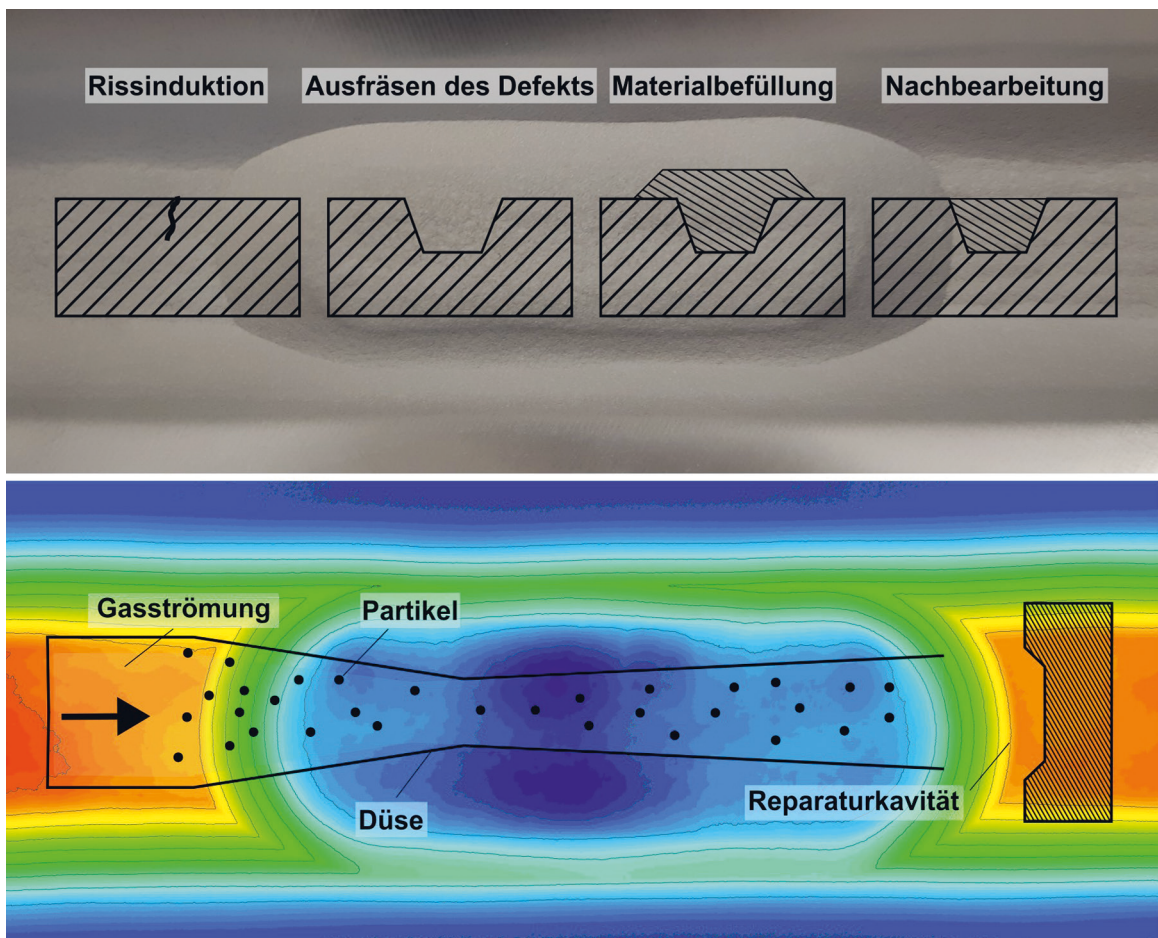




Bewertung lokaler Eigenspannungsverteilungen bei der lokalen Bauteilreparatur durch Kaltgasspritzen

Johannes-Christian Schmitt

Energie & Umwelt / Energy & Environment

Band / Volume 680

ISBN 978-3-95806-861-2

Forschungszentrum Jülich GmbH
Institute of Energy Materials and Devices (IMD)
Werkstoffsynthese und Herstellungsverfahren (IMD-2)

Bewertung lokaler Eigenspannungsverteilungen bei der lokalen Bauteilreparatur durch Kaltgas- spritzen

Johannes-Christian Schmitt

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

Band / Volume 680

ISSN 1866-1793

ISBN 978-3-95806-861-2

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek.
Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der
Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte Bibliografische Daten
sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Herausgeber
und Vertrieb: Forschungszentrum Jülich GmbH
 Zentralbibliothek, Verlag
 52425 Jülich
 Tel.: +49 2461 61-5368
 Fax: +49 2461 61-6103
 zb-publikation@fz-juelich.de
 www.fz-juelich.de/zb

Umschlaggestaltung: Grafische Medien, Forschungszentrum Jülich GmbH

Druck: Grafische Medien, Forschungszentrum Jülich GmbH

Copyright: Forschungszentrum Jülich 2025

Schriften des Forschungszentrums Jülich
Reihe Energie & Umwelt / Energy & Environment, Band / Volume 680

D 294 (Diss. Bochum, Univ., 2025)

ISSN 1866-1793
ISBN 978-3-95806-861-2

Vollständig frei verfügbar über das Publikationsportal des Forschungszentrums Jülich (JuSER)
unter www.fz-juelich.de/zb/openaccess.



This is an Open Access publication distributed under the terms of the [Creative Commons Attribution License 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/),
which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

Dissertation eingereicht am: 18.12.2024

Tag der mündlichen Prüfung: 11.03.2025

Erstgutachter: Prof. Dr. Robert Vaßen

Zweitgutachter: Prof. Dr. Werner Theisen

Kurzfassung

In den letzten Jahren hat das Interesse am Kaltgasspritzen aufgrund seiner potenziellen Anwendungen in der Reparatur und der additiven Fertigung zugenommen. Gleichwohl besteht noch immer Forschungsbedarf hinsichtlich des Verständnisses des resultierenden Eigenspannungszustands sowie der mechanischen Integrität solcher kaltgasgespritzter Schichten. Diese Arbeit fokussiert sich auf den Reparaturprozess von Inconel 718 – Komponenten. Bauteile solcher Art kommen aufgrund ihrer hervorragenden Materialeigenschaften unter anderem in Gasturbinen zum Einsatz. In diesem Kontext wurde eine dem typischen Reparaturprozess nachempfundene Kavität mit einer Tiefe von 4 mm und 60°-konischen Wänden als Folge des Fräsprozesses zum Zweck der Rissentfernung erzeugt. Das Befüllen solch tiefer Hohlräume mit Inconel 718 führt zur Bildung einer dichten Schicht mit guter Anhaftung. Umfassende Eigenspannungsanalysen des gesamten Hohlraums wurden mit Hilfe der Neutronenbeugung durchgeführt, ergänzt durch oberflächennahe Messungen mit der inkrementellen Bohrlochmethode. Gezielt eingestellte Gasbedingungen zeigten die erwarteten Ergebnisse für den resultierenden Eigenspannungszustand, wobei sich dieser infolge der geometrischen Beschränkungen der Kavität richtungsabhängig einstellt. Weitere Experimente mit in situ – Krümmungsmessungen unter Verwendung des ICP-Sensors wurden durchgeführt, um die Auswirkungen unterschiedlicher Robotergeschwindigkeiten zu untersuchen. Auf Grundlage dieser Ergebnisse wurde ein analytisches Modell formuliert, um den entstehenden Temperaturgradienten in der Aufprallzone abzuschätzen. Unterstützt werden diese Erkenntnisse durch Partikeldiagnostik und Daten aus einem dreidimensionalen CFD-Modell in ANSYS Fluent. Dessen Resultate wurden verwendet, um den resultierenden Spritzfleck unterschiedlicher Düsengeometrien im Kontext der additiven Fertigung zu variieren und die resultierenden Eigenspannungen mit den Gas- und Partikeldaten zu diskutieren.

Die Ergebnisse zeigen, dass die Wiederherstellung von Inconel 718 – Komponenten mittels Kaltgasspritzen zu dichten Reparaturschichten mit guten mechanischen Eigenschaften führt. Der sich einstellende Eigenspannungszustand ist anisotrop in Abhängigkeit der geometrischen Limitierungen. Im Allgemeinen ist es möglich den Eigenspannungszustand in kaltgespritzten Beschichtungen systematisch über die Prozessparameter sowie die Düsengeometrie einzustellen.

Die vorliegende Arbeit wurde im Rahmen des DFG-Vorhabens VA163/11-1 durchgeführt.

Abstract

In recent years, there has been a notable increase in interest in cold spraying, largely due to its potential applications in repair and additive manufacturing. Nevertheless, further research is required to gain insight into the residual stress state and mechanical integrity of cold sprayed coatings. This thesis is concerned with the repair of Inconel 718 components. Such components are employed in gas turbines and other applications due to their exemplary material properties. In this context, a cavity was created, based on the typical repair process, with a depth of 4 mm and 60° conical walls, as a result of the milling process, for the purpose of crack removal. The filling of such deep cavities with Inconel 718 results in the formation of a dense coating with good adhesion. A comprehensive residual stress analysis of the entire cavity was conducted using neutron diffraction, with near-surface measurements supplemented by the incremental hole-drilling method. The resulting residual stress state was found to be direction-dependent due to the geometric limitations of the cavity, as expected, but the specific gas conditions showed the anticipated results. Further experiments were conducted to investigate the effects of different robot speeds by in situ curvature measurements using the ICP sensor. Based on the findings, an analytical model was developed to estimate the resulting temperature gradient at the gas spot. These findings are supported by particle diagnostics and data from an implemented, three-dimensional CFD model in ANSYS Fluent. The results were also used to vary the resulting spray spot of different nozzle geometries in the context of additive manufacturing and to discuss the resulting residual stresses in conjunction with the data pertaining to the gas and particles.

The results demonstrate that the restoration of Inconel 718 components by means of cold spraying results in the formation of dense repair coatings with good mechanical properties. The residual stress state is anisotropic, depending on the geometric limitations. In general, it is possible to systematically adjust the residual stress state in cold sprayed coatings by modifying the process parameters and the nozzle geometry in order to achieve the desired stress state.

The present work was carried out within the framework of the DFG project VA163/11-1.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung.....	1
1.1	Motivation	2
1.2	Forschungsfragen	3
2	Grundlagen und Stand der Technik	6
2.1	Gasturbinen	6
2.1.1	Aufbau und Funktionsweise einer Gasturbine.....	6
2.1.2	Eigenschaften der Komponenten	8
2.1.3	Schädigungs- und Versagensmechanismen	10
2.1.4	Reparaturverfahren	14
2.2	Kaltgasspritzen	17
2.2.1	Prozessablauf	17
2.2.2	Anbindungsprozess im Kaltgasspritzen.....	19
2.2.3	Abscheideparameter.....	21
2.2.4	Beschreibung der Gasströmung	24
2.2.5	Oberflächenpräparation.....	26
2.2.6	Prozessdiagnostik.....	27
2.3	Eigenspannungen in thermisch gespritzten Schichten	29
2.3.1	Unterteilung	29
2.3.2	Entstehung.....	31
2.3.3	Messverfahren.....	36
2.3.4	Einfluss auf Schicht und Adhäsion	42
2.4	CFD-Simulation von turbulenten Strömungen	45
3	Materialien und experimentelle Durchführung	48
3.1	Beschichtungsprozess.....	48
3.1.1	Schichtmaterialien.....	49
3.1.2	Abscheideparameter.....	50
3.2	Substratmaterialien.....	52

3.2.1	Geometrie und Dimensionen	53
3.2.2	Oberflächenbehandlung	55
3.3	Wärmebehandlungsverfahren.....	56
3.3.1	Vorgehen zur Aushärtung.....	57
3.3.2	Thermische Zyklierung.....	57
4	Charakterisierungsmethoden	59
4.1	Charakterisierung der Partikeleigenschaften und Prozessdiagnostik.....	59
4.1.1	Chemische Analyse.....	59
4.1.2	Laserbeugung zur Partikelgrößenverteilung	59
4.1.3	Messverfahren zur <i>in-flight</i> Partikelgeschwindigkeit	60
4.1.4	Temperaturmessverfahren.....	61
4.2	Probenpräparation	61
4.3	Optische Analyseverfahren	63
4.4	Rasterelektronenmikroskopie.....	63
4.5	Eigenspannungsanalyse.....	64
4.5.1	Krümmungsmethode.....	64
4.5.2	Röntgendiffraktometrie mittels Neutronenbeugung	66
4.5.3	Inkrementelle Bohrlochmethode.....	66
4.6	Phasenanalyse mittels Röntgendiffraktometrie.....	67
4.7	Härtemessung mittels Indentation.....	67
4.8	Mechanische Haftabzugversuche	67
5	Numerische Methoden.....	69
5.1	Implementierung der Geometrie in ANSYS Fluent.....	69
5.2	Fluiddynamische Beschreibung der Gas- und Partikeleigenschaften	70
6	Ergebnisse und Diskussion	73
6.1	Beschichtung von flachen Substraten mit Standard und heißem Parameter	73
6.1.1	Abscheidung auf flachen IN718-Substraten	74
6.1.2	Diagnostik der Beschichtungsparameter.....	77

6.1.3	CFD-Simulation von Gas und Partikeln	79
6.1.4	Eigenspannungsanalyse mittels inkrementeller Bohrlochmethode	84
6.1.5	Eigenspannungsanalyse mittels Krümmungsmethode.....	86
6.2	Untersuchung der Haftabzugfestigkeit von kaltgasgespritzten Schichten	91
6.2.1	Einfluss der Oberflächenvorbehandlung auf die Haftabzugfestigkeit	92
6.2.2	Haftabzugversuche mittels FM2000	94
6.3	Untersuchung der Reparaturgeometrie.....	96
6.3.1	Beschichtung von Reparaturkavitäten mit Standard und Heiß	97
6.3.2	Reparaturgeometrie mit zylindrischer Oberfläche.....	105
6.3.3	Thermische Belastung der Reparaturschicht	108
6.4	Gezielte Eigenspannungseinstellung in kaltgasgespritzten Schichtverbundsystemen	115
6.4.1	Gezielte Einstellung von Zugeigenspannungen in kaltgasgespritzten Schichten .	115
6.4.2	Modellierung der Eigenspannung in Kaltgasschichten.....	117
6.4.3	Validierung des Modells über eine variable Robotergeschwindigkeit	121
6.4.4	Eigenspannungen aus Krümmungs- und inkrementeller Bohrlochmethode	123
6.5	Spritzfleck und Eigenspannungen verschiedener Düsengeometrien	127
6.5.1	Einfluss der Düsengeometrien auf den Spritzfleck.....	128
6.5.2	Einfluss der Düsengeometrien auf die Eigenspannungen.....	134
7	Zusammenfassung und Ausblick.....	138
8	Literaturverzeichnis	142
I	Danksagung	I
II	Abkürzungsverzeichnis	II
III	Abbildungsverzeichnis	VI
IV	Tabellenverzeichnis	X
V	Formelverzeichnis	XI
VI	Anhang.....	XII
VII	Lebenslauf	XXVII

1 Einleitung

Durch die Forderung von effizienzbedingten hohen Arbeitstemperaturen sowie Lastwechselflexibilität an Gasturbinen entsteht eine hohe Belastung der Komponenten im heißen Bereich der Gasturbine, was deren Lebensdauer beeinträchtigt. Bei Versagen dieser kritischen Bauteile ist ein qualitativ hochwertiges Reparaturverfahren notwendig, um die Funktion nach der Reparatur weiterhin zu gewährleisten. Um die komplexen und ökonomischen Ansprüche erfüllen zu können, ist die Forschung an Verfahren und Materialien für solche Reparaturmaßnahmen erforderlich.

Gasturbinen stellen komplexe Maschinen dar, die in diversen Industriezweigen, darunter der Stromerzeugung, der Luftfahrt sowie der Öl- und Gasindustrie, eine tragende Rolle einnehmen. Diese bestehen aus mehreren kritischen Komponenten, welche unter extremen Bedingungen wie hohen Temperaturen, Drücken und Belastungen arbeiten. Eine der wichtigsten Komponenten ist das Verdichtergehäuse, das häufig aus Inconel 718 hergestellt wird. Hierbei handelt es sich um eine Superlegierung auf Nickelbasis, die sich durch hervorragende mechanische Eigenschaften sowie eine hohe Korrosionsbeständigkeit auszeichnet [1], [2].

Obgleich Inconel 718 eine Vielzahl exzellenter Eigenschaften aufweist, können dessen Bauteile gleichwohl auf unterschiedliche Art und Weise versagen [2]. Dazu zählen beispielsweise Ermüdung, Korrosion und die Kriechschädigung [1]. Der Ausfall von Gasturbinenkomponenten kann mit erheblichen Ausfallzeiten, kostspieligen Reparaturen sowie potenziellen Sicherheitsrisiken einhergehen [3]. Dabei handelt es sich häufig um lokale Schädigungen an größeren Bauteilen, wobei deren ursprüngliche Form kaum beeinträchtigt wurde. Verständlicherweise stellt sich eine Reparatur solcherart lokaler Defekte unter dem Gesichtspunkt der Wiederverwendbarkeit im Vergleich zu der Neufertigung als die wesentlich ökonomische Alternative dar [4]. Daher ist die Entwicklung effizienter und effektiver Reparaturmethoden von entscheidender Bedeutung, um die Lebensdauer dieser Komponenten zu verlängern und die Auswirkungen von Ausfällen zu minimieren. In der wissenschaftlichen Literatur existiert eine Vielzahl an Verfahren, um einen solchen lokalen Reparaturprozess durchzuführen [5], [6], [7]. Im Rahmen des von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) geförderten Projekts "Bewertung lokaler Eigenspannungsverteilungen bei der lokalen Bauteilreparatur durch Kaltgasspritzen" mit dem Karlsruher Institut für Technologie (KIT) als Projektpartner soll daher die Qualität von Reparaturprozessen mittels Kaltgasspritzens untersucht werden. In diesem Zusammenhang

befindet sich eine zweite Promotion von Florian Lang in der finalen Phase, welche sich insbesondere mit den Eigenspannungen und Analysemethoden beschäftigt. Teile aus dieser Arbeit wurden für die vorliegende Thesis zur Verfügung gestellt.

1.1 Motivation

Für den Einsatz in modernen Gasturbinen kommen Hochtemperaturwerkstoffe zum Einsatz, welche den hohen thermischen, mechanischen und chemischen Beanspruchungen in der Turbine standhalten und somit höhere Wirkungsgrade ermöglichen. Ein Großteil der Forschung bezieht sich auf die Beschaukelung, welche aufgrund ihrer Position hinter der Brennkammer und der damit verbundenen hohen Belastung als kritische Komponente identifiziert wurde. In diesem Zusammenhang erweisen sich Nickelbasis-Superlegierungen als besonders geeignet. Diese Werkstoffe zeichnen sich durch eine hohe Kriech-, Korrosions- und Ermüdungsfestigkeit aus. Dem gegenüber steht ein vergleichsweise niedriger Schmelzpunkt von etwa 1300 °C, was den Einsatzbereich auf die kühleren Bereiche der Gasturbine beschränkt oder das Aufbringen einer Wärmedämmschicht erfordert. Insbesondere im Gehäuse des Verdichters, wo moderate Temperaturen von 600 – 800 °C vorliegen, findet die Inconel 718 – Legierung Anwendung [2], [8].

Infolge von Kriechen, Korrosion oder Ermüdung kann es zu Schädigungen respektive Rissinduktion kommen, was letztlich zum Versagen des Bauteils führt. Hier sind adäquate Reparaturverfahren erforderlich, welche die mechanische Integrität der Reparaturstelle gewährleisten. Im ersten Schritt erfolgt das Ausfräsen der beschädigten Stelle, gefolgt von der Befüllung der Reparaturgeometrie. Konventionelle Verfahren wie Schweißen oder Laserprozesse bringen häufig durch lokales Aufschmelzen negative Effekte wie zusätzliche Spannungen, Oxidationsprozesse oder Entmischungsvorgänge in die Reparaturstelle ein. Dies resultiert in erneuter Schädigung und erfordert eine mechanische oder thermische Nachbehandlung [5], [6], [9]. Kaltgasspritzen hat in den letzten Jahren enorm an Bedeutung gewonnen und ist Bestandteil zahlreicher wissenschaftlicher Untersuchungen. Zudem vermeidet dieser Prozess die genannten negativen Effekte auf die Reparaturstelle und nimmt Einfluss auf den dortigen Spannungszustand [4], [7].

Beim Kaltgasspritzen wird die ausgefräste Negativ-Kontur der Reparaturstelle bei niedrigen Temperaturen beschichtet. Die gespritzten Materialvolumina sind in der Regel texturfrei und über den Beschichtungsprozess werden Druckeigenspannungen eingebracht. Die Fehlstellendichte ist zumeist verhältnismäßig gering. Porenvolumen liegen in der Regel im Bereich von nur einigen Prozent; teils sogar deutlich unter einem Prozent. Mitunter kann

bei überschüssigem Material eine mechanische Nachbearbeitung notwendig werden [7], [10], [11].

Die Reparatur von Bauteilen mittels Kaltgasspritzen eignet sich insbesondere für Bauteile, welche aufgrund der geringen Stückzahlen und einem hohen Fertigungsaufwand sehr kostspielig sind, sodass durch die Reparatur durch Kaltgasspritzen Kosten eingespart werden können. Zudem vermeidet dieses Verfahren Defekte durch Oxidationsprozesse, welche typischerweise durch Hochtemperaturabscheidungsmethoden eingebracht werden. Forschungsbedarf besteht insbesondere in der Untersuchung der induzierten Eigenspannungsverteilung. Hierzu existieren eine Vielzahl von Untersuchungen zu ebenen Substraten. Dabei stellt sich die Frage nach der optimalen Reparaturgeometrie sowie Eigenspannungsverteilung infolge mechanischer und thermischer Nachbearbeitung. Hierfür existieren verschiedene Charakterisierungsverfahren, welche im Rahmen der Untersuchung verglichen werden sollen.

1.2 Forschungsfragen

Kaltgasspritzen zeigt als Beschichtungsverfahren ein hohes Potential auf, um lokale Bauteilreparaturen durchzuführen. Gegenüber dem gängigen Verfahren, dem Auftragsschweißen, ergibt sich dabei u.a. der Vorteil, dass beim Kaltgasspritzen Druckeigenspannungen anstelle von Zugeigenspannungen in die Reparaturstelle eingebracht werden [4], [5], [6]. Dies wird als positiv hinsichtlich nachfolgendem Verzug sowie notwendiger Wärmebehandlung angesehen. Dementgegen steht die in vielen Fällen notwendige, mechanische Nachbearbeitung sowie das hohe Ausmaß an induzierten Druckeigenspannungen, welche wiederum als negativ angesehen werden [3]. Daher steht zunächst die Beurteilung der Schichtqualität im Kaltgasspritzens sowie dem nachträglichen Entfernen überschüssigen Materials im Vordergrund. Hierbei kann eine Maskierung helfen überschüssiges Material zu vermeiden und den Aufwand bei der Nachbearbeitung zu reduzieren [12].

Eine defektfreie Schicht sowie gute Anhaftung derselben am Substrat kann bereits Hinweise auf die Qualität der Reparatur geben. Von großem Interesse ist dabei der Übergang von Oberfläche über den Wandwinkel hin zum Kavitätsgrund. Die daraus resultierende dicke Beschichtung neigt zum Ablösen aufgrund der großen Menge eingebrachter elastischer Energie [13]. Zudem stellen nicht-ebene Geometrien eine Herausforderung für den Beschichtungsprozess dar [14]. Da sich der Anhaftungsprozess gegenüber konventionellen thermischen Beschichtungsverfahren unterscheidet müssen zusätzlich zu

den Beschichtungsparametern auch Substrathärte sowie dessen Vorbehandlung betrachtet werden [15]. In der Literatur wurde weiterhin gezeigt, dass eine akkurate Modellierung der Prozessoptimierung dienlich sein kann [16]. Zudem ermöglicht dies Einblicke in Prozesscharakteristika und liefert damit wertvolle Daten für die Interaktion von Gas, Partikeln und Substrat [16], [17], [18]. Daher soll im Rahmen dieser Arbeit folgende wissenschaftliche Fragestellung untersucht werden:

1. Welchen Einfluss üben Form und Tiefe der herausgearbeiteten Reparaturkavität sowie Maskierung auf die Beschichtungsqualität aus?
2. Welchen Einfluss üben Oberflächenvorbehandlung und Materialhärte auf die Anhaftung und damit die Beschichtungsqualität aus?
3. Welchen Einfluss übt der *bow shock* Effekt aufgrund der Interaktion von Strahlführung und Kavitätsform auf die Beschichtungsqualität aus und ist es möglich diesen zu modellieren?

Bei defektfreier Anhaftung sowie einer weitestgehend riss- und porenfreien Schicht kann im nächsten Schritt die Eigenspannungsuntersuchung stattfinden. In vielen Anwendungen sind Eigenspannungen ausschlaggebend für das Versagen der Schicht oder deren Anhaftung am Substrat [19], [20], [21]. Die tiefe Kavitätsform von bis zu 4 mm sowie die große Wandstärke des umgebenden Substrats limitieren die Anwendung konventioneller Verfahren wie Krümmungsmethode [22] oder inkrementeller Bohrlochmethode [23], welche nur bis zu einer bestimmten Tiefe oder bei einer signifikanten Krümmung belegbare Ergebnisse liefern. Daher werden Eigenspannungsmessung zusätzlich mittels Neutronenbeugung durchgeführt [24], [25]. Damit können Beugungsreflexe auch in einer Tiefe von bis zu 4 mm detektiert und der Eigenspannungszustand in der ganzen Kavität ermittelt werden. Ergänzend finden Analysen mit den zuvor genannten Methoden statt.

Im Hinblick auf die optimale Ausnutzung dieser lokalen Eigenspannungsverteilungen, insbesondere bei Reparaturanwendungen durch Kaltgasspritzen hinsichtlich mechanischer Integrität der Schicht, ist es erstrebenswert die beim Prozess induzierten Eigenspannungen gezielt zu beeinflussen [26]. Zusätzlich können bereits durch die Vorbehandlung (bspw. Sandstrahlen) typischerweise Druckeigenspannungen in die Substratoberfläche eingebracht werden [15], [27]. Daraus resultieren weitere Forschungsfragen:

4. Wie stellt sich die lokale Eigenspannungsverteilung in den Kavitäten dar und wie unterscheiden sich die verwendeten Analysemethoden?
5. Ist es möglich durch geeignete Parameterwahl oder Oberflächenbehandlungen die prozessinduzierten Eigenspannungen gezielt zu beeinflussen?

Typische Anwendungstemperaturen von Bauteilen aus Inconel 718, an denen durch Kaltgasspritzen eine Reparatur durchgeführt wurde, liegen im Mittel- und Hochtemperaturbereich [7], [28], [29]. Beim Reparaturprozess erfolgt klassischerweise eine nachgeschaltete Wärmebehandlung, um die resultierenden Spannungen zu relaxieren [30]. Weiter unterliegt eine solche reparierte Stelle im Anwendungsfall einer zyklischen, thermischen Belastung. Neben der dabei jeweils resultierenden Eigenspannungsverteilung und Mikrostruktur stellt sich die Frage nach dem Verzugspotenzial, insbesondere bei Verwendung nicht ebener Platten:

6. Wie beeinflusst eine thermische Bauteilbeanspruchung den Eigenspannungszustand und damit die mechanische Integrität der Reparaturstelle?

Zudem soll das Potenzial von Kaltgasspritzen als additiver Fertigungsprozess untersucht werden. Um möglichst endkonturnahe Strukturen zu erzeugen ist eine entsprechende Einengung des Spritzflecks erforderlich [31], [32]:

7. Ist es möglich die Spritzfleckgröße gezielt über die Anlagenparameter zu beeinflussen?

2 Grundlagen und Stand der Technik

Im Folgenden werden die technischen Grundlagen für das Vorhaben erörtert. Im Mittelpunkt steht die Anwendung des Kaltgasspritz-Verfahrens für die Reparatur von Hochtemperaturbauteilen. Zunächst erfolgt eine Einführung in die Gasturbinentechnologie, anschließend wird das Kaltgasspritzen erläutert. Darüber hinaus wird die Methodik der Eigenspannungsanalyse vorgestellt. Des Weiteren werden die grundlegenden Prinzipien der Fluidodynamik von Gasströmungen im Kontext des Simulationsabschnitts innerhalb dieses Forschungsvorhabens dargelegt.

2.1 Gasturbinen

Nachfolgend werden die grundlegenden Betriebsarten der Gasturbine beschrieben. Ein Schwerpunkt liegt auf dem angewendeten Material Inconel 718, dessen Grundlagen ebenfalls vorgestellt werden. Anschließend erfolgt ein Überblick über Schädigungen und mögliche Reparaturverfahren.

2.1.1 Aufbau und Funktionsweise einer Gasturbine

Gasturbinen stellen eine Untergruppe der Wärmekraftmaschinen dar, bei denen die Umwandlung von thermischer in mechanische oder elektrische Energie erfolgt. Innerhalb der Gruppe der Gasturbinen erfolgt eine Unterteilung in zwei Hauptkategorien. Stationäre Turbinen werden primär im Bereich der Stromerzeugung eingesetzt, während Fluggasturbinen in der Antriebstechnik Verwendung finden. Ihre hohe Zuverlässigkeit, ihr Wirkungsgrad und ihr breites Anwendungsspektrum machen sie zu einem unverzichtbaren Bestandteil industrieller Prozesse, was wiederum eine hohe Forschungs- und Entwicklungstätigkeit zur Folge hat [1], [2], [8]. Der Aufbau einer Trent 800 Industriegasturbine der Firma Rolls Royce ist in **Abbildung 2-1a** dargestellt.

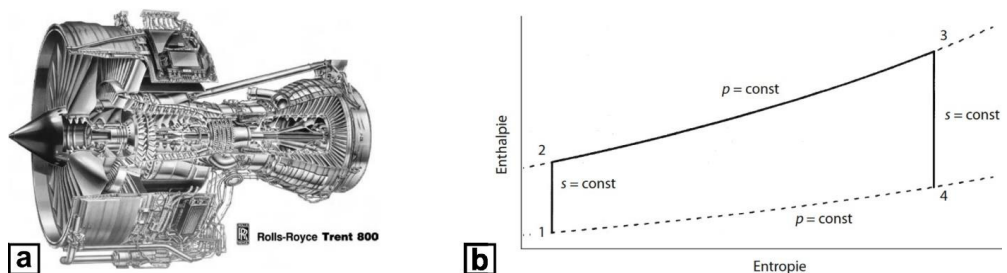


Abbildung 2-1: Beispielhafter Aufbau einer Gasturbine (a, [2]) und zugehöriger Joule-Brayton-Prozess (b, [1]). Darstellung beider Grafiken mit freundlicher Genehmigung von Cambridge University Press und Springer Nature.

Gemäß dem ersten Hauptsatz der Thermodynamik lässt sich die freiwerdende Nutzarbeit als Summe aller zu- und abgeführten Wärmemengen berechnen. Der thermische Wirkungsgrad kann anhand der folgenden Leistungsbilanz ermittelt werden [1]:

$$\eta_{th} = \frac{|P|}{\dot{Q}_{zu}} = \frac{\dot{Q}_{zu} - |\dot{Q}_{ab}|}{\dot{Q}_{zu}} \quad \text{Formel 2-1}$$

Der in der Turbine ablaufende Vorgang wird in erster Näherung auch als Joule-Brayton-Prozess bezeichnet und ist in geschlossener Form in **Abbildung 2-1b** dargestellt. Der Vergleichsprozess erlaubt eine idealisierte Darstellung des Gasturbinenprozesses, wobei alle Prozesse als reibungsfrei und vollständig reversibel angenommen werden [1]. Einlass der Turbine wird Luft in den Kompressor (Niederdruck- und Hochdruckverdichter) geleitet und dort isentrop verdichtet (s. **Abbildung 2-1b**, 1–2). Isentrop referiert hier zu dem Zustand ausbleibender Entropieänderung, welche in realen Prozessen immer vorliegt, beispielsweise in Form von Reibung oder Wärmeverlusten. Dies erfolgt unter adiabaten Bedingungen, wobei sowohl der Druck als auch die Temperatur ansteigen. Im Anschluss gelangt die komprimierte Luft in die Brennkammer, wo sie mit dem Treibstoff (u.a. Kerosin) zu einem Aerosol vermischt und entzündet wird. Die durch die Verbrennung (isobare Wärmezufuhr, s. **Abbildung 2-1b**, 2–3) entstehenden heißen Gase erreichen eine Temperatur von etwa 1500 °C und höher. Im Anschluss tritt das Gas mit hohem Druck und hoher Geschwindigkeit aus der Brennkammer aus und wird in die Turbine geleitet (s. **Abbildung 2-1b**, 3–4). Das Gas wird hier entspannt und überträgt die Energie auf eine Welle. Hier kann die gewonnene Energie bspw. in Form von elektrischer Energie über einen Generator abgenommen werden. Durch die isobare Wärmeabgabe erreicht der Kreislauf wiederum seinen Ausgangszustand (**Abbildung 2-1b**, 4–1). Es sei angemerkt, dass dies bei Gasturbinen durch Ausstoß des Brenngases in die Atmosphäre und erneutes Ansaugen von Frischluft im Verdichter in Form eines quasi-offenen Kreislaufs passiert [1].

Im Hinblick auf eine optimale Leistungsfähigkeit der Gasturbinen wird eine Steigerung des Wirkungsgrades angestrebt, welcher sowohl über das Temperatur- als auch Expansionsverhältnis in der Turbine formuliert werden kann [1]:

$$\eta = 1 - \frac{T_1}{T_2} = 1 - \left(\frac{p_4}{p_3}\right)^{\frac{\gamma-1}{\gamma}} \quad \text{Formel 2-2}$$

Hier beschreiben T_1 die Umgebungstemperatur vor Eintritt in die Gasturbine und T_2 die Gastemperatur nach der Kompression. Eine Erhöhung letzterer führt zu einer Steigerung des Wirkungsgrades. Eine Steigerung des Wirkungsgrads kann folglich durch eine Erhöhung der Heißgastemperatur, auch als Turbineneinlasstemperatur (TET) bezeichnet, erzielt werden.

Der Isentropenexponent γ ist abhängig vom vorliegenden Gasmedium [33].

Die maximal mögliche Turbineneinlasstemperatur wird durch die verwendeten Materialien, insbesondere an der ersten Schaufelstufe der Turbine direkt nach der Brennkammer begrenzt. In den vergangenen Jahrzehnten konnte diese durch eine Weiterentwicklung der verwendeten Werkstoffe und Prozesse sowie durch verbesserte Kühltechniken gesteigert werden [34]. Die hohen Temperaturen und Fliehkräfte sowie die korrosiven Umgebungen stellen hohe Anforderungen an die Bauteile. Daher müssen die Komponenten neben einem möglichst geringen Gewicht auch höchste Ermüdungs- und Kriechfestigkeiten sowie Oxidations- und Korrosionsbeständigkeiten aufweisen. [1], [2], [35].

2.1.2 Eigenschaften der Komponenten

Aufgrund der hohen thermischen, mechanischen und chemischen Belastungen sind für den Einsatz in Gasturbinen spezielle Werkstoffe erforderlich, meist sogenannte Superlegierungen. Als Superlegierungen werden beispielsweise hochtemperaturstabile Nickel-, Eisen- und Cobalt-Legierungen bezeichnet. Die genannten Materialien weisen bei Einsatztemperaturen, welche mindestens das 0,4-Fache ihrer Solidustemperatur betragen, hohe Kriech- und Ermüdungsfestigkeiten auf [2]. Da diese Materialien bei extremen Bedingungen operieren, ist eine zudem hohe Oxidations- bzw. Korrosionsbeständigkeit gefordert. Auf Basis ihrer Hochtemperatureigenschaften werden Nickelbasis-Superlegierungen bereits seit 1940 in der Luftfahrt eingesetzt und kontinuierlich weiterentwickelt [2], [8], [36].

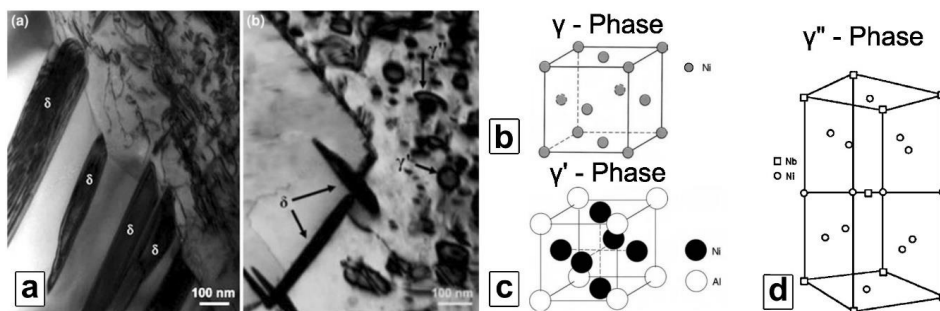


Abbildung 2-2: Darstellung der Phasen in TEM-Aufnahmen [37] des IN718-Materials mit Gitterstruktur der γ - (b), γ' - (c) und γ'' -Phasen (d) [2]. Wiedergabe bzw. Adaptation der originalen Grafiken mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature bzw. Cambridge University Press.

Im Gegensatz zur Anwendung in Turbinenschaufeln sind im Verdichtergehäuse typischerweise keine einkristallinen Legierungen gefordert. Diese Arbeit fokussiert sich auf

die Anwendung von Inconel 718 (IN718). Diese Legierung setzt sich hauptsächlich aus Nickel (Ni), Chrom (Cr), Eisen (Fe) und weiteren Elementen wie Molybdän (Mb), Niob (Nb), Titan (Ti) und Aluminium (Al). Dieses Material zeigt gute Oxidations- und Kriecheigenschaften bis etwa 650 °C [37] und lässt sich zudem gut Schmieden oder Schweißen [38]. Die Grundmatrix von IN718, die γ -Phase, hat eine kubisch-flächenzentrierte (FCC) Kristallstruktur mit den zuvor genannten Elementen. Die Hochtemperaturbeständigkeit resultiert aus der Ausscheidung kohärenter Phasen, welche in der FCC-Matrix eingebettet sind [37], [39]:

- Die γ'' -Phase (Ni_3Nb) ist eine metastabile, geordnete tetragonale Phase, welche bei der Aushärtung eine wesentliche Rolle spielt und primär zur Erhöhung der Festigkeit führt. Diese Phase blockiert Versetzungsbewegungen und erhöht dadurch die mechanische Stabilität. Ursächlich hierfür ist hauptsächlich die kohärente Verzerrung an γ'' -Phase und Matrix infolge der nicht-identischen Atomabstände. Dies hat innere Spannungen zur Folge und eine erhöhte Versetzungsbehinderung [2].
- Die γ' -Phase (Ni_3Al) hat ebenfalls eine kubisch-flächenzentrierte Struktur und behindert aufgrund ihrer kohärenten Anordnung Versetzungen durch das Material [40]. Das verhältnismäßige Vorkommen von γ'' im Vergleich zu γ' liegt etwa zwischen 2,5 und 4,0 [37]

Diese Struktur verleiht der Legierung ihre intrinsische Festigkeit und Zähigkeit bei hohen Temperaturen. Durch geeignete Wärmebehandlungen kann das γ/γ' -Verhältnis sowie die Größe der γ' -Ausscheidungen angepasst werden [37]. Zudem kann die Ausbildung dieser Phasen durch Variation der Legierungselemente beeinflusst werden. So führt eine Erhöhung des Aluminium- oder Titan-Gehalts zu höheren Volumenanteilen der γ' -Phasen, während die Zugabe von Niob die γ'' -Phase stabilisiert [41]

Ab einer Temperatur von 700 – 900 °C beginnt die metastabile γ'' -Phase sich aufzulösen. Dabei wird die δ -Phase (Ni_3Nb) ausgeschieden, wobei es sich um eine stabile Phase mit orthorhombischer Kristallstruktur handelt [37]. Kuo et al. zeigten auf, dass der damit einhergehende reduzierte Anteil der γ'' -Phase zu einer rapiden Verschlechterung der Kriecheigenschaften führt, wobei der Anteil der δ -Phase proportional mit der Auslagerungsdauer zunimmt. [42]. Slama und Abdellaoui wiesen in Auslagerungsexperimenten der δ -Phase einen Materialversprödungscharakter zu und führten den Großteil des Aushärtungseffekts auf die γ'' -Phase zurück [38].

2.1.3 Schädigungs- und Versagensmechanismen

Die erhöhte Gasttemperatur von bis zu 800 °C im Verdichter stellt eine hohe Belastung dar, obwohl die Schmelztemperatur nicht erreicht wird. Ein längerer Betrieb unter solchen Bedingungen kann zu thermischer Ermüdung, Kriechverformung und mikrostrukturellen Veränderungen führen, welche die mechanische Integrität der Komponenten beeinträchtigen. Infolgedessen ist ein an die Art der Schädigung angepasster Reparaturprozess erforderlich, um die Leistung und Sicherheit zu gewährleisten [43], [44]. Nachfolgend sollen daher einige grundlegende Schädigungsmechanismen vorgesehlt werden.

2.1.3.1 Kriechen

Kriechen bezeichnet die zeitabhängige Dehnung eines Bauteils bei konstanter Last unterhalb der Fließgrenze des Werkstoffes [45]. Dieser Effekt kann grundsätzlich ab Erreichen einer „homologen Temperatur“ T/T_m von etwa 0.3 bis 0.4 auftreten. T_m bezeichnet die Schmelztemperatur des Materials. Die Spannungsrelaxation durch Kriechen beschreibt die Abnahme der Spannung innerhalb eines Bauteiles bei konstanter Dehnung. Der Kriechprozess kann grundsätzlich in drei Phasen eingeteilt werden, die im Wesentlichen durch die Dehnraten bestimmt werden:

- Primäres Kriechen ε_I : Starker Anstieg der Dehnrate
- Sekundäres Kriechen ε_{II} : Konstante Dehnrate
- Tertiäres Kriechen ε_{III} : Stark zunehmende Dehnrate bis zum Bruch

Die Kriechgeschwindigkeit ist primär von Spannung, Temperatur sowie Materialeigenschaften abhängig. Das Kriechverhalten wird mittels sog. Kriechversuche analysiert. Dabei werden Proben bei erhöhter Temperatur unter konstanter Last getestet. In den hieraus resultierenden Kriechkurven (s. **Abbildung 2-3a**) ist die Dehnrate über die Zeit aufgetragen. Nachdem die Dehnung zunächst schnell ansteigt, geht die Kriechgeschwindigkeit in eine konstante Steigung über (Primäres Kriechen). Eine Zunahme der Versetzungsdichte führt zu einer Verfestigung und somit zu einer reduzierten Kriechgeschwindigkeit. Ursächlich für die anschließende konstante Kriechgeschwindigkeit ist ein Gleichgewicht zwischen Versetzungsaufstau und Versetzungsgleiten (Sekundäres Kriechen). Nach einer bestimmten Zeit bilden sich sog. Kriechporen aus, wodurch die Kriechgeschwindigkeit wiederum ansteigt (Tertiäres Kriechen). Bei ausreichend hoher Last kommt es zum Kriechbruch [45], [46].

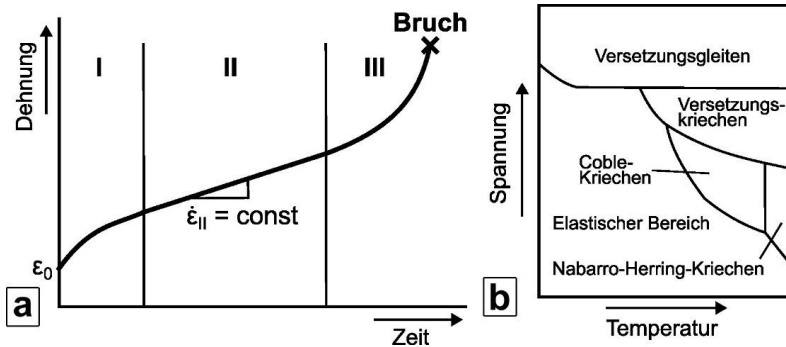


Abbildung 2-3: Darstellung der Kriechbereiche über die Zeit (a) und beispielhaftes Verformungsmechanismus-Diagramm von Aluminium (b). Adaptiert aus [45] mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature.

In Abhängigkeit von der Temperatur und der Belastung lassen sich verschiedene Mechanismen beobachten. Beim Versetzungsgleiten handelt es sich um eine konservative Bewegung von Stufenversetzungen. Versetzungskriechen ermöglicht das Klettern von Stufenversetzungen durch die Diffusion von Fremd- und Gitteratomen. Das Diffusionskriechen beschreibt eine plastische Verformung, welche durch das gegenseitige Abgleiten der Kristalle hervorgerufen wird. Diffusionskriechprozesse können in zwei Kategorien unterteilt werden: Bei geringeren Temperaturen manifestiert sich das sogenannte Coble-Kriechen, welches durch eine primäre Diffusion über Korngrenzen gekennzeichnet ist. Im Kontrast dazu zeigt sich bei höheren Temperaturen das Nabarro-Herring-Kriechen, welches eine Diffusion sowohl über Korngrenzen als auch über das Korninnere involvieren kann [35], [45].

Es sei angemerkt, dass sich sekundäres Kriechen über einen exponentiellen Zusammenhang beschreiben lässt:

$$\dot{\epsilon}_{II} = B \sigma^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{Formel 2-3}$$

Wobei B eine Konstante, n den Kriech oder Spannungsexponenten, Q eine charakteristische Aktivierungsenergie, R die universelle Gaskonstante und T die Temperatur beschreiben. Dieses sogenannte „Norton-Kriechen“ verdeutlicht insbesondere die Abhängigkeit von aufgebrachtter Spannung σ und vorliegender Temperatur T [45]. Im verwendeten IN718-Material ist die Kriechfestigkeit primär durch die γ'' -Phase gegeben (s. Kapitel 2.1.2).

2.1.3.2 Ermüdung

Der Effekt der Materialermüdung manifestiert sich in der Konsequenz zeitlich veränderlicher, häufig wiederholter Belastung. Infolge zyklischer Beanspruchung

manifestiert sich das Bauteilversagen in drei Phasen. Zunächst kommt es zu einer Anrissbildung, welche durch die wiederholten plastischen Verformungen initiiert wird. In der Folge wächst der Riss, bis es letztendlich zu einem Restbruch kommt. Dabei kann die Belastung unterhalb der eigentlichen Streckgrenze des Materials liegen. Die Ermüdungsfestigkeit ist von einer Vielzahl von Parametern abhängig, darunter von der Temperatur, Korrosion sowie dem Werkstoff. Die Ermittlung der Ermüdungsfestigkeit eines Materials erfolgt häufig mittels sogenannter Wöhler-Versuche. Im Rahmen dieser Versuche werden Proben einer sich periodisch wiederholenden Last (Spannungs- oder Dehnungsamplitude) mit konstanter Größe ausgesetzt. Dabei treten Axial-, Biege- und Torsionsbelastungen auf. Die Schwingenspielzahlen (Lastzyklen) bei unterschiedlichen Lasten erfolgen bis zum Versagen der Probe. Die resultierende Darstellung wird als Wöhlerdiagramm bezeichnet (s. **Abbildung 2-4**) [45], [46].

Die Kurve wird in drei Bereiche unterteilt: Kurzzeitfestigkeit, Zeitfestigkeit und Dauerfestigkeit. Der Begriff "Kurzzeitfestigkeit" wird in diesem Kontext auch als "niederzyklische Ermüdung" bezeichnet. Dies impliziert, dass das Bauteil für eine geringe Anzahl an Zyklen bei hoher Last ausgelegt ist (LCF, *low cycle fatigue*). Die hochzyklische Ermüdung beschreibt die Bereiche der Zeitfestigkeit und Dauerfestigkeit, wo durch eine geringe Lastamplitude eine hohe Zyklenzahl erreicht wird (HCF, *high cycle fatigue*). Kommt es neben der zyklischen mechanischen Belastung auch zu einer zyklischen thermischen Belastung tritt thermomechanische Ermüdung auf. Hierbei führen sich zeitlich verändernde Temperaturgradienten zu Dehnungs- und Spannungsfeldern im Material. Viele Werkstoffe weisen im Bereich der Dauerfestigkeit keinen ideal horizontalen Verlauf auf, was auf Versagen infolge sehr hoher Lastspielzahl hindeutet [45], [46].

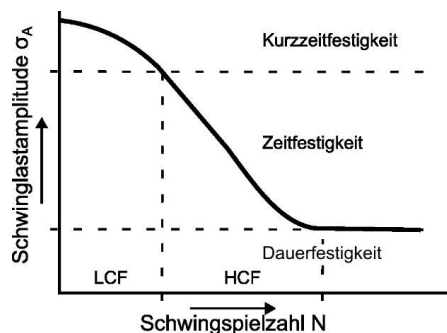


Abbildung 2-4: Wöhler-Kurve mit eingezeichneten Bereichen der Kurzzeitfestigkeit, Zeitfestigkeit und Dauerfestigkeit für einen dauerfesten Werkstoff. Adaptiert nach [45] mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature.

2.1.3.3 Rissbildung

Schädigungen an Bauteilen manifestieren sich häufig in Form von Rissen. Zusätzlich zu den bereits genannten Schädigungsmechanismen ist das Auftreten von Rissen unter anderem auf induzierte Defekte bei der Herstellung oder durch Bearbeitungsfehler zurückzuführen. Diese werden als unendlich scharfe Kerben angesehen und stellen dadurch Spannungsspitzen dar. Grundsätzlich sind drei charakteristische Belastungsfälle zu unterscheiden. Modus I umfasst Normalspannungen senkrecht zu den Rissflächen (**Abbildung 2-5a**). Vereinfacht wird angenommen, dass Zugspannungen den Riss öffnen, während Druckspannungen diesen eher schließen. Modus II und Modus III umfassen Schubbelastungszustände (**Abbildung 2-5b und c**). Diese führen primär zur Verrichtung von Reibarbeit auf den Rissflächen, welche dem Rissfortschritt nicht mehr zur Verfügung steht. Damit ist Modus I von primärem Interesse [45], [46].

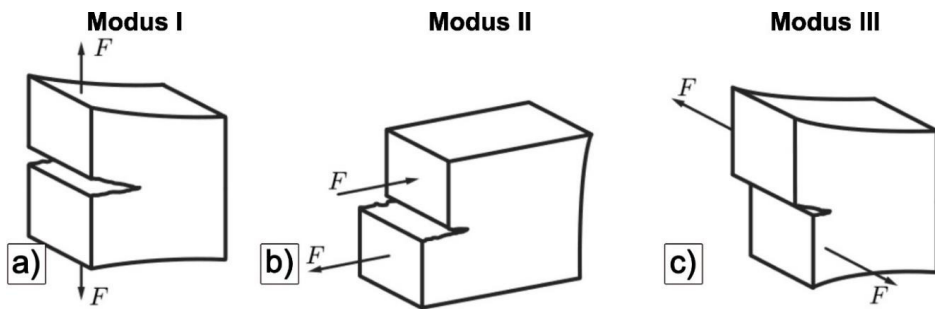


Abbildung 2-5: Rissausbreitungsmodi I, II und III. Adaptiert nach [45] mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature.

Das Fortschreiten eines Risses kann über den jeweiligen Spannungsintensitätsfaktor K_I charakterisiert werden:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} Y$$

Formel 2-4

Der Index I beschreibt hier den Modus des Bauteilversagens. Y beschreibt einen Geometriefaktor, welcher den Einfluss verschiedener Rissgeometrien berücksichtigt. Ein stationärer Riss führt nicht zwangsläufig zu Bauteilversagen, da er nicht fortschreitet. Bei Überschreiten eines kritischen Wertes K_{Ic} infolge einer äußerlich aufgetragenen Last σ_c schreitet der Riss mit der Länge a weiter voran. Ab diesem Zeitpunkt der Rissinitiation liegt ein instationärer Riss vor [47].

Im thermischen Spritzen liegt fertigungsbedingt eine hohe Anzahl an Defekten in der Schicht vor (u.a. Deformations-, Sinter- oder Abkühlvorgänge). In diesem Fall korreliert

Rissausbreitung bereits vorhandener Risse mit der in der Schicht durch den jeweiligen Prozess eingebrachten Spannung. Solche Vorgänge können auch zu Schichtversagen führen [19]. Daher ist eine möglichst genaue Einstellung der prozessbedingten Defekte und Eigenspannung von großem Interesse.

2.1.3.4 Korrosion

Korrosion, insbesondere im Verdichterteil einer Gasturbine beeinträchtigt die Leistung, Lebensdauer und Sicherheit des Systems maßgeblich. Der Verdichter saugt Umgebungsluft an und verdichtet diese anschließend, wobei die angesaugte Luft trotz Filterung mit Schadstoffen oder Partikeln belastet sein kann [1]. Diese Partikel können bei sukzessivem Aufprall in Abhängigkeit von Material und Geschwindigkeit auf der Schichtoberfläche korrosiv in Form eines Schichtabtrags wirken. Insbesondere bei spröden Materialien, wie beispielsweise Wärmedämmschichten, kann dies Risse an der Oberfläche induzieren, welche sich durch die Beschichtungsoberfläche fortsetzen und die Bauteilintegrität vermindern [44]. Weiter bedingen die für eine Gasturbine typischen Lastzyklen und damit verbundene Temperaturspitzen sowie Luftfeuchtigkeit Oxidationsvorgänge an den Verdichterkomponenten. So stellen beispielsweise Sulfate in der Luft durch die Reaktion mit Legierungselementen ein Problem für die im Verdichter angebrachten Oberflächen dar. Hierdurch eingebrachte Oxide dringen im laufenden Betrieb weiter in das Material ein und vermindern die Lebensdauer. Hier zeigt sich die Verwendung von korrosionsbeständigen Nickel-Superlegierungen als wirkungsvoll, welche im Temperaturbereich des Verdichters angewendet werden können [1], [44].

2.1.4 Reparaturverfahren

Innerhalb einer Gasturbine sind insbesondere die mit hoher Temperatur belasteten Komponenten anfällig für Schädigungen und erfordern einen Inspektions- und Reparatur- oder Austauschprozess. Generell kommt es bei erhöhten Betriebstemperaturen zu Veränderungen durch Korrosion und Oxidation. Weiter treten bei hohen Temperaturen kombinierte Prozesse aus durch Versetzungsbewegung ausgelöster plastischer Verformung sowie thermischen aktivierten Vorgängen wie beispielsweise Diffusionsprozesse auf, deren Geschwindigkeit mit der Temperatur schnell ansteigt. Als Folge solcher Belastungen können unter anderem Degradation durch Hochtemperaturkriechen oder Rissbildung infolge thermischer Belastung auftreten [48].

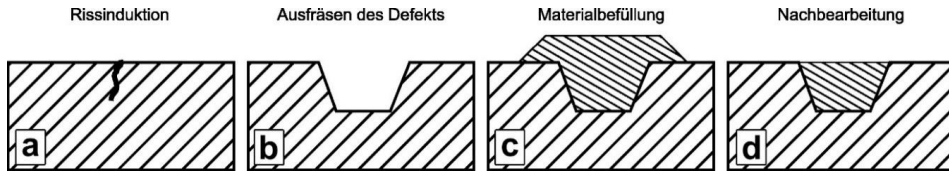


Abbildung 2-6: Beispielhaftes Vorgehen beim Reparaturprozess eines induzierten Defekts (a): Zunächst erfolgt das Ausfräsen der betroffenen Stelle (b), gefolgt vom Befüllen mit Reparaturmaterial (c) und mechanischer oder thermischer Nachbearbeitung sofern notwendig (d). Darstellung angelehnt an [49].

Für den Reparaturprozess wird häufig das Auftragsschweißen angewendet, bei dem das für die Reparatur verwendete Material direkt auf der Schadstelle aufgeschweißt wird. Die Schweißbarkeit des Materials ist dabei direkt mit dem Al- und Ti-Gehalt der Legierung verbunden. Dieser Anteil darf in Summe maximal 4 Gew.-% betragen [5], [50].

Eine weitere Alternative stellt das *Laser metal deposition* (SLM) – Verfahren als additive Fertigungstechnik dar. An der betreffenden Stelle wird das aufgeschmolzene Reparaturmaterial über eine Düse aufgetragen und mit dem ebenfalls aufgeschmolzenen Schmelzbad des Substrats vermischt. Beim Abkühlen entsteht eine feste Verbindung zum Substrat. Dies ermöglicht die Fertigung endkonturnaher Bauteile mit geringer Porosität [6], [51].

Beide genannten Prozesse beinhalten das Aufschmelzen der aufzutragenden Schicht, welche die Reparaturstelle wiederum thermisch belastet. Dies kann in Folge der hohen Temperatur zu erneuter Schädigung durch Abschreckeffekte, Verzug oder Oxidation führen [5]. Dagegen hat sich das Kaltgasspritzverfahren als schnelles und kosteneffizientes Reparaturverfahren mit geringer thermischer Belastung erwiesen [7].

So wurden beispielsweise Defekte an Hubschrauberrotoren aus Aluminium auf Mg-Legierungen [52] mittels Kaltgasspritzen durch die Abscheidung dichter Aluminium-Schichten repariert. Dies unterstreicht die Anwendung von Kaltgasspritzen für die Beschichtung von für Korrosion empfindliche Materialien wie Magnesium. Dosta et al. verwendeten den Kaltgasspritzprozess zur Aufbringung einer Schutzschicht für die Erhöhung der Verschleißfestigkeit und des Korrosionswiderstandes in Form von WC-25Co Schicht auf Al7075-T6 Substraten [53]. Ogawa et al. führten umfangreiche Analysen zur Reparatur von IN738 als Schaufelmaterial in Turbinen durch mit einer nachgeschalteten Wärmebehandlung [7]. Es wurde postuliert, dass sich durch die Wärmebehandlung eine reduzierte Porosität sowie eine verbesserte Anhaftung ergeben, wobei die mechanischen Eigenschaften des Materials nahezu identisch mit denen des Ausgangsmaterials bleiben. Dies deckt sich mit Analysen von Shrestha et al. zu Untersuchungen von IN718 [30]. Hier

konnten infolge einer Wärmebehandlung die typischen Druckeigenstressungen, welche in der Literatur als treibende Kraft für Schichtversagen identifiziert werden, in kaltgasgespritzten Schichten signifikant reduziert werden.

Takana et al führten Beschichtungen mittels Kaltgasspritzen in Ausfräsungen ähnlich wie in **Abbildung 2-6** dargestellt durch [14]. Die durchgeführten Experimente ergaben, dass die Befüllung der Kavität nur unzureichend erfolgte. Dies ist auf die 90°-Wände und die prägnante Gasstagnationszone zurückzuführen, was zu einer Verringerung der Partikelgeschwindigkeit führt. (s. *bow shock* in Kapitel 2.2.4). Die Analyse von Ausfräsungen mit konisch zulaufenden Wänden ergab eine verbesserte Abscheiderate, die jedoch noch immer nicht vollständig ausgefüllt war. Erst bei Kavitäten mit 45°-Hängen wurde eine hinreichende Abscheiderate beobachtet, um eine vollständige Befüllung zu erreichen. Dies verdeutlicht die signifikante Abhängigkeit des Abscheidewinkels von der Abscheideeffizienz. Einen dazu vergleichbaren Reparaturprozess publizierten Cavaliere et al. für die Beschichtung von Nickelpulver auf Inconel718-Substraten mit einer eingebrachten V-förmigen Nut bei einem Wandwinkel von 30° [54]. Eine zur in dieser Arbeit verwendeten Kavität ähnlichen Geometrie wurde von Ardeshiri Lordejani et al. mit 316L-Stahlpulver beschichtet. Basierend auf einem dafür entwickelten analytischen Modell wurde die Anzahl der Übergänge abgeschätzt. Die modellierten Ergebnisse zeigten eine gute Übereinstimmung mit den Schichtresultaten [55].

Der notwendige Düsenverfahrweg resultiert in einer großen Menge an überschüssigem Materialauftrag um die Kavität herum. Eine entsprechende, auf die Kavitätsdimensionen zugeschnittene Maskierung könnte dies vermeiden. Für Reparaturkavitäten konnten in der Literatur keine solche Untersuchungen gefunden werden. Sova et al. den Einfluss untersuchten den Einfluss einer Maskierung auf das resultierende Spritzprofil von Al-Partikeln [12]. Hierbei zeigte sich, dass die Spritzfleckgröße eingeengt werden kann, durch den großen Maskenabstand aber trotzdem ein Schichtauftrag um das Hauptprofil herum erfolgt. Daher soll der Einfluss solcher Maskierungen auf die Reparaturschicht, verbunden mit Anhaftung und Eigenspannung in Abhängigkeit von Größe und Abstand der Öffnung untersucht werden.

Zusätzlich zur Maskierung kann der Spritzfleck auch bereits durch die Düsengeometrie eingeengt werden. Hierfür existieren Versuche für die Abscheidung von Al-Pulver mittels einer sog. Mikrodüse, womit ein Spritzfleck mit einem Durchmesser unter 2 mm erzeugt werden konnte [56]. Anwendungen solcher Art sind interessant für möglichst endkonturnahe Fertigung, welche neben dem Reparaturprozess auch bei der additiven

Fertigung gefordert ist [31], [32].

In der wissenschaftlichen Literatur werden primär Kupfer, Aluminium oder Strahl verwendet, welches sich bei moderaten Kaltgasbedingungen verspritzen lässt. Dies entspricht jedoch nicht den im Vergleich hohen Spritzbedingungen, wie diese für Inconel 718 notwendig sind (s. Kapitel 3.1.2)

2.2 Kaltgasspritzen

Beim Kaltgasspritzen (CGS) handelt es sich um ein kinetisches Abscheidungsverfahren, welches in den 1980er Jahren am *Institute of Theoretical and Applied Mechanics at Novosibirsk*, Russia, patentiert wurde [57]. Dabei werden einzelne Partikel über eine Überschalldüse mittels eines Prozessgases unter Druck auf sehr hohe Geschwindigkeiten beschleunigt. Die Partikel schmelzen bei diesem Prozess nicht auf, was unerwünschte Einflüsse wie Oxidation, Verdampfung oder Kristallisation reduzieren kann. Beim Erreichen einer kritischen Geschwindigkeit kommt es infolge der Verformung des Partikels beim Aufprall zu einer festen Verbindung zweier fester Phasen bei geringer Porosität [58], [59]. Durch die hohen Abscheidungsraten ist KGS auch für die Industrie interessant und stellt eine wirtschaftliche Alternative für Bauteile mit geringen Stückzahlen und hohem Fertigungsaufwand dar. Der Beschichtungsprozess wird hauptsächlich über Druck und Temperatur des Prozessgases reguliert, wobei moderne Anlagen Gastemperaturen von über 1000 °C erreichen lassen und damit u.a. das Verspritzen von Superlegierungen ermöglichen. Die niedrigen Prozesstemperaturen ermöglichen Beschichtungen ohne signifikante Oxidation und verringern das Ausmaß an Abschreckeffekten der typischerweise in festem Zustand auftreffenden Partikel. Der schichtartige Aufbau auf eine Negativkontur eignet sich zudem für Anwendungen in der additiven Fertigung [60], [61]. Beschränkt wird das Verfahren durch die Vorgabe von duktilem Pulvermaterial, da plastische Deformation die Grundvoraussetzung für eine erfolgreiche Anbindung ist. Weiter ist die Größe des Spritzflecks ein wichtiges Kriterium. Zudem entstehen je nach Wahl des Prozessgases hohe Kosten [62]. Nachfolgend soll der KGS-Prozess und insbesondere die Schichtbildung näher vorgestellt werden.

2.2.1 Prozessablauf

Abbildung 2-7 stellt den in der vorliegenden Arbeit angewendeten Kaltgasspritzprozess schematisch dar. Eine konvergent-divergente (*de Laval* –)Düse wird von einem Prozessgas bei hohem Druck (bis zu 50 bar) durchströmt und je nach eingestellter Temperatur aufgeheizt (von 373 bis über 1200 K). Über eine Pulverfördereinheit gelangen die Pulverpartikel mit

einem Durchmesser zwischen 1 und 100 μm (metallische Pulver typischerweise 20-60 μm) zunächst in die vom Prozessgas durchströmten Vorkammer. Die Aufheizung der Partikel erfolgt in Abhängigkeit von der Länge der Vorkammer bei niedriger Gasgeschwindigkeit. Dabei werden die Partikel bei niedriger Gasgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Größe und Materialparameter im Idealfall vollständig aufgeheizt. Infolge der Gasbeschleunigung innerhalb der Düse auf Überschallgeschwindigkeit erfahren die Partikel eine vergleichbare Beschleunigung und treffen nach Verlassen derselben je nach Abstand mit 200 – 1200 m/s auf das Substrat auf [58], [59], [63]. Bei dem verwendeten Prozessgas handelt es sich vorzugsweise um Stickstoff aufgrund des inerten Zustandes sowie hoher Reinheit. Mit Helium können aufgrund besserer thermodynamischer Eigenschaften wie einer höheren spezifischen Gaskonstante und einem höheren Isentropenexponenten höhere Partikelgeschwindigkeiten erzielt werden, weist dabei jedoch hohe Kosten auf [64].

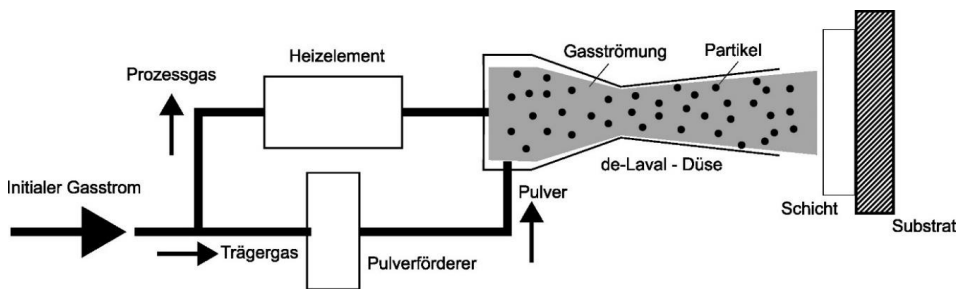


Abbildung 2-7: Schematische Darstellung des Kaltgasprozesses. Darstellung und Übersetzung nach [7], veröffentlicht unter CC BY 3.0 <https://creativecommons.org/licenses/by/3.0/>.

Der Strömungsprozess durch eine konvergent-divergente Düse kann vereinfacht im isentropen Fall als Beziehung zwischen der Mach-Zahl M , der Gasgeschwindigkeit v und dem Querschnittsbereich der Düse A dargestellt werden [65]:

$$(1 - M^2) \left(\frac{dv}{v} \right) = - \left(\frac{dA}{A} \right) \quad \text{Formel 2-5}$$

Die hier vorgestellte Gleichung basiert auf den Prinzipien der Fluidodynamik und der Thermodynamik, insbesondere auf der Massenerhaltung in einer isentropen Strömung. Sie veranschaulicht, wie sich die Strömungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit vom Düsenquerschnitt und der Mach-Zahl verändert. Für $M < 1$ (Unterschallströmung) impliziert die Gleichung, dass eine Verringerung des Querschnitts ($dA < 0$) zu einer Erhöhung der Geschwindigkeit ($dv > 0$) führt. Dies erklärt die Beschleunigung der Gasströmung innerhalb des konvergenten Düsenabschnitts. Für $M > 1$ (Überschallströmung) führt eine Verringerung des Querschnitts zu einer Verlangsamung der Strömung, während eine Vergrößerung des

Querschnitts zu einer Beschleunigung führt. Dies entspricht der Charakteristik des divergenten Düsenabschnitts. Im kritischen Fall $M=1$ (Schallgeschwindigkeit), liegt der engste Düsenquerschnitt vor, der sogenannte „Hals“ (engl.: *throat*). An diesem Punkt erreicht die Strömung den Überschallbereich und wird im divergenten Teil weiter beschleunigt [65], [66]. In Anhang 6 sind weitere Gleichungen gelistet, welche den Gasfluss in Form eines vereinfachten, eindimensionalen Rechenmodells innerhalb der konvergent-divergenten Düse umfassend beschreiben [67].

Grundsätzlich wird beim Kaltgasspritzen anhand des initialen Prozessgasdrucks in *low pressure* (< 1 MPa) und *high pressure* (> 1 MPa) Systeme unterschieden [4]. Ersteres verwendet anstelle zweier separater Gasleitungen für Prozessgas und Partikel einen einzelnen Gaseinlass vor der *de Laval* – Düse, wo die Partikel typischerweise im divergenten Düsenteil injiziert werden. Dies stellt eine vergleichsweise kostengünstige und mobile Applikation dar [68], [69]. Das meist angewendete Kaltgasspritz-System bezieht auf die *high pressure* – Variante wie in der obigen Abbildung dargestellt und findet auch in dieser Arbeit Anwendung. Da sich die Düse hierbei stark erwärmt, wird sie mit Wasser gekühlt, das durch die Ummantelung geleitet wird. Hierdurch verringert sich auch der *clogging* – Effekt, wobei insbesondere kleine Partikel an der sonst warmen Düsenwand haften bleiben und den Durchfluss behindern [70].

2.2.2 Anbindungsprozess im Kaltgasspritzen

Für die Anbindung der Partikel hat sich in der Literatur das Modell der „Adiabatischen Scherinstabilität“ (engl.: *adiabatic shear instability*, ASI) etabliert [59], [71], [72]. Beispielhaft haben Schmidt et al. hierfür das Auftreffen eines 25 μm Kupferpartikels auf Kupfersubstrat simuliert [73]. Wie zuvor erläutert müssen die Partikel für die Schichtbildung eine materialabhängige kritische Geschwindigkeit erreichen. Hohe Geschwindigkeiten infolge der hohen kinetischen Energie haben sehr hohe Dehnraten zur Folge und führen sowohl zu starker plastischer Deformation in Partikel und Substrat als auch Scherinstabilitäten an Partikel-Partikel bzw. Partikel-Substrat Oberfläche. Sind Aufpralldruck und die entsprechende Verformung hoch genug, führen diese zu adiabatischen Scherinstabilitäten. In diesem Zustand dominiert thermisches Erweichen und führt zu einem Spannungsabfall in der Bindungszone. Die entstehende Wärme kann aufgrund der insgesamt kurzen Aufpralldauer von bis zu 100 ns nicht abgeführt werden und führt zu quasi-adiabaten Bedingungen. Der damit verbundene Temperaturanstieg kann im Bereich der höchsten Scherbeanspruchung bis zur Schmelztemperatur ansteigen [73], [74].

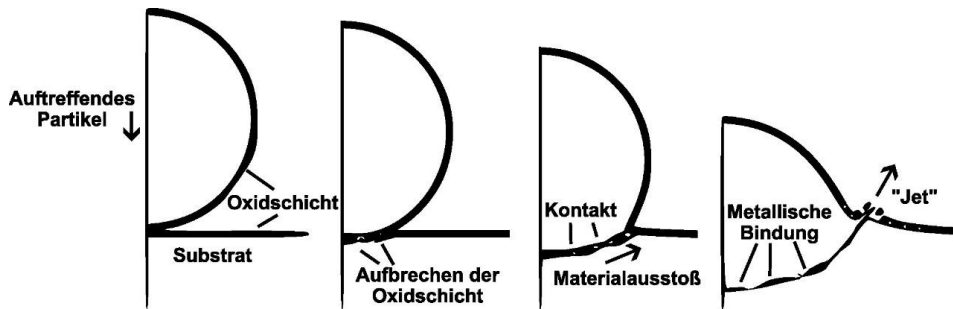


Abbildung 2-8: Schematischer Anhaftungsprozess zwischen Partikel und Substrat. Darstellung und Übersetzung nach [75] mit freundlicher Genehmigung von Elsevier.

Infolge der lokalen Scherkräfte an der Grenzfläche von Partikel-Partikel oder Partikel-Substrat brechen die dünnen Oxidschichten auf und es resultiert eine metallurgische Verbindung der Partikel mit dem Substrat ohne Aufschmelzen der Partikel [71], [72]. Durch den Spalt zwischen Substrat und Partikel wird ausgehend vom ersten Kontaktpunkt Material in Form eines „Jets“ herausgedrückt. Dieser ist metallographisch als nichtanhaftender Bereich am Rand des Partikels zu erkennen [74], [76]. Aufgrund der Notwendigkeit von Deformation bzw. Scherinstabilitäten eignen sich für den Anbindungsprozess besonders Materialien mit kubisch-flächenzentriertem Kristallgitter, da hier die höchste Anzahl an Gleitsystem und die Fähigkeit zur plastischen Deformation vorliegt [59]. Durch den Aufprall der Partikel auf dem Substrat werden zudem für die Materialeigenschaften möglicherweise positive (Druck-)Eigenspannungen erzeugt, wohingegen zu hohe Eigenspannungen zum Ablösen der Schicht führen können [77]. Beim Ablösen solcher Partikel ist die ursprüngliche metallische Bindung in Form von „Dimple“-Strukturen im zurückbleibenden Krater zu erkennen [78].

