *Erosion of superalloys and different coatings exposed to particulate flows at high temperature*, Surface and Coatings Technology, 120-121, 1999, pp. 542-547
- [6] M. Kirschner, Ch. Mundt, *Particle Tracking Velocimetry in einem Hochenthalpiefreistrahl*, STAB Workshop Beitrag, Göttingen, 2011
- [7] M. Kirschner, T. Wobst, B. Rittmeister, Ch. Mundt, *Erosion Testing of Thermal Barrier Coatings in a High Enthalpy Wind Tunnel*, Proceedings of ASME Turbo Expo 2014: Turbine Technical Conference and Exposition GT2014, Düsseldorf, Germany, 2014
- [8] CERAM GMBH Ingenieurkeramik, D - 79774 Albbruck-Birndorf, Kehlweg 7
- [9] W. Tabakoff, T. Wakeman *Test Facility for Material Erosion at High Temperature*, Erosion: Prevention and Useful Applications, ASTM STP 664, W.F. Adle, Ed., American Society for Testing and Materials, 1979, pp. 123-135