

## **Versagensverhalten plasmagespritzter Mg-Al-Spinell-Schichten unter Thermozyklierung**

Svenja Maria Ebert

Forschungszentrum Jülich GmbH  
Institut für Energie- und Klimaforschung (IEK)  
Werkstoffsynthese und Herstellungsverfahren (IEK-1)

# **Versagensverhalten plasmagespritzter Mg-Al-Spinell-Schichten unter Thermozyklierung**

Svenja Maria Ebert

Schriften des Forschungszentrums Jülich  
Reihe Energie & Umwelt / Energy & Environment

Band / Volume 166

---

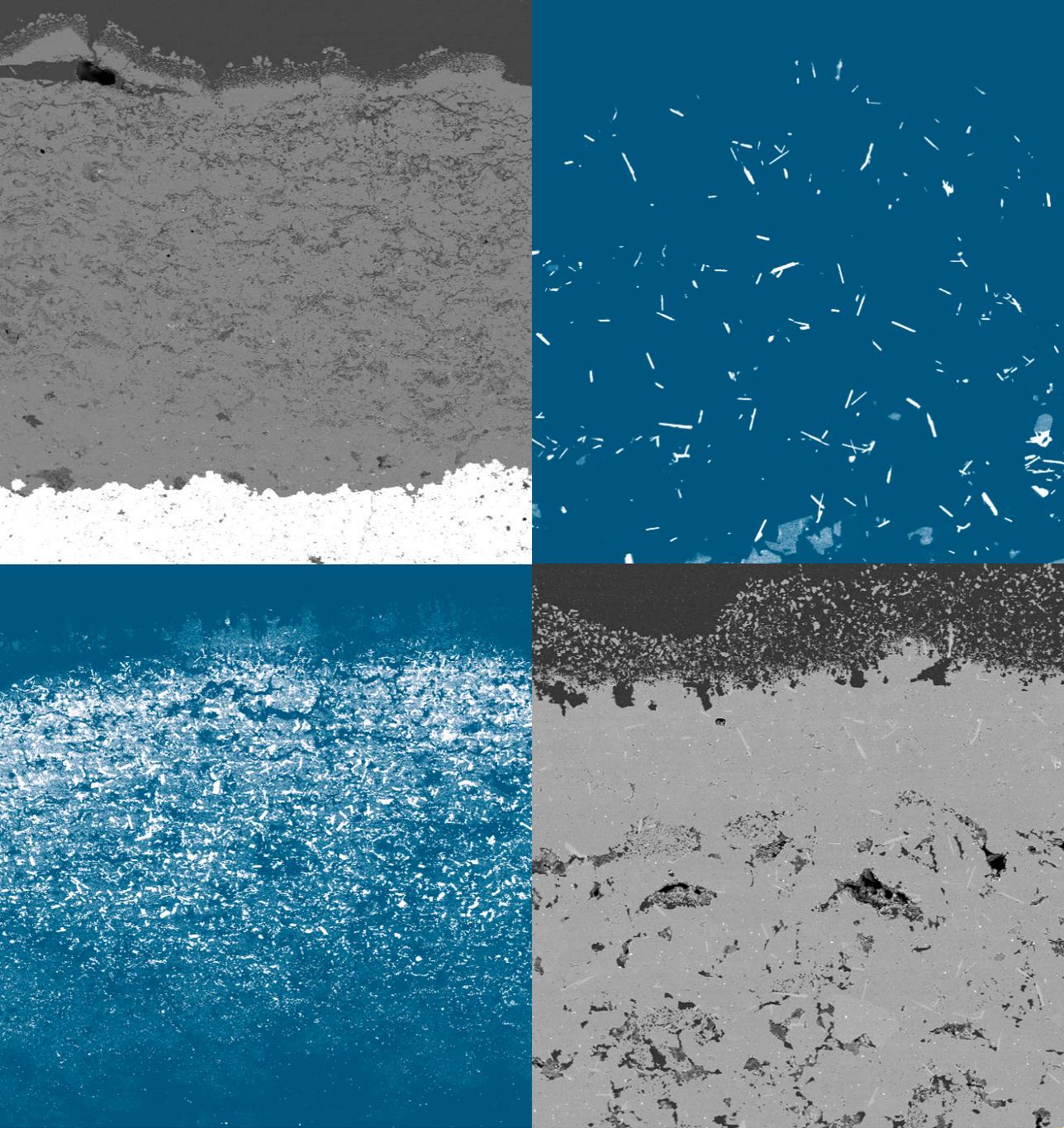
ISSN 1866-1793

ISBN 978-3-89336-853-2

## Inhaltsverzeichnis

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Kurzfassung</b> .....  | <b>I</b>  |
| <b>Abstract</b> .....   | <b>II</b> |
| <b>Symbol- und Abkürzungsverzeichnis</b> .....  | <b>V</b>  |
| <b>1 Einleitung und Problemstellung</b> .....   | <b>1</b>  |
| <b>2 Aufbau von Einlaufschichten und verwendete Materialien</b> .....   | <b>7</b>  |
| <b>3 Versagen von WDS-Systemen</b> .....  | <b>17</b> |
| 3.1 Versagen aufgrund der Bildung eines thermisch aufgewachsenen<br>Oxids (TGO).....                            | 17        |
| 3.2 Phasenumwandlungen.....   | 19        |
| 3.3 Sintern der Wärmedämmschichten .....  | 19        |
| 3.4 Wärmespannungen.....  | 21        |
| 3.5 Substratkrümmung.....   | 22        |
| <b>4 Experimentelle Methoden zur Herstellung und Charakterisierung der<br/>verwendeten Schichtsysteme</b> ..... | <b>23</b> |
| 4.1 Thermisches Spritzen .....  | 23        |
| 4.2 Partikeldiagnostik.....   | 29        |
| 4.2.1 Accuraspray-g3 Diagnostik System .....  | 29        |
| 4.2.2 DPV-2000 Diagnostik System .....  | 29        |
| 4.3 Thermozyklisierung und Schallemissionsprüfung .....   | 31        |
| 4.4 Materialographische Präparation .....   | 35        |
| 4.5 Schichtcharakterisierung .....  | 36        |
| 4.5.1 Physikalische Prüfmethode n .....   | 36        |
| 4.5.2 Mikroskopische Prüfmethode n .....  | 41        |
| 4.5.3 Mechanische Prüfmethode n .....   | 44        |
| <b>5 Pulversynthese, Analyse der verwendeten Pulver und as-sprayed<br/>Schichten</b> .....                      | <b>49</b> |
| 5.1 Pulversynthese und Pulvercharakterisierung .....  | 49        |
| 5.1.1 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -reiche Mg-Al-Spinell-Pulver.....  | 50        |
| 5.1.2 Stöchiometrisches Mg-Al-Spinell-Pulver .....  | 50        |
| 5.2 Schichtcharakterisierung nach atmosphärischem Plasmaspritzen .....  | 51        |
| 5.2.1 Chemische Zusammensetzung und Strukturklärung .....   | 51        |
| 5.2.2 Charakterisierung mittels physikalischer, mikroskopischer und<br>mechanischer Methoden .....              | 56        |

