



Institut für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik
Institut 2: Werkstoffstruktur und -eigenschaften

***Integration eines funktionell gradierten
W/Cu-Übergangs für Divertorkomponenten
von Fusionsanlagen***

Gerald Pintsuk

***Integration eines funktionell gradierten
W/Cu-Übergangs für Divertorkomponenten
von Fusionsanlagen***

Gerald Pintsuk

Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 4148

ISSN 0944-2952

Institut für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik

Institut 2: Werkstoffstruktur und -eigenschaften Jül-4148

D 82 (Diss., Aachen, RWTH, 2004)

Zu beziehen durch: Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

☎ 02461 61-5220 · Telefax: 02461 61-6103 · e-mail: zb-publikation@fz-juelich.de

KURZFASSUNG

Eine der schwierigsten Aufgabengebiete bei der Realisierung zukünftiger Fusionsanlagen, wie z.B. ITER (lateinisch für „der Weg“) ist die Entwicklung plasmabelasteter Komponenten im Bereich des Divertors. Diese werden im stationären Zustand thermischen Leistungsdichten bis zu 20 MW/m^2 ausgesetzt sein. Die bevorzugte Designoption ist eine aus Wolfram und Kupfer bzw. Kupferlegierungen gefertigte Divertorkomponente. Aufgrund der starken Unterschiede im thermischen Ausdehnungskoeffizienten und Elastizitätsmodul führen thermische Belastungen und die Ausbildung eines damit verbundenen Temperaturgradienten in der Komponente zu hohen Spannungen an der Fügenschicht.

Die Entwicklung einer alternativen Designoption für den Divertor beinhaltet die Integration eines funktionell gradierten Materials (FGM). Dieses sorgt für einen stetigen Übergang zwischen den unterschiedlichen Materialeigenschaften, wodurch eine Minimierung der Spannungsspitzen und damit eine Optimierung des Bauteilverhaltens unter Betriebsbedingungen erreicht wird.

Der Niederdruck-Plasmaspritzprozess und das direkte Lasersintern werden zur Realisierung gradiertter Verbundwerkstoffe aus Wolfram und Kupfer vorgestellt. Basierend auf den Voruntersuchungen werden mit beiden Verfahren W/Cu-Verbundwerkstoffe mit unterschiedlichen Zusammensetzungen hergestellt. An daraus gefertigten Kleinproben werden thermo-mechanische und thermo-physikalische Werkstoffeigenschaften bestimmt und über den gesamten technisch herstellbaren Mischungsbereich interpoliert. Dieser beschränkt sich für den Lasersinterprozess auf Mischungsverhältnisse mit einem Kupfer-Gehalt von ~20 bis 100 Vol% und ist damit dem Plasmaspritzprozess technisch unterlegen.

In Finite-Element-Analysen zum plastischen Verhalten werden die ermittelten Materialeigenschaften in das 2-dimensionale Modell eines Divertormoduls mit integriertem funktionellen W/Cu-Gradienten implementiert und Geometrie sowie funktioneller Aufbau des gradierten Werkstoffes optimiert. Aufgrund dieser Analysen liefert ein gradiertter Werkstoff mit hohem Wolfram-Gehalt für beide Herstellungsverfahren die besten Ergebnisse. Eine weitere Optimierung der Spannungssituation wird durch die Kastellierung des Plasma Facing Materials (PFM) unter Miteinbeziehung des gradierten Verbundwerkstoffes in Bereiche mit einer Querschnittsfläche von $4.5 \times 4.5 \text{ mm}^2$ erreicht. Dadurch kommt es zu einer Verlagerung der kritischen Spannungen von dem mechanisch gefügten Übergang zwischen PFM und gradiertter Schicht hin zur Diffusionsverbindung zwischen Gradientenschicht und Kupfer.

Das Fügen der Werkstoffe Wolfram, OFHC-Cu (Oxygen Free High Conductivity) und CuCrZr in der Fertigung von Divertormodulen mit plasmagespritzter funktionell gradiertter W/Cu-Zwischenschicht erfolgt mittels des HIP-Verfahrens bei Temperaturen bis 550°C und einem Druck von 195 MPa. Hierzu bildet eine galvanisch hergestellte Cu-Diffusionsbindungsschicht den Abschluss der gradierten Schichtstruktur und dünne galvanische Ni-Schichten werden zur Stärkung der Diffusionsbindung eingesetzt. Die zerstörungsfreie Charakterisierung der Fügenschichten mittels Ultraschall zeigt punktuelle Fehlstellen in Bereichen nahe den Seitenflächen des Moduls.

Der kastellierte Modul übersteht in High-Heat-Flux-Tests (HHF) an der Elektronenstrahlanlage JUDITH stationäre Leistungsdichten bis 23.8 MW/m^2 und thermozyklische Belastungen bei 150 Zyklen und 20 MW/m^2 . Dadurch wird gezeigt, dass durch die Integration einer gradierten Schicht aus W/Cu die Beständigkeit gegenüber thermischen Belastungen verbessert. Im besonderen der Kastellierung kommt hierbei große Bedeutung zu.

ABSTRACT

One of the most difficult topics in the design and development of future fusion devices, e.g. ITER (Latin for “the way”) is the field of plasma facing components for the divertor. In steady-state mode these will be exposed to heat fluxes up to 20 MW/m^2 . The favored design-option is a component made out of tungsten and copper-alloys. Since these materials differ in their thermal expansion coefficient and their elastic modulus a temperature gradient within the component, caused by thermal loads, results in stresses at the interface.

An alternative design-option for divertor-components deals with the insertion of a functionally graded material (FGM) between tungsten and copper. This establishes a continuous change of material properties and therefore minimize the stresses and optimize the thermal behavior of the component.

Low pressure plasma-spraying and direct laser-sintering are introduced as possible production-methods of graded W/Cu-composites. Based on preliminary investigations both are used for fabricating W/Cu-composite materials with different mixing ratios. Thermo-mechanical and thermo-physical material properties will be determined on these composites and extrapolated to all mixing ratios. For laser-sintering these are limited to Cu-contents of ~ 20 to 100 Vol\% . Therefore the plasma-spraying process is favored.

In finite-element-analyses the graded material and its material properties will be implemented into a 2-D simulation-model of a divertor component. The composition and the design of the graded W/Cu-composite will be optimized. Best results are obtained by high contents of tungsten within the graded layer, which are still improved by a macro-brush design with dimensions of $4.5 \times 4.5 \text{ mm}^2$. This results in a transfer of critical stresses from the mechanical bonded interface between the plasma facing and the graded material to the diffusion bonded interface between the graded material and copper.

The joining of tungsten, a plasma-sprayed graded W/Cu-interlayer, OFHC-Cu (Oxygen Free High Conductivity) and CuCrZr will be done by Hot Isostatic Pressing. Parameters are a temperature of 550°C and a pressure of 195 MPa . Electrochemical deposited copper and nickel are added. Copper is used as surface layer of the graded W/Cu-composite and nickel for the strengthening of the diffusion bonding. Ultra-sonic-testing revealed narrow areas with inhomogeneous bonding at the interface, mainly nearby the outer surface of the module.

The module containing the macro-brush has been tested at the electron-beam test facility JUDITH. It survived power loads at steady state operation of 23.8 MW/m^2 and 150 cycles at 20 MW/m^2 during thermal fatigue experiments. These results verify, that the insertion of a graded W/Cu-interlayer increases the resistance against thermal loads. Especially in the combination with the castellated structure.