Das ASI-Modell ist die in der Literatur am häufigsten verwendete Theorie, um den Anhaftungsprozess im Kaltgasspritzen nachzuvollziehen. Ein alternatives Modell wurde von Hassani-Gangaraj et al. formuliert [79]. Hiernach ist die Ausbildung des Materialjets nicht auf die thermische Erweichung, sondern ausschließlich auf die Ausbildung von Druckwellen im aufprallenden Partikel zurückzuführen, was mittels Aufprall-Simulationen an kleinen Kupferpartikeln gezeigt wurde. Weiter wiesen Champagne et al. bei der Beschichtung von Kupferpartikeln auf Aluminiumsubstrat eine Mischphase am Interface nach, was auf einen Schmelzprozess infolge des Aufpralls hindeutet [80]. Auf Basis der vorhandenen Literatur stützt sich diese Arbeit beim Anhaftungsprozess in KGS auf das ASI-Modell.

2.2.3 Abscheideparameter

Für eine erfolgreiche Partikelanhaftung und damit verbundene Schichtbildung nach dem Asi-Modell müssen die Partikel eine kritische Geschwindigkeit v_{cr} erreichen. In der Literatur existieren verschiedene Formulierungen dieser Größe. Assadi et al. gaben diese in Abhängigkeit von Materialparameter und Partikeltemperatur an [67]:

$$v_{cr} = k_1 \sqrt{c_p(T_m - T_p) + 16 \frac{\sigma_z}{\rho_p} \left(\frac{T_m - T_p}{T_m - 293} \right)} \quad \text{Formel 2-6}$$

$$k_1 = 0,64(d_p/d_p^{ref})^{-0,18} \quad \text{Formel 2-7}$$

wobei d_p den Durchmesser, T_p die Temperatur beim Aufprall, c_p die spezifische Wärmekapazität, ρ_p die Dichte, σ_z die Zugfestigkeit bei Raumtemperatur und T_m die Schmelztemperatur des Partikels beschreiben. Bei k_1 handelt es sich um einen Vorfaktor, welcher die entsprechende Referenzgröße von Kupfer mit einem Durchmesser von 10 μm berücksichtigt.

Ab dieser kommt es beim Aufprall infolge der plastischen Deformation einzelner Partikel zur Anhaftung von Substrat und Partikel. Die Partikelgeschwindigkeit darf gleichzeitig einen maximalen Wert v_{max} jedoch nicht überschreiten, da die Partikel andernfalls abrasiv wirken und Materialabtrag ohne Anhaftung erfolgt:

$$v_{max} = (1,3r_e^{-0,21})a_{ref} \quad \text{Formel 2-8}$$

r_e beschreibt das Expansionsverhältnis der de-Laval – Düse und wird im weiteren Verlauf dieses Kapitels erläutert, während a_{ref} als Referenz-Partikelgeschwindigkeit verwendet wurde. Dessen Berechnung ist im Rahmen des eindimensionalen Rechenmodells in Anhang 6 beigelegt.

Zwischen diesen beiden Werten erstreckt sich der Bereich, in dem die Partikel in Abhängigkeit von Temperatur und Geschwindigkeit einen erfolgreichen Anhaftungsprozess durchlaufen. Dieser Bereich ist in der Literatur als sog. *Window of Deposition* (WoD) deklariert [73], [76]. In **Abbildung 2-9** ist das WoD für das in dieser Arbeit verwendete IN718-Pulver dargestellt. Anhand der Abbildung ist direkt ein Skaleneffekt der Partikelgröße ersichtlich. Kleinere Partikel erreichen aufgrund ihrer geringeren Massenträgheit eine höhere Geschwindigkeit und können gleichzeitig weniger Wärme aufnehmen als größere Partikel, die ihrerseits langsamer sind. Die notwendige kritische Geschwindigkeit ist nach **Formel 2-6** neben den Materialparametern insbesondere von der

Partikeltemperatur beim Aufprall abhängig, da diese die Ausbildung von adiabatischen Scherinstabilitäten nach dem ASI-Modell bestimmt [67], [73].

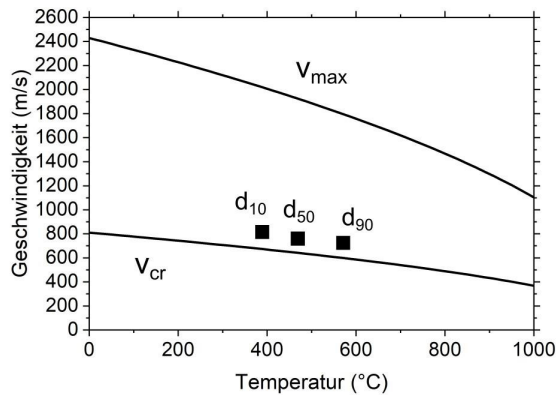


Abbildung 2-9: Das sogenannte *Window of Deposition* begrenzt den Bereich zwischen kritischer und maximaler Geschwindigkeit, in welchem die Anhaftung nach dem ASI-Modell möglich ist [76]. Repräsentativ sind spezifische Partikelgrößen des verwendeten IN718-Pulvers unter in dieser Arbeit standardmäßig verwendeten Spritzparametern dargestellt (s. Kapitel 3).

Zur Bestimmung der Abscheideeffizienz im Kaltgasspritzen bzw. thermischen Spritzen generell wird in der Literatur standardmäßig die sog. Depositionseffizienz (engl.: *deposition efficiency*, DE) als Kennwert angegeben. Diese bezieht sich auf das relative Verhältnis aus Schichtgewicht und der Masse von über der Probe abgeschiedenem Material [81]. In Kapitel 3.1 ist die Berechnung für das Vorhaben in dieser Arbeit dargestellt. Nachfolgend werden geometrische sowie strömungstechnische Einflussgrößen auf die DE vorgestellt.

Der Einfluss des Prozessgases wurde bereits erläutert. Ebenso beeinflussen die Partikelgröße und -form die damit verbundene Fähigkeit zur Ausbildung adiabatischer Scherinstabilitäten und damit die DE [40], [45], [51]. So empfehlen Moridi et al. [63] die Verwendung von grobem Pulver (45 – 106 μm), da die Aufheizrate von großen Partikeln höher ist und die Anbindung über das ASI-Modell unterstützt wird. In dieser Arbeit wird gezeigt, dass auch kleinere Partikel bei ausreichender Duktilität eine hohe DE erreichen können.

Weiter beeinflussen die Vorkammerlänge mit der resultierenden Aufheizdauer sowie die verwendete Düsengeometrie Temperatur und Geschwindigkeit der Partikel [62], [63]. Eine längere Vorkammer ermöglicht beispielsweise die vollständige bzw. bessere Aufheizung von großen Partikeln. Im Zuge der Expansion im divergenten Düsenquerschnitt verringert sich einhergehend mit der Beschleunigung des Fluids aufgrund der abnehmenden

Dichte auch die Fluidtemperatur [16], [76]. Dies beeinflusst direkt den Anhaftungsprozess nach dem ASI-Modell. Das Ausmaß der Expansion ist durch das Expansionsverhältnis r_e (engl.: *expansion ratio*) aus Querschnittsfläche am Düsenausgang A_e und dem *throat* A^* vorgegeben [67], [82]:

$$r_e = \frac{A_e}{A^*} \quad \text{Formel 2-9}$$

Das Ausmaß dieser Expansion stellt eine wichtige Größe für die Gasströmung und damit Temperatur und Geschwindigkeit der Partikel dar. Daher müssen in Abhängigkeit von der verwendeten Düse optimale Bedingungen für die initiale Gastemperatur und -geschwindigkeit festgelegt werden, um eine möglichst hohe DE zu erreichen. Dieser Aspekt kommt in Kapitel 6 mehrfach zum Tragen. Eine Übersicht des Expansionsverhältnis für die in dieser Arbeit verwendeten Düsengeometrien ist in Anhang 1 beigelegt.

Neben der Düsengeometrie bestimmen auch deren Abstand zum Substrat sowie deren Aufprallwinkel die Abscheideeffizienz [70], [83], [84]. In Abhängigkeit der gegebenen initialen Spritzbedingungen ergibt sich ein optimaler Abstand zwischen Düse und Substrat. Das Partikel verlässt die Düse mit einer spezifischen kinetischen Energie. Zudem treten sowohl innerhalb der Überschallströmung als auch in der Spritzkammeratmosphäre Reibungseffekte zwischen Partikel und Fluid auf [16]. Daher ist darauf zu achten, dass der Abstand zwischen Düse und Substrat (engl.: *standoff distance*, SoD) nicht zu groß ein, um die kritische Geschwindigkeit nicht zu unterschreiten. Auf der anderen Seite kann das Gas bei zu geringem Abstand die Aufprallzone nicht schnell genug verlassen, wodurch sich eine sphärische Gasfront ausbildet [62], [85]. Diese sogenannte Bugstoßfront (engl.: *bow shock*) kann die Abscheideeffizienz durch das Abbremsen von Gas und Partikeln vor dem Substrat verringern und wird in Kapitel 2.2.4 näher erläutert.

In Abhängigkeit von der Spritzdistanz liegt die höchste DE bei orthogonaler Beschichtungsrichtung vor und sinkt sukzessive mit zunehmender Abweichung von dieser [70], [86]. Ein 90°-Winkel kann jedoch aufgrund der jeweils gegebenen Reparaturgeometrie nicht immer gewährleistet werden. So zeigten Untersuchungen, dass Strahlwinkel unterhalb von 60° in einer geringen Depositionseffizienz resultieren [70]. In diesem Zusammenhang rückt auch der sich einstellende, materialabhängige Wandwinkel bei kaltgasgespritzten Schichten in den Fokus. Als sog. Böschungswinkel wird der Winkel zwischen Substratoberfläche und Beschichtungsrand bezeichnet [87]. Bei standardmäßig orthogonaler Beschichtungsrichtung verringert sich dabei die Oberfläche der Schicht infolge des sukzessiven Schichtaufbaus und reduziert damit auch die Depositionseffizienz. Dies hat zur

Folge, dass eine Schicht nicht beliebig hoch aufgebaut werden kann. Zudem verhindert dies u.a. die Durchführung der Haftzugversuche für sehr dicke Schichten aufgrund der vorgegebenen Klebefläche (s. Kapitel 2.3.4). In diesem Zusammenhang stellt sich die Frage nach einer möglichen Strahlmanipulation, um feinere Profile abzuscheiden und damit steilere Wandwinkel zu erzeugen. In der Literatur existiert eine Vielzahl an Studien zu den hauptsächlich in KGS verwendeten Pulvermaterialien (u.a. Cu, Al, Ni, Ti) [13], [16], [76], [88], jedoch weniger in Bezug auf die Einstellung des Spritzflecks. In Anlehnung an die additive Fertigung wären mit einem solchen die Abscheidung feinerer Konturen möglich [89]. Im Kaltgasspritzen existieren bereits Simulationen zur Spritzfleckkontur, allerdings liegen die Prozessparameter (u.a. Temperatur, Druck) unterhalb der Zielwerte in dieser Arbeit [17], [90], [91].

2.2.4 Beschreibung der Gasströmung

Wie in Kapitel 2.2.3 eingeführt stellt sich in Abhängig vom Arbeitsabstand zwischen Bauteiloberfläche und Düse eine sogenannte Bugstoßfront ein. Dieser Vorgang ist in **Abbildung 2-10a** schematisch dargestellt. Der Aufprall der Gasmoleküle im Gasstrahl auf das Substrat führt zu einer allgemeinen Veränderung der kinetischen Energie und des Impulses der Moleküle [18]. Diese Veränderung wird durch infinitesimale Druckwellen, die sich mit Schallgeschwindigkeit fortbewegen, auf andere Bereiche der Strömung übertragen. Da eine Ausbreitung der Druckwellen in Strömungsrichtung erschwert ist, verschmelzen sie kurz vor dem Substrat und bilden eine Stoßwelle, welche dem nachfolgenden Gasstrom entgegenwirkt. Diese Unterschallströmung vergrößert sich in Abhängigkeit der sich ausbreitenden Schallwellen und manifestiert sich in Form einer Gasstagnationszone (engl.: *stagnation bubble*), verbunden mit einer radialen Ablenkung der Primärströmung. Das Ausmaß der Ablenkung ist durch die jeweilige Mach-Zahl der Primärströmung bedingt. Dieser Effekt wird in der Literatur als Bugstoßeffect (engl.: *bow shock*) beschrieben und kann die Abscheideeffizienz aufgrund der verringerten Geschwindigkeit des eintreffenden Gas- und Partikelstroms beeinflussen [18]. Bei verringertem Arbeitsabstand nimmt dieser *bow shock* – Effekt merklich zu [92]. Gleichzeitig beeinflussen die Prozessparameter, insbesondere der initiale Gasdruck, die Geschwindigkeit des auftreffenden Gasstrahls. Das Ausmaß der damit verbundenen Partikelverlangsamung hängt materialeitig von Größe und Gewicht der Partikel ab. Entsprechende CFD-Simulationen haben gezeigt, dass kleinere, leichte Partikel eher durch den *bow shock* – Effekt abgelenkt werden als größere, schwere

Partikel [59], [62], [85], [92]. Die Gasstagnationszone muss jedoch nicht zwingend die Partikelgeschwindigkeit beeinträchtigen, wie im Rahmen dieser Arbeit gezeigt wird.

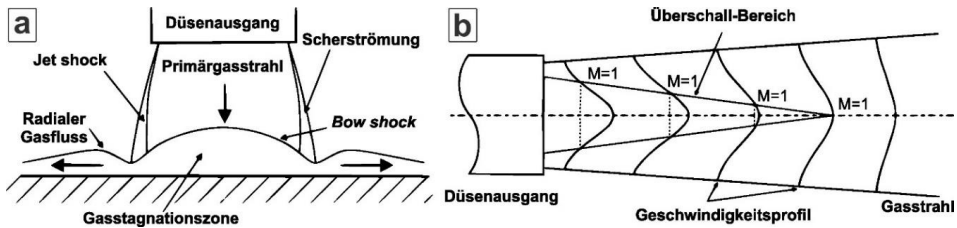


Abbildung 2-10: Ausbildung des Bugstoßeffekts (*bow shock*, a) und schematische Darstellung der Überschallgasströmung (b). Darstellung und Übersetzung nach [18] mit freundlicher Genehmigung von Elsevier.

Zusätzlich zum *bow shock* kann es bereits innerhalb der Düse zu Beeinflussung des Gasstrahls kommen. Nach dem Verlassen des engsten Düsenquerschnitts (*throat*) gelangt das Fluid in den divergenten Düsenteil und wird dort auf Überschallgeschwindigkeit beschleunigt (s. Kapitel 2.2.1). In Bereichen mit $M > 1$ kann das (turbulente) Fluid nicht mehr als inkompressibel angenommen werden [65]. Im Zuge der Expansion im divergenten Düsenteil verringert sich daher die Dichte des Fluids aufgrund des zunehmenden Querschnitts in Richtung des Düsenausgangs. Unterschreitet der Druck innerhalb des Fluids in diesem Zuge den Umgebungsdruck, respektive Kammerdruck, komprimiert sich das Fluid um den Druckgradienten wieder auszugleichen. Da sich der Druck innerhalb der turbulenten Strömung kontinuierlich angleicht kommt es zu alternierenden Dichteänderungen des Fluids. Diese Dichtegradienten manifestieren sich in Form von Schockwellen im Fluid. Die hieraus resultierenden Diskontinuitäten von u.a. Druck, Geschwindigkeit und Dichte des Gases treten im divergenten Düsenteil zunächst in Form von sog. Schrägschockwellen auf. Diese Schrägschockwellen folgen dem Ausgleich des Dichtegradienten hin zum Zentrum des Fluids. Reflektieren sich diese entlang der Achse werden sog. Normalschockwellen ausgebildet, was in der Literatur unter dem Begriff „Mach-Scheibe“ (engl.: *mach disk*) bekannt ist [18], [93], [94]. Deren Größe ist abhängig vom Druckgradienten und nimmt periodisch mit zunehmender Druckangleichung ab. Die sukzessive Abfolge von *mach disks* abnehmender Größe wird als „Schockdiamanten“ (engl.: *shock diamonds*) bezeichnet (s. **Abbildung 2-10b**).

Je nach vorliegendem Druckunterschied existieren verschiedene Regime [95]. Übersteigt der Kammerdruck den Druck im Fluid bereits innerhalb der Düse gilt das Fluid als „überexpandiert“ (engl.: *over-expanded*). Hierbei kommt es bereits innerhalb der Düse

zur Ausbildung von *mach disks*. Im Falle eines niedrigeren Kammerdrucks bilden sich die *mach disks* erst nach Verlassen der Düse, wobei deren Größe typischerweise den Düsenausgangsdurchmesser übersteigt. Hier ist die Fluidströmung „unterexpandiert“ (engl.: *under-expanded*). Im idealisierten Fall ohne Druckgradient bildet sich eine Fluidströmung nahezu ohne Schockdiamanten aus [18]. Die Dichte- und damit einhergehenden Viskositätsänderungen des Fluids führen zu einer alternierender Gasgeschwindigkeit und damit zu einer Abbremsung des Gasstrahls. Vergleichbar zum *bow shock* beeinflussen die Schockdiamanten damit die Depositionseffizienz in Abhängigkeit der Partikelgröße und -masse [73]. Wie erläutert wird der Druckzustand des Fluids maßgeblich durch das Expansionsverhältnis bestimmt. Damit gewinnt die Kontur der Fluidströmung und damit Gestaltung des divergenten Düsentails insbesondere vor dem Hintergrund variabler Düsengeometrien an Bedeutung (s. Kapitel 6.5).

2.2.5 Oberflächenpräparation

Um eine möglichst hohe Qualität der Kaltgasgespritzten Reparaturstelle zu erhalten, wird empfohlen, die Oberfläche vor der Beschichtung aufzurauen, um eine mechanische Verhakung der Partikel am Substrat zu ermöglichen und damit eine bessere Haftfestigkeit zu erreichen. Hierfür eignet sich insbesondere das Sandstrahlverfahren mit definierter Körnung [71], [82]. Blochet et al. [26] untersuchen den Einfluss der Substratoberfläche auf das Interface und die Haftfestigkeit für Reparaturanwendungen im Bereich der Luftfahrt für Schichtsysteme auf Al-Basis [96]. Dabei wurde ein signifikanter Zusammenhang zwischen Oberflächenrauheit und Partikelhaftung gefunden. Die Untersuchungen haben insbesondere gezeigt, dass Pulverpartikel nicht viel größer als die Oberflächenrauheit sein dürfen, da ansonsten die Partikelhaftung infolge der reduzierten Kontaktfläche leidet. Der Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit des Substrats auf die Reparaturfähigkeit von Ti6Al4V für die Luftfahrtindustrie wurde beispielsweise von Tan et al. untersucht [97]. Für steigende Rauheiten wurde in numerischen Simulationen dagegen eine abnehmende Haftfestigkeit vorhergesagt und experimentell bestätigt. Die hohe Rauheit verhindert hier eine den Aufbau einer ausreichenden Kontaktfläche von Partikeln und Substrat. Als wichtig hat sich dabei herausgestellt, dass Reste des Strahlmittels sorgfältig entfernt werden müssen, da diese sonst beim späteren Bauteileinsatz als Spannungsüberhöhungen am Interface wirken können. Eine alternative Oberflächenvorbehandlung wurde von Fiebig et al. [3] vorgeschlagen. Hier wurde das Potenzial von Inconel 718 und Inconel 738 für die Reparatur von Turbinenschaufeln mittels Kaltgasspritzen untersucht und gezeigt, dass durch eine

Laserstrukturierung der Substratoberfläche mittels Kaltgasspritzen Schichtdicken von mehr als 3 mm beim Abscheiden von Inconel 738 realisiert werden können. Für die Beschichtung von IN718-Partikeln auf IN718-Substrat haben Sun et al. anhand mehrerer Experimente Aussagen zur Substratvorbehandlung abgeleitet [15]. Hier zeigten sich die besten Ergebnisse für eine möglichst glatte, polierte Oberfläche. Dies wurde wiederum auf den negativen Einfluss der Oberflächenrauheit auf den Verformungsprozess der Partikel (s. ASI-Modell in Kapitel 2.2.2) zurückgeführt. Ebenso wurde postuliert, dass ein vorgewärmtes Substrat das thermische Erweichen in der Kontaktzone unterstützt und dadurch die Qualität der Anhaftung erhöht. Zudem konnten Wang et al. bei der Beschichtung von Aluminium-Pulver auf unterschiedlich harten Substraten eine bessere Anhaftung der Partikel auf weichem Substrat nachweisen, da aus der Substratverformung eine größere Kontaktfläche zwischen Partikel und Substrat resultiert [98]. Eine zusätzliche Alternative stellt die Laserstrukturierung dar. Untersuchungen von Kromer et al. [51] zu an die Partikel angepassten „Löchern“ führten zu einer erhöhten Depositionseffizienz sowie Adhäsionsstärke der Schicht.

Insgesamt zeigt sich damit ein diffuses Bild für die optimale Oberflächenvorbehandlung im Kaltgasspritzen. Neben qualitativen Methoden wie Analyse der Mikrostruktur soll die Qualität der Anhaftung in dieser Arbeit auch quantitativ mittels Haftzugversuchen evaluiert werden (s. Kapitel 2.3.4).

2.2.6 Prozessdiagnostik

Eine fundierte Kenntnis der Prozessparameter sowie der Wechselwirkung von Partikel- und Gasströmung ist insbesondere für die Bestimmung der kritischen Geschwindigkeit und den Anhaftungsprozess im Kaltgasspritzen fundamental. Zusätzlich zu den Werten aus Simulationsmodellen (s. Kapitel 2.2.3) sind experimentell ermittelte Anwendungsdaten hoher Qualität notwendig, um die resultierenden Ergebnisse fundiert diskutieren zu können. Zum aktuellen Stand sind keine experimentellen Verfahren verfügbar, um die Gasgeschwindigkeit und Temperatur in situ zu messen. Für die Partikeldiagnostik existieren im thermischen Spritzen jedoch eine Vielzahl an Messverfahren, welche von Fiebig et al. [99] übersichtsartig genannt werden.

Bevor die in dieser Arbeit verwendeten Diagnose-Tools näher erläutert werden sei angemerkt, dass die geringen Prozesstemperaturen im KGS die in situ – Messung (engl.: *in flight*) der Partikeltemperatur erschwert. Daher ist eine Messung dieser Größe, wie sie bei plasma-basierten Prozessen mittels DPV erfolgt, nur schwer möglich [100]. Beispielsweise

verwendeten Nastic und Jodoin eine Hochgeschwindigkeits – IR Kamera, um die Partikeltemperatur von großen Ti-Partikeln mit $d_{50} \sim 150 \mu\text{m}$ bei vergleichsweise niedriger Gastemperatur und -druck zu ermitteln [16]. Fiebig et al ermittelten die *in-flight* Partikeltemperatur in KGS ebenfalls unter Verwendung einer IR-Kamera für Inconel 718 ($d_{50} = 35 \mu\text{m}$) und TiAlCrNb ($d_{50} = 32 \mu\text{m}$) mit guter Näherung an die Ergebnisse der KSS-Modellierung [99]. Da ein solches Setup im Arbeitszeitraum nicht verfügbar war, beschränkt sich die Temperaturmessung auf Pyrometer und Thermoelement an den zu beschichtenden Proben.

In der vorliegenden Arbeit wurden Partikelgeschwindigkeitsmessungen mittels CSM und HiWatch HR2 durchgeführt. Ersteres folgt dem Arbeitsprinzip eines DPVs während letzteres den PIV-Verfahren zugeordnet werden kann. Beim CSM eVOLUTION bzw. ColdSprayMeter (Tecnar Automation Ltd., Canada) handelt es sich um ein optisches Messsystem für den Kaltgasprozess, ähnlich zum DPV-2000 [101]. Dieses verwendet aufgrund der niedrigeren Temperatur beim Kaltgasspritzen monochromatisches IR-Licht und erfasst Geschwindigkeit und Größenverteilung einzelner Partikel inklusive Echtzeit-Darstellung im Fokuspunkt. Durch Verschieben des Fokus im Partikelstrahl in transversale und laterale Richtung kann der Partikelstrahlstrahl für eine gegebene Spritzdistanz in Form eines Rasters gemessen werden. Das von den Partikeln zurückgestrahlte Licht erzeugt mittels zwei in einem definierten Abstand angeordneter Schlitze (engl.: *dual-slit photomask*) ein Signal mit zwei Peaks (engl.: *twin-peak signals*). Die Geschwindigkeit berechnet sich aus der Distanz sowie dem zeitlichen Abstand zwischen den beiden generierten Peaks (engl.: *time of flight*, TOF). Der Durchmesser kann unter Annahme von sphärischen Partikeln anhand der emittierten Energie bestimmt werden. Hierfür ist zusätzlich der d_{50} -Wert aus einer Pulveranalyse notwendig, um die Messung korrekt zu skalieren [99], [101]. Generell berücksichtigt das CSM mehrere Fehlerquellen (bspw. Kontur und Distanz zwischen den Peaks) und ist damit als vergleichsweise robuste Analysemethode verwendbar. Es wird empfohlen, neben der Partikelgeschwindigkeit auch die gemessenen Partikeldurchmesser zu berücksichtigen. Diese Größenverteilung kann beim Vergleich mit der vorgegebenen oder anderweitig experimentell ermittelten Partikelanalyse auf eine zuverlässige Messung hinweisen [101], [102]. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde dies bei jeder Partikelanalyse berücksichtigt.

Im Gegensatz zum CSM verwendet das HiWatch HR2 anstelle eines Rasters einen Messbereich mit den Dimensionen $8 \times 6,4 \text{ mm}$. Da dieses sehr schmal im Vergleich zu Länge und Breite ist wird nachfolgend der Begriff „Messfeld“ verwendet. Die Detektion der

Partikel folgt dem Prinzip des sog. „*shadow imaging*“. Die Lichtquelle, typischerweise ein Laser, strahlt den in perpendikularer Richtung das Messfeld passierenden Partikelstrahl an. Die gegenüber positionierte Kamera nimmt von diesen „Schatten“ Einzelbilder in einer bestimmten Frequenz auf. Mittels „*Common Background Elimination*“ (CBE) werden die Aufnahmen anhand eines Schwellwerts und daraus resultierenden Grauwerten in Hintergrund und Partikel aufgeteilt. Nach der Entfernung des (im einfachsten Fall) einheitlichen Hintergrunds sowie Invertierung der Grauwerte wird ausschließlich der „Schatten“ der Partikel als heller Kontrast in Abhängigkeit der gewählten Pixelgröße dargestellt. Dies bringt den Vorteil, dass für die detektierten Partikel keine Materialparameter bekannt sein müssen. Die mittlere Geschwindigkeit setzt sich aus räumlichem und zeitlichem Abstand zwischen drei Signalen eines detektierten Partikels zusammen, der sog. „Partikelspur“. Anhand des Mittelwerts aus emittiertem Licht über alle Spuren eines Partikels kann zudem dessen Größe ermittelt werden. Koivuluoto et al. geben eine detaillierte Beschreibung des HiWatch-Systems [103]. In der Literatur existieren KGS-Messungen bei vergleichsweise niedriger Temperatur und Druck [103], [104] ohne Anwendung im Bereich der in dieser Arbeit verwendeten Parameter.

2.3 Eigenspannungen in thermisch gespritzten Schichten

Eigenspannungen (ES) sind per Definition mechanische Spannungen, die in temperaturgradientenfreien Bauteilen ohne Einwirkung äußerer Kräfte und Momente auftreten. Die mit diesen Spannungen verbundenen inneren Kräfte und Momente befinden sich im mechanischen Gleichgewicht. Diese resultieren beispielsweise aus einer inhomogenen, plastischen Verformung oder einer Wärmebehandlung und damit verbundenen, im Werkstoff auftretenden Phasenumwandlungen. Die (beschichteten) Bauteile werden hierdurch hinsichtlich mechanischer Integrität, Lebensdauer, Ermüdung und Korrosionsbeständigkeit beeinflusst [105], [106].

In der Literatur finden sich zahlreiche Arbeiten zur Eigenspannungsanalyse im Schichtsystem [24], [105], [107], [108], [109]. Nachfolgend sollen Entstehung sowie Messung der für diese Arbeit relevanten Eigenspannungen erläutert werden.

2.3.1 Unterteilung

In der Literatur hat sich die Einteilung von Eigenspannungen nach Größenbereichen durchgesetzt, in denen dieses jeweils als quasihomogen wirkend angesehen werden können und sich kompensieren [110].

Eigenspannungen I. Art:

Diese sind über größere, makroskopische Bereiche nahezu homogen. Die damit verbundenen inneren Kräfte und Momente stehen bezüglich jeder Schnittfläche des Bauteils im Gleichgewicht. Bei Eingriffen in das Kräfte- und Momentengleichgewicht kommt es immer zu makroskopischen Maßänderungen. Diese Eigenspannungen bestimmen den über größere Bereiche (n Körner mit der Fläche A_k) wirksamen homogenen Bereich.

$$\sigma_{ES}^I = \frac{\int \sigma_{ES} dA}{\int dA}, (nA_k = A) \quad \text{Formel 2-10}$$

Eigenspannungen II. Art:

Eigenspannungen II. Art sind über kleine Werkstoffbereiche (ein Korn oder Kornbereiche) nahezu homogen. Die mit Eigenspannungen II. Art verbundenen inneren Kräfte und Momente sind über hinreichend viele Körner im Gleichgewicht. Bei Eingriffen in dieses Gleichgewicht kann es zu makroskopischen Formänderungen kommen. Diese können unter anderem aus unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten der Kristallite resultieren. Diese Eigenspannungen bestimmen die in Einzelkörnern A_k wirksamen homogenen Eigenspannungsanteil, welche von den Eigenspannungen I. Art abweichen.

$$\sigma_{ES}^{II} = \frac{\int \sigma_{ES} dA}{\int dA}, (A_k = A) \quad \text{Formel 2-11}$$

Eigenspannungen III. Art:

Diese „atomaren“ oder „submikroskopischen“ Eigenspannungen sind über kleinste Werkstoffbereiche inhomogen. In kleinen Bereichen (Teile eines Kornes) stehen die inneren Kräfte und Momente im Gleichgewicht. Bei Eingriffen in dieses Gleichgewicht treten keine makroskopischen Maßänderungen auf. Die Ursache für diese Eigenspannungen ist in den meisten Fällen auf Gitterfehler zurückzuführen. Eigenspannungen III. Art lassen sich als die ortsabhängigen Abweichungen der Eigenspannungen von der mittleren Eigenspannung eines Kristallits definieren.

$$\sigma_{ES}^{III} = \sigma_{ES} - \sigma_{ES}^I - \sigma_{ES}^{II} \quad \text{Formel 2-12}$$

Im realen Anwendungsfall ist immer von einer Superposition dieser drei Eigenspannungsarten auszugehen. Eigenspannungen I. Art werden häufig als Makroeigenspannungen bezeichnet während Eigenspannungen II. und III. Art als Mikroeigenspannungen bezeichnet werden. Die Beziehung zwischen den drei Eigenspannungsarten ist in **Abbildung 2-11** graphisch dargestellt.

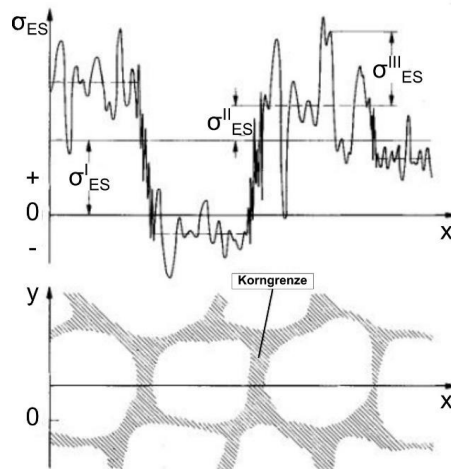


Abbildung 2-11: Überlagerungen von Eigenspannungen I., II. und III. Art. Darstellung nach [110] mit freundlicher Genehmigung von John Wiley and Sons.

Eine alternative Vorgehensweise zur Klassifikation von Eigenspannungen basiert auf ihrer technologischen Herkunft. In diesem Kontext können sie beispielsweise in Guss-, Umform-, Bearbeitungs-, Wärmebehandlungs-, Füge-, Deckschicht- und Diffusionseigenspannungen unterteilt werden [111].

2.3.2 Entstehung

Allgemein kann die Entstehung von Eigenspannungen auf drei Ursachen zurückgeführt werden [112], [113]:

- Verformungseigenspannungen als Resultat inhomogener plastischer Verformung infolge äußerer Kräfte.
- Thermische Eigenspannungen durch unterschiedliche Wärmeausdehnungskoeffizienten von Verbundwerkstoffen oder durch inhomogene Temperaturverteilung, sofern diese zu plastischen Verformungen führt.
- Umwandlungseigenspannungen infolge inhomogener bzw. ungleichzeitiger Gefügeumwandlungen, welche mit einer Volumenänderung verbunden sind.

Beim thermischen Spritzen liegt häufig ein ebener Spannungszustand vor. Dabei sind die Spannungskomponenten parallel zur Grenzfläche (engl.: *in plane*) typischerweise richtungsunabhängig, wobei ein tiefenabhängiger Gradient vorliegen kann. Die Komponenten senkrecht zur Grenzfläche (engl.: *out of plane*) sind aufgrund der ungehinderten Dehnung bei geringer Substrat-Krümmung vernachlässigbar [114]. Bei

einem einphasigen Werkstoff manifestieren sich die Eigenspannungen typischerweise als makroskopische Eigenspannungen der ersten Art. Bei mehrphasigen Werkstoffen hingegen findet eine Überlagerung von Makrospannungen statt, welche aus den Eigenspannungen der einzelnen Phasen resultieren [112], [113].

Makroskopische Eigenspannungen in thermisch gespritzten Schichten lassen sich nach Kuroda und Clyne zum Einen auf thermische Effekte zurückführen [107]. Diese werden hier in Abschreckeigenspannungen infolge der rapiden Abkühlung (teil-)geschmolzener Partikel beim Aufprall und Abkühlspannungen basierend auf der unterschiedlichen thermischen Ausdehnung von Schicht- und Substratmaterial unterschieden. In KGS überwiegen aufgrund der vergleichsweise niedrigen Prozesstemperatur typischerweise durch den Aufprall von festen Partikeln induzierte Druckeigenspannungen [58]. Nachfolgend werden diese Unterarten gesondert erläutert.

2.3.2.1 Partikelaufrall

Im Vergleich zu konventionellen, plasmagestützten thermischen Beschichtungsprozessen erfolgt der Aufprall der Partikel in KGS bei niedriger Temperatur und sehr hoher Geschwindigkeit. Durch den Aufprall von typischerweise festen Partikeln bei hoher Geschwindigkeit auf ein Substrat oder der zuletzt aufgetragenen Schicht und der damit verbundenen Deformation resultieren in kaltgasgespritzten Schichtsystemen prozessinduzierte Eigenspannungen. Analog zu Prozessen wie Sand- oder Kugelstrahlen handelt es sich dabei hauptsächlich um Druckeigenspannungen [77], [115]. Die daraus resultierenden Spannungen sind in der als Literatur „*Peening stress*“ (PS) bekannt. Ein positiver Nebeneffekt können die Erhöhung von Lebensdauer, bspw. durch die Verzögerung von Rissbildung sein [116].

Die Berechnung dieser Spannungen ist komplex. In der Literatur existieren verschiedene Untersuchungen zum Ausmaß der durch den *Peening*-Effekt eingebrachten Druckeigenspannungen im Kaltgasspritzen [77], [115]. Aufgrund des komplexen Vorgangs bei der Anhaftung [71], [73], respektive Deformation oder Wärmeeintrag, müssen dabei viele Parameter beachtet werden, um ein vergleichbares Ergebnis zu erzielen. So schätzten Assadi et al. die Umwandlung von kinetischer Energie in Wärme infolge der plastischen Deformation von Kupferpartikeln beim Aufprall mit 90% ab [71]. Modellierung für gleiches Material gaben den Temperaturanstieg in der Deformationszone mit 200 K an [117]. Weiter existieren in der Literatur Ansätze, die PS in KGS experimentell und analytisch abzuschätzen [77], [118], [119]. Generell werden diese häufig als Differenz von weiteren,

im thermischen Spritzen auftretenden Spannungen abgeschätzt, welche in den nachfolgenden Kapitel erläutert werden. Alternativ betrachten analytische Modellierung das Kugelstrahlen als verwandten und vereinfachten Prozess [120], [121], [122].

Recht et al zeigten bei der Beschichtung von Al-Pulver mit Al-Substrat auf, dass eine Substratvorwärmung die PS reduziert [116], was auf eine geringere Dehnungsbehinderung der Partikel beim Aufprall zurückgeführt wurde. Ein solche Vorgehen erfolgte auch für die Reparaturgeometrien (s. Kapitel 6.3). Zudem wird im Rahmen der Parametervariation in Kapitel 6.1 ein vergleichbarer Effekt für den Aufprall heißerer und in Relation langsamerer Partikel diskutiert.

2.3.2.2 Abschreckeigenspannungen

Nachfolgend werden die Grundlagen der Abschreckeigenspannungen an plasmagestützten thermischen Beschichtungsprozessen erläutert. Hier schmelzen die Partikel infolge der sehr hohen Temperaturen (teilweise) auf und liegen bei Kontakt mit dem Substrat typischerweise als sog. *Splat* vor. Beim Auftreffen dieser Partikel auf der kühlen Substratoberfläche kommt es zu einer schlagartigen Abkühlung. Dieser Abschreckeffekt ist umso ausgeprägter je größer der thermische Gradient zwischen Partikel und Substratoberfläche ist. Aufgrund der Bindung des entstehenden *Splats* an das Substrat kann die thermische Kontraktion nicht ungehindert erfolgen. Die dabei innerhalb der *Splats* entstehenden Eigenspannungen σ_q haben immer Zugcharakter und werden *Quenching Stresses* (QS) genannt. Die Ausbildung solcher Eigenspannungen wurde von Kuroda und Clyne umfangreich untersucht [107], [123] und ist in **Abbildung 2-12** dargestellt.

In der Literatur beziehen sich QS typischerweise auf (teil-)geschmolzene Partikel, was in **Formel 2-13** durch die Verwendung der Schmelztemperatur des Partikels verdeutlicht wird. Im Kaltgasspritzen liegen die Partikel typischerweise auch nach Aufprall trotz noch erhöhter Temperatur in der festen Phase vor (s. Kapitel 2.2.2). Für die in dieser Arbeit verwendeten Abscheideparameter sowie Materialien wird gezeigt, dass diese Aussage weiter gültig ist. Zudem wird eine Möglichkeit aufgezeigt, QS beim Kaltgasspritzen in anderer Form abzuschätzen (s. Kapitel 6.4).

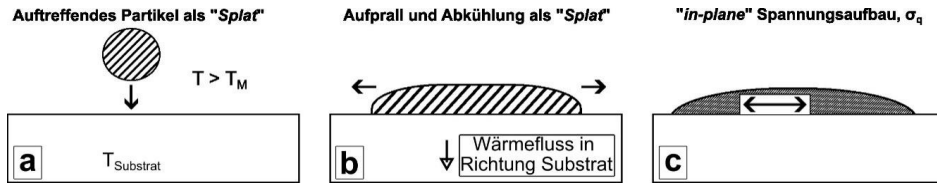


Abbildung 2-12: Ausbildung der Abschreckeigenspannung (= QS) infolge des Partikelaufralls (a), nachfolgender Ausbreitung und Abschreckung (b) sowie resultierender Abschreckeigenspannung. Darstellung und Übersetzung nach [107], mit freundlicher Genehmigung von Elsevier.

Das Ausmaß der QS kann unter Annahme eines sprunghaften Abschreckens der Partikel, eines rein elastischen Materialverhaltens, temperaturunabhängiger Materialparameter sowie einer perfekten Anbindung der entstehen *Splats* auf dem Substrat nach Kuroda et al. [107] wie folgt berechnet werden:

$$\sigma_q = E_s * \alpha_d * (T_m - T_s) \quad \text{Formel 2-13}$$

Hier bezeichnet E_s den E-Modul des Substrats und α_d den thermischen Ausdehnungskoeffizienten des *Splats* (engl.: *deposit*). T_m beschreibt dessen Schmelztemperatur (engl.: *melting*) und T_s die Temperatur des Substrats.

Die für einzelne *Splats* ermittelten QS sind typischerweise sehr hoch, in Schichtverbundsystemen liegen diese allerdings bei niedrigeren Werten [124], [125]. Der Auftrag nachfolgender *Splats* kann zusätzliche Druckeigenspannungen induzieren, welche die Zugeigenspannungen der bereits abgeschiedenen *Splats* überlagern [105], [123]. Weiter wurde gezeigt, dass die Dehnung auftreffender *Splats* durch das bereits vorhandenen Rissnetzwerk der abgeschiedenen *Splats* kompensiert werden kann [126]. Darüber hinaus existieren Spannungs-Relaxations-Faktoren, welche die Eigenspannung einzelner *Splats* reduzieren [107]. Damit ist der Eigenspannungszustand auf Makroebene infolge des Abschreckens einzelner Partikel durch jedes individuelle *Splat* charakterisiert. Eine zusätzliche Einflussgröße stellt der Anteil an Poren innerhalb der Schicht dar. Im Gegensatz zu plasmagespritzten Schichten liegt beim Kaltgasspritzen in der Regel eine sehr niedrige Porosität vor, weswegen diese nicht gesondert betrachtet wird [13], [127].

2.3.2.3 Thermische Eigenspannung

Die zuvor erläuterten QS berücksichtigen den Zeitraum direkt nach dem Aufprall der *Splats*. Nach der Abscheidung der Partikel kühlen die resultierende Schicht und das Substrat von Beschichtungstemperatur auf Raumtemperatur ab. Der in der Regel unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizient von Schicht und Substrat resultiert in einer thermischen Fehldehnung und damit verbunden zur Ausbildung von thermischen Eigenspannungen σ_{th} ,

auch Abkühlspannungen (*Thermal Stresses*, TS) genannt [128]. Diese hängen vom Verhältnis der Ausdehnungskoeffizienten ab und können sowohl Zug- als auch Druckeigenspannungen ausbilden. Die resultierenden TS innerhalb des Werkstoffverbundes können unter Annahme einer dünnen Schicht auf dickem Substrat sowie konstanter Materialparameter über die thermische Fehldehnung mit folgender Formel abgeschätzt werden [107]:

$$\sigma_{th} = \frac{E_c}{1 - \nu_c} * (\alpha_c - \alpha_s) * (T_d - T_0) \quad \textbf{Formel 2-14}$$

Dabei bezeichnet E_c den E-Modul und ν_c die Poissonzahl der resultierenden Schicht. Die thermische Fehldehnung resultiert aus der aus der Differenz des thermischen Ausdehnungskoeffizienten der Schicht α_c und des Substrats α_s sowie der Differenz aus der mittleren Beschichtungstemperatur T_d und der Umgebungstemperatur T_0 . Daraus resultieren drei Fälle, graphisch dargestellt in **Abbildung 2-13**:

- $\alpha_c < \alpha_s$ Druckeigenspannungen
- $\alpha_c = \alpha_s$ Keine Abkühlspannungen
- $\alpha_c > \alpha_s$ Zugeigenspannungen

Abbildung 2-13a geht beispielhaft für den Fall von ausschließlich vorliegenden QS aus ohne Berücksichtigung von PS. Thermische Spannungen, welche primär aus dem unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten resultieren sind beispielsweise ein Hauptversagensgrund für Wärmedämmschichten. Die typischerweise zyklische thermische Belastung solcher Schichten kann infolge der Aufheiz- und Abkühlvorgänge zu einer thermischen Fehldehnung führen, welche sich unter anderem in Rissinduktion und Schichtdelamination manifestiert [129]. Trotz der vergleichsweise niedrigen Prozesstemperaturen können auch beim Kaltgasspritzen in Abhängigkeit der verwendeten Materialien thermische Spannungen auftreten [130]. Wie im weiteren Verlauf dieser Arbeit gezeigt sind in Reparaturschichten, welche typischerweise das gleiche Material für Schicht und Substrat verwenden, geringere TS beim Abkühlen zu erwarten.

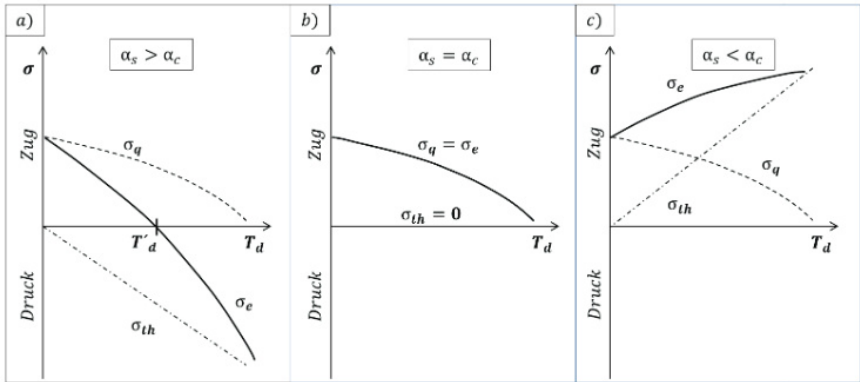


Abbildung 2-13: Ist der thermische Ausdehnungskoeffizient des Substrats größer resultieren thermische Druckeigenspannungen, welche die QS überlagern können (a). Liegen keine TS vor hängt der finale Spannungszustand (in diesem Fall) ausschließlich von den QS ab (b). Ist der thermische Ausdehnungskoeffizient des Substrats kleiner als der der Schicht, so weisen die TS Zugeigenspannungen auf und summieren sich zu den QS (c). Darstellung nach [131] basierend auf [107], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

2.3.3 Messverfahren

In der Literatur existiert eine Vielzahl von Untersuchungen für die Messung von Eigenspannungen [114], [132]. Allgemein erfolgt deren Einteilung in zerstörende, teilzerstörende und nicht-zerstörende Messverfahren. Grundlage bei den zerstörenden und teilzerstörenden Verfahren ist die Störung des mechanischen Gleichgewichts der Eigenspannung durch gezielten Materialabtrag [133]. Diese werden daher auch als mechanische Verfahren bezeichnet. Dagegen basieren die nicht-zerstörenden Verfahren auf verschiedenen physikalischen Prinzipien. Eine Einteilung der geläufigsten Verfahren ist in **Tabelle 2-1** dargestellt.

Tabelle 2-1: Methoden der Bestimmung von Eigenspannung nach Rossini et al. [133]

Nicht-zerstörende Methode	Teilzerstörende Methode	Zerstörende Methode
Röntgenbeugung	Bohrlochmethode	Schichtabtragverfahren
Neutronenbeugung	Schlitzverfahren	Konturverfahren
Synchrotronbeugung	Trepanierv Verfahren	
Ultraschallmessung	Ring-Kernverfahren	
Magnetische Messung		
Krümmungsmessung		
Raman-Spektroskopie		

Die Auswahl adäquater Messverfahren ist maßgeblich von dem zu untersuchenden Bauteil abhängig. Dabei sind insbesondere die Form und die Dimensionen des Bauteils, der verwendete Werkstoff sowie die Verfügbarkeit der Messverfahren zu berücksichtigen [134]. In der vorliegenden Arbeit ist die Auswahl des Verfahrens zur Eigenspannungsbestimmung

durch die spezifische Reparaturgeometrie limitiert (s. Kapitel 3). Da Schichthöhen von mehr als 4 mm erzielt werden und es sich um einen kristallinen Werkstoff handelt, können Beugungsverfahren in Form von Neutronenbeugung angewendet werden. Zusätzlich bieten sich die inkrementelle Bohrlochmethode sowie Krümmungsmethode für Analysen auf dünneren Schichten an. Ersteres bietet zusätzlich die Möglichkeit, den Eigenspannungszustand von der Oberfläche bis zu einer Tiefe von etwa 1 mm solcher beschichteter Kavitäten zu analysieren [135]. Daher wurden diese drei Verfahren ausgewählt.

2.3.3.1 Inkrementelle Bohrlochmethode

Die inkrementelle Bohrlochmethode wird den teilzerstörenden Methoden der Eigenspannungsbestimmung zugeordnet und ist in der ASTM E837-08 [136] genormt. Durch das schrittweise (= inkrementelle) Einbringen eines Sacklochs mit definiertem Durchmesser [137] wird das Eigenspannungsgleichgewicht gezielt gestört. Die aus dieser Bohrung resultierenden Verformungen können an der Bauteiloberfläche in direkter Nähe zum Bohrloch über Dehnungsmessstreifen (DMS) gemessen. Üblicherweise sind drei DMS in Form einer Rosette unter den Winkeln 0° , 45° und 90° angeordnet. Auf Grundlage der linear-elastischen Kontinuumsmechanik und den Gleichungen von Kirsch [138] können die gemessenen Dehnungsauslösungen in die drei Komponenten des Spannungstensors σ_x , σ_y und τ_{xy} überführt werden. Der Eigenspannungstiefenverlauf ergibt sich unter Annahme eines ebenen Spannungszustandes aus den zugehörigen Hauptspannungen σ_I und σ_{II} [106].¹

Zur Auswertung sind zusätzliche Kalibrierfunktionen bezüglich Rosettengeometrie, Bohrlochgeometrie sowie elastischer Eigenschaften des Probenmaterials notwendig. Letztere beschränken sich im Fall von homogenen Materialzuständen auf E-Modul und Poisson-Zahl. Diese Korrekturen sind notwendig, da die Eigenspannungen durch das eingebrachte Bohrloch generell nur teilweise bzw. in bestimmter Tiefe nicht ausgelöst werden und das *Hook'sche* Gesetz nicht direkt anwendbar ist [23], [139].

Bei diesem Verfahren müssen einige geometrische Randbedingungen eingehalten werden [137]. Die laterale Abmessung der Probe sollte mindestens den 10- bis 20-fachen Bohrlochdurchmesser betragen und die Bauteildicke sollte mindestens dem 3-fachen Bohrlochdurchmesser entsprechen. Ab einer Tiefe des Bohrlochs von etwa 60 % des Bohrlochdurchmessers werden kaum noch Dehnungen an der Oberfläche ausgelöst und die Auswertung kann nicht fortgesetzt werden. Des Weiteren sollten die im Bauteil enthaltenen

¹ Eine übersichtliche Illustration ist in der Dissertation von Esther Held dargestellt [106].

Eigenstressen nicht 60% der Festigkeit des Materials überschreiten, da es sonst zu plastischen Verformungen in der Nähe der Bohrung aufgrund von Spannungskonzentrationen kommen kann [140]. Für die Auswertung der Eigenstress über das Bohrinkrement existieren zwei Verfahren:

- Bei der Differentialmethode nach Kockelmann wird angenommen, dass lediglich die im letzten Bohrinkrement induzierten Eigenstressen zur Dehnungsauslösung an der Oberfläche beitragen. Für diesen Fall besteht die Möglichkeit, die Kalibrierkonstanten durch experimentelle Bestimmung zu validieren [141].
- Die Integralmethode nach Schajer basiert auf der Annahme, dass nicht nur die Eigenstress im zuletzt eingebrachten Bohrinkrement, sondern ebenfalls die Eigenstressen in allen zuvor eingebrachten Bohrinkrementen zur Dehnungsauslösung an der Oberfläche beitragen. Eine exakte Bestimmung der Kalibrierkonstanten ist daher ausschließlich mittels einer Finite-Elemente-Simulation möglich [142].

2.3.3.2 Diffraktionsmethoden

Diffraktionsmethoden zur Eigenstressanalyse nutzen Röntgen-, Synchrotronröntgen- oder Neutronenstrahlung, um die Gitterabstände in kristallinen Werkstoffen zu bestimmen und auf dieser Basis die im Material vorliegenden Eigenstressen zu berechnen [143]. Damit zählt dieses Verfahren zu den nicht-zerstörenden Verfahren. Grundlage für die Spannungsermittlung durch Röntgenbeugung ist die *Bragg'sche* Reflexionsbedingung [144]:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin(\theta)$$

Formel 2-15

Dabei trifft monochromatische Röntgenstrahlung der Wellenlänge λ auf einen kristallinen Festkörper und regt die Elektronen der bestrahlten Atome zu erzwungenen Schwingungen im Rhythmus der Röntgenstrahlungsfrequenz an. Die Strahlung dieser neuen Schwingungszentren interferiert unter geeigneten geometrischen Randbedingungen mit der ursprünglichen Strahlung. Wenn der Gangunterschied der an benachbarten Gitterebenen reflektierten Strahlen exakt einem ganzzahligen Vielfachen n der Wellenlänge entspricht, kommt es zu konstruktiver Interferenz. Liegen Spannungen in belasteten Bauteilen vor führen diese zu elastischen Dehnungen und damit zur Verzerrung des Kristallgitters. Hiervon sind die Gitterebenenabstände d und der Beugungswinkel θ der eintreffenden Strahlung betroffen. Der Übergang von spannungsfreien in spannungsbehafteten Zustand

der Kristalle ist in **Abbildung 2-14** für eine eindimensionale Belastung in x-Richtung dargestellt.

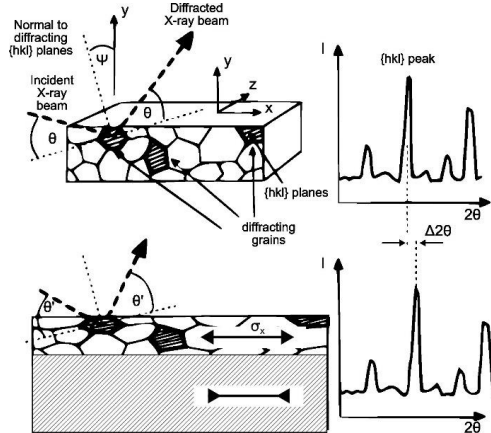


Abbildung 2-14: Schematische Darstellung des diffraktometrischen Verfahrens für die Deformation in x-Richtung. Darstellung nach [114], mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature.

Bei einer einzelnen Dehnungsmessung werden nur die Kristallite berücksichtigt, deren Normalvektor der untersuchten Gitterebenschar $\{hkl\}$ parallel zur Messrichtung liegt. Diese Messung in eine Richtung kann durch Variation des Winkels ψ zwischen Normalvektor der Ebene und dem der Probe erweitert werden. Damit ergibt sich die Änderung der Gitterebenenabstände als Funktion der Verkipfung um ψ . Diese kann wiederum in die zugehörige Spannung umgerechnet werden, in diesem Fall in x-Richtung [114]:

$$\sigma_x = \left(\frac{E}{1 + \nu} \right)_{hkl} \frac{1}{d_0} \left(\frac{\partial d}{\partial \sin^2(\psi)} \right)$$

Formel 2-16

wobei d_0 den unbelasteten Gitterebenenabstand, E den E-Modul und ν die Poisson-Zahl beschreiben. Dieses Verfahren wird $\sin^2\psi$ – Methode genannt.

Da im Rahmen dieser Arbeit Schichthöhen von mehreren Millimetern erzielt werden bietet sich die Eigenspannungsanalyse über den Tiefenverlauf an. Die Informationstiefe bei herkömmlicher Röntgenstrahlung, beispielsweise für die Phasenanalyse, ist auf die unmittelbare Oberfläche beschränkt. Die prozessinduzierten Eigenspannungen und deren Tiefenverteilungen können bei metallischen Beschichtungen mittels elektrochemischen Subschichtabtrags untersucht werden. Anschließend erfolgt eine röntgenographische Eigenspannungsanalyse an der jeweils neu geschaffenen Werkstückoberfläche. Dabei kann es aufgrund des elektrochemischen Abtrags jedoch zu einer Umlagerung der

Eigenspannungen kommen [106], [145], [146].

Alternativ ist es möglich, Dickschichten durch diffraktometrische Eigenspannungsanalysen mittels Neutronenstrahlung durchzuführen. Über einen Monochromator wird ein bestimmter Wellenlängenbereich des Neutronenstrahl im Strahlrohr über ein System aus Linsen und Blenden geleitet, den Kollimator. Hierdurch kann die Divergenz des Neutronenstrahls reduziert werden, woran sich das Messvolumen orientiert. Bei der Einstellung des einfallenden Strahls mit $2\theta = 90^\circ$ ergibt sich ein quader- oder würfelförmiges Volumenelement, was die beste Ortsauflösung in der Probe erreicht [24]. Das hohe Eindringvermögen von Neutronenstrahlung ermöglicht eine zerstörungsfreie Analyse des Eigenspannungstiefenverlaufs. Auch hier ist eine Referenzprobe mit dem Gitterparameter d_0 des zu untersuchenden Materials notwendig. Mit zunehmender Eindringtiefe der Strahlung ist ein deutlicher Abfall der ohnehin geringen, lokalen Auflösung dieser Methode zu verzeichnen. Daher können potentiell steile Eigenspannungsgradienten in Schichtverbunden an der Oberfläche und im Übergang Schicht-Substrat nur mit hohem Aufwand abgebildet werden [25], [106], [147], [148].

2.3.3.3 Krümmungsmethode

Auch die Krümmungsmethode gehört zu den zerstörungsfreien Verfahren. Im Gegensatz zu den vorherigen Verfahren handelt es sich bei der Krümmungsmethode um eine mechanische Methode. Deren Anwendbarkeit ist aufgrund der speziellen Anforderungen an die Probengeometrie mit einem großen Längen-Breiten-Verhältnis jedoch sehr eingeschränkt [22].

Infolge der während des Beschichtungsprozesses eingebrachten Eigenspannungen kommt es bei Schichtsystemen zu zwei ausgleichenden, entgegen gerichteten Kräftepaaren. Dies ist in **Abbildung 2-15** am Beispiel der thermischen Fehldehnung $\Delta\varepsilon$ infolge gradientfreier Abkühlung dargestellt. Der thermische Ausdehnungskoeffizient der Schicht ist dabei kleiner im Vergleich zu dem Substrats, wodurch die thermisch bedingte Schrumpfung des Substrats in diesem Fall größer ist. Infolge der thermischen Fehldehnung liegen zwei entgegen gerichtete, betragsmäßig gleiche Kräftepaare F_1 vor. In Abhängigkeit der Dehnsteifigkeit bedingen diese Kräftepaare bei Kompensation im Gleichgewicht ein Biegemoment M_1 , welches zur Krümmung der Probe führt. Anhand dieser charakteristischen Krümmung können die zugrunde liegenden Eigenspannungen ermittelt werden [149]. Das hier repräsentativ angeführte Beispiel zeigt schematisch die

Krümmungsbildung infolge thermischer Fehldehnung (TS). Die induzierte Spannung umfasst sowohl QS als auch PS.

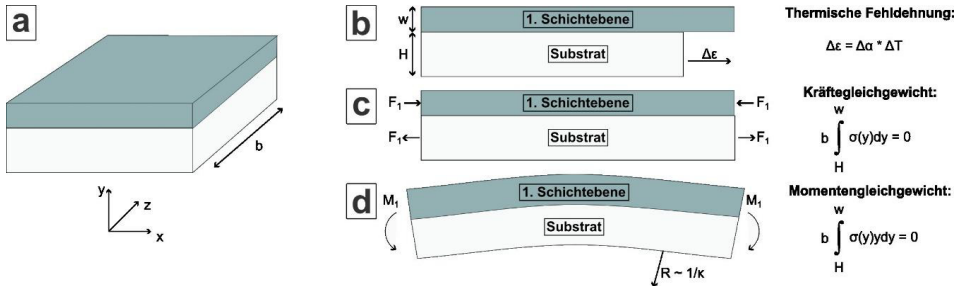


Abbildung 2-15: Schematische Krümmungsbildung in einem Schichtverbundsystem (a) mit Darstellung der ursächlichen Fehldehnung (b) sowie resultierendem Kräfte- (c) und Momentengleichgewicht (d). Darstellung und Übersetzung nach [105], mit freundlicher Genehmigung von Elsevier.

Der in der Schicht typischerweise symmetrische Spannungszustand [13] führt zu einer sphärischen Krümmung der Probe [22], [114]. Die Probekrümmung kann daher über den reziproken Radius R entsprechend einer angenäherten Kugel ermittelt werden:

$$\kappa = \frac{1}{R}$$

Formel 2-17

Im Allgemeinen kann bei der Krümmungsmessung keine Differenzierung zwischen elastischen und plastischen Verformungen vorgenommen werden. So kann beispielsweise die Präsenz von plastischen Verformungen im metallischen Substrat oder von Mikrorissen in der keramischen Schicht das Resultat beeinflussen. Auch die unterschiedliche Ausbildung von Eigenspannungen während Beschichtung und Abkühlperiode müssen beachtet werden. Eine Nichtberücksichtigung dieser Effekte oder eine Fehlinterpretation derselben kann zu einer signifikanten Verzerrung des Resultats führen. Ein Beispiel für eine Fehlinterpretation der ausgebildeten Krümmung ist in Anhang 11 beigelegt.

Die gesamte Fehldehnung wird entsprechend dem Verhältnis der Steifigkeiten auf die Komponenten verteilt. Ist das Substrat jedoch deutlich dicker als die Schicht, wobei beide Komponenten einen vergleichbaren oder größeren E-Modul aufweisen, wird der Großteil der Fehldehnung von der Schicht kompensiert. In diesem Fall kann ein integraler Spannungswert innerhalb der Schicht σ_{st} über die Stoney-Gleichung [150] aus der gemessenen Krümmungsänderung $\Delta \kappa$ (Differenz aus finaler und initialer Krümmung) der Probe in Kombination mit den geometrischen Randbedingungen und den Materialeigenschaften berechnet werden. Die Stoney-Gleichung wurde ursprünglich für die Dünnfilm-Beschichtung entwickelt. Es zeigte sich, dass die Annahme nach Stoney für

Dickenverhältnisse von Schicht und Substrat $t_c/t_s < 10\%$ angewendet werden kann und darüber hinaus die Spannung im Schichtverbundsystem tendenziell überschätzt [151]. Um größere Dickenverhältnisse berechnen zu können, wurden verschiedene Erweiterungen der Stoney-Gleichung über einen Vergleich mit der analytischen Lösung nach Townsend et al. berechnet [152]. In der Literatur finden sich typischerweise die Modifikationen nach Atkinson [153] sowie Brenner und Senderoff [154]:

$$\sigma_{St} = \frac{E'_s t_s^2}{6 t_c} \Delta \kappa \quad \text{Formel 2-18}$$

$$\sigma_{At} = \frac{E'_s t_s^3}{6 t_c^2 \left(1 + \frac{t_s}{t_c}\right)} \Delta \kappa \quad \text{Formel 2-19}$$

$$\sigma_{Br} = \frac{E'_s t_s^2}{6 t_c} \left[1 + \frac{4 t_c}{t_s} \left(\frac{E'_s}{E'_c}\right)\right] \Delta \kappa \quad \text{Formel 2-20}$$

Dabei beschreiben σ_{St} , σ_{At} , σ_{Br} die Eigenspannung nach Stoney, Atkinson und Brenner Senderoff, E'_c und E'_s den biaxialen E-Modul von Schicht und Substrat, t_c und t_s die Schicht- und Substrathöhe sowie $\Delta \kappa$ die Krümmungsänderung. Die Näherung nach Atkinson zeigte bis zu einem Dickenverhältnis von 30% eine geringe Abweichung. Dagegen zeigte die Modifikation von Brenner-Senderoff keine gute Übereinstimmung oberhalb der Limitierung von Stoney. In dieser Arbeit wird gezeigt, dass die Verwendung von Stoney trotz der zu erwartenden Fehlers für dicke Schichten unter Berücksichtigung der Modifikationen anwendbar ist (s. Kapitel 6.4).

2.3.4 Einfluss auf Schicht und Adhäsion

Der Eigenspannungszustand in thermischen Schichtverbundsystemen stellt eine signifikante Größe für die Qualität der Anhaftung auf der Schicht dar. Wie bereits erläutert, resultieren prozessinduzierte Eigenspannungen aus dem Herstellungsverfahren, welche sowohl in der nachfolgenden Anwendung als auch bereits während der Herstellung zum Versagen des Schichtverbundsystems führen kann. Die erläuterten Spannungsarten kumulieren sich im Schichtverbundsystem und können damit zum Schichtversagen führen. Durch diese sukzessive eingebrachten Spannungen erhöht sich auch die gespeicherte elastische Energie [58]. Das Ausmaß dieser Energie kann durch die Energiefreisetzungsrates G (engl.: *energy release rate*) abgeschätzt werden [155]:

$$G = \frac{\sigma_c^2 t_c}{2 E_c} \quad \text{Formel 2-21}$$

Diese Rate setzt sich aus der Spannung in der Schicht σ_c , der Schichthöhe t_c sowie deren E-Modul E_c zusammen. In der Literatur existieren umfangreiche Modellierungen für

Wärmedämmschichten zum Abschätzen des Grenzwerts G_c , bei welchem Schichtversagen in Form von Delamination, Randablösung (engl.: *edge delamination*) oder Wölbungseffekten (engl.: *buckling*) auftritt [20], [21], [155].

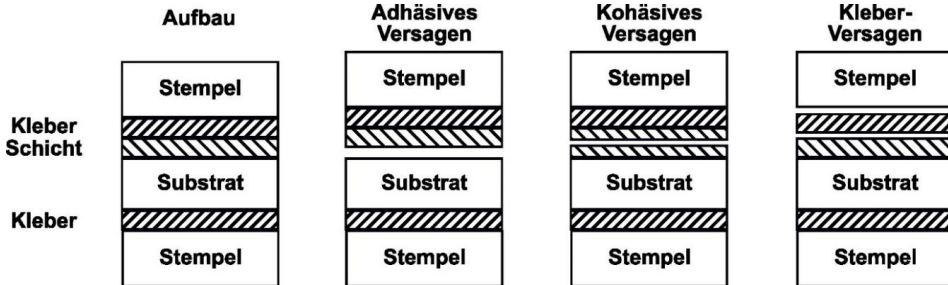


Abbildung 2-16: Versagensarten der Haftzugversuche. Kohäsives Versagen ist beispielhaft in der Schicht dargestellt, kann sich jedoch auch in Schicht oder Kleber fortsetzen. Darstellung und Übersetzung nach [13] mit freundlicher Genehmigung von Elsevier.

Anhand der Mikrostruktur ist es möglich die abgeschiedene Schicht hinsichtlich Defekten, Porosität oder Anhaftung qualitativ zu bewerten. Insbesondere die Anhaftung stellt einen kritischen Punkt in Bezug auf die mechanische Integrität der abgeschiedenen Schicht dar. Eine Möglichkeit zur quantitativen Beurteilung ist die Ermittlung der Haftzugfestigkeit von thermisch gespritzten Schichten nach DIN EN ISO 14916 [156] bzw. ASTM C633 [157]. Dieses Verfahren dient neben der Quantifizierung verschiedener Oberflächenbehandlungsmethoden (s. Kapitel 2.2.5) der generellen Beurteilung von Anhaftungsqualität in thermisch gespritzten Schichten [158]. Hierbei werden beschichtete Substrate mit genormter Geometrie (s. Kapitel 3.2.1) unter Verwendung eines Folienklebers auf beiden Seiten formschlüssig mit einem Edelstahlzylinder verklebt. Der Zylinder wird nachfolgend als „Stempel“ bezeichnet. Die Aushärtung des Klebers erfolgt unter Druck bei vorgegebener Ofentemperatur und Haltedauer (s. Kapitel 4.6). Nach jedem Ofenzyklus muss die Koaxialität mit einer Parallelitätslehre untersucht werden. Zur Ermittlung der eigentlichen Adhäsionsstärke erfolgt ein Zugversuch an den beidseitig eingespannten Stempelpaar unter vorgegebener Dehnrates bis zum Versagen. Die Versagensmodi werden in adhäsiv (Ablösen am Interface), kohäsiv (überlagertes Versagen über Schicht/Substrat/Kleber) und Kleberversagen unterteilt (s. **Abbildung 2-16**). Die Haftzugstärke ergibt sich aus der aufgetragenen Kraft und der Probenoberfläche. Hierbei ist zu beachten, dass sich die maximale Kleberfestigkeit an Herstellerangaben orientiert.

So untersuchten Ma et al. den Einfluss der Prozessparameter sowie Stickstoff und Helium als Prozessgas auf kaltgasgespritzte IN718-Schichten [78]. Deren Haftzugfestigkeit

überstieg die maximale Kleberfestigkeit signifikant, sodass ein eigens entwickelter, mechanischer Versuchsaufbau angewendet werden musste. Singh et al. formulierten die Energiefreisetzungsrate als Superposition von intrinsischen (prozessbedingten) Eigenspannungen und extern aufgetragenen Spannungen [13]. Unter Verwendung eines Referenzwertes für die Eigenspannung in den IN718-Schichten sowie eines Grenzwertes für die Energiefreisetzungsrate wurde eine notwendige, externe Spannung für das Schichtversagen in Form der Haftzugfestigkeit ermittelt. Dabei standen die experimentell ermittelte und angenäherte Haftzugfestigkeit bei variabler Schichtdicke in guter Übereinstimmung. Die mit zunehmender Schichthöhe sinkende Haftzugfestigkeit wurde auf die ansteigende gespeicherte elastische Energie zurückgeführt. Champagne et al. wiesen mit Haftabzugversuchen eine höhere Haftabzugfestigkeit für die Verwendung von Helium als Prozessgas nach [64]. Goldbaum et al. untersuchten die Haftzugfestigkeit von mittels KGS abgeschiedenen Partikeln aus Ti und Ti6Al4V auf gleichen Substratmaterialien bei variablen Prozessparametern [159]. Dieser Aufbau umfasst das „Abkratzen“ einzelner Partikel (engl.: *modified ball-bond shear test*) von der Oberfläche mittels eines Mikro-Tasters, wobei das Substrat mit einer konstanten Rate verschoben wird. Die Haftzugstärke ergibt sich aus der am Taster gemessenen tangentialen Kraft geteilt durch die projizierte Fläche der Partikel. Dabei zeigte sich insbesondere eine bessere Anhaftung der Partikel im Zentrum des Partikelstrahls, was mit der Annahme der dort am höchsten liegenden Partikelgeschwindigkeit korreliert. Auch Vorheizen des Substrats zeigte eine positive Wirkung. Sowohl bei dieser Studie als auch bei Tan et al. [97] wies eine polierte Oberfläche eine signifikant höhere Haftzugfestigkeit im Vergleich zu sandgestrahlten Substraten auf. Auch die von Sun et al. durchgeführte Studie zur Haftzugfestigkeit von IN718 wurde mit diesem modifizierten Abkratzen der Partikel durchgeführt [15].

Auf Basis der vorhandenen Literatur sind für KGS-Schichten generell hohe Haftzugfestigkeiten zu erwarten. Im Hinblick auf Vorarbeiten von Singh et al. [13] soll der Einfluss weiterer Vorbehandlungsmethoden untersucht und mittels Haftzugversuchen quantifiziert werden (s. Kapitel 6.2). Der Beschichtungsprozess sollte idealerweise so gestaltet werden, dass die Schicht spannungsfrei vorliegt und somit eine hohe Haftzugfestigkeit aufweist. Dies stellt einen wesentlichen Teil der vorliegenden Arbeit dar (s. Kapitel 6.4).

2.4 CFD-Simulation von turbulenten Strömungen

Diese Arbeit beinhaltet eine CFD-Simulation der Gasströmung im Kaltgasspritzen, welche typischerweise Überschallgeschwindigkeit erreicht. Für ein grundlegendes Verständnis der Strömungssimulation sollen die grundlegenden Gleichungen zur Beschreibung von solchen Gasströmungen beim Kaltgasspritzen sowie Lösungsansätze für die entstehenden Turbulenzen vorgestellt werden.