|           |  |            |
|-----------|--|------------|
| <b>6</b>  | <b>Schichtcharakterisierung nach Thermozyklierung: Schadensbild im oberflächennahen Bereich .....</b>  | <b>67</b>  |
| <b>7</b>  | <b>Ansätze zur Klärung der oberflächennahen Schädigung.....</b>  | <b>75</b>  |
|           | 7.1 Einfluss der Pulverzusammensetzung .....   | 75         |
|           | 7.2 Betrachtung der Magnesiumabdampfung als Ursache für die Bildung der dichten Schicht .....          | 81         |
|           | 7.3 Ofenauslagerung und Zyklierung im Vergleich .....  | 82         |
|           | 7.4 Einfluss des Substrates.....   | 84         |
|           | 7.4.1 WHIPOX-Substrat .....  | 84         |
|           | 7.4.2 Zyklierung von freistehenden Mg-Al-Spinell-Schichten .....                                       | 90         |
|           | 7.5 Berechnung der Mismatchspannung im Schichtverbund.....   | 98         |
|           | 7.5.1 Temperaturfeld.....  | 102        |
|           | 7.5.2 Spannungsfeld ohne Krümmung .....  | 103        |
|           | 7.5.3 Spannungsfeld mit Krümmung .....   | 106        |
|           | 7.5.4 Einfluss der Materialparameter auf die Spannungsverteilung .....                                 | 112        |
|           | 7.5.5 Spannungsberechnung während der Abkühlung .....  | 113        |
|           | 7.5.6 Spannungsberechnung während der Aufheizphase .....   | 116        |
|           | 7.6 Ofenauslagerung in der Heißpresse.....   | 118        |
|           | 7.7 Schallemissionsprüfung zur Bestimmung des Versagenszeitpunktes .....                               | 125        |
|           | 7.8 Abschätzung und Beurteilung der Energiefreisetzungsraten .....                                     | 129        |
| <b>8</b>  | <b>Schädigung in der Nähe des Interfaces YSZ / Mg-Al-Spinell .....</b>                                 | <b>129</b> |
| <b>9</b>  | <b>Zusammenfassung.....</b>  | <b>139</b> |
| <b>10</b> | <b>Literaturverzeichnis .....</b>  | <b>143</b> |
| <b>11</b> | <b>Anhang.....</b>   | <b>151</b> |
|           | 11.1 Kröger-Vink-Notation .....  | 151        |
|           | 11.2 Optimierung der Spritzbedingungen für das stöchiometrische Mg-Al-Spinell-Pulver (AMO 318 I) ..... | 151        |
|           | 11.3 Drei-Punkt-Biegeversuche.....   | 157        |
|           | 11.4 Energiefreisetzungsraten, Spannungen: Inconel738-System, WHIPOX-System .....                      | 159        |



**Energie & Umwelt / Energy & Environment**  
**Band / Volume 166**  
**ISBN 978-3-89336-853-2**

 **JÜLICH**  
FORSCHUNGSZENTRUM