INHALTSVERZEICHNIS

1	EINLEITUNG.....	1
1.1	GRUNDLAGEN DER FUSION.....	1
1.2	MAGNETISCHER EINSCHLUSS	3
1.3	ITER – DER NÄCHSTE SCHRITT	5
1.3.1	Technische Grundlagen	5
1.3.2	ITER-Divertor – Design und Anforderungen.....	7
1.4	DIVERTORKOMPONENTEN AUS WOLRAM UND KUPFER	8
1.4.1	Material.....	8
1.4.2	Geometrie und Füge­technik	10
1.4.3	Optimierung durch gradierte Übergänge.....	13
1.5	ZIEL DER ARBEIT	13
2	UNTERSUCHTE HERSTELLUNGSVERFAHREN UND PRÜFMETHODEN	15
2.1	VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG GRADIERTER W/CU-SCHICHTEN.....	15
2.1.1	Niedrigdruck-Plasmaspritzen	15
2.1.2	Direktes Lasersintern	17
2.2	BESCHICHTUNGS- UND FÜGEVERFAHREN	20
2.2.1	Galvanische Beschichtung.....	20
2.2.2	Heiss Isostatisches Pressen (HIP).....	21
2.3	CHARAKTERISIERUNG DER MECHANISCHEN EIGENSCHAFTEN	23
2.3.1	4-Punkt-Biegeprüfung	23
2.3.2	Haftfestigkeitsprüfung	24
2.4	THERMO-PHYSIKALISCHE WERKSTOFFCHARAKTERISIERUNG	26
2.4.1	Dilatometrie	26
2.4.2	Differential Scanning Calorimetry (DSC).....	26
2.4.3	Thermal Diffusivity - "Laser Flash"	27
2.4.4	Wärmeleitfähigkeit	29
2.5	ZERSTÖRUNGSFREIE WERKSTOFFCHARAKTERISIERUNG - ULTRASCHALL	29
2.6	SIMULATION THERMISCHER BELASTUNGEN.....	32
2.7	FINITE-ELEMENT-SIMULATION	33
3	CHARAKTERISIERUNG DER VERWENDETEN PULVER	36
3.1	PULVERSORTEN UND ANALYSEVERFAHREN	36
3.2	WOLFRAM	37
3.3	KUPFER.....	38

4	VORUNTERSUCHUNGEN ZUR HERSTELLUNG VON GRADIENTEN ZWISCHENSCHICHTEN	41
4.1	FERTIGUNG MITTELS NIEDRIGDRUCK-PLASMASPRITZEN (LPPS)	41
4.1.1	Wichtige Einflussgrößen bei der Spritzschichtherstellung.....	41
4.1.2	Herstellung von Wolfram-Schichten	42
4.1.3	Herstellung von Wolfram/Kupfer-verbundwerkstoffen	43
4.1.4	Zusammenfassung	46
4.2	FERTIGUNG MITTELS DIREKTEM LASERSINTERN	46
4.2.1	Einführung und Beschreibung der Versuchsanlage	46
4.2.2	Herstellung von Wolfram-Schichten	47
4.2.3	Herstellung von Wolfram/Kupfer-Werkstoffverbunden	49
4.2.4	Zusammenfassung	52
5	PROBENFERTIGUNG UND CHARAKTERISIERUNG VON W/CU- SCHICHTWERKSTOFFEN	53
5.1	HERSTELLUNG MIT NIEDRIGDRUCK PLASMASPRITZEN (LPPS).....	53
5.1.1	Charakterisierung der Mikrostruktur	53
5.1.2	Mechanische und Thermomechanische Werkstoffprüfung.....	55
5.1.3	Thermo-physikalische Werkstoffprüfung	59
5.1.4	Ultraschalluntersuchungen	63
5.2	HERSTELLUNG MIT DIREKTEM LASERSINTERN.....	64
5.2.1	Charakterisierung der Mikrostruktur	64
5.2.2	Mechanische Werkstoffprüfung	66
5.2.3	Thermo-physikalische Werkstoffprüfung	67
5.3	SCHLUSSFOLGERUNG	70
6	FINITE-ELEMENT-SIMULATION ZUR WIRKUNG VON GRADIENTEN W/CU-SCHICHTWERKSTOFFEN	72
6.1	GRUNDSÄTZLICHE ÜBERLEGUNGEN	72
6.2	SIMULATION DER WIRKUNG VON LPPS-SCHICHTWERKSTOFFEN	75
6.2.1	Optimierung des Gradientenwerkstoffes	75
6.2.2	Optimierung des Designs durch Kastellierung.....	80
6.3	SIMULATION DER WIRKUNG VON DLS-SCHICHTWERKSTOFFEN	82
6.3.1	Optimierung des Gradientenwerkstoffes	82
6.3.2	Optimierung des Designs durch Kastellierung.....	86
6.4	SCHLUSSFOLGERUNG	86
7	HERSTELLUNG UND PRÜFUNG VON TESTMODULEN FÜR „HEAT FLUX“ EXPERIMENTE IN JUDITH	88
7.1	HERSTELLUNG VON „TESTMODULEN“	88
7.1.1	Herstellung des gradierten W/Cu-Verbundwerkstoffes	88

7.1.2 Divertormodule.....	90
7.2 HIGH HEAT FLUX TESTS	95
7.2.1 Aufbringung stationärer Leistungsdichten	95
7.2.2 Aufbringung thermozyklischer Belastungen	100
7.2.3 Schadensanalyse	102
7.3 ZUSAMMENFASSUNG UND SCHLUSSFOLGERUNG	105
8 ZUSAMMENFASSUNG	106
9 LITERATUR	110

ANHANG

1 EINLEITUNG

1.1 GRUNDLAGEN DER FUSION

Energie und Strom sind unmittelbare Bestandteile des täglichen Lebens geworden. Dabei steigt der weltweite Energiebedarf weiter an. Es stellt sich die Frage, wie wir diesem ständig steigenden Bedarf angesichts schwindender Rohstoffvorräte und steigender CO_2 -Konzentrationen in Zukunft wirksam begegnen können. Die Entwicklung und der Ausbau neuer Technologien stehen somit im Brennpunkt aller zukünftigen Bemühungen. Die Nutzung erneuerbarer Energieträger wie Sonnenenergie, Windkraft, Wasserkraft und Biotechnologien setzt den ersten Schritt in jene Richtung, welche die Entwicklung der Menschheit im 21. Jahrhundert bestimmen wird.

Die Kernspaltung, ein langjährig erprobtes, jedoch mit einem Sicherheitsrisiko verbundenes Energiekonzept, stellt zu den erwähnten, erneuerbaren Energiekonzepten eine alternative bzw. ergänzende Option dar. Gleiches gilt für die noch in der Entwicklungsphase befindliche Nutzung der Fusionsenergie, jener Energiequelle, aus der auch die Sonne ihre Energie schöpft. Im Vergleich zur Kernspaltung würde hingegen, angesichts beinahe unbeschränkter Ressourcen und dem vergleichsweise niedrigen Gefahrenpotential, die Realisierung der Kernfusion eindeutige Vorteile mit sich bringen [1,2].

Beide nuklearen Energiekonzepte basieren auf der für jedes Element des Periodensystems spezifischen Bindungsenergie je Nukleon. Die energetisch stabilsten Kerne mit den jeweils höchsten Bindungsenergien sind dabei im Bereich des Eisens angesiedelt (s. Abb. 1.1). Diese Tatsache ermöglicht die Definition zweier unterschiedlicher Bereiche, in denen durch zueinander inverse atomare Prozesse, der Spaltung sowie der Fusion von Atomkernen, Energie gewonnen werden kann. Demzufolge wird bei schweren Kernen, wie z.B. Uran, die Energiefreisetzung durch Kernspaltung hervorgerufen. Wohingegen unter anderem bei Wasserstoff und dessen Isotopen, also leichten Elementen, der aus dem auftretenden Massendefekt resultierende Energiegewinn analog zur Formel $E = \Delta mc^2$ in einem exothermen Prozess durch die Fusion zweier Kerne erzielt wird [3].

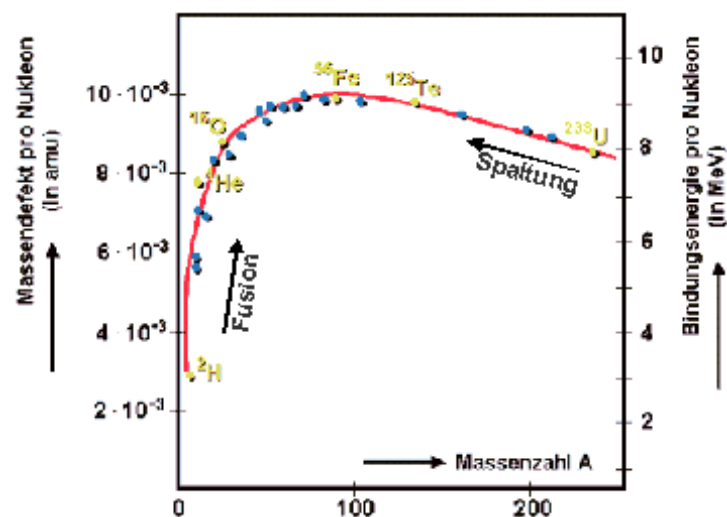
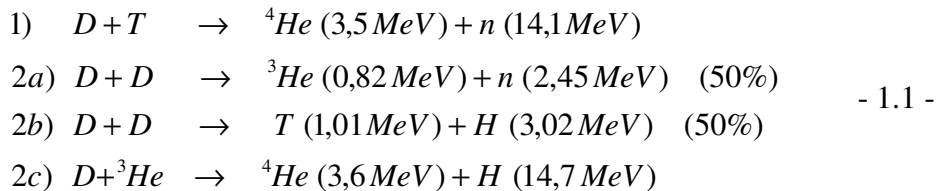


Abb. 1.1: Bindungsenergien der Elemente je Nukleon in Abhängigkeit der Massenzahl; Energiegewinnung durch Kernfusion oder Kernspaltung je nach Annäherungsrichtung an das Bindungsenergiemaximum bei Fe.