Die Navier-Stokes-Gleichungen bilden die Grundlage zur Beschreibung der Strömungsdynamik von Flüssigkeiten und Gasen und spielen eine zentrale Rolle in der numerischen Strömungsmechanik (engl.: *Computational Fluid Dynamics*, CFD). Instationäre Strömungen mit hohen Reynoldszahlen und daraus resultierenden Turbulenzen, wie sie im Rahmen des Kaltgasspritzens auftreten, können analytisch kaum und numerisch nur mit sehr hohem Aufwand gelöst werden. Das Verhalten einer solchen Strömung kann mittels der Navier-Stokes-Gleichungen für kompressible Fluide beschrieben werden [16], [160]. Die maßgeblichen Gleichungen, welche die Erhaltung von Masse und Impuls in einem strömenden Medium beschreiben, lauten wie folgt:

Kontinuitätsgleichung:

$$\frac{\partial \rho_g}{\partial \tau} + \frac{\partial}{\partial x_i}(\rho v_{g,i}) = 0 \quad \text{Formel 2-22}$$

Impulsgleichung:

$$\frac{\partial}{\partial \tau}(\rho v_{g,i}) + \frac{\partial}{\partial x_j}(\rho v_{g,i} v_{g,j}) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[-P \delta_{ij} + (\rho v_{g,i}) + \mu \left(\frac{\rho v_{g,i}}{\rho x_j} + \frac{\rho v_{g,j}}{\rho x_i} \right) \right] + f \quad \text{Formel 2-23}$$

wobei ρ_g , t , $v_{g,i}$, $v_{g,j}$, x_i und x_j jeweils die Gasdichte, Zeit und die Geschwindigkeit bzw. die Raumkoordinate in der entsprechenden Richtung i darstellen. μ bezeichnet die dynamische Viskosität, P steht für die Kraft, die durch Druckunterschiede innerhalb des Fluids ausgeübt wird, und f umfasst alle externen Kräfte.

$$\phi(x_i, \tau) = \bar{\phi}(x_i) + \phi'(x_i, \tau) \quad \text{Formel 2-24}$$

Um diese Grundgleichungen zu lösen bzw. zu „schließen“, werden für eine instationäre Strömung alle Größen in einen Mittel- und Schwankungswert analog zu **Formel 2-24** aufgeteilt. Daraus resultieren die sog. RANS-Gleichungen (engl.: *Reynolds-averaged navier stokes*). Dabei stellt der resultierende Mittelwert $\bar{\phi}$ den stationären Zustand der Strömung dar und ignoriert beispielsweise kleine, schnelle Schwankungen infolge von Turbulenzen. Alle zeitabhängigen Variationen der Variablen in Form von Turbulenzen sind unter den

Schwankungen ϕ' zusammengefasst. Der stationäre Teil kann in der Regel numerisch gelöst werden. Die Berechnung der nichtlinearen Terme im Schwankungsteil erfordern, sofern überhaupt möglich, sehr hohe Rechenkapazitäten. Daher werden diese mittels sog. Turbulenzmodelle approximiert. Durch Auswahl eines ausreichend langen Zeitraums der Simulation konvergiert die Lösung dabei gegen den stationären Zustand [161], [162]. Infolge der sog. Reynolds-Mittelung ergeben sich die RANS –Gleichungen für Kontinuitäts- und Impulserhaltung wie folgt:

$$\frac{\partial(\rho_g \bar{v}_{g,i})}{\partial x_i} = 0 \quad \text{Formel 2-25}$$

$$\rho_g \frac{\partial(\bar{v}_{g,i})}{\partial \tau} + \rho_g \left(\frac{\partial \bar{v}_{g,i} \bar{v}_{g,j}}{\partial x_j} \right) = - \frac{\partial(\bar{p})}{\partial x_i} + \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\left(\mu_g \frac{\partial(\bar{v}_{g,i})}{\partial x_j} + \frac{\partial(\bar{v}_{g,j})}{\partial x_i} \right) - \rho \overline{v'_{g,i} v'_{g,j}} \right] \quad \text{Formel 2-26}$$

In der Literatur wird der letzte Term als sogenannter Reynolds-Spannungstenor beschrieben. Dieser resultiert aus der Mittelung der nichtlinearen Konvektionsterme und umfasst die unbekannten, turbulenten Komponenten. Die häufigsten Ansätze zu deren Abschätzung sind entweder die direkte Modellierung (engl.: *direct numerical simulation*, DNS) oder die Einführung von Turbulenzmodelle [16], [163], [164]. Ersteres stellt ein vergleichsweise exaktes Verfahren dar, welches jedoch mit hohem Rechenaufwand verbunden ist. Letzteres wurde in der vorliegenden Arbeit verwendet und soll nachfolgend näher erläutert werden.

Die *Boussinesq*-Näherung stellt eine Möglichkeit dar, die Reynolds-Spannungen über die turbulenten Anteile zu bestimmen. Hierfür wird angenommen, dass die Reynolds-Spannungen proportional zum mittleren Geschwindigkeitsgradienten sind [160]:

$$-\rho \overline{v'_{g,i} v'_{g,j}} = \mu_t \left(\frac{\partial(\bar{v}_{g,i})}{\partial x_j} + \frac{\partial(\bar{v}_{g,j})}{\partial x_i} \right) - \frac{2}{3} \rho_g \delta_{ij} k \quad \text{Formel 2-27}$$

δ_{ij} stellt das Kronecker-Delta dar. Die Turbulenz, vereinfacht als Wirbel angenommen, ist hier durch ihre kinetische Energie k und die turbulente Viskosität μ_t charakterisiert. Die kinetische Energie kann als Summe der quadratischen Mittelwerte der Geschwindigkeitsfluktuationen in den drei kartesischen Koordinatenrichtungen angenähert werden [160]:

$$k = \frac{1}{2} \overline{v'_{g,i} v'_{g,i}} = \frac{1}{2} (\overline{v'_{g,x} v'_{g,x}} + \overline{v'_{g,y} v'_{g,y}} + \overline{v'_{g,z} v'_{g,z}}) \quad \text{Formel 2-28}$$

$$\epsilon \sim \frac{k^{\frac{3}{2}}}{L} \quad \text{Formel 2-29}$$

Die dynamische Viskosität ist wiederum abhängig von der kinetischen Energie sowie der Energiedissipationsrate ϵ der turbulenten Wirbel. Letztere gibt die Umsetzungsrate der turbulenten kinetischen Energie in thermische Energie an. Durch Einführung der

charakteristischen Länge L , welche die Größe dieser turbulenten Wirbel beschreibt, eingeführt [160]:

$$\mu_t = C_\mu \rho_g \sqrt{2k} L$$

Formel 2-30

Diese Länge hängt von der Strömungsart ab und basiert auf dem „*mixing length*“ – Modell von Prandtl [165]. C_μ stellt eine empirische Größe dar. Für die Berechnung dieser empirischen Länge ist eine akkurate Kenntnis über die auftretenden Wirbel notwendig. Die beiden am häufigsten hierfür angewendeten Modelle sind das k - ϵ und k - ω Modell [166], [167], [168], [169]. Die jeweils letzte Variable beschreibt die Art der Dissipationsrate von turbulenten Verwirbelungen. Ersteres (ϵ) eignet sich besser in freien Strömungen, also weiter von Wänden entfernt. Letzteres (ω) beschreibt die Dissipation in kleineren Skalen und eignet sich damit für die Anwendung in Wandnähe. Als hybride Variante kommt das k - ω SST (engl.: *shear stress transport*) Modell zum Einsatz, welches das k - ω in Wandnähe und k - ϵ entfernt von der Wand mit Dämpfungsfunktionen im Übergangsbereich kombiniert. Dieses Modell erfordert ein sehr feines und gut strukturiertes Vernetzungsgitter. Im Ergebnis kann damit das Strömungsfeld bei vergleichsweise geringem Rechenaufwand mit einer hohen Auflösung dargestellt werden.

3 Materialien und experimentelle Durchführung

Im Rahmen der Arbeit wurde ausschließlich das Kaltgasspritzen als thermischer Beschichtungsprozess angewendet. Daher stellt dieses Kapitel zunächst die Anlage sowie die Abscheideparameter vor. Auch die verwendeten Schicht- und Substratmaterialien sowie deren Oberflächen- und Wärmebehandlung werden vorgestellt.

3.1 Beschichtungsprozess

Der Beschichtungsprozess wurde an der Kaltgasspritzanlage Impact 5/11 (Impact Innovations GmbH, Rattenkirchen, Deutschland) durchgeführt. Alle Experimente fanden unter Verwendung von Stickstoff (N_2) als Prozessgas statt. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden verschiedene Parameter für Gasdruck und -temperatur sowie Spritzabstand und -winkel verwendet. Wie in Kapitel 3.1.2 dargestellt, umfasst dies auch Parameter wie die eingestellte Pulverfördertrate sowie die Robotergeschwindigkeit. Anlage und montierte Düsen sind in **Abbildung 3-1a** und **b** dargestellt.



Abbildung 3-1: Aufnahmen der verwendeten Kaltgassanlage (a) sowie der Düse mit vorgeschaltetem Heizelement (b). Der Beschichtungsmäander setzt sich aus der horizontalen Bewegung mit definierter Länge (W_{dep}) sowie Versatz in vertikaler Richtung (b_{dep}) zusammen (c).

Basierend auf vorhergehenden Projekten [70], [127] wurde für die Experimente in der vorliegenden Arbeit standardmäßig eine *de Laval* – Düse mit konvergent-divergentem Düsenteil vom Typ Out1 verwendet. Der Materialauftrag erfolgt grundsätzlich in Form eines Beschichtungsmäanders. Hierfür ist die Düse auf einem Roboter montiert, welcher die Düse zunächst mit vorgegebener Länge in horizontale Richtung (W_{dep}) verfährt. Daraus resultieren sogenannte „Linienprofile“ (LP). Durch definierten vertikalen Versatz (b_{dep}) entsteht ein Mäander wie in **Abbildung 3-1c** ersichtlich. In Abhängigkeit des Materials (s. Kapitel 3.2.2) sowie der Abscheideparameter (s. Kapitel 3.1.2) weist das mit diesem Mäander abgeschiedene Material eine charakteristische Höhe auf. Aus der definierten Anzahl an Wiederholungen (= Beschichtungszyklen, z_{dep}) ergibt sich die Gesamthöhe der Schicht.

Insbesondere für die Variation des resultierenden Spritzflecks (s. Kapitel 6.5) kamen zwei weitere kommerziell von Impact verfügbare Düsenmodelle zum Einsatz. Die Düse Out2 weist einen kürzeren divergenten Teil bei signifikant größerem Ausgangsdurchmesser auf. Letzterer liegt bei Out4 nur leicht über dem von Out1 bei signifikant längerem divergenten Düsenteil. Der Durchmesser von Düseneingang und engstem Düsenquerschnitt (*throat*) sowie Länge des konvergenten Düsenteils sind für alle drei Geometrien gleich. Eine schematische Darstellung ist in Anhang 1 beigelegt inklusive der händisch vermessenen Dimensionen. Wo nicht anders genannt wurde für die Versuche die Standarddüse Out1 verwendet.

3.1.1 Schichtmaterialien

Als Beschichtungsmaterial wurde das patentierte INCONEL 718 – Pulver AE10718 von Oerlikon-Metco verwendet. Dabei handelt es sich um eine Nickelbasis-Superlegierung mit guten mechanischen Eigenschaften hinsichtlich Kriech- und Ermüdungsfestigkeit sowie Oxidation. Die Partikel dieses Pulvers sind nochmals mit einer weicheren und verformbaren Nickel-Aluminium-basierten Schicht umgeben mit dem Ziel einer besseren Anhaftung. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit kamen zwei Pulverchargen zum Einsatz, wobei es sich um den gleichen Herstellungszyklus handelt. Die volumetrische Partikelgrößenverteilung der beiden Pulverchargen BCM395M und BCM411M ist jeweils in **Abbildung 3-2a** und **b** dargestellt und ergab nahezu identische Resultate. Für beide Pulver wurde eine mittlere Partikelgröße von $d_{50} = 14 \mu\text{m}$ ermittelt, was in guter Übereinstimmung mit Analysen steht, die im Rahmen vorheriger Projekte unter Verwendung des gleichen Materials durchgeführt wurden [70].

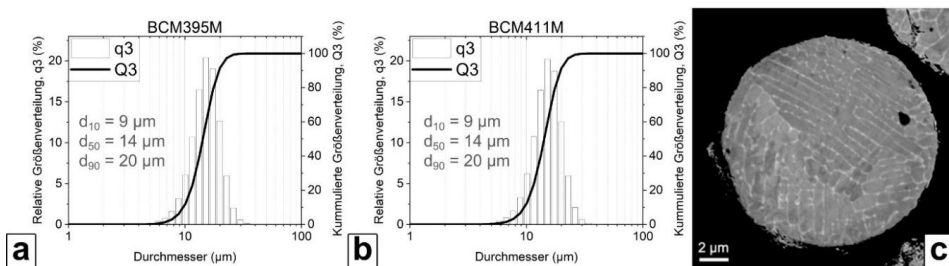


Abbildung 3-2: Volumetrische Partikelgrößenverteilung für die verwendeten IN718-Pulver BCM395M (a) und BCM411M (b) mit REM-Aufnahme eines Schnittes durch ein IN718-Pulverpartikel (c, [127], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Die Morphologie des verwendeten Pulvers wurde von Vaßen et al. [127] mittels eines Querschliffs durch ein einzelnes Partikel gezeigt (s. **Abbildung 3-2c**). Der helle Kontrast in

den interdendritischen Bereichen resultiert aus Nb-Abscheidungen infolge des raschen Abkühlvorgangs während des für die Pulverherstellung verwendeten Gasverdünnungsprozesses. Das Al-Ni-Beschichtungsadditiv ist in der Mikrostruktur der abgeschiedenen Schicht sichtbar [127]. Die mittels chemischer Untersuchung (s. Kapitel 4.1.1) ermittelten Massenanteile der Hauptbestandteile an Ni, Fe, Cr, Al, Mo, Nb und Ti in **Tabelle 3-1** ergaben keine signifikante Abweichung zwischen den verwendeten Pulvern. Im Folgenden wird daher der Begriff IN718 einheitlich für beide Pulver verwendet.

Tabelle 3-1: Massenanteile von Ni, Fe, Cr, Al, Mo, Nb und Ti in den verwendeten Pulvern.

Anteil Gew.-%	Ni	Fe	Cr	Al	Mo	Nb	Ti
BCM395M	55,0	17,1	18,3	0,77	2,9	4,75	0,83
BCM411M	54,9	16,4	17,3	0,65	3,0	4,51	0,84

3.1.2 Abscheideparameter

Basierend auf vorherigen Arbeiten mit gleicher Kaltgasanlage und IN718-Pulver [13], [127] wurden für die vorliegende Arbeit für die Beschichtung optimierte Parameter herausgearbeitet und zunächst als Standard für alle Beschichtungsdurchgänge festgelegt. Die initiale Prozessgastemperatur beträgt 950 °C (T_g) und der initiale Prozessgasdruck 40 bar (p_g). Die Verfahrgeschwindigkeit der Düse über das Substrat (Robotergeschwindigkeit, v_R) beträgt 500 mm/s bei einem Spritzabstand von 60 mm (L_{dep}) sowie einem Depositionswinkel von 90° (α_{dep} , Senkrecht zur Substratoberfläche). Der Roboter verfährt die montierte Düse mäanderförmig in definierter Länge (W_{dep}) mit festgelegter, vertikaler Distanz (b_{dep}) zwischen den aufgetragenen Linienprofilen (s. **Abbildung 3-1c**). Sofern angewendet wurden die Substrate mit Hilfe des heißen Prozessgases vorgeheizt. Hierfür verfährt die Düse vor der eigentlichen Beschichtung mit einer definierten Zyklenzahl ohne Pulverbeladung über das Substrat mit dem gleichem Beschichtungsmäander.

Vor dem Hintergrund eines reduzierten Druckeigenspannungszustands sollten höhere Gastemperaturen und damit Partikeltemperaturen bei vergleichsweise niedrigerem Gasdruck und damit geringeren Partikelgeschwindigkeiten erreicht werden. Um das Heizelement, an dem das Prozessgas vorbeigeleitet wird, nicht zu beschädigen, muss in Abhängigkeit der Temperatur ein entsprechender Gasfluss vorliegen. Die in vorhergehenden Projekten herausgearbeiteten Standardparameter folgen dem druckgesteuerten Betrieb (Vorgabe des initialen Gasdrucks) [127]. Eine erhöhte Gastemperatur mit dem Ziel höherer Partikeltemperaturen hätte so eine proportionale Erhöhung des Gasdrucks zur Folge, woraus wiederum die Partikelgeschwindigkeit näherungsweise in gleichem Ausmaß zunimmt.

Daher wurde der flussgeregelter Betrieb verwendet. Dieser bedingt bei angepasster Gasflussrate aufgrund der Gasexpansion einen verringerten Gasdruck. Hiermit sollen bei höheren Gastemperaturen heißere, aber im Verhältnis langsamere Partikel geringere Druckeigenspannungen in die Beschichtung induzieren. **Tabelle 3-2** fasst die verwendeten Abscheideparameter, nachfolgend als „Standard“ und „Heiß“ betitelt zusammen. Der Spritzabstand lag bei allen Experimenten in der gesamten Arbeit bei 60 mm.

Tabelle 3-2: Übersicht der anlagenseitigen Beschichtungsparameter für die Kavitäten.

Parameter	T_g	p_g	$\dot{V}_g$	v_R	z_{dep}	f_{feed}	Anwendung
	[°C]	[bar]	[m³ h⁻¹]	[mm s⁻¹]	[-]	[g min⁻¹]	
Standard	950	40	74	500	46	24	Inkrementelle Bohrlochmethode Neutronenbeugung Haftabzug Partikeldiagnostik
Heiß	1050	45	80	500	46	24	Inkrementelle Bohrlochmethode Neutronenbeugung Haftabzug Partikeldiagnostik

Weiter wurden Versuche zum Einfluss einer reduzierten Verfahrgeschwindigkeit der Düse im Vergleich zum Standard durchgeführt, ebenfalls vor dem Hintergrund eines variierten Eigenspannungszustandes der resultierenden Schicht. Hier wurde die Verfahrgeschwindigkeit sukzessive verringert, mit dem Ziel eines erhöhten Wärmeeintrags bei längerer Verweildauer der Düse. Um eine konstante Schichtdicke zu erzielen, wurden die Pulverförderate und Anzahl an Beschichtungsübergängen justiert (s. Kapitel 6.4).

Tabelle 3-3 fasst die so entstandenen Parameterkonstellationen zusammen.

Tabelle 3-3: Beschichtungsparameter für die Variation der Robotergeschwindigkeit sowie in Einzelfällen zusätzlich durchgeführten Haftabzugversuche. Die Spritzdistanz lag jeweils bei 60 mm.

Parameter	T_g	p_g	$\dot{V}_g$	v_R	z_{dep}	f_{feed}	Anwendung
	[°C]	[bar]	[m³ h⁻¹]	[mm s⁻¹]	[-]	[g min⁻¹]	
Langsam 0	950	40	74	500	8	24,09	Krümmungsmethode, Haftabzug
Langsam 1	950	40	74	250	8	12,05	Krümmungsmethode,
Langsam 2	950	40	74	250	4	24,09	Krümmungsmethode
Langsam 3	950	40	74	125	8	6,02	Krümmungsmethode
Langsam 4	950	40	74	62,5	4	6,02	Krümmungsmethode, Haftabzug
Heiß	1050	45	80	500	8	24,09	Krümmungsmethode, Haftabzug

Zur Validierung mit dem Simulationsmodell in ANSYS wurden die Standardparameter bei konstanter Spritzdistanz für zwei weitere Düsen angewendet. Der Fokus lag dabei auf der

Spritzfleckvariation infolge der jeweiligen Düsengeometrie (Out2 und Out4, s. Anhang 1). Zunächst verblieb die Düse für 5 s auf der gleichen Position mit dem Ziel eines idealerweise runden Spritzprofils. Um auch den Fahrweg der Düse nachzubilden, wurde ein Linienprofil mit acht Übergängen ohne vertikalen Versatz abgeschieden (s. **Tabelle 3-4**).

Tabelle 3-4: Abscheideparameter für die Düsen Out1, Out2 und Out4 bei 60 mm Spritzdistanz.

Parameter	T _g	p _g	$\dot{V}_g$	v _R	z _{dep}	f _{feed}	Anwendung
	[°C]	[bar]	[m ³ h ⁻¹]	[mm s ⁻¹]	[-]	[g min ⁻¹]	
Standard	950	40	74	500	8 / 5s	24,09	Düsenvergleich

Für jeden Beschichtungsdurchgang wurden Schichtgewicht (m_g) und Schichtdicke (t_c) der beschichteten Probe bestimmt. Die Schichtdicke ist insbesondere für die Analyse der Eigenspannungen notwendig (s. Kapitel 4.5.1). Ersteres ergibt zusammen mit den gewählten Roboterparametern in **Formel 3-1** die Abscheidungseffizienz bzw. Depositionseffizienz der Beschichtungen [76]:

$$DE = \frac{m_g * v_R * b_{dep}}{A_s * FR * z_{dep}}$$

Formel 3-1

Die Förderrate (FR) ist von der Schüttdichte des Pulvers sowie Drehzahl und dem Volumen aller Pulverdurchgangsbohrungen der Förderscheibe abhängig. Unter Berücksichtigung der Substratoberfläche (A_s), der Robotergeschwindigkeit (v_R) sowie den Parametern des Beschichtungsmäanders ergibt sich damit die Masse des über dem Substrat insgesamt abgeschiedenen Materials im Verhältnis zum Schichtgewicht (m_g).

3.2 Substratmaterialien

Um den in **Abbildung 2-6** dargestellten Reparaturprozess (Rissdetektion → Ausfräsen → Befüllen → Nachbearbeitung) an IN718-Komponenten darzustellen, erfolgte die Abscheidung mittels KGS primär auf Substraten aus diesem Material. Die Zusammensetzung ist in **Tabelle 3-5** dargestellt. Dabei handelt es sich um eine Nickel-Chrom-Eisen-Legierung mit geringen Anteilen an Niob, Molybdän und Titan.

Tabelle 3-5: Massenanteile des verwendeten IN718-Substratmaterials oberhalb von 0,5 Gew-%.

Anteil Gew-%	Ni	Fe	Cr	Al	Mo	Nb	Ti
IN718 Sub	52,14	19,76	18,16	0,58	2,89	5,07	1,00

Im Folgenden werden die verwendeten Geometrien und Oberflächen- sowie Wärmebehandlungen der Substrate vorgestellt.

3.2.1 Geometrie und Dimensionen

Der Fokus dieser Arbeit lag auf Kavitäts-Geometrien, welche infolge des Reparaturprozesses auftreten. Hierfür wurden ebene IN718-Platten (100x50x13 mm) repräsentativ für die beschädigte Stelle (wo sich der Riss befindet) ausgefräst und eine Kavität mit definierter Größe (50x20x4 mm) erzeugt (**Abbildung 3-3a**). Die genaue Bemaßung ist in Anhang 2 beigefügt. Der herausgearbeitete Wandwinkel beträgt 60°. Nachfolgend wird diese Art von Substrat als „Kavität“ bezeichnet. Diese wurde anschließend wiederum mittels des Reparaturmaterials in der Kaltgasanlage beschichtet mit dem Ziel einer möglichst vollständigen Befüllung der Kavität mit Reparaturmaterial. Die Beschichtung erfolgte unter Anwendung verschiedener Parameter (s. Kapitel 3.1.2) auf lösungsgeglühtem und ausgehärtetem IN718 mit Kavitäten (s. Kapitel 3.3.1). *In-plane* entspricht die x-Richtung der langen Kante der Kavität und y der kurzen Kante. Die z-Richtung verläuft *out-of-plane* entgegen der Betrachtungsrichtung. Alle Richtungsbeschreibungen beziehen sich auf dieses Koordinatensystem.



Abbildung 3-3: In Anlehnung an den Reparaturprozess herausgearbeitete Kavität (a). Zur Vermeidung von Materialüberschuss erfolgte eine zusätzliche Maskierung der Fläche um die Kavität (b). Alternativ erfolgten Beschichtungen von zylindrischen Kavitäten (c). Alle Richtungsangaben in dieser Arbeit beziehen sich auf das beigefügte Koordinatensystem.

Im Rahmen des Reparaturprozesses erfolgen typischerweise mehrere Nachbearbeitungsschritte. Der notwendige Roboterarm erzeugt einen Materialüberhang um die Kavität herum, da der Spritzfleck eine von der Düsengeometrie abhängige Spurbreite aufweist (s. Kapitel 6.5). Um diesen Überhang bereits während des Beschichtens zu minimieren, wurden einzelne Kavitäten maskiert. Hierfür befindet sich eine angepasste Edelstahl-Maske in einem Abstand von 1 mm zur Substratoberfläche, deren Öffnung näherungsweise mit den Kavitätsrändern abschließt (**Abbildung 3-3b**). Zusätzlich erfolgten Beschichtungen von zylindrischen Kavitäten (**Abbildung 3-3c**). Da auch hier ein leichter spezifischer Materialüberhang nicht zu vermeiden ist, müssen die beschichteten Kavitäten in beiden Fällen plangefräst werden, um eine ebene und plane Oberfläche zu gewährleisten. In einem weiteren Experiment wurden die Reparaturschichten einer

zyklischen thermischen Belastung unterzogen, um den realen Anwendungsfall nachzubilden (s. Kapitel 3.3.2). Damit ergeben sich die folgenden Substratzustände:

- *As-sprayed* (beschichtet)
- Maskiert (beschichtet mit Maske)
- Nachbearbeitet (mechanische Entfernung des überschüssigen Materials)
- Wärmebehandelt (Thermische Belastung)

Aufgrund des hohen Materialaufwands der Beschichtung von Kavitäten wurden repräsentative Untersuchungen auf simpleren Geometrien durchgeführt. Für die inkrementelle Bohrlochmethode eigneten sich IN718-Substrate mit den Dimensionen 40x40x3,2 mm (s. Kapitel 4.5.3). Diese werden in dieser Arbeit als „IN718-Rechtecke“ bezeichnet. Eine Wandstärke von 3 mm vermindert den Verzug dieser Geometrien infolge der induzierten Eigenspannungen. Aufgrund der besseren Verfügbarkeit erfolgten Untersuchungen zum Spritzprofil auf kommerziell verfügbaren, polierten Edelstahlsubstraten mit den Abmessungen 30x30x3 mm. Diese werden in dieser Arbeit als „Edelstahl-Rechtecke“ bezeichnet.

Da die IN718-Komponenten im Anwendungsfall im ausgehärteten Zustand vorliegen und die Substrathärte eine Einflussgröße für den Anhaftungsprozess darstellt (s. Kapitel 2.2.5), wurden in dieser Arbeit zwei Härtezustände der IN718-Substrate untersucht. Härteprüfverfahren (s. Kapitel 4.6) und Wärmebehandlung (s. Kapitel 3.3.1) werden jeweils separat vorgestellt. Im Kontext der Substrathärte referiert der Begriff „weich“ auf den lösungsgeglühten und „hart“ auf den ausgehärteten Zustand. Dabei ist zu beachten, dass der Fräsprozess innerhalb der Kavität eine Erhöhung von Härte und Festigkeit in Oberflächennähe zur Folge haben kann.

Im Rahmen der Eigenspannungsanalyse wurden auf die Auswertung der Krümmung zugeschnittene Biegeproben verwendet. Der Aufbau wird in Kapitel 4.5.1 erläutert. Der Hauptteil umfasst Analysen auf Substraten mit den Maßen 228x25,4x3,2 mm, gefertigt aus IN718. Diese sind nachfolgend als „Biegeproben“ bezeichnet. Zudem kamen für einen eigenen Versuchsaufbau kleinere IN718-Substrate mit den Abmaßen 125x25x3,2 mm zum Einsatz. Vorversuche erfolgten auf dünnerem Blech mit gleicher Länge und Breite bei geringerer Wandstärke von 1,3 mm. Zur besseren Unterscheidung werden diese als „Krümmungsproben“ bezeichnet.

Aufgrund des vorgegebenen Versuchsaufbaus in der entsprechenden Norm kamen im Rahmen der Haftabzugversuche kreisförmige Substrate aus IN718, sog. „Buttons“, mit

einem Durchmesser von 25 mm bei einer Dicke von 3 mm zum Einsatz (s. Kapitel 4.6). Zusätzlich zur variierten Oberflächenpräparation (s. Kapitel 3.2.2) erfolgte die Beschichtung auf IN718-Buttons in hartem und weichem Zustand. Weiter erfolgten Eigenspannungsmessungen mittels inkrementeller Bohrlochmethode auf entsprechend präparierten IN718-Rechtecken.

Eine Übersicht aller verwendeten Substrate mit entsprechenden Materialien, Maßen, Härtegraden sowie Verwendungszweck ist in **Tabelle 3-6** dargestellt. Da die Edelstahlsubstrate eine zum lösungsgeglühten IN718 vergleichbare Härte aufwiesen sind diese ebenfalls als „weich“ markiert.

Tabelle 3-6: Übersicht von Dimensionen, Materialien und Härtegrad der verwendeten Substrate. Die Größe der Kavität ist jeweils in Klammern gegeben. Eine Analyse der Mikrostruktur wurde für alle Substrate durchgeführt und ist daher nicht explizit genannt.

	Maße [mm]	Material	Weich	Hart	Analyse
Kavität, eben	100 x 50 x 11 (50 x 20 x 4)	IN718	X	X	Topographie, inkrementelle Bohrlochmethode, Neutronenbeugung
Kavität, zylindrisch	100 x 80 (50 x 15 x 4)	IN718	X		Topographie, Neutronenbeugung
Rechteck	40 x 40 x 3,2	IN718	X	X	Inkrementelle Bohrlochmethode, Schichtprofil
	30 x 30 x 3,0	Edelstahl	X	-	Schichtprofil
Biegeprobe (ICP-Sensor)	228 x 25,4 x 3,2	IN718	X	X	Krümmungsmethode
Krümmungsprobe (eigener Aufbau)	125 x 25 x 3,2	IN718	X	-	Krümmungsmethode
	125 x 25 x 1,3	IN718	X	-	Krümmungsmethode
Button, rund	25 x 3,2	IN718	X	X	Haftabzug, Wandwinkel

3.2.2 Oberflächenbehandlung

Um den Einfluss der Substratvorbehandlung auf die Schichtadhäsion zu untersuchen, sollen aus der Literatur bekannte Vorbehandlungen auf harten und weichen IN718-Buttons verglichen werden. Dabei handelt es sich um Sandstrahlen in zwei Ausführungen, Kugelstrahlen, Partikelstrahlen, und Schleifen. Der Schleifprozess erfolgte angelehnt an die Probenpräparation in Kapitel 4.2. Alle Verfahren sind in **Tabelle 3-7** aufgelistet. Ziel ist die Untersuchung von Einflussgrößen auf die Partikelanhaftung. Ergänzend zum Haftabzugversuch auf den Buttons erfolgten Eigenspannungsmessungen der jeweiligen Vorbehandlung auf IN718-Rechtecken. Für alle Proben werden die Standard-Beschichtungsparameter aus Kapitel 3.1.2 angewendet.

Tabelle 3-7: Parameter der Substratvorbehandlung für die Haftabzugversuche.

Verfahren	Abkürzung	Material	Strahlgutgröße [µm]	Temperatur [°C] Druck [bar]
Sandstrahlen, fein	S, fein	Aluminiumoxid, Al ₂ O ₃	60 µm – 100 µm	100 7,5
Sandstrahlen, grob	S, grob	Aluminiumoxid, Al ₂ O ₃	450 µm – 600 µm	25 2,5
Kugelstrahlen	K	Stahl, S330	1 mm	25 2,0
Partikelstrahlen	P	Inconel 718	d ₅₀ = 14 µm	300 15,0
Schleifen	S	SiC	240, 400, 800, 1200 µm	25 Händischer Druck

In der Literatur ist die Anwendung von Sandstrahlen zur Erhöhung der Oberflächenrauigkeit und damit Anhaftungsqualität weit verbreitet [13], [15], [27]. Dies hat zudem den Vorteil der Entfernung möglicher Oxide, erhöht dabei aber auch Härte und Festigkeit in Form von Kaltverfestigung. Die Umsetzung erfolgte zum einen über den Pulverförderer in der KGS-Anlage bei definierter Temperatur und Druck für das feine Sandstrahlgut. Das grobe Sandstrahlgut wurde händisch in einer dafür vorgesehen Strahlkabine bei definiertem Druck, Raumtemperatur und Abstand zur Düse auf die Substrate aufgebracht.

Kugelstrahlen erfolgte durch den Projektpartner KIT mit Stahlkugeln konstanter Größe bei Raumtemperatur sowie definiertem Druck und Abstand zur Düse.

Das Partikelstrahlen erfolgte wiederum direkt an der Anlage. Hierbei ist die Überlegung, die Oberfläche durch das Einbringen gleich großer „Lochstrukturen“ entsprechend der verwendeten IN718-Partikeln vorzustrukturieren. Um die kritische Geschwindigkeit ausreichend zu unterschreiten und nicht bereits eine erste Schichtlage zu erzeugen, wurden Gasdruck und -temperatur entsprechend reduziert.

3.3 Wärmebehandlungsverfahren

In der Regel findet im Anwendungsfall ausgehärtetes IN718 Verwendung. Da das IN718-Substratmaterial im Auslieferungszustand in lösungsgeglühter Form vorlag, wurde eine entsprechende Wärmebehandlung angewendet, um den gewünschten Härtegrad einzustellen. Zudem wurde eine thermische Zyklisierung der beschichteten und nachbearbeiteten Kavitäten durchgeführt, um die Belastung im Anwendungsfall und damit einhergehende Änderungen an Schicht und Eigenspannung zu untersuchen.

3.3.1 Vorgehen zur Aushärtung

Im Ausgangszustand liegt das IN718-Substratmaterial zunächst im lösungsgeglühten Zustand vor. Die Härte nach Vickers erreicht hierbei einen Wert von $240,03 \pm 6,73 \text{ HV0,1}$ (s. Kapitel 4.4) und wird wie erwähnt als „weich“ deklariert. Angesichts des Deformationspotenzials des Substrates in Bezug auf die Partikelanbindung wurde ein Großteil der experimentellen Vorversuche auf weichem Substrat durchgeführt. Da in der Praxis vorzugsweise ausgehärtetes IN718 in den zu reparierenden Komponenten verwendet wird, erfolgte die Beschichtungen von Reparaturgeometrien auf entsprechend wärmebehandelten Kavitäten. Der hierfür verwendete, mehrstufige Wärmebehandlungsprozess orientiert sich an Untersuchungen von Slama et al. [170]. Das in **Tabelle 3-8** dargestellte Verfahren resultiert in einer Härte von $431,86 \pm 2,36 \text{ HV0,1}$, und wird nachfolgend wie erläutert „hart“ genannt.

Da ausgehärtetes IN718 schwer mittels Fräsens bearbeitet werden kann, wurde die Kavitätsgeometrie zunächst im lösungsgeglühten Zustand ausgefräst und anschließend wärmebehandelt. Hierbei verbleibt eine dunkle Oxidschicht auf der Substratoberfläche, welche in der Praxis beispielsweise durch Sandstrahlen (s. Kapitel 3.2.2) entfernt werden. Um den Prozess an realen Bauteilen abzubilden, hätte das Strahlgut über einen der Pulverförderer aufgetragen werden müssen, was bei häufiger Anwendung besonders an den Ventilen des Förderers zu Schädigungen führt. Daher erfolgte die Entfernung der Oxidschicht händisch mittels des Schleifvlies 3M Scotch-Brite (3M Company, Delf, Niederlande).

Tabelle 3-8: Arbeitsschritte für das Aushärtungsverfahren, angelehnt an Slama et al. [170]

	Temperatur [°C]	Dauer [h]	Rampe [K min ⁻¹]
Aufheizen	720	-	1,5
Halten	720	8	-
Abkühlen	620	-	0,8
Halten	620	8	-
Abkühlen	Raumtemperatur	-	-

3.3.2 Thermische Zyklisierung

Für die reale Applikation sollen die reparierten Stellen einer realitätsnahen, thermischen Belastung ausgesetzt werden. Der betrachtete Temperaturbereich liegt für das verwendete IN718-Material, orientiert an dem Einsatz im Verdichtergehäuse, bei 600 °C. Hierfür wurden in hartes IN718 eingefräste 4 mm – Kavitäten bei Standardparametern mit Maske beschichtet und anschließend wiederum plangefräst.

Die thermische Zyklierung erfolgte in Form einer zyklischen, einseitigen thermischen Belastung an den FZJ-eigenen Brennertestständen (sog. *Burner Rigs*), welche für die thermische Zyklierung von Wärmedämmschichtsystemen verwendet werden [171]. Im Rahmen der vorliegenden Untersuchung wurde eine CH₄-Gasflamme mit definierter Aufheizrate und Zieltemperatur zentral über der beschichteten Kavität positioniert. Während der Kühlperiode mit rückseitig angebrachter Druckluft wird die Flamme wieder von diesem Punkt entfernt. Der Zyklus stellt sich damit wie folgt dar: Da die Zieltemperatur relativ schnell erreicht wurde, ergab sich eine flache Temperaturrampe mit einer Aufheizzeit von 240 s und einer anschließenden Abkühlzeit von 180 s auf Raumtemperatur. Der gesamte Zyklus umfasst somit sieben Minuten und wurde über eineinhalb Wochen 3000-mal wiederholt. Hierbei sei angemerkt, dass der referenzierte, standardmäßige Zyklerversuch für diese Art von Geometrien verändert werden musste. Insbesondere infolge der großen Wandstärke kam es teilweise zu Abweichungen im Temperaturprofil. Die Zieltemperatur orientierte sich an einem über eine seitliche Bohrung eingebrachten Thermoelement im Abstand von 1 mm zum Kavitätsgrund. Ergänzend wurde die Oberflächentemperatur mittels eines langwelligen Pyrometers aufgezeichnet, wobei eine Emissivität der IN718-Reparaturschicht von 0,6 angenommen wurde.

Zusätzlich zur lokalen Wärmebehandlung an den Brennertestständen wurde die Reparaturstelle einer vergleichsweise konstanten thermischen Zyklierung in einem Ofen ausgesetzt. Dies erfolgte durch den Projektpartner KIT. Die beschichtete Kavität wurde über 1,5 h auf 600 °C aufgeheizt und über dieselbe Dauer bei dieser Temperatur gehalten. Anschließend erfolgte eine Ofenabkühlung über acht Stunden auf Raumtemperatur. Insgesamt wurde die Probe mit 23 Zyklen belegt.

Aufgrund der vergleichbaren Materialeigenschaften von Schicht und Substrat ist zu erwarten, dass thermische Spannungen primär aus der Temperaturdifferenz resultieren. Dies kann u. a. zu Verzug, Risswachstum oder Delamination führen [129]. Daher zielt die Untersuchung auf die Charakterisierung des resultierenden Eigenspannungszustandes der Schicht vor dem Hintergrund möglicher Spannungsrelaxation ab. In diesem Kontext sind auch Änderungen an der Mikrostruktur sowie Ausbildung von Oxiden zu erwarten. Anhang 5 stellt die Zyklen der beiden thermischen Belastungen graphisch dar.

4 Charakterisierungsmethoden

Nachfolgend sollen die Charakterisierungsmethoden der kaltgasgespritzten Proben vorgestellt werden. Neben grundlegenden Verfahren zur Präparation der Mikrostruktur oder Härtemessung umfasst dieses Kapitel auch das Vorgehen zur Eigenspannungsanalyse, der Haftabzugsversuche sowie Partikeldiagnostik.

4.1 Charakterisierung der Partikeleigenschaften und Prozessdiagnostik

Vor dem eigentlichen Beschichtungsprozess umfasst die Charakterisierung der Partikeleigenschaften zunächst eine chemische Analyse und Größenverteilung mittels Laserbeugung. Letztere dient als Grundlage der *in-flight* – Geschwindigkeitsmessungen mittels entsprechender Diagnostik. Zusätzlich erfolgten Temperaturmessungen von Schicht und Substrat.

4.1.1 Chemische Analyse

Die qualitative und quantitative Analyse der chemischen Zusammensetzung der Pulver erfolgte mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (engl.: *inductively coupled plasma-optical emission spectrometry*, ICP-OES). Aus der zu untersuchenden Probe wird zunächst eine Lösung hergestellt, welche im Anschluss in ein durch hochfrequente elektromagnetische Induktion erzeugtes Argonplasma eingebracht wird. Durch die hohen Temperaturen des Plasmas erfolgt eine Ionisation der Elemente in der Lösung, sodass die Atome in einem angeregten Zustand vorliegen. Bei einer Rückkehr in einen Zustand niedrigerer Energie emittieren sie eine für das jeweilige Element charakteristische Strahlung. Die Analyse dieser charakteristischen Emissionsspektren bildet den Abschluss der Untersuchung.

Zur Analyse der IN718-Pulvers am ZEA-3 des FZJ im iCAP 7600 (Thermo Fisher Scientific, Waltham, USA) wurden pro Charge zwei Pulverproben von je 50mg untersucht. Die Proben wurden in einer Lösung aus 3 ml Salzsäure (HCl), 1 ml Salpetersäure (HNO₃) und 0,2 ml Flußsäure (HF) bei einer Temperatur von etwa 80 °C auf der Heizplatte für zwei Stunden gelöst. Jede Lösung wurde auf ein Gesamtvolumen von 50 ml aufgefüllt. Zur weiteren Analyse wurden je zwei Parallelverdünnungen für jede mit 200-facher sowie 10-facher Aufschlusslösung hergestellt

4.1.2 Laserbeugung zur Partikelgrößenverteilung

Die in Kapitel 3.1.1 vorgestellten Pulver wurden mittels der Laserbeugung hinsichtlich ihrer Größenverteilung charakterisiert. Das grundlegende Messprinzip basiert darauf, dass auf die

Partikel gerichtetes Licht in einem spezifischen Winkel gebeugt wird, welcher mit der individuellen Größe korreliert. Passiert der Partikelstrahl eine solche Laserlichtquelle kann das in spezifischen Winkeln rückgestreute Licht mittels optischer Sensoren detektiert werden, was die Größenverteilung des Pulvers ergibt. Für Partikel im Mikrometer-Bereich wird die Fraunhofer-Methode angewandt, unterhalb die Mie-Methode. Für die beiden vorliegenden Pulver wurde das Gerät LA-950 V2 (HORIBA, Kyoto, Japan) in 15 Iterationsschritten verwendet.

4.1.3 Messverfahren zur *in-flight* Partikelgeschwindigkeit

Zur Bewertung der Partikelgeschwindigkeit während der Flugphase wurden ein HiWatch HR2 sowie ein Cold Spray Meter angewendet. Die Messdistanz lag analog zur Standardspritzdistanz bei 60 mm.

Das HiWatch HR2 (Oseir Ltd., Tampere, Finnland) basiert auf dem PIV-Verfahren und detektiert den passierenden Partikelstrahl im Messvolumen. Dieser wird dabei durch die Lichtquelle beleuchtet. Die erzeugten Partikelschatten werden von der gegenüberplatzierten, hochauflösenden Kamera erfasst und mittels Grauwert-Invertierung als helle Punkte dargestellt. Eine detektierte Partikelspur umfasst drei Partikelkonturen mit näherungsweise gleicher Größe in unmittelbarer Nähe. Da sich diese Konturen teilweise mit den Dichtekonturen des Gases überlagern ist die Detektionsrate vergleichsweise gering. Pro Experiment wurden ~ 1000 Partikel analysiert.

Alternativ wurden die Partikel mittels *Cold Spray Meter* vom Typ CSM EVOLUTION (Tecnar Automation Inc. St. Bruno, QC, Kanada) gemessen. Der Partikelstrahl passiert einen kontinuierlichen Diodenlaser (Wellenlänge: 790 nm, Leistung: 3,3 W, Divergenz: 70 mrad) im Abstand von etwa 100 mm. Das zurückgestrahlte Licht der Partikel wird von einem Sensor detektiert, hinter dem die Doppelspalt-Fotomaske ein sog. „Doppelspitzensignal“ (engl.: *twin-peak signal*) erzeugt. Der Abstand zwischen den Schlitzen und die gemessene Zeit (ToF) zwischen den Peaks ergeben die jeweilige Partikelgeschwindigkeit. Anhand der Intensität des rückgestreuten Lichts kann zudem der Partikeldurchmesser abgeschätzt werden. Vor jeder Messung wurde die Größenverteilung auf den mittleren Partikeldurchmesser (s. **Abbildung 3-2**) kalibriert. Pro Analyse wurden hierfür je 5000 Partikel ausgewertet.

Aufbau und beispielhaftes Ergebnis beider Verfahren sind in Anhang 16 beigelegt.

4.1.4 Temperaturmessverfahren

Für die berührungslose Temperaturmessung auf der Probenoberfläche während der Beschichtung wurde ein kurzweiliges Pyrometer vom Typ 3MH1 (Optris GmbH, Berlin, Deutschland) verwendet. Der Fokus lag je nach Anwendung in der Probenmitte oder im Zentrum der Kavität. Für die diffuse Oberfläche der IN718-Schicht wurde eine Emissivität von $\varepsilon = 0,6$ angenommen.

Alternativ erfolgten Messungen mittels eines NiCr-Thermoelements (Typ K) in folgenden Experimenten:

- In einer rückseitigen Bohrung nahe des Kavitätsgrundes (s. Kapitel 6.3.1)
- Im Rahmen der in situ – Krümmungsmessung mittels ICP-Sensors (s. Kapitel 4.5.1)
- Radiale Bohrung während der thermischen Zyklierung (s. Kapitel 3.3)
- Während der Kleberaushärtung im Rahmen der Haftabzugsversuche (s. Kapitel 4.6)

4.2 Probenpräparation

Vor der Präparation mittels Schleifen und Polieren werden die Proben in Abhängigkeit der betrachteten Geometrie getrennt. Bei rechteckigen sowie kreisförmigen Substraten liegt die Schnittebene jeweils im Zentrum (s. **Abbildung 4-1a**). Platten mit eingefräster Kavität weisen hingegen mehrere Schnitte auf, um verschiedene Stellen (Interface, Winkel, Überhang) zu untersuchen. Zunächst erfolgt ein mittig angeordneter Schnitt entlang der langen Achse. Anschließend erfolgen je drei Schnitte senkrecht zur ersten Schnittebene im Abstand von jeweils 20 mm. **Abbildung 4-1b** stellt die Ebene nach Schnitt 2 mit den untersuchten Bereichen übersichtsartig dar. Für die Schichtcharakterisierung sind insbesondere der Übergang von Substratstirnfläche zur Kavität, die 60°-Flanken sowie der Kavitätsgrund inklusive deren Übergang von Interesse. Vor dem Trennen wurden die beschichteten Kavitäten mittels Epoxy 2000 eingebettet, um die Schicht für den Trennvorgang zu entlasten. Letzterer wurde mittels einer Säge vom Typ Discotom-100 (Struers GmbH, Willich, Deutschland) durchgeführt.

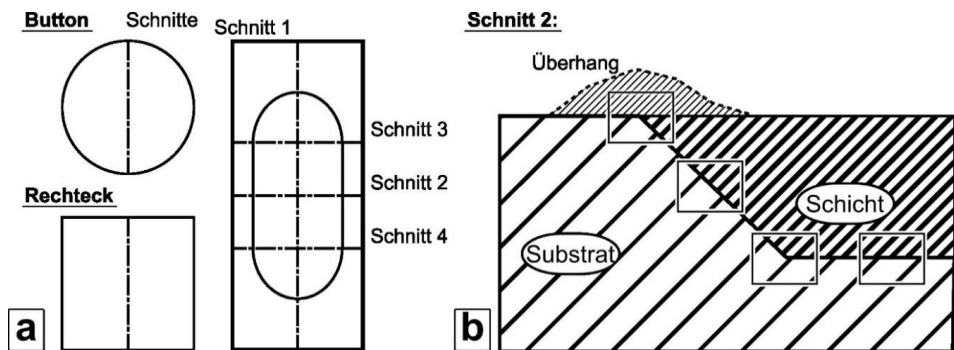


Abbildung 4-1: Schnittebenen von rechteckigen und zylindrischen Proben sowie der beschichteten Kavität (a). Die Analyse der Mikrostruktur erfolgt eingeteilt nach einzelnen Zonen (b) dargestellt für Schnitt 2.

Der Präparationsprozess wurde in Anlehnung an Vander Voort et al. [172] durchgeführt. Schleifen erfolgte schrittweise mit SiC-Schleifpapier abnehmender Korngröße beginnend bei 240 über 400 und 800 bis zur 1200'er Stufe. Die anschließenden Polierstufen umfassen 6 μm , 3 μm und eine abschließende Politur mit einer SiO_2 -Suspension (Körnung: 0,05 μm). Schleifen und Polieren wurde an einer ATM Saphir 550 (Struers GmbH, Willich, Deutschland) durchgeführt. Zwischen jedem Schritt wurden die Proben zunächst mittels Wasser und anschließend Ethanol gereinigt sowie mittels Föhns getrocknet. Optional kam zwischen den Polierschritten noch ein fünfminütiges Ultraschallbad hinzu. Alle Präparationsschritte sind mit Anpressdruck, Drehzahl und Drehsinn sowie Dauer in **Tabelle 4-1** aufgelistet.

Tabelle 4-1: In dieser Arbeit durchgeführte Präparationsschritte für IN718.

Schleifpapier	Kraft [N]	Drehzahl [rpm]	Drehsinn	Dauer [min]
240/ SiC	Gesamtandruck, 20	240	Gleichlauf	Bis plan
400/ SiC	Gesamtandruck, 20	240	Gleichlauf	2
800/ SiC	Gesamtandruck, 20	200	Gleichlauf	2
1200/ SiC	Gesamtandruck, 20	170	Gleichlauf	2 min 15 s
6 μm / Ultraplan (6 μm - Diamantpaste + grünes Lubrikant alle 30-45 s)	Gesamtandruck, 20	150	Gleichlauf	5
3 μm / VerduTex (3 μm Diamantpaste + Wasserbasis 30-45 s)	Gesamtandruck, 20	150	Gleichlauf	5
Final SiO_2 / Chemomet (SiO_2 Wasserbasis (0,05 μm Körnung), mit Pipette alle 5-10 s auftragen)	Gesamtandruck, 20	150	Gleichlauf	1 Polieren +2 Spülmittel +2 Nachspülen

4.3 Optische Analyseverfahren

Zur Bewertung von (Makro-)Topographie und Rauheit wurden die Schichten am Weißlichttopograph untersucht. Hierbei handelt es sich um ein Profilometer CT 350 T der Firma cyberTECHNOLOGIES (Eching-Dietersheim, Deutschland). Diese nutzt eine präzise Verfah-Einheit, auf der die Probe positioniert wird. Diese Einheit ermöglicht ein systematisches Abrastern der Oberfläche, während ein konfokaler Weißlichtsensor ein dreidimensionales Profil der Probenoberfläche erstellt. Dabei projiziert eine chromatisch dispersive Linse Licht unterschiedlicher Wellenlängen auf verschiedene Fokusebenen. Die Wellenlänge des vom Objekt reflektierten Lichts wird mit einem Spektrometer analysiert. Durch die Zuordnung der Wellenlänge zu den Fokusdistanzen der Linse kann der Abstand zum reflektierenden Objekt ermittelt werden.

Zur Ermittlung der Schichtdicke wurde der P-CHR-10000-Sensor mit einer Messdistanz von 10 mm in vertikale Richtung verwendet. Ergänzend wurde diese an drei Stellen innerhalb der aufgefüllten Kavität mittels einer Mikrometerschraube gemessen. Dies dient zum Vergleich mit der am Querschliff gemessenen Schichthöhe. Der gleiche Sensor wurde zur Analyse der Makrotopographie der beschichteten Probe sowie zur Krümmungsanalyse in Kapitel 4.5.1 verwendet.

Zur Messung der Rauheit wurde innerhalb der aufgefüllten Kavität eine Fläche von 5x10 mm mit dem CHR-1000-Sensor abgerastert. Die Fläche wurde unter Verwendung des gleichen Sensors für alle weiteren Probengeometrien angepasst.

4.4 Rasterelektronenmikroskopie

Zusätzlich zu Licht- und Lasermikroskopie wurden Aufnahmen mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM, engl.: *scanning electron microscope (SEM)*) erstellt, welche eine bessere Tiefenschärfe und Auflösung ermöglichen. Für die Signalerzeugung wird die Probe in der vakuumierten Probenkammer mit hochenergetischen, mittels Linsen fokussierten Elektronen aus einer Elektronenquelle penetriert und die resultierenden Elektronen bzw. emittierte Strahlung detektiert. Die Beschleunigungsspannung liegt typischerweise im Bereich von 5 bis 15 kV. Durch Verwendung spezifischer Detektoren können entsprechende Signalarten detektiert werden.

Zur Erfassung des Materialkontrasts werden Informationen aus Rückstreuелеktronen (engl.: *backscattered electrons*, BSE) gesammelt. Diese entstehen durch Rückstreuung mit einer Rückstreuenergie im Bereich von 50 eV bis hin zur Primärenergie und besitzen Eindringtiefen von bis zu 1 µm. Die Abbildung mittels Sekundärelektronen (SE) dient der

Darstellung der Topographie der Probe. Diese besitzen eine vergleichsweise geringe Energie von unter 50 eV und damit eine Informationstiefe von lediglich 1 bis 10 nm. Bei der Wechselwirkung der Elektronen mit dem Festkörper kann zusätzlich die charakteristische Röntgenstrahlung der Elemente in der Probe detektiert werden. Mittels eines energie-dispersiven (EDX, engl.: *energy dispersive X-ray spectroscopy*) Detektors kann somit die chemische Zusammensetzung qualitativ und quantitativ analysiert werden. Mittels Rückstreuungselektronenbeugung (EBSD, engl.: *electron backscatter diffraction*) können Elektronen detektiert werden, welche mit der oberflächennahen Kristallstruktur wechselwirken. Dies ermöglicht Aussagen zur Korngröße und -orientierung. Im Fall von nichtleitenden Proben muss zuvor eine dünne Schicht aus Gold oder Platin aufgedampft werden.

Im Rahmen der Studie wurden zunächst mittels eines Zeiss GeminiSEM450 (Zeiss, Oberkochen, Deutschland) Aufnahmen der Mikrostruktur von mit IN718 beschichteten, flachen IN718-Substraten als Referenz angefertigt (s. Kapitel 6.1.1). Weitere Aufnahmen wurden mit dem EM-30N (coXem, Daejeon, Republik Korea) erstellt, wobei der Kontrast zur Hervorhebung signifikanter Phasen teilweise angepasst wurde. EDX-Analysen wurden an einem REM vom Typ EVO 15 (Zeiss, Oberkochen, Germany) mit einem spezifischen Detektor (ULTIM MAX 100, OXFORD INSTRUMENTS) durchgeführt. Ergänzende Aufnahmen im Anhang basieren auf dem Hitachi TM3000 (Hitachi Hightechnologies Europe GmbH, Krefeld, Germany). Je sieben generierte Aufnahmen wurden zur Ermittlung der Porosität bei gleicher Vergrößerung analysiert. Mithilfe der Software „ImageJ“ wurde aus diesen Aufnahmen ein Binärbild erzeugt und der Porenanteil grafisch ausgewertet [173].

4.5 Eigenspannungsanalyse

Nachfolgend werden die Verfahren zur Eigenspannungsanalyse erläutert. Analysen mittels Krümmungsmethode erfolgten am FZJ, während die Untersuchungen mittels inkrementeller Bohrlochmethode sowie Neutronenbeugung ausschließlich vom Projektpartner KIT durchgeführt wurden.

4.5.1 Krümmungsmethode

Die Krümmung während und nach dem Beschichtungsvorgang wurde mit dem *In-situ-Coating-Properties-Sensor* (ICP-Sensor) von Reliacoat Technologies LCC (East Setauket, USA) aufgezeichnet. Bei dieser Vorrichtung ist das zu beschichtende Substrat mittels Schrauben und Hülsenmuttern beidseitig an einem Federelement befestigt. Dies ermöglicht eine flexible Justierung und somit eine weitestgehend ungehinderte Verformung der

Biegeprobe, was für die Analyse der Krümmung unerlässlich ist. Die infolge des Spannungsaufbaus pro Abscheidungsdruckgang auftretende Abstandsänderung zum Sensor während der Beschichtung wird von drei zu Beginn tarierten Lasern dokumentiert. Diese sind entlang der langen Kante angeordnet und transferieren die entstehende Wölbung in Form eines angenäherten Kreises simultan in die entsprechende Krümmung. Der vollständige Aufbau ist in Anhang 11 dargestellt. x- sowie y-Koordinate kennzeichnen jeweils die *in-plane* Richtung und z die *out-of-plane* Richtung. Die Messung der Durchbiegung erfolgt gemäß des Verfahrenswegs der Düse in y-Richtung. Im Anschluss an den Beschichtungsprozess wurde die Topographie der gekrümmten Proben mittels P-CHR-10000-Sensors am Weißlichttopographen entlang der langen Kante (y-Richtung) ausgewertet und der entsprechende Krümmungsradius extrahiert.

Die Temperaturmessung während des Beschichtens erfolgt am ICP-Sensor mittels zweier rückseitig angebrachter NiCr-Thermoelemente (Typ K) an beiden Enden. Zusätzlich wurde die Temperatur auf der Substratoberfläche mittels Pyrometers, ausgerichtet auf das Zentrum des Substrats, ermittelt (s. Kapitel 4.1.4.).

Der finale Eigenspannungszustand wird aus der Überlagerung der während des Beschichtens auftretenden Abscheidungsspannungen sowie der während der Abkühlphase auftretenden thermischen Spannungen unter Anwendung der Stoney-Gleichung berechnet (s. Kapitel 2.3.3.3). Die notwendigen Eigenschaften des Pulvers sowie der Substratmaterialien sind in **Tabelle 4-2** angegeben.

Tabelle 4-2: Materialeigenschaften von Schicht und Substratmaterial für die Krümmungsversuche [13], [174].

Material	E [GPa]	ν [-]	Dicke [mm]
IN718 Schicht/Pulver	180	0,29	Wie gemessen
IN718 Substrat	200	0.29	1,3 und 3,2

Da am ICP-Sensor nur eine Probe pro Heizzyklus verwendet werden kann, kamen auch kleinere Substrate mit verringertem Längen-Breiten-Verhältnis zum Einsatz (s. Kapitel 3.2.1). Bei vergleichbarer Einspannvorrichtung entfällt die in-situ Messung mittels Laser, sodass ausschließlich die Durchbiegung nach der Beschichtung topographisch analysiert wurde. Dieser Versuchsaufbau ermöglicht die Beschichtung von bis zu acht Proben pro Heizzyklus.

4.5.2 Röntgendiffraktometrie mittels Neutronenbeugung

Basierend auf den Erläuterungen in Kapitel 2.3.3.2 wurden Eigenspannungsanalysen an 4 mm Kavitäten mittels Neutronenbeugung unter Verwendung des *SALSA instrument* [175] am Institut Laue Langevin (ILL, Grenoble, Frankreich) durch den Projektpartner KIT durchgeführt. Die Messung erfolgte unter Verwendung eines Messraters mit 26 Positionen in y-z-Richtung, angeordnet im Zentrum der Kavität [25]. Durch Verwendung von radialen Kollimatoren (Halbwertsbreite 0,6 mm) werden die außerhalb eines bestimmten Winkelbereichs liegenden reflektierten Signale gefiltert, was zu einem ausreichend kleinen Messvolumen von 4,0x0,6x0,6 mm bei akkurater Messdauer in y- und z-Richtung führt. Unter Annahme einer homogenen Deformation in x-Richtung aufgrund der Dehnungsbehinderung wurde hier ein größeres Messvolumen implementiert (2,0x2,0x0,6 mm). Die Wellenlänge der mittels eines doppelt fokussierten Si-Monochromators reflektierten Strahlenquelle lag bei 163 Å, was zu einem $2\theta \approx 97^\circ$ für die {311}-Ebene von Inconel 718 führt. Die diffraktionselastischen Konstanten für IN718 $s^{hkl}_1 = -1,523 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ und $0,5 s^{hkl}_2 = 6,445 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ wurden nach Kröner [176] und Einkristalldaten nach Dye et al. [177] berechnet. Für den ebenenspezifischen Gitterparameter {hkl} des aufgetragenen Schichtmaterials d^{hkl}_0 wurde ein Würfel der Größe 2x2x2 mm verwendet. Dieser resultierte entweder aus überschüssigem Maskenmaterial (s. Kapitel 6.3.1) oder aus auf flachem Substrat abgeschiedenem IN718-Material im gleichen Beschichtungszyklus. Dieser umfangreiche Versuchsaufbau wird detaillierter in den entsprechenden Publikationen von Lang et al. vorgestellt [25], [178].

4.5.3 Inkrementelle Bohrlochmethode

Die Eigenspannungsmessung mittels inkrementeller Bohrlochmethode erfolgte an einem Bohrlochgerät vom Typ RS-200 (Micro-Measurements, Raleigh, NC, USA) standardisiert nach ASTM E837-20 durch den Projektpartner am KIT [136]. Für das Einbringen des Bohrlochs kam ein TiN-beschichteter Hartmetall-Stirnfräser mit $D_0 = 1,6 \text{ mm}$ zum Einsatz. Die Dehnungsauslösung infolge der Sacklochbohrung wurde an der Oberfläche durch Anordnung von drei Dehnmessstreifen (DMS) vom Typ CEA-06-031-120 (Micro-Measurements, Raleigh, NC, USA) um das Bohrloch herum in Form einer Rosette in 0° , 45° und 90° gemessen. Für eine verbesserte Anbringung der DMS wurde die Schichtoberfläche sorgfältig plangefräst um die Rauheitsspitzen sowie etwaiges Überhangmaterial abzutragen. Das eingebrachte Bohrloch befindet sich jeweils im Zentrum der Rechteckgeometrie bzw. der Kavität. Die Umrechnung der ermittelten Dehnungen in die

zugehörigen Eigenspannungen basiert auf der Differenzialmethode [141] mit dem E-Modul $E = 204 \text{ GPa}$ und der Poisson-Zahl $\nu = 0,299$ für IN718 nach Kröner [176] und Einkristalldaten nach Dye et al. [177]. Auch dieser Versuchsaufbau wurde in den zugehörigen Studien beider Projektpartner verwendet [178], [179].

4.6 Phasenanalyse mittels Röntgendiffraktometrie

Zusätzlich wurde für die thermisch zyklerten Schichten eine Phasenanalyse mittels Röntgendiffraktometrie durchgeführt. Für die Röntgendiffraktometrie (XRD) wurde ein Empyrean-Röntgenpulverdiffraktometer (Malvern Panalytical GmbH) eingesetzt. Die Messdaten wurden im 2θ -Bereich von 10° bis 90° mit einer Schrittweite von $0,026^\circ$ und einer Zählzeit von 250 s aufgezeichnet. Dabei kam ein 255-Kanal-linearer PIXcel-Detektor zum Einsatz.

4.7 Härtemessung mittels Indentation

Die Härte nach Vickers wurde in Übereinstimmung mit DIN EN ISO 6507 [180] mittels eines Härteprüfers Duramin A300 (Struers GmbH, Willich, Germany) ermittelt. Das Prüfgewicht betrug jeweils 0.1 kg unter Verwendung eines Mikro-Diamantindenter. Mindestens sieben Eindrücke in ausreichendem Abstand wurden ausgewertet und die Ergebnisse gemittelt. Die jeweilige Probenoberfläche wurde vor der Härteprüfung mit 4000er SiC-Schleifpapier quasi-polier, um einen eindeutigen Abdruck zu gewährleisten. Die Prüfung wurde für die Kavitäten nicht erneut an der Oberfläche wiederholt, da hier gleiches Material und Wärmebehandlung vorlagen. In der Studie von Lang et al. [25] wurde die Härte mittels eines definierten Rasters über den gesamten Probenquerschnitt ermittelt. Die Resultate stimmen mit den repräsentativen Einzelabdrücken überein.

4.8 Mechanische Haftabzugversuche

Die Haftabzugversuche wurden in Anlehnung an DIN EN ISO 14916 [156] bzw. ASTM C633 [157] mit dem in Kapitel 2.3.4 beschriebenen Versuchsaufbau durchgeführt. Als Probengeometrie kamen Rundproben aus IN718 in hartem und weichem Zustand mit einem Durchmesser von 25 mm bei einer Dicke von 3 mm zum Einsatz (s. Kapitel 3.2.1). Diese mit den Standardparametern (s. Kapitel 3.1.2) beschichteten Buttonproben wurden jeweils auf der Substrat- und Schichtoberfläche mittels eines Klebers an der Stirnseite der Stempel verklebt. Zur Erhöhung der Haftfestigkeit erfolgte das Aufrauen der Substratrückseite mit 400er Schleifpapier.

In Vorversuchen wurde zunächst die maximale, vom Hersteller angegebene Haftabzugfestigkeit ermittelt. Hierfür kamen sog. „Klebedummies“, verklebte Stempelpaare ohne beschichtet Probe, zum Einsatz. Die für das Druckklebverfahren angewendeten Parameter sind in **Tabelle 4-3** angegeben.

$$n = \frac{p * \pi * d^2}{4 * c * s}$$

Formel 4-1

Tabelle 4-3: Parameter zur Ermittlung der Schraubenumdrehungen für das Druckklebverfahren. Federkonstante und Gewindesteigung basieren auf Herstellerangaben.

p [MPa]	d [mm]	c [N mm ⁻¹]	s [m]	n [-]
0,28	25	50,097	1,5	1,6

Dabei steht n für die Anzahl der Schraubenumdrehungen, p für den erforderlichen Kontaktdruck, d für den Durchmesser der Stempel, c für die Federkonstante der Druckfeder und s für die Gewindesteigung der Schraube. Für den vorliegenden Versuch ergab sich nach **Formel 4-1** eine notwendige Schraubenumdrehungsanzahl von n = 1,6.

Im Rahmen dieser Arbeit kamen drei Kleber zum Einsatz, von denen die Ergebnisse zweier Kleber vorgestellt werden sollen. Verwendet wurde zunächst der in der Norm angegebene Kleber FM1000, wobei es sich um eine Polyamid-Epoxid-Klebefolie mit einer Dicke von ca. 300 µm handelt. Im Verlauf der Arbeit wurde dieser Kleber nicht mehr hergestellt. Alternativ kam daher der Kleber FM2000 bzw. Loctide 9658, zum Einsatz. Dieser war im Zeitraum dieser Arbeit nur unzureichend erprobt. Die Aushärtung des Klebers erfolgte angelehnt an Angaben des Herstellers (s. Anhang 14).

Ein vollständiger Haftabzugversuch umfasst jeweils drei Proben sowie einen Dummy, um auch nachfolgend die korrekte Durchführung zu gewährleisten. Die Koaxialität aller Stempelpaare wurde mittels der in der Norm vorgegebenen Lehre kontrolliert. Der anschließende Haftabzugversuch erfolgte durch den Projektpartner am KIT. Über eine konstante Dehnrates von 1 mm/s wurde die Zugkraft auf die Edelstahlzylinder an einer Zugprüfmaschine von Zwick (ZwickRoell GmbH & Co. KG, Ulm, Deutschland) aufgebracht. Die Haftabzugfestigkeit ergibt sich aus der aufgetragenen Kraft bei Versagen geteilt durch die Fläche der Buttonprobe.

5 Numerische Methoden

Der vollständige Kaltgasprozess wurde in Form einer CFD-Simulation in ANSYS Fluent nachgebildet. In diesem Kapitel soll zunächst die angewendete Geometrie mit Schwerpunkt auf der geänderten Partikelinjektion vorgestellt werden. Anschließend werden die grundlegenden Gleichungen für die Berechnung der Fluidströmung sowie der Partikeltrajektorie dargelegt.

5.1 Implementierung der Geometrie in ANSYS Fluent

Die Dimensionen der Düsengeometrie (s. Anhang 1) basieren auf händischer Vermessung. Die Modellierung erfolgt grundsätzlich im dreidimensionalen Raum; zur Darstellung der einzelnen Komponenten ist das vereinfachte zweidimensionale Modell in **Abbildung 5-1a** dargestellt. Zusätzlich zur Standarddüse Out1 wurden die beiden Düsen Out2 und Out4 analog implementiert (s. Kapitel 3.1).

Vor der Düse befindet sich die Vorkammer. Wie in Kapitel 6.1.3 gezeigt wird, reicht die kurze Vorkammerlänge aus, um die IN718-Partikel vollständig aufzuheizen. Daran schließen sich der konvergente und divergente Düsenteil an getrennt durch den engsten Querschnitt (*throat*). Das Substrat befindet sich 60 mm vom Düsenausgang entfernt mit den Abmaßen 30 x 30 x 3 mm. Die umgebende Kammer weist im Vergleich zum Umgebungsdruck einen Unterdruck von 5 mbar auf, womit die während der Beschichtung laufende Absaugung berücksichtigt wird. Beim Vergleich mit der Partikeldiagnostik (s. Kapitel 4.1.3) wurde das modellierte Substrat entfernt. Alle Wände werden als stationär und ohne Wärmetransport nach außen angenommen. Jede dieser Zonen weist ein individuelles Berechnungsnetz auf. Insbesondere an engen Querschnitten sowie im Wandbereich wurde das Netz zusätzlich verfeinert. Die Gesamtzahl an Elementen liegt bei mehr als 10 000 000 mit einer minimalen orthogonalen Qualität von mehr als 0,1.

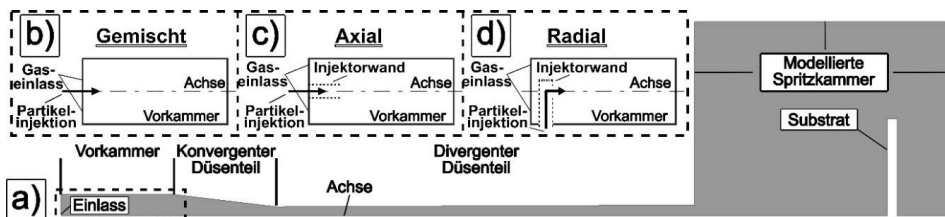


Abbildung 5-1: Schematisches 2D-Modell ANSYS mit Vorkammer, konvergent-divergentem Düsenabschnitt und Auslass sowie ggf. Substrat (a). Zusätzlich wurde die Partikelinjektion in eine gemischte (b), axiale (c) sowie radiale (d) Variante unterteilt. Darstellung und Übersetzung nach [181], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

In der Vorkammer treffen Prozessgas und Trägergas mit Partikelbeladung aufeinander. Für die analytische und achsensymmetrische Modellierung in ANSYS findet eine vereinfachte, gemischte Partikelinjektion Anwendung [16], [67]. Dabei werden Prozessgas und die Partikel mitsamt Trägergas im gleichen Bereich eingeleitet (**Abbildung 5-1b**), was auch der eindimensionalen Modellierung entspricht (s. Anhang 6). Im Gegensatz zu dieser idealisierten Darstellung existieren Modelle mit einem axialen Einlass über einen separaten Hohlzylinder [17]. Dies bietet den Vorteil einer weiterhin symmetrischen Modellierung, reduziert damit Rechenkapazität und wird im Kontext der Partikelinjektion „Axial“ benannt (**Abbildung 5-1c**). In der für diese Arbeit verwendeten Impact 5/11 – Kaltgasanlage werden die Partikel über einen radial zur Düsenachse ausgerichteten Zylinder eingeleitet [91] und gelangen über eine Bohrung auf Höhe der Achse in den Prozessgasstrahl (**Abbildung 5-1d**). Diese Variante wird in dieser Arbeit als „Radial“ deklariert. Die axiale Distanz zwischen konvergentem Düsenteil und Auslass von axialer sowie radialer Injektion ist jeweils gleich.

5.2 Fluiddynamische Beschreibung der Gas- und Partikeleigenschaften

Um die Gasströmung akkurat zu simulieren, erfolgte die Schließung der Navier-Stokes Gleichungen mittels sogenannter RANS-Modelle (*Reynolds-Averaged Navier-Stokes*, s. Kapitel 2.4). Zur Lösung der entsprechenden Transportgleichungen wurde in dieser Arbeit das k - ω -SST Model verwendet [182], welches die Vorteile des simpleren und in der Literatur häufig angewendeten k - ε Models für freie Strömungen mit denen des k - ω Models in Wandnähe verbindet. Dies ermöglicht relativ exakte Lösungen der Transportgleichungen, wobei anstelle von ε die spezifische Dissipationsrate ω verwendet wird. Dem gegenüber steht ein notwendigerweise sehr feines Gitter, verbunden mit hohen Rechenkapazitäten.

$$\frac{\partial}{\partial \tau}(\rho_g k) + \frac{\partial}{\partial x_i}(\rho_g k u_{g,i}) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\Gamma_k \frac{\partial k}{\partial x_j} \right] + G_k - Y_k + S_k \quad \text{Formel 5-1}$$

$$\frac{\partial}{\partial \tau}(\rho_g \omega) + \frac{\partial}{\partial x_i}(\rho_g \omega u_{g,i}) = \frac{\partial}{\partial x_j} \left[\Gamma_\omega \frac{\partial \omega}{\partial x_j} \right] + G_\omega - Y_\omega + D_\omega + S_\omega \quad \text{Formel 5-2}$$

wobei G die Erzeugung von k bzw. ω aufgrund der mittleren Geschwindigkeitsgradienten darstellt, Γ die effektive Diffusivität von k bzw. ω . Y beschreibt die Dissipation von k und ω in der Turbulenz und S sind benutzerdefinierte Quellterme mit D_ω als Querdiffusionsterm. Stickstoff wird als ideales Gas angenommen und jeweils mit den initialen Parametern aus Kapitel 3.1.2 injiziert.