Sowohl unsere Sonne als auch alle weiteren Sterne im Universum basieren in ihrer Energieerzeugung auf dem Prinzip der Kernfusion, welche somit die wichtigste Energiequelle im Weltall darstellt. In einem Stern laufen eine Vielzahl diverser Fusionsreaktionen ab, da in dessen Kern die für die selbstständige und kontinuierliche Aufrechterhaltung des Prozesses notwendigen Bedingungen gewährleistet sind. Am Beispiel der Sonne veranschaulicht bedeutet dies, dass in ihrem Zentrum bei 10-15 Millionen Kelvin, einem hohem vorherrschendem Druck und einer

damit im Zusammenhang stehenden großen Anzahl stattfindender Reaktionen Wasserstoff zu Helium verschmilzt. Dabei werden 7 Promille der beteiligten Masse in Energie umgewandelt. Pro Sekunde entspricht dies einer Verschmelzung von 600 Millionen Tonnen Wasserstoff in 596 Millionen Tonnen Helium[4].

Die auf der Erde am leichtesten realisierbaren Reaktionen sind:



Unter Berücksichtigung der Reaktionswahrscheinlichkeit und des Energiefreisetzungsvermögens resultiert die Verschmelzung von Deuterium und Tritium (s. Abb. 1.2) in einer maximalen, erreichbaren Energieausbeute. Die Fusion dieser Wasserstoffisotope zu einem Heliumkern setzt ein Neutron frei, welches 80% der gewonnenen Energie trägt. Des weiteren stellt die Reaktion zwischen Deuterium und Tritium unter allen in Gl. 1.1 genannten Varianten auch die am einfachsten zu realisierende Möglichkeit dar.

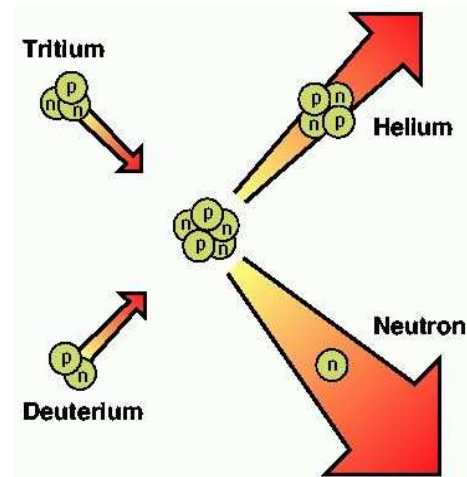
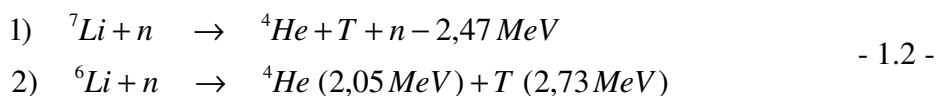


Abb. 1.2: Fusionsprozess mit der unter Berücksichtigung der Reaktionswahrscheinlichkeit höchsten auf der Erde erreichbaren Energieausbeute

Tritium, ein Betastrahler mit einer Halbwertszeit von 12,3 Jahren, kommt im Gegensatz zu Deuterium in der Natur nicht vor. Die Herstellung dieses Wasserstoffisotops, bestehend aus einem Kern mit zwei Neutronen und einem Proton erfolgt künstlich mittels Neutronenbestrahlung von Lithium. Dieses auf der Erde reichlich vorhandene Element (0,006% Anteil an der Erdkrinde) kommt jedoch nie in elementarer Form sondern nur in Form von Verbindungen vor [4,5]. Die Erzeugung von Tritium erfolgt gemäß der folgenden Reaktionen



Deuterium hingegen ist in ausreichender Menge in den Weltmeeren vorhanden. Ein Kubikmeter Meerwasser enthält ca. 34 g Deuterium, was einem Isotopenverhältnis von H : D von 6700 : 1 entspricht [5].

Für die kontrollierte Kernfusion und die Realisierung der dafür notwendigen Hochtemperaturplasmen stehen drei verschiedene physikalische Varianten zur Verfügung [6]:

- Schwerkraft (verantwortlich für die Energieproduktion der Sterne, jedoch auf der Erde nicht umsetzbar)
- Massenträgheit
- magnetischer Einschluss des Plasmas

Die Trägheitsfusion basiert auf der Verwendung hochenergetischer Ionen- oder Laserstrahlen. Mit deren Hilfe wird in einer Zeitspanne von wenigen Nanosekunden die Oberfläche eines Brennstoffkugelhens aus einem Deuterium-Tritium-Gemisch erhitzt. Das rasche Verdampfen der äußeren Schichten, ausgelöst durch die zugeführte Wärme führt zur Kompression der im Kern befindlichen Materie. Dies erhöht im Inneren die Dichte ca. um das Tausendfache und die Temperatur steigt auf mehrere 10 Millionen Kelvin. Durch die so geschaffenen Bedingungen werden alle Anforderungen erfüllt, um eine Fusionsreaktion zwischen den beiden Wasserstoffisotopen zu initiieren. Die rapide Verteilung der dabei erzeugten thermischen Energie im komprimierten Material ermöglicht die vollständige Verschmelzung des übrigen Brennstoffes und eine daraus resultierende maximale Energieausbeute [4].

Der Einschluss des Brennstoffplasmas über ein Magnetfeld wird im folgenden Abschnitt näher erläutert.

1.2 MAGNETISCHER EINSCHLUSS

Der magnetische Einschluss gilt als die aussichtsreichste Variante zur Realisierung der Zündbedingung [1-4]. Diese wird über das Lawson-Kriterium formuliert (siehe Gl. 1.3), welches bei Vorgabe von Volumen, Teilchendichte und Plasmatemperatur eine positive Energiebilanz fordert. Das Produkt aus Teilchendichte, Einschlusszeit und Plasmatemperatur muss dabei eine bestimmte Mindestgröße besitzen [7]:

$$n \cdot \tau_E \cdot T = \frac{12 \cdot k_B \cdot T^2}{\langle \sigma \cdot v \rangle \cdot E_\alpha - 4 \cdot c_1 \cdot Z_{eff} (k_B \cdot T)^2} \geq 1.5 \cdot 10^{21} \text{ s} \cdot \text{m}^{-3} \text{ keV} \quad - 1.3 -$$

τ_E	Einschlusszeit	$\langle \sigma v \rangle$	Fusionswahrscheinlichkeit
n	Plasmadichte	E_α	Energie der ^4He -Partikel
T	Temperatur	$4c_1 Z_{eff} (k_B T)^2$	Bremsstrahlung für Z_{eff}
k_B	Boltzmannkonstante		

Speziell auf die Verwendung von Deuterium und Tritium ausgerichtet bedeutet dies für Einstellung der Parameter eine Temperatur von 100 bis 200 Millionen Kelvin, eine Plasmadichte von ca. 10^{14} Teilchen pro cm^3 und eine Einschlusszeit von 1-2 Sekunden. Die internationale Fusionsforschung hat die Zündungsbedingungen annähernd erreicht, wobei die besten Ergebnisse von dem europäischen Gemeinschaftsprojekt JET (Joint European Torus) und dem japanischen Experiment JT-60U erzielt werden [5].

Beide soeben erwähnten Forschungsanlagen basieren auf dem Tokamak-Prinzip, dem am weitesten entwickelten Magnetfeldeinschluss-Verfahren.

- *Tokamak*

Der Magnetfeldeinschluss der geladenen Teilchen nach dem Tokamak-Prinzip erfolgt einerseits über ein toroidales Magnetfeld, um das Entweichen der Teilchen an den Polen zu vermeiden. Andererseits wird über einen Transformator ein Strom im Plasma induziert, dessen Feldlinien sich kreisförmig um den Strom schließen. Durch die Überlagerung der beiden Magnetfelder werden die ionisierten Teilchen auf schraubenförmig verlaufende Bahnen gezwungen, wodurch ihre Entfernung von der zentralen Magnetfeldlinie (= Torusseele) nach jedem Umlauf konstant

gehalten wird (s. Abb. 1.3). Des weiteren wird ein vertikales Magnetfeld benötigt, um die Lage des Plasmas im Gefäß zu fixieren und zu regeln.

Das erzeugte Magnetfeld erfüllt den gesamten Raum des Plasmagefäßes, wodurch sich auch das Plasma bis an die Brennkammerwand erstreckt. Derartigen Energie- und Wärmemengen kann das Wandmaterial aber nicht standhalten, wodurch Möglichkeiten gesucht werden, die Ausdehnung des Plasmas zu begrenzen [8].

Eine Lösungsvariante stellt die Verwendung von Limitern dar, welche als Teil der Gefäßwand aus dieser in das Plasma hineinragen. Der Kontakt zwischen Plasma und Limiter führt jedoch zu einer unvermeidbaren Erosion von Limitermaterial. Die darauffolgende Ionisation der Verunreinigungen im Plasma hat in Abhängigkeit des Werkstoffes und seiner Ladungszahl einen Strahlungsverlust und im weiteren Verlauf eine Verringerung der Plasmatemperatur zur Folge [5,9].

Bei weitem leistungsfähiger ist eine Anordnung in Form eines Divertors. Zur Vermeidung eines Kontaktes zwischen Plasma und Brennkammerwand erfolgt die Konfiguration des Magnetfeldes derart, dass außerhalb der letzten geschlossenen Magnetfläche, genannt Separatrix, nur noch offene Magnetfeldlinien existieren. Diese münden in sicherer Entfernung des Plasmazentrums auf eigens dafür vorgesehene Prallplatten. Deren Gesamtheit bildet den Divertor, an dem die ionisierten und teilweise hochenergetischen Teilchen neutralisiert werden [8]. Die unterschiedlichen Anordnungen beider Konfigurationen sind in Abb. 1.4 gegenüber gestellt.

Ein wesentlicher Nachteil des Tokamaks besteht zur Zeit in seiner Limitierung auf einen gepulsten Betrieb. Dies resultiert aus der Verwendung eines Transformators zur Induzierung des Plasmastromes, in welchem nur für eine beschränkte Zeit ein ansteigender Strom in der Primärwicklung der Magnetspulen erzeugt und damit der Strom im Plasma getrieben werden kann. Da ein Reaktor im gepulsten Betrieb wirtschaftlich nicht tragbar ist, wird an der Entwicklung zur Erzeugung eines kontinuierlichen Stromes, z.B. Hochfrequenzwellen, gearbeitet [5].

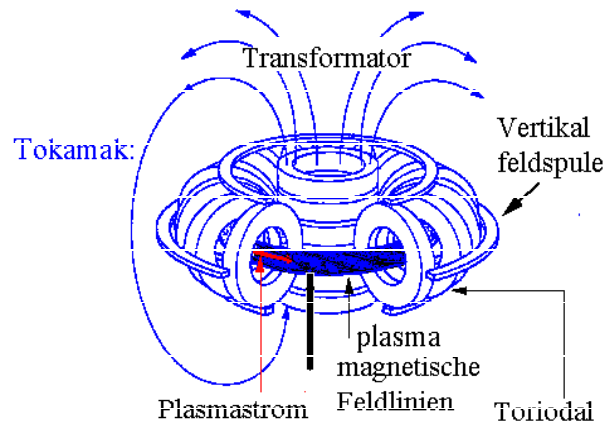


Abb. 1.3: Spulenkonfiguration für TOKAMAK-Anlagen. Ein äußeres Magnetfeld und der Plasmastrom erzeugen die konzentrisch um die Torusseule angeordneten magnetischen Flächen, auf denen sich die Teilchen bewegen.

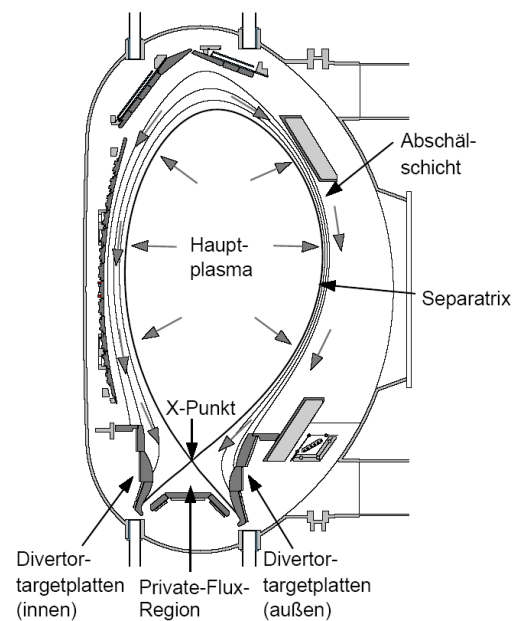


Abb. 1.4: Konstruktionsskizze der Divertorkonfiguration für TOKAMAK-Anlagen am Beispiel von Asdex-Upgrade

Zusätzlich zur Beschränkung durch den Strom kann das Ende eines Pulses auch durch Plasmadisruptionen verursacht werden. Diese definieren sich als plötzlich auftretende Plasmaablösungen, welche zu kurzzeitigen extremen Wärmebelastungen der Wandmaterialien führen [6].

- *Stellarator*

Konträr zum Tokamak-Prinzip erfolgt der Plasmaeinschluss in Stellaratoren ohne Induzierung eines Plasmastromes ausschließlich durch von Spulen außerhalb des Plasmabereiches erzeugte Magnetfelder (s. Abb. 1.5) [5]. Daraus resultiert in weiterer Folge die Eignung für den Dauerbetrieb; außerdem können unerwünschte Abbrüche des Plasmastromes, verursacht durch Disruptionen, nicht auftreten. Das modulare Spulenkonzept des „Advanced Stellarator“ (s. Abb. 1.5) erleichtert zudem im Betrieb notwendige Reparaturen [5] und wird als echte Alternative zu Tokamakanlagen diskutiert.

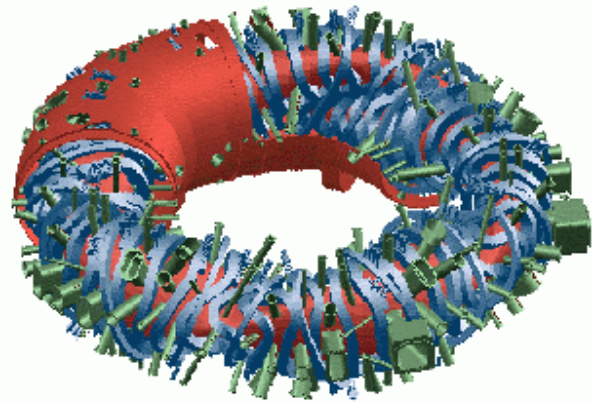


Abb. 1.5: Spulenkonfiguration für den Stellarator Wendelstein 7X. Magnetfeldflächen werden im Gegensatz zum TOKAMAK ohne induzierten Plasmastrom erzeugt

1.3 ITER – DER NÄCHSTE SCHRITT

1.3.1 TECHNISCHE GRUNDLAGEN

Der nächste große Schritt auf dem Weg zu einem kommerziellen Fusionsreaktor ist ITER (lateinisch „der Weg“). Forscher der internationalen Gemeinschaft, bestehend unter anderem aus der EU, Japan, Russland und den USA, arbeiten in internationaler Kooperation an dem Ziel, die wissenschaftliche und technologische Machbarkeit der Gewinnung von Fusionsenergie für friedliche Zwecke zu demonstrieren.

ITER basiert auf dem Tokamak-Prinzip; das Magnetsystem besteht aus mehreren Komponenten: dies sind zum einen supraleitende, toroidale (TF) und poloidale (PF) Feldspulen, welche die Form des Plasmas bestimmen und dieses innerhalb der toroidalen Vakuumkammer kontrollieren. Zum anderen wird das Magnetsystem durch einen zentralen Magneten und Korrekturspulen komplettiert, welche ebenfalls aus Supraleitern bestehen und eine höhere Stabilität des Systems garantieren (s. Abb. 1.6).