Die unterschiedliche Injektion der IN718-Partikel wurde in Kapitel 5.1 erläutert. Alle

Partikel wurden als sphärisch angenommen. Die Größenverteilung des IN718-Pulver aus Kapitel 3.1.1 wurden in Form einer Rosin-Rammler-Verteilung in ANSYS implementiert:

$$Y_d = e^{-(d_p/\bar{d}_p)^n} \quad \text{Formel 5-3}$$

was eine exponentielle Beziehung zwischen dem Massenanteil Y_d und dem jeweiligen Partikeldurchmesser d an der Gesamtverteilung darstellt. Der mittlere Durchmesser $\bar{d}$ ($d_{50} = 14 \mu\text{m}$) und der Streuparameter $n = 4,35$ wurden anhand der Größenverteilung ermittelt. Pro Simulation wurden etwa 10000 Partikel ausgewertet.

Um die Bewegung der Partikel im Prozessgas zu berechnen wurde die Tracking-Methode nach Lagrange angewendet [16]. Das Kräftegleichgewicht ergibt sich damit wie folgt:

$$m_p \frac{du_p}{d\tau} = F_D + \vec{F}_{\text{other}} \quad \text{Formel 5-4}$$

wobei m_p die Partikelmasse ist, u_p die Partikelgeschwindigkeit beschreibt und F_{other} für externe Kräfte steht (u.a. Schwerkraft oder Saffman-Kraft). Diese zeigten in Vorversuchen keinen signifikanten Einfluss auf die Partikeltrajektorie und wurden daher nicht berücksichtigt. Die sog. „*Drag Force*“ F_D , welche aufgrund der Reibung zwischen Partikel und Fluid entsteht, wurde mittels des „*High Mach-Number*“ – Models abgeschätzt. Dabei handelt es sich um eine modifizierte Variante des Modells von Morsi und Alexander [183] und berücksichtigt einen großen Bereich der Partikel-Reynoldszahl zur Berechnung des sog. „*Drag Coefficient*“ C_D (s. Anhang 7):

$$F_D = \frac{1}{2} C_D \rho_g (u_g - u_p)^2 A_p \quad \text{Formel 5-5}$$

mit ρ_g als Fluidichte und A_p als projizierter Oberfläche der sphärischen Partikel. Für eine akkuratere Simulation der Partikelgeschwindigkeit wurde zusätzlich das „*Discrete Random Walk*“ – Model angewendet.

Aufgrund der variierenden Geschwindigkeitsverteilung in radialer Richtung innerhalb der Düse wurde zusätzlich der sog. „*Magnus effect*“ in Form der resultierenden „*Lift Force*“ F_L über F_{other} berücksichtigt:

$$F_L = C_L \frac{1}{2} \rho_g (u_g - u_p)^2 A_p \quad \text{Formel 5-6}$$

mit C_L als *Lift Coefficient*, welcher die entstehende Reibung in radiale Richtung berücksichtigt. Zur Abschätzung dieses Koeffizienten wurde auf Basis von Vorversuchen das Modell von Rubinow und Keller verwendet [184]. Die in ANSYS definierten Parameter für Gas und Partikel sind in **Tabelle 5-1** zusammengefasst.

Tabelle 5-1: Simulationsparameter für Stickstoff (Gas) und Inconel 718 (Partikel) in ANSYS

Eigenschaft	Einheit	Stickstoff	Ni-Partikel
Dichte	[kg m ⁻³]	Ideales Gas	8190,0
Spez. Wärmekapazität	[J kg ⁻¹ K ⁻¹]	1040,67	435,0
Initialgeschwindigkeit	[m s ⁻¹]	Abh. von T und p	15,0

6 Ergebnisse und Diskussion

Zunächst erfolgt eine detaillierte Darstellung aller angewendeten Charakterisierungen und Analysen an beschichteten, flachen IN718-Substraten (s. Kapitel 3.2.1). Das IN718-Pulver wurde über zwei Parametervariationen abgeschieden: Standard und Heiß (s. Kapitel 3.1.2). Diese Bezeichnung wird über den gesamten Ergebnisteil so beibehalten. In diesem Kontext wird auch das CFD-Modell des KGS-Prozesses vorgestellt und mit experimentellen Methoden validiert.

Zusätzlich erfolgten Haftabzugversuche an KGS-gespritzten Proben. Ergänzende Angaben zur Auswahl und Durchführung des Klebeverfahrens ist in Anhang 14 beigelegt.

Die vorgestellten Verfahren (mit Ausnahme der Haftabzugversuche) wurden im nächsten Schritt auf die Kavitäten mit 4 mm Schichthöhe angewendet, wobei die Eigenspannung zusätzlich mittels Neutronenbeugung analysiert wurde. In diesem Rahmen wurde auch die Reparaturgeometrie um Proben mit zylindrischer Oberfläche erweitert. Schließlich erfolgte die thermische Belastung solcher Reparaturschichten unter realitätsnahen Bedingungen.

Daran anschließend werden Möglichkeiten vorgestellt, die Eigenspannung in KGS-Schichten systematisch über prozessseitige Parameterkombinationen einzustellen. Hierfür kam eine Studie unter Verwendung der Krümmungsmethode sowie ein analytisches Modell zur Abschätzung der Eigenspannung in solchen Schichten zur Anwendung.

Zuletzt erfolgt eine Untersuchung des Einflusses der Düsengeometrie auf den resultierenden Spritzfleck sowie die induzierten Eigenspannungen in Reparaturschichten. Unterstützend werden Resultate der CFD-Simulation verwendet, um die experimentellen Ergebnisse zu diskutieren.

6.1 Beschichtung von flachen Substraten mit Standard und heißem Parameter

Die Beschichtungsexperimente wurden primär auf weichen IN718-Substraten durchgeführt, umfassen aber auch einen Vergleich mit ausgehärtetem IN718. Die Mikrostruktur dieser Proben wurde mit den Ergebnissen früherer Projekte verglichen, wobei die gleichen Materialien und der Standardparameter verwendet wurden. Der zusätzliche Parameter "Heiß" zielt darauf ab, den Druckeigenspannungszustand in den KGS-Schichten zu reduzieren (s. **Tabelle 3-2**). Des Weiteren erfolgt eine Validierung des im Rahmen dieser Arbeit implementierten CFD-Modells (s. Kapitel 5) unter Berücksichtigung von Daten der Prozessdiagnostik (s. Kapitel 4.1.3). Eigenspannungsanalysen erfolgten unter Verwendung

der Krümmungsmethode (s. Kapitel 4.5.1) sowie der inkrementellen Bohrlochmethode (s. Kapitel 4.5.3), wobei letzteres vom Projektpartner KIT durchgeführt wurde.

6.1.1 Abscheidung auf flachen IN718-Substraten

Im ersten Schritt sollten die Standardparameter auf IN718-Substraten abgeschieden werden. Dies diente dazu Schichtcharakteristika zu ermitteln und spätere Aussagen für Reparaturgeometrien abzuleiten. Weiterhin konnte anhand der Schichthöhe die Anzahl der notwendigen Beschichtungsübergänge für die Kavitäten abgeschätzt werden. Ergänzend dazu ist die resultierende Mikrostruktur des heißen Parameters dargestellt.

Die Mikrostruktur der unter Standardparametern abgeschiedener Schicht ist in **Abbildung 6-1a** in Form einer REM-BSE Aufnahme dargestellt und zeigt den grundsätzlichen Aufbau der IN718-Reparaturschichten. Acht Beschichtungszyklen resultierten in einer Schichthöhe von etwa 700 µm. Die absolute Höhe wurde jeweils an mehreren Stellen mittels Messschraube ermittelt und in der Mikrostruktur vermessen. Die insgesamt unregelmäßige Oberfläche ist an den Partikelkonturen erkennbar, was sich in einer Rauheit von etwa $R_a = 6,14 \pm 0,16$ µm manifestiert. Die IN718-Schicht, welche aus dem patentierten IN718-Pulver von Oerlikon-Metco resultiert (s. Kapitel 3.1.1), weist die für dieses Pulver in der Literatur identifizierte charakteristische Struktur aus deformierten Partikeln sowie dunklen Bereichen, angereichert mit Al und Ni auf [70]. Zudem treten in der deformierten Partikelstruktur die mit Niob angereicherten interdendritischen Phasen in Form eines hellen Kontrastes auf [127]. Die Schicht weist insgesamt eine niedrige Porosität von unter 2% ohne signifikante Defekte wie beispielsweise Risse auf.

Das Interface in vergrößerter Darstellung stellt den Übergang der Schicht hin zum weichen IN718-Substrat hin dar. Letzteres ist an der prägnanten Kornstruktur erkennbar. Am Interface waren keine signifikanten Defekte erkennbar, was für eine gute Anhaftung spricht. Eine dünne Schicht aus kleinen Körnern, welche im REM nicht vollständig aufgelöst werden konnten, verdeutlicht die Deformationszone infolge der Kaltverformung durch den Aufprall fester Partikel ($\rightarrow$ *Peening*-Effekt). Die Depositionseffizienz (DE), welche sich aus dem Verhältnis aus aufgetragenem und anhaftenden Schichtmaterial ergibt (s. Kapitel 3.1.2), lag bei etwa 81%.

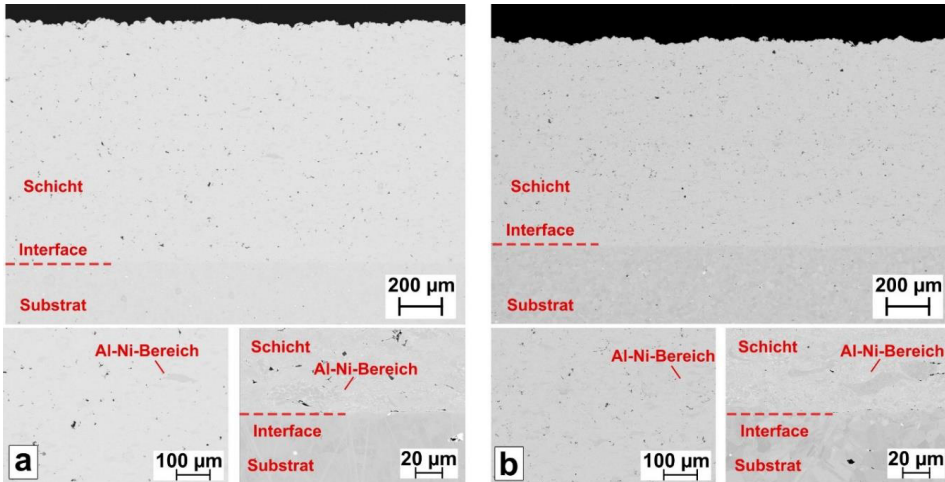


Abbildung 6-1²: REM-BSE Aufnahmen jeweils einer KGS-Schicht aus Standard (a) und Heiß (b). Zusätzlich sind jeweils vergrößerte Darstellungen der Schicht sowie des Interface dargestellt.

Die Schichthöhe des heißen Parameters liegen mit etwa 700 μm und einer DE von etwa 81% im gleichen Bereich (**Abbildung 6-1b**). Die Schicht weist die gleichen charakteristischen Merkmale in Form der deformierten Partikel und Al-Ni-Phase auf, wobei deren Größe mit dem Standard übereinstimmen. Auch am Interface zeigte sich eine vergleichbar gute Anhaftung bei ebenso geringer Defektdichte. Insgesamt lag auch hier die Porosität unterhalb von 2%. Da die ermittelte Mikrostruktur mit zuvor veröffentlichten Aufnahmen übereinstimmt (s. [70], [127]) wird nachfolgend teilweise ein erhöhter Kontrast verwendet, um die einzelnen Phasen wie bspw. die Al-Ni-Bereiche prägnanter darzustellen.

Wie für die Schichthöhe erläutert, unterliegen die Beschichtungsexperimente mittels Kaltgasspritzen einer spezifischen Schwankung der DE. Hierfür sei auf die Charakteristik des Beschichtungsmäanders verwiesen (s. Kapitel 3.1). Ein einzelnes Linienprofil weist eine Höhe von etwa 80 μm bei einer Breite von etwa 8 mm auf (s. Anhang 13). Insbesondere die Profilbreite ist Gegenstand ausführlicher Untersuchungen in Kapitel 6.5. Da sich die Linienprofile im Mäander zum Teil überlagern, resultiert eine Schichthöhe von etwas weniger als 100 μm pro Übergang. Die DE wird in jedem Übergang u.a. von der Rauigkeit und dem damit verbundenen lokalen Depositionswinkel der jeweils vorher abgeschiedenen Schicht beeinflusst. Zudem bildet sich in Abhängigkeit des Materials ein charakteristischer

² Diese Aufnahmen wurden mit dem hochauflösenden REM angefertigt (Zeiss Gemini). Aufnahmen solcher Art lagen nur für Schichten mit zehn Beschichtungszyklen bei Standard vor. Ebenso konnte für die Darstellung des heißen Parameters nur eine ICP-Probe verwendet werden. Generell liegen keine signifikanten Unterscheidungen in Schichthöhe, DE und Rauigkeit innerhalb der jeweiligen Parametern vor, was in weiteren Querschliffen überprüft wurde.

Wandwinkel heraus, welcher auf die geringere Anhaftungsqualität an den Schichträndern zurückzuführen ist [87]. Dieser sog. „Böschungswinkel“ zwischen Schichtrand und Depositionsrichtung ist Gegenstand weiterer Untersuchungen und wird in dieser Arbeit mit etwa 40° angenommen (s. Anhang 4). Die DE berücksichtigt diesen Böschungswinkel in Form des abgeschiedenen Materials. Bei acht bis zehn Übergängen zeigte sich dieser Böschungswinkel nur in schwacher Ausprägung. Dies muss jedoch bei der Beschichtung von 4 mm – tiefen Kavitäten berücksichtigt werden, wo mehr als 40 Übergängen notwendig sind (s. Kapitel 6.3).

In diesem Kontext wurde zusätzlich die Beschichtung auf hartem Substrat untersucht, da solches auch für die Haftabzugsversuche sowie die Beschichtung auf Reparaturkavitäten verwendet wurde. Die Beschichtung unter Standardparametern auf ausgehärtetem IN718-Substrat zeigte in dieser Arbeit eine Schichthöhe und DE. Die Mikrostruktur stimmt mit den publizierten Ergebnissen von Singh et al. auf ausgehärtetem IN718 überein [13]. In der vorliegenden Arbeit wurden diese Substrate nicht direkt sandgestrahlt, sondern zunächst mittels Schleifen von der Oxidschicht befreit, welche einen nachteiligen Effekt auf die Partikeladhäsion haben kann. Dieser Aspekt wird für ausgehärtete Kavitäten in Kapitel 6.3 erläutert. Eine solche, mit Standardparametern beschichtete harte Buttonprobe ist in Anhang 4 dargestellt. Dort sind auch sog. „*Single Splat*“ – Experimente beigefügt, welche die Adhäsion einzelner IN718-Partikel auf hartem und weichem IN718-Substrat darstellen. Für beide Härtegrade ist eine gute Adhäsion der IN718-Partikel zu erkennen. Signifikante Unterschiede in der Größe des um die Partikel ausgebildeten „Materialjets“ waren nicht erkennbar. Auch die Eindringtiefe der Partikel im Querschliff ist für beide Härtegrade nahezu gleich. Unter Berücksichtigung der Tatsache, dass hartes Substrat aufgrund der beschränkten Eindringtiefe die Anhaftungsfläche für aufragende Partikel tendenziell verkleinert, war trotzdem eine gute Anhaftung am Interface beobachten.

Insgesamt ist festzuhalten, dass mit den Standardparametern die Schichteigenschaften vorheriger Publikationen, welche die gleiche Materialpaarung verwendet haben, reproduziert werden konnte. Die Substrathärte zeigte bis hierhin keinen signifikanten Einfluss. Der Großteil der Experimente basiert aufgrund der einfacheren Handhabung auf lösungsgeglühtem IN718. Der Vergleich mit hartem Substrat wird nochmals im Rahmen der Haftabzugsversuche in Kapitel 6.2 sowie der Beschichtung von Reparaturkavitäten in Kapitel 6.3 thematisiert.

6.1.2 Diagnostik der Beschichtungsparameter

Für den Parameter Heiß sind im Vergleich zum Standard aufgrund des notwendigerweise gestiegenen Gasdrucks auch erhöhte Partikelgeschwindigkeiten zu erwarten (s. Kapitel 3.1.2). Für diesen Nachweis kamen die in Kapitel 4.1.3 vorgestellten Vorrichtungen zur Partikeldiagnostik zum Einsatz. Das HiWatch HR2 ermittelt die Partikelgeschwindigkeit im Bereich des vorgegebenen Messvolumens. Um die Partikelgeschwindigkeitsverteilung in laterale, also vertikale Richtung zu analysieren, wurde am CSM ein Raster bestehend aus neun vertikalen Punkten im Abstand von einem Millimeter ohne axialen Versatz vermessen (s. Anhang 16). **Abbildung 6-2a** zeigt die von HiWatch und CSM gemessene Partikelgeschwindigkeit bei einer Spritzdistanz von 60 mm aufgetragen über die neun lateralen Messpunkte aus dem CSM-Raster. Hierfür wurde die Partikelgeschwindigkeitsverteilung, welche im Messvolumen des HiWatch ermittelt wird, auf die entsprechenden Punkte mittels der Methode der kleinsten Quadrate angenähert. Die Messtiefe von 400 μm ist hinreichend schmal, sodass eine rein zweidimensionale Verteilung angenommen werden kann. Diese Darstellung in Form der sog. „Linescans“ wird in der vorliegenden Arbeit durchgehend angewendet.

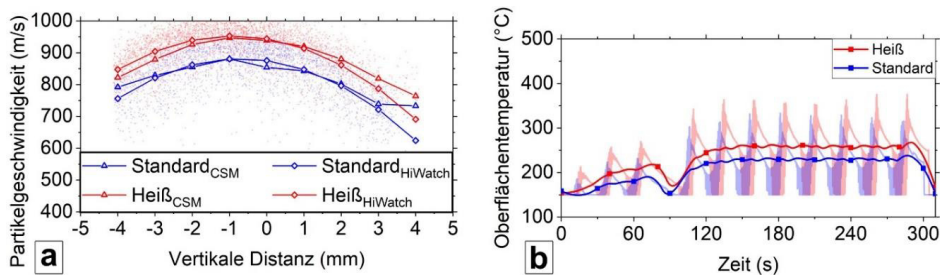


Abbildung 6-2: Die Partikelgeschwindigkeit von Standard (blau) und Heiß (rot) wurde am CSM (Dreiecke) über einen Linienscan entlang der vertikalen Koordinate sowie aus dem Messvolumen des HiWatch (Rechtecke) in vertikale Richtung extrahiert (a). Die einzeln gemessenen Partikel im HiWatch sind sowohl teiltransparent als auch in Form einer angenäherten Linie dargestellt. Die Oberflächentemperatur der Beschichtung wurde mittels Pyrometer für Standard und Heiß ermittelt (b).

Beim Standard zeigen beide Vorrichtungen eine gute Übereinstimmung. Das parabolische Profil stimmt in beiden Fällen mit dem erwarteten Ergebnis der höchsten Partikelgeschwindigkeit in Spritzrichtung im Zentrum und der niedrigsten an den Rändern des Partikelstrahls überein. Auffällig ist der leichte Knick des CSM-Graphen bei +4 mm. Hier liegt eine sehr geringe Detektionsrate beider Geräte vor. Die hier detektierten Partikel am Rand des Partikelstrahls sind vorzugsweise klein. Diese weisen eine höhere Geschwindigkeit auf und „verfälschen“ das Ergebnis nach oben. Weiter ist zu erkennen, dass die maximale Partikelgeschwindigkeit in beiden Messungen von der zentralen Koordinate

leicht nach unten (-1 mm) verschoben ist. Es ist anzunehmen, dass auf nach oben beschleunigte Partikel die Schwerkraft stärker entgegenwirkt und diese dadurch im Vergleich zum unteren Strahlrand stärker verlangsamt.

Für Heiß wurde übereinstimmend von beiden Diagnostikgeräten eine höhere Partikelgeschwindigkeit detektiert. Auch hier liegen beide Parameter in guter Übereinstimmung. Bei den erhöhten Gas- und Partikelgeschwindigkeiten ist es möglich, dass die unterschiedlichen Analyseverfahren (CSM = ToF, HiWatch = PIV) stärker voneinander abweichen. Insbesondere beim HiWatch kann es aufgrund von Dichteunterschieden im mit Überschallgeschwindigkeit strömenden Fluid dazu kommen, dass sich diese Phasen aufgrund ihrer Grauwerte mit den Partikeln überlagern (s. Anhang 16). Hieraus muss noch eine „Partikelspur“ bestehend aus je drei Partikelsignalen in Abhängigkeit der eingestellten Pixelgröße herausgefiltert werden, um anhand der Spurlänge die Geschwindigkeit zu ermitteln. Dagegen ist das CSM aufgrund der Vielzahl an Fehlerindikatoren (u.a. Peak-Abstand) als robuster Prozess anerkannt. Angesichts der stark unterschiedlichen Messmethode zeigen beide Geräte jedoch eine gute Übereinstimmung für die Partikelgeschwindigkeit.

Abbildung 6-2b stellt den Temperaturverlauf, gemessen mittels Pyrometer an der Oberfläche, für Standard und Heiß während der Beschichtung dar. Jeder Peak markiert einen vollständigen Roboterarmänder. Infolge der Düsenbewegung ist die Messtrecke zwischen Pyrometer und Probe zeitweise verdeckt, was sich in einem rapiden Temperaturabstieg ausdrückt. Zur besseren Vergleichbarkeit wurden die Peaks mittels der Savitzky-Golay Näherungsmethode auf eine Trendlinie reduziert, was für einen Vergleich der Parameter ausreicht.

Infolge der drei Vorheizzyklen ist an der Substratoberfläche bereits ein Temperaturanstieg zu erkennen, wobei Heiß erwartungsgemäß zu höheren Temperaturen führt ($T_{\text{pre,Standard}} \approx 190 \text{ }^{\circ}\text{C}$ und $T_{\text{pre,Heiß}} \approx 215 \text{ }^{\circ}\text{C}$). Nach Beginn des Beschichtungszyklus erhöht sich die Temperatur infolge des nachfolgenden Pulverauftrags und nähert sich einem mittleren Plateau an. Die Oberflächentemperatur beschreibt die Temperatur innerhalb der Schicht nur näherungsweise. Trotzdem ist hier bereits absehbar, dass eine erhöhte anfängliche Gastemperatur von $1050 \text{ }^{\circ}\text{C}$ zu einer höheren mittleren Oberflächentemperatur der Schicht ($T_{\text{O,Heiß}} \approx 260 \text{ }^{\circ}\text{C}$) im Vergleich zum Standard von initialen $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ($T_{\text{O,Standard}} \approx 230 \text{ }^{\circ}\text{C}$) führt.

In **Tabelle 6-1** sind die ermittelten maximalen Partikelgeschwindigkeiten sowie mittleren Oberflächentemperaturen aufgetragen. Im Vergleich zur Partikelgeschwindigkeit ist für die Temperatur ein größerer Anstieg zu erkennen.

Tabelle 6-1: Maximale Partikelgeschwindigkeit für Standard und Heiß gemessen mittels CSM und HiWatch.

	$v_{p,max}$ CSM [m/s]	$v_{p,max}$ HiWatch [m/s]	T_o [°C]
Standard	881	880	230
Heiß	947	952	260
Verhältnis	7,0%	7,6%	11,5%

6.1.3 CFD-Simulation von Gas und Partikeln

Um Aussagen zur Schichtqualität treffen zu können, ist eine akkurate Kenntnis der Partikeleigenschaften unerlässlich. Hier kann eine realitätsnahe Prozesssimulation wichtige Daten für die Bewertung der experimentellen Ergebnisse liefern. Daher soll auf Basis der in Kapitel 5.2 dargelegten, fluiddynamischen Grundlagen ein im Rahmen des Vorhabens entwickeltes, dreidimensionales CFD-Modell in ANSYS Fluent angewendet werden. Dessen Resultate bilden eine wertvolle Grundlage zur Analyse von fluiddynamischen Prozessen in KGS wie beispielsweise des *bow shock* – Effekts. Insbesondere in Kapitel 6.5 liegt der Schwerpunkt auf der Anwendung dieses Modells zur Bestimmung des resultierenden Spritzflecks im Kaltgasspritzen. Da die CFD-Simulation weitere Variationen des KGS-Prozesses umfasst (u.a. Partikelinjektion und Düsengeometrie), wurde ein erster Vergleich mit dem Resultat der kommerziellen KSS-Software durchgeführt. Diese basiert auf einem eindimensionalen Rechenmodell mit Verweis auf die dort angegebene Literatur (s. Anhang 6). Es ist klar, dass dieses den Kaltgasprozess aufgrund der eindimensionalen Modellierung nur stark vereinfacht abbilden kann [67], [76].

Für einen ersten Vergleich ist diese Modellierung jedoch ausreichend, um ausgehend davon den in diesem Vorhaben verwendeten KGS-Prozess abzubilden. Der vereinfachte Ansatz kann ausschließlich eine gemischte Partikelinjektion verwirklichen (s. **Abbildung 5-1a**). Als Trägergas kam ebenfalls Stickstoff bei gleichem Gasdruck zum Einsatz. Aus der CFD-Simulation sind im Folgenden die Gaseigenschaften entlang der Achse sowie eines einzelnen, repräsentativen d_{50} -IN718 Partikels dargestellt.

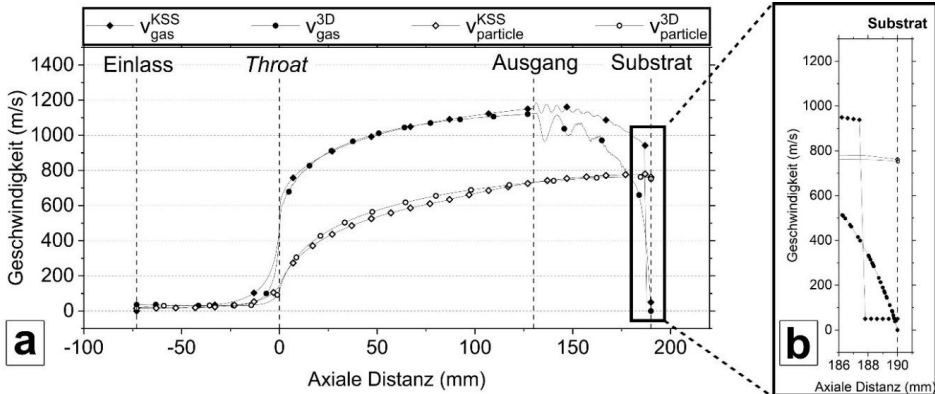


Abbildung 6-3: Gas- und Partikelgeschwindigkeit aus 3D-Modellierung und KSS-Modell (a). Die Nahzone vor dem Substrat zeigt den Einflussbereich des *bow shock* – Effekts (b).

In **Abbildung 6-3a** ist der Geschwindigkeitsverlauf des Prozessgases entlang der Achse sowie eines einzelnen d_{50} -Partikel über die Düsengeometrie in axiale Richtung dargestellt. Nach der Injektion erfolgt die Aufheizung der Partikel in der Vorkammer bei nahezu konstanter Geschwindigkeit. Nach dem Eintritt in den konvergenten Düsenteil mit verjüngendem Querschnitt wird der Prozessgasstrom beschleunigt, wodurch sich die Partikelgeschwindigkeit erhöht. Beim Passieren des *throats* erreicht der Gasstrom Mach 1 und geht anschließend in den Überschallgeschwindigkeitsbereich bis oberhalb von Mach 3 über (s. Kapitel 2.2.1). Hier wird das Fluid im Zug der Querschnittsvergrößerung noch stärker beschleunigt und entspannt, was die Partikelgeschwindigkeit weiter erhöht. Im Gegenzug verliert das Fluid aufgrund seiner verringerten Dichte an Temperatur und kühlt damit auch die Partikel ab.

Nach Verlassen der Düse tritt die Gasströmung in einen komplexen Zustand mit alternierenden Geschwindigkeitsverläufen ein. Diese Phänomene werden durch Kompressibilitätseffekte und turbulente Wechselwirkungen verursacht, die zu einer Verlangsamung und einer nichtlinearen Verteilung der Strömungsparameter führen. Ein eindimensionales Modell kann diese Effekte aufgrund der Vereinfachungen (s. Anhang 6) nicht hinreichend abbilden. Zudem lag mit Kupfer ein anderes Ausgangsmaterial zugrunde [67]. Dies ist auch anhand des dargestellten KSS – *bow shocks* ersichtlich (**Abbildung 6-3b**), wo in einem Abstand von etwa 2,7 mm die Gasgeschwindigkeit auf einen konstanten Wert von etwa 50 m/s absinkt. Dagegen zeigt die stark alternierende Gasgeschwindigkeit in der 3D-Simulation einen sukzessive abnehmenden Wert infolge der kontinuierlichen Druck- und Dichteänderungen. In beiden Fällen unterliegt die Partikelgeschwindigkeit keinen signifikanten Schwankungen infolge der alternierenden Gasgeschwindigkeit. Die hohe

Dichte der IN718-Partikel hat eine erhöhte Trägheit zur Folge, welche diese robuster gegenüber der umgebenden Fluidströmung macht. Auch die relativ geringe Größe der Partikel verringert die Trägheit nicht in ausreichendem Maß [185]. Dies ist mit ein möglicher Grund, warum die Partikelgeschwindigkeit nach der Beschleunigung innerhalb der Düse noch weiter zunimmt. Deren kinetische Energie sowie die größere Massenträgheit führen dazu, dass die Partikel mehr Zeit und Wegstrecke benötigen, um Geschwindigkeitsänderungen des Gases zu "erreichen". Wie in der Grafik zu erkennen ist, nimmt die Partikelgeschwindigkeit ab 60 mm ab. Dies ist einer der Gründe für die gewählte Spritzdistanz. Eine signifikante Verlangsamung der Partikel vor dem Substrat infolge des *bow shocks* ist nicht zu erkennen, was ebenfalls aus Größe und Trägheit der IN718-Partikel resultiert.

Im nächsten Schritt sollte die Partikelinjektion an die real vorliegenden Bedingungen angepasst werden. Für die jeweiligen Modelle sei auf Kapitel 5.1 verwiesen. Der eindimensionale Ansatz entspricht der Darstellung ohne explizit getrennten Bereich für die Partikelinjektion. Hier wurde zunächst ein vereinfachter, achsensymmetrischer Ansatz mit abgetrennten Wänden implementiert. Da in der für diese Arbeit verwendeten Kaltgas-Anlage die Partikel radial in die Vorkammer eingeführt werden, erfolgt zudem die Simulation mit einer radialen Injektion. Ziel ist die möglichst exakte Nachbildung der Impact 5/11 – Kaltgasanlage, um deren Resultate insbesondere für die Diskussion der Eigenspannungen zu verwenden. Beide Arten der Injektion wurden zunächst mit den Ergebnissen der Partikeldiagnostik für die Standardparameter aus Kapitel 6.1.2 verglichen. Aufgrund der guten Übereinstimmung ist das Ergebnis aus HiWatch und CSM in Form der Näherungslinie dargestellt. Die simulierten Ergebnisse stammen aus einer Referenzebene in der CFD-Simulation, vergleichbar mit dem HiWatch-Messfeld. Es wurde auch die gleiche Näherungsfunktion verwendet.

Die Partikelgeschwindigkeit in vertikaler Richtung weist in **Abbildung 6-4a** deutliche Unterschiede für axiale und radiale Injektion auf. Zeigen beide noch das typische parabolische Konturprofil mit höchster Geschwindigkeit im Zentrum und minimaler an den Rändern des Partikelstrahls, liegt die absolute Geschwindigkeit von radial sehr viel näher an den experimentellen Ergebnissen. Die höhere Partikelgeschwindigkeit resultiert aus der höheren Gasgeschwindigkeit infolge der radialen Injektion. Für diesen Fall liegt in der Vorkammer eine diffuse Mischzone von kaltem Träger- und heißem Prozessgas vor. Dagegen manifestiert sich für die axiale Injektion ein ausgeprägter „kalter“ Kern, umgeben von heißem Gas (s. Anhang 12). Dies setzt sich im Verlauf der Düse weiter fort, wo

insbesondere im divergenten Abschnitt Druck- und Dichteunterschiede stärker zur Geltung kommen. Die radiale Injektion hat eine bessere Vermischung des Gases zur Folge, was sich in einer verringerten Viskosität und einer höheren Temperatur widerspiegelt. Im Zuge der Gasexpansion führt dies zu einer stärkeren Beschleunigung des Gases und erhöht damit insgesamt die Gas- und Partikelgeschwindigkeit [181].

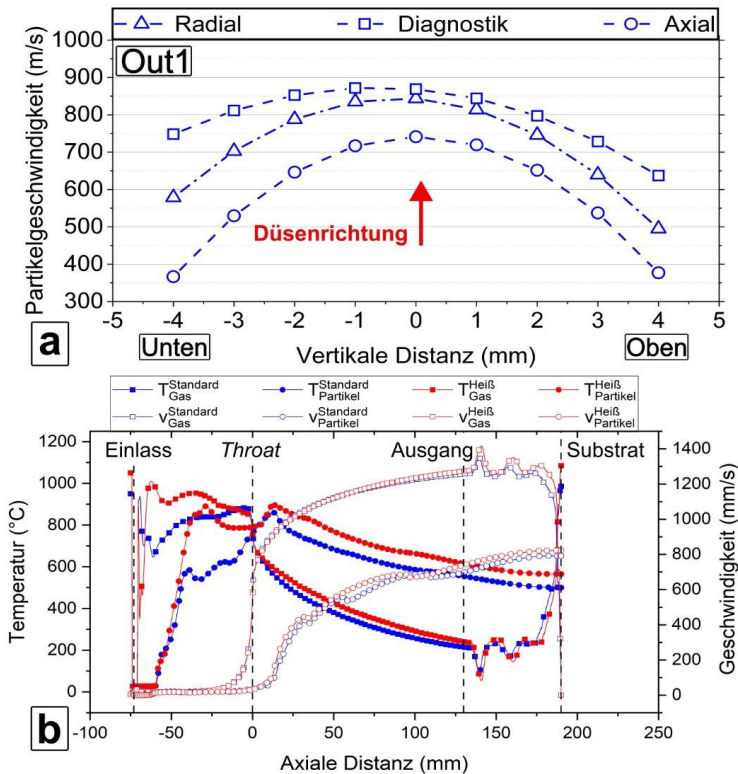


Abbildung 6-4: Die simulierte Gasgeschwindigkeit (a) mit axialer (Kreis) und radialer (Quadrat) Injektion wurde analog zum Messfeld der Partikeldiagnostik (Dreieck) ausgewertet. Darstellung und Übersetzung nach [181], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>. Ergänzend sind axiale Verläufe von Geschwindigkeit und Temperatur für Partikel und Gas bei Standard und Heiß dargestellt (b).

Auf dieser Basis ist das CFD-Modell ausreichend verifiziert, um die Gas- und Partikel Daten für den Vergleich von Standard und Heiß korrekt wiederzugeben. Dies ist repräsentativ an dem Temperatur- und Geschwindigkeitsverlauf in **Abbildung 6-4b** dargestellt. Der erhöhte Gasdruck der heißen Parameter spiegelt sich in einer höheren Gasgeschwindigkeit und damit verbunden auch in einer höheren Partikelgeschwindigkeit wieder. In Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen des Pyrometers ist die höhere Partikeltemperatur für Heiß zu erkennen. Damit wurde die Annahme einer in Relation höheren Partikeltemperatur bei niedrigerer Partikelgeschwindigkeit auch von der CFD-Simulation bestätigt. Generell zeigt

sich bei beiden Temperaturverläufen, dass die kurze Vorkammer für eine vollständige Partikelaufeheizung ausreicht.

Abbildung 6-5a zeigt die Kontur für Geschwindigkeit (oben) und Temperatur (unten) des Gases bei Standardparametern. Diese kann repräsentativ für die Fluidströmung in der verwendeten KGS-Anlage angesehen werden und steht in guter Übereinstimmung mit CFD-Simulationen aus der Literatur [16]. Der senkrecht herausragende Tubus innerhalb der Vorkammer stellt die an der verwendeten Impact 5/11 – Kaltgasanlage verwendete radiale Partikelinjektion dar. Die uneinheitliche Temperaturkontur innerhalb der Vorkammer verdeutlicht die diffuse Mischzone, wo die Partikel bei geringer Geschwindigkeit aufgeheizt werden. Dieses quasi-invasive Verhalten der radialen Partikelinjektion wird insbesondere in Kapitel 6.5 thematisiert.

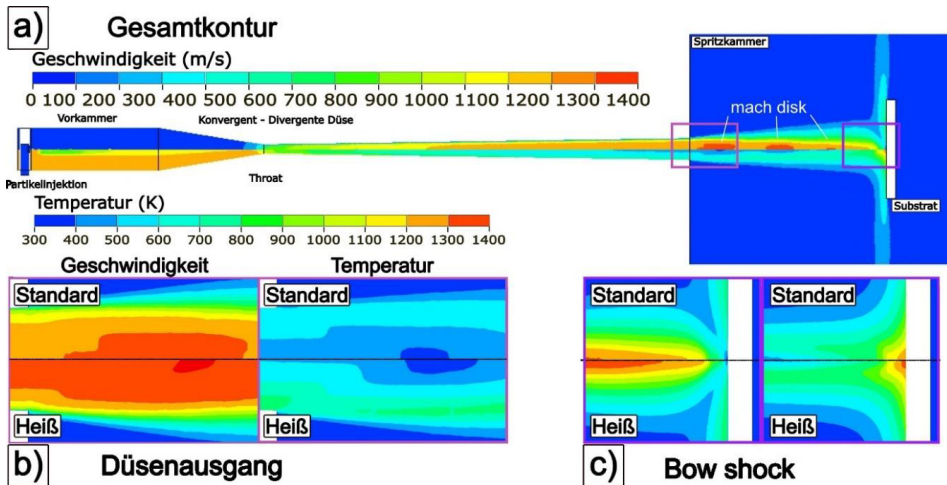


Abbildung 6-5: Die Gas-Kontur von Out1 für Geschwindigkeit und Temperatur ist aufgeteilt auf eine 2D-Ebene für das 3D-Modell repräsentativ unter Verwendung von Standardparametern dargestellt (a). Die Entstehung von *mach disks* am Düsenausgang (b) sowie der *bow shock* – Effekt vor dem Substrat (c) ist jeweils vergrößert für Standard und Heiß dargestellt.

Generell folgen Geschwindigkeits- und Temperaturkonturen den zuvor gezeigten axialen Verläufen sowie den entsprechenden Erläuterungen. Basierend auf Kapitel 2.2.4 handelt es sich bei den vorliegenden Bedingungen um eine unterexpandierte Strömung, wobei der Druck im Fluid noch oberhalb des Umgebungsdrucks in der Kammer liegt [93], [95]. Diese Unterexpansion ist an der Aufweitung des Gasstrahls nach Verlassen der Düse erkennbar. Zudem tritt eine Schockdiamant-Struktur, bestehend aus etwa drei *mach disks*, auf.

Beim Vergleich von Temperatur und Geschwindigkeit für Standard und Heiß ist die von den axialen Verläufen erkennbare Diskrepanz evident (s. **Abbildung 6-5b**). Die höhere

Gastemperatur und -geschwindigkeit zeigt sich erwartungsgemäß in stärker ausgeprägten *mach disks*. Neben den initialen Parametern wird in Kapitel 6.5 der geometrische Faktor des divergenten Düsentails untersucht. Dies umfasst die Darstellung sowohl einer unterexpandierten Düse als auch einer korrekt expandierten Düse bei Standardbedingungen.

Analog zu den axialen Verläufen ist der *bow shock* – Effekt an den jeweiligen Konturen von Temperatur und Geschwindigkeit für beide Gasparameter dargestellt (**Abbildung 6-5c**). Das Substrat wurde in der Modellierung entsprechend der Standardkonfiguration in 60 mm Entfernung vom Düsenausgang platziert. Der Bereich mit signifikant verringerter Gasgeschwindigkeit direkt vor dem Substrat markiert die Gasstauzone [18]. Diese bremst das nachströmende Gas weiter ab. Die höhere Gasdichte korreliert mit einer erhöhten Gastemperatur. Auch hier treten diese Effekte in verstärkter Art und Weise für Heiß auf. Dagegen zeigten die Partikel bei beiden Parameter keine signifikante Beeinflussung im axialen Verlauf, wobei die Geschwindigkeit der Partikel noch bis zum Erreichen der 60 mm Spritzdistanz weiter ansteigt. In CFD-Simulationen von Pattison et al. zeigte sich, dass kleine Partikel ($d_p = 5 \mu\text{m}$) vom *bow shock* – Effekt betroffen sind und dieser für Materialien mit geringer Dichte (in diesem Fall Aluminium) signifikanter ausfällt [18]. Dies bestätigt die Annahme, dass die in der vorliegenden Arbeit verwendeten IN718-Partikel eine ausreichende Dichte und Größe vorweisen, um nur in geringem Ausmaß von den Kompressibilitätseffekten beeinflusst zu werden. Analog zeigten sich vergleichbare Ergebnisse auch bei Simulationen an Kavitätsgeometrien (s. Kapitel 3.2.1), welche an dieser Stelle nicht explizit dargestellt sind. Trotz eines erwartbar ausgeprägteren Bugstoßeffekts infolge der Flanken manifestierte sich auch hier keine signifikante Reduktion der Partikelgeschwindigkeit.

6.1.4 Eigenspannungsanalyse mittels inkrementeller Bohrlochmethode

Im Hinblick auf Schädigungsmechanismen wie Rissbildung oder Schichtablösung ist es wichtig, Aussagen zum Eigenspannungszustand in den verwendeten Reparaturgeometrien (Kavitäten) treffen zu können. Bevor mit entsprechend Aufwand verbundene Untersuchungen an Kavitäten stattfanden, erfolgten im ersten Schritt Eigenspannungsanalysen mittels inkrementeller Bohrlochmethode auf simpleren Substratgeometrien durch den Projektpartner KIT. Hierfür wurden lösungsgeglühte IN718-Rechtecksubstrate verwendet (s. Kapitel 3.2.1). Die Beschichtung erfolgte unter den genannten Parametern Standard und Heiß. Die aus der Diagnostik ermittelten Resultate sollten sich in niedrigeren Druckeigenspannungen für den heißen Parameter widerspiegeln.

Abbildung 6-6 zeigt den Eigenspannungstiefenverlauf als Ergebnis der inkrementellen Bohrlochmethode gemäß Kapitel 4.5.3 für beide Parameter anhand der an den drei DMS ermittelten Dehnungen.

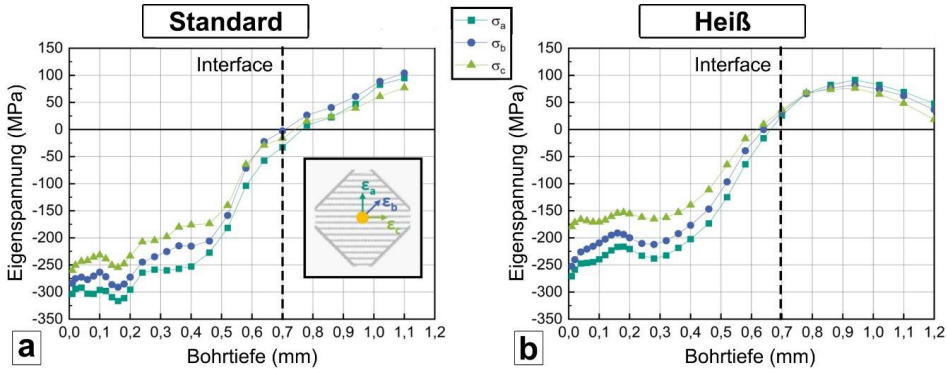


Abbildung 6-6: Tiefenverläufe der Eigenspannungen als Resultat der inkrementellen Bohrlochmethode für Standard (a) und Heiß (b), durchgeführt vom Projektpartner KIT. Die Messrichtungen sind in dem kleinen Schaubild schematisch dargestellt. Hier markieren die grauen horizontalen Linien den Beschichtungsmäander.

Anhand der aus den Dehnungen ermittelten Verläufe ist ersichtlich, dass innerhalb der kaltgasgespritzten Schicht generell Druckeigenspannungen vorliegen. Da in Oberflächennähe die meisten *out of plane* – Dehnungen ausgelöst werden liegen dort auch die höchsten, gemessenen Spannungen vor ($\sigma_{\text{Heiß},z=0} \sim -200$ MPa, $\sigma_{\text{Standard},z=0} \sim -300$ MPa). Mit zunehmendem Tiefeninkrement werden weniger Dehnungen ausgelöst bis diese am Interface oberhalb von 700 μm in Substratnähe in Form von Zugeigenspannungen kompensiert werden. Da die Dehnrichtung von 45° zwischen der von 0° und 90° liegen, entsprechen die Messrichtungen „a“ und „c“ den Hauptspannungen. Diese Resultate stehen in guter Übereinkunft zu Messungen mit vergleichbaren Materialien und Schichthöhen [13] und entsprechen dem erwarteten Tiefenverlauf der Eigenspannungsverteilung in kaltgasgespritzten Schichten. Bei Heiß sind in der Schicht ebenfalls Druckeigenspannungen, bei geringerem Ausmaß, zu erkennen (s. **Abbildung 6-6a** und **b**). Dies lässt sich zum einen auf den Aufprall wärmerer und damit besser deformierbarer Partikel zurückführen. Zum anderen steigt zwar notwendigerweise der initiale Gasdruck und damit die Partikelgeschwindigkeit, allerdings ist der Anstieg in Relation zur Gas- und Partikeltemperatur geringer (s. Kapitel 6.1.2). Damit ist insgesamt von einem verringerten *Peening*-Effekt auszugehen.

Generell ist die Interpretation von Eigenspannungen in KGS-Beschichtungen aufgrund der Komplexität des Prozesses und der unzureichenden Kenntnisse über die

verschiedenen Arten der Spannungsrelaxation, der ungleichmäßigen Verformung und der Rekristallisation schwierig [186]. Zudem kommt es aufgrund der erläuterten Schwankungen in der Abscheideeffizienz zu Abweichungen in der Schichtdicke pro Lage, was die Messung zusätzlich beeinflusst. Dabei muss auch der zunehmende Fehler in der Spannungsberechnung bei zunehmender Tiefe berücksichtigt werden, da hier der Abstand zwischen ausgelöster Dehnung und Dehnmessstreifen an der Oberfläche ansteigt. Generell wurde die statistische Abweichung der Eigenspannung mit etwa 20-30 MPa angegeben. Dies ist auch am zunächst leicht abweichenden und mit zunehmender Tiefe einheitlichen Spannungsverlauf ersichtlich.

Insgesamt korreliert die Spannungsbildung mit Beobachtungen von Singh et al. und Vaßen et al. bei vergleichbarem Experimentaufbau [13], [127]. Beide Parameter zeigen einen symmetrischen Spannungszustand mit Druckspannungen über die Schichtdicke. In der vorliegenden Arbeit weist der heiße Parameter ein geringeres Ausmaß an Druckeigenspannungen vor. Damit ist die These von niedrigeren Druckeigenspannungen infolge von in Relation heißeren und langsameren Partikeln zumindest auf flachen Substrat mittels inkrementeller Bohrlochmethode untermauert. Nachfolgend wird eine weitere Methode vorgestellt, mit welcher die Eigenspannungen infolge der gewählten Parameter untersucht wurden.

6.1.5 Eigenspannungsanalyse mittels Krümmungsmethode

Alternativ zur vergleichsweise aufwändigen Analyse mittels inkrementeller Bohrlochmethode wurde die Krümmungsmethode zur Eigenspannungsermittlung angewendet. Diese lässt bereits direkt nach der Beschichtung Rückschlüsse auf den Eigenspannungszustand infolge verschiedener Parametereinstellungen zu. Hierfür kommt ein speziell auf die Ausbildung einer spezifischen Krümmung zugeschnittener Versuchsaufbau zum Einsatz. Die Dimensionen dieser an die in Kapitel 4.5.1 vorgestellten IN718-Biegeproben angenäherten Krümmungsproben bilden durch ihr definiertes Längenverhältnis (125x25 mm) infolge der induzierten Eigenspannung eine signifikante Krümmung heraus. Diese kann beispielsweise durch die Stoney-Gleichung (s. Kapitel 2.3.3.3) in die ursächliche Spannung zurückgerechnet werden, was eine vergleichsweise simple Methode im Vergleich zur Messung am Bauteil darstellt. Die Kavitäten weisen aufgrund ihrer hohen Substratdicke (mehr als 10 mm) eine hohe Steifigkeit auf und können die induzierten Eigenspannungen nicht in gleichem Ausmaß in Form von Deformation kompensieren, wodurch der Großteil der elastischen Energie in der Schicht

gespeichert ist. Im weiteren Verlauf wird gezeigt, dass diese Eigenspannungen mittels inkrementeller Bohrlochmethode in Oberflächennähe sowie Neutronenbeugung durch das Schichtvolumen hindurch in aufwändigerer Form analysiert werden können.

Der Versuchsaufbau für die Krümmungsproben in **Abbildung 6-7a** basiert auf dem Messprinzip des ICP-Sensors. Die Durchbiegung wird hier allerdings nicht in-situ aufgezeichnet, sondern ausschließlich nach der Beschichtung am Weißlichttopographen ermittelt. Daher muss jedes Substrat zuvor auf initiale Krümmung hin untersucht werden. Im Idealfall kann direkt die finale Krümmung verwendet werden. Der Vorteil dieses Versuchsaufbaus liegt in der Möglichkeit mehrere Proben pro Heizzyklus zu beschichten. Da ein Aufheizzyklus an der KGS-Anlage etwa 20 Minuten einnimmt, minimiert dies den Aufwand bei umfangreicheren Versuchsreihen erheblich. Analog zum Sensor wurde das Biegeblech mit einem definierten Spiel eingespannt, um eine kontinuierliche Deformation infolge der sukzessive eingebrachten Eigenspannung zu ermöglichen.

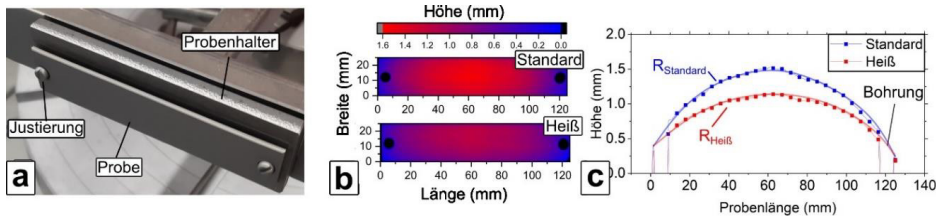


Abbildung 6-7: Beispielhafte Darstellung der beschichteten Krümmungsprobe mit der Verschraubung an beiden Seiten (a). Die Durchbiegung ist mittels topographischer Analyse als zweidimensionale Kontur für beide Parameter dargestellt (b), wobei die Krümmung über die Durchbiegung im Zentrum ermittelt wurde (c).

Die Beschichtung erfolgte in Vorversuchen auf Blechen mit einer Wandstärke von 1,3 mm. Wie in Kapitel 6.1.5 gezeigt, beeinflusst die Substratdicke das Ergebnis infolge der Steifigkeit. Zudem führt die hohe Gasgeschwindigkeit zu einer ausgeprägten Bewegung der Probe, was besonders dünnere Substrate betrifft. Für einen ersten qualitativen Vergleich der Parameter genügt die verwendete Geometrie jedoch. Die Schichtdicke lag jeweils bei etwa 715 μm und 660 μm , was einer DE von etwa 73% bzw. 69% entspricht. Trotz der prägnanten Bewegung während der Beschichtung liegt die Abscheideeffizienz damit noch immer in guter Näherung zu den festeingespannten IN718-Rechteckgeometrien aus Kapitel 6.1.1. Zur Mitte hin war bereits beim Probenausbau eine leichte Wölbung der Probe zu erkennen als Resultat der induzierten Druckeigenspannungen (s. Kapitel 2.3.3.3). Mittels topographischer Analyse kann die Auslenkung nach der Beschichtung quantitativ in Form einer 2D-Kontur dargestellt werden. Der rote Bereich in **Abbildung 6-7b** verdeutlicht die Durchbiegung weg vom Probenhalter im Vergleich zu den seitlichen Justierungen in Form

der Schraubenbohrungen. Dieser Bereich ist für Standard stärker ausgeprägt, was auf geringere induzierte Druckeigenspannungen von Heiß hinweist. Dies zeigt sich auch bei der Ermittlung des Krümmungsradius R , welcher im Zentrum entlang der langen Kante gemessen wurde (s. **Abbildung 6-7c**). Durch Anlegen eines idealisierten Näherungskreises ergibt sich dessen Radius, welcher für Standard aufgrund des kleineren Kreises kleiner ist. Da dieser dem Kehrwert der Krümmung entspricht ist diese somit größer. Eingesetzt in die Stoney-Gleichung ergibt diese zusammen mit den Materialparametern aus Kapitel 4.5.1 den Eigenspannungszustand gemittelt über das gesamte Schichtvolumen. Im Fall der obigen Krümmungsprobe ergibt dies Druckeigenspannungen von $\sigma_{ES,Standard} = -51,13 \text{ MPa}$ und $\sigma_{ES,Heiß} = -30,56 \text{ MPa}$. Hierbei ist zu beachten, dass die dünnen IN718-Substrate nach der Herstellung bereits eine initiale Deformation vorwiesen, welche von der finalen Krümmung subtrahiert wurde. Die Justierung erfolgte über eine Verschraubung mit ausreichendem Spiel, um eine gleichmäßige Deformation infolge der Durchbiegung zu ermöglichen (s. Anhang 11). Im nachfolgenden ICP-Aufbau erfolgt dies mittels zusätzlicher Federelemente. Außerdem ist das Verhältnis von Schichtdicke zu Substratdicke in diesem Fall sehr groß. Es wird vermutet, dass die Stoney-Gleichung die Eigenspannungen überschätzt (s. Kapitel 2.3.3.3). Für einen ersten repräsentativen Vergleich ist diese Abschätzung jedoch ausreichend.

Im Gegensatz zu diesem vereinfachten Verfahren ermöglicht der in Kapitel 4.5.1 vorgestellte ICP-Sensor die Krümmungsmessung während der Beschichtung (in-situ). Im Verbund mit der Temperaturmessung ist es möglich den gesamten Prozess im laufenden Betrieb zu überwachen. In der Literatur finden sich zahlreiche Anwendungen für Experimente mittels APS und HVOF [187], [188], [189], [190], aber nur in geringerem Umfang zum Kaltgasspritzen [26], [88]. Im Gegensatz zu den zuerst genannten Prozessen, wo die hohen Prozesstemperaturen den Sensor belasten, stellt der beim KGS mit hoher Geschwindigkeit auf die Probe treffende Gasstrahl wie erläutert eine Herausforderung dar. Dies zeigt sich insbesondere bei in-situ Krümmungsmessungen an dünnen Substraten, wo die gemessene Durchbiegung starken Schwankungen unterliegt. (s. Anhang 11).

Daher wurde in weiteren Versuchen die Substratdicke auf 3,2 mm erhöht. In **Abbildung 6-8** ist die *in situ* – Krümmungsmessung beider Parameter am ICP-Sensor über die Beschichtungsdauer aufgetragen. Für diese Messung musste die Sensor-spezifische Probengeometrie angewendet werden, welche ein noch größeres Aspektverhältnis aufweist (225x25 mm). Ausschlaggebend ist die am zentralen Laser gemessene Auslenkung in der Mitte der Probe, deren korrespondierende Krümmung aufgetragen wurde. Die beiden

weiteren Laser sollen eine gleichmäßige Deformation sicherstellen, sind für die Auswertung allerdings nicht zwingend erforderlich. Da die Laser zu Beginn der Beschichtung tariert werden, wird nur die Durchbiegung während des Beschichtungsprozesses berücksichtigt. Zusätzlich ist die rückseitig gemessene Temperatur dargestellt, wobei die Werte aus beiden Thermoelementen nahezu identisch verlaufen und daher gemittelt dargestellt sind.

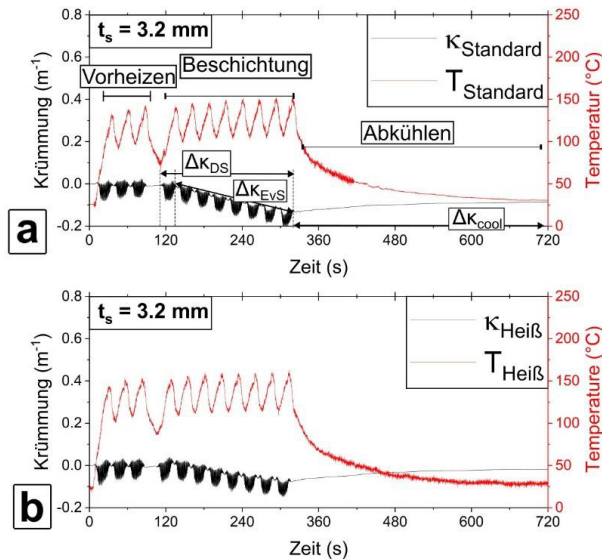


Abbildung 6-8: Krümmung (schwarz) und Temperatur (rot) für die Beschichtung von ICP-Proben bei Standard (a) und Heiß (b) mit IN718-Pulver auf IN718-Substraten bei einer Wandstärke von 3,2 mm. Darstellung und Übersetzung nach [174], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

Ein vollständiger Beschichtungszyklus ist in Form eines einzelnen Peaks dargestellt. Die Beschichtungsparameter entsprechen denen der Krümmungsprobe. Auch diese Beschichtungsdurchläufe erreichten eine Schichthöhe von mehr als 700 μm . Auf die drei Vorheizzyklen folgt der Beschichtungsprozess. Nach den drei Vorheizzyklen ist keine bleibende Biegung des Substrats zu erkennen. Infolge der Partikeldeposition ist eine sukzessive zunehmende, negative Krümmungsänderung über alle acht Übergänge sichtbar, welche mit den induzierten Druckeigenspannungen korreliert (s. **Abbildung 6-8a**). Der ansteigende Schichtaufbau erhöht die Steifigkeit der aufgetragenen Schicht und reduziert die Deformationsfähigkeit der Probe, was sich in sukzessive kleineren Peaks ausdrückt.

In der Literatur zeigt sich, dass infolge des ersten Partikelaufralls eine Krümmung resultiert, welche nicht zwingend auf die prozessinduzierten Spannungen zurückzuführen ist [187], [191]. Der Aufprall kann in Form einer mechanischen Reaktion zu einer lokalen plastischen Verformung des Substrats führen, wodurch dieses zunächst temporär durchbiegt.

Infolge des Schichtauftrags verbleibt diese Verformung. Diese, in der Regel positive Krümmung (Auslenkung in Richtung des Sensors) würde in der Berechnung als Zugeigenspannung erkannt werden, erst anschließend werden über den Schichtauftrag Druckeigenspannungen induziert. Durch die geeignete Auswahl von Schicht- und Substratmaterial sowie Probendimensionen konnte dieser initiale Peak vernachlässigbar klein gehalten werden. Zudem zeigte sich auch nach dem Vorheizen keine bleibende Verformung des Substrats [174].

Die während der Beschichtung auftretende negative Krümmungsänderung des Standards ist im Vergleich zum heißen Parameter stärker ausgeprägt (s. **Abbildung 6-8b**). Da diese mit den resultierenden Eigenspannungen korreliert, bestätigt dies die Ergebnisse der inkrementellen Bohrlochmethode eines insgesamt niedrigeren Druckeigenspannungszustandes in der Schicht des heißen Parameters. Eine weitere Erkenntnis ist die erhöhte Substrattemperatur, welche an der Rückseite gemessen wurde ($T_{s,Standard} \sim 125\text{ }^{\circ}\text{C}$, $T_{s,Hei\beta} \sim 135\text{ }^{\circ}\text{C}$). Die Erhöhung der Schichttemperatur wurde bereits mittels Pyrometer an der Oberfläche festgestellt (s. Kapitel 6.1.2). Die Messung der Temperaturerhöhung nach der Wärmeleitung durch etwa 3 mm dickes Substrat belegt, dass beim heißen Parameter ein erhöhter Wärmeeintrag infolge der initialen Gastemperatur stattfindet, welcher sich in einer erhöhten Partikeltemperatur manifestiert.

Der finale Eigenspannungszustand wird über die Krümmungsänderung infolge der sukzessive aufgetragenen Beschichtungszyklen sowie der daran anschließenden Abkühlphase ermittelt. In der Literatur wird für die Beschichtungszyklen in die beiden Bereiche der „*Deposition Stresses*“ (DS) sowie „*Evolving Stress*“ (EvS) unterschieden [192]. Letzterer umfasst die Krümmungsänderung nach dem ersten Beschichtungszyklus (Angenommener Beginn der „Eigenspannungsentwicklung“) bis zum Ende der Deposition nach dem letzten Zyklus. Dies hat den Vorteil, dass unter anderem eine mögliche, infolge des Partikelaufralls eingebrachte initiale Krümmung das Ergebnis nicht verfälscht. Bei DS liegt der Startpunkt wiederum kurz vor dem ersten Beschichtungszyklus. Das vereinfachte Krümmungsexperiment, mit der rein topographischen Analyse, kann nicht zwischen DS und EvS unterscheiden. Im Extremfall führt der initiale Partikelaufrall zu einer starken Durchbiegung, dessen korrespondierende Krümmungsänderung Zug impliziert und die Druckeigenspannungen in der Schicht überlagert. Ein solches Beispiel ist in Anhang 11 beigelegt. Im Fall von stark unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten kann dies auch die Abkühlperiode betreffen.

Tabelle 6-2: Finale Eigenspannung und *in-situ* Krümmung während der Deposition mit zugehöriger Substrattemperatur sowie Oberflächentemperatur vom Pyrometer für Standard und Heiß.

Parameter	σ_{ES} [MPa]	$\Delta\kappa_{DS}$ [m^{-1}]	T_o [°C]	T_s [°C]
Standard	-35	-0.088	320	125
Heiß	-10	-0.070	360	135

In **Tabelle 6-2** ist zunächst die insgesamt resultierende Eigenspannung σ_{ES} für beide Parameter dargestellt, welche analog zum vorherigen Kapitel ermittelt wurde. Die Krümmung infolge der Beschichtung impliziert durch die größere Änderung $\Delta\kappa_{DS}$ bei Standard den erhöhten Druckeigenspannungszustand. Aufgrund der erhöhten Prozesstemperaturen liegt bei Heiß eine leicht erhöhte Krümmungsänderung während der Abkühlperiode vor. Der Unterschied des thermischen Ausdehnungskoeffizienten fällt durch die Wahl gleicher Materialien für Schicht und Substrat sowie der niedrigen Prozesstemperatur vernachlässigbar gering aus.

Sowohl Krümmungsmethode als auch inkrementelle Bohrlochmethode wiesen einen generellen Druckeigenspannungszustand für den Standard mit leicht verringertem Ausmaß für Heiß auf. Die Bohrlochmethode erfasst hohe lokale Spannungen, insbesondere in oberflächennahen Bereichen, die durch den Partikelaufrall und plastische Verformung entstehen. Die erklärt den Verlauf der Eigenspannung mit den höchsten Werten an der Oberfläche, wo mit zunehmender Tiefe weniger Dehnungen ausgelöst und damit geringere Eigenspannungen an den DMS detektiert werden (s. Kapitel 2.3.3.1). Im Gegensatz dazu liefert die Krümmungsmessung eine gemittelte Spannungsverteilung über die gesamte Probenfläche. Diese betrachtet den Spannungszustand über Schicht und Substrat und ist daher weniger sensitiv gegenüber lokalen Spitzenwerten.

6.2 Untersuchung der Haftabzugfestigkeit von kaltgasgespritzten Schichten

Der Einfluss der Substratpräparation auf die Schichtanhaftung sollte mittels Haftzugversuchen nach DIN EN ISO 14916 quantifiziert werden [156]. Hierfür erfolgte die erste Versuchsreihe unter Verwendung des in der Norm angegebenen Kleber FM1000. Die Präparationen umfassen die in Kapitel 3.2.2 vorgestellten Verfahren und wurden sowohl auf harten als auch weichen IN718-Buttons angewendet. Da dieser Kleber nicht mehr hergestellt wird, erfolgte eine weitere Versuchsreihe unter Verwendung des alternativen FM2000. Die Validierung des Verfahrens für die verwendeten Kleber ist in Anhang 14 dargestellt. Ergänzend ist dort eine Versuchsreihe für einen weiteren Kleber hinterlegt, welcher in dieser Arbeit jedoch nicht angewendet wurde.

6.2.1 Einfluss der Oberflächenvorbehandlung auf die Haftabzugfestigkeit

Bis zum Ende der Verfügbarkeit fokussierte sich die Versuchsreihe zunächst auf den Kleber FM1000. Als Ausgangspunkt diente die Studie von Singh et al. [13], in der das gleiche IN718-Pulver auf hartem, F36-gestrahlem IN718-Substrat mit variabler Schichtdicke abgeschieden wurde. Hier wurde gezeigt, dass die Haftabzugfestigkeit mit den Eigenspannungen korreliert. Anhand von Kapitel 6.1 wurden Beschichtungen mit über 700 µm Schichthöhe auf weichem sowie hartem IN718-Buttonsubstrat unter Standardparametern abgeschieden und anschließend einem Zugversuch durch den Projektpartner KIT unterzogen. Aufgrund der niedrigen Porosität stellte eine mögliche Infiltration mit flüssigem Kleber kein Problem dar. Die resultierenden Haftzugfestigkeiten von je drei Proben pro Parameter sind in **Abbildung 6-9** dargestellt.

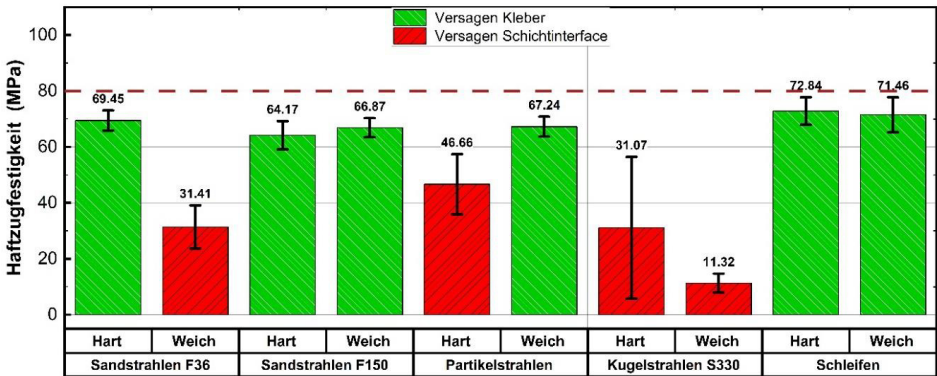


Abbildung 6-9: Haftzugfestigkeit mit Standard in Abhängigkeit der Substratvorbehandlungsmethoden aus Kapitel 3.2.2. Die Zugversuche wurden beim Projektpartner am KIT durchgeführt. Grüne Balken stellen Kleberversagen dar, während rote Balken adhäsives Versagen am Interface verdeutlichen. Die Dummies erzielten jeweils die Kleberfestigkeit (nicht dargestellt). Im Fall von Kugelstrahlen konnten nur je zwei Proben verarbeitet werden.

Generell zeigt die Tendenz für die kaltgasgespritzten Schichten in Richtung Kleberversagen. Die rote Linie markiert die maximal vom Hersteller angegebene Festigkeit des Klebers. Nicht dargestellt ist der jeweilige Dummy jedes einzelnen Balkens, welche immer einen Wert nahe der 80 MPa aufwiesen und den Versuchsaufbau damit bestätigt. Hier sei nochmals erwähnt, dass die Stempel für die FM1000-Versuche nicht extra aufgeraut wurden. Das Kleberversagen trat jeweils auf der beschichteten Seite auf, sodass hier ein Einfluss der Schichttopographie angenommen werden kann. Die Substratrückseite wurde jeweils mit Schleifpapier der Körnung 400 angeraut. Im Fall der geschliffenen Proben erreichten diese Kleberversagen, obwohl für einzelne Stempelpaare keine Koaxialität nachgewiesen werden

konnte. Eine Aufnahme des Klebversagens ist in Anhang 14 beigelegt.

Auffällig ist zunächst die schlechte Schichtanhaftung auf kugelgestrahlten Substraten. Dort lösten sich bereits nach dem Beschichten bei je einer Probe die Schicht vollständig ab und nur eine der harten Proben wies eine Schichthöhe von mehr als 200 μm auf. Es ist anzunehmen, dass das Kugelstrahlen eine hohe Kaltverfestigung in die Oberfläche einbringt und damit die Deformationsfähigkeit des Substrats stark vermindert. Zudem können die großen Kugeln ($d = 1 \text{ mm}$) einen Einebnungseffekt mit verminderter Rauheit der Oberfläche zur Folge haben. Wie von Sun et al gezeigt ist jedoch eine ausreichende Rauheit für die Anhaftung notwendig [15]. Damit einher gehen topographische Änderungen in signifikanter Größenordnung, welche den lokalen Depositionswinkel beeinflussen können.

Im Fall von Partikelstrahlen wurde mit den spezifischen Spritzparametern (300 $^{\circ}\text{C}$, 15 bar) trotzdem ein leichter Schichtauftrag erzielt. Es ist anzunehmen, dass im Fall des harten Substrats die Oxidschicht vor dem Strahlen unzureichend entfernt wurde. Die dadurch verminderte Anhaftungsqualität hat dann eine entsprechend niedrige Haftabzugfestigkeit zur Folge.

Die mit F36 behandelten, harten Substrate entsprechen den verwendeten Substraten aus der Studie von Singh et al. [13]. In der vorliegenden Versuchsreihe konnte die Haftabzugfestigkeit bei gleicher Schichthöhe nahezu verdoppelt werden. Da gleiche Beschichtungsparameter und Materialien verwendet wurden, ist von einem vergleichbaren Druckeigenspannungszustand in den Schichten auszugehen. Dagegen zeigen die mit F36 gestrahlten, weichen IN718-Substrate eine vergleichsweise niedrige Haftabzugfestigkeit. Da der Dummy einen korrekten Versuchsaufbau impliziert, ist die Ursache im Beschichtungsprozess oder der Vorbehandlung zu suchen. Alle Schichten wurden in einem ähnlichen Zeitraum erzeugt und die Anlage wies keine signifikanten Fehler auf. Im Rahmen des Sandstrahlens ist die Wahrscheinlichkeit, dass die harten und großen F36- Partikel an der Oberfläche verbleiben bei weichen Substrat höher als bei hartem. Da die Substrate nicht nachträglich gereinigt wurden³ können diese auch nicht entfernt werden. Zudem wurde die Vorbehandlung nicht maschinell durchgeführt. Folglich besteht die Möglichkeit, dass die händische Präparation eine variierende Beladung mit F36-Partikeln pro Probe zur Folge hat.

Weiter wurde die Rauheit jeder Vorbehandlung dokumentiert. Anhand der Rauheit R_a in Anhang 15 ist die signifikante Standardabweichung für das händische Sandstrahlen deutlich zu erkennen. Schleifen zeigte erwartungsgemäß die niedrigste Rauheit,

³ Eine nachträgliche Reinigung im Ultraschallbad kommt für größere Bauteile nicht in Frage

Kugelstrahlen die höchste. Letzteres ist möglicherweise durch die starke Deformation der Gesamtoberfläche beeinflusst. Grobes Sandstrahlen liegt erwartungsgemäß über feinem und dieses wiederum im Bereich des Partikelstrahlens. Eine mögliche Erklärung für die niedrige Haftzugfestigkeit des weichen, sandgestrahlten Substrats wäre damit die höhere Rauheit und damit verbundene Behinderung der Partikelanhaftung nach dem ASI-Modell [15].