Im Inneren der Vakuumkammer befinden sich mehrere austauschbare Komponenten. Die Handhabung mit diesen Komponenten erfolgt ferngesteuert über integrierte Pumpstutzen mittels eigens dafür entwickelten Robotiksystemen. Dazu zählen Blanket-Module, Divertor-Kassetten, Limiter, Test-Module für die erste Wand und Diagnostik-Module. Letztere sind sowohl der Strahlungswärme des Plasmas und den darin auftretenden Partikeln (Elektronen, Ionen) als auch den im Fusionsprozess generierten Neutronen ausgesetzt. Des Weiteren schützen sie die Kammer sowie die sie umgebenden Magnetspulen vor übermäßiger radioaktiver Strahlung. Die an der Oberfläche der plasmabelasteten Komponenten deponierte Wärmeenergie wird über ein integriertes Kühlsystem abgeführt [10].

Der ringförmige Vakuumkessel und die Magnetspulen sind von einem Kryostaten umschlossen (s. Abb. 1.6). Die darin erzeugten und konservierten tiefen Temperaturen gewährleisten die Funktion der supraleitenden Magnete. Durch thermische Schilde wird eine Trennung der Magnete von den heißen Komponenten herbeigeführt.

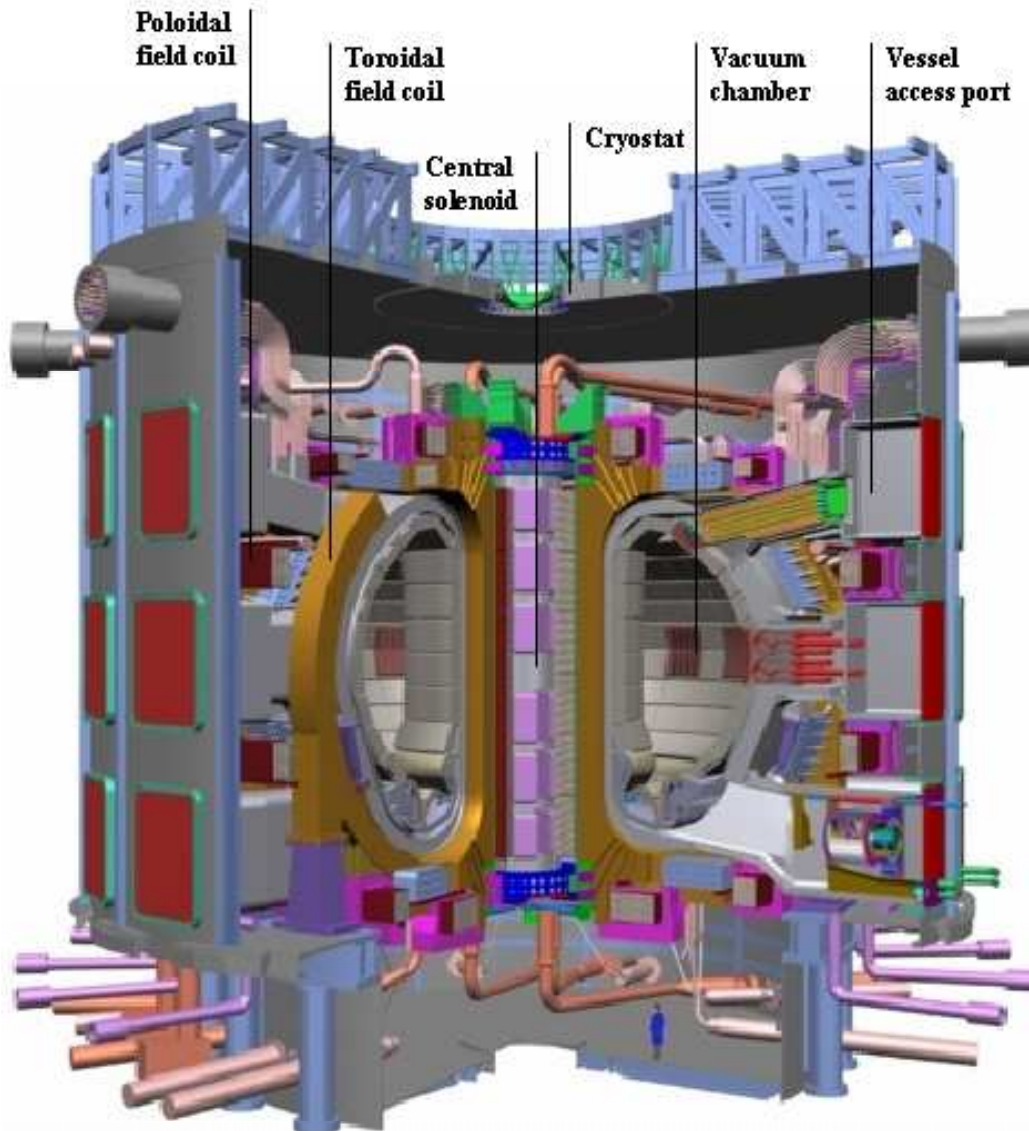


Abb. 1.6: Querschnitt durch den ITER-Tokamak

ITER bildet die Plattform, um den Weg für die Errichtung eines Demonstrationskraftwerkes (DEMO) frei zu machen. Als Basis für die zukünftige Entwicklung im plasmaphysikalischen und werkstofftechnischen Sektor, wird ITER und seine Fusionsleistung sehr viel größer sein, als alle bisherigen existierenden Fusionsforschungseinrichtungen. ITER wird als erste Fusionsanlage konzipiert, eine Energieproduktion auf dem Niveau eines zukünftigen Fusionskraftwerks zu erreichen. Dies bedeutet für die Leistungsparameter, dass im induktiven Betrieb bei Stromspitzen von ca. 15 MA eine Fusionsleistung von 500 MW erreicht wird. Die nominale Brenndauer der induktiv getriebenen Pulse beträgt 400 s mit einer Wiederholungszeit von 1800 s. Erfolgt eine nicht induktive Stromzufuhr über die Heizsysteme, ist es möglich, eine Verlängerung der Brenndauer auf eine Stunde zu erreichen.

Um diesen Belastungen auch von Seiten der Werkstoffe standhalten zu können bedarf es noch großer Forschungsleistungen, unter anderem zur Optimierung der aktiv gekühlten Komponenten im Bereich des Divertors.

1.3.2 ITER-DIVERTOR – DESIGN UND ANFORDERUNGEN

Die Hauptfunktionen des Divertors bestehen in der Ableitung der im Fusionsprozess eingebrachten Wärmeleistung und dem Abpumpen von He-Partikeln. Die im Fusionsprozess erzeugten He-Partikel tragen eine Energie von 3.5 MeV, welche sie durch die Wechselwirkung mit Elektronen im Plasma und den dabei erfolgenden Energietransfer an diese abgeben. Einerseits werden dadurch die He-Partikel zu thermischen Teilchen mit einer Restenergie von einigen keV. Andererseits wird durch die Kompensation der Energieverluste die Plasmatemperatur konstant gehalten [10].

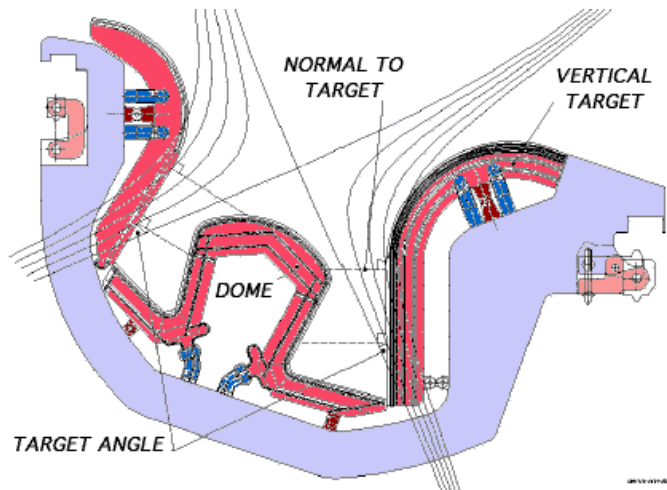


Abb. 1.7: Querschnitt durch eine Divertorkassette, Darstellung der Schnittpunkte der offenen Magnetfeldlinien außerhalb der Separatrix mit dem Divertor

Zusätzlich sollen Verunreinigungen, resultierend aus Fusionsreaktionen und Plasma-Wand-Wechselwirkungen, wie z.B. sputtern und chemische Erosion, über den Divertor abgepumpt werden. Eine dieser Wechselwirkungen, in denen ein hoher Wärmeübertrag stattfindet, ist die bereits beschriebene Plasmadisruption. Bei dieser tritt ein Verlust des Plasmaeinschlusses auf, welcher durch Instabilitäten des Plasmas hervorgerufen wird. Hinzu kommen Lageinstabilitäten des Plasmas (sog. Vertical Displacement Events, VDEs) und ELMs (Edge-Localized Modes), basierend auf periodischen Fluktuationen des Randplasmas.

Der aus 54 Kassetten bestehende ITER-Divertor ist auf toroidalen Schienen gelagert. Jede Kassette kann einzeln über drei Zugangsportale aus der Brennkammer entfernt und somit ausgetauscht werden. Der Aufbau des Divertors setzt sich, wie in Abb. 1.7 dargestellt, aus dem Kassettenkörper und eigenständigen HHF-Komponenten (= High-Heat-Flux) zusammen. Diese wiederum teilen sich auf in das innere und äußere Vertical Target, den Dome und den darunter liegenden Liner [11].

Die wichtigsten Anforderungen an den Divertor sind eine hohe Lebensdauer und eine geringe Langzeitbelastung durch aktivierende Strahlung. Daraus resultieren mehrere bestimmende Faktoren für die Auswahl des HHF-Materials (faserverstärkter Kohlenstoff, Wolfram-Legierung) und dessen Einsatzort [12]. Unter anderem sind dies die Widerstandsfähigkeit gegen Erosion und die damit in Zusammenhang stehenden Vorgänge der Sublimation [12-16] und Redeposition [17,18]. Zusätzliche Auswahlcharakteristika sind zudem der Einfluss des erodierten Materials auf die Brennbarkeit des Plasmas, die Aktivierung des Werkstoffes durch Neutronenbestrahlung, die technologische Herstellbarkeit und die Belastbarkeit unter Betriebsbedingungen.

Tab. 1.1: Betriebsbedingungen für HHF-Komponenten in ITER [19]

	Vertical Target		Dome	Reflektor-platten	Liner	Limiter	Baffle
	upper region	lower region					
<i>normaler Betrieb</i>							
Material	W	CFC	W	W	W	CFC (Si-dotiert)	Be
Wärmefluss [MW/m ²]	3	10/20	3/20	2	0.02-0.5	8	2
Eventhäufigkeit [10 ³]	30	30/3	30	30	30	je einmal bei start-up und shut down	30
Eventdauer [s]	400	400/10	400	400	400		400
Neutronenschädigung [dpa]	0.7	0.7	0.5	0.5	0.5	2.3	1.0
<i>Abweichung vom normalen Betrieb</i>							
VDE							
Wärmeenergie [MJ/m ²]	≤ 60	-	≤ 60	-	-	-	≤ 60
VDE, Eventhäufigkeit [10 ³]	< 3	-	< 3	-	-	-	< 3
VDE, Eventdauer [ms]	100-300	-	100-300	-	-	-	100-300
Disruptionen							
Wärmeenergie [MJ/m ²]	-	≤ 30	-	-	-	-	-
Eventhäufigkeit [10 ³]	-	3	-	-	-	-	-
Eventdauer [ms]	-	1	-	-	-	-	-

Die aufgebrachten Leistungsdichten während des Normalbetriebes betragen 5 bis 20 MWm^{-2} (s. Tab. 1.1). Abweichungen vom normalen Betrieb, wie sie z.B. Disruptions-Wärmebelastungen verursachen, steigern die kurzzeitig deponierte Wärmebelastung bis 100 MJ/m^2 . Speziell in den von diesen extremen Belastungen betroffenen Bereichen wird faserverstärkter Kohlenstoff (CFC) eingesetzt [20]. Die mit Wolfram-Legierungen bewehrten Komponenten sollen hauptsächlich stationär aufgebrachte Wärmeenergie abführen.

Eine gegenüber Kohlenstoffwerkstoffen höher liegende Energieschwelle für physikalische Erosion und die vollständige Resistenz gegenüber chemischer Erosion sind die wesentlichen Vorteile von Wolfram [21-25]. Weiterführende Werkstoffüberlegungen beinhalten die Veränderung der mechanischen und thermischen Materialcharakteristika aufgrund von Neutronenbelastung (ITER $\sim 1\text{-}2 \text{ dpa}$, DEMO $\leq 80 \text{ dpa}$) und die Tritium-Kodeposition. Basierend darauf erweisen sich nur Wolfram bzw. dessen Legierungen in ihren Materialeigenschaften stabil genug, um als HHF-Material in Frage zu kommen [26].

1.4 DIVERTORKOMPONENTEN AUS WOLRAM UND KUPFER

1.4.1 MATERIAL

Eine hervorragende Widerstandsfähigkeit gegenüber elektrischen Entladungen und eine hohe thermische Leitfähigkeit sind die wesentlichen Charakteristika von Wolfram/Kupfer Verbundwerkstoffen. Ein zukunftssträchtiges Einsatzgebiet bieten plasmabelastete Komponenten

in Fusionsreaktoren. Deren Bauweise wird im wesentlichen von den Verfahren für das Fügen einer Wärmesenke (Cu-Legierung) mit dem PFM (= Plasma Facing Material, Wolfram bzw. Wolframlegierung) bestimmt. Die aus Kupfer bestehende Wärmesenke verfügt dabei über ein integriertes Kühlungssystem worüber die extreme eingebrachte Wärmeenergie abgeführt werden. Die Verwendung von Wolfram beruht auf seinen Hochtemperatureigenschaften, seinem hohen Absorptionsvermögen für Neutronenstrahlen und seinem niedrigen Dampfdruck.

Die großen Unterschiede in den thermischen Eigenschaften der am Verbund beteiligten Materialien stellen hohe Anforderungen an die Produktion der Fügestellen. Das damit in Verbindung stehende Auftreten von Spannungsüberhöhungen an der Fügenschicht kann der Hauptauslöser für ein frühes Versagen der Komponenten sein.

Um den von ITER vorgegebenen Spezifikationen zu genügen wurden mehrere Konzepte entwickelt, die Werkstoffe Wolfram und Kupfer zu einem funktionierenden und verlässlichen Verbund zu fügen [27]. Die Materialauswahl ist in diesem Zusammenhang ein wesentliches Kriterium. So bieten z.B. Wolframlegierungen wie W-1%La₂O₃ und W-Re gegenüber reinem Wolfram eine höhere Warmfestigkeit und Duktilität. Es kommt jedoch für diese Werkstoffe unter hohen thermischen Belastungen zu einer gesteigerten Erosionsrate sowie Rissbildung [28] und zu einer Erhöhung der Herstellungskosten [29].

Ebenso unterliegt die Wahl der für die Wärmesenke in Frage kommenden Werkstoffe strengen Qualitätskriterien. Die Minimierung der Temperaturen an der Oberfläche des PFM sowie an der Kontaktfläche zwischen PFM und Wärmesenke erfordert eine hohe thermische Leitfähigkeit des Werkstoffes. Zudem wird eine ausreichend hohe Festigkeit, sowie eine hohe Ermüdungs- und Kriechbeständigkeit gefordert. Diese gewährleisten, dass der Werkstoff in der Lage ist, dem durch die Kühlflüssigkeit aufgebrachten Druck von 4.2 MPa und der auf die PFM-Oberfläche aufgebrachten Wärme von 15-20 MWm⁻² stand zu halten.

Sowohl DS-Cu, eine durch die Zugabe von Aluminiumoxiden dispersionsgehärtete Kupferlegierung, als auch die ebenfalls durch Ausscheidungen dispersionsgehärtete Legierung CuCrZr erfüllen diese an sie gestellten Anforderungen. Basierend auf einer höheren Widerstandsfähigkeit gegenüber transienten, mechanischen Belastungen (z.B. durch Disruptionen) und besseren mechanischen Eigenschaften von CuCrZr, wurde diesem Material der Vorzug gegeben [30,31]. Durch die Limitierung der Temperatur während des Herstellungsprozesses auf 450°C bis maximal 550°C und während des Betriebes auf Temperaturen <400°C ist die Verwendung dieses Werkstoffes jedoch auch mit strengen Auflagen verbunden. Die Überschreitung dieser Grenzen führt zu einer Vergrößerung des Ausscheidungsanteils und zu einer in Relation dazu stehenden Reduktion der Festigkeit und der thermischen Leitfähigkeit von 30 bis 80% [30,31].