Die Schichthöhe der unter Standardparametern abgeschiedenen Schichten lag bei allen untersuchten Proben, mit Ausnahme der kugelgestrahlten, im Bereich von 700 μm . Insgesamt zeigte sich eine gute Anhaftungsqualität der kaltgasgespritzten IN718-Schichten, welche mit der Literatur übereinstimmt [13], [15]. Abgesehen von den erläuterten Artefakten der Vorbehandlung kein relativer Unterschied zwischen den Methoden ausgemacht werden, da typischerweise die Kleberfestigkeit erreicht wurde. In dem alternativen Haftabzugversuch von Ma et al. [78] zeigten sich für IN718-Schichten Haftzugfestigkeiten von 80 – 100 MPa bei vergleichbaren Prozessbedingungen. Unter Verwendung von Helium anstelle von Stickstoff sowie einer nachträglichen Wärmebehandlung erreichten diese sogar eine Haftzugfestigkeit von bis zu 400 MPa. Hier wurden die Buttons substrate nach dem Beschichten am Rand abgedreht und in die Zugprüfmaschine eingespannt. Im Gegensatz zum Versuch mit verklebten Oberflächen wurde zwei Klammern am Überhangmaterial angebracht und anschließend dem Zugversuch unterworfen. Ein solcher Versuchsaufbau stand im Rahmen dieser Arbeit nicht zur Verfügung.

Die Validierung des Verfahrens ist zeitaufwändig und in Anhang 14 zusammengefasst. Zudem wurde im Laufe des Vorhabens der Kleber FM1000 nicht mehr hergestellt. Daher konnte die ursprünglich geplante Variation der Schichtdicke im Rahmen des Vorhabens nicht mehr durchgeführt werden. Als Alternative fokussierte sich die darauffolgende Versuchsreihe auf die Anwendung des Klebers FM2000 bzw. Loctide 9658, welcher ähnliche Charakteristika wie FM1000 aufweist. Eine Übersicht zur Anwendung des dritten Klebers Ultrabond 100, welcher im Rahmen dieser Arbeit nur getestet wurde, ist ebenfalls in Anhang 14 beigefügt.

6.2.2 Haftabzugversuche mittels FM2000

Der Folienkleber FM2000 ist in der Handhabung vergleichbar zu FM1000 und sollte nach Herstellerangaben höhere Haftzugfestigkeiten von bis zu 100 MPa erreichen. Da die Versuchsdurchführung mit diesem Kleber zunächst analog zum FM1000 validiert werden musste, konnten im Rahmen dieser Arbeit nur wenige Versuche mit kaltgasgespritzten IN718-Schichten durchgeführt werden. Zudem ist dieser Kleber im Rahmen der

Haftabzugversuche nach DIN EN ISO 14916 [156] vergleichsweise neu und in der Literatur im Gegensatz zum FM1000 noch nicht umfangreich für thermisch gespritzte Schichten erprobt. Im Rahmen dieser Arbeit soll daher zunächst die Evaluierung der maximalen Haftabzugfestigkeit vorgestellt werden. Weiter sind Ergebnisse für den heißen Parameter sowie in Vorgriff auf Kapitel 6.4 für die variable Robotergeschwindigkeit enthalten, welche mit FM1000 nicht mehr untersucht werden konnten. Der Haftabzugversuch sowie die verwendete Probengeometrie blieben gleich, die Beschichtung erfolgte auf weichem IN718-Substrat.

In **Abbildung 6-10a** ist die Haftabzugfestigkeit von FM2000 über vier Dummy-Proben dargestellt. Die mittlere Haftabzugfestigkeit beträgt $93,78 \pm 2,76$ MPa, was in guter Näherung zum maximal angegebenen Wert von 100 MPa liegt. Insgesamt resultierten weitere Experimente in einer hohen Schwankung der Kleberfestigkeit. Zum einen ist dies auf die notwendigerweise doppelt pro Seite angebrachten Klebefolien zurückzuführen, was die Justierung beim Verkleben erschwert und während des Aushärtens im Ofen zu Verschiebungen der Klebestempel führen kann. Zum anderen konnte die Aufheizrampe im Ofen, welche mit mindestens 2 K/min angegeben wird, nicht immer eingehalten werden. Dies hat möglicherweise ein frühzeitiges Aushärten des Klebers und eine damit einhergehende Reduzierung der Kleberfestigkeit zur Folge.

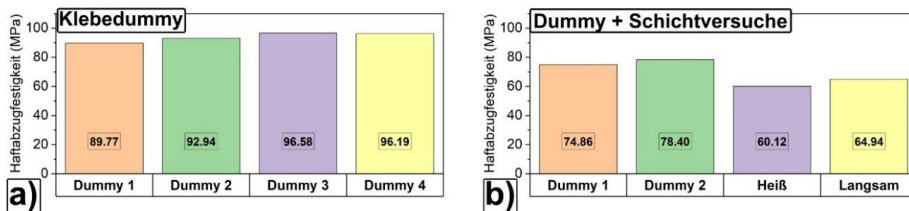


Abbildung 6-10: Ermittelte Haftabzugfestigkeit des Klebers FM2000 an vier Dummies (a). Ein weiteres Experiment wurde mit Schichten aus den Parametern Heiß und Langsam 4 durchgeführt (b). Die Stempel von Dummy 1 wurden mit F36 unter 3 bar gestrahlt, Dummy 2 mit 6 bar. Bei den Schichtsystemen lag jeweils Kleberversagen vor.

In Vorversuchen hat sich eine Aufräuhung der Stempel im Gegensatz zum FM1000 als vorteilhaft erwiesen. Daher wurden alle Stempel zuvor mittels F36-Sandstrahlgut bei 6 bar aufgeraut, um die mechanische Verhakung des Klebers zu verbessern (Dummy 1). Wie in **Abbildung 6-10b** gezeigt reichen jedoch auch 3 bar aus (Dummy 2). Generell wiesen alle vier dargestellten Proben Kleberversagen mit Werten zwischen 60 MPa und 80 MPa auf. Alle Stempelpaare wurden im gleichen Ofenzyklus ausgehärtet. Daher ist anzunehmen, dass diese internen Schwankungen auf die mehrfach aufgetragenen Klebefolien zurückzuführen

sind, welche die Ausrichtung der Stempelpaare beeinflussen. Daraus resultiert zudem eine hohe Rate von nicht-koaxialen Stempelpaaren, was auf eine generell hohe Adhäsionsstärke des Klebers hindeutet. Für eine bessere Reproduzierbarkeit sollten weitere Untersuchungen zur Heizrate sowie zur koaxialen Justierung auch während des Ofenzyklus erfolgen.

Abgesehen von den prozessbedingten Abweichungen lässt sich ableiten, dass die Haftabzugfestigkeit des heißen Parameters bei vergleichbarer Schichthöhe im Bereich des Standardparameters liegt. Dies gilt auch für eine variierte Robotergeschwindigkeit, deren Einfluss in Kapitel 6.4 umfangreich diskutiert wird. In Vorgriff darauf liegt für diese Probe bei gleicher Schichthöhe ein Zugeigenspannungszustand vor, deren Betrag signifikant oberhalb der standardmäßigen Druckeigenspannungen liegt. Nach **Formel 2-21**, in welche die Schichtspannung quadratisch eingeht, ist zumindest bei einer Schichthöhe von 700 μm die Energiefreisetzungsrate für eine Schichtdelamination noch immer nicht ausreichend hoch genug. Für den heißen Parameter war dies aufgrund der auch vom Betrag her niedrigeren Druckeigenspannungen ohnehin nicht zu erwarten.

Insgesamt zeigte der überwiegende Teil der KGS-Schichten eine gute Haftabzugfestigkeit mit Werten nahe der Angaben des Herstellers. Mit Verweis auf die bereits erläuterte hohe Haftabzugfestigkeit von KGS-Schichten in der Literatur ist es jedoch offensichtlich nicht möglich, mit dem verfügbaren Versuchsaufbau die relativen Unterschiede der Prozess- oder Präparationsmethoden deutlich herauszuarbeiten. Eine Untersuchung der Schichtdicke konnte aufgrund des hohen Validierungsaufwands im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr durchgeführt werden. Durch den sich einstellenden Wandwinkel (s. Anhang 4) der IN718-Schicht ist zudem die maximale Schichthöhe begrenzt, da eine kleine Klebefläche die effektive Haftfläche verringert. Ein auf die Kavitäten zugeschnittener Haftabzugversuch war nicht erfolgreich, weshalb eine modifizierte Variante im Folgeprojekt geplant ist.

6.3 Untersuchung der Reparaturgeometrie

Nachdem die erfolgreiche Abscheidung unter Standardparametern auf flachem Substrat gezeigt wurde, erfolgte diese im nächsten Schritt auf Reparaturkavitäten mit 60°-Flanken (s. Kapitel 3.1.1). Anhand der flachen IN718-Proben wurden bereits mögliche Analyseverfahren zu den beiden angewendeten Parametersätzen Standard und Heiß vorgestellt. Die Krümmungsmessungen wurden durch Eigenspannungsanalysen des Tiefenverlaufs mittels Neutronenbeugung ersetzt. Ergänzend erfolgte die Beschichtung der Kavitäten unter Verwendung einer Maskierung mit dem Ziel von vermindertem

Schichtaufbau um die Kavität herum. Auch die Beschichtung von Reparaturgeometrien mit zylindrischer Oberfläche wurde untersucht. Zudem erfolgte eine anwendungsnahe, thermische Belastung der beschichteten Kavitäten aus Kapitel 6.3.1. Die ersten beiden Kapitel stützen sich auf Untersuchungen beider Projektpartner [25], [178], [179]

6.3.1 Beschichtung von Reparaturkavitäten mit Standard und Heiß

Die Beschichtung erfolgte zunächst auf lösungsgeglühten IN718-Substraten. Das resultierende Profil der beschichteten 4 mm – Kavitäten nach 46 Beschichtungszyklen ist in **Abbildung 6-11a** repräsentativ für Standard und Heiß dargestellt. In beiden Fällen wurde die Kavität mit einer ausreichenden Menge an Reparaturmaterial befüllt. Zudem konnte die ausgefräste Kontur der Kavität bis zum Ende des Abscheidungsprozesses reproduziert werden (rote gestrichelte Linie). Der Roboter mäander muss im Vergleich zur Kavität ausreichend groß gewählt werden, um ein abruptes Abstoppen des Roboters zu vermeiden und genügend Material abzuschneiden (s. Anhang 13 für ein einzelnes Linienprofil). Im Vergleich zu den 4 mm – tiefen Kavitäten hat sich überschüssiges Material mit der entsprechenden Höhe in Richtung langer Kante aufgebaut (= Aufwurf). Das Aneinanderreihen von Linienprofilen im Beschichtungsmäander resultiert in einer nicht-ebenen Oberfläche. Diese Unebenheit summiert sich sukzessive bis zum Ende der Beschichtung hin und erzeugt lokale Schwankungen in der DE (s. Kapitel 2.2.3), welche damit eine mögliche Ursache für die uneinheitliche Topographie sind. Der Schichtaufwurf entlang der langen Kante resultiert aus dem Übergang von Kavitätsflanke hin zur Oberfläche und ist in der Breite durch den Mäanderstart- und -endpunkt limitiert.

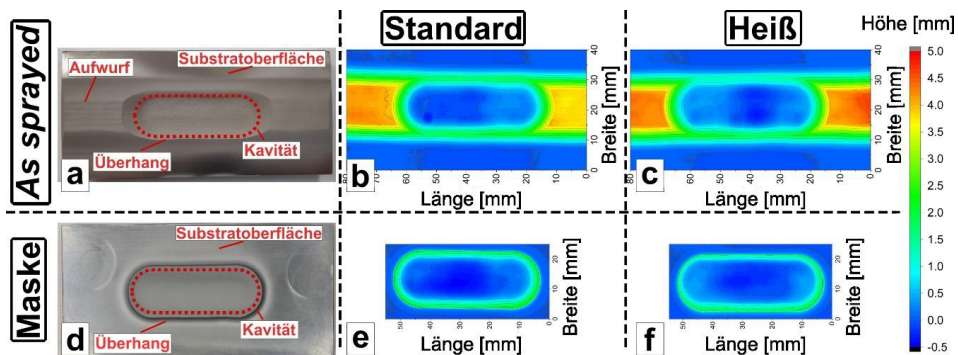


Abbildung 6-11: Die Aufnahme der beschichteten Reparaturgeometrie kann für beide Beschichtungsparameter als repräsentativ gesehen werden (a). Für beide Parameter wurden jeweils topographische Analysen mittels Weißlichttopographen durchgeführt (b, c). Das gleiche Verfahren ist für die maskierte Kavität dargestellt (d, e, f). Das Messfeld für die Topographie wurde an die Größe der Kavität angepasst. Darstellung und Übersetzung nach [179], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

Die Topographie der mit Standard- und Heiß beschichteten IN718-Kavitäten ist in **Abbildung 6-11b** bzw. **Abbildung 6-11c** abgebildet. Beide Parameter zeigten eine übereinstimmende Topografie. Die dunkelblauen Regionen verdeutlichen die optisch erkennbare, unregelmäßige Oberfläche mit Schwankungen in der Höhe von bis zu 500 μm . Insbesondere im Zentrum der Kavität weist die Schicht eine leichte Differenz im Vergleich zur planen Substratoberfläche auf. Unter Berücksichtigung der ungleichförmigen Oberfläche lag innerhalb der Begrenzungen der Kavität eine Rauheit R_a von 7-8 μm vor. Die Höhe des abgeschiedenen Materials entlang der parallelen Kavitätskanten (= Überhang) beträgt für beide Parameter etwa 2 mm. Aufgrund des begrenzten Beschichtungsmäanders erreicht der Überhang nicht die Höhe des Aufwurfs von bis zu 4 mm. Insgesamt lag die DE jeweils bei 72,8% und 74,6% für Standard und Heiß.

Es sollte erwähnt werden, dass sich die Spritzdistanz von 60 mm auf die mittlere Kavitätshöhe bezieht und bei einer Schichthöhe von 4 mm sukzessive abnimmt. Dabei stellt sich die Frage nach einer Beeinflussung der DE durch den *bow shock* – Effekt. Eine solche Kavität kann die Gasstagnationszone sogar noch vergrößern, da die Flanken in Abhängigkeit des Winkels ein Entweichen des Gases aus dem Hohlraum erschweren [14]. Insgesamt zeigte die Beschichtung für beide Parameter jedoch eine zufriedenstellende Abscheideeffizienz in guter Übereinstimmung mit der Abscheidung auf planen Geometrien. Daher ist anzunehmen, dass der *bow shock* – Effekt, welcher ansonsten als kritischer Faktor für die Abscheidungseigenschaften angesehen wird, auch bei der Beschichtung von Kavitäten mit 60°-Flanken keine signifikante Reduzierung der DE zur Folge hat. Dies ist wie an flachen Substraten erläutert auf Dichte und Größe der IN718-Partikel zurückzuführen.

Zusätzlich wurde für die Beschichtung eine Maskierung angewendet. Das Beschichtungsergebnis mit vermindertem Materialauftrag auf der Substratoberfläche ist in **Abbildung 6-11d** dargestellt. Die Abdrücke an der Oberfläche resultieren aus Abstandsringen, welche den definierten Maskenabstand von 1 mm gewährleisten. Der Aufwurf in Richtung langer Kante wurde vollständig auf der Maske mit einer Höhe von etwa 4 mm abgeschieden. Die Beschichtung schließt nahezu direkt mit dem Übergang von Wandwinkel der Kavität hin zur Oberfläche ab (s. **Abbildung 6-11e und f**). Die Topographie zeigt einen Überhang von etwa 2 mm mit geringer Dicke, welcher ebenfalls aus dem durch die Maskierung begrenzten Beschichtungsmäander resultiert. Die Schichtoberfläche ist bzgl. Topographie und Rauheit vergleichbar mit den ohne Maskierung beschichteten Kavitäten. Die rein auf die Maskenöffnung bezogene DE beträgt für beide Parameter etwa 50%, da trotz Maskierung ein ausreichend großer Beschichtungsmäander

gefahren werden muss. Inklusive des auf der Maske abgeschiedenen Materials liegt die DE wiederum bei vorherigen Werten. Der Aufwand bei der Nachbearbeitung sinkt jedoch signifikant. Hier sei angemerkt, dass die Anzahl der Übergänge in weiteren Experimenten erhöht wurde, um eine vollständige Befüllung von Kavitäten mit und ohne Maske zu gewährleisten.

Beide Parameter waren bereits Gegenstand von Untersuchungen beider Projektpartner [25], [178], [179]. Daher sollen die Ergebnisse repräsentativ anhand der Standardparameter an signifikanten Regionen vorgestellt werden (s. Kapitel 4.2). In Anhang 9 ist die gleiche Analyse für den heißen Parameter beigefügt. Dabei traten keine signifikanten Unterschiede auf.

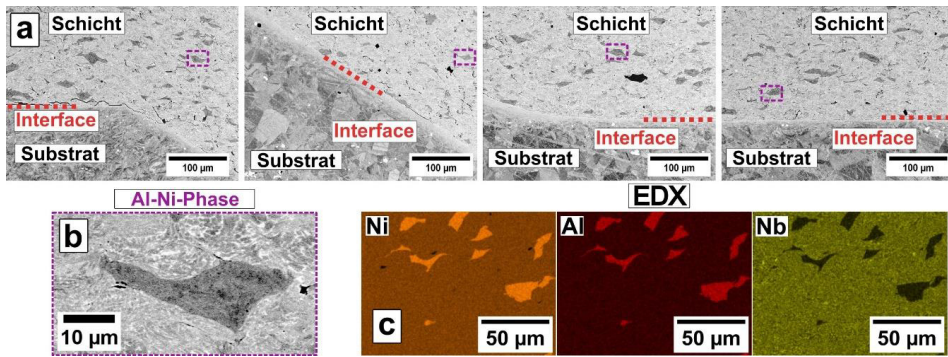


Abbildung 6-12: REM-BSE Aufnahmen der Kavität (a) in den repräsentativen Zonen. Das EDX-Mapping um die charakteristische Al-Ni-Phase (b), welche in jeder Aufnahme auftritt, ist für Ni, Nb und Al dargestellt (c). Darstellung und Übersetzung nach [179], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

In **Abbildung 6-12a** sind die prägnanten Bereiche der beschichteten IN718-Kavität dargestellt. Die gestrichelte, rote Linie verdeutlicht das Interface zwischen Schicht und Substrat. Am Übergang von der Substratstirnfläche zur Flanke lassen sich vereinzelt Defekte am Interface beobachten. Der Übergang selbst kann als potenzielle Schwachstelle für die Anhaftung der Partikel infolge des geänderten lokalen Depositionswinkels betrachtet werden. Zudem ist eine Kerbwirkung anzunehmen, die zu einer lokal erhöhten Spannungskonzentration führt. Unter Betracht des generellen Druckeigenspannungszustandes bei einem ausreichenden Schichtaufbau liegen in tieferen Bereichen noch leichte *out-of-plane* – Spannungen vor, welche eine Dehnung in vertikale Richtung bedingen. Die Wölbung der unter Druck stehenden Schicht in vertikale Richtung kann daher als eine Art Triebkraft interpretiert werden, welche die Rissausbreitung in horizontale Richtung begünstigt. Die insgesamt eingebrachte elastische Energie bleibt jedoch unterhalb eines

kritischen Niveaus, welches zu einem vollständigen Schichtversagen führen würde. Zudem ist anzumerken, dass die Adhäsion an den 60°-Flanken ausreichend stark ist, um dort keine signifikante Rissausbreitung zu fördern.

Über die Flanke sowie an deren Übergang hin zum Kavitätsgrund sind sonst keine signifikanten Defekte zu erkennen. Die Schichtmikrostruktur zeigt in beiden Fällen die charakteristischen Merkmale mit einer deformierter Partikelstruktur sowie deren interdendritischen, mit Niob angereicherten Bereiche bei hellem Kontrast. Weiter sind die dunkleren Al-Ni-Phasen erkennbar (s. **Abbildung 6-12b**). Im Übergangsbereich von Substrat, erkennbar an der prägnanten Kornstruktur, tritt ein heller Bereich hervor. Dieser ist auf den Fräsprozess zurückzuführen, bei dem die Kavität erzeugt und die Oberfläche durch Kaltverfestigung umgeformt wird. Die aus dem Umformungsprozess resultierenden Körner sind sehr klein und konnten von dem verwendeten REM nicht aufgelöst werden. Sowohl oberflächennah, entlang der Kavitätswand als auch am Kavitätsgrund lag eine im Vergleich zu ebenen Geometrien (s. Kapitel 6.1.1) kaum veränderte Porosität von unter 2% vor. Diese Resultate treffen für beide Parameter zu.

Für Standard und Heiß wurde zudem eine Elementanalyse eines charakteristischen Schichtbereichs in Form einer EDX-Analyse durchgeführt (**Abbildung 6-12c**). Auf Basis der chemischen Untersuchung (s. Kapitel 3.2) sowie Analysen des gleichen Materials in Vorgängerprojekten [127] werden hier nur die Ergebnisse für Nickel, Aluminium und Niob vorgestellt. Die Resultate beider Parameter zeigen eine gute Übereinstimmung mit den Daten aus der Literatur. Ni und Al als Additiv der Partikel stechen prägnant in den herausgestellten Phasen vor. In der restlichen Schicht wurde hauptsächlich die Ni-Matrix detektiert inklusive weiterer Legierungselemente wie Titan oder Chrom sowie den mit Niob angereicherten, interdendritischen Phasen. Abgesehen vom seitlichen Aufwurf um die Kavität herum hatte die Maskierung keinen Einfluss auf die Mikrostruktur.

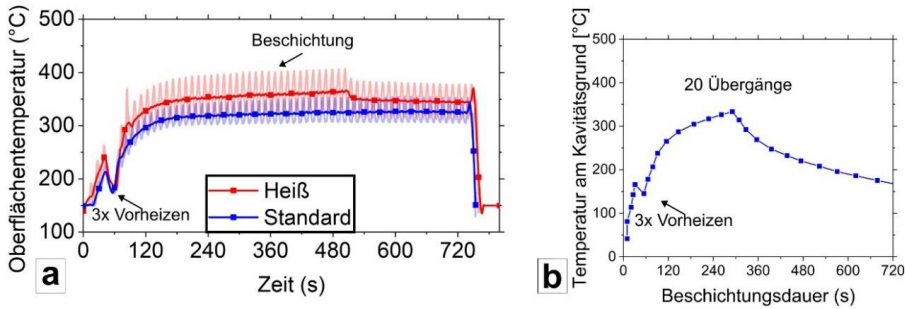


Abbildung 6-13: Die Temperaturmessung mittels Pyrometer wurde für Standard und Heiß durchgeführt (a, Darstellung und Übersetzung nach [179], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>). Über eine rückseitig eingebrachte Bohrung wurde die Temperatur am Kavitätsgrund mittels NiCr-Thermoelements für eine 2 mm – tiefe Kavität mit 20 Übergängen bei Standardbedingungen aufgezeichnet (b).

Die Oberflächentemperatur von Standard und Heiß, die mit dem auf das Zentrum der Kavität ausgerichteten Pyrometer gemessen wurde, ist in **Abbildung 6-13a** dargestellt. Auch hier repräsentiert jeder einzelne Peak für einen vollständigen Roboterübergang in Form des Beschichtungsmäanders, dargestellt in Form der gleichen Näherung wie für flache Substrate angewendet. Die drei Vorheizzyklen ergaben sowohl für Standard als auch Heiß im Vergleich zu flachem Substrat einen höheren Temperaturanstieg von $T_{\text{pre,Standard}} \approx 210 \text{ °C}$ und $T_{\text{pre,Heiß}} \approx 240 \text{ °C}$. Hier ist bereits der Einfluss einer möglichen Wärmestauzone innerhalb der Kavität erkennbar. Auch bei den Kavitäten regelt sich die Oberflächentemperatur infolge des Partikelaufrags für beide Parameter auf einem spezifischen Niveau ein. Absolut liegen diese Temperaturen im Vergleich zu flachem Substrat höher (s. Kapitel 6.1.2), wobei die relative Differenz zwischen Standard und Heiß ebenfalls größer geworden ist ($T_{\text{O,Standard}} \approx 320 \text{ °C}$, $T_{\text{O,Heiß}} \approx 360 \text{ °C}$).

Die ausgebildete Gasstagnationszone innerhalb der Kavität zeigte zwar keinen signifikanten Effekt auf die DE, wohl aber in Form eines erhöhten Wärmeeintrags. Neben der Oberflächentemperatur zeigte sich dies auch in Temperaturmessung am Kavitätsgrund in **Abbildung 6-13b** am Beispiel der Beschichtung einer 2 mm tiefen Kavität mit 20 Übergängen bei Standardbedingungen. Hier wurde ein NiCr-Thermoelement rückseitig mit einem Abstand von 1 mm zum Kavitätsgrund eingebracht. Der alternierende Verlauf infolge der Düsenbewegung entfällt hier aufgrund der kontinuierlichen Wärmeleitung durch das Substratmaterial. Nach dem Vorheizen liegt im Kavitätsgrund bereits eine Temperatur von etwa 165 °C vor. Im Gegensatz zur Oberflächenmessung stellt sich jedoch nicht bereits nach etwa 10 Übergängen ein konstantes Niveau ein. Hier steigt die Temperatur infolge des Partikelaufrags weiter an und erreicht ein Maximum von etwa 330 °C , bevor diese während

der Abkühlperiode wieder absinkt. An dieser Stelle sei auf die hohe Gasdichte (u.a. Gasstagnationszone) innerhalb der Kavität hingewiesen, welche die an der Substratoberfläche emittierte Strahlung durch Absorption, Streuung oder Änderung des Brechungsindex beeinflussen kann. Zudem muss beachtet werden, dass das Pyrometer aufgrund des Düsenverfahrweges nicht senkrecht auf das Substrat ausgerichtet ist. Da die 4 m – Kavitäten aufwändig hergestellt werden müssen und eine Bohrung in der Nähe des Interface das Eigenspannungsgleichgewicht beeinflussen könnte, wurde dieses Experiment nicht nochmals wiederholt.

Nachdem bei Mikrostruktur und Topographie der Kavitäten keine signifikanten Unterschiede zwischen den Parametern ersichtlich waren, wurden im nächsten Schritt Eigenspannungsuntersuchungen durchgeführt. Zunächst erfolgten Messungen mittels inkrementeller Bohrlochmethode durch den Projektpartner KIT gemäß Kapitel 4.5.3 an Kavitäten mit und ohne Maskierung. Diese wurden vor der Messung plangefäest, um eine plane Oberfläche für die angebrachten DMS zu gewährleisten.

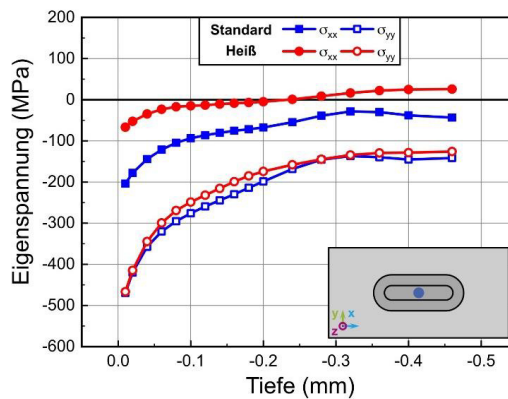


Abbildung 6-14: Eigenspannungen aus der inkrementellen Bohrlochmethode, durchgeführt vom Projektpartner KIT, für Standard (blau) und Heiß (rot) in x- (volle Symbole) und y-Richtung (hohle Symbole). Unter Verwendung einer Maskierung traten keine signifikanten Unterschiede in den Verläufen auf. Die Messrichtungen entsprechen dem Koordinatensystem im Schaubild. Darstellung und Übersetzung nach [179], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

Abbildung 6-14 zeigt die Hauptspannungen als Ergebnis der inkrementellen Bohrlochmethode im Zentrum der gefüllten Kavität in unmittelbarer Nähe zur gefäesteten Oberfläche, beschichtet mit Standard (blau) und Heiß (rot). Bei Standardparametern zeigten die Ergebnisse übereinstimmend KGS-typische Druckeigenspannungen in x- und y-Richtung an der Oberfläche ($\sigma_{\text{Standard},x,\text{max}} \approx -200$ MPa, $\sigma_{\text{Standard},y,\text{max}} \approx -475$ MPa). In y-Richtung, entlang der kurzen Kante, ist der Verlauf des heißen Parameters nahezu

deckungsgleich mit dem des Standards ($\sigma_{\text{Hei\ss},y,\text{max}} \approx -475 \text{ MPa}$). Dies ist in x-Richtung nicht mehr der Fall. Hier liegen geringere Druckeigenspannungen vor ($\sigma_{\text{Hei\ss},x,\text{max}} \approx -75 \text{ MPa}$), welche im weiteren Tiefenverlauf zum Teil in leichte Zugeigenspannungen umschlagen.

Im Gegensatz zu den Eigenspannungstiefenverläufen für dünne Schichten auf ebenen Oberflächen mit gleichen Materialien [13], [127] und den Ergebnissen aus Kapitel 6.1.3 sind die Eigenspannungen damit richtungsabhängig. Dies ist mutmaßlich auf die geometrischen Begrenzungen der Kavitäten zurückzuführen, wo die höheren Druckeigenspannungen für beide Parameter in y-Richtung entlang der kurzen Kante auftreten. Die hier vorliegende Dehnungsbehinderung überwiegt offensichtlich den bereits erläuterten Einfluss der heißen Parameter. Dagegen sind deutlich geringere Druckeigenspannung für Hei\ss in x-Richtung entlang der langen Kante zu erkennen, wo die geometrische Dehnungsbehinderung aufgrund des größeren Wandabstands (kurz: 20 mm, lang: 50 mm) weniger stark ausgeprägt ist. Hier manifestiert sich der unterschiedlich ausgeprägte Temperaturgradient. Der größere Wärmeeintrag bedingt mutmaßlich geringere Dehnungsbehinderungen und thermisch aktivierte Prozesse in Form von Relaxation, was die vorherrschenden Druckeigenspannungen weiter reduziert. Insgesamt lässt sich daher aussagen, dass das Aspektverhältnis der Kavität die Ausprägung des richtungsabhängigen Eigenspannungszustandes beeinflusst ($275 \text{ MPa} \leq \Delta\sigma_{\text{Standard},x-y} \leq 75 \text{ MPa}$ und $400 \text{ MPa} \leq \Delta\sigma_{\text{Hei\ss},x-y} \leq 175 \text{ MPa}$). Der Einfluss der Parameter auf den Eigenspannungszustand wurde bereits an flachen Proben gezeigt. Bei ausreichendem Wandabstand zeigt sich dieser Effekt ebenfalls bei Kavitäten. Ist die geometrische Dehnungsbehinderung der Kavität zu groß, überlagert diese die Relaxationsprozesse infolge des zusätzlichen Wärmeeintrags. Mit Verweis auf die entsprechende Publikation zu beiden Parametern gilt dies jedoch nicht für Mikrostruktur oder Härte [179].

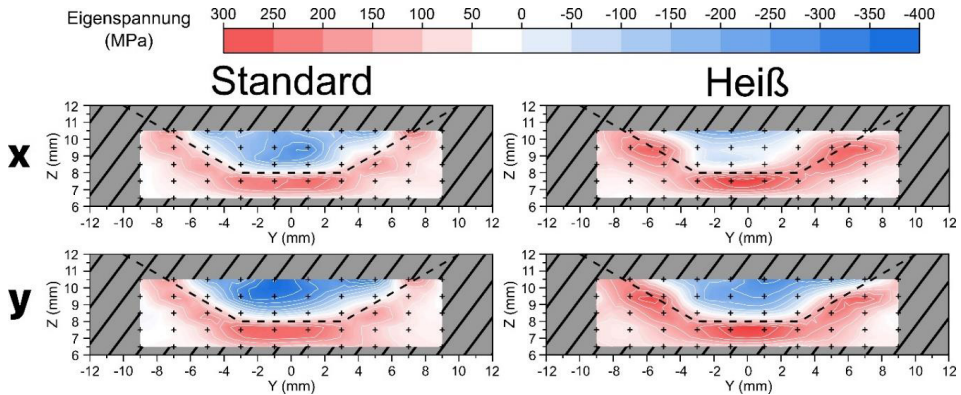


Abbildung 6-15: Kontur der Eigenspannungstiefenverläufe, ermittelt via Neutronenbeugung für Standard (links) und Heiß (rechts). Dargestellt ist das Messraster im Zentrum der Kavität mit Reflexen in x- (oben) und y-Richtung (unten). Das vollständige Mapping ist in der referenzierten Veröffentlichung dargestellt. Darstellung und Übersetzung nach [25] mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature.

Die Ergebnisse der Neutronenbeugung, durchgeführt vom Projektpartner KIT, sind für Standard und Heiß jeweils in **Abbildung 6-15** dargestellt. Diese Messung stellt die Eigenspannungsanalyse in x- und y-Richtung ausgehend vom Zentrum des Messrasters innerhalb der Kavität dar, wie in der Publikation von Lang et al. [25] detailliert erläutert. Die Konturdiagramme zeigen Druckeigenspannungen in der gesamten Kavität und ausgleichende Zugeigenspannungen im Substrat in der Nähe der Grenzfläche, welche durch die gestrichelte graue Linie angezeigt wird. Die kreuzschraffierten Bereiche bezeichnen die Probe außerhalb des Messrasters. Die schwarzen Punkte stellen die Messstellen dar. Die Ergebnisse zeigen, dass die höchsten Druckeigenspannungen für beide Parameter in y-Richtung (kurze Kante) liegen ($\sigma_{\text{Standard,max}} \approx -400$ MPa und $\sigma_{\text{Heiß,max}} \approx -350$ MPa). Dagegen liegt in x-Richtung (lange Kante) ein Gradient in den Eigenspannungen vor, erkennbar an der hellblauen Kontur hin zum Interface. Liegt der Standard weiterhin bei Druckeigenspannungen von etwa 300 MPa, so zeigt der heiße Parameter in dieser Messrichtung einen Wert von etwa 100 MPa. Aufgrund des groben Messvolumens resultiert ein Fehler für die detektierten Deformationen, welcher sich in der Spannung von bis zu 120 MPa niederschlagen kann. Eine beispielhafte Messung an einem einzelnen Messpunkt ist im Anhang 8 beigelegt. Unter Beachtung des zu berücksichtigten Fehlers bestätigt die Eigenspannungsanalyse mittels Neutronenbeugung das Ergebnis der inkrementellen Bohrlochmethode. In beiden Fällen zeigte sich eine geometrische Dehnungsbehinderung durch die Dimensionen der Kavität. In Richtung der langen Kante (x), wo dieser Effekt weniger stark ausprägt ist, detektierten beide Methoden einen geringeren Druckeigenspannungszustand für den heißen Parameter. Hier sei angemerkt, dass in z-

Richtung nur geringe Druckeigenspannungen in gleichem Ausmaß für beide Parameter detektiert wurden. Basierend auf den vorliegenden Ergebnissen ist es also möglich, den Eigenspannungszustand nicht nur auf ebene Substraten, sondern auch in für Reparaturgeometrien typische Kavitäten mittels geeigneter Wahl der Prozessparameter zu beeinflussen. Die Anlage erreicht mit dem heißen Parameter nahezu ihr Limit. Daher wird in Kapitel 6.4 eine weitere Methode vorgestellt, welche sich auf das Bewegungsprogramm bezieht.

6.3.2 Reparaturgeometrie mit zylindrischer Oberfläche

Im Rahmen eines weiteren Experiments wurde der Einfluss von in zylindrische Oberflächen eingebrachten Kavitäten untersucht. Hierfür erfolgte die Beschichtung mit Standard und Heiß auf in zylindrische Proben eingearbeitete Kavitäten mit an die ebenen Platten angelehnter Bemaßung (s. Anhang 2). Der Kavitätsgrund bleibt dabei eben, die Wandwinkel liegen bei 60° . Die Beschichtung erfolgte auf weichem Substratmaterial. Nachfolgend werden diese Art von Substraten als „zylindrische Kavitäten“ bezeichnet.

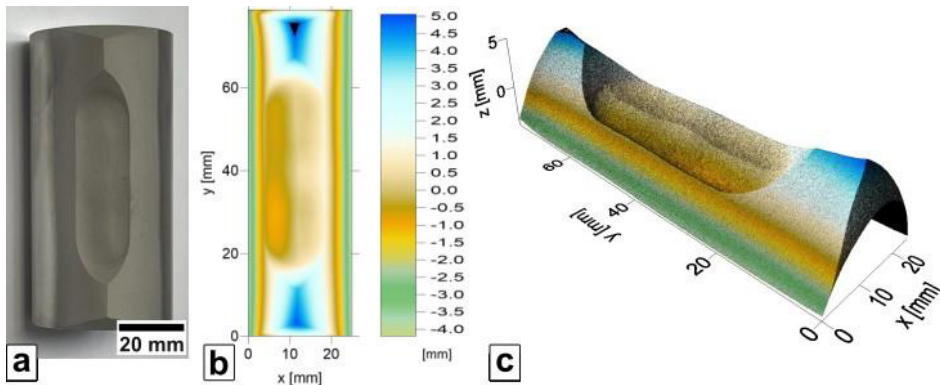


Abbildung 6-16: Abgeschiedene Schicht (a), 2D-Kontur (b) und 3D-Topographie (c) der zylindrischen Kavität unter Standardparametern.

Wie bereits für die ebenen Platten erläutert liegen beim Schichtprofil von Standard und Heiß keine signifikanten Unterschiede vor. Daher ist in **Abbildung 6-16** repräsentativ das Ergebnis für den Standard dargestellt. Die Kavität wurde nahezu vollständig befüllt, wobei eine Art „Naht“ im Zentrum zu erkennen ist (s. **Abbildung 6-16a**). Die Depositionseffizienz lag bei etwa 60%. Da die runden Proben bei der topographischen Vermessung gegen Wegrollen gesichert werden mussten, wurden seitlich Polymer-Balken platziert. Deren Oberfläche bildet gleichzeitig die Null-Ebene, die hier nicht mit dem oberen Kavitätsrand abschließt (s. **Abbildung 6-16b** und c).

Im Gegensatz zur vorher umgebenden ebenen Oberfläche ist der Übergang von Kavität zur Substratoberfläche nun abschüssig in Folge der zylindrischen Oberfläche. Auch der Überhang in Fahrtrichtung des Roboters fiel geringer aus, da sich der lokale Depositionswinkel infolge der zylindrischen Oberfläche verringert. Dies ist insbesondere am seitlichen Überhang zu erkennen, welcher im Vergleich zu den ebenen Platten nun noch schmaler und etwa 1 statt 2 mm hoch ist (s. Kapitel 6.3.1). Da die Naht nicht exakt in der Mitte auftritt, könnte eine nicht vollständig exakte Ausrichtung der Zylinder entlang des Robotermäanders einen Einfluss haben. Wie von Klinkov et al. [86] und Chen et al. [193] gezeigt, kann sich hierdurch das Maximum des abgeschiedenen Linienprofils entsprechend des Depositionswinkels verschieben. Bei einer zyklischen Oberfläche liegt der optimale Depositionswinkel von 90° auf einer entsprechend ausgerichteten Tangentialebene vor. Jede Abweichung hiervon verringert den Winkel und damit auch die DE. Dies ist besonders deutlich am Aufwurf zu erkennen, welcher ein spitz zulaufendes Profil aufweist. Daher ist anzunehmen, dass sich das Gauß-förmige Linienprofil, abgeschieden auf ebenen Oberflächen, infolge der zylindrischen Oberfläche in ein solcherart spitzes Profil umwandelt. Am Übergang von Kavität und zylindrischer Oberfläche kommt eine rapide Änderung des lokalen Depositionswinkels hinzu. Daher ist anzunehmen, dass die „Naht“ aus einer Überlagerung von geändertem Spritzprofil und der Kavitätsgeometrie resultiert.

Wie schon bei den ebenen Kavitäten ergaben sich keine signifikanten Unterschiede in der Mikrostruktur beider Parameter. Daher beziehen sich die Querschliffe in **Abbildung 6-17** repräsentativ auf den Standard. Am Kavitätsgrund ist auch für die zylindrischen Kavitäten generell eine gute Anhaftung mit geringer Anzahl von Defekten zu erkennen. Das Substrat weist die charakteristische Kornstruktur auf, während in der Schicht die Struktur aus deformierten Partikel und Al-Ni-Phase erkennbar ist. Die Deformationszone am Interface infolge des *Peening*-Effekts tritt ebenfalls auf.

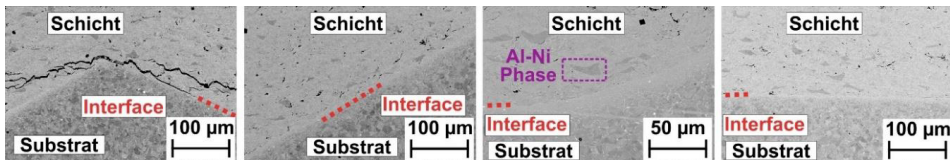


Abbildung 6-17: REM-BSE Aufnahmen der vier Zonen innerhalb der zylindrischen Kavität. Vergleichbare Ergebnisse wurden auch in der gemeinsamen Studie von Lang et al. gezeigt [178].

Dagegen kommt es bei beiden Parametern zu einer schlechten Anhaftung am Interface im Übergangsbereich von Kavität zur zylindrischen Oberfläche. Hier ist eine signifikante

Rissausbreitung ersichtlich. Es kann angenommen werden, dass der im Vergleich zur Kavität in ebenen Platten noch steilere Übergang eine stärkere Kerbwirkung ausübt und damit noch höhere Spannungskonzentrationen bedingt. Dies führt zu einer signifikant stärkeren Ausprägung der Risse im Vergleich zu den ebenen Platten. Zusätzlich wirkt sich der auf beiden Seiten steilere Depositionswinkel des IN718-Pulvers negativ auf die Anhaftung aus.

Die Eigenspannungsverteilung an zylindrischen Proben erfolgte ebenfalls im Rahmen einer Messkampagne mittels Neutronenbeugung durch den Projektpartner KIT für beide Parameter [178]. Der in **Abbildung 6-18** dargestellte Eigenspannungstiefenverlauf basiert auf demselben Messraster, welches zuvor bei den ebenen Kavitäten verwendet wurde. In beiden Fällen liegen Druckeigenspannungen innerhalb der Schicht vor, welche in Richtung des Substrats durch Zugeigenspannungen kompensiert werden. Auch bei dieser Geometrie ist ein anisotroper Spannungszustand als Resultat der Kavitätsgeometrie zu erkennen. In y-Richtung, entlang der kurzen Kante, traten in beiden Parametern die höchsten Druckeigenspannungen auf. Entlang der langen Kante in x-Richtung liegt ein verringertes Ausmaß an Druckeigenspannungen vor. Die Farbkontur ist bei beiden Parametern recht ähnlich. Damit lassen die Neutronenbeugungsergebnisse im Gegensatz zu den ebenen Kavitäten keine validen Aussagen zum Einfluss des unterschiedlichen Wärmeeintrags und damit unterschiedlicher Eigenspannung beider Parameter zu. Bei den zylindrischen Kavitäten kommt der Einfluss der Stirnfläche und die damit erläuterten Änderungen im Spritzprofil hinzu. Zusammen mit dem möglicherweise zu großen Messvolumen ist die Auflösung damit zu gering, um lokale plastische Deformation oder Gitterdefekte/-abstände akkurat wiederzugeben.

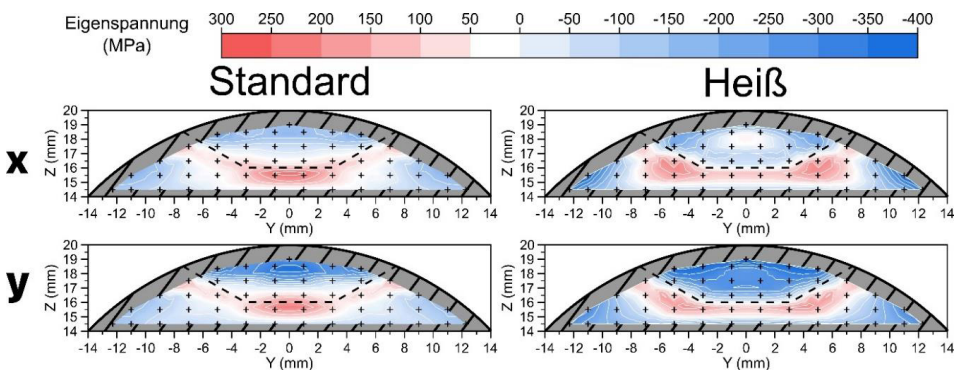


Abbildung 6-18: Mittels Neutronenbeugung ermittelter Eigenspannungstiefenverlauf, durchgeführt vom Projektpartner KIT, von Standard (links) und Heiß (rechts) in x- (oben) und y-Richtung (unten). Darstellung und Übersetzung nach [178], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

Die bei den ebenen Platten noch signifikant niedrigeren Druckeigenspannungen in der Schicht für den heißen Parameter treten bei den zylindrischen Kavitäten im Konturplot zunächst weniger prägnant auf. Insgesamt liegen die höchsten Druckeigenspannungen in y-Richtung vor ($\sigma_{\text{Standard},y,\text{max}} \approx -300$ MPa und $\sigma_{\text{Hei\ss},y,\text{max}} \approx -300$ MPa). In x-Richtung beträgt die liegt der Wert für Hei\ss ($\sigma_{\text{Hei\ss},x,\text{max}} \approx -140$ MPa) nur geringfügig unter dem des Standards ($\sigma_{\text{Standard},x,\text{max}} \approx -160$ MPa). Analysen mit der inkrementellen Bohrlochmethode belegten den anisotropen Spannungszustand der Schicht mit niedrigeren Druckeigenspannungen für Hei\ss in x-Richtung. [178]. Es kann daher zumindest angenommen werden, dass auch hier ein Geometrieinfluss für die Eigenspannungen in der IN718-Schicht vorliegt. Die bereits genannten Effekte wie Deformation, schwankender lokaler Deformationswinkel oder inkorrekte Probenausrichtung können ebenso die Gitterbeugung und den so ermittelten Spannungszustand beeinträchtigen. Weiter sind die bereits genannten, großen Abweichungen in den absoluten Spannungswerten aufgrund des großen Messvolumens zu beachten. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass die Beschichtung solcherart geformter Reparaturgeometrien möglich ist. Hinsichtlich der zylindrischen Oberfläche ist der lokal geänderte Depositionswinkel zu beachten. Hier kann ein flexibles Anstellen der Düse die Anhaftung der Partikel im Übergangsbereich unterstützen. Zudem müssen im Vergleich zu in ebene Oberflächen eingearbeitete Kavitäten mehr Übergänge zum Befüllen derselben gefahren werden. Ein solches Bewegungsprogramm konnte im Rahmen des Vorhabens jedoch nicht mehr umgesetzt werden.

6.3.3 Thermische Belastung der Reparaturschicht

Bisher wurde der Reparaturprozess mittels KGS unter Anwendung zweier Spritzparameter an Kavitäten nachvollzogen, welche in unterschiedliche Geometrie eingefräst wurden. Abgesehen vom Übergang hin zur 60°-Flanke zeigte sich jeweils eine gute Anhaftung bei einer geringen Anzahl von Defekten und niedriger Porosität. Im Anwendungsfall unterliegt die reparierte Komponente zusätzlich zur mechanischen auch einer thermischen Last. Zur Simulation einer solchen Last wurde eine befüllte Kavität zunächst plangefräst und anschließend einer spezifischen thermischen Belastung ausgesetzt (s. Kapitel 3.3.2). Anschließen erfolgten Analysen der Topographie, Mikrostruktur sowie Eigenspannung mittels Neutronenbeugung. Aufgrund der begrenzten Messzeit am ILL wurden ausschließlich mit Standardparametern und Maske beschichtete Kavitäten in ausgehärtetem IN718 untersucht. Die thermische Belastung erfolgte global in einem Ofen (KIT) sowie lokal an den *Burner Rigs* (FZJ). Die Heizzyklen finden sich in Anhang 5.

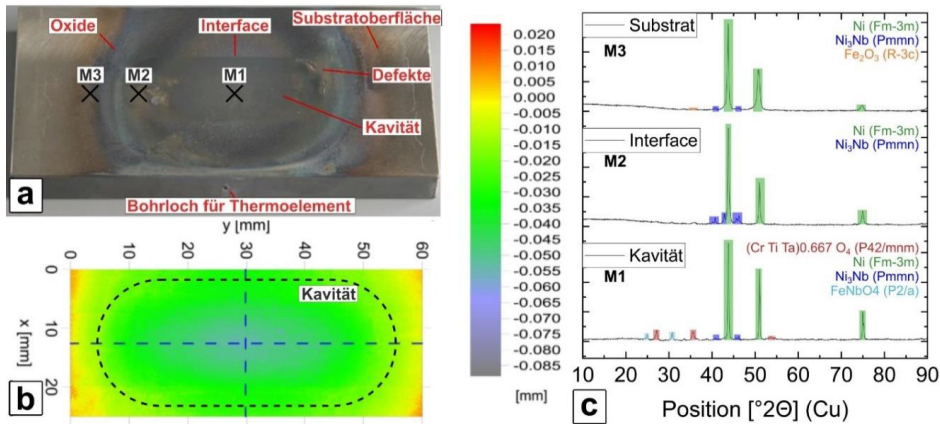


Abbildung 6-19: Aufnahme der thermisch zyklerten Kavität mit Kennzeichnung der jeweiligen XRD-Messstellen (a). Die zugehörige Topographie wurde nahe an der Kavität analysiert (b). Das Resultat der XRD-Messung ist für Kavität (M1), Interface (M2) und Substrat (M3) mit den eingefärbten Phasen dargestellt (c).

Eine Stirnflächen-Aufnahme der thermisch zyklerten Reparaturstelle ist in **Abbildung 6-19a** dargestellt. Die Flamme war zentral auf die Kavität ausgerichtet (entspricht M1 im XRD-Raster). Infolgedessen hat sich die Reparaturschicht innerhalb der Kavität dunkel verfärbt. Zudem ist eine kreisförmige, dunkle Phase um die Kavität herum zu erkennen. Generell deuten solch dunklere Phasen auf eine ausgebildete Oxidschicht hin. Oberflächlich sind zunächst keine signifikanten Ablösungserscheinungen zu erkennen. Einzelne Defekte traten am Kavitätsrand auf. Aufgrund fehlender Aufnahmen kann nicht zweifelsfrei belegt werden, ob diese Defekte aus der thermischen Zyklierung oder der mechanischen Nachbearbeitung in Form von Planfräsen resultieren. Insgesamt konnte äußerlich kein Versagen der Schicht festgestellt werden.

Die topographische Analyse am Weißlichttopograph in **Abbildung 6-19b** umfasst den Bereich in unmittelbarer Nähe der ursprünglichen Kavität (25 mm x 60 mm). In Anbetracht der Skala ist die Herausbildung einer Mulde mit einer Tiefe von bis zu 60 μm hin zum Kavitätszentrum zu erkennen, wo die Flamme auftrifft. Die ringförmige Kontur der Topographie stimmt mit den kreisförmig ausgebreiteten Oxiden auf der Probenstirnfläche überein. Die topographische Analyse deutet damit auf eine Art Verzug infolge der thermischen Zyklierung hin.

Mittels einer XRD-Analyse wurden die an der Oberfläche auftretenden Phasen an drei repräsentativen Punkten (s. **Abbildung 6-19c**) untersucht. Diese sind in den drei Bereichen innerhalb der Kavität (M1), am Übergang von Kavität zum Substrat (M2) sowie im Substrat (M3) angeordnet. Im Kavitätszentrum (M1) liegen primär die Nickelmatrix (kfz-

Nickel) sowie Oxide entsprechend der chemischen Zusammensetzung des Pulvers vor (s. Kapitel 3.1.1). Zusätzlich tritt eine Ni_3Nb -Phase auf. Diese Ausscheidungen liegen beim Wärmebehandlungsprozess von IN718 entweder als γ'' – oder δ – Phase vor (s. Kapitel 2.1.2). Der Zusatz „Pmmn“ weist auf die δ – Phase mit orthorhombischem Gitter hin [37]. Im Übergangsbereich von Kavität und Substrat (M2) wurden hauptsächlich kfz-Nickel und δ – Phase (Ni_3Nb) detektiert. Innerhalb der kreisförmigen Einfärbungen (M3) außerhalb der Kavität liegt neben dem primären kfz-Nickel ebenfalls die δ – Phase sowie ein geringer Anteil an Eisenoxid in Form von Fe_2O_3 vor. Die ermittelten Elemente und gebildeten Oxide decken sich insgesamt mit den Ergebnissen der chemischen Analyse für Pulver und Substrat (s. Kapitel 3). Auffällig ist das Fehlen von Al auch in Form von Oxiden, welches insbesondere innerhalb der Schicht durch die aufkommende Ni-Al-Phase einen messbaren Anteil ausmachen sollte. Es ist anzunehmen, dass Al in der Matrix von Ni gebunden ist und daher auch nur in Form der Ni-Phase detektiert wird.

Das Vorkommen der δ – Phase war insofern nicht zu erwarten, als dass diese normalerweise bei höheren Temperaturen ab etwa 700 °C durch Phasenumwandlung aus der γ'' -Phase resultiert [38]. Es besteht die Möglichkeit, dass die Temperatur zumindest im oberflächennahen Bereich signifikant über 600 °C lag. Hier zeigte das Pyrometer keine signifikante Abweichung von der Zieltemperatur an. Während der thermischen Zyklisierung ändert sich der Emissivitätsfaktor ε der Schichtoberfläche, welcher initial mit 0,6 angenommen wurde, infolge ausgebildeter Oxide sowie schwankender Rauheit zu einem höheren Wert [194]. Ist die tatsächliche Emissivität höher, zeigt das Pyrometer eine zu niedrige Temperatur an. Dies hätte zur Folge, dass die tatsächliche Temperatur zumindest zeitweise ein Niveau erreicht, welches die Entstehung der δ – Phase bedingen kann. Eine weitere Möglichkeit wäre, dass sich die δ – Phase im Pulvermaterial bereits unterhalb oder ab 600 °C ausbildet. Die prägnante Oxidschicht und damit verbundene Phasenänderungen können zudem eine Volumenänderung der Schicht bedingen, was eine mögliche Erklärung für die ausgebildete Mulde in der Topographie ist.

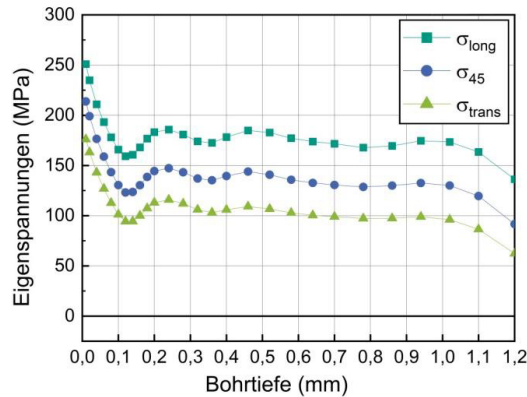


Abbildung 6-20: Eigenspannungstiefenverläufe mittels inkrementeller Bohrlochmethode für die Reparaturgeometrien infolge lokaler Wärmebehandlung, durchgeführt vom Projektpartner KIT.

In Anlehnung an die bisherigen Analysen wurden vom Projektpartner KIT Eigenspannungstiefenverläufe mittels inkrementeller Bohrlochmethode an der thermisch zyklerten Kavität erstellt. Eine detaillierte Darstellung dieser Ergebnisse erfolgt an dieser Stelle nicht, jedoch ist deren Publikation zu einem späteren Zeitpunkt vorgesehen. In **Abbildung 6-20** ist der Eigenspannungstiefenverlauf des Standardparameters, gemessen mittels inkrementeller Bohrlochmethode nahe der Oberfläche, infolge der lokalen thermischen Zyklierung bis zur Tiefe von 1,2 mm dargestellt. Im Gegensatz zum *as sprayed* – Zustand (s. Kapitel 6.3.1) weisen diese Proben bei gleicher Schichthöhe einen symmetrischen Spannungszustand auf. Nach der lokalen thermischen Belastung in den Brennergussversuchsständen sind zumindest im oberflächennahen Bereich Zugeigenspannungen von bis zu 150 MPa an die Stelle der Druckeigenspannungen getreten. Eine mögliche Erklärung ist, dass sich die unter Druck stehende Schicht infolge der aufgetragenen Gasflamme und damit eingebrachten Wärme zunächst ausdehnt. Würde diese nun wieder ohne weitere Effekte abkühlen wäre die Spannungsänderung und damit einhergehende Deformation rein elastischer Natur und der Spannungszustand würde wieder in den (Druck-)Ausgangszustand zurückkehren. Während der Heizzyklen müssen also Relaxation oder vergleichbare Prozesse auftreten, um die eingebrachten Spannungen in Form von plastischer Deformation zu relaxieren. Beim Abkühlen würde die Schicht dann kontrahieren und so die gemessenen Zugeigenspannungen ausbilden. Ein solches Verhalten wurde in der Literatur für vergleichbare Experimente an Wärmedämmschichten beobachtet [195]. Diese Relaxationseffekte könnten auch eine mögliche Begründung für das Ausbleiben eines anisotropen Spannungszustandes sein, welcher für die beschichteten Kavitäten detektiert

wurde. Materialien aus IN178 werden insbesondere im Temperaturbereich bis 600 °C gute Kriecheigenschaften zugeschrieben. Wie jedoch im Rahmen der Phasenanalyse festgestellt, bildet sich infolge der lokalen Wärmebehandlung offensichtlich eine δ -Phase aus, deren Ausbildung verminderte Kriecheigenschaften zugeschrieben werden [37], [42]. Daher ist anzunehmen, dass die mit der zyklischen Wärmelast verbundenen Phasenänderungen die Kriechbeständigkeit minimieren und damit eine Möglichkeit zur Ausbildung von Zugeigenspannungen infolge des Abkühlvorgangs bieten. Dies würde wiederum mit dem topographisch detektierten Verzug der Probe in Form der detektierten Mulde korrelieren. Da die beschichteten Kavitäten zuvor plangefräst wurden ist nicht davon auszugehen, dass eine solche regelmäßig ausgebildete (Mulden-)Verformung aus Beschichtung oder Nachbearbeitung resultiert. Ergänzende Analysen des Projektpartners KIT mittels inkrementeller Bohrlochmethode zeigten, dass die Schicht im Fall der globalen Wärmebehandlung nahezu spannungsfrei vorlag. Der entsprechende Heizzyklus in Anhang 5 hat hier den Charakter von Spannungsarmglühen. Die achtstündige Zykluslänge ermöglicht im Gegensatz zu den kurzen Zyklen an den Brenntestständen ausreichend Zeit für thermische Diffusion und Kriechen, um die hohen Druckeigenspannungen innerhalb der Schicht nahezu vollständig abzubauen und damit zu relaxieren. Diese Ergebnisse werden im Rahmen der Arbeit nicht explizit vorgestellt.

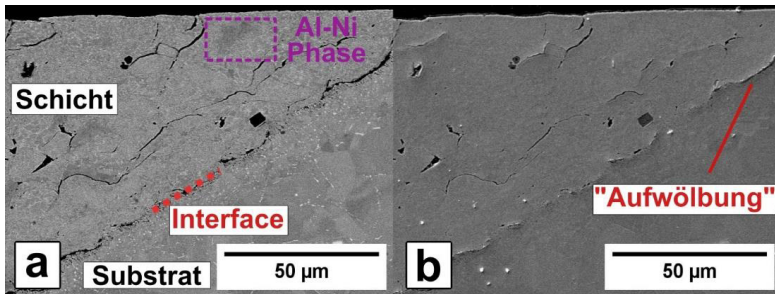


Abbildung 6-21: Mikrostruktur der thermisch zyklerten Kavität an deren Flanke als BSE (a) und SE (b) - Aufnahmen.

Abbildung 6-21a zeigt eine BSE-Aufnahme der Mikrostruktur am oberen Flankenende. Die vor der thermischen Zyklierung prägnant vorliegenden Al-Ni-Phasen sind weniger stark ausgeprägt im Vergleich zur restlichen Schicht. Die aus den Partikeln resultierende Struktur aus Nickel-Matrix und mit Niob angereicherten interdendritischen Bereichen ist auch weiterhin vorhanden. Das Interface lag im beschichteten Zustand noch eben mit einer ausgeprägten Deformationszone infolge des Fräsprozesses vor, welche keiner signifikanten

Deformation durch den Partikelaufrall unterlag (s. Anhang 10). Dieses Interface weist infolge der Zyklierung unregelmäßig auftretende, dunkle Bereiche auf, welche auf eine schlechte Anhaftung der Schicht an diesen Stellen hindeutet. Zudem haben sich insbesondere in der Deformationszone, welche zuvor aus vielen kleinen und mittels REM nur schwer auflösbaren Körnern bestand, helle, mutmaßlich mit Niob angereicherte Ausscheidungen an den Korngrenzen abgeschieden [42].

Abbildung 6-21b stellt die Topographie in Form einer SE-Aufnahme dar. Die vereinzelt Defekte innerhalb der Schicht resultieren aus der unvollständigen Anhaftung der Partikel und sind in Form von dunklen Bereichen erkennbar. Vereinzelt sieht es jedoch so aus, als ob die Partikel gegeneinander aufgeschoben wurden. Dies stellt sich in Form einer Aufwölbung dar, welcher im BSE-Bild zuvor noch als „normaler“ Defekt mit dunklem Kontrast detektiert wurde. Am Interface ist dieser Aufwurf durch den hellen Kontrast besonders prägnant. Es ist daher anzunehmen, dass die hellen Kontraste aus einem Kanteneffekt resultieren, wo die Sekundärelektronen im Vergleich zu einer ebenen Fläche stärker emittiert werden. Die Defekte am Interface wären somit auf lokale Delamination der dort zuvor angebundenen Partikel zurückzuführen. Dies wiederum deutet auf eine Art Verzug der Schicht in Richtung der Flamme im Zentrum infolge der thermischen Zyklierung hin, was mit der reduzierten Schichthöhe im Zentrum aus der topographischen Analyse übereinstimmen.

Beim Vergleich mit einer plangefrästen, harten Kavität vor der thermischen Zyklierung fällt auf, dass die Oberfläche keine Schichthöhenänderung im Ausmaß der Oberflächenwölbung aufweist (s. Anhang 10). An den 60°-Flanken sind bereits Defekte in Form von leichter Delamination erkennbar. Diese ziehen sich durch den gesamten Verlauf des Interface. Ein weiterer Vergleich mit einer *as-sprayed* Kavität aus hartem IN718-Material weist jedoch keine solchen Defekte auf. Vielmehr zeigt sich eine gute Anhaftung der IN718-Schicht auf dem harten Substrat. In Bezug auf die ausgebildeten Defekte am Interface der thermisch zyklerten Reparaturschichten lassen sich folgende potenzielle Ursachen identifizieren:

- Die per Hand durchgeführte Entfernung der Oxidschicht mittels Reinigungspapier war bei den drei Proben ungleichmäßig.
- Durch Planfräsen wurden Defekte am Interface induziert.
- Die thermische Zyklierung und damit einhergehende Phasenänderungen reduzieren die mechanische Integrität der Schicht.

In diesem Zusammenhang wurde die Porosität von der zyklierten Schicht untersucht. Diese weist keine signifikanten Unterschiede zu den nicht-zyklierten Reparaturschichten auf und liegt ebenfalls unter 2%. Die generell niedrige Porosität der in dieser Arbeit hergestellten IN718-Schichten erschweren hier eine klare Unterscheidung. Abgesehen von den vereinzelten Defekten am Interface zeigte die Mikrostruktur infolge der lokalen thermischen Belastung über 3000 Zyklen hinweg eine integre Reparaturschicht.

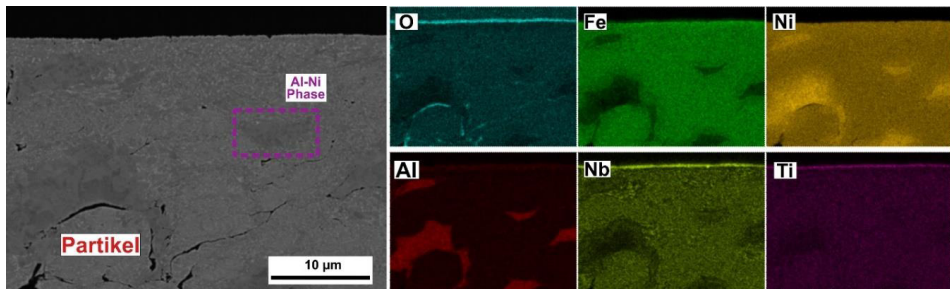


Abbildung 6-22: EDX-Analyse des oberflächennahen Bereichs der thermisch zyklierten Kavität.

Zusätzlich zur XRD-Analyse an der Oberfläche wurden EDX-Analysen im oberflächennahen Bereich der Mikrostruktur nach der Kavitätsflanke durchgeführt (s. **Abbildung 6-22**). Am oberen Schichtende ist eine etwa 1 µm große Oxidschicht zu erkennen mit großen Anteilen an Titan und Niob sowie kleineren Mengen an Nickel und Molybdän. Vergleichbare Resultate zeigten Ogawa und Seo für die Wärmebehandlung von IN738 [7]. Die Vorkommen von Nickel sowie Titan- und Eisenoxiden stimmen mit dem Oberflächen-XRD überein (M1). Auch um das einzelne Partikel im linken unteren Bildrand wurden Oxide detektiert. Weiter ist die „zerfaserte“ Al-Ni-Struktur zu erkennen, in denen mittels EDX jedoch weiterhin hauptsächlich Nickel und Aluminium detektiert wurden. Innerhalb der Schicht liegen die interdendritischen, mit Nb angereicherten Bereiche vor, wobei die restliche Schicht-Matrix hauptsächlich aus den in Kapitel 3.1.1 vorgestellten Elementen besteht und ebenfalls einen gewissen Anteil an Sauerstoff vorweist. Dies deutet wiederum auf eine großflächige, wenn auch nicht so stark wie an der Oberfläche ausgeprägte Oxidbildung hin. Für die Mikrostruktur der global wärmebehandelten Reparaturschicht im Ofen lagen bei Anfertigung dieser Arbeit noch keine Ergebnisse vor.

In der Zusammenfassung lässt sich festhalten, dass die Reparaturstelle in Form der Kavität, infolge einer thermischen zyklischen Wärmelast, über eine Dauer von eineinhalb Wochen in Form von 3000 Zyklen kein vollständiges Versagen der IN718-Schicht aufwies. Sowohl an der Oberfläche als auch am Interface waren vereinzelt defektbehaftete Bereiche

erkennbar. Eine signifikante Schichtdelamination konnte jedoch nicht festgestellt werden. Die charakteristischen Phasen innerhalb der Mikrostruktur unterlagen leichten Änderungen mit zusätzlicher Ausbildung von Oxiden. Es wird angenommen, dass sich die γ -Phase infolge der Wärmebehandlung teilweise in Form der δ -Phase ausscheidet. Die daraus resultierende, sinkende Kriechbeständigkeit ist ursächlich für Relaxationseffekten und damit verbundene Änderungen von Druck- in signifikante Zugeigenspannungen in der Schicht. Dies spiegelt sich auch im Verzug der Probe wieder. Dabei ist die in Kapitel 3.3.2 genannte Variation im Temperaturprofil des Teststandes zu beachten, welcher die Resultate ebenfalls beeinflussen kann. Eigenspannungstiefenverläufe über die gesamte Schicht mittels Neutronenbeugung waren diesem Zeitpunkt noch nicht verfügbar.

6.4 Gezielte Eigenspannungseinstellung in kaltgasgespritzten

Schichtverbundsystemen

In den vorangehenden Kapiteln konnte der Einfluss einer flussgeregelten Anlagenbetriebsart zur Reduzierung der hohen Druckeigenspannungen (heiße Parameter) auf flachen Substraten sowie an Reparatur-Kavitäten mittels verschiedener Analysemethoden nachgewiesen werden. Insbesondere die Gastemperatur ist anlagenseitig auf 1100 °C limitiert. Zudem kann in diesem Bereich sog. „*clogging*“ auftreten, wobei es aufgrund von Partikelanhaftung (lokales Aufschmelzen kleinerer Partikel) zum Verstopfen der Düse kommen kann. Um die KGS-typischen Druckeigenspannungen dennoch weiter zu reduzieren, wurden insbesondere anlagenseitige Parameter wie die Düsenverfahrensgeschwindigkeit oder die Partikelförderrate untersucht. Da die Kavitäts-Proben jedes Mal vergleichsweise aufwändig hergestellt werden müssen, erfolgte die Ermittlung der Eigenspannung für diese Experimente ausschließlich mittels der Krümmungsmethode (s. Kapitel 6.1.5). Ein Großteil der in diesem Kapitel vorgestellten Resultate basiert auf der entsprechenden Publikation [174].

6.4.1 Gezielte Einstellung von Zugeigenspannungen in kaltgasgespritzten Schichten

Im Rahmen eines ersten Experiments sollte zunächst evaluiert werden, ob sich der Wärmeeintrag der heißen Parameter durch eine Verringerung der Robotergeschwindigkeit und damit verbundene Verlängerung der Aufenthaltsdauer des warmen Gasstrahls noch weiter erhöhen lässt. Hier sei nochmals angemerkt, dass sich die Robotergeschwindigkeit auf die Geschwindigkeit bezieht, mit welcher der Roboter die Düse im Mäander über die Probenoberfläche verfährt. Zu diesem Zweck wurden die Biegeproben mit einer Wandstärke von 3,2 mm ausschließlich unter Verwendung des Standardparameters mit angepasster Robotergeschwindigkeit v_R , Zyklusanzahl z_{dep} sowie Partikelförderrate FR beschichtet.

Letztere ist durch die Drehzahl der Förderscheibe im Pulverbehälter definiert (s. Kapitel 3.1.2). Hierbei war das Ziel, die insgesamt aufgetragene Schichtdicke t_c möglichst konstant zu halten unter Berücksichtigung der Kombination aus anlagenseitigen Parametern.

In diesem Kapitel wird für die Standardparameter der Begriff „Langsam 0“ verwendet (s. Kapitel 3.1.2). Ein erster Vergleich umfasst zunächst eine stark verringerte Robotergeschwindigkeit „Langsam 4“, welche im Gegensatz zum Standard von 500 mm/s bei 62,5 mm/s liegt. Entsprechend wurde die Pulverfördertrate angepasst. Hierbei ist die minimstmögliche Rotationsgeschwindigkeit der Förderscheibe im Pulverförderer zu beachten (eine statt vier Umdrehungen pro Minute). Um nun noch die Schichtdicke mittels oben genannter Korrelation konstant zu halten, musste die Anzahl der Übergänge von acht auf vier halbiert werden.

Abbildung 6-23a zeigt die Oberflächenkontur beider Parameter mit zugehöriger Kreisnäherung für die Krümmungsabschätzung unter Verwendung der „Krümmungsprobe“ (125x25 mm). Beide Beschichtungsläufe resultierten in einer mittleren Schichthöhe von etwa 700 μm . Wie in Kapitel 6.1.5 erläutert verdeutlicht die positive z-Kontur zur Mitte der Probe hin eingebrachte Druckeigenspannungen ($\sigma_{ES,L0} \approx -111,89 \text{ MPa}$). Dagegen zeigt das mit Langsam 4 beschichtete Substrat nun eine gegenteilige Oberflächenkontur mit negativem z-Wert im Zentrum. Diese Deformation hin zum Halter resultiert aus den in die Schicht induzierten Zugeigenspannungen, was sich anhand der quantitativen Berechnung mittels Stoney-Gleichung bestätigte ($\sigma_{ES,L4} \approx 365,29 \text{ MPa}$).

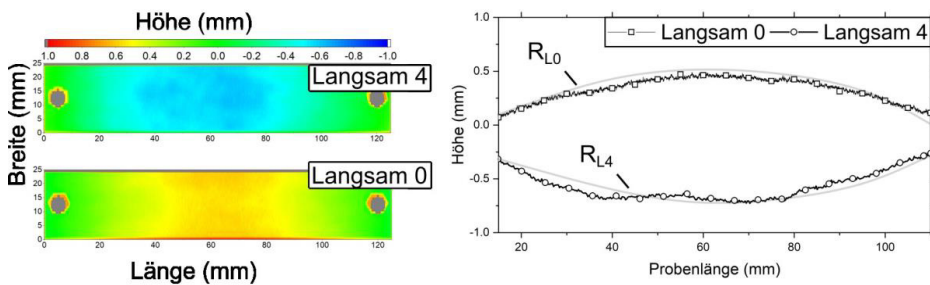


Abbildung 6-23: Kontur der Krümmungsprobe bei Langsam 0 und Langsam 4 (a). Die Darstellung der im Zentrum extrahierten Probenkrümmung schließt vor den Bohrlöchern ab (b).