Wie bereits erwähnt, entstehen bei Herstellung einer Verbindung zwischen Wolfram bzw. einer Wolframlegierung und CuCrZr, aufgrund der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten, enorme Spannungen an der Fügenschicht. Um das System zu optimieren, wird daher eine Zwischenschicht aus OFHC-Cu (= Oxygen Free High Conductivity) eingefügt. Derart wird eine Pufferzone geschaffen und eine signifikante Spannungsreduktion erzielt [31].

1.4.2 GEOMETRIE UND FÜGETECHNIK

Mehrere Design-Varianten für aktiv gekühlte Divertorkomponenten stehen zur Auswahl. Dies sind das Flachziegelkonzept und das Monoblock-Design mit in die Kühlstruktur integrierten, zylindrisch geformten Kühlrohren (siehe Abb. 1.8). Eine Modifikation des Flachziegelkonzeptes wäre die Kühlung der Komponente mittels Hypervapotron.

Mit der Weiterentwicklung der Konzepte Flachziegelfügung und gekühlter Monoblock durch geringfügige Abwandlungen der Geometrien, sind die Forschungsschwerpunkte vorgegeben. Erste Optimierungen dieser Systeme basieren auf dem Einsatz von verdrehten Kupfer-Leitblechen, sogenannten Swirl-Tapes, in den Kühlrohren. Diese erhöhen den Wärmeübergangskoeffizienten an der Kühlrohrinnenseite und dadurch die mögliche Wärmeabfuhr von der Oberfläche des PFM [33].

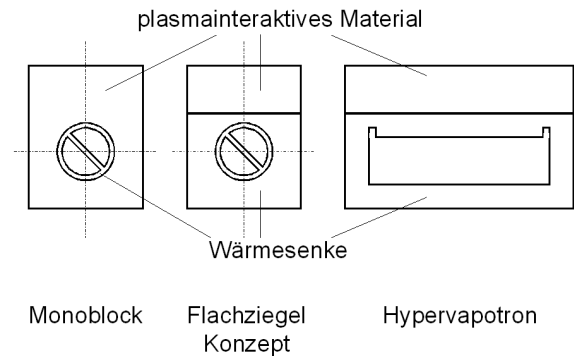


Abb. 1.8: Herstellungskonzepte für Divertormodule mit integrierter Kühlung im Querschnitt [32]

Die Fertigung einer W/Cu-Komponente in Flachziegelbauweise basiert prinzipiell auf zwei aufeinander folgenden Prozessschritten:

1. Herstellung eines Verbundes zwischen Wolfram und OFHC-Cu

Das Fügen der Werkstoffe erfolgt unter Verwendung des HIP-Prozesses (Hot Isostatic Pressing) mittels Diffusionsschweißens. Das HIP-Verfahren wird, obwohl es technisch aufwendiger als das Aufbringen eines uniaxialen Druckes normal zur Bindungsschicht ist, aufgrund der höheren mechanischen Festigkeit der Verbundstruktur favorisiert. Die Fertigungsparameter sind ein isostatischer Druck von ~200 MPa, Temperaturen zwischen 850 bis 950°C und eine HIP-Dauer von mehreren Stunden.

Eine direkte Fügung zwischen beiden Werkstoffen weist jedoch eine geringe Haftfestigkeit und eine scharfe Abgrenzung beider Materialien zueinander auf. Erst durch eine dünne Zwischenlage aus Nickel- oder Titan wird die Fügeverbindung verstärkt und ein fließender Übergang von Wolfram zu Kupfer gewährleistet.

2. Herstellung eines Verbundes zwischen OFHC-Cu und CuCrZr

Gemäß den in Kap. 1.4.1 beschriebenen Einschränkungen für CuCrZr erfolgt die Fügung dieser Werkstoffe im HIP-Prozess bei Temperaturen zwischen 450°C und 550°C. Aufgrund der verminderten Selbstdiffusion von Kupfer besteht die Notwendigkeit, analog zu Punkt 1), durch das Einfügen einer Ni-Zwischenschicht die Diffusionsbindung und somit gleichzeitig die mechanische Festigkeit zu verstärken [34].

Im Gegensatz zum Flachziegelkonzept begrenzt das Monoblock-Designs die potentiellen Fehlerquellen der Fügeverbindungen zwischen Bewehrung und Wärmesenke und ebenso die Konsequenzen derartiger Fehler, z.B. den, bei Verlust eines Ziegels auftretende, Kaskadeneffekt. Des weiteren bewirkt die Einfassung des Kupferrohres durch den W-Körper eine Unterbindung von Kriechvorgängen im Kupferwerkstoff [31].

Die Fertigung einer Komponente anhand dieses Konzeptes kann wiederum in mehrere Schritte unterteilt werden:

1. *Fertigung des Wolfram-Monoblocks mit integrierter Kühlrohrbohrung*

Die Dimension der Bohrung wird an die Ausmaße des Kühlrohres aus CuCrZr ($\varnothing_i = 10$ mm, $\varnothing_a = 12$ mm) und der zu integrierenden OFHC-Cu-Folie ($d = 1$ mm) angepasst.

2. *Ausgießen des Hohlraumes mit OFHC-Cu*

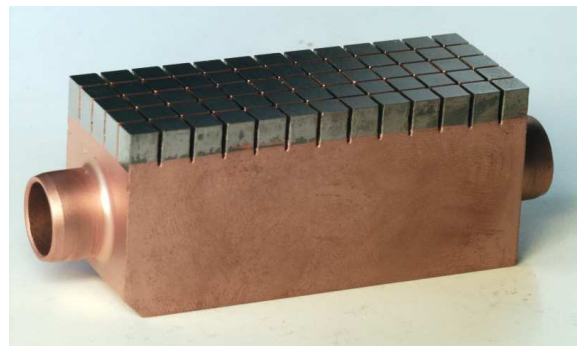
Die Kühlrohrbohrung wird im Vakuumofen mit dem Zwischenschichtmaterial OFHC-Cu ausgegossen. Nach dem Abkühlvorgang erfolgt eine weitere, den Abmessungen des Kühlrohres angepasste Bohrung (Durchmesser: 12 mm).

3. *Anbindung an CuCrZr*

Elektronenstrahlschweißen, Löten oder wiederum HIP stehen für die Endfertigung zur Verfügung [35]. Im Falle des Lötens wurden die besten Ergebnisse mit einem CuMn-Lot erzielt (Zugfestigkeit ca. 200 MPa) [36]. Die Verwendung von Ag-Lot ist nicht zu empfehlen, da Silber bei Bestrahlung zu Cadmium transmutiert und aktiviert wird [30].

Das Einfügen einer weichen OFHC-Cu Zwischenschicht unterbindet nicht vollständig die Ausbildung von Spannungen in der Fügenschicht und somit die Versagenswahrscheinlichkeit an den diversen Grenzschichten.

Weiterentwicklungen und Optimierungen bieten „Brush“-Strukturen (auch „Kastellierung“). Das sind definierte Unterteilungen der Oberfläche. Die dabei eingebrachten Dehnungsfugen und die Veränderung des Verhältnisses von Schichthöhe zum Querschnitt der Grundfläche resultieren in einer besseren Relaxation an den Grenzflächen und somit einem Abbau lokaler, thermisch bedingter Spannungen im gesamten Bauteil [36].



Die Herstellung von „Brush“-Strukturen (s. Abb. 1.9) durch das Fügen von CuCrZr und Wolfram, erfolgt anhand dreier möglicher Methoden:

Abb. 1.9: Divertortestmodul aus Wolfram und CuCrZr mit Brush-Struktur

1. *Aufbringen plasmagespritzten Kupfers auf ein Ende der Wolfram-Stäbe – Bindung dieses Werkstoffverbundes mit CuCrZr unter Verwendung des HIP-Prozesses*

Der Fertigungsprozess basiert auf der Herstellung sechskantiger Wolfram-Stäbe ($\varnothing = 3.2$ mm), welche jeweils ein flaches und ein konisch geformtes Ende aufweisen. Der Beschichtung des konisch geformten Endes mit Ni in einer Größenordnung von ~ 50 μm folgt eine darauf aufbauende, 3 mm dicke, plasmagespritzte OFHC-Cu-Schicht. Die Platzierung und Aufteilung der Stäbe an der Oberfläche erfolgt analog einer Honigwaben Struktur.

Das hergestellte Werkstoffverbundsystem aus W und OFHC-Cu wird einem Ausglühprozess ($T = 750-900^\circ\text{C}$, $t = 2\text{h}$) unterzogen und in weiterer Folge in einem HIP-Zyklus ($p = 205$ MPa, $T = 900^\circ\text{C}$, $t = 3\text{h}$) auf die Wärmesenke aus CuCrZr gefügt [30,37].