Insgesamt zeigen die ersten Experimente einen Umschwung von den charakteristischen Druckeigenspannungen in KGS hin zu Zugeigenspannungen bei signifikant langsamerer Robotergeschwindigkeit. Da die Gastemperatur und damit die Partikeltemperatur bei beiden Experimenten konstant war, ist nicht anzunehmen, dass der verringerte bzw. geänderte

(Druck-)Eigenspannungszustand aus einer erhöhten Partikeltemperatur resultiert (s. Kapitel 6.1.4). Des Weiteren wurde eine Erhöhung der Substrattemperatur infolge des heißen Parameters beobachtet. Diese Werte werden im Rahmen der Eigenspannungsberechnung vorgestellt. Im Fall der langsamen Robotergeschwindigkeit bedingt die verlängerte Verweildauer des heißen Gasstroms am lokalen Spritzfleck ebenfalls eine erhöhte lokale Temperatur. In Annäherung an den *Quenching*-Effekt (s. Kapitel 2.3.2.2) können sich in ähnlicher Art und Weise Abschreckeigenspannungen mit Zugeigenspannungscharakter beim Ausbalancieren des entstehenden Temperaturgradienten einstellen. Anhand der ersten Experimente ist dieser Gradient offenbar groß genug, um Zugeigenspannungen in der Schicht zu induzieren, welche die in KGS typischen Druckeigenspannungen mehr als kompensieren.

In der Literatur finden sich Simulationsansätze zur Quantifizierung der Wärmeübertragung des Gasstrahls [196] sowie zur Entwicklung möglicher Zugeigenspannungen in KGS [26], [119]. Dabei wird der Wärmeübertrag der auftreffenden Partikel häufig qualitativ berücksichtigt. Im folgenden Kapitel soll dies in Form eines quantitativen, analytischen Modellierungsansatzes vor dem Hintergrund des ausgebildeten Eigenspannungszustands infolge variabler Robotergeschwindigkeiten erfolgen.

6.4.2 Modellierung der Eigenspannung in Kaltgasschichten

Angelehnt an die Ergebnisse für eine variable Robotergeschwindigkeit im vorherigen Kapitel wurden Experimente mit weiteren Geschwindigkeiten durchgeführt. Deren Ergebnisse dienen zur Validation des Modells, um möglichst viele Spannungszustände abzubilden. Wie in Kapitel 2.3.2 erläutert setzt sich der finale Eigenspannungszustand im thermischen Spritzen aus PS, QS und TS zusammen. Die beim Partikelaufrall eingebrachten PS sind dominant und werden in diesem Modell über einen Schätzwert auf der Grundlage der Literatur [13] sowie mittleren Spannungswerten aus den experimentell ermittelten Tiefenverläufen in dieser Arbeit berücksichtigt. TS wurden aufgrund der nahezu identischen Materialien für Schicht und Substrat vernachlässigt. QS referenzieren im Bereich des thermischen Spritzens typischerweise auf geschmolzene Partikel. Da dies in KGS infolge des angenommenen Bindungsmodells (s. Kapitel 2.2.2) nicht der Fall ist, aber trotzdem ein thermischer Gradient in der Aufprallzone verbunden mit Zugeigenspannungen erwartbar ist, wurde ein alternativer Begriff eingeführt, die sog. „*Thermal Deposition Stresses*“ (TDS, [174]). Damit ist das Ziel dieses Modells, eine zu T_m in **Formel 2-13** vergleichbare lokale Temperatur zu ermitteln.

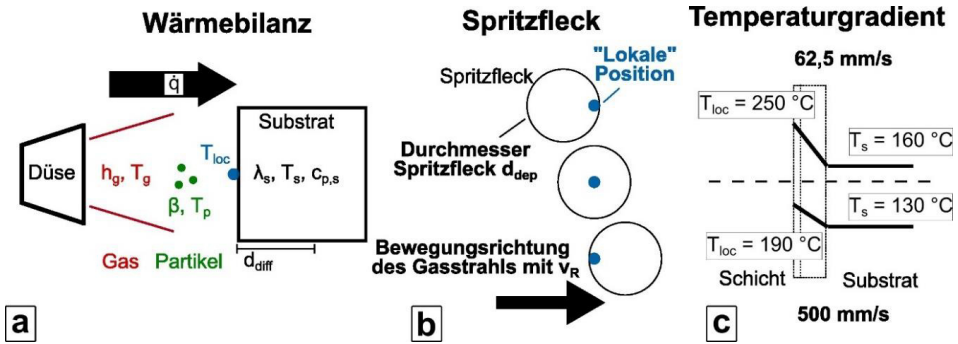


Abbildung 6-24: Bilanz aus eingebrachter Wärme von Gas und Partikeln sowie Wärmesenke am Substratmaterial (a) [174]. Das Modell fokussiert den Bereich vom auftreffendem Gasstrahl an einer definierten Substratposition (b) und den beim Wegfahren des Gasstrahls resultierenden Temperaturgradienten (c).

In dem Modell bewirkt der Kontakt eines mit erhitzten Partikeln beladenen Heißgasstrahls (Wärmequelle) eine Wärmeübertragung auf das Substrat (Wärmesenke). Die sich daraus ergebende Wärmebilanz in der Aufprallzone wird durch das Temperaturniveau und die Menge der emittierten oder absorbierten Wärme bestimmt (s. **Abbildung 6-24a**). Die Wärmestrahlung wurde bei diesem analytischen Modell vernachlässigt. Für die Wechselwirkung zwischen Gasstrom und Substrat wurde ein konvektiver Wärmeübergang angenommen (s. **Formel 6-1**). Die Wärmeübertragung zwischen den abgeschiedenen Partikeln und dem Substrat hängt von der Differenz zwischen der Partikeltemperatur und der lokalen Temperatur ab (s. **Formel 6-2**). Für das Substrat wird die Festkörperwärmeleitung nach dem Fourier'schen Gesetz angenommen (s. **Formel 6-3**). Die maßgeblichen Gleichungen für den jeweiligen Wärmeeintrag lauten daher wie folgt :

$$\dot{q}_g = h_g(T_g - T_{loc}) \quad \text{Formel 6-1}$$

$$\dot{q}_p = \beta(T_p - T_{loc}) \quad \text{Formel 6-2}$$

$$\dot{q}_s = \frac{\lambda_s}{d_{diff}}(T_{loc} - T_s) \quad \text{Formel 6-3}$$

wobei $\dot{q}_{(.)}$ den spezifischen Wärmestrom für Gas (g), Partikel (p) und Substrat (s) beschreibt. Dieselben Indizes werden für die Temperaturen $T_{(.)}$ verwendet. Zusätzlich beschreibt T_{loc} die lokale Temperatur, welche sich infolge des Partikeleinschlags und Fortbewegens der Düse einstellt. Die Substrattemperatur entspricht der Temperatur, welche auf der Rückseite der Probe mittels Thermoelementen gemessen wird. Weitere Abkürzungen sind der Wärmeübergangskoeffizient des Gases (h_g), die Wärmeleitfähigkeit des Substrats (λ_s) und

die Diffusionslänge (d_{diff}). Der Wärmeeintrag der Partikel wird durch den Parameter β beschrieben und im Folgenden erläutert [174].

Im Vergleich zum Wärmeeintrag des Gases existiert für den der Partikel aufgrund der komplexen Einschlagscharakteristik kein simpler Ausdruck für den Wärmeübergang. Im Gegensatz zur Berechnung der *Quenching Stresses* wird in diesem anstelle einzelner Partikel das gesamte Schichtvolumen berücksichtigt. Dies betrifft sowohl Anzahl der Übergänge, Mäanderbreite und Spritzfleckgröße als auch Materialparameter. Die eingebrachte Energie β_{en} im Schichtvolumen kann über deren Dichte ρ_c , Wärmekapazität $c_{p,c}$ sowie jeweiliger Höhe t_c ermittelt werden:

$$\beta_{\text{en}} = \rho_c c_{p,c} t_c \quad \text{Formel 6-4}$$

Für den Wärmeübergang steht pro Übergang die Zeit zur Verfügung, in welcher die Düse einen beliebigen Punkt auf dem Substrat passiert und die durch das Verhältnis aus Spritzfleckgröße d_{dep} und Robotergeschwindigkeit v_R beschrieben wird (s. **Abbildung 6-24b**). Zudem ist die Wärmeübergangszone am Spritzfleck von der Breite des Spritzmäanders b_{dep} abhängig. Unter Berücksichtigung der jeweiligen Anzahl an Übergängen z_{dep} ergibt sich damit der Wärmeeintrag der Partikel β wie folgt:

$$\beta = \frac{\rho_c c_{p,c} t_c}{\frac{d_{\text{dep}}}{b_{\text{dep}}} z \frac{d_{\text{dep}}}{v_r}} = \frac{\rho_c c_{p,c} b_{\text{dep}}}{d_{\text{dep}}^2} * \frac{v_R t_c}{z_{\text{dep}}} \quad \text{Formel 6-5}$$

$$\beta_0 = \frac{\rho_c c_{p,c} b_{\text{dep}}}{d_{\text{dep}}^2} \quad \text{Formel 6-6}$$

wobei β_0 zur besseren Übersichtlichkeit einen Vorfaktor darstellt. Diese stark vereinfachte Modellierung des Partikelwärmeübergangs berücksichtigt nicht wesentliche Charakteristika wie Deformation oder Umwandlung von thermischer in kinetische Energie beim Aufprall. Wie in den Ergebnissen im nächsten Kapitel einsehbar, hat sich diese Überlegung jedoch als valide herausgestellt und benötigt im Gegenzug keine aufwändige Simulation [71], [73], [77].

Das Ausmaß der Wärmesenke im Substrat ist abhängig von den jeweiligen Materialeigenschaften. Anhand der charakteristischen Parameter des Substrats können die bereits erläuterte Distanz der Wärmediffusion ins Substrat (**Formel 6-7**), der Diffusionskoeffizient D_{diff} (**Formel 6-8**) sowie die Effusivität e_s (**Formel 6-9**) ermittelt werden:

$$d_{diff} \sim 2\sqrt{D_{diff}\tau_{diff}} \quad \text{Formel 6-7}$$

$$D_{diff} = \frac{\lambda_s}{\rho_s c_{p,s}} \quad \text{Formel 6-8}$$

$$e_s = \sqrt{\lambda_s \rho_s c_{p,s}} \quad \text{Formel 6-9}$$

wobei ρ_s und $c_{p,s}$ jeweils die Dichte und Wärmekapazität des Substrats beschreiben.

Zusammen mit der für die Wärmediffusion zur Verfügung stehenden Zeit τ_{diff} , direkt abgeschätzt aus dem Verhältnis von Robotergeschwindigkeit und Spritzfleckgröße, kann der Vorfaktor für die Wärmebilanz in **Formel 6-3** umformuliert werden. Die Bilanz aus Wärmeeintrag (Gas und Partikel) und Wärmesenke (Substrat) am Aufprallpunkt (**Formel 6-1** + **Formel 6-2** = **Formel 6-3**) ergibt nach entsprechender Umstellung die sich einstellende, lokale Temperatur T_{loc} :

$$T_{loc} = \frac{h_g T_g + \beta T_p + \frac{e}{2\sqrt{\tau_{diff}}} T_s}{h_g + \beta + \frac{e}{2\sqrt{\tau_{diff}}}} \quad \text{Formel 6-10}$$

Die sich nach dem Fortfahren des Roboters am Spot einstellende lokale Temperatur der Beschichtung wird durch die vorliegende Substrattemperatur ausbalanciert (s. **Abbildung 6-24c**). Diese entspricht weiterhin der rückseitig am Substrat durch den ICP Sensor gemessenen Temperatur. Gas- und Partikeltemperatur können über die Simulation in Kapitel 6.1.3 abgeschätzt werden. Durch das Ausbalancieren dieses Temperaturgradienten zwischen Schicht und Substrat stellen sich mit dem Abschrecken einzelner Partikel verwandte Zugeigenspannungen, TDS, innerhalb der Beschichtung ein. Damit kann **Formel 2-13** wie folgt umformuliert werden:

$$\sigma_{TDS} = \frac{E_c}{1 - \nu_c} \alpha_c (T_{loc} - T_s) \quad \text{Formel 6-11}$$

Von diesen TDS wird angenommen, dass diese die initial durch den Partikeleinschlag eingebrachten Druckeigenspannungen bis zu einem gewissen Anteil kompensieren. Anhand der experimentell ermittelten Eigenspannungstiefenverläufe aus vorherigen Studien [13], [127] und Ergebnissen dieser Arbeit (s. Kapitel 6.1.3) wurde ein charakteristischer Wert von -270 MPa angenommen. Aus deren Superposition ergibt sich der finale Eigenspannungswert $\sigma_{ES,Model}$:

$$\sigma_{ES,Model} = \sigma_p + \sigma_{TDS} \quad \text{Formel 6-12}$$

wobei σ_p die über den Peening-Effekt eingebrachten Druckeigenspannungen beschreibt.

Dieses Modell ermöglicht eine analytische Abschätzung des in der Aufprallzone entstehenden Temperaturgradienten und damit verbundenen Eigenspannungen in KGS-Schichten in Abhängigkeit von Anlagen- und Materialparametern. In Bezug auf die Ergebnisse aus Kapitel 6.4.1 zeigt das Modell auch quantitativ den erwarteten höheren Wärmeeintrag für Langsam 4. Im nächsten Kapitel erfolgten weitere Experimente bei variabler Robotergeschwindigkeit, um das Modell mit einer ausreichenden Datenmenge zu validieren.

6.4.3 Validierung des Modells über eine variable Robotergeschwindigkeit

Für die Ermittlung von Eigenspannung bei variabler Robotergeschwindigkeit wurde das gleiche Setup wie in Kapitel 6.1.5 angewendet. Die Krümmungsmessung erfolgt nun *in-situ* mittels ICP-Sensor. Dies bedeutet für diese Versuchsreihe im Vergleich zu den vereinfachten Biegeproben einen erhöhten Aufwand, bietet aber eine akkuratere Darstellung der Krümmung infolge von Beschichtung und Abkühlen. Alle verwendeten Substrate wiesen die gleiche Wandstärke von 3,2 mm auf und unterlagen keiner Vorkrümmung. Die Anzahl der Vorheizzyklen wurde entsprechend der jeweiligen Robotergeschwindigkeit angepasst. In **Abbildung 6-25** sind Krümmung und Substrattemperatur für die jeweilige Robotergeschwindigkeit aufgetragen (s. Kapitel 3.1.2).

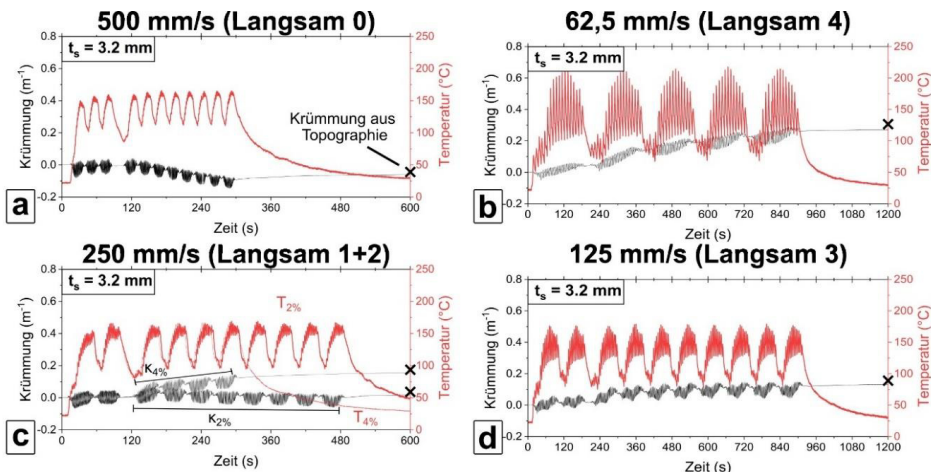


Abbildung 6-25: Krümmung und Temperatur aufgetragen über die Beschichtungsdauer für die Geschwindigkeitsvariation. Zusätzlich ist jeweils die nach der Beschichtung ermittelte Krümmung in Form eines Kreuzes dargestellt. Für 250 mm/s wurden zwei Pulverfördererraten angewendet (c).

Zunächst ist festzuhalten, dass alle Beschichtungen bei geringer Abweichung eine Höhe von $740 \pm 20 \mu\text{m}$ erreicht haben. Das Ergebnis aus **Abbildung 6-25a** ist identisch mit dem aus

Kapitel 6.1.5, wobei noch zusätzlich das jeweilige Ergebnis aus der topographischen Krümmungsmessung beigelegt ist. Letzteres stimmt in allen Fällen mit der durch den ICP-Sensor ausgegebenen finalen Krümmung überein. In keinem Fall führten die Vorheizzyklen zu einer ausgeprägten, bleibenden Deformation der Substrate. Auch infolge des ersten Partikelaufrags ergab sich keine permanente Krümmungsänderung. Insgesamt zeigte sich auch ein geringes Rauschen innerhalb der einzelnen Peaks, was auf eine geringe Bewegung der Substrate durch den Gasstrahl hindeutet.

Die in-situ Krümmung für Langsam 4 (62,5 mm/s) in **Abbildung 6-25b** zeigt einen deutlich positiven Trend aufgrund der induzierten Zugeigenspannungen mit breiteren Peaks infolge der längeren Beschichtungsdauer pro Mäanderübergang. Auch auf der Rückseite des Substrats wurde eine deutlich höhere Temperatur gemessen, die etwa 30 K über der von Langsam 0 liegt. Wie zuvor dargelegt, resultiert die längere Verweilzeit des Heißgasstrahls in einer erhöhten Wärmezufuhr, was einen Anstieg des thermischen Gradienten zur Folge hat. Dieser ist mit einem Anstieg der Zugeigenspannungen verbunden, wie er auch im analytischen Modell des vorherigen Kapitels beschrieben wurde. Diese überkompensieren die durch den Partikelaufrall eingebrachten Druckeigenspannungen. Es ist ersichtlich, dass die im Vergleich dazu auftretenden thermischen Spannungen während der Abkühlperiode infolge des nahezu identischen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Schicht und Substrat sehr gering sind (s. **Formel 2-14**).

Insgesamt ist anhand der sukzessive abnehmenden Robotergeschwindigkeit die Korrelation von ausgebildeter Krümmung und Substrattemperatur zu erkennen. War die Krümmungsänderung bei der schnellsten Geschwindigkeit noch negativ ist diese bei Langsam 1 (250 mm/s) in **Abbildung 6-25c** nahezu nicht vorhanden, was für eine Kompensation der Druckeigenspannungen durch die induzierten Zugeigenspannungen spricht. Dagegen ist die Krümmungsänderung bei Langsam 3 (125 mm/s) in **Abbildung 6-25d** bereits ins Positive umgeschlagen und weist wie Langsam 4 damit ebenfalls Zugspannungscharakter auf. Im Rahmen eines zusätzlichen Experiments bei 250 mm/s (Langsam 2) konnten die Roboterparameter zudem so angepasst werden, dass pro Übergang im Verhältnis die doppelte Pulvermenge abgeschieden wurde. Bei entsprechend halbiertes (4 statt 8) Zyklusanzahl lag die Schichtdicke im Bereich der anderen Experimente. Im Vergleich zu der niedrigen Förderrate zeigt die Krümmung nun ebenfalls Zugeigenspannungscharakter auf. Daraus folgt, dass die erhöhte Partikeldichte pro Übergang zu einem höheren Wärmeeintrag und damit einem größeren Temperaturgradienten führt.

6.4.4 Eigenspannungen aus Krümmungs- und inkrementeller Bohrlochmethode

Mit den Daten der *in-situ* Krümmungsanalyse können die während der Beschichtung induzierten Eigenspannungen an den Biegeproben bestimmt werden ($\sigma_{ES,ICP}$). Dies wurde auch für deren topographische Auswertung durchgeführt ($\sigma_{ES,opt}$). Die Parametervariation aus dem vorherigen Kapitel wurde auch für die Krümmungsproben durchgeführt und ausschließlich topographisch ausgewertet ($\sigma_{ES,Kr}$). Den Experimenten stehen die modellierten Eigenspannungen aus dem Modell ($\sigma_{ES,Model}$) gegenüber. **Abbildung 6-26a** zeigt die ermittelten Eigenspannungen in Abhängigkeit von der jeweiligen Robotergeschwindigkeit.

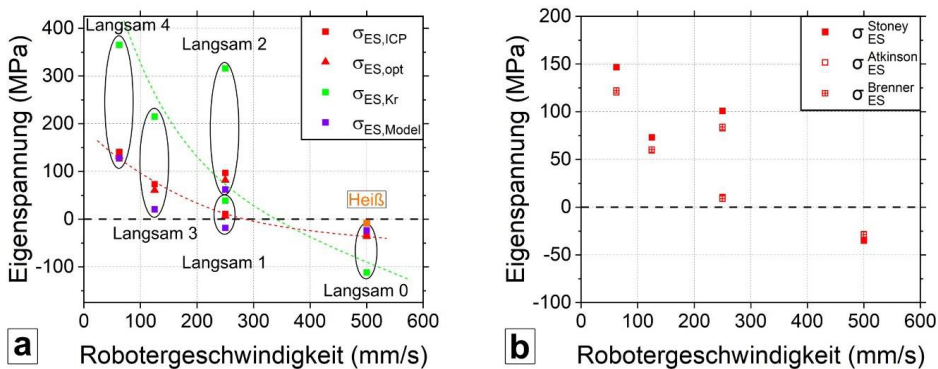


Abbildung 6-26: Die mittels Stoney-Gleichung berechnete Eigenspannung ist über die jeweilige Robotergeschwindigkeit aufgetragen (a, Darstellung und Übersetzung nach [174], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>). Dargestellt sind die ICP-Biegung (rote Quadrate) mit der topographischen Auswertung (rote Dreiecke), die Krümmungsproben (grüne Quadrate) und die Ergebnisse des analytischen Modells (lila Quadrate). Zusätzlich ist bei 500 mm/s das ICP-Ergebnis des heißen Parameters dargestellt. Modifikationen der Stoney-Gleichung, welche die Steifigkeit der (dicken) Schicht berücksichtigen, wurden ausschließlich als Vergleich für die ICP-Ergebnisse eingefügt (b).

Insgesamt lag die Schichthöhe sowohl für Krümmungs- als auch für Biegeexperimente im Bereich von etwa $700 \pm 23 \mu\text{m}$. Im Rahmen dieser Arbeit wurde ausschließlich die Näherung nach Stoney verwendet (s. **Formel 2-18**). zu entnehmen. Aufgrund der ursächlichen Entwicklung für sehr dünne PVD-Schichten vernachlässigt diese Abschätzung die Steifigkeit der Schicht (s. Kapitel 2.3.3.3). Wie dort ebenfalls erläutert, existieren modifizierte Versionen, welche den daraus resultierenden Fehler für dickere Schichten berücksichtigen [151]. Bei Anwendung dieser modifizierten Stoney-Gleichungen auf die Ergebnisse aus Kapitel 6.4.3 zeigte sich, dass die dort verwendeten Abschätzungen den Trend in absoluten Werten bestätigen und nur geringe Abweichungen über die einzelnen Robotergeschwindigkeiten aufweisen (s. **Abbildung 6-26b**). Auf dieser Basis wurde die Stoney-Gleichung für alle Untersuchungen mittels Krümmungsmethode angewendet.

Wie im vorherigen Kapitel gezeigt, wurden auch die *in-situ* gemessenen ICP-Proben zusätzlich einer topographischen Krümmungsmessung unterzogen. Deren Eigenspannungen decken sich mit den Ergebnissen der ICP-Messung [174]. Dies ist darauf zurückzuführen, dass der erste Beschichtungsübergang keine permanente Krümmung induziert und vernachlässigbare thermische Eigenspannungen beim Abkühlen auftreten.

Die Druckeigenspannung sinkt mit abnehmender Robotergeschwindigkeit und schlägt in zunehmendem Ausmaß in Zugeigenspannungen um. Die exponentielle Trendlinie orientiert sich an der Versuchsreihe mit gleicher Pulverbeladung pro Übergang. Hier sei angemerkt, dass diese für 62,5 mm/s trotzdem erhöht werden musste, da eine entsprechend niedrige Rotationsgeschwindigkeit der Förderscheibe keinen konstanten Pulveraustrag ermöglicht. Zum Vergleich ist auch finale Eigenspannungswert des heißen Parameters aus Kapitel 6.4.3 dargestellt mit verringerten Druckeigenspannungen im Vergleich zum Standard (Langsam 0). Bei 250 mm/s deutet die *in-situ* Krümmungsmessung auf einen spannungsfreien Zustand hin. Langsam 3 mit der relativ erhöhten Pulverförderrate pro Übergang resultierte bei gleicher finaler Schichthöhe in sichtbar höheren Zugeigenspannungen.

Die experimentellen Ergebnisse stehen in guter Übereinstimmung mit den Vorhersagen des analytischen Modells aus Kapitel 6.4.2 (lila Quadrate). Die dargestellten Eigenspannungen sind das Ergebnis der Superposition aus TDS und PS, eingesetzt in **Formel 6-12**, mit den Parametern aus der referenzierten Veröffentlichung (s. Anhang 8). Insbesondere der errechnete Zugeigenspannungsanteil aus dem thermischen Gradienten korreliert in hohem Maß mit den Krümmungswerten aus den Experimenten. Das Modell reproduziert auch die Eigenspannung durch eine erhöhte Partikelförderrate. Hier ist die lokale Aufheizung der Aufprallzone noch signifikanter aufgrund der erhöhten Partikelbeladung pro Übergang, was sich in einem höheren thermischen Gradienten und damit verbundenen, höheren Zugeigenspannungen trotz vergleichsweise „schneller“ Robotergeschwindigkeit niederschlägt. Auch dies spiegelt sich sowohl in den experimentellen als auch modellierten Resultaten wieder. Die in dieser Versuchsreihe erzielten Resultate sind in **Tabelle 6-3** zusammengefasst. Diese stellt die in der vorigen Abbildung dargestellten Eigenspannungen numerisch dar. Zudem sind die mittels Pyrometer gemessene Oberflächentemperatur T_O , die am ICP-Sensor gemessene Substrattemperatur T_s und die modellierte lokale Temperatur T_{loc} gelistet. Da für das Modell ausschließlich die Daten der ICP-Proben verwendet wurden ist auch nur deren jeweilige Schichtdicke t_c angegeben. Es sei angemerkt, dass sowohl Krümmungs- als auch Biegeproben in guter

Übereinstimmung mit den bisherigen Resultaten eine Porosität von unter 2% bei guter Schichtanhaftung aufwiesen. Die Mikrostruktur wurde repräsentativ am Interface für Langsam 0 und Langsam 4 aus der zugehörigen Studie entnommen (s. Anhang 8).

Tabelle 6-3: Eigenspannungen, Temperaturen und Schichtdicken für die fünf Roboterparameter nach [174].

Parameter [mm/s]	$\sigma_{ES,ICP}$ [MPa]	$\sigma_{ES,opt}$ [MPa]	$\sigma_{ES,Model}$ [MPa]	$\sigma_{ES,Kr}$ [MPa]	T_o [K]	T_s [K]	T_{loc} [K]	t_c [mm]
Langsam 0	-35.1	-43.67	-23,77	-111.89	593,15	403,15	460,71	0,760
Langsam 1	10.8	8.11	-18,36	38,74	633,15	413,15	516,58	0,755
Langsam 2	96.9	101.04	61,98	315,77	663,15	413,15	485,96	0,716
Langsam 3	73.2	74.80	20,46	214,71	703,15	423,15	469,94	0,767
Langsam 4	140.8	162.28	127,39	365,29	773,15	433,15	488,29	0,715

Insgesamt ist über alle ineinander abgeschlossenen Messreihen ein exponentieller Trend ersichtlich. Dieser tritt auch für die Eigenspannungen von kleineren Krümmungsproben (grüne Quadrate) auf, wo die gleiche Versuchsreihe durchgeführt wurde. Abgesehen von Langsam 1, wo ein nahezu spannungsfreier Zustand vorliegt, liegen die Eigenspannungswerte der Krümmungsprobe deutlich über denen der ICP-Proben. Bei beiden Geometrien wurden jeweils die gleichen Beschichtungsparameter verwendet. Unter der Annahme von vergleichbarer Schichthöhe ($690 \pm 30 \mu\text{m}$) und Substratdicke wird damit die gleiche Energie in die Schicht eingebracht werden. Da beschichtungsseitig keine Unterschiede vorlagen, ist anzunehmen, dass dieser Einfluss von der Geometrie herrührt. Die Biegesteifigkeit beider Bleche als Produkt aus E-Modul und Flächenträgheitsmoment ist gleich groß, da Substratdicke und -breite nahezu identisch bei Verwendung gleichen Materials sind. Die Krümmungsprobe als kürzeres Blech weist beim Einbringen der gleichen Eigenspannung eine stärker sichtbare Verformung auf. Dies spiegelt sich in einem kleineren Krümmungsradius R und damit einer größeren Krümmung κ wieder. Daraus folgt wiederum, dass die Krümmungsmessung stark von der Geometrie abhängt, was die Abschätzung nach Stoney nicht explizit berücksichtigt. Die vorgegebenen Dimensionen der ICP-Proben dienen dem Herausbilden einer messbaren Krümmung in eine Richtung, welche sich insbesondere für die Untersuchung von Parametervariation eignen. Der ermittelte Eigenspannungszustand muss daher sowohl unter diesem Aspekt als auch der Annahme eines „universellen“ Spannungszustandes über die gesamte Probe hinweg betrachtet werden. Hier bietet sich der Vergleich mit einer weiteren Methode an, wie im weiteren Verlauf des Kapitels gezeigt.

Neben den dargelegten Aspekten der Krümmungsmethode müssen alle Substrate unbedingt auf initiale Krümmung untersucht werden, welche nachträglich von der ausgebildeten Krümmung abgezogen wird. Dies war bei den Krümmungsproben der Fall.

Der ICP-Sensor geht durch initiales Tarieren immer von einer ungekrümmten Probe aus, auch wenn dies tatsächlich nicht der Fall wäre. In der Versuchsreihe entspricht die topographische Krümmung der *in-situ* gemessenen. Daher ist davon auszugehen, dass bei den Biegeblechen eine vernachlässigbare initiale Krümmung vorlag.

Ein dem ICP-Sensor vergleichbarer Aufbau mit Federelementen und Lasermessung konnte für den eigenen Versuchsaufbau für die Krümmungsproben nicht realisiert werden. Die sich während der Beschichtung ausbildende Krümmung kann damit bei falscher Justierung durch die relativ steife Verschraubung behindert werden. Zudem muss letztere mit ausreichend Abstand erfolgen. Hier kann es auch zur Mitbeschichtung der Schrauben kommen, was die Probenentnahme erschwert. Dies ist beim ICP-Sensor durch den flexiblen Aufbau in der Regel nicht der Fall. Aufgrund der übereinstimmenden Eigenspannungstrends über die Robotergeschwindigkeit ist daher insgesamt von einem korrekten Versuchsaufbau für die Krümmungsproben auszugehen.

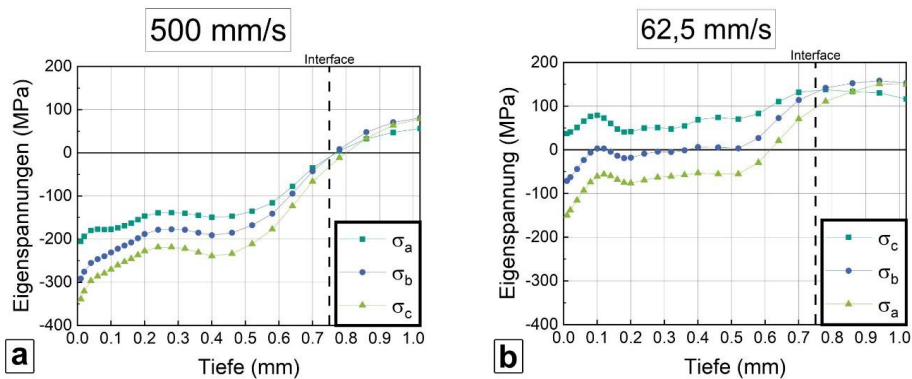


Abbildung 6-27: Eigenspannungstiefenverläufe der inkrementellen Bohrlochmethode für Langsam 0 (500 mm/s, a) und Langsam 4 (62,5 mm/s, b), ermittelt durch den Projektpartner KIT. Die Messrichtung σ_c entspricht dem Roboterverfahrenweg [87].

Als weitere Vergleichsmethode wurden Eigenspannungsanalysen mittels der inkrementellen Bohrlochmethode am KIT durchgeführt. Da die Dehnungen in den Biegeproben bereits in Form von Biegung vorliegt, wurden hierfür repräsentativ IN718-Rechtecksubstrate (40x40x3 mm, s. Kapitel 3.2.1) vollständig mit Langsam 0 und Langsam 4 beschichtet. Die Tiefenmessung der Eigenspannung erfolgte im Zentrum und wie in **Abbildung 6-27** dargestellt bis zu einer Tiefe von 1 mm. Die Schichthöhe lag in guter Übereinstimmung zu der von Krümmungs- und ICP-Proben bei $740 \pm 20 \mu\text{m}$. Die Auswertung der Messrichtungen erfolgte in Übereinstimmung mit den Angaben in Kapitel 6.1.3.

In beiden Fällen zeigt sich analog zu den dort gezeigten Tiefenverläufen ein übereinstimmender Verlauf in alle drei gemessene Richtungen. Die ausgelösten Dehnungen im oberflächennahen Bereich von Langsam 0 in **Abbildung 6-27a** entsprechen offensichtlich Druckeigenspannungen, welche in Richtung des Interface weiter abnehmen und im Substrat durch Zugeigenspannungen kompensiert werden. Die über den Schichtverlauf ermittelten Druckeigenspannungen stimmen mit den Ergebnissen der *in-situ* Krümmung überein. Eine ähnliche Übereinstimmung ist für Langsam 4 in **Abbildung 6-27b** dargestellt. Hier liegen die ausgelösten Dehnungen zunächst im spannungsfreien bis leicht druckbehafteten Bereich vor. Im weiteren Tiefenverlauf nimmt die Zugeigenspannung immer weiter zu. Insgesamt kann auf dieser Basis ein Zugeigenspannungszustand über die Schicht angenommen werden, was mit den zugehörigen *in-situ* Krümmungsergebnissen übereinstimmt. Bei beiden Parameter ist zu beachten, dass eine zu der Krümmungsmethode unterschiedliche Probengeometrie vorliegt, welche durch ihre Dimension den Eigenspannungszustand möglicherweise beeinflussen können. Die Krümmungs- und Biegeproben wurden nicht mittels inkrementeller Bohrlochmethode analysiert, da diese zu groß für die Vorrichtung waren und bei entsprechender Segmentierung der Eigenspannungszustand verfälscht worden wäre.

Insgesamt lässt sich zusammenfassen, dass die gezielte Einstellung von Eigenspannung mittels spezifizierten Spritzparametern in kaltgasgespritzten Schichten möglich ist. Dies zeigen die übereinstimmenden Ergebnisse aus unterschiedlichen Verfahren wie Krümmungsmessung sowie inkrementeller Bohrlochmethode. Zusätzlich konnte dies mit Berechnungen mittels eines eigens entwickelten, analytischen Modells untermauert werden.

6.5 Spritzfleck und Eigenspannungen verschiedener Düsengeometrien

Da sich Kaltgasspritzen auch für die additive Fertigung eignet (engl.: *cold spray additive manufacturing*, CSAM) ist insbesondere der Durchmesser des resultierenden Spritzflecks von Interesse, um möglichst feine und endkonturnahe Profile zu erzeugen. In diesem Kapitel soll das Simulationsmodell in ANSYS verwendet werden, um die Gas- und Partikeldaten für drei kommerziell verfügbare Düsenmodelle (s. Kapitel 5.1) mit dem resultierenden Spritzfleck sowie Eigenspannungen zu korrelieren. Zudem wird ein methodisches Vorgehen gezeigt, um volumetrische Spritzprofile aus der CFD-Simulation mit experimentellen Ergebnissen zu vergleichen. Die hier vorgestellten Resultate basieren auf der zugehörigen Publikation [181].

6.5.1 Einfluss der Düsengeometrien auf den Spritzfleck

Das Simulationsmodell wurde in Kapitel 6.1.3 validiert und für diese Versuchsreihe an die geometrischen Dimensionen der drei Düsen Out1, Out2 und Out4 angepasst (s. Kapitel 5.1). Für alle drei Düsen wurden Linienprofile und sog. Spritzkegel abgeschieden (s. Anhang 13). Die Beschichtung von IN718-Pulver auf polierten Edelstahlsubstraten erfolgte unter Standardparametern.

Das grundlegende Vorgehen ist in **Abbildung 6-28** unter Anwendung von Out1 dargestellt. Zunächst wurden die Oberflächendaten sowohl vom Linienprofil als auch vom Spritzkegel mittels Weißlichttopographie vermessen (s. **Abbildung 6-28a**). Anhand dieser kann mittels Gauß-Näherung ein Querschnittprofil des Spritzflecks extrahiert werden:

$$y = y_0 + Amp * \exp\left(-\frac{(x - x_0)^2}{2w^2}\right) \quad \text{Formel 6-13}$$

wobei y_0 und x_0 der Versatz in vertikaler und horizontaler Richtung, Amp die Amplitude und w die Breite der Anpassungskurve beschreiben. Der Partikelstrahl beinhaltet auch viele kleinere Partikel, welche infolge der hohen Gasgeschwindigkeiten radial abgelenkt werden. Diese sind beispielsweise in der Mikrostruktur am Randbereich erkennbar und erschweren die klare Identifikation von „verstreuten“ und tatsächlich zur Schicht beitragenden Partikeln. In einer Studie von Sova et al. [12] unter Verwendung einer Maskierung für die Verkleinerung des resultierenden Spritzprofils trat dieser Bereich besonders prägnant auf. Um diesen „überschüssigen“ Bereich vom „Hauptprofil“ abzugrenzen wurde ein Schwellwert festgelegt, welcher 5% der maximalen Gauß-Profilhöhe beträgt (s. **Abbildung 6-28b**). In dem vorliegenden Experiment resultiert aus dem Schnittpunkt von Schwellwert und Profil eine Profilbreite von etwa 8,4 mm (s. **Abbildung 6-28c**). Wie im zugehörigen Spritzkegel erkennbar (s. Anhang 13) ist auch das experimentelle Profil rund, sodass die extrahierte Profilbreite direkt in ein idealisiertes Kreisprofil überführt wurde.

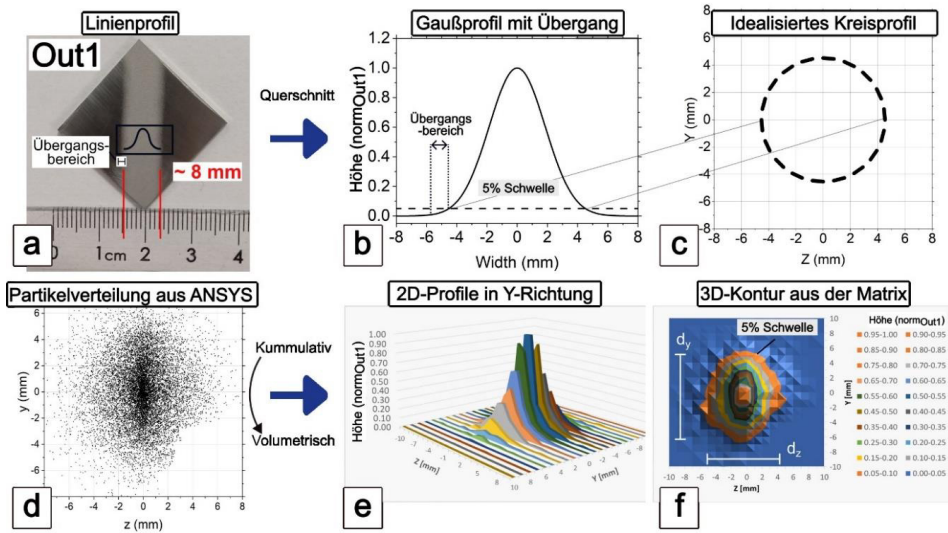


Abbildung 6-28: Vorgehen zur Extrahierung der jeweiligen Spritzprofile aus den Experimenten und der CFD-Simulation. Darstellung und Übersetzung nach [181], veröffentlicht unter CC BY 4.0. <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

Um das Spritzprofil in ANSYS zu simulieren wurden Partikel mit entsprechender Größenverteilung injiziert (s. Kapitel 5.2). An der Oberfläche des simulierten Substrats können die Positionsdaten jedes einzelnen Partikels inklusive Geschwindigkeit und Temperatur extrahiert werden. Hier ist die Partikeldichteverteilung vorzugsweise in vertikale Richtung verschoben (s. **Abbildung 6-28d**). In der Literatur konnten keine Studien zur experimentell belegten Partikelverteilung bei den in dieser Arbeit angewendeten Gasparametern gefunden werden. Es ist anzunehmen, dass dieser Bias in vertikale Richtung ein Artefakt der radialen Partikelinjektion ist. Dieser vertikal in Strömungsrichtung hereinragende Zylinder teilt den Gasstrahl auf und führt zu einem Druckgradienten direkt dahinter, welcher sich auch durch die Düse fortsetzt und die Partikel entlang dieses Gradienten ausrichtet. Für die axiale Injektion, welche in Strömungsrichtung ausgerichtet ist, konnte ein solcher Effekt nicht festgestellt werden. Hier sei zudem angemerkt, dass eine akkurate Partikeldispersion nur durch Anwendung des Lift-Modells erzielt werden konnte (s. Kapitel 5.2). Eine rein axiale oder radiale Injektion (ohne Lift-Modell) resultierte in einer unzureichenden Partikeldispersion (s. Anhang 13). Zum Zeitpunkt der Anfertigung dieser Arbeit konnten keine Studien gefunden werden, welche Lift-Modelle bei den hier verwendeten Prozessbedingungen untersuchten. Die in diesem Kapitel vorgestellte Versuchsreihe stellt eine Möglichkeit dar, um die Partikeldispersion an die experimentellen Resultate anzunähern.

Die Partikeldaten am Substrat stellen zunächst eine rein kumulative Verteilung dar. Diese muss im nächsten Schritt in eine volumetrische Verteilung überführt werden, um den Anteil der einzelnen Partikel am Gesamtvolumen des Spritzflecks zu ermitteln.

$$N_p = \frac{V_p}{V_{p,total}} \quad \text{Formel 6-14}$$

wobei N_p die relative Menge jedes einzelnen Partikels mit dem Volumen V_p bezogen auf das Gesamtvolumen $V_{p,total}$ ist. Abhängig von der gewählten Größenklasseneinteilung, welche für diese Darstellung mit 1 mm gewählt wurde, ergibt sich so die volumetrische Verteilung. In **Abbildung 6-28e** ist repräsentativ die volumetrische Verteilung in Form von zweidimensionalen Einzelkonturen dargestellt. Im Gegensatz zur kumulativen Verteilung ist das Profil nun nicht mehr so stark in y-Richtung konzentriert. Den kleinen, „versprengten“ Partikeln im Randbereich wurde in der kumulierten Verteilung noch zu viel Einfluss gewährt, was den Gesamteindruck zusätzlich verzerrt. Aufgrund ihres geringen Volumen sind diese oberhalb von 5 mm nur noch in Form von geringfügigen Erhebungen erkennbar. Wird die volumetrische Verteilung zusätzlich noch über die jeweils andere Richtungsordinate in Form einer Matrix aufgetragen, ergibt sich ein dreidimensionales Profil (**Abbildung 6-28f**). Zeigte die kumulative Verteilung zuvor noch eine elliptische Kontur auf, weist diese volumetrisch nun ein wesentlich ausgeprägteres Kreisprofil auf. Der große blaue Bereich markiert den Bereich der „versprengten“ Partikel, während der Schwellwert von 5% ist durch den ersten größeren, orangefarbenen Bereich dargestellt ist.

Im nächsten Schritt sollte der Durchmesser des idealisierten Kreisprofils abgeschätzt werden. Am Beispiel des Profils von Out1 ergibt sich anhand des Übergangsbereichs näherungsweise ein Durchmesser von 11,9 mm in y-Richtung (d_y) und 9,3 mm in z-Richtung (d_z). Werden diese Werte nun in die zugehörige Formel für den Flächeninhalt einer Ellipse umgerechnet und dieser in die Kreisformel eingesetzt, ergibt sich für das CFD-Modell ein Kreisdurchmesser von etwa 10,5 mm. Dieser liegt bereits in guter Näherung zu dem experimentell ermittelten Durchmesser von etwa 8,80 mm. Dieses Verfahren erfolgte analog für die beiden anderen Düsen Out2 und Out4. Die entsprechende Gauß-Näherung ist in **Abbildung 6-29a** dargestellt, wobei die Profilhöhe von Out2 und Out4 auf die von Out1 normiert wurde. Die jeweils kaltgasgespritzten Profile sind im Anhang 13 beigelegt.

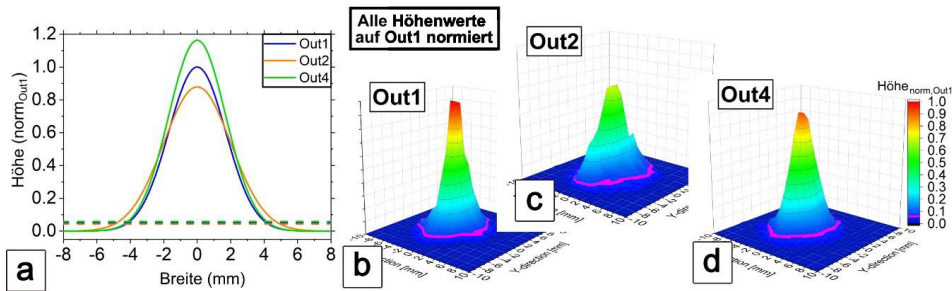


Abbildung 6-29: Angenäherte Gaußprofile (a) sowie volumetrische 3D-Konturen von Out1 (b), Out2 (c) und Out4 (d). Alle Höhenwerte sind normiert auf Out1 dargestellt. Darsellung und Übersetzung nach [181], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

Der Schwellenwert beträgt für alle drei Geometrien nach wie vor 5% der jeweiligen Maximalhöhe. Das Profil von Out4 ist im Vergleich zu Out1 etwas kleiner und breiter. Dies unterscheidet sich von den experimentellen Ergebnissen, wo Out4 größer und minimal breiter war. Die CFD-Simulation verwendet die gleiche Anzahl an Partikeln für jedes Profil. Damit ist diese nicht in der Lage, die experimentelle DE korrekt wiederzugeben. Daher liegt der Schwerpunkt dieser Analyse auf dem Profildurchmesser. Das niedrigere Profil von Out2 ist stochastisch durch dessen breiteren Durchmesser bedingt und stimmt hier nur zufällig mit der experimentellen DE überein. Bei letzterem ist deutlich die noch immer elliptische Kontur des Spritzflecks (rosa) zu erkennen. Die entsprechenden Kreisdurchmesser von CFD-Simulation und Spritzprofilen sind in **Tabelle 6-4** angegeben.

Tabelle 6-4: Extrahierter Durchmesser der idealen Kreise für CFD-Simulation und Breite des Linienprofils am Schwellenwert von 5% [181].

Kreisdurchmesser [mm]	Out1	Out2	Out4
CFD	10,52	12,64	10,87
Linienprofil	8,80	10,00	9,20

Sowohl in Experiment als auch Simulation weist das Profil von Out2 den größten Durchmesser auf, gefolgt von Out4 und Out1. Out4 stellt eine quasi-Verlängerung von Out1 dar und weist eine ähnliche Profilkontur auf, welche bereits nahe an der idealen Kreiskontur liegt. Der experimentell ermittelte Durchmesser war bei Out4 aufgrund des größeren Expansionsverhältnisses erwartungsgemäß größer. Insgesamt korrelieren die Spritzfleckdurchmesser mit dem jeweiligen Düsenausgangsdurchmesser. Eine mögliche Ursache für die elliptischen Profile ist hohe Sensitivität der für die Partikeltrajektorie verwendeten Modelle in Bezug auf die Injektion, was in den Experimenten jedoch nicht direkt erkennbar ist. Der invasive Einfluss der radialen Injektion verdeutlicht sich besonders

durch eine nicht-uniforme Verteilung der Gaseigenschaften, wie in Anhang 12 anhand von Querschnittsbildern aus der referenzierten Veröffentlichung dargelegt. Die vorliegende elliptische Verteilung der Gasgeschwindigkeit ist vergleichbar mit der elliptischen Kontur der simulierten Spritzprofile. Es ist anzunehmen, dass dieser Effekt bei Out2 durch das sehr große Expansionsverhältnis noch verstärkt wird.

Die Darstellung als idealisierter Kreis ermöglicht die Verwendung dessen Radius für die analytische Modellierung des thermischen Gradienten, wie in Kapitel 6.5.2 gezeigt. Hier bedarf es weiterer Verbesserungen am verwendeten CFD-Modell. Diese erste Näherung stellt jedoch bereits eine gute Grundlage für weitere Untersuchungen dar. Insbesondere der relative Unterschied im Spritzfleckdurchmesser zeigt eine gute Übereinstimmung mit dem Experiment.

Für alle drei Düsen wurden zusätzliche Partikelgeschwindigkeitsmessungen mittels HiWatch und CSM (unter „HiWatch“ zusammengefasst) analog zu Kapitel 6.1.2 durchgeführt und mit den Ergebnissen der CFD-Simulation verglichen. Um die Resultate in diesem Kapitel konsistent zu halten, beinhalten die Resultate der simulierten Partikelgeschwindigkeit im Vergleich zu **Abbildung 6-4a** auch das für die akkurate Spritzfleckmodellierung notwendige Lift-Modell. Die jeweilige Partikelgeschwindigkeit ist als Näherungsfunktion in **Abbildung 6-30** dargestellt.

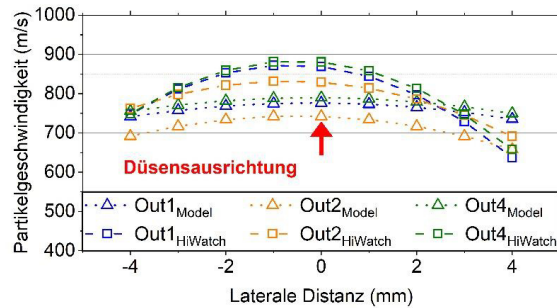


Abbildung 6-30: Partikelgeschwindigkeit der drei Düsen aus dem CFD-Modell und der Partikeldiagnostik. Darstellung und Übersetzung nach [181], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

HiWatch und CFD-Resultate zeigen in Relation das gleiche Verhältnis der Partikelgeschwindigkeit für alle drei Düsen ($v_{\text{Out4}} > v_{\text{Out1}} > v_{\text{Out2}}$). In Bezug auf die Resultate von Kapitel 6.1.2 ist anzunehmen, dass die abweichende laterale Verteilung ihre Ursache in der Verwendung des gewählten Lift-Modells hat. Zur Anwendung solcher Lift-Modelle in der KGS-Modellierung für die gewählten Prozessparameter konnten keine Studien gefunden werden. Der Einfluss dieser Lift-Modelle bedarf weiterer Forschung und wird in einer

entsprechenden Publikation thematisiert [181]. Für repräsentative Ergebnisse der drei Düsen genügt das vorliegende CFD-Modell.

Die hier dargestellten Verläufe zeigen eine gute Übereinstimmung in der Partikelgeschwindigkeit aller Düsen mit der Partikeldiagnostik. Generell liegt bei allen Düsen die höchste Geschwindigkeit im Zentrum vor mit den Minima an den Rändern. Out1 und Out4 zeigen auch hier die beste Übereinstimmung für die jeweilige Partikelgeschwindigkeit. Die leicht schnelleren Partikel von Out4 resultieren aus dem längeren divergenten Düsenteil sowie höheren Expansionsverhältnis. Die niedrige Partikelgeschwindigkeit für Out2 ist eine Folge des kürzeren divergenten Länge, trotz des größten Expansionsverhältnisses. Ursächlich hierfür ist zum einen die kurze Interaktionszeit von Partikel und Gas (τ_{div}), innerhalb von Out2. Zum anderen ist die Gasdichte pro Längeneinheit des divergenten Düsenteils aufgrund des hohen Expansionsverhältnisses im Vergleich zu den anderen beiden Düsen geringer.

Dieser Sachverhalt soll repräsentativ für den jeweiligen Düsenausgang mit einem einzeln injizierten d_{50} -Partikel betrachtet werden. Die zugehörigen Geschwindigkeits- und Temperaturkonturen des Gases sind in Anhang 12 dargestellt und Gas- und Partikeldaten am Schnittpunkt von Achse und Düsenausgang in **Tabelle 6-5** zusammengetragen.

Tabelle 6-5: Gas- und d_{50} -Partikeldaten am Düsenausgang für alle drei Düsen [181].

Düsenausgang	v_g [m/s]	v_p [m/s]	T_g [°C]	T_p [°C]	τ_{div} [ms]
Out1_{exit}	1200	706	200	561	0.19
Out2_{exit}	1286	631	76	591	0.14
Out4_{exit}	1229	769	175	525	0.24

Diese zuvor genannten Effekte (Interaktionszeit und Gasdichte pro Fläche) führen dazu, dass Out2 infolge des großen Expansionsverhältnisses die höchste Gasgeschwindigkeit, aber gleichzeitig die langsamsten Partikel aufweist. Dieser Effekt tritt hinsichtlich der Partikeltemperatur noch signifikanter auf. Trotz des entspannten Gases am Austritt von Out2 weisen dessen Partikel nun die höchste Temperatur auf. Entsprechend der wissenschaftlichen Literatur kann die jeweilige Partikeltemperatur wie folgt abgeschätzt werden [16]:

$$\frac{dT_p}{d\tau} = \frac{h_g A_p}{m_p c_{p,p}} (T_g - T_p) \quad \text{Formel 6-15}$$

$$d\tau \approx \tau_{div} = \frac{v_{p,exit} - v_p^*}{L_{div}} \quad \text{Formel 6-16}$$

Der konvektive Wärmeübergangskoeffizient h_g ist primär von der thermischen Leitfähigkeit des Gases abhängig. Die zugehörigen Formeln sind in Anhang 6 beigefügt. Da die thermische Leitfähigkeit mit der Gastemperatur korreliert und Out2 den niedrigsten Wert hierfür aufweist, schlägt sich dies in einer geringeren Änderung der Partikeltemperatur dT_p nieder. Hierzu kommt das kleine Zeitinkrement τ_{div} für den kurzen divergenten Düsenteil. Dieses wird über das Verhältnis von der mittleren Partikelgeschwindigkeit und der divergenten Düsenlänge angenähert. Es sei angemerkt, dass das verwendete Lift-Modell primär die radiale Geschwindigkeitskomponente der Partikel betrifft. Der Einfluss auf die Partikeltemperatur ist daher eher als gering anzunehmen, welche primär vom Wärmeübergang von Gas und Partikel abhängt.

6.5.2 Einfluss der Düsengeometrien auf die Eigenspannungen

Die simulierten Spritzflecke und Partikelgeschwindigkeit zeigten weitestgehend eine gute Näherung an die experimentellen Ergebnisse. Da die Hauptthematik die Eigenspannungsverteilung in kaltgasgespritzten Schichten betrifft, sollen diese auch für die drei Düsen verglichen werden und unter Berücksichtigung der Modellierungsdaten diskutiert werden. Dies war für die variable Robotergeschwindigkeit aus Kapitel 6.2 aufgrund der rein stationären Anordnung von Düse und Substrat nicht möglich.

Die relativ ähnlichen Geometrien für Out1 und Out4 spiegeln sich in den simulierten Gas- und Partikeleigenschaften wieder (s. **Tabelle 6-5**). Im Vergleich zu Out1 sollte die auch experimentell ermittelte höhere Partikelgeschwindigkeit von Out4 den *Peening*-Effekt erhöhen und den thermischen Gradienten (s. Kapitel 6.4.2) verringern, wodurch insgesamt höhere Druckeigenspannungen zu erwarten sind. Dagegen treten bei Out2 in Relation wärmere, langsamere Partikel bei kälterem, schnellerem Gasstrom auf. Hier sollte der *Peening*-Effekt weniger prägnant vorliegen bei einem größeren thermischen Gradienten.

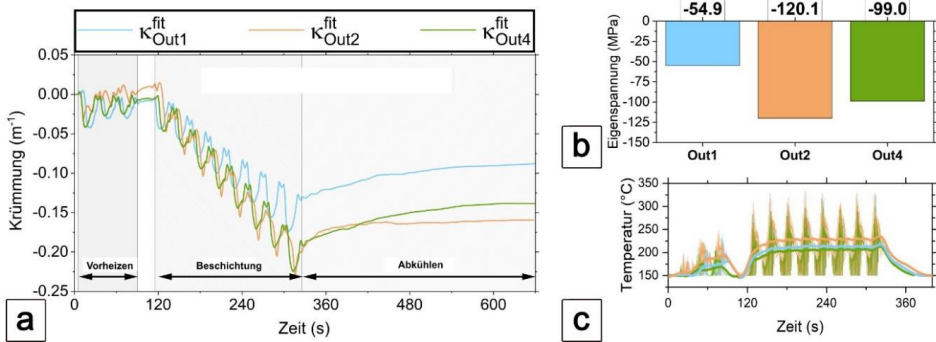


Abbildung 6-31: Für alle drei Düsen wurde die *in-situ* Krümmung (a) und hierfür ursächliche Eigenspannungen (b) ermittelt. Zusätzlich ist die an der Oberfläche gemessene Temperatur dargestellt (c). Darstellung und Übersetzung nach [181], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

In **Abbildung 6-31a** sind die Krümmungsergebnisse für die drei verschiedenen Düsen beschichtet mit Standardparametern dargestellt. Analog zu Kapitel 6.1.5 wurden dem Beschichtungsprozess drei Vorheizzyklen vorgeschaltet. Keine der Düsen weist dabei eine signifikante Krümmung im Verhältnis zum finalen Wert infolge des Vorheizens auf. Anschließend erfolgten acht Beschichtungszyklen auf gleichen IN718 Biegeproben, was über alle Proben in einer Schichtdicke von etwa $700 \pm 15 \mu\text{m}$ resultierte. Über alle drei Düsen korrespondiert die negative Zunahme der Krümmung in **Abbildung 6-31a** mit den erwarteten, sukzessive eingebrachten Druckeigenspannungen während der Abscheidung. Dies ist bei allen Düsen zu erkennen, wobei Out1 die geringste Krümmungszunahme aufweist ($\Delta\kappa_{\text{dep,Out1}} = 0,13 \text{ m}^{-1}$; $\Delta\kappa_{\text{dep,Out2}} \sim \Delta\kappa_{\text{dep,Out4}} = 0,19 \text{ m}^{-1}$). Dagegen ist die Krümmungsänderungsrate während des Abkühlens von Out4 sowie Out1 ähnlich, während bei Out2 keine signifikante Änderung auftritt.

Durch Einsetzen der Krümmungsänderung infolge von Beschichtung und Abkühlen in die Stoney-Gleichung resultieren die Eigenspannungen in **Abbildung 6-31b**. Obgleich die simulierten Partikel für Out2 wie im vorigen Kapitel erläutert eine langsamere und höhere Temperatur aufweisen, weist diese Düse die höchsten Druckeigenspannungen auf. Im Gegensatz zu den anderen Düsen manifestiert sich während der Abkühlperiode kein Krümmungsgradient, der auf etwaige thermische Spannungen zurückzuführen ist. Da gleiches Material verwendet wurde, lässt dies Rückschlüsse auf eine generell niedrige Oberflächentemperatur und damit einen geringen thermischen Gradienten bei der Beschichtung zu, was mit den Gaseigenschaften aus der Modellierung übereinstimmen würde. Die ähnlichen Gastemperaturen für Out1 und Out4 dienen als Erklärungsgrundlage für den nahezu identischen Verlauf während der Abkühlung. Es kann angenommen werden,

dass der durch die schnelleren und kälteren Partikeln resultierende *Peening*-Effekt bei Out4 hier überwiegt. Es sei angemerkt, dass weder die Temperaturmessung am ICP-Sensor (liegt für alle Düsen bei etwa 130 °C, s. Kapitel 6.1.5) noch das Pyrometer in **Abbildung 6-31c** (Oberflächentemperatur variiert im Mittel um 8 K) signifikante Temperaturunterscheidungen zeigten.

Tabelle 6-6: Die Partikeltemperatur wurde in der CFD-Simulation an der Substratoberfläche extrahiert (s. Kapitel 5.1). Die Berechnung der lokalen Temperatur basiert auf der referenzierten Publikation [181].

Temperatur am Substrat	Out1	Out2	Out4
T_g [°C]	1259	1244	1253
T_p [°C]	790	803	715
T_{loc} [°C]	462	457	458

Die am Substrat simulierten Gasttemperaturen aus **Tabelle 6-6** stehen für alle Düsen in guter Übereinstimmung zu denen am Düsenausgang in **Tabelle 6-5**. Generell steigt die Gasttemperatur in Stagnationszone vor dem Substrat an (s. Kapitel 2.2.4). In vergleichbarer Relation zu den Daten am Düsenausgang zeigt sich für Out2 eine niedrigere Gasttemperatur, was aufgrund der Überexpansion zu erwarten war. In diesem Zusammenhang zeigt sich auch, dass trotz der Flugphase zwischen Düsen und Substrat der erläuterte Einfluss des kurzen divergenten Düsenabschnittes in Form einer erhöhten Partikeltemperatur auftritt. Es fällt auf, dass die Partikeltemperatur von Out4 im Vergleich zu Out2 deutlich niedriger ist. Die Ergebnisse der CFD-Simulation legen nahe, dass der verlängerte divergente Düsenteil einen entscheidenden Einfluss auf die Partikeltemperatur hat.

Ausgehend von den Resultaten der CFD-Simulation wurde der thermische Gradient in der Aufprallzone durch das in Kapitel 6.4.2 implementierte Modell abgeschätzt. Hierfür mussten einige Annahmen modifiziert werden. Die Gasgeschwindigkeit kann aufgrund der unterschiedlichen Düsengeometrien nicht mehr als konstant angenommen werden. Weiter variiert die Spritzfleckgröße wie zuvor gezeigt mit der jeweils verwendeten Düse (s. Kapitel 6.5.1). Signifikante Änderungen in der Substrattemperatur traten erst infolge geänderter Robotergeschwindigkeiten oder höherer Gasttemperaturen auf und liegen daher im Modell bei 130 °C. Zudem ist anzunehmen, dass der Referenzeigenspannungswert von Out1 nicht gleichermaßen auf Out2 und Out4 angewendet werden kann. Auf Basis dieser modifizierten Annahmen beschränkt sich die Modellierung auf den während der Beschichtung auftretenden thermischen Gradienten ohne Berechnung der zugehörigen Eigenspannungen. Die simulierte Partikeltemperatur bezieht sich auf ein repräsentatives d_{50} IN718-Partikel direkt an der Grenzfläche des Substrats. Unter Anbetracht des

Skaleneffekts für eine Vielzahl solcher Partikel sowie natürlichen Abweichungen im Modell (u.a. Lösung der RANS-Gleichungen oder Partikelbewegung) bieten diese Daten eine mögliche Grundlage zur Diskussion der experimentellen ICP-Ergebnisse.

In Anbetracht der prägnanteren Gasabkühlung resultiert hieraus für Out2 eine geringere lokale Temperatur und damit verbunden geringere Zugeigenspannungen. Ergänzend sei angemerkt, dass gemäß dem analytischen Modell der größere Spritzfleck dazu führt, dass der Anteil der eingebrachten Wärme pro Fläche in der Aufprallzone geringer wird. Dies lässt sich dadurch erklären, dass sich die durch die Prozessparameter bei allen Düsen initial gleichermaßen eingebrachte Energie auf eine größere Fläche verteilt. Dazu passt die kaum vorhandene Krümmungsänderung während der Abkühlperiode. Die Superposition aus geringerem thermischen Gradient und größerer Fläche überlagert den entgegenwirkenden Effekt von langsameren Partikeln, was sich in den höchsten Druckeigenspannungen für Out2 manifestiert. Übereinstimmend mit den Gas- und Partikeltemperaturen ist die lokale Temperatur von Out1 und Out4 dagegen nahezu identisch. Dazu kommen ein experimentell ermittelter größerer Spritzfleckdurchmesser sowie eine erhöhte Partikelgeschwindigkeit für Out4. Diese sind damit ausschlaggebend für die höheren Druckeigenspannungen von Out4 im Vergleich zu Out1.

Generell ist zu beachten, dass das analytische Modell keine exakte Lösung der komplexen Interaktion von Gas, Partikeln und Substrat liefern kann. Zudem unterliegen auch die Partikeldiagnostik und Schichtcharakterisierungen immer Schwankungen. Für die vereinfachte Modellierung der Temperatur am Spritzfleck sowie die Daten für ein Partikel aus der CFD-Simulation muss zudem wie erläutert der Skaleneffekt für die Vielzahl an Partikeln berücksichtigt werden. Weiter konnte die Partikeltemperatur im Gegensatz zu plasmagestützten Prozessen nur mittels Pyrometers und Thermoelementen abgeschätzt werden. Zum gegenwärtigen Zeitpunkt standen auch keine Messverfahren für die Geschwindigkeit und die Temperatur des Gases zur Verfügung, welche im Rahmen des verwendeten KGS-Prozesses hätten eingesetzt werden können. Insgesamt liefern die Resultate der CFD-Simulation sowie des analytischen Modells jedoch valide Daten, welche eine Erklärungsgrundlage für die resultierenden Eigenspannungszustände bieten. Dies zeigte sich bereits für die variable Robotergeschwindigkeit und wie in diesem Kapitel erläutert auch an den unterschiedlichen Düsengeometrien. Das CFD-Modell bietet somit die Möglichkeit, etwaige Änderungen an der Düse bezüglich der Spritzfleckmanipulation zu modellieren.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Ziel der Arbeit war es, den Reparaturprozess von Inconel 718 – Komponenten mittels Kaltgasspritzen zu untersuchen mit Schwerpunkt Prozesssimulation und sich ausbildendem Eigenspannungszustand der Reparaturschicht. Da die im Fertigungsprozess eingebrachten Eigenspannungen direkt mit dem Schichtversagensmechanismus korrelieren, sollte auch eine Möglichkeit erarbeitet werden, um einen definierten Eigenspannungszustand in Abhängigkeit der Prozessparameter einzustellen. Ausgangspunkt waren ein in Vorgängerprojekten erprobter „Standardparameter“ sowie ein heißer Parameter mit wärmeren und in Relation langsameren Partikeln. Für die Charakterisierung solcher Schichten kamen neben klassischen Verfahren wie Mikrostrukturanalyse oder Bestimmung der Abscheideeffizienz auch Partikeldiagnostik-Geräte zum Einsatz. Zudem erfolgte die Analyse der Eigenspannung mittels inkrementeller Bohrlochmethode sowie Neutronenbeugung für dicke Schichten sowie Krümmungsmethode.

Vor der eigentlichen Betrachtung der Reparaturgeometrie (Kavitäten) erfolgten zunächst grundlegende Untersuchungen an planen Referenzproben. Auf Basis vorhergehender Studien mit den gleichen Materialien konnte gezeigt werden, dass diese Ergebnisse reproduzierbar waren. Für beide gewählten Parameter zeigte sich eine vergleichbare Mikrostruktur mit guter Adhäsion am Substrat ohne signifikante Defekte. Bei ähnlich niedriger Porosität zeigte sich insgesamt eine hohe Depositionseffizienz des abgeschiedenen IN718-Pulvers von bis zu 80%. Auch die Verwendung von IN718-Substratmaterial unterschiedlicher Härte zeigte auf planen Substraten keine signifikanten Unterschied zum weichen, lösungsgeglühten Material. Dies war sowohl anhand der Mikrostruktur als auch an dem Aufprall einzelner Partikel zu erkennen.

Ergänzend zu den experimentell ermittelten Ergebnissen wurde ein dreidimensionales CFD-Modell in ANSYS Fluent implementiert, welches den Prozessablauf der angewendeten Kaltgasanlage abbilden konnte. Dieses Modell wurde sowohl anhand von in der Literatur verfügbaren Modellierungen validiert als auch mithilfe von messtechnischen Resultaten der Partikeldiagnostik und Temperaturmessungen an der Schichtoberfläche. Hierfür kamen im Rahmen des Vorhabens mit dem HiWatch HR2 und dem Cold Spray Meter zwei Geräte mit unterschiedlichem Messprinzip für die Partikelgeschwindigkeit zum Einsatz. Bei übereinstimmenden Ergebnissen beider Geräte zeigte die Implementierung einer radialen Partikelinjektion anstelle der vereinfachten, axialen Injektion im CFD-Modell eine bessere Übereinstimmung mit dem Experiment.

Folglich wurde dieses CFD-Modell angewendet, um die experimentellen Ergebnisse von Standard- und heißem Parameter zu vergleichen. Während diagnostische Messgeräte für die Partikeltemperatur und Gaseigenschaften nicht verfügbar waren, zeigte die Simulation die erwartete höhere Partikeltemperatur bei langsameren Partikeln. Beide Parameter wiesen eine prägnante Gasstagnationszone vor dem Substrat auf, welche typischerweise mit dem *bow shock* – Effekt verbunden wird. Dies stellte sich jedoch nicht als nachteilig für die Abscheideeffizienz heraus, wie anhand der jeweiligen Depositionseffizienz ersichtlich.

Die modellierten Daten konnten auch einen Beitrag zur Diskussion der Ergebnisse im Kontext der ermittelten Eigenspannungen liefern. Für den Standardparameter wurde bereits in vorherigen Untersuchungen unter Anwendung der inkrementellen Bohrlochmethode Druckeigenspannungen im Tiefenverlauf über die gesamte Schicht nachgewiesen. Diese resultieren aus dem im Kaltgasspritzen typischerweise dominanten *Peening*-Effekt durch den Aufprall fester Partikel. Die Krümmungsmethode, deren Messprinzip sich signifikant von dem der inkrementellen Bohrlochmethode unterscheidet und einen einheitlichen Spannungszustand über die gesamte Schicht annimmt, zeigte ähnliche Ergebnisse. Mit beiden Verfahren wies der heiße Parameter verringerte Druckeigenspannungen auf. Die Annahme von heißeren, aber in Relation zum Standard nicht signifikant schnelleren Partikeln führte hier zu einer geringeren Deformationsbehinderung der Partikel infolge der höheren Temperatur und dem im Verhältnis niedrigeren *Peening*-Effekt. Dies ließ sich auch quantitativ mit den Daten der CFD-Simulation belegen.

Da der Kaltgasspritzprozess auf flachen Substraten bereits gute Ergebnisse zeigte, wurden im nächsten Schritt beide Parameter an Kavitätsgeometrien mit einer Tiefe von 4 mm untersucht, die dem Reparaturprozess nachempfunden sind. Hier stand insbesondere die Interaktion des Gasstrahls mit den ausgefrästen 60°-Flanken sowie der zu erwartenden hohen Gasstagnationszone innerhalb der Kavitäten im Vordergrund. Es zeigte sich, dass die Beschichtung mit beiden Parametern auch für Kavitäten solcher Art zu einer dichten Schicht mit guter Adhäsion am Interface führten. Die Kavität konnte bei mehr als 40 Übergängen vollständig befüllt werden, wobei die Abscheideeffizienz vergleichbar mit der für flache Substrate war. Ein signifikanter Einfluss der Gasstagnationszone auf die Partikelgeschwindigkeit konnte nicht erkannt werden. Das im Rahmen des Beschichtungsprozess um die Kavität herum abgeschiedene, überschüssige Material konnte in einem weiteren Schritt durch Verwendung einer Maskierung mit an die Kavität angepasster Öffnung weiter reduziert werden. Insgesamt wiesen diese Reparaturschichten

eine dichte Schicht mit guter Anhaftung bei ausreichender Befüllung der Kavität auf. Der Übergang von Oberfläche zu Kavitätsflanke wurde dabei als Ausgangspunkt für eine mögliche Rissausbreitung identifiziert.

Eigenspannungsanalysen mittels inkrementeller Bohrlochmethode an der Kavitätsoberfläche zeigten im Gegensatz der Messung auf flachen Substraten eine richtungsabhängige Verteilung. Die Verwendung von Neutronenbeugung, welche Schichten mit mehr als 4 mm Tiefe untersuchen können, zeigte über den gesamten Tiefenverlauf entsprechende Resultate. Dies wurde auf den Einfluss der quasi-ovalen Kavitätsdimensionen zurückgeführt. Entlang der kurzen Kante lag für beide Parameter ein nahezu übereinstimmender Verlauf von Druckeigenspannungen vor. In Richtung langer Kante wiesen beide Parameter einen insgesamt verringerten Druckeigenspannungszustand auf, was auf die geringere geometrische Dehnungsbehinderung zurückgeführt wurde. In diesem Kontext zeigt sich der Einfluss des heißen Parameters, wo sich entlang der langen Kante niedrigere Druckeigenspannungen aufgrund des höheren Wärmeeintrags und verringerten *Peening*-Effekts ausbilden. Bei Einbringen einer solchen Kavität in eine zylindrischen Oberfläche bestätigte die Neutronenbeugung die richtungsabhängige Eigenspannungsverteilung der planen Kavitäten auch im Tiefenverlauf.

Diese Reparaturschichten wurden zur Untersuchung der Schichtintegrität einer dem realen Anwendungsfall angenäherten thermischen Belastung an den Brenntestständen ausgesetzt. Es zeigte sich, dass sich bei einer zyklisch aufgebrachten Temperatur von bis zu 600 °C bereits Oxide an der Oberfläche bilden. Unter anderem wurde in der Schicht die δ -Phase nachgewiesen, welche eine verminderte Kriechbeständigkeit der Schicht zur Folge hat. Die dabei auftretenden Relaxationsprozesse sind eine mögliche Erklärung für den infolge der Zyklisierung ausgebildeten Zugeigenspannungszustand. Auch die Schicht wies vereinzelt Delamination an allen Übergängen auf, wobei es zu keinen größeren Rissen kam. In der topographischen Analyse zeigten sich Hinweise auf Bauteilverzug. Hier stehen noch Analysen mittels Neutronenbeugung aus, um die Eigenspannungen in der gesamten Schicht zu untersuchen.

Die These, dass der heiße Parameter einen geringeren Druckeigenspannungszustand bedingt, wurde mittels verschiedener Geometrien und Messmethoden verifiziert. Da die Gastemperatur nach oben limitiert ist, wurden die Roboterparameter variiert, um den Eigenspannungszustand weiter einzustellen. Hier zeigte sich die Robotergeschwindigkeit als effektiv, um bei einer langsameren Geschwindigkeit lokal im Bereich des Spritzflecks mehr Wärme in das Schichtsystem einzubringen und sogar Zugeigenspannungen zu induzieren.

Auch eine erhöhte Partikelaufragsrate pro Einzelübergang des Beschichtungsmäanders zeigte einen solchen Effekt. Diese Resultate wurden durch in-situ Krümmungsmessungen am ICP-Sensor inklusive eines modifizierten Versuchsaufbaus und mittels inkrementeller Bohrlochmethode bestätigt, sowie durch ein eigens entwickeltes analytisches Modell erklärt.

Eine weitere Variation betrifft den divergenten Teil der Düsengeometrie, welcher unter Einsatz zwei weiterer kommerziell verfügbarer Modelle untersucht wurde. Hier ermöglichte das CFD-Modell akkurate Modellierungen des resultierenden Spritzflecks vor dem Hintergrund einer endkonturnahen, additiven Fertigung mittels Kaltgasspritzens. In diesem Rahmen wurde ein vereinfachtes Vorgehen präsentiert, um eine simulierte Partikelinjektion in ein zum Experiment vergleichbares, volumetrisches 3D-Profil umzuwandeln. Anhand der simulierten Daten für Gas und Partikel der jeweiligen Düse wurden Eigenspannungsergebnisse der in-situ Krümmungsmethode diskutiert. Es zeigte sich, dass ein verlängerter divergenter Düsenteil die Druckeigenspannungen infolge kälterer und schnellerer Partikel durch den verstärkten *Peening*-Effekt erhöht. Bei einer kürzeren divergenten Düse mit stark erhöhtem Expansionsverhältnis verbreitert sich der Spritzfleck signifikant. Der damit pro Flächeneinheit geringere Wärmeeintrag der eigentlich heißeren Partikel resultiert im Verbund mit dem kälteren Gas in noch höheren Druckeigenspannungen. Eine Verfeinerung des Spritzflecks konnte in der vorliegenden Arbeit jedoch nicht erzielt werden. Für jeweils eine beschichtete Kavität mit langsamer Robotergeschwindigkeit sowie einer anderen Düse steht eine weitere Messkampagne mittels Neutronenbeugung aus. Auch konnte keine weitere Versuchsreihe zur Kombination der heißen Parameter mit variabler Robotergeschwindigkeit oder Düsengeometrie durchgeführt werden. Dies betrifft auch die thermische Zyklisierung weiterer Parameterkombinationen.

Eine quantitative Untersuchung der Adhäsion in Form von Haftzugversuchen konnte aufgrund des nicht mehr hergestellten Klebers im Lauf des Projekts nur für die Oberflächenbehandlung von IN718-Substraten durchgeführt werden. Hier zeigte sich generell eine hohe Adhäsion, die den Kleber überstieg. Ein weiterer Kleber musste umfangreich evaluiert werden, sodass hierzu nur eine geringe Versuchsanzahl durchgeführt werden konnte. Solche Haftabzugversuche stellen eine auch interessante Möglichkeit zur Untersuchung von variabler Robotergeschwindigkeit sowie Düsengeometrie dar. In zukünftigen Projekten soll auch eine Kavitätsgeometrie angewendet werden, welche Haftabzugversuche angelehnt an die entsprechende Norm ermöglicht.

8 Literaturverzeichnis

- [1] C. Lechner und J. Seume, Hrsg., *Stationäre Gasturbinen*, 2., neu Bearb. Aufl. in VDI-Buch. Berlin Heidelberg: Springer, 2010.
- [2] R. C. Reed, *The superalloys: fundamentals and applications*. Cambridge, UK ; New York: Cambridge University Press, 2006.
- [3] J. Fiebig, E. Bakan, T. Kalfhaus, G. Mauer, O. Guillon, und R. Vaßen, „Thermal Spray Processes for the Repair of Gas Turbine Components“, *Adv. Eng. Mater.*, Bd. 22, Nr. 6, S. 1901237, Juni 2020, doi: 10.1002/adem.201901237.
- [4] S. Yin u. a., „Cold spray additive manufacturing and repair: Fundamentals and applications“, *Addit. Manuf.*, Bd. 21, S. 628–650, Mai 2018, doi: 10.1016/j.addma.2018.04.017.
- [5] M. B. Henderson, D. Arrell, R. Larsson, M. Heobel, und G. Marchant, „Nickel based superalloy welding practices for industrial gas turbine applications“, *Sci. Technol. Weld. Join.*, Bd. 9, Nr. 1, S. 13–21, Feb. 2004, doi: 10.1179/136217104225017099.
- [6] T. Petrat, B. Graf, A. Gumenyuk, und M. Rethmeier, „Laser Metal Deposition as Repair Technology for a Gas Turbine Burner Made of Inconel 718“, *Phys. Procedia*, Bd. 83, S. 761–768, 2016, doi: 10.1016/j.phpro.2016.08.078.
- [7] K. Ogawa und D. Seo, „Repair of Turbine Blades Using Cold Spray Technique“, in *Advances in Gas Turbine Technology*, E. Benini, Hrsg., InTech, 2011, S. 499–526. Zugriffen: 2. September 2022. [Online]. Verfügbar unter: <http://www.intechopen.com/books/advances-in-gas-turbine-technology/repair-of-turbine-blades-using-cold-spray-technique>
- [8] R. Bürgel, H.-J. Maier, T. Niendorf, und H. J. Maier, *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik: Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen; mit 66 Tabellen*, 4., Überarb. Auflage. in Praxis. Wiesbaden: Vieweg + Teubner, 2011.
- [9] L. J. Kumar und C. G. K. Nair, „Laser metal deposition repair applications for Inconel 718 alloy“, *Mater. Today Proc.*, Bd. 4, Nr. 10, S. 11068–11077, 2017, doi: 10.1016/j.matpr.2017.08.068.
- [10] K. Tan, S. Markovych, W. Hu, O. Shorinov, und Y. Wang, „REVIEW OF MANUFACTURING AND REPAIR OF AIRCRAFT AND ENGINE PARTS BASED ON COLD SPRAYING TECHNOLOGY AND ADDITIVE MANUFACTURING TECHNOLOGY“, *Aerosp. Tech. Technol.*, Nr. 3, S. 53–70, Juni 2020, doi: 10.32620/akt.2020.3.06.
- [11] F. Gärtner, T. Stoltenhoff, T. Schmidt, und H. Kreye, „The Cold Spray Process and Its Potential for Industrial Applications“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 15, Nr. 2, S. 223–232, Juni 2006, doi: 10.1361/105996306X108110.
- [12] A. Sova, M. Doubenskaia, S. Grigoriev, A. Okunkova, und I. Smurov, „Parameters of the Gas-Powder Supersonic Jet in Cold Spraying Using a Mask“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 22, Nr. 4, S. 551–556, Apr. 2013, doi: 10.1007/s11666-013-9891-1.
- [13] R. Singh, S. Schrufer, S. Wilson, J. Gibmeier, und R. Vassen, „Influence of coating thickness on residual stress and adhesion-strength of cold-sprayed Inconel 718 coatings“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 350, S. 64–73, Sep. 2018, doi: 10.1016/j.surfcoat.2018.06.080.
- [14] H. Takana, H. Li, K. Ogawa, T. Kuriyagawa, und H. Nishiyama, „Computational and Experimental Studies on Cavity Filling Process by Cold Gas Dynamic Spray“, *J. Fluids Eng.*, Bd. 132, Nr. 2, S. 021302, Feb. 2010, doi: 10.1115/1.4000802.

-
- [15] W. Sun u. a., „Deposition characteristics of cold sprayed Inconel 718 particles on Inconel 718 substrates with different surface conditions“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 720, S. 75–84, März 2018, doi: 10.1016/j.msea.2018.02.059.
- [16] A. Nastic und B. Jodoin, „Evaluation of Heat Transfer Transport Coefficient for Cold Spray Through Computational Fluid Dynamics and Particle In-Flight Temperature Measurement Using a High-Speed IR Camera“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 27, Nr. 8, S. 1491–1517, Dez. 2018, doi: 10.1007/s11666-018-0787-y.
- [17] O. C. Ozdemir und C. A. Widener, „Influence of Powder Injection Parameters in High-Pressure Cold Spray“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 26, Nr. 7, S. 1411–1422, Okt. 2017, doi: 10.1007/s11666-017-0606-x.
- [18] J. Pattison, S. Celotto, A. Khan, und W. O'Neill, „Standoff distance and bow shock phenomena in the Cold Spray process“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 202, Nr. 8, S. 1443–1454, Jan. 2008, doi: 10.1016/j.surfcoat.2007.06.065.
- [19] A. G. Evans und J. W. Hutchinson, „The mechanics of coating delamination in thermal gradients“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 201, Nr. 18, S. 7905–7916, Juni 2007, doi: 10.1016/j.surfcoat.2007.03.029.
- [20] H.-H. Yu, M. Y. He, und J. W. Hutchinson, „Edge effects in thin film delamination“, *Acta Mater.*, Bd. 49, Nr. 1, S. 93–107, Jan. 2001, doi: 10.1016/S1359-6454(00)00293-7.
- [21] J. W. Hutchinson und A. G. Evans, „On the delamination of thermal barrier coatings in a thermal gradient“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 149, Nr. 2–3, S. 179–184, Jan. 2002, doi: 10.1016/S0257-8972(01)01451-7.
- [22] M. Mutter, G. Mauer, R. Mücke, R. Vaßen, H. C. Back, und J. Gibmeier, „Investigations on the Initial Stress Evolution During Atmospheric Plasma Spraying of YSZ by In Situ Curvature Measurement“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 25, Nr. 4, S. 672–683, Apr. 2016, doi: 10.1007/s11666-016-0398-4.
- [23] E. Obelode und J. Gibmeier, „Residual Stress Analysis on Thick Film Systems by the Incremental Hole-Drilling Method – Simulation and Experimental Results“, *Exp. Mech.*, Bd. 53, Nr. 6, S. 965–976, Juli 2013, doi: 10.1007/s11340-013-9720-y.
- [24] A. J. Allen, M. T. Hutchings, C. G. Windsor, und C. Andreani, „Neutron diffraction methods for the study of residual stress fields“, *Adv. Phys.*, Bd. 34, Nr. 4, S. 445–473, Jan. 1985, doi: 10.1080/00018738500101791.
- [25] F. Lang u. a., „IN718 Cold Gas Repair Spray of Large Cavities—Microstructure and Residual Stresses“, in *Proceedings of the 10th International Symposium on Superalloy 718 and Derivatives*, E. A. Ott, J. Andersson, C. Sudbrack, Z. Bi, K. Bockenstedt, I. Dempster, M. Fahrman, P. Jablonski, M. Kirka, X. Liu, D. Nagahama, T. Smith, M. Stockinger, und A. Wessman, Hrsg., in *The Minerals, Metals & Materials Series.*, Cham: Springer Nature Switzerland, 2023, S. 739–753. doi: 10.1007/978-3-031-27447-3_44.
- [26] S. Lett, A. Quet, S. Hémery, J. Cormier, E. Meillot, und P. Villechaise, „Residual Stresses Development during Cold Spraying of Ti-6Al-4V Combined with In Situ Shot Peening“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 32, S. 1018–1032, 2023, doi: 10.1007/s11666-022-01514-w.
- [27] M. Mellali, A. Grimaud, A. C. Leger, P. Fauchais, und J. Lu, „Alumina grit blasting parameters for surface preparation in the plasma spraying operation“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 6, Nr. 2, S. 217–227, Juni 1997, doi: 10.1007/s11666-997-0016-6.
- [28] P. Fauchais und G. Montavon, „Thermal and Cold Spray: Recent Developments“, *Key Eng. Mater.*, Bd. 384, S. 1–59, Juni 2008, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.384.1.

- [29] A. Moridi, S. M. Hassani-Gangaraj, M. Guagliano, und M. Dao, „Cold spray coating: review of material systems and future perspectives“, *Surf. Eng.*, Bd. 30, Nr. 6, S. 369–395, Juni 2014, doi: 10.1179/1743294414Y.0000000270.
- [30] D. Shrestha, F. Azarmi, und X. W. Tangpong, „Effect of Heat Treatment on Residual Stress of Cold Sprayed Nickel-based Superalloys“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 31, Nr. 1–2, S. 197–205, Jan. 2022, doi: 10.1007/s11666-021-01284-x.
- [31] S. Pathak und G. Saha, „Development of Sustainable Cold Spray Coatings and 3D Additive Manufacturing Components for Repair/Manufacturing Applications: A Critical Review“, *Coatings*, Bd. 7, Nr. 8, S. 122, Aug. 2017, doi: 10.3390/coatings7080122.
- [32] T. Yu, M. Chen, und Z. Wu, „Experimental and numerical study of deposition mechanisms for cold spray additive manufacturing process“, *Chin. J. Aeronaut.*, Bd. 35, Nr. 2, S. 276–290, Feb. 2022, doi: 10.1016/j.cja.2021.02.002.
- [33] H. Sigloch, *Strömungsmaschinen: Grundlagen und Anwendungen: mit 358 Bildern, 36 Tabellen sowie einer Multimedia-CD-ROM*, 6., Aktualisierte Auflage. München: Hanser, 2018.
- [34] R. Vassen, *Entwicklung neuer oxidischer Wärmedämmschichten für Anwendungen in stationären und Flug-Gasturbinen*. in Schriften des Forschungszentrums Jülich. Reihe Energietechnik = Energy technology, no. Bd. 33. Jülich: Forschungszentrum Jülich GmbH, Zentralbibliothek, 2004.
- [35] B. Heine, *Nickelbasis-Superlegierungen für Flugzeugantriebe aus metallkundlicher Sicht*, 1. Aufl. DE: WOTech GbR, 2014. Zugegriffen: 2. September 2022. [Online]. Verfügbar unter: <https://doi.org/10.7395/2014/Heine1>
- [36] T. M. Pollock und S. Tin, „Nickel-Based Superalloys for Advanced Turbine Engines: Chemistry, Microstructure and Properties“, *J. Propuls. Power*, Bd. 22, Nr. 2, S. 361–374, März 2006, doi: 10.2514/1.18239.
- [37] L. C. M. Valle, L. S. Araújo, S. B. Gabriel, J. Dille, und L. H. de Almeida, „The Effect of δ Phase on the Mechanical Properties of an Inconel 718 Superalloy“, *J. Mater. Eng. Perform.*, Bd. 22, Nr. 5, S. 1512–1518, Mai 2013, doi: 10.1007/s11665-012-0433-7.
- [38] C. Slama und M. Abdellaoui, „Structural characterization of the aged Inconel 718“, *J. Alloys Compd.*, Bd. 306, Nr. 1–2, S. 277–284, Juni 2000, doi: 10.1016/S0925-8388(00)00789-1.
- [39] A. S. Agazhanov, D. A. Samoshkin, und Y. M. Kozlovskii, „Thermophysical properties of Inconel 718 alloy“, *J. Phys. Conf. Ser.*, Bd. 1382, Nr. 1, S. 012175, Nov. 2019, doi: 10.1088/1742-6596/1382/1/012175.
- [40] M. C. Chaturvedi und Y. Han, „Strengthening mechanisms in Inconel 718 superalloy“, *Met. Sci.*, Bd. 17, Nr. 3, S. 145–149, März 1983, doi: 10.1179/030634583790421032.
- [41] M. Sundararaman, P. Mukhopadhyay, und S. Banerjee, „Some aspects of the precipitation of metastable intermetallic phases in INCONEL 718“, *Metall. Trans. A*, Bd. 23, Nr. 7, S. 2015–2028, Juli 1992, doi: 10.1007/BF02647549.
- [42] C.-M. Kuo, Y.-T. Yang, H.-Y. Bor, C.-N. Wei, und C.-C. Tai, „Aging effects on the microstructure and creep behavior of Inconel 718 superalloy“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 510–511, S. 289–294, Juni 2009, doi: 10.1016/j.msea.2008.04.097.
- [43] L. Fathyunes und M. A. Mohtadi-Bonab, „A Review on the Corrosion and Fatigue Failure of Gas Turbines“, *Metals*, Bd. 13, Nr. 4, S. 701, Apr. 2023, doi: 10.3390/met13040701.
- [44] R. Kumar, R. Singh, und S. Kumar, „Erosion and Hot Corrosion Phenomena in Thermal Power Plant and their Preventive Methods: A Study“, *Asian Rev. Mech. Eng.*, Bd. 7, Nr. 1, S. 38–45, Mai 2018, doi: 10.51983/arme-2018.7.1.2436.

-
- [45] J. Rösler, H. Harders, und M. Bäker, *Mechanisches Verhalten der Werkstoffe: mit 34 Aufgaben mit Lösungen*, 3., Durchges. und Korrigierte Aufl. in Studium. Wiesbaden: Vieweg + Teubner, 2008.
- [46] D. Radaj und M. Vormwald, *Ermüdungsfestigkeit: Grundlagen für Ingenieure*, 3., Neubearb. u. erw. Aufl. 2007. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2007. doi: 10.1007/978-3-540-71459-0.
- [47] M. Kuna, Hrsg., *Numerische Beanspruchungsanalyse von Rissen: Finite Elemente in der Bruchmechanik*. in SpringerLink Bücher. Wiesbaden: Vieweg+Teubner, 2008. doi: 10.1007/978-3-8348-9285-0.
- [48] B. Heine, „Nickelbasis-Superlegierungen für Flugzeugantriebe aus metallkundlicher Sicht“, *WOMag*, Bd. 1, S. 4–5, Jan. 2014.
- [49] A. W. James, G. P. Wagner, und B. B. Seth, „(73) Assignee: Siemens Westinghouse Power Corporation, Orlando, FL (US) (*) Notice: Subject to any disclaimer, the term of this patent is extended or adjusted under 35“, S. 10.
- [50] G. Çam und M. Koçak, „Progress in joining of advanced materials“, *Int. Mater. Rev.*, Bd. 43, Nr. 1, S. 1–44, Jan. 1998, doi: 10.1179/imr.1998.43.1.1.
- [51] R. Kromer, S. Costil, C. Verdy, S. Gojon, und H. Liao, „Laser surface texturing to enhance adhesion bond strength of spray coatings – Cold spraying, wire-arc spraying, and atmospheric plasma spraying“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 352, S. 642–653, Okt. 2018, doi: 10.1016/j.surfcoat.2017.05.007.
- [52] V. K. Champagne, „The Repair of Magnesium Rotorcraft Components by Cold Spray“, *J. Fail. Anal. Prev.*, Bd. 8, Nr. 2, S. 164–175, Apr. 2008, doi: 10.1007/s11668-008-9116-y.
- [53] S. Dosta, M. Couto, und J. M. Guilemany, „Cold spray deposition of a WC-25Co cermet onto Al7075-T6 and carbon steel substrates“, *Acta Mater.*, Bd. 61, Nr. 2, S. 643–652, Jan. 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2012.10.011.
- [54] P. Cavaliere und A. Silvello, „Crack Initiation and Growth Behavior of Cold-Sprayed Ni Particles on IN718 Alloy“, *J. Mater. Eng. Perform.*, Bd. 26, Nr. 4, S. 1929–1937, Apr. 2017, doi: 10.1007/s11665-017-2620-z.
- [55] A. Ardeshiri Lordejani, L. Romanenghi, A. Pollastri, M. Guagliano, und S. Bagherifard, „Deposit shape control for local repair and welding by cold spray“, *J. Manuf. Process.*, Bd. 112, S. 45–59, Feb. 2024, doi: 10.1016/j.jmappro.2024.01.023.
- [56] A. Sova, I. Smurov, M. Doubenskaia, und P. Petrovskiy, „Deposition of aluminum powder by cold spray micronozzle“, *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, Bd. 95, Nr. 9–12, S. 3745–3752, Apr. 2018, doi: 10.1007/s00170-017-1443-2.
- [57] A. P. Alkhimov, A. N. Papyrin, V. F. Kosarev, und N. I. Nesterovic, „Gas-dynamic spraying method for applying a coating“, 5,302,414
- [58] P. L. Fauchais, J. V. R. Heberlein, und M. I. Boulos, *Thermal Spray Fundamentals*. Boston, MA: Springer US, 2014. doi: 10.1007/978-0-387-68991-3.
- [59] P. Cavaliere, Hrsg., *Cold-Spray Coatings: Recent Trends and Future perspectives*. Cham: Springer International Publishing, 2018. doi: 10.1007/978-3-319-67183-3.
- [60] J. C. Lee, H. J. Kang, W. S. Chu, und S. H. Ahn, „Repair of Damaged Mold Surface by Cold-Spray Method“, *CIRP Ann.*, Bd. 56, Nr. 1, S. 577–580, 2007, doi: 10.1016/j.cirp.2007.05.138.
- [61] C. A. Widener u. a., „Application of High-Pressure Cold Spray for an Internal Bore Repair of a Navy Valve Actuator“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 25, Nr. 1–2, S. 193–201, Jan. 2016, doi: 10.1007/s11666-015-0366-4.
- [62] J. Villafuerte, Hrsg., *Modern Cold Spray*. Cham: Springer International Publishing, 2015. doi: 10.1007/978-3-319-16772-5.

- [63] A. Moridi, *Powder Consolidation Using Cold Spray*. in SpringerBriefs in Applied Sciences and Technology. Cham: Springer International Publishing, 2017. doi: 10.1007/978-3-319-29962-4.
- [64] V. K. Champagne, D. D. Helfritsch, und P. F. Leyman, „Magnesium Repair by Cold Spray“, 2007.
- [65] J. D. Anderson, *Fundamentals of aerodynamics*, Sixth edition. in McGraw-Hill series in aeronautical and aerospace engineering. New York, NY: McGraw Hill Education, 2017.
- [66] T. Stoltenhoff, H. Kreye, und H. J. Richter, „An Analysis of the Cold Spray Process and Its Coatings“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 11, Nr. 4, S. 542–550, Dez. 2002, doi: 10.1361/105996302770348682.
- [67] H. Assadi u. a., „On Parameter Selection in Cold Spraying“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 20, Nr. 6, S. 1161–1176, Dez. 2011, doi: 10.1007/s11666-011-9662-9.
- [68] A. Kashirin, O. Klyuev, T. Buzdygar, und A. Shkodkin, „Modern Applications of the Low Pressure Cold Spray“, gehalten auf der ITSC 2011, B. R. Marple, A. Agarwal, M. M. Hyland, Y.-C. Lau, C.-J. Li, R. S. Lima, und A. McDonald, Hrsg., Hamburg, Germany, Sep. 2011, S. 1046–1048. doi: 10.31399/asm.cp.itsc2011p1046.
- [69] J. Villafuerte, „Current and future applications of cold spray technology“, *Met. Finish.*, Bd. 108, Nr. 1, S. 37–39, Jan. 2010, doi: 10.1016/S0026-0576(10)80005-4.
- [70] R. Singh u. a., „Effects of substrate roughness and spray-angle on deposition behavior of cold-sprayed Inconel 718“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 319, S. 249–259, Juni 2017, doi: 10.1016/j.surfcoat.2017.03.072.
- [71] H. Assadi, F. Gärtner, T. Stoltenhoff, und H. Kreye, „Bonding mechanism in cold gas spraying“, *Acta Mater.*, Bd. 51, Nr. 15, S. 4379–4394, Sep. 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00274-X.
- [72] M. Grujicic, C. L. Zhao, W. S. DeRosset, und D. Helfritsch, „Adiabatic shear instability based mechanism for particles/substrate bonding in the cold-gas dynamic-spray process“, *Mater. Des.*, Bd. 25, Nr. 8, S. 681–688, Dez. 2004, doi: 10.1016/j.matdes.2004.03.008.
- [73] T. Schmidt u. a., „From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 18, Nr. 5–6, S. 794, Dez. 2009, doi: 10.1007/s11666-009-9357-7.
- [74] A. Viscusi, A. Astarita, R. D. Gatta, und F. Rubino, „A perspective review on the bonding mechanisms in cold gas dynamic spray“, *Surf. Eng.*, Bd. 35, Nr. 9, S. 743–771, Sep. 2019, doi: 10.1080/02670844.2018.1551768.
- [75] W.-Y. Li, C.-J. Li, und H. Liao, „Significant influence of particle surface oxidation on deposition efficiency, interface microstructure and adhesive strength of cold-sprayed copper coatings“, *Appl. Surf. Sci.*, Bd. 256, Nr. 16, S. 4953–4958, Juni 2010, doi: 10.1016/j.apsusc.2010.03.008.
- [76] T. Schmidt, F. Gärtner, H. Assadi, und H. Kreye, „Development of a generalized parameter window for cold spray deposition“, *Acta Mater.*, Bd. 54, Nr. 3, S. 729–742, Feb. 2006, doi: 10.1016/j.actamat.2005.10.005.
- [77] M. Saleh, V. Luzin, und K. Spencer, „Analysis of the residual stress and bonding mechanism in the cold spray technique using experimental and numerical methods“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 252, S. 15–28, Aug. 2014, doi: 10.1016/j.surfcoat.2014.04.059.
- [78] W. Ma u. a., „Microstructural and mechanical properties of high-performance Inconel 718 alloy by cold spraying“, *J. Alloys Compd.*, Bd. 792, S. 456–467, Juli 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2019.04.045.

-
- [79] M. Hassani-Gangaraj, D. Veyssset, V. K. Champagne, K. A. Nelson, und C. A. Schuh, „Adiabatic shear instability is not necessary for adhesion in cold spray“, *Acta Mater.*, Bd. 158, S. 430–439, Okt. 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2018.07.065.
- [80] V. K. Champagne, D. Helfritsch, P. Leyman, S. Grendahl, und B. Klotz, „Interface Material Mixing Formed by the Deposition of Copper on Aluminum by Means of the Cold Spray Process“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 14, Nr. 3, S. 330–334, Sep. 2005, doi: 10.1361/105996305X59332.
- [81] P. Cavaliere, Hrsg., *Cold-Spray Coatings: Recent Trends and Future perspectives*. Cham: Springer International Publishing, 2018. doi: 10.1007/978-3-319-67183-3.
- [82] V. K. Champagne, O. C. Ozdemir, und A. Nardi, Hrsg., *Practical Cold Spray*. Cham: Springer International Publishing, 2021. doi: 10.1007/978-3-030-70056-0.
- [83] V. F. Kosarev, S. V. Klinkov, A. P. Alkhimov, und A. N. Papyrin, „On Some Aspects of Gas Dynamics of the Cold Spray Process“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 12, Nr. 2, S. 265–281, Juni 2003, doi: 10.1361/105996303770348384.
- [84] K. Binder, J. Gottschalk, M. Kollenda, F. Gärtner, und T. Klassen, „Influence of Impact Angle and Gas Temperature on Mechanical Properties of Titanium Cold Spray Deposits“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 20, Nr. 1–2, S. 234–242, Jan. 2011, doi: 10.1007/s11666-010-9557-1.
- [85] H. Assadi, H. Kreye, F. Gärtner, und T. Klassen, „Cold spraying – A materials perspective“, *Acta Mater.*, Bd. 116, S. 382–407, Sep. 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.06.034.
- [86] S. V. Klinkov, V. F. Kosarev, N. S. Ryashin, und V. S. Shikalov, „Influence of particle impact angle on formation of profile of single coating track during cold spraying“, gehalten auf der INTERNATIONAL CONFERENCE ON THE METHODS OF AEROPHYSICAL RESEARCH (ICMAR 2018), Novosibirsk, Russia, 2018, S. 020007. doi: 10.1063/1.5065085.
- [87] *Tagungsunterlagen: 12. Kolloquium Hochgeschwindigkeits-Flammspritzen: 26. und 27. Oktober 2023, Erding = Conference proceedings: HVOF spraying*. Unterschleißheim, Germany: Gemeinschaft Thermisches Spritzen e.V, 2023.
- [88] D. Boruah u. a., „Evaluation of residual stresses induced by cold spraying of Ti-6Al-4V on Ti-6Al-4V substrates“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 374, S. 591–602, Sep. 2019, doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.06.028.
- [89] S. Garmeh, M. Jadidi, und A. Dolatabadi, „Three-Dimensional Modeling of Cold Spray for Additive Manufacturing“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 29, Nr. 1–2, S. 38–50, Jan. 2020, doi: 10.1007/s11666-019-00928-3.
- [90] M. Faizan-Ur-Rab u. a., „Utilization of Titanium Particle Impact Location to Validate a 3D Multicomponent Model for Cold Spray Additive Manufacturing“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 26, Nr. 8, S. 1874–1887, Dez. 2017, doi: 10.1007/s11666-017-0628-4.
- [91] A. Nastic, B. Jodoin, D. Poirier, und J.-G. Legoux, „Particle temperature effect in cold spray: A study of soft particle deposition on hard substrate“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 406, S. 126735, Jan. 2021, doi: 10.1016/j.surfcoat.2020.126735.
- [92] W.-Y. Li u. a., „Effect of standoff distance on coating deposition characteristics in cold spraying“, *Mater. Des.*, Bd. 29, Nr. 2, S. 297–304, Jan. 2008, doi: 10.1016/j.matdes.2007.02.005.
- [93] D. Edgington-Mitchell, D. R. Honnery, und J. Soria, „The underexpanded jet Mach disk and its associated shear layer“, *Phys. Fluids*, Bd. 26, Nr. 9, S. 096101, Sep. 2014, doi: 10.1063/1.4894741.
- [94] B. Pavel Viktorovich und U. V. Nikolaevich, „Mach Reflection of a Shock Wave from the Symmetry Axis of the Supersonic Nonisobaric Jet“, *Res. J. Appl. Sci. Eng. Technol.*, Bd. 8, Nr. 1, S. 135–142, Juli 2014, doi: 10.19026/rjaset.8.951.

- [95] J.-J. Park u. a., „Supersonic Nozzle Flow Simulations for Particle Coating Applications: Effects of Shockwaves, Nozzle Geometry, Ambient Pressure, and Substrate Location upon Flow Characteristics“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 20, Nr. 3, S. 514–522, März 2011, doi: 10.1007/s11666-010-9542-8.
- [96] Q. Blochet, F. Delloro, F. N’Guyen, D. Jeulin, F. Borit, und M. Jeandin, „Effect of the Cold-Sprayed Aluminum Coating-Substrate Interface Morphology on Bond Strength for Aircraft Repair Application“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 26, Nr. 4, S. 671–686, Apr. 2017, doi: 10.1007/s11666-017-0548-3.
- [97] A. W.-Y. Tan u. a., „Effect of Substrate Surface Roughness on Microstructure and Mechanical Properties of Cold-Sprayed Ti6Al4V Coatings on Ti6Al4V Substrates“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 28, Nr. 8, S. 1959–1973, Dez. 2019, doi: 10.1007/s11666-019-00926-5.
- [98] L.-S. Wang u. a., „Effect of the powder particle structure and substrate hardness during vacuum cold spraying of Al₂O₃“, *Ceram. Int.*, Bd. 43, Nr. 5, S. 4390–4398, Apr. 2017, doi: 10.1016/j.ceramint.2016.12.085.
- [99] J. Fiebig, J.-P. Gagnon, G. Mauer, E. Bakan, und R. Vaßen, „In-Flight Measurements of Particle Temperature and Velocity with a High-Speed IR Camera During Cold Gas Spraying of In718 and TiAlCrNb“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 31, Nr. 7, S. 2013–2024, Okt. 2022, doi: 10.1007/s11666-022-01426-9.
- [100] H. Fukanuma, N. Ohno, B. Sun, und R. Huang, „In-flight particle velocity measurements with DPV-2000 in cold spray“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 201, Nr. 5, S. 1935–1941, Okt. 2006, doi: 10.1016/j.surfcoat.2006.04.035.
- [101] G. Mauer, R. Singh, K.-H. Rauwald, S. Schröder, S. Wilson, und R. Vaßen, „Diagnostics of Cold-Sprayed Particle Velocities Approaching Critical Deposition Conditions“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 26, Nr. 7, S. 1423–1433, Okt. 2017, doi: 10.1007/s11666-017-0596-8.
- [102] S. Yin, M. Meyer, W. Li, H. Liao, und R. Lupoi, „Gas Flow, Particle Acceleration, and Heat Transfer in Cold Spray: A review“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 25, Nr. 5, S. 874–896, Juni 2016, doi: 10.1007/s11666-016-0406-8.
- [103] H. Koivuluoto, V. Matikainen, J. Larjo, und P. Vuoristo, „Novel Online Diagnostic Analysis for In-Flight Particle Properties in Cold Spraying“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 27, Nr. 3, S. 423–432, Feb. 2018, doi: 10.1007/s11666-018-0685-3.
- [104] H. Koivuluoto, A. Coleman, K. Murray, M. Kearns, und P. Vuoristo, „High Pressure Cold Sprayed (HPCS) and Low Pressure Cold Sprayed (LPCS) Coatings Prepared from OFHC Cu Feedstock: Overview from Powder Characteristics to Coating Properties“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 21, Nr. 5, S. 1065–1075, Sep. 2012, doi: 10.1007/s11666-012-9790-x.
- [105] Y. C. Tsui und T. W. Clyne, „An analytical model for predicting residual stresses in progressively deposited coatings Part 1: Planar geometry“, *Thin Solid Films*, Bd. 306, Nr. 1, S. 23–33, Aug. 1997, doi: 10.1016/S0040-6090(97)00199-5.
- [106] E. Held, *Eigenspannungsanalyse an Schichtverbunden mittels inkrementeller Bohrlochmethode*, Bd. 30. KIT Scientific Publishing, 2014.
- [107] S. Kuroda und T. W. Clyne, „The quenching stress in thermally sprayed coatings“, *Thin Solid Films*, Bd. 200, Nr. 1, S. 49–66, Mai 1991, doi: 10.1016/0040-6090(91)90029-W.
- [108] A. J. Perry, J. A. Sue, und P. J. Martin, „Practical measurement of the residual stress in coatings“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 81, Nr. 1, S. 17–28, Mai 1996, doi: 10.1016/0257-8972(95)02531-6.

-
- [109] A. Fardan, C. C. Berndt, und R. Ahmed, „Numerical modelling of particle impact and residual stresses in cold sprayed coatings: A review“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 409, S. 126835, März 2021, doi: 10.1016/j.surfcoat.2021.126835.
- [110] U. Wolfstieg und E. Macherauch, „Ursachen und Bewertung von Eigenspannungen.“, *Chem. Ing. Tech.*, Bd. 45, Nr. 11, S. 760–770, Juni 1973, doi: 10.1002/cite.330451103.
- [111] E. Macherauch, „Origin, measurement and evaluation of residual stresses. Residual stresses in science and technology“, in *Papers presented at the Int. Conf. on residual stresses, 1986 Garmisch-Partenkirchen*, 1987, S. 3–26.
- [112] H.-D. Tietz, *Grundlagen der Eigenspannungen: Entstehung in Metallen, Hochpolymeren und silikatischen Werkstoffen, Meßtechnik und Bewertung*. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie und Distributed by Springer, 1982. [Online]. Verfügbar unter: <https://cir.nii.ac.jp/crid/1130000796095037696>
- [113] P. J. Withers und H. K. D. H. Bhadeshia, „Residual stress. Part 2 – Nature and origins“, *Mater. Sci. Technol.*, Bd. 17, Nr. 4, S. 366–375, Apr. 2001, doi: 10.1179/026708301101510087.
- [114] T. W. Clyne und S. C. Gill, „Residual Stresses in Thermal Spray Coatings and Their Effect on Interfacial Adhesion: A Review of Recent Work“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 5, Nr. 4, S. 401–418, Dez. 1996, doi: 10.1007/BF02645271.
- [115] C. M. Roper, C. M. Fancher, J. R. Bunn, und L. N. Brewer, „Residual Stress in Cold Spray SS304L Measured Via Neutron Diffraction and Comparison of Analytical Models to Predict the Residual Stress“, *J. Mater. Eng. Perform.*, Apr. 2024, doi: 10.1007/s11665-024-09422-6.
- [116] S. Rech, A. Trentin, S. Vezzù, J.-G. Legoux, E. Irissou, und M. Guagliano, „Influence of Pre-Heated Al 6061 Substrate Temperature on the Residual Stresses of Multipass Al Coatings Deposited by Cold Spray“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 20, Nr. 1–2, S. 243–251, Jan. 2011, doi: 10.1007/s11666-010-9596-7.
- [117] V. Lemiale u. a., „Temperature and strain rate effects in cold spray investigated by smoothed particle hydrodynamics“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 254, S. 121–130, Sep. 2014, doi: 10.1016/j.surfcoat.2014.05.071.
- [118] Z. Yang, Y. Lee, S. He, W. Jia, und J. Zhao, „Analysis of the Influence of High Peening Coverage on Almen Intensity and Residual Compressive Stress“, *Appl. Sci.*, Bd. 10, Nr. 1, S. 105, Dez. 2019, doi: 10.3390/app10010105.
- [119] D. Boruah, X. Zhang, und M. Doré, „Theoretical prediction of residual stresses induced by cold spray with experimental validation“, *Multidiscip. Model. Mater. Struct.*, Bd. 15, Nr. 3, S. 599–616, Mai 2019, doi: 10.1108/MMMS-08-2018-0150.
- [120] J. K. Li, Y. Mei, und W. Duo, „Mechanical approach to the residual stress field induced by shot peening“, S. 7.
- [121] A. S. Franchim, V. S. de Campos, D. N. Travessa, und C. de M. Neto, „Analytical modelling for residual stresses produced by shot peening“, *Mater. Des.*, Bd. 30, Nr. 5, S. 1556–1560, Mai 2009, doi: 10.1016/j.matdes.2008.07.040.
- [122] J. Wang, J. Han, W. Li, Z. Yang, Z. Li, und Y. Zhao, „Analytical modelling of shot-peening residual stress on welding carbon steel surface layer“, *J. Wuhan Univ. Technol.-Mater Sci Ed*, Bd. 31, Nr. 6, S. 1352–1362, Dez. 2016, doi: 10.1007/s11595-016-1538-x.
- [123] S. Kuroda, T. Dendo, und S. Kitahara, „Quenching stress in plasma sprayed coatings and its correlation with the deposit microstructure“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 4, Nr. 1, S. 75–84, März 1995, doi: 10.1007/BF02648531.

- [124] J. Matejcek und S. Sampath, „Intrinsic residual stresses in single splats produced by thermal spray processes“, *Acta Mater.*, Bd. 49, Nr. 11, S. 1993–1999, Juni 2001, doi: 10.1016/S1359-6454(01)00099-4.
- [125] P. Bengtsson und C. Persson, „Modelled and measured residual stresses in plasma sprayed thermal barrier coatings“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 92, Nr. 1–2, S. 78–86, Juni 1997, doi: 10.1016/S0257-8972(97)00082-0.
- [126] T. Chraska und A. H. King, „Transmission electron microscopy study of rapid solidification of plasma sprayed zirconia – part II. Interfaces and subsequent splat solidification“, *Thin Solid Films*, Bd. 397, Nr. 1–2, S. 40–48, Okt. 2001, doi: 10.1016/S0040-6090(01)01361-X.
- [127] R. Vaßen, J. Fiebig, T. Kalfhaus, J. Gibmeier, A. Kostka, und S. Schrüfer, „Correlation of Microstructure and Properties of Cold Gas Sprayed INCONEL 718 Coatings“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 29, Nr. 6, S. 1455–1465, Aug. 2020, doi: 10.1007/s11666-020-00988-w.
- [128] T. W. Clyne, „Residual Stresses in Surface Coatings and Their Effects on Interfacial Debonding“, *Key Eng. Mater.*, Bd. 116–117, S. 307–330, Dez. 1995, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.116-117.307.
- [129] J. Igel, W. S. Scheld, D. E. Mack, O. Guillon, und R. Vaßen, „Lifetime Extension of Atmospheric and Suspension Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings in Burner Rig Tests by Pre-Oxidizing the CoNiCrAlY Bond Coats“, *Coatings*, Bd. 14, Nr. 7, S. 793, Juni 2024, doi: 10.3390/coatings14070793.
- [130] A. Vargas-Uscategui, P. C. King, M. J. Styles, M. Saleh, V. Luzin, und K. Thorogood, „Residual Stresses in Cold Spray Additively Manufactured Hollow Titanium Cylinders“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 29, Nr. 6, S. 1508–1524, Aug. 2020, doi: 10.1007/s11666-020-01028-3.
- [131] M. G. Mutter, Jülich: Forschungszentrum Jülich GmbH, Zentralbibliothek, Verlag, 2016.
- [132] P. J. Withers und H. K. D. H. Bhadeshia, „Residual stress. Part 1 – Measurement techniques“, *Mater. Sci. Technol.*, Bd. 17, Nr. 4, S. 355–365, Apr. 2001, doi: 10.1179/026708301101509980.
- [133] N. S. Rossini, M. Dassisti, K. Y. Benyounis, und A. G. Olabi, „Methods of measuring residual stresses in components“, *Mater. Des.*, Bd. 35, S. 572–588, März 2012, doi: 10.1016/j.matdes.2011.08.022.
- [134] O. Kesler u. a., „Measurement of residual stress in plasma-sprayed metallic, ceramic and composite coatings“, *Mater. Sci. Eng. A*, Bd. 257, Nr. 2, S. 215–224, Dez. 1998, doi: 10.1016/S0921-5093(98)00860-0.
- [135] P. J. Withers, M. Turski, L. Edwards, P. J. Bouchard, und D. J. Buttle, „Recent advances in residual stress measurement“, *Int. J. Press. Vessels Pip.*, Bd. 85, Nr. 3, S. 118–127, März 2008, doi: 10.1016/j.ijpvp.2007.10.007.
- [136] Y. Serra, X. Ficquet, und E. Kingston, „Residual Stress Measurement Using the Hole Drilling Technique on Components outside the ASTM E837 Standard“, *Adv. Mater. Res.*, Bd. 996, S. 301–306, Aug. 2014, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMR.996.301.
- [137] H. Kockelmann und G. König, „Abschlussbericht zum DFG-Forschungsvorhaben Ko 896/2-1 Kennwort: Bohrlochmethode“, *Stuttg. Mater. MPA Stuttg.*, Bd. 201, 1987.
- [138] G. Kirsch E., „Die Theorie der Elastizität und die Ergebnisse der Festigkeitslehre“, *Zeitschrift Vereines Dtsch. Ingenieure*, Bd. 42, S. 797–807, 1898.
- [139] G. S. Schajer und E. Altus, „Stress Calculation Error Analysis for Incremental Hole-Drilling Residual Stress Measurements“, *J. Eng. Mater. Technol.*, Bd. 118, Nr. 1, S. 120–126, Jan. 1996, doi: 10.1115/1.2805924.

- [140] J. Gibmeier, M. Kornmeier, und B. Scholtes, „Plastic deformation during application of the hole-drilling method“, in *Materials science forum*, Trans Tech Publ, 2000, S. 131–137.
- [141] T. Schwarz und H. Kockelmann, „Die Bohrlochmethode—ein für viele Anwendungsbereiche optimales Verfahren zur experimentellen Ermittlung von Eigenspannungen“, *Messtech. Briefe*, Bd. 29, Nr. 2, S. 33–38, 1993.
- [142] G. S. Schajer, „Measurement of Non-Uniform Residual Stresses Using the Hole-Drilling Method. Part II—Practical Application of the Integral Method“, *J. Eng. Mater. Technol.*, Bd. 110, Nr. 4, S. 344–349, Okt. 1988, doi: 10.1115/1.3226060.
- [143] L. Spieß, Hrsg., *Moderne Röntgenbeugung: Röntgendiffraktometrie für Materialwissenschaftler, Physiker und Chemiker*, 2., Überarb. und erw. Aufl. in Studium. Wiesbaden: Vieweg + Teubner, 2009.
- [144] W. H. Bragg, „The Reflection of X-rays by Crystals.(II.)“, *Proc. R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character*, Bd. 89, Nr. 610, S. 246–248, 1913.
- [145] R. Ghelichi, D. MacDonald, S. Bagherifard, H. Jahed, M. Guagliano, und B. Jodoin, „Microstructure and fatigue behavior of cold spray coated Al5052“, *Acta Mater.*, Bd. 60, Nr. 19, S. 6555–6561, Nov. 2012, doi: 10.1016/j.actamat.2012.08.020.
- [146] D. Srinivasan, V. Chandrasekhar, R. Amuthan, Y. C. Lau, und E. Calla, „Characterization of Cold-Sprayed IN625 and NiCr Coatings“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 25, Nr. 4, S. 725–744, Apr. 2016, doi: 10.1007/s11666-016-0382-z.
- [147] W. B. Choi u. a., „Integrated characterization of cold sprayed aluminum coatings“, *Acta Mater.*, Bd. 55, Nr. 3, S. 857–866, Feb. 2007, doi: 10.1016/j.actamat.2006.09.006.
- [148] C. Lyphout, P. Nylén, A. Manescu, und T. Pirling, „Residual Stresses Distribution through Thick HVOF Sprayed Inconel 718 Coatings“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 17, Nr. 5–6, S. 915–923, Dez. 2008, doi: 10.1007/s11666-008-9242-9.
- [149] F. A. Kandil, J. D. Lord, A. T. Fry, und P. V. Grant, „-A Guide to Techni.que Selection“.
- [150] G. G. Stoney, „The tension of metallic films deposited by electrolysis“, *Proc. R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character*, Bd. 82, Nr. 553, S. 172–175, 1909.
- [151] C. A. Klein, „How accurate are Stoney’s equation and recent modifications“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 88, Nr. 9, S. 5487–5489, Nov. 2000, doi: 10.1063/1.1313776.
- [152] P. H. Townsend, D. M. Barnett, und T. A. Brunner, „Elastic relationships in layered composite media with approximation for the case of thin films on a thick substrate“, *J. Appl. Phys.*, Bd. 62, Nr. 11, S. 4438–4444, Dez. 1987, doi: 10.1063/1.339082.
- [153] A. Atkinson, T. Johnson, A. H. Harker, und S. C. Jain, „Film edge-induced stress in substrates and finite films“, *Thin Solid Films*, Bd. 274, Nr. 1–2, S. 106–112, März 1996, doi: 10.1016/0040-6090(95)07090-7.
- [154] A. Brenner und S. Senderoff, „Calculation of stress in electrodeposits from the curvature of a plated strip“, *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, Bd. 42, Nr. 2, S. 105, Feb. 1949, doi: 10.6028/jres.042.009.
- [155] M. Y. He, D. R. Mumm, und A. G. Evans, „Criteria for the delamination of thermal barrier coatings: with application to thermal gradients“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 185, Nr. 2–3, S. 184–193, Juli 2004, doi: 10.1016/j.surfcoat.2004.01.025.
- [156] „DIN EN ISO 14916:2017-08, Thermisches Spritzen - Ermittlung der Haftzugfestigkeit (ISO 14916:2017); Deutsche Fassung EN ISO 14916:2017“, Beuth Verlag GmbH. doi: 10.31030/2588875.
- [157] B08 Committee, „Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings“, ASTM International. doi: 10.1520/C0633-13R21.

- [158] S. Shinde und S. Sampath, „A Critical Analysis of the Tensile Adhesion Test for Thermally Sprayed Coatings“, *J. Therm. Spray Technol.*, Okt. 2022, doi: 10.1007/s11666-022-01468-z.
- [159] D. Goldbaum u. a., „The Effect of Deposition Conditions on Adhesion Strength of Ti and Ti6Al4V Cold Spray Splats“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 21, Nr. 2, S. 288–303, März 2012, doi: 10.1007/s11666-011-9720-3.
- [160] S. B. Pope, *Turbulent flows*, 1. publ., 12. print. Cambridge: Cambridge Univ. Press, 2015.
- [161] J. H. Ferziger, M. Perić, und R. L. Street, *Computational Methods for Fluid Dynamics*. Cham: Springer International Publishing, 2020. doi: 10.1007/978-3-319-99693-6.
- [162] L.-S. Fan und C. Zhu, *Principles of gas-solid flows*. Cambridge ; New York: Cambridge University Press, 1998.
- [163] C. Cao, W. Li, Z. Zhang, X. Yang, und Y. Xu, „Cold Spray Additive Manufacturing of Ti6Al4V: Special Nozzle Design Using Numerical Simulation and Experimental Validation“, *Coatings*, Bd. 12, Nr. 2, S. 210, Feb. 2022, doi: 10.3390/coatings12020210.
- [164] R. N. Raoelison, L. L. Koithara, S. Costil, und C. Langlade, „Turbulences of the supersonic gas flow during cold spraying and their negative effects: A DNS CFD analysis coupled with experimental observation and laser impulse high-speed shadowgraphs of the particles in-flight flow“, *Int. J. Heat Mass Transf.*, Bd. 147, S. 118894, Feb. 2020, doi: 10.1016/j.ijheatmasstransfer.2019.118894.
- [165] L. Prandtl, „7. Bericht über Untersuchungen zur ausgebildeten Turbulenz“, *ZAMM - J. Appl. Math. Mech. Z. Für Angew. Math. Mech.*, Bd. 5, Nr. 2, S. 136–139, 1925, doi: 10.1002/zamm.19250050212.
- [166] M. Balogh, A. Parente, und C. Benocci, „RANS simulation of ABL flow over complex terrains applying an Enhanced k- ϵ model and wall function formulation: Implementation and comparison for fluent and OpenFOAM“, *J. Wind Eng. Ind. Aerodyn.*, Bd. 104–106, S. 360–368, Mai 2012, doi: 10.1016/j.jweia.2012.02.023.
- [167] D. Adanta, I. M. R. Fattah, und N. M. Muhammad, „COMPARISON OF STANDARD k- ϵ AND SST k- ω TURBULENCE MODEL FOR BREASTSHOT WATERWHEEL SIMULATION“, 2020.
- [168] H. A. Choi, H. D. Kam, und J. S. Kim, „NUMERICAL INVESTIGATION ON THE CORRELATION BETWEEN SHOCK STRUCTURE AND THRUST PERFORMANCE IN AN OVEREXPANDED NOZZLE“, S. 6.
- [169] S. V. Poroseva, „Validation of a new k- ϵ model with the pressure diffusion effects in separated flows“, S. 22.
- [170] C. Slama, C. Servant, und G. Cizeron, „Aging of the Inconel 718 alloy between 500 and 750 °C“, *J. Mater. Res.*, Bd. 12, Nr. 9, S. 2298–2316, Sep. 1997, doi: 10.1557/JMR.1997.0306.
- [171] D. E. Mack u. a., „Evolution of porosity, crack density, and CMAS penetration in thermal barrier coatings subjected to burner rig testing“, *J. Am. Ceram. Soc.*, Bd. 102, Nr. 10, S. 6163–6175, Okt. 2019, doi: 10.1111/jace.16465.
- [172] G. Vander Voort und E. Manilova, „Metallographic Techniques for Superalloys“, *Microsc. Microanal.*, Bd. 10, Nr. S02, S. 690–691, Aug. 2004, doi: 10.1017/S1431927604883442.
- [173] J. Schindelin u. a., „Fiji: an open-source platform for biological-image analysis“, *Nat. Methods*, Bd. 9, Nr. 7, S. 676–682, Juli 2012, doi: 10.1038/nmeth.2019.

-
- [174] J. Schmitt, J. Fiebig, S. Schrüfer, O. Guillon, und R. Vaßen, „Adjusting Residual Stresses During Cold Spray Deposition of IN718“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 33, S. 210–220, Okt. 2023, doi: 10.1007/s11666-023-01673-4.
- [175] T. Pirling, G. Bruno, und P. J. Withers, „SALSA: Advances in Residual Stress Measurement at ILL“, *Mater. Sci. Forum*, Bd. 524–525, S. 217–222, Sep. 2006, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.524-525.217.
- [176] E. Kröner, „Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls“, *Z. Für Phys.*, Bd. 151, Nr. 4, S. 504–518, Aug. 1958, doi: 10.1007/BF01337948.
- [177] D. Dye, S. M. Roberts, P. J. Withers, und R. C. Reed, „The determination of the residual strains and stresses in a tungsten inert gas welded sheet of IN718 superalloy using neutron diffraction“, *J. Strain Anal. Eng. Des.*, Bd. 35, Nr. 4, S. 247–259, Mai 2000, doi: 10.1243/0309324001514396.
- [178] F. Lang, J.-C. Schmitt, T. Pirling, R. Vaßen, und J. Gibmeier, „Residual stresses induced by Inconel 718 cold gas repair spray of large cavities – on the influence of the sample geometry“, gehalten auf der 11th RIPT, Surface and coatings technology, 2025. doi: <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2025.132367>.
- [179] J.-C. Schmitt u. a., „Effect of Process Parameters on Residual Stresses of Cold Gas Sprayed IN718 Coatings on Large Repair Geometries“, *J. Therm. Spray Technol.*, Mai 2025, doi: 10.1007/s11666-025-02011-6.
- [180] *DIN EN ISO 6507-1:2024-01, Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers - Teil 1: Prüfverfahren (ISO 6507-1:2023); Deutsche Fassung EN ISO 6507-1:2023*, 2024. doi: 10.31030/3503781.
- [181] J. Schmitt, G. Mauer, R. Mücke, J. Fiebig, O. Guillon, und R. Vaßen, „Modeling and in-flight diagnostics of the IN718 cold spray process using different nozzle geometries“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 514, S. 132547, Okt. 2025, doi: 10.1016/j.surfcoat.2025.132547.
- [182] F. R. Menter, M. Kuntz, und R. Langtry, „Ten Years of Industrial Experience with the SST Turbulence Model“, *Heat Mass Transf.*
- [183] S. A. Morsi und A. J. Alexander, „An investigation of particle trajectories in two-phase flow systems“, *J. Fluid Mech.*, Bd. 55, Nr. 2, S. 193–208, 1972, doi: 10.1017/S0022112072001806.
- [184] S. I. Rubinow und J. B. Keller, „The transverse force on a spinning sphere moving in a viscous fluid“, *J. Fluid Mech.*, Bd. 11, Nr. 03, S. 447, Nov. 1961, doi: 10.1017/S0022112061000640.
- [185] T. Stoltenhoff und H. Kreye, *Kaltgasspritzen von Kupfer: eine strömungsmechanische und werkstoffkundliche Analyse und Optimierung des Spritzprozesses*, in Berichte aus der Werkstofftechnik. Aachen: Shaker, 2004.
- [186] V. Luzin, K. Spencer, und M.-X. Zhang, „Residual stress and thermo-mechanical properties of cold spray metal coatings“, *Acta Mater.*, Bd. 59, Nr. 3, S. 1259–1270, Feb. 2011, doi: 10.1016/j.actamat.2010.10.058.
- [187] K. Shinoda, J. Colmenares-Angulo, A. Valarezo, und S. Sampath, „Effect of Deposition Rate on the Stress Evolution of Plasma-Sprayed Yttria-Stabilized Zirconia“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 21, Nr. 6, S. 1224–1233, Dez. 2012, doi: 10.1007/s11666-012-9807-5.
- [188] A. Valarezo, K. Shinoda, und S. Sampath, „Effect of Deposition Rate and Deposition Temperature on Residual Stress of HVOF-Sprayed Coatings“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 29, Nr. 6, S. 1322–1338, Aug. 2020, doi: 10.1007/s11666-020-01073-y.
- [189] M. K. Hobbs und H. Reiter, „RESIDUAL STRESSES IN ZrO₂-8%Y₂O₃ PLASMA-SPRAYED THERMAL BARRIER COATINGS“, S. 10.

- [190] R. Chidambaram Seshadri, G. Dwivedi, V. Viswanathan, und S. Sampath, „Characterizing Suspension Plasma Spray Coating Formation Dynamics through Curvature Measurements“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 25, Nr. 8, S. 1666–1683, Dez. 2016, doi: 10.1007/s11666-016-0460-2.
- [191] H. Ruiz-Luna u. a., „Effect of HVOF Processing Parameters on the Properties of NiCoCrAlY Coatings by Design of Experiments“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 23, Nr. 6, S. 950–961, Aug. 2014, doi: 10.1007/s11666-014-0121-2.
- [192] T. Suhonen, T. Varis, S. Dosta, M. Torrell, und J. M. Guilemany, „Residual stress development in cold sprayed Al, Cu and Ti coatings“, *Acta Mater.*, Bd. 61, Nr. 17, S. 6329–6337, Okt. 2013, doi: 10.1016/j.actamat.2013.06.033.
- [193] C. Chen, Y. Xie, C. Verdy, H. Liao, und S. Deng, „Modelling of coating thickness distribution and its application in offline programming software“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 318, S. 315–325, Mai 2017, doi: 10.1016/j.surfcoat.2016.10.044.
- [194] L. Barka, M. Balat-Pichelin, J. L. Sans, J. Annaloro, und P. Omaly, „INFLUENCE OF OXIDATION AND EMISSIVITY FOR METALLIC ALLOYS SPACE DEBRIS DURING THEIR ATMOSPHERIC ENTRY“.
- [195] E. Bakan und R. Vaßen, „Ceramic Top Coats of Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings: Materials, Processes, and Properties“, *J. Therm. Spray Technol.*, Bd. 26, Nr. 6, S. 992–1010, Aug. 2017, doi: 10.1007/s11666-017-0597-7.
- [196] C. Chen u. a., „Numerical investigation of transient coating build-up and heat transfer in cold spray“, *Surf. Coat. Technol.*, Bd. 326, S. 355–365, Okt. 2017, doi: 10.1016/j.surfcoat.2017.07.069.

I Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen Personen bedanken, die mich während meiner Promotionszeit am Forschungszentrum Jülich unterstützt haben.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Prof. Robert Vaßen, der mir die Promotion am „Institute of Energy Materials and Devices – Materials Synthesis and Processing (IMD-2)“, vormals IEK-1, ermöglicht und mich während dieser Zeit betreut hat. Seine stets offene Tür und die anregenden fachlichen Diskussionen haben wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen.

Herrn Prof. Werner Theisen danke ich für die Übernahme des Zweitgutachtens meiner Dissertation sowie Herrn Prof. Kilzer für den Vorsitz der Prüfungskommission.

Weiter gilt mein Dank meinen Projektpartnern am KIT, Dr. Jens Gibmeier und Florian Lang, für die zu jederzeit konstruktive und produktive Zusammenarbeit im Rahmen des gemeinsamen Vorhabens, welches die Grundlage für meine Dissertation bildet.

Während meiner Zeit am Institut durfte ich viele Personen kennenlernen, die mich bei meiner Arbeit umfangreich unterstützt haben. Hervorheben möchte ich Dr. Jochen Fiebig für seine Hilfe bei verschiedensten Problemstellungen, besonders in der Anfangsphase meiner Tätigkeit, sowie Prof. Georg Mauer für seine wertvolle Unterstützung in vielfältigen Themenbereichen. Weiter danke ich Karl-Heinz Rauwald, Dr. Robert Mücke, Dr. Edward V. Gildersleeve, Dr. Doris Sebold, Dr. Emine Bakan, Dr. Daniel E. Mack, Martin Tandler, Frank Kurze, Dr. Yoo Jung Sohn, Volker Bader, Michael Xhonneux und Erhan Sucuoglu (stellvertretend für das gesamte Werkstatt-Team) für die Hilfe bei der Herstellung sowie der Charakterisierung der Proben. An dieser Stelle möchte ich auch Ralf Laufs und Mark Kappertz gedenken, welche ebenfalls zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Ein herzliches Dankeschön geht an meine Kolleginnen und Kollegen und mittlerweile auch Freundinnen und Freunde, die mich in dieser Zeit unterstützt haben. Stellvertretend möchte ich hier Maike, Jens, Vivien, Laura und Franziska nennen – Danke für die vielen fachlichen Diskussionen, gegenseitiges Korrekturlesen, Aufmunterungen und die geselligen Abende, die meine Promotionszeit hier am Forschungszentrum geprägt haben.

Abschließend gilt mein tiefster Dank meinen Eltern und meinen beiden Schwestern. Ihr hattet einen großen Anteil an dieser erfolgreichen Promotion. Ohne euren Rückhalt, eure Motivation und eure Unterstützung – gerade in schwierigen Phasen – wäre dieser Weg für mich nicht möglich gewesen.

II Abkürzungsverzeichnis

Bezeichnungen:

ASI	Adiabatische Scherinstabilität (<i>Adiabatic Shear Instability</i>)
APS	Atmosphärisches Plasmaspritzen (<i>Atmospheric Plasma Spray</i>)
CFD	Numerische Strömungsmechanik (<i>Computational Fluid Domain</i>)
CSM	<i>Cold Spray Meter</i>
DE	Depositionseffizienz (<i>Deposition Efficiency</i>)
DS	Abscheidespannungen (<i>Deposition Stress</i>)
EDX	Energie Dispersive Röntgenspektroskopie (<i>Energy Dispersive X-Ray Diffraction</i>)
ES	Eigenspannungen (<i>Residual Stress</i>)
EvS	Entwickelte Spannung (<i>Evolving Stress</i>)
HVOF	Hochgeschwindigkeitsflammspritzen (<i>High Velocity Oxide Fuel</i>)
KGS	Kaltgasspritzen (<i>Cold Gas Spray</i>)
ICP	In-situ Krümmungsmessung (<i>In-situ Coating Properties Sensor</i>)
ICP-OES	Optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (<i>Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry</i>)
IN718	Inconel 718
Out1	Standarddüse
Out2	Kurze Düse
Out4	Lange Düse
PS	Aufprallspannung (<i>Peening Stress</i>)
QS	Abschreckspannung (<i>Quenching Stress</i>)
REM	Rasterelektronenmikroskopie
TDS	Thermische Abscheidespannung (<i>Thermal Deposition Stresses</i>)
TS	Thermische Spannung (<i>Thermal Stresses</i>)
XRD	Röntgendiffraktometrie (<i>X-Ray Diffraction</i>)

Variablen:

A	mm	Fläche
a	m ² s	Beschleunigung
a	mm	Risslänge
α	10 ⁻⁶ K ⁻¹	Thermischer Ausdehnungskoeffizient
Bi		Biot-Zahl
b	mm	Breite
β	W m ⁻² K ⁻¹	Wärmeübertragungskoeffizient, Partikel

β_0	W m^{-4}	Vorfaktor von β
β_{en}	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	Energie pro abgeschiedener Lage
γ		Isentropenexponent
c_p	$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$	Spez. Wärmekapazität
C_D		<i>Drag Coefficient</i>
C_L		<i>Lift Coefficient</i>
C_μ		Empirische Konstante
d		Gitterebenenabstand
d	mm	Durchmesser
D_{diff}	$\text{m}^2 \text{s}^{-1}$	Diffusionskoeffizient
d_{diff}	m	Diffusionslänge
e	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1} \text{s}^{-0.5}$	Effusivität
ε		Emissivität
ε	$\text{m}^2 \text{s}^3$	Dissipationsrate der turbulenten kinetischen Energie
FR		Förderrate
F	N	Kraft
F_D		<i>Drag force</i>
F_L		<i>Lift force</i>
θ	°	Beugungswinkel
h	$\text{W m}^{-2} \text{K}^{-1}$	Wärmeübertragungskoeffizient
μ	Pa s	Dynamische Viskosität
μ_t	Pa s	Turbulente (Wirbel-)Viskosität
η		Wirkungsgrad
k	$\text{m}^2 \text{s}^2$	kinetische Turbulente Energie
κ	m^{-1}	Krümmung
K_{Ic}	$\text{MPa m}^{-0.5}$	Kritische Bruchzähigkeit im Modus I
L	m	Länge
λ	$\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}$	Thermische Leitfähigkeit
λ	m	Wellenlänge
M		Mach-Zahl
m	kg	Masse
n		Gangunterschied
n		Streuparameter
P	W	Leistung
Pr		Prandtl-Zahl
$\dot{q}$	W m^{-2}	spez. Wärmestrom
$\dot{Q}$	W	Wärmemenge
r	m	Radius
r_e		Expansionsverhältnis
R	$\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$	Universelle Gaskonstante

II Abkürzungsverzeichnis

R_a	μm	Mittlere Rauheit
Re		Reynolds-Zahl
ρ	kg m^{-3}	Dichte
Σ	N m^2	Biegesteifigkeit
σ	MPa	Spannung
T	$\text{K} / ^\circ\text{C}$	Temperatur
t	m	Dicke / Wandstärke
τ	s	Zeit
V	m^3	Volumen
$\dot{V}$	$\text{m}^3 \text{s}^{-1}$	Volumenstrom
v	m s^{-1}	Geschwindigkeit
v_R	m s^{-1}	Roboter Geschwindigkeit
ν		Poisson-Zahl
W_{dep}	m	Mäanderlänge
ω	s^{-1}	Spezifische Dissipationsrate
ψ	$^\circ$	Verkipfungswinkel
x_i, x_j		Kartesische Koordinaten in i- und j-Richtung
Y		Geometriefaktor
Y_d		Verteilungsparameter, Rosin-Rammler Verteilung
Z_{dep}		Anzahl der Beschichtungsübergänge
$\{hkl\}$		hkl-Gitterbenenschar

Indizes:

0	Standard- / Ausgangsbedingungen	m	Schmelzen (<i>Melting</i>)
av	Mittelwert (<i>Average</i>)	max	Maximal
At	Atkinson	O	Oberfläche
Br	Brenner-Senderoff	opt	Optisch über Topographie ermittelte Daten
c	Schicht (<i>Coating</i>)	out	Atmosphärische Düsenumgebung (<i>Outlet</i>)
cr	Kritischer Grenzwert (<i>Critical</i>)	p	Partikel
d	Abscheidung (<i>Deposit</i>)	pre	Vorheizen (<i>Pre-heating</i>)
dep	Auf Mäander und Spritzfleck bezogene Parameter	q	Abschrecken (<i>Quenching</i>)
diff	Diffusion	ref	Referenzbeiwert
div	Divergender Düsenteil	St	Stoney
exit	Düsenausgang	s	Substrat
g	Gas	t	Turbulent
i, j	Ausrichtung der räumlichen Kordinate	total	Gesamtmenge
in	Düseneingang (<i>Inlet</i>)	vor	Düsenvorkammer
init	Initial	x	x-Richtung

Kr	Krümmung	y	y-Richtung
L[Zahl]	Parameter der Robotergeschwindigkeit	z	z-Richtung
loc	Lokale Position des Gasstrahls (<i>Local</i>)	*	Engster Düsenquerschnitt (<i>Throat</i>)

III Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Beispielhafter Aufbau einer Gasturbine (a, [2]) und zugehöriger Joule-Brayton-Prozess (b, [1]). Darstellung beider Grafiken mit freundlicher Genehmigung von Cambridge University Press und Springer Nature.	6
Abbildung 2-2: Darstellung der Phasen in TEM-Aufnahmen [37] des IN718-Materials mit Gitterstruktur der γ - (b), γ' - (c) und γ'' - Phasen (d) [2]. Wiedergabe bzw. Adaptation der originalen Grafiken mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature bzw. Cambridge University Press.	8
Abbildung 2-3: Darstellung der Kriechbereich über die Zeit (a) und beispielhaftes Verformungsmechanismus-Diagramm von Aluminium (b). Adaptiert aus [45] mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature.	11
Abbildung 2-4: Wöhler-Kurve mit eingezeichneten Bereichen der Kurzzeitfestigkeit, Zeitfestigkeit und Dauerfestigkeit für einen dauerfesten Werkstoff. Adaptiert nach [45] mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature.	12
Abbildung 2-5: Rissausbreitungsmodi I, II und III. Adaptiert nach [45] mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature.	13
Abbildung 2-6: Beispielhaftes Vorgehen beim Reparaturprozess eines induzierten Defekts (a): Zunächst erfolgt das Ausfräsen der betroffenen Stelle (b), gefolgt vom Befüllen mit Reparaturmaterial (c) und mechanischer oder thermischer Nachbearbeitung sofern notwendig (d). Darstellung angelehnt an [49].	15
Abbildung 2-7: Schematische Darstellung des Kaltgasprozesses. Darstellung und Übersetzung nach [7], veröffentlicht unter CC BY 3.0 https://creativecommons.org/licenses/by/3.0/	18
Abbildung 2-8: Schematischer Anhaftungsprozess zwischen Partikel und Substrat. Darstellung und Übersetzung nach [75] mit freundlicher Genehmigung von Elsevier.	20
Abbildung 2-9: Das sogenannte <i>Window of Deposition</i> begrenzt den Bereich zwischen kritischer und maximaler Geschwindigkeit, in welchem die Anhaftung nach dem ASI-Modell möglich ist [76]. Repräsentativ sind spezifische Partikelgrößen des verwendeten IN718-Pulvers unter in dieser Arbeit standardmäßig verwendeten Spritzparametern dargestellt (s. Kapitel 3).	22
Abbildung 2-10: Ausbildung des Bugstoßeffekts (<i>bow shock</i> , a) und schematische Darstellung der Überschallgasströmung (b). Darstellung und Übersetzung nach [18] mit freundlicher Genehmigung von Elsevier.	25
Abbildung 2-11: Überlagerungen von Eigenspannungen I., II. und III. Art. Darstellung nach [110] mit freundlicher Genehmigung von John Wiley and Sons.	31
Abbildung 2-12: Ausbildung der Abschreckeigenspannung (= QS) infolge des Partikelaufralls (a), nachfolgender Ausbreitung und Abschreckung (b) sowie resultierender Abschreckeigenspannung. Darstellung und Übersetzung nach [107], mit freundlicher Genehmigung von Elsevier.	34
Abbildung 2-13: Ist der thermische Ausdehnungskoeffizient des Substrats größer resultieren thermische Druckeigenspannungen, welche die QS überlagern können (a). Liegen keine TS vor hängt der finale Spannungszustand (in diesem Fall) ausschließlich von den QS ab (b). Ist der thermische Ausdehnungskoeffizient des Substrats kleiner als der der Schicht, so weisen die TS Zugeigenspannungen auf und summieren sich zu den QS (c). Darstellung nach [131] basierend auf [107], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/	36
Abbildung 2-14: Schematische Darstellung des diffraktometrischen Verfahrens für die Deformation in x-Richtung. Darstellung nach [114], mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature.	39
Abbildung 2-15: Schematische Krümmungsbildung in einem Schichtverbundsystem (a) mit Darstellung der ursächlichen Fehldehnung (b) sowie resultierendem Kräfte- (c) und Momentengleichgewicht (d). Darstellung und Übersetzung nach [105], mit freundlicher Genehmigung von Elsevier.	41
Abbildung 2-16: Versagensarten der Haftzugversuche. Kohäsives Versagen ist beispielhaft in der Schicht dargestellt, kann sich jedoch auch in Schicht oder Kleber fortsetzen. Darstellung und Übersetzung nach [13] mit freundlicher Genehmigung von Elsevier.	43
Abbildung 3-1: Aufnahmen der verwendeten Kaltgasanlage (a) sowie der Düse mit vorgeschaltetem Heizelement (b). Der Beschichtungsmäander setzt sich aus der horizontalen Bewegung mit definierter Länge (W_{dep}) sowie Versatz in vertikaler Richtung (b_{dep}) zusammen (c).	48
Abbildung 3-2: Volumetrische Partikelgrößenverteilung für die verwendeten IN718-Pulver BCM395M (a) und BCM411M (b) mit REM-Aufnahme eines Schnittes durch ein IN718-Pulverpartikel (c, [127], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/).	49
Abbildung 3-3: In Anlehnung an den Reparaturprozess herausgearbeitete Kavität (a). Zur Vermeidung von Materialüberschuss erfolgte eine zusätzlich Maskierung der Fläche um die Kavität (b). Alternativ erfolgten Beschichtungen von zylindrischen Kavitäten (c). Alle Richtungsangaben in dieser Arbeit beziehen sich auf das beigegefügte Koordinatensystem.	53

Abbildung 4-1: Schnittebenen von rechteckigen und zylindrischen Proben sowie der beschichteten Kavität (a). Die Analyse der Mikrostruktur erfolgt eingeteilt nach einzelnen Zonen (b) dargestellt für Schnitt 2.	62
Abbildung 5-1: Schematisches 2D-Modell ANSYS mit Vorkammer, konvergent-divergentem Düsenabschnitt und Auslass sowie ggf. Substrat (a). Zusätzlich wurde die Partikelinjektion in eine gemischte (b), axiale (c) sowie radiale (d) Variante unterteilt. Darstellung und Übersetzung nach [180], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/	69
Abbildung 6-1: REM-BSE Aufnahmen jeweils einer KGS-Schicht aus Standard (a) und Heiß (b). Zusätzlich sind jeweils vergrößerte Darstellung der Schicht sowie des Interface dargestellt.	75
Abbildung 6-2: Die Partikelgeschwindigkeit von Standard (blau) und Heiß (rot) wurde am CSM (Dreiecke) über einen Linienscan entlang der vertikalen Koordinate sowie aus dem Messvolumen des HiWatch (Rechtecke) in vertikale Richtung extrahiert (a). Die einzeln gemessenen Partikel im HiWatch sind sowohl teiltransparent als auch in Form einer angenäherten Linie dargestellt. Die Oberflächentemperatur der Beschichtung wurde mittels Pyrometer für Standard und Heiß ermittelt (b).	77
Abbildung 6-3: Gas- und Partikelgeschwindigkeit aus 3D-Modellierung und KSS-Modell (a). Die Nahzone vor dem Substrat zeigt den Einflussbereich des <i>bow shock</i> – Effekts (b).	80
Abbildung 6-4: Die simulierte Gasgeschwindigkeit (a) mit axialer (Kreis) und radialer (Quadrat) Injektion wurde analog zum Messfeld der Partikeldiagnostik (Dreieck) ausgewertet. Darstellung und Übersetzung nach [180], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/ . Ergänzend sind axiale Verläufe von Geschwindigkeit und Temperatur für Partikel und Gas bei Standard und Heiß dargestellt (b).	82
Abbildung 6-5: Die Gas-Kontur von Out1 für Geschwindigkeit und Temperatur ist aufgeteilt auf eine 2D-Ebene für das 3D-Modell repräsentativ unter Verwendung von Standardparametern dargestellt (a). Die Entstehung von <i>mach disks</i> am Düsenausgang (b) sowie der <i>bow shock</i> – Effekt vor dem Substrat (c) ist jeweils vergrößert für Standard und Heiß dargestellt.	83
Abbildung 6-6: Tiefenverläufe der Eigenspannungen als Resultat der inkrementellen Bohrlochmethode für Standard (a) und Heiß (b), durchgeführt vom Projektpartner KIT. Die Messrichtungen sind in dem kleinen Schaubild schematisch dargestellt. Hier markieren die grauen horizontalen Linien den Beschichtungsmäander.	85
Abbildung 6-7: Beispielhafte Darstellung der beschichteten Krümmungsprobe mit der Verschraubung an beiden Seiten (a). Die Durchbiegung ist mittels topographischer Analyse als zweidimensionale Kontur für beide Parameter dargestellt (b), wobei die Krümmung über die Durchbiegung im Zentrum ermittelt wurde (c).	87
Abbildung 6-8: Krümmung (schwarz) und Temperatur (rot) für die Beschichtung von ICP-Proben bei Standard (a) und Heiß (b) mit IN718-Pulver auf IN718-Substraten bei einer Wandstärke von 3,2 mm. Darstellung und Übersetzung nach [173], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/	89
Abbildung 6-9: Haftzugfestigkeit mit Standard in Abhängigkeit der Substratvorbehandlungsmethoden aus Kapitel 3.2.2. Die Zugversuche wurden beim Projektpartner am KIT durchgeführt. Grüne Balken stellen Kleberversagen dar, während rote Balken adhäsives Versagen am Interface verdeutlichen. Die Dummies erzielten jeweils die Kleberfestigkeit (nicht dargestellt). Im Fall von Kugelstrahlen konnten nur je zwei Proben verarbeitet werden.	92
Abbildung 6-10: Ermittelte Haftabzugfestigkeit des Klebers FM2000 an vier Dummies (a). Ein weiteres Experiment wurde mit Schichten aus den Parametern Heiß und Langsam 4 durchgeführt (b). Die Stempel von Dummy 1 wurden mit F36 unter 3 bar gestrahlt, Dummy 2 mit 6 bar. Bei den Schichtsystemen lag jeweils Kleberversagen vor.	95
Abbildung 6-11: Die Aufnahme der beschichteten Reparaturgeometrie kann für beide Beschichtungsparameter als repräsentativ gesehen werden (a). Für beide Parameter wurden jeweils topographische Analysen mittels Weißlichttopographen durchgeführt (b, c). Das gleiche Verfahren ist für die maskierte Kavität dargestellt (d, e, f). Das Messfeld für die Topographie wurde an die Größe der Kavität angepasst. Darstellung und Übersetzung nach [178], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/	97
Abbildung 6-12: REM-BSE Aufnahmen der Kavität (a) in den repräsentativen Zonen. Das EDX-Mapping um die charakteristische Al-Ni-Phase (b), welche in jeder Aufnahme auftritt, ist für Ni, Nb und Al dargestellt (c). Darstellung und Übersetzung nach [178], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/	99
Abbildung 6-13: Die Temperaturmessung mittels Pyrometer wurde für Standard und Heiß durchgeführt (a, Darstellung und Übersetzung nach [178], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/). Über eine rückseitig eingebrachte Bohrung wurde die	

Temperatur am Kavitätsgrund mittels NiCr-Thermoelements für eine 2 mm – tiefe Kavität mit 20 Übergängen bei Standardbedingungen aufgezeichnet (b).	101
Abbildung 6-14: Eigenspannungen aus der inkrementellen Bohrlochmethode, durchgeführt vom Projektpartner KIT, für Standard (blau) und Heiß (rot) in x- (volle Symbole) und y-Richtung (hohle Symbole). Unter Verwendung einer Maskierung traten keine signifikanten Unterschiede in den Verläufen auf. Die Messrichtungen entsprechen dem Koordinatensystem im Schaubild. Darstellung und Übersetzung nach [178], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/ .	102
Abbildung 6-15: Kontur der Eigenspannungstiefenverläufe, ermittelt via Neutronenbeugung für Standard (links) und Heiß (rechts). Dargestellt ist das Messraster im Zentrum der Kavität mit Reflexen in x- (oben) und y-Richtung (unten). Das vollständige Mapping ist in der referenzierten Veröffentlichung dargestellt. Darstellung und Übersetzung nach [25] mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature.	104
Abbildung 6-16: Abgeschiedene Schicht (a), 2D-Kontur (b) und 3D-Topographie (c) der zylindrischen Kavität unter Standardparametern.	105
Abbildung 6-17: REM-BSE Aufnahmen der vier Zonen innerhalb der zylindrischen Kavität. Vergleichbare Ergebnisse wurden auch in der gemeinsamen Studie von Lang et al. gezeigt [177].	106
Abbildung 6-18: Mittels Neutronenbeugung ermittelter Eigenspannungstiefenverlauf, durchgeführt vom Projektpartner KIT, von Standard (links) und Heiß (rechts) in x- (oben) und y-Richtung (unten). Darstellung und Übersetzung nach [177], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/ .	107
Abbildung 6-19: Aufnahme der thermisch zyklerten Kavität mit Kennzeichnung der jeweiligen XRD-Messstellen (a). Die zugehörige Topographie wurde nahe an der Kavität analysiert (b). Das Resultat der XRD-Messung ist für Kavität (M1), Interface (M2) und Substrat (M3) mit den eingefärbten Phasen dargestellt (c).	109
Abbildung 6-20: Eigenspannungstiefenverläufe mittels inkrementeller Bohrlochmethode für die Reparaturgeometrien infolge lokaler Wärmebehandlung, durchgeführt vom Projektpartner KIT.	111
Abbildung 6-21: Mikrostruktur der thermisch zyklerten Kavität an deren Flanke als BSE (a) und SE (b) - Aufnahmen.	112
Abbildung 6-22: EDX-Analyse des oberflächennahen Bereichs der thermisch zyklerten Kavität.	114
Abbildung 6-23: Kontur der Krümmungsprobe bei Langsam 0 und Langsam 4 (a). Die Darstellung der im Zentrum extrahierten Probenkrümmung schließt vor den Bohrlöchern ab (b).	116
Abbildung 6-24: Bilanz aus eingebrachter Wärme von Gas und Partikeln sowie Wärmesenke am Substratmaterial (a) [173]. Das Modell fokussiert den Bereich vom auftretendem Gasstrahl an einer definierten Substratposition (b) und den beim Wegfahren des Gasstrahls resultierenden Temperaturgradienten (c).	118
Abbildung 6-25: Krümmung und Temperatur aufgetragen über die Beschichtungsdauer für die Geschwindigkeitsvariation. Zusätzlich ist jeweils die nach der Beschichtung ermittelte Krümmung in Form eines Kreuzes dargestellt. Für 250 mm/s wurden zwei Pulverfördererraten angewendet (c).	121
Abbildung 6-26: Die mittels Stoney-Gleichung berechnete Eigenspannung ist über die jeweilige Robotergeschwindigkeit aufgetragen (a, Darstellung und Übersetzung nach [173], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/). Dargestellt sind die ICP-Biegung (rote Quadrate) mit der topographischen Auswertung (rote Dreiecke), die Krümmungsproben (grüne Quadrate) und die Ergebnisse des analytischen Modells (lila Quadrate). Zusätzlich ist bei 500 mm/s das ICP-Ergebnis des heißen Parameters dargestellt. Modifikationen der Stoney-Gleichung, welche die Steifigkeit der (dicken) Schicht berücksichtigen, wurden ausschließlich als Vergleich für die ICP-Ergebnisse eingefügt (b).	123
Abbildung 6-27: Eigenspannungstiefenverläufe der inkrementellen Bohrlochmethode für Langsam 0 (500 mm/s, a) und Langsam 4 (62,5 mm/s, b), ermittelt durch den Projektpartner KIT. Die Messrichtung σ_x entspricht dem Roboterverfahrensweg [87].	126
Abbildung 6-28: Vorgehen zur Extrahierung der jeweiligen Spritzprofile aus den Experimenten und der CFD-Simulation. Darstellung und Übersetzung nach [180], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/ .	129
Abbildung 6-29: Angenäherte Gaußprofile (a) sowie volumetrische 3D-Konturen von Out1 (b), Out2 (c) und Out4 (d). Alle Höhenwerte sind normiert auf Out1 dargestellt. Darstellung und Übersetzung nach [180], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/ .	131
Abbildung 6-30: Partikelgeschwindigkeit der drei Düsen aus dem CFD-Modell und der Partikeldiagnostik. Darstellung und Übersetzung nach [180], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/ .	132

Abbildung 6-31: Für alle drei Düsen wurde die <i>in-situ</i> Krümmung (a) und hierfür ursächliche Eigenspannungen (b) ermittelt. Zusätzlich ist die an der Oberfläche gemessene Temperatur dargestellt (c). Darstellung und Übersetzung nach [180], veröffentlicht unter CC BY 4.0 http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/ .	135
---	-----

IV Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Methoden der Bestimmung von Eigenspannung nach Rossini et al. [133]	36
Tabelle 3-1: Massenanteile von Ni, Fe, Cr, Al, Mo, Nb und Ti in den verwendeten Pulvern.	50
Tabelle 3-2: Übersicht der anlagenseitigen Beschichtungsparameter für die Kavitäten.	51
Tabelle 3-3: Beschichtungsparameter für die Variation der Robotergerwindigkeit sowie in Einzelfällen zusätzlich durchgeführten Haftabzugversuche. Die Spritzdistanz lag jeweils bei 60 mm.	51
Tabelle 3-4: Abscheideparameter für die Düsen Out1, Out2 und Out4 bei 60 mm Spritzdistanz.	52
Tabelle 3-5: Massenanteile des verwendeten IN718-Substratmaterials oberhalb von 0,5 Gew-%.	52
Tabelle 3-6: Übersicht von Dimensionen, Materialien und Härtegrad der verwendeten Substrate. Die Größe der Kavität ist jeweils in Klammern gegeben. Eine Analyse der Mikrostruktur wurde für alle Substrate durchgeführt und ist daher nicht explizit genannt.	55
Tabelle 3-7: Parameter der Substratvorbehandlung für die Haftabzugversuche.	56
Tabelle 3-8: Arbeitsschritte für das Aushärtungsverfahren, angelehnt an Slama et al. [169]	57
Tabelle 4-1: In dieser Arbeit durchgeführte Präparationsschritte für IN718.	62
Tabelle 4-2: Materialeigenschaften von Schicht und Substratmaterial für die Krümmungsversuche [13], [173].	65
Tabelle 4-3: Parameter zur Ermittlung der Schraubenumdrehungen für das Druckklebverfahren. Federkonstante und Gewindesteigung basieren auf Herstellerangaben.	68
Tabelle 5-1: Simulationsparameter für Stickstoff (Gas) und Inconel 718 (Partikel) in ANSYS	72
Tabelle 6-1: Maximale Partikelgeschwindigkeit für Standard und Heiß gemessen mittels CSM und HiWatch.	79
Tabelle 6-2: Finale Eigenspannung und <i>in-situ</i> Krümmung während der Deposition mit zugehöriger Substrattemperatur sowie Oberflächentemperatur vom Pyrometer für Standard und Heiß.	91
Tabelle 6-3: Eigenspannungen, Temperaturen und Schichtdicken für die fünf Roboterparameter nach [173].	125
Tabelle 6-4: Extrahierter Durchmesser der idealen Kreise für CFD-Simulation und Breite des Linienprofils am Schwellenwert von 5% [180].	131
Tabelle 6-5: Gas- und d_{50} -Partikeldaten am Düsenausgang für alle drei Düsen [180].	133
Tabelle 6-6: Die Partikeltemperatur wurde in der CFD-Simulation an der Substratoberfläche extrahiert (s. Kapitel 5.1). Die Berechnung der lokalen Temperatur basiert auf der referenzierten Publikation [180].	136

V Formelverzeichnis

Formel 2-1	7
Formel 2-2	7
Formel 2-3	11
Formel 2-4	13
Formel 2-5	18
Formel 2-6	21
Formel 2-7	21
Formel 2-8	21
Formel 2-9	23
Formel 2-10	30
Formel 2-11	30
Formel 2-12	30
Formel 2-13	34
Formel 2-14	35
Formel 2-15	38
Formel 2-16	39
Formel 2-17	41
Formel 2-18	42
Formel 2-19	42
Formel 2-20	42
Formel 2-21	42
Formel 2-22	45
Formel 2-23	45
Formel 2-24	45
Formel 2-25	46
Formel 2-26	46
Formel 2-27	46
Formel 2-28	46
Formel 2-29	46
Formel 2-30	47
Formel 3-1	52
Formel 4-1	68
Formel 5-1	70
Formel 5-2	70
Formel 5-3	71
Formel 5-4	71
Formel 5-5	71
Formel 5-6	71
Formel 6-1	118
Formel 6-2	118
Formel 6-3	118
Formel 6-4	119
Formel 6-5	119
Formel 6-6	119
Formel 6-7	120
Formel 6-8	120
Formel 6-9	120
Formel 6-10	120
Formel 6-11	120
Formel 6-12	120
Formel 6-13	128
Formel 6-14	130
Formel 6-15	133
Formel 6-16	133

VI Anhang

Anhang 1: Dimensionen der verwendeten Düsengeometrien Out1, Out2 und Out4

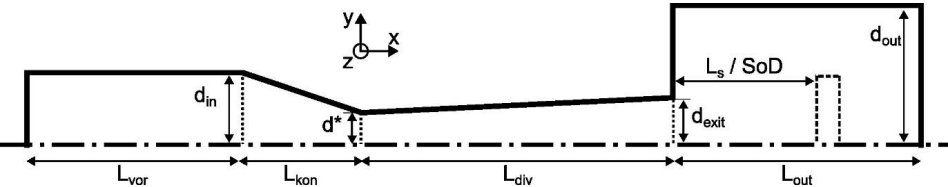


Abbildung A-1: Dimensionen des CFD-Modells [181].

Die KGS-Düse wurde entsprechend der obigen Abbildung in ANSYS Fluent implementiert. Die spezifischen Dimensionen sind in der nachfolgenden Tabelle aufgelistet. Zwischen Out1, Out2 und Out4 ändern sich nur die Bemaßungen des divergenten Düsentails. Ergänzend sind Aufnahmen der Düsen beigelegt.

Tabelle A-1: Bemaßung der einzelnen Düsenkomponenten in ANSYS Fluent [181].

	Variable	Einheit	Out1	Out2	Out4
Durchmesser, Düseneingang	d_{in}	[mm]	13	13	13
Durchmesser, Düsenhals	d^*	[mm]	2,7	2,7	2,7
Durchmesser, Düsenausgang	d_{exit}	[mm]	6,5	8,5	7,3
Durchmesser, Spritzkammer	d_{out}	[mm]	30	30	30
Länge, Vorkammer	L_{vor}	[mm]	35	35	35
Länge, konvergenter Düsenteil	L_{kon}	[mm]	32	32	32
Länge, divergenter Düsenteil	L_{div}	[mm]	130	78	180
Länge, Spritzdistanz	L_s / SoD	[mm]	60	60	60
Expansionsverhältnis	A_{exit} / A^*	[-]	5,80	9,91	7,64

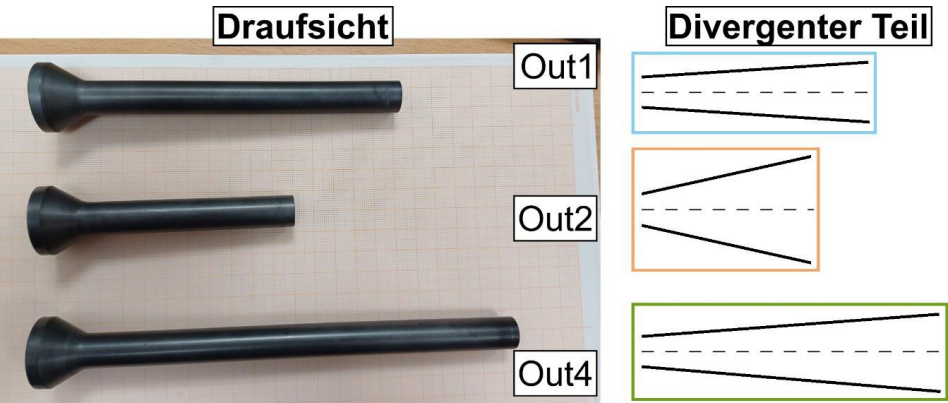


Abbildung A-2: Aufnahmen der Düsen Out1, Out2 und Out4 mit schematisch dargestelltem divergentem Teil.

Anhang 2: Technische Bemaßung der ebenen und zylindrischen Kavitäten

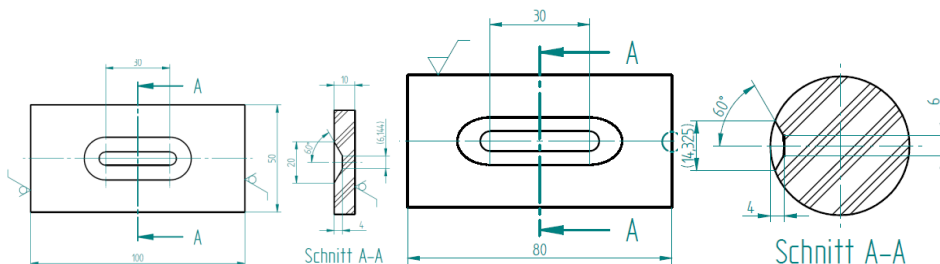


Abbildung A-3: Bemaßung der ebenen (links) und zylindrischen Kavität (rechts), angefertigt durch den Projektpartner KIT.

Anhang 3: Liste der verwendeten Proben

Tabelle A-2: Kavität (Inconel718).

Name	Parameter	Verwendet	Laufnummer	Analysen
L60_4_2	Heiß	Abb. 6-11	I-21-069-I5	Mikrostruktur, Topographie, inkrementelle Bohrlochmethode, Neutronenbeugung
L60_4_3	Standard	Abb. 6-11	I-21-079-I5	Mikrostruktur, Topographie, inkrementelle Bohrlochmethode, Neutronenbeugung
L60_4_6	Heiß, Maske	Abb. 6-11	I-22-044-I5	Topographie
L60_4_5	Standard, Maske	Abb. 6-11	I-22-043-I5	Topographie
L60_4_12	Standard, Maske	Anhang 10	I-23-099-I5	Mikrostruktur
L60_4_13	Standard, Maske	Abb. 6-21, Anhang 10	I-23-100-I5	Rig-Test (FZJ), Mikrostruktur (EDX), XRD, Topographie
L60_4_18	Standard	Anhang 10	I-23-111-I5	Mikrostruktur
L60_4_24	Standard, Maske	Anhang 10	I-23-128-I5	Rig-Test (FZJ), Mikrostruktur
R60_4_10	Standard (Zylindrisch)	Abb. 6-16, -17, -18	I-23-047-I5	Mikrostruktur, Topographie, Neutronenbeugung
R60_4_9	Heiß (Zylindrisch)	Abb. 6-17, -18	I-23-048-I5	Mikrostruktur, Topographie, Neutronenbeugung

Tabelle A-3: Rechtecke (Inconel 718).

Name	Parameter	Verwendet	Laufnummer	Analysen
In718-Steg-1	Standard	Abb. 6-1	I-21-023-I5	Mikrostruktur
ICP IN 3mm 1 Ref	Standard	Abb. 6-28	I-22-146-I5	Inkrementelle Bohrlochmethode
ICP IN 3mm 2 Ref	Langsam 4	Abb. 6-28	I-22-147-I5	Inkrementelle Bohrlochmethode
ICP IN 3mm 1 Ref3	Standard	Abb. 6-28	I-24-158-I5	Inkrementelle Bohrlochmethode
ICP IN 3mm H 3	Heiß	Abb. 6-28	I-24-159-I5	Inkrementelle Bohrlochmethode

Tabelle A-4: Rechtecke (Edelstahl).

Name	Parameter	Verwendet	Laufnummer	Analysen
LP 60mm 8z, VA1	Standard (Out1)	Abb. 6-28, -29; Anhang 13	I-23-117-I5	Linienprofil
Spot 60mm 5s, VA4	Standard (Out1)	Abb. 6-29; Anhang 13	I-23-119-I5	Spritzkegel
LP 60mm 8z, VA5	Standard (Out1)	Abb. 6-29	I-23-121-I5	Linienprofil
Spot 60mm 5s, VA6	Standard (Out1)	Abb. 6-29	I-23-121-I5	Spritzkegel
LP 60mm 8z, VA11	Standard (Out1)	Abb. 6-29	I-23-124-I5	Linienprofil
Spot 60mm 5s, VA13	Standard (Out1)	Abb. 6-29	I-23-124-I5	Spritzkegel
Out2 LP-1	Standard (Out2)	Abb. 6-29; Anhang 13	I-24-024-I5	Linienprofil
Out2 Spot-2	Standard (Out2)	Abb. 6-29; Anhang 13	I-24-024-I5	Spritzkegel
Out2 LP-3	Standard (Out2)	Abb. 6-29	I-24-025-I5	Linienprofil
Out2 Spot-4	Standard (Out2)	Abb. 6-29	I-24-025-I5	Spritzkegel
Out2 LP-5	Standard (Out2)	Abb. 6-29	I-24-026-I5	Linienprofil
Out2 Spot-6	Standard (Out2)	Abb. 6-29	I-24-026-I5	Spritzkegel
Out4 LP-1	Standard (Out4)	Abb. 6-29; Anhang 13	I-24-040-I5	Linienprofil
Out4 Spot-2	Standard (Out4)	Abb. 6-29	I-24-040-I5	Spritzkegel
Out4 LP-3	Standard (Out4)	Abb. 6-29	I-24-041-I5	Linienprofil

Out4 Spot-4	Standard (Out4)	Abb. 6-29	I-24-041-15	Spritzkegel
Out4 LP-5	Standard (Out4)	Abb. 6-29	I-24-042-15	Linienprofil
Out4 Spot-6	Standard (Out4)	Abb. 6-29	I-24-042-15	Spritzkegel

Tabelle A-5: Substrate für die Krümmungsanalyse (Inconel 718).

Name	Parameter	Verwendet	Laufnummer	Analysen
ICP IN 3mm 1	Langsam 0 (= Standard)	Abb. 6-25 und 6-26	I-22-138-15	ICP
ICP IN 3mm 2	Langsam 4	Abb. 6-25 und 6-26	I-22-139-15	ICP
ICP IN 3mm 3	Langsam 3	Abb. 6-25 und 6-26	I-22-140-15	ICP
ICP IN 3mm 4	Langsam 2	Abb. 6-25 und 6-26	I-22-141-15	ICP
ICP IN 3mm 5	Langsam 1	Abb. 6-25 und 6-26	I-22-142-15	ICP
ICP IN 3mm 9	Standard, Out4	Abb. 6-25	I-23-082-15	ICP
ICP IN 3mm 10	Standard, Out2	Abb. 6-25	I-23-083-15	ICP
ICP IN 3mm 11	Standard, Out1	Abb. 6-25	I-23-084-15	ICP
ICP IN 3mm 8	Heiß	Abb. 6-1, -26	I-23-071-15	ICP, Mikrostruktur
Kr IN W 2	Heiß	Abb. 6-7	I-22-037-15	Krümmung
Kr IN W 3	Standard	Abb. 6-7	I-22-036-15	Krümmung
Kr IN 3mm 8	Langsam 0 (=Standard)	Abb. 6-25; Anhang 11	I-22-150-15	Krümmung, Mikrostruktur
Kr IN 3mm 12	Langsam 4	Abb. 6-25; Anhang 11	I-22-151-15	Krümmung, Mikrostruktur
Kr IN 3mm 3	Langsam 3	Abb. 6-25	I-22-152-15	Krümmung
Kr IN 3mm 5	Langsam 2	Abb. 6-25	I-22-153-15	Krümmung
Kr IN 3mm 6	Langsam 1	Abb. 6-25	I-22-154-15	Krümmung

Tabelle A-6: Buttons (Inconel 718).

Name	Parameter	Verwendet	Laufnummer	Analysen
W P-7 / P B W-1	Standard, Partikelgestrahlt	Abb. 6-10	I-22-076-15	Haftabzugversuche
W P-8 / P B W-2	Standard, Partikelgestrahlt	Abb. 6-10	I-22-076-15	Haftabzugversuche
W P-9 / P B W-3	Standard, Partikelgestrahlt	Abb. 6-10	I-22-076-15	Haftabzugversuche
H P-7 / P B H-1	Standard, Partikelgestrahlt	Abb. 6-10	I-22-077-15	Haftabzugversuche
H P-8 / P B H-2	Standard, Partikelgestrahlt	Abb. 6-10	I-22-077-15	Haftabzugversuche
H P-9 / P B H-3	Standard, Partikelgestrahlt	Abb. 6-10	I-22-077-15	Haftabzugversuche
W S 4 / F36 B W-1	Standard, F36 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-055-15	Haftabzugversuche
W S 5 / F36 B W-2	Standard, F36 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-055-15	Haftabzugversuche
W S 6 / F36 B W-3	Standard, F36 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-055-15	Haftabzugversuche
H S 4 / F36 B H-1	Standard, F36 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-056-15	Haftabzugversuche
H S 5 / F36 B H-2	Standard, F36 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-056-15	Haftabzugversuche
H S 6 / F36 B H-3	Standard, F36 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-056-15	Haftabzugversuche
F150 B W-4	Standard, F150 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-099-15	Haftabzugversuche
F150 B W-5	Standard, F150 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-099-15	Haftabzugversuche
F150 B W-6	Standard, F150 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-099-15	Haftabzugversuche
F150 B H-4	Standard, F150 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-100-15	Haftabzugversuche
F150 B H-5	Standard, F150 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-100-15	Haftabzugversuche
F150 B H-6	Standard, F150 gestrahlt	Abb. 6-10	I-22-100-15	Haftabzugversuche
G B W-1	Standard, Geschliffen 1200	Abb. 6-10	I-23-001-15	Haftabzugversuche
G B W-2	Standard, Geschliffen 1200	Abb. 6-10	I-23-001-15	Haftabzugversuche
G B W-3	Standard, Geschliffen 1200	Abb. 6-10	I-23-001-15	Haftabzugversuche
G B H-1	Standard, Geschliffen 1200	Abb. 6-10	I-23-002-15	Haftabzugversuche
G B H-2	Standard, Geschliffen 1200	Abb. 6-10	I-23-002-15	Haftabzugversuche
G B H-3	Standard, Geschliffen 1200	Abb. 6-10	I-23-002-15	Haftabzugversuche
B_Ad_1	Standard, Geschliffen 1200	Anhang 4	I-23-072-15	Mikrostruktur (Böschungswinkel)
B_Ad_5	Langsam, Geschliffen 1200	Abb. 6-10	I-23-076-15	Haftabzugversuche (FM2000)
B_Ad_6	Heiß, Geschliffen 1200	Abb. 6-10	I-23-077-15	Haftabzugversuche (FM2000)

Anhang 4: Böschungswinkel und Einfluss von hartem Substrat

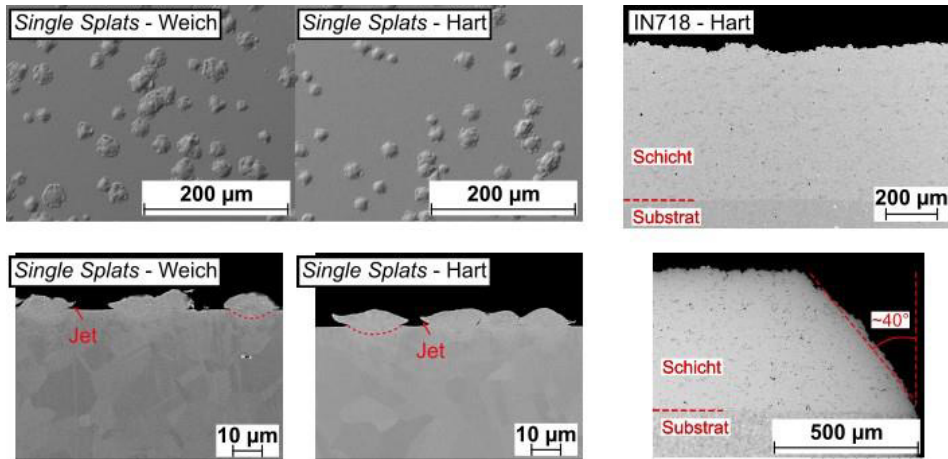


Abbildung A-4: Draufsicht und Querschliff der *Single Splats* – Experimente. Zudem ist die IN718-Schicht auf hartem Substrat sowie unter Ausbildung des Böschungswinkels dargestellt.

Anhang 5: Aufheizkurve der thermischen Zyklierung

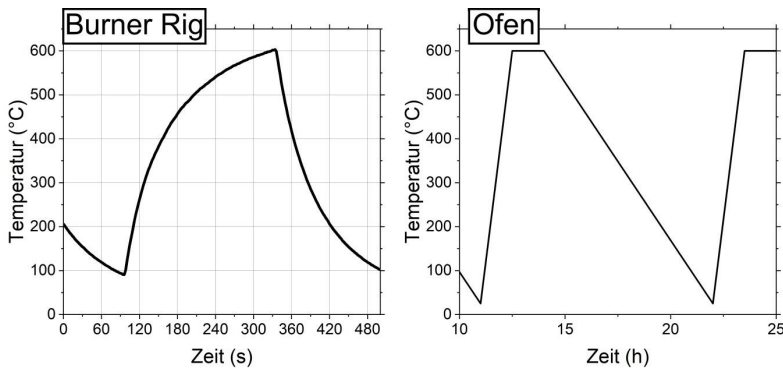


Abbildung A-5: Aufheizkurve der thermischen Zyklierung an den Burner Rigs (links) und im Ofen (rechts).

Anhang 6: Ergänzende Informationen zum eindimensionalen Berechnungsmodell

An dieser Stelle sollen die zugrundeliegenden Gleichungen für das eindimensionale Modell als Grundlage der KSS-Software dargestellt werden. Die idealisierte eindimensionale Strömungsbetrachtung basiert auf einer Vielzahl an getroffenen Vereinfachungen für die isentrope Modellierung eines Gases in einer *de Laval* – Düse nach [185]. Die Viskosität der Prozessgase wird als gering angenommen, sodass dissipative Reibungseffekte entsprechend der isentropen Modellierung zunächst vernachlässigt werden sollen. Die Strömung wird immer als voll ausgebildet und achsensymmetrisch ohne Überwindung von Höhenunterschieden angenommen. Träger- und Prozessgasstrom sollen bereits am

Düseneintritt vollständig durchmischt sein. Über dessen Eintrittsquerschnitt sind die Zustandsgrößen und thermodynamischen Eigenschaften des resultierenden, homogenen Gasgemisches über den Eintrittsquerschnitt konstant. Die Strömung innerhalb der Düse wird aufgrund der während des Prozesses möglichst konstant gehaltenen Spritzparameter als stationär angenommen. Im Vergleich zum sonstigen Energieumsatz in der Strömung ist der Wärmestrom zwischen Düsenwand und Gas aufgrund der hohen Strömungsgeschwindigkeiten des Gases sehr gering. Daher wird die Strömung als adiabat angenommen. Es wird von idealen Gasen ausgegangen. Der betrachtete Kontrollraum ist durch die feste Düsenwand begrenzt, es wird keine Arbeit am Gas verrichtet und es findet kein Massenfluss über andere Flächen als den Düseneintritt und -austritt statt [185].

Die auf diesen Annahmen resultierenden Formeln zum Kaltgasspritzen von Kupfer werden nachfolgend auf den Grundlagenarbeiten von Assadi et al. [67] und Stoltenhoff et al. [66] sowie der zugehörigen Dissertation [185] dargestellt. Für die jeweiligen Variablen sei auf das Abkürzungsverzeichnis verwiesen.

Gas-Gleichungen

Unter Annahme eines isentropen Fluidverhaltens in einer konvergent-divergenten Düse können unter Annahme eines idealen Gases folgende Beziehungen aufgestellt werden:

$$\frac{A}{A^*} = f_A(M) = \frac{1}{M} \left[\frac{2 + (\gamma - 1)M^2}{\gamma + 1} \right]^{\frac{\gamma+1}{2(\gamma-1)}} \quad \text{Formel A-1}$$

$$f'_A(M) = f_A(M) \left[\frac{(\gamma + 1)M}{2 + (\gamma - 1)M^2} - \frac{1}{M} \right] \quad \text{Formel A-2}$$

$$\frac{T}{T^*} = f_T(M) = \left(1 + \frac{\gamma - 1}{2} M^2 \right)^{-1} \quad \text{Formel A-3}$$

$$\frac{p}{p_0} = f_p(M) = \left(1 + \frac{\gamma - 1}{2} M^2 \right)^{\frac{-\gamma}{\gamma-1}} \quad \text{Formel A-4}$$

$$\frac{\rho}{\rho_0} = f_\rho(M) = \left(1 + \frac{\gamma - 1}{2} M^2 \right)^{\frac{-1}{\gamma-1}} \quad \text{Formel A-5}$$

$$\rho_0 = \frac{p_0}{RT_0} \quad \text{Formel A-6}$$

$$a = \sqrt{\gamma RT} \quad \text{Formel A-7}$$

$$a^* = \sqrt{2\gamma RT_0 / (1 + \gamma)} \quad \text{Formel A-8}$$

$$v = aM \quad \text{Formel A-9}$$

Für ein vereinfachtes, linearisiertes Profil kann die axiale Distanz z sowie deren räumliches Inkrement dz innerhalb des konvergent-divergenten Düsentails durch folgende Beziehung dargestellt werden:

Konvergent ($M < 1$):

$$z = \frac{2\sqrt{A/\pi} - d^*}{d^* - d_{in}} L_{kon} \quad \text{Formel A-10}$$

$$dz = \frac{L_{kon}}{(d^* - d_{in})\sqrt{A\pi}} dA = \frac{L_{kon} d^* f'_A(M)}{2(d^* - d_{in})\sqrt{f_A(M)}} dM \quad \text{Formel A-11}$$

Divergent ($M < 1$):

$$z = \frac{2\sqrt{A/\pi} - d^*}{d_{exit} - d^*} L_{div} \quad \text{Formel A-12}$$

$$dz = \frac{L_{div}}{(d_{exit} - d^*)\sqrt{A\pi}} dA = \frac{L_{div} d^* f'_A(M)}{2(d_{exit} - d^*)\sqrt{f_A(M)}} dM \quad \text{Formel A-13}$$

Alle Gleichungen basieren auf dem Inkrement der Machzahl und wird von Assadi et al. mit $dM = 0,01$ angesetzt [67]. In Abhängigkeit der gewählten initialen Prozessbedingungen können so die Eigenschaften des Gases im eindimensionalen Fall über die axiale Distanz bestimmt werden. Dieses Modell kann sowohl innerhalb der konvergent-divergenten Düse als auch in der Vorkammer angewendet werden.

Partikel-Gleichungen

Die Partikelgeschwindigkeit ist im eindimensionalen Fall über das folgende Kräftegleichgewicht definiert:

$$v_p \frac{dv_p}{dz} = \frac{3}{4} C_D \frac{\rho_g (v_g - v_p) |v_g - v_p|}{\rho_p v_p} \quad \text{Formel A-14}$$

$$dv_p = \frac{3}{8} \frac{a_{ref}^2}{RT_0} \frac{d^*}{d_{exit} - d^*} (v_g - v_p) \frac{|v_g - v_p|}{v_p} \frac{f'_A(M) f_p(M)}{\sqrt{f_A(M)}} dM \quad \text{Formel A-15}$$

$$a_{ref}^2 = \frac{C_D L_{div} \rho_0}{\rho_p d_p} \quad \text{Formel A-16}$$

Diese parametrisierte Darstellung ermöglicht die vereinfachte Berechnung von Partikelgeschwindigkeit und -temperatur im isentropen Modell. Für den Wärmetransport des Gases hin zum Partikel wurden Berechnungen nach Nastic et al. angewendet [16]. In der referenzierten Literatur finden sich weitere Ausdrücke zur Berechnung der Nusselt-Zahl in Abhängigkeit der Reynolds-Partikelzahl und dimensionsloser Kennzahlen. Zusammen mit

der Wärmeleitfähigkeit des Gases sowie der Kenntnis der Partikelgröße kann der konvektive Wärmeübergang zwischen Gas auf Partikeln berechnet werden.

$$dT_p = \frac{hA_p(T_g - T_p)}{m_p c_{p,p}} dt \quad \text{Formel A-17}$$

$$h = \frac{\lambda_g Nu}{d_p} \quad \text{Formel A-18}$$

$$M_p = \frac{|v_g - v_p|}{\sqrt{a}} \quad \text{Formel A-19}$$

$$Re_p = \frac{\rho_p |v_g - v_p| d_p}{\mu_p} \quad \text{Formel A-20}$$

$$Nu = 2 + 0,44 Re_p^{0,5} Pr^{0,333} \exp(0,1 + 0,872 M_p), \text{ für } M_p > 0,24 \text{ und } T_g > T_p \quad \text{Formel A-21}$$

$$Nu = 2 + 0,6 Re_p^{0,5} Pr^{0,333} \quad \text{sonst}$$

$$Bi = \frac{h d_p}{\lambda_p} \quad \text{Formel A-22}$$

Hier sei noch auf eine vereinfachte Formulierung der kritischen Geschwindigkeit hingewiesen:

$$v_{cr} = v_{cr}^{ref} (d_p / d_p^{ref})^{-0,18} \sqrt{1 - T_p / T_m} \quad \text{Formel A-23}$$

Alle Variablen mit dem Zusatz „ref“ beziehen sich auf Standardparameter für Kupferpartikel aus [67] mit $v_{cr}^{ref} = 650 \text{ m/s}$, $d_p^{ref} = 10 \text{ }\mu\text{m}$.

Prozess-Mapping

Die dargelegten Gleichungen können in Form einer dimensionslosen Kennzahl die resultierende Schicht charakterisieren, vergleichbar mit einem Wirkungsgrad. Hierfür hat wird das Verhältnis aus Aufprallgeschwindigkeit und notwendiger kritischer Geschwindigkeit η durchgesetzt.

$$\eta = \frac{v_{pi}}{v_{cr}} \quad \text{Formel A-24}$$

Dabei beinhaltet v_{pi} einen Korrekturterm für den Einfluss des *bow shock* – Effekts [67]. Diese Kennzahl kann direkt in Abhängigkeit von Materialien und Prozessparametern ausgedrückt werden:

$$\eta = \left[\frac{v_{cr}^{ref}}{a_{ref}} \left(\frac{d_p}{d_p^{ref}} \right)^{-0,18} \sqrt{1 - \frac{T_{pi}}{T_m}} \left(1 + 0,32 \sqrt{\frac{C_D L_{div} p_0 (1 + \gamma)}{\rho_p d_p \gamma R T_0}} \right) \times \left(1 + \frac{p_0 \delta}{R T_0 d_p} \right) \right]^{-1} \quad \text{Formel A-25}$$

mit $\delta = 0.0007$ m. Anhand dieser Kennzahl ist abzulesen, dass $\eta \geq 1$ zu erfolgreicher Bindung führt. Die obere Grenze hängt entsprechend von Material und Prozessparametern ab und wurde näherungsweise als die doppelte Aufprallgeschwindigkeit angenommen [67].

Anhang 7: Modifizierte Konstanten des *Drag coefficient*

$$C_D = a_1 + \frac{a_2}{Re_p} + \frac{a_3}{Re_p^2}$$

Formel A-26

Tabelle A-7: Parameter zur Berechnung des *Drag coefficient* nach [183].

	a1	a2	a3
$Re_p < 0.1$	0	24	0
$0.1 < Re_p < 1$	3,690	22,73	0,0903
$1 < Re_p < 10$	1,222	29,1667	-3,8889
$10 < Re_p < 100$	0,6167	46,50	-116,67
$100 < Re_p < 1000$	0,3644	98,33	-2778
$1000 < Re_p < 5000$	0,357	148,62	47500
$5000 < Re_p < 10000$	0,46	490,546	$57,87 \cdot 10^4$
$10000 \leq Re_p$	0,5191	1662,5	$5,4167 \cdot 10^6$

Anhang 8: Beispielhafter Eigenspannungsverlauf der Neutronenbeugung

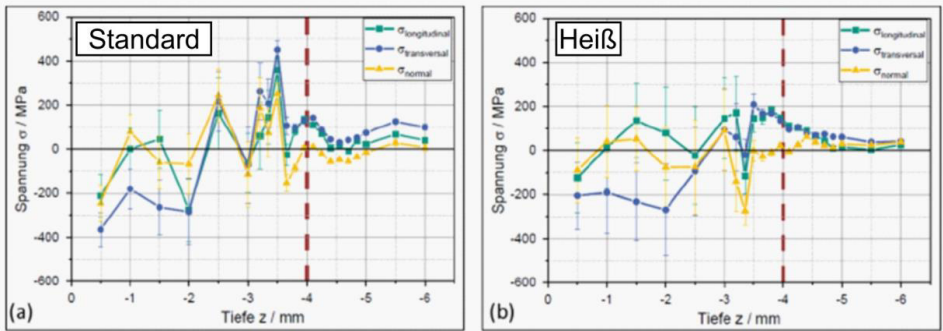


Abbildung A-6: Beispielhafte Messung der Eigenspannung mittels Neutronenbeugung im Zentrum des Mappings, durchgeführt vom Projektpartner KIT.

Anhang 9: Mikrostruktur der mit heißem Parameter beschichteten Kavität

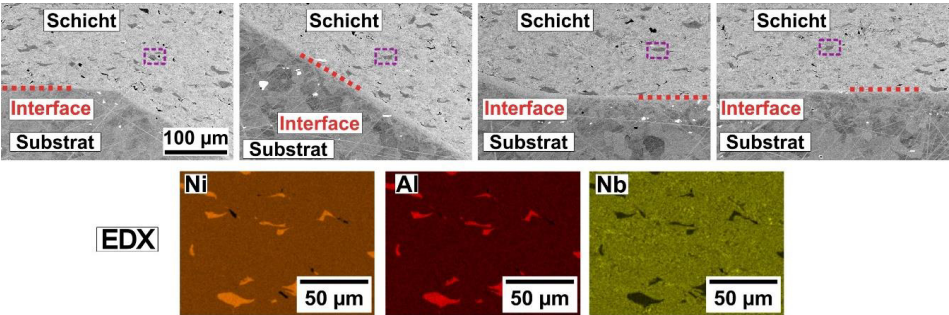


Abbildung A-7: Darstellung der zu Kapitel 6.3.1 komplementären Aufnahmen der Mikrostruktur von mit heißem Parameter beschichteten Kavitäten. Die Al-Ni-Inklusion ist lila umrandet. Zusätzlich ist die entsprechende EDX-Analyse beigegefügt.

Anhang 10: Ergänzende Untersuchung der thermischen Zyklisierung von IN718-Kavitäten auf hartem IN718-Substrat

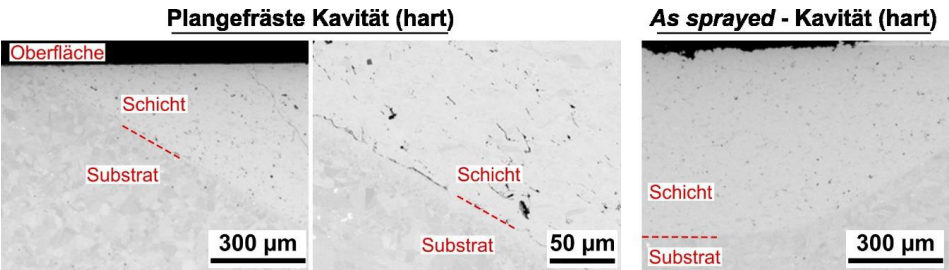


Abbildung A-8: Querschnitt einer plangefrästen Kavität bei kleiner (links) und großer Vergrößerung (mittig). Zudem ist die mit einer Höhe von 1mm abgeschiedene Schicht im *As sprayed* – Zustand dargestellt.

Anhang 11: Ergänzende Daten für Krümmungsmessung und variable Robotergeschwindigkeit

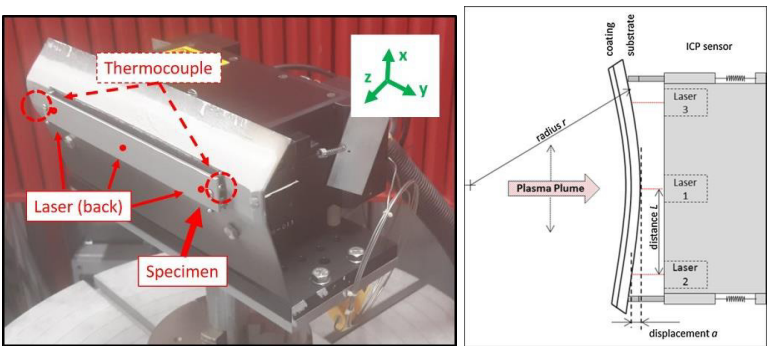


Abbildung A-9: Aufbau des ICP-Sensors (links, Darstellung nach [174], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>) mit zugehörigem Messprinzip (rechts, Darstellung nach [22] mit freundlicher Genehmigung von Springer Nature).

In diesem Zusammenhang soll auch auf mögliche Fehler dieses Messverfahrens hingewiesen werden. Ist das Substrat zu fest eingespannt resultiert eine Einschränkung der Bewegung und damit Behinderung der Deformation, wie in der Topographie der Biegeprobe dargestellt. Bei zu dünner Wandstärke führt der Gasstrom zu einer ausgeprägten Probenbewegung während der Beschichtung, was sich in großen Krümmungs-Peaks (gelb) manifestiert [174].

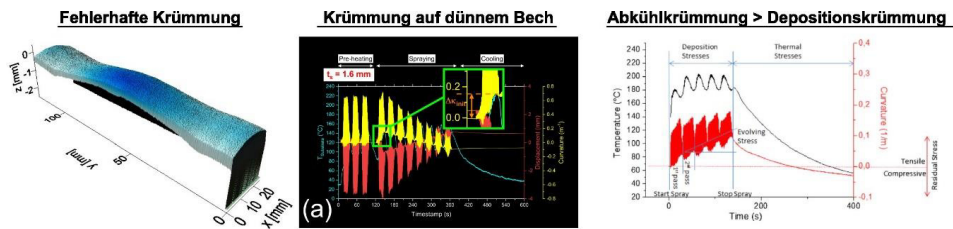


Abbildung A-10: Unvollständig ausgebildeter Krümmungsradius infolge fehlerhaften Einspannens (links), initialer Peak durch den Partikelaufrall (mittig, Darstellung nach [174], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>) und Überlagerung von Depositions- und Abkühlkrümmungen (rechts, Darstellung nach [192], mit freundlicher Genehmigung von Elsevier).

Ein beispielhaftes Resultat von Suhonen et al [192] zeigt die Überlagerung der ausgebildeten Krümmung infolge der Materialdeposition durch die thermischen Eigenspannungen während des Abkühlens. Ohne in-situ Krümmungsmessung würde infolge der reinen Beschichtung ein Zugeigenspannungszustand angenommen werden.

Die Mikrostruktur infolge des obigen Messaufbaus von Langsam 0 (500 mm/s) und Langsam 4 (62,5 mm/s) wurde aus [174] entnommen und zeigte trotz der unterschiedlichen Roboterparameter keine signifikanten Unterschiede.

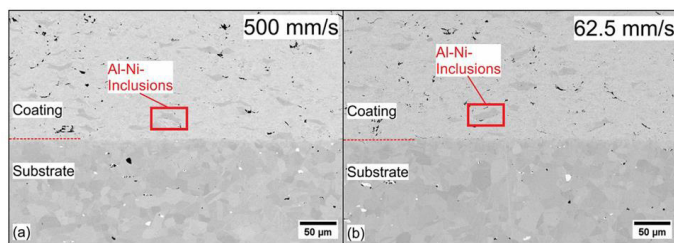


Abbildung A-11: Mikrostruktur der Krümmungsproben Langsam 0 und Langsam 4. Darstellung nach [174], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

Die Parameter für das zugehörige, analytische Modell sind nachfolgend aufgelistet. Für Out2 und Out4 sei jeweils auf die ermittelte Gas- und Partikeltemperatur verwiesen.

Tabelle A-7: Parameter für das analytische Modell [174].

b [m]	c_p [J kg ⁻¹ K ⁻¹]	d_{dep} [m]	h_g [W m ⁻² K ⁻¹]	T_g [K]	T_p [K]	ρ_c [kg m ⁻³]	α [K ⁻¹]	λ [W m ⁻¹ K ⁻¹]
0.001	435	0.008	1200	1000	740	8000	15	10

Anhang 12: Gaskontur für radiale und axiale Injektion sowie die verwendeten Düsen

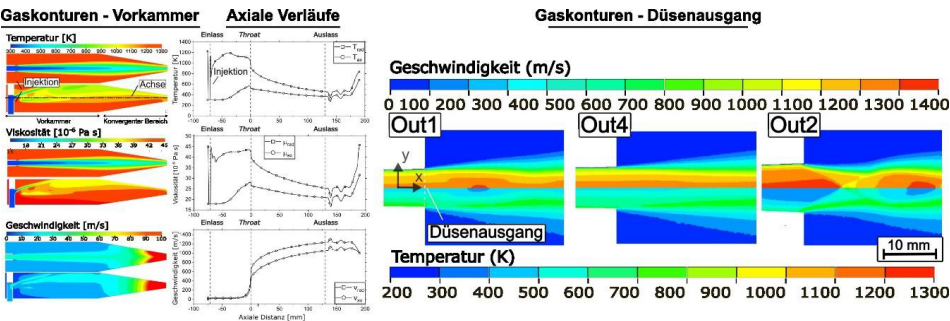


Abbildung A-12: Gaskonturen und Achsenverläufe von Temperatur, Viskosität und Geschwindigkeit für radiale und axiale Injektion (links) sowie Geschwindigkeits- und Temperaturkonturen für Out1, Out2 und Out4 am Düsenausgang (rechts). Darstellung und Übersetzung nach [181], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

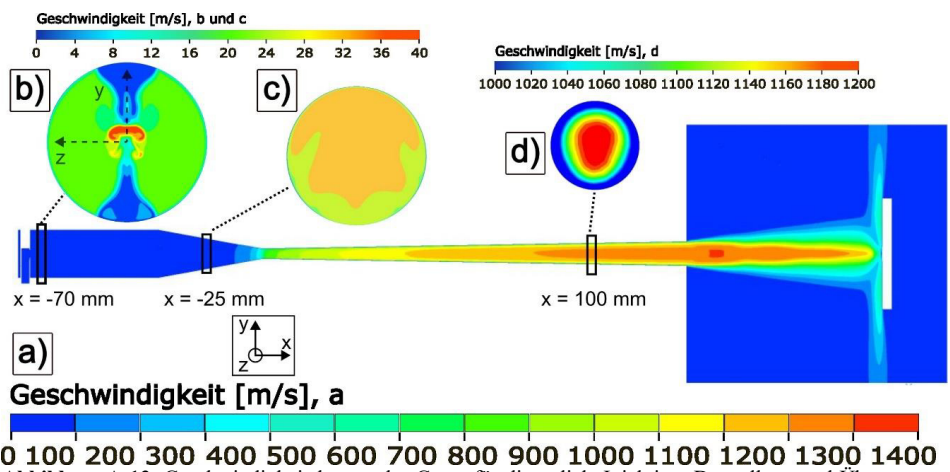


Abbildung A-13: Geschwindigkeitskontur des Gases für die radiale Injektion. Darstellung und Übersetzung nach [181], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>

Anhang 13: Linienprofile und Spritzfleck der Düsen Out1, Out2 und Out4

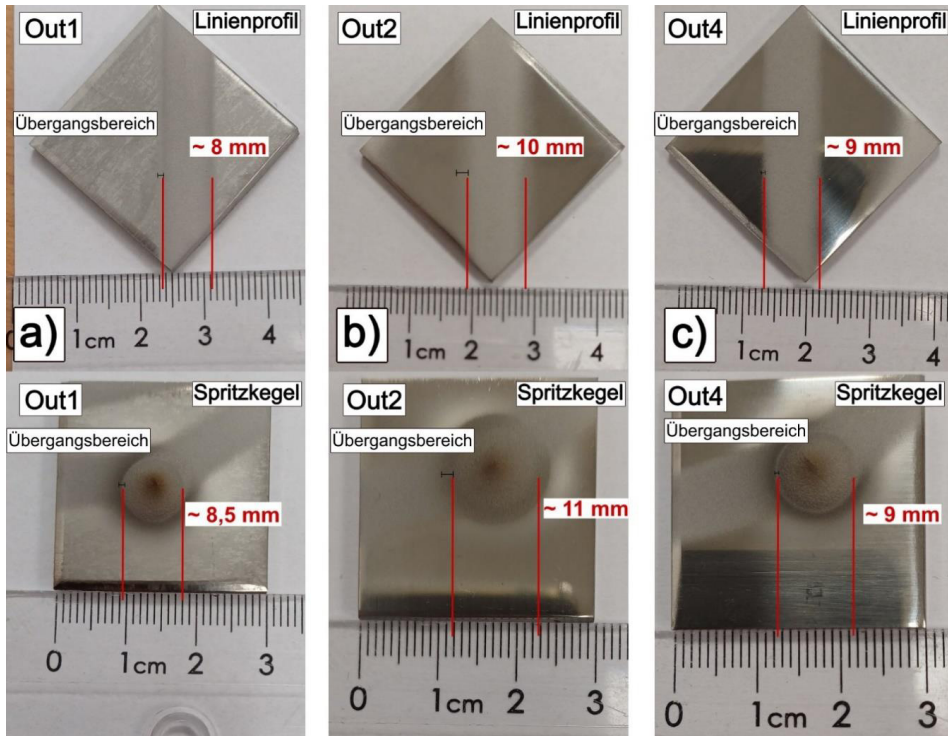


Abbildung A-14: Linienprofile und Spritzkegel der Düsen Out1, Out2 und Out4.

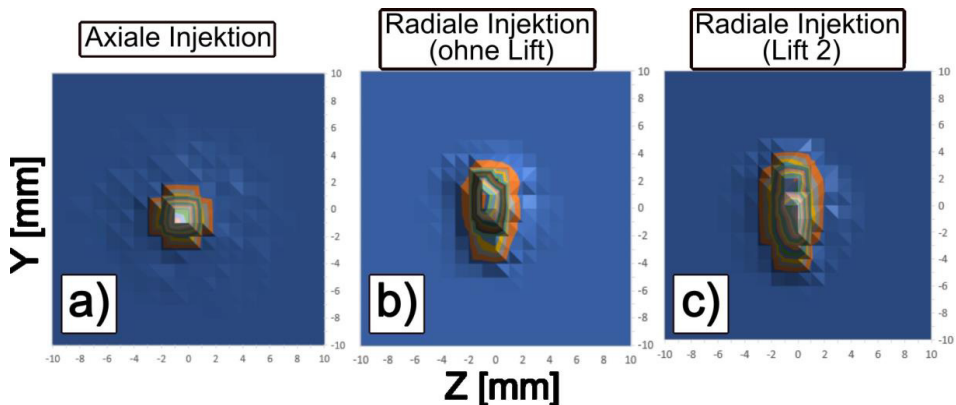


Abbildung A-15: Volumetrische 2D-Konturprofil der in ANSYS Fluent simulierten IN718-Spritzprofile. Darstellung und Übersetzung nach [181], veröffentlicht unter CC BY 4.0. <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

Anhang 14: Ergänzende Erläuterungen zum Haftabzugversuch

Die Anwendung des Folienklebers FM1000 wurde umfangreich validiert. Standardmäßig wird der Druck während der Aushärtung mittels Schrauben und Federelementen aufgebracht. Diesem Druckklebeverfahren steht das Schwerkraftkleben nach ASTM C633 gegenüber [157]. Hierbei erfolgt die Druckaufbringung allein durch das Gewicht des oberen Edelstahl-Stempels, wobei die Stempelpaare im 60°-Winkel zur horizontalen Oberfläche angeordnet werden. Dabei zeigte das Schwerkraftklebeverfahren unter Verwendung der Gewichtskraft des oberen Stempels eine mittlere Haftabzugfestigkeit von 17 ± 17 MPa. Diese liegt weit unter den vom Hersteller angegebenen 80 MPa bei einer großen Streuung über die je drei Stempelpaare. Teilweise erfolgte keine Anhaftung. Die Ergebnisse des Druckklebeverfahrens lagen hingegen näher der gegebenen Festigkeit des Klebers mit 70 ± 7 MPa. Eine weitere Optimierung stellt die Verwendung eines Drehmomentschlüssels dar, um die errechneten und manuell eingestellten Schraubenumdrehungen von 1,6 zu standardisieren und die Streuung weiter zu reduzieren. Repräsentativ ist hier das Ergebnis in einem kleinen Drehmomentbereich gegeben, wobei 0,38 Nm die höchsten Werte aufwies (79 MPa) und als Standard-Drehmoment für alle weiteren Versuche festgelegt wurde. Es ist anzumerken, dass es im Zuge des Druckklebeverfahrens aufgrund des aufgetragenen Drucks während des Ofenzyklus zu leichten Verschiebungen und damit nicht-koaxialen Stempelpaaren kommen kann.

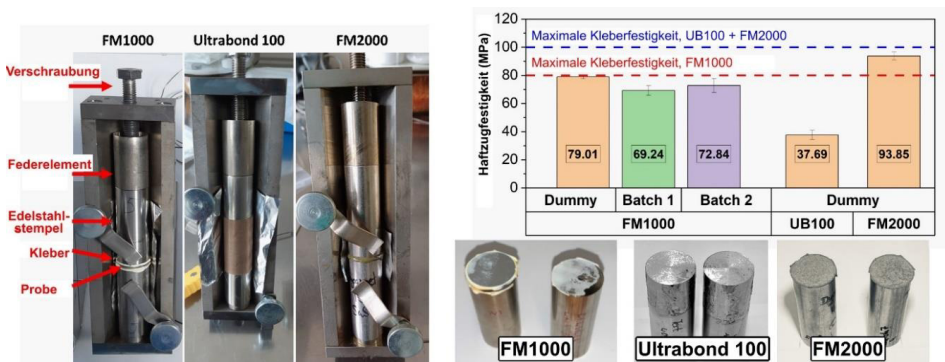


Abbildung A-16: Aufbau des Haftabzugsversuchs (links) und Auswertung für die drei Kleber (rechts).

Alternativ kam der flüssige Kleber Ultrabond 100 zum Einsatz. Dieser erfordert neben einer aufwändigen Lagerung (Sauerstoffsensitiv) und liegt im Anlieferungszustand als viskose Masse mit einer flüssigen Phase bei ca. 80 °C vor. Die erfordert ein Abdichten der Klebefläche temperaturbeständigem Tape während der Ofenperiode. Die Festigkeit des Flüssigklebers Ultrabond 100 lag durchgängig im Bereich von 38 ± 5 MPa. Dieser wies

erwartungsgemäß eine großflächige Verteilung durch die flüssige Phase auch innerhalb der Haltevorrichtung auf, was zu Infiltration bei porösen Schichten führen kann. Beim flüssigen Kleber sind größere freie Flächen bzw. Leerstellen zu erkennen, was auf eine generell niedrigere Bindungsqualität für den Ultrabond 100 hinweist. Dagegen zeigt der Folienkleber bei vergleichbarem Drehmoment eine umfassende Benetzung der Stempeloberfläche. Dies konnte über alle Proben durchgehend beobachtet werden. Es wurden verschiedene Ofenzyklen und Drehmomente getestet, insgesamt konnte hierbei keine Verbesserung der Haftabzugfestigkeit erzielt werden. Die Prozessparameter sowie maximale Klebefestigkeit nach Herstellerangaben sind in nachfolgender Tabelle zusammengefasst.

Tabelle A-8: Parameter für die Kleberaushärtung.

		FM1000	Ultrabond 100	FM2000
Temperatur	°C	170	180	177
Dauer	Min	60	50	120
Dicke	µm	300 (1 Folie)	300	600 (2 Folien)
Drehmoment	Nm	0,38		
Max. Festigkeit	MPa	80	100	100

Anhang 15: Eigenspannungen und Rauheit der Oberflächenbehandlungen

Für die Beurteilung des Eigenspannungszustands infolge der Vorbehandlung wurden mittels inkrementeller Bohrlochmethode Analysen an präparierten und unbeschichteten Substraten vom Projektpartner KIT vorgenommen. Die Messung erfolgte oberflächennah bis zu einer Tiefe von etwa 100 µm, da in diesem Bereich die größte Änderung der Spannung erwartet wird. Zuvor wurde die Rauheit dieser Proben mittels Weißlichttopographie am FZJ ermittelt.

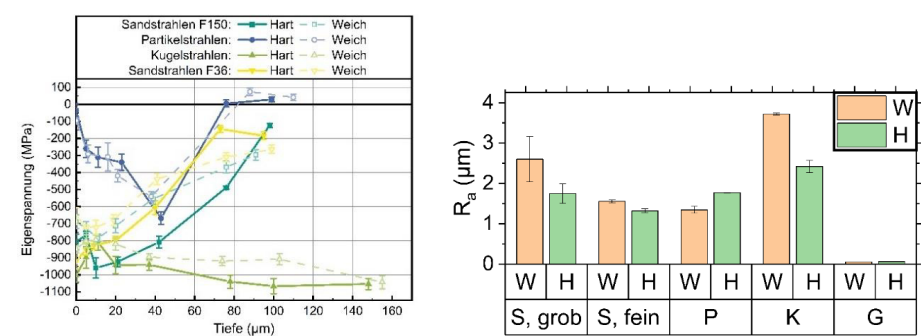


Abbildung A-17: Eigenspannungen (links) und Rauheit (rechts) der Substratpräparationsmethoden.

Anhang 16: Diagnostik-Setup

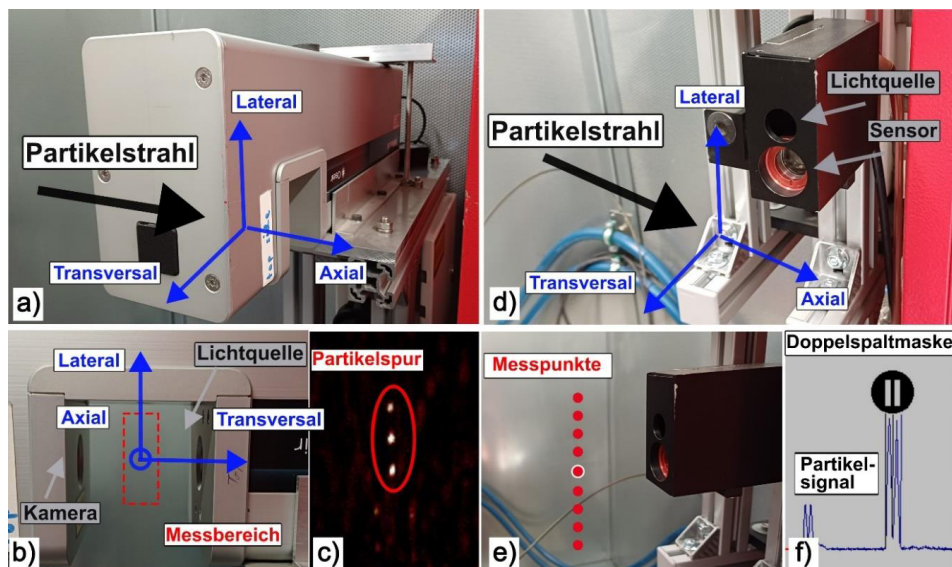


Abbildung A-18: Übersicht der Partikeldiagnostik-Geräte. Darstellung und Übersetzung nach [181], veröffentlicht unter CC BY 4.0 <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

Das HiWatch-System analysiert den Partikelstrahl (a) innerhalb eines Messbereichs. Die Partikel werden mit Hilfe einer Lichtquelle und einer Kamera erfasst (b). Im Ergebnis erscheinen die Partikel infolge der Grauwert-Invertierung als heller Kontrast (c). Das CSM-System sammelt das von der Laserquelle rückgestreute Licht der passierenden Partikeln (d). Es erfolgten Messungen im Fokuspunkt (weiße Umrandung) sowie an einem davon ausgehenden Messraster mit neun Punkten (rot) in lateraler Richtung (e). Das Resultat stellt sich in Form eines Doppelspitzensignals dar (f). Die Messbereiche sind für beide Verfahren nur schematisch dargestellt.

VII Lebenslauf

■ Persönliche Daten

Name: Johannes-Christian Schmitt

Geburtsdatum: 14.12.1993 in Pforzheim

■ Bildungsweg

04/2022 – 09/2025	Promotionsstudium <i>Ruhr-Universität Bochum (DE)</i>
10/2017 – 03/2021	Masterstudium Maschinenbau <i>Karlsruher Institut für Technologie</i>
10/2013 – 09/2017	Bachelorstudium Maschinenbau <i>Karlsruher Institut für Technologie</i>
07/2004 – 03/2013	Allgemeine Hochschulreife <i>Alfred – Grosser – Gymnasium</i>

■ Berufspraxis

07/2024 – aktuell	Wissenschaftlicher Mitarbeiter <i>Forschungszentrum Jülich, IMD-2</i>
04/2021 – 06/2024	Doktorand <i>Forschungszentrum Jülich, IEK-1 → IMD-2</i>
01/2021 – 03/2021	Wissenschaftliche Hilfskraft <i>Institut für Angewandte Thermofluidik, KIT</i>
09/2019 – 03/2020	Masterand <i>Siemens AG, Mülheim an der Ruhr</i>
03/2018 – 07/2018	Wissenschaftliche Hilfskraft <i>Institut für Produktionstechnik, KIT</i>
07/2017 – 02/2018	Wissenschaftliche Hilfskraft <i>Projekträger Karlsruhe, PTKA (Karlsruhe)</i>

Band / Volume 666

**Techno-ökonomisches Potenzial dezentraler und autarker
Energiesysteme**

S. K. A. Risch (2025), xxiii, 210 pp

ISBN: 978-3-95806-829-2

Band / Volume 667

**Reactive Field Assisted Sintering of Novel Rare Earth Garnets for Plasma
Etching Applications**

C. Stern (2025), VII, 101, XXVIII pp

ISBN: 978-3-95806-833-9

Band / Volume 668

**Effects of mucilage and extracellular polymeric substances on soil gas
diffusion**

A. Hauptenthal (2025), v, 99 pp

ISBN: 978-3-95806-834-6

Band / Volume 669

**Quantifying Recombination Losses and Charge Extraction in Halide
Perovskite Solar Cells**

L. Krückemeier (2025), vi, 286 pp

ISBN: 978-3-95806-835-3

Band / Volume 670

**Investigation of Dynamic Material Changes During the Preparation of
ZnPd Nanoparticles Supported on ZnO and their Catalytic Application in
Methanol Steam Reforming on the Atomic Level**

A. Meise (2025), xviii, 175 pp

ISBN: 978-3-95806-838-4

Band / Volume 671

**Improving Energy Efficiency of Public Buildings by Influencing Occupant
Behaviour using Dashboards and Gamification**

E. Ubachukwu (2025), xxi, 191 pp

ISBN: 978-3-95806-840-7

Band / Volume 672

**Exploring Plant Responses to Changing Environments: Integrating
Phenotyping and Modeling Across Scales**

F. M. Bauer (2025), xxix, 188 pp

ISBN: 978-3-95806-845-2

Band / Volume 673

**A constitutive theory to represent non-idealities in contacting of SOC
interconnect contacts**

R. M. Pinto (2025), xii, 139 pp

ISBN: 978-3-95806-846-9

Band / Volume 674

Strontium titanate based materials for use as oxygen transport membranes in membrane reactors

Y. Tang (2025), XIV, 132 pp

ISBN: 978-3-95806-849-0

Band / Volume 675

Scaling Methods for the Production of Tungsten Fiber-Reinforced Composites via Chemical Vapor Deposition

A. Lau (2025), untersch. Pag.

ISBN: 978-3-95806-851-3

Band / Volume 676

Nanoscale analysis of high-temperature oxidation mechanisms of Cr₂AlC MAX phase and W-Cr-Y self-passivating tungsten alloy

A. J. S. Reuban (2025), ix, 142 pp

ISBN: 978-3-95806-855-1

Band / Volume 677

First principles simulations of high-entropy materials for energy storage

Y. Ting (2025), xviii, 169 pp

ISBN: 978-3-95806-858-2

Band / Volume 678

Deployment of Fuel Cell Vehicles in Road Transport and the Expansion of the Hydrogen Refueling Station Network

T. Grube, M. Sander (2025), iv, 61 pp

ISBN: 978-3-95806-859-9

Band / Volume 679

Entwicklung von nickelbasierten katalysatorbeschichteten Diaphragmen für die alkalische Wasserelektrolyse

C. B. Karacan (2025), 146 pp

ISBN: 978-3-95806-860-5

Band / Volume 680

Bewertung lokaler Eigenspannungsverteilungen bei der lokalen Bauteilreparatur durch Kaltgasspritzen

J.-C. Schmitt (2025), 154, xxvii pp

ISBN: 978-3-95806-861-2

Energie & Umwelt / Energy & Environment
Band / Volume 680
ISBN 978-3-95806-861-2