2. *Verwendung eines Spritzgießverfahrens anstelle des Plasmaspritzprozesses zur Aufbringung von OFHC-Cu – sonst äquivalent der unter Punkt 1) beschriebenen Herstellungsvariante*

Wolfram wird, wie vorgegeben, in Form von Stiften in eine gegossene Cu-Matrix eingesetzt. Der in Punkt 1) erwähnte HIP-Prozess zur Etablierung einer Diffusionsbindung mit CuCrZr wird jedoch durch Elektronenstrahlschweißen bzw. Lötprozesse (z.B. CuMn) ersetzt [30].

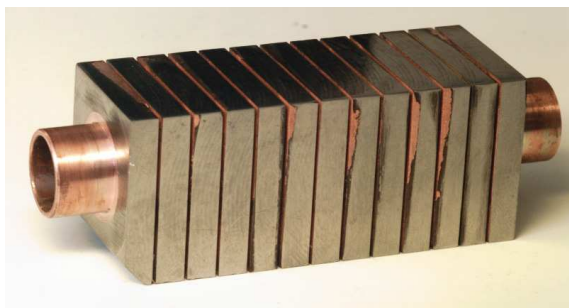
3. *Direkte Bindung der Wolfram-Stäbe auf CuCrZr*

Eine Möglichkeit zur direkten Fertigung von W auf CuCrZr ist das „fast brazing“. Dieses basiert auf der Erwärmung der Probe mittels Elektronenstrahl, womit eine Heizrate von $\sim 160 - 180^\circ\text{C}/\text{min}$ erreicht wird. Das anschließende Abkühlen ($dT/dt = -20^\circ\text{C}/\text{min}$) reduziert die für den Lötprozess notwendige Zeit, im Vergleich zur Verwendung eines Widerstandsofens, signifikant. Durch die Beschleunigung sowohl des Aufheiz- als auch des Abkühlprozesses wird die Zeitspanne minimiert, in welcher CuCrZr erhöhten Temperaturen ausgesetzt ist.

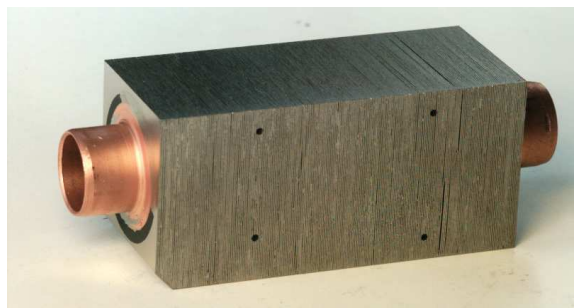
Die mechanischen Eigenschaften der drei beschriebenen Werkstoffverbund variieren sehr stark. Einander ähnlich sind die erreichten Zugfestigkeitswerte von $\sim 140\text{ MPa}$ bei Einbindung des Plasmaspritzprozesses (s. Punkt 1) und $\sim 175\text{ MPa}$ durch direkte Bindungen von Wolfram auf CuCrZr (s. Punkt 3). Mittels Spritzgießens (s. Punkt 2) werden hingegen Zugfestigkeiten erzielt, welche 400 MPa übersteigen [36].

Dazu konträre qualitative Ergebnisse lieferten HHF-Untersuchungen (= High Heat Flux). Eine analog zu Punkt 1 gefertigte „Brush“-Panzerung überstand einen Wärmefluss von $\sim 22\text{ MWm}^{-2}$ (500 Zyklen) unbeschadet. Komponenten, hergestellt anhand der in Punkt 2 beschriebenen und in ihren mechanischen Charakteristika überlegenen Methode, hielten jedoch maximal 15 MWm^{-2} (2000 Zyklen) stand [37].

Die Lamellengeometrie, diese weitere, zuvor erwähnte, alternative Option basiert auf ähnlichen Voraussetzungen, welche auch für die „Brush“-Struktur zur Anwendung kommen. Unter Variation der Lamellendicke (s. Abb. 1.10) werden zwei auf diesem System aufbauende Komponenten äquivalent der für ein Monoblock-System beschriebenen Fertigung in mehreren Schritten hergestellt. Zusätzlich muss im Zusammenfügen der einzelnen Lamellenelemente die Beibehaltung eines definierten Abstandes zwischen den einzelnen Lamellen gewährleistet sein [36].



I



II

Abb. 1.10: Divertortestmodule der Fa. Plansee im I) Monoblockdesign mit Dehnungsfugen, II) Monoblockdesign, zusammengesetzt aus Lamellen

Die Entwicklung anderer Methoden wurde vorwiegend in Bezug auf die Fertigung der Armierung anhand alternativer Herstellungsprozesse vorangetrieben. CVD- und PVD-Verfahren sowie Plasmaspritzprozesse wurden zur Fertigung des PFM genutzt, welches unabhängig von der Herstellungsmethode eine gute Bindung zur Wärmesenke aufweist. Nachteilig wirkt sich

hingegen die geringe Resistenz der gefertigten Schichten gegenüber Wärmebelastungen aus, wodurch eine Eignung nur für Komponenten mit niedriger oder moderater Wärmeflussbelastung besteht [30,36,37].

1.4.3 OPTIMIERUNG DURCH GRADIERTE ÜBERGÄNGE

Die in Kap. 1.4.2 beschriebenen Bauteilgeometrien und Fügetechniken für W/Cu-Werkstoffverbunde führen durch den direkten Kontakt zwischen Wolfram und Kupfer jedoch nach wie vor zu hohen thermisch bedingten Spannungen an der Fügenschicht.

Eine Lösungsmöglichkeit für dieses Problem stellt das Ersetzen der direkten Bindung durch einen funktionell gradierten Werkstoff (FGM) dar [38,39]. Dieses Material, dessen mikrostrukturelle Zusammensetzung sich örtlich ändert, bietet die Möglichkeit zur Variation und Anpassung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten. Dieser dadurch entstehende stetige Übergang zwischen den Materialeigenschaften führt zu einer Verteilung der Spannung und damit zu einem Spannungsabbau im Bauteil.

Die Umsetzung einer Gradierung auf die Werkstoffkombination W/Cu bringt viele Vorteile mit sich. Mitunter der wichtigste ist die gute Fügbarkeit der Kupferseite auf andere Materialien [41]. Des weiteren zeigt ein derartiger Werkstoff ein verbessertes thermisches Ermüdungsverhalten speziell in Anwendungsbereichen, in denen ein wiederholter Thermoschock zu einer Akkumulation der plastischen Verformung und zum Bruch am Interface führt [40]. Demzufolge erscheint die Anwendung einer gradierten Schicht als Übergang zwischen Wolfram und Kupfer bei plasmabelasteten Fusionskomponenten (PFC) als vielversprechend [41].

Eine Steigerung der Leistungsfähigkeit und auch der Anforderungen an das Material resultiert jedoch in der Regel in einer entsprechenden Erhöhung der Produktionskosten. Demnach sind kostengünstige, verlässliche und daraus folgend konkurrenzfähige Methoden zur Herstellung von FGMs gefragt [41].

Derzeitige, allgemeine Bestrebungen auf dem Gebiet der Gradientenentwicklung konzentrieren sich auf viele Bereiche. Dies sind unter anderem die Pulvermetallurgie [42-47] und das Plasma- oder Flammsspritzen [48-51]. Ebenso werden PVD- (Physical Vapor Deposition) [52,53] und CVD-Prozesstechnik (Chemical Vapor Deposition) [54,55], sowie deren Kombination [56,57] in betracht gezogen. Jedes dieser Herstellungsverfahren ist neben dem Aufbau von Bauteilen mit integriertem Gradienten auch für die Fertigung freistehender W/Cu-Gradienten geeignet [58].

1.5 ZIEL DER ARBEIT

Die Realisierung zukünftiger Fusionsanlagen, wie z.B. ITER, stellt hohe Ansprüche an die Technologie und das zu verwendende Material. Im Hinblick darauf ist eines der schwierigsten Aufgabengebiete die Entwicklung plasmabelasteter Komponenten im Bereich des Divertors. Diese müssen über eine hohe Erosions- und Neutronenbeständigkeit verfügen und im stationären Betrieb thermische Leistungsdichten von 5 bis 20 MWm⁻² abführen.

Eine Designoption für Divertorkomponenten ist das Flachziegelkonzept. Dessen schematische Darstellung besteht im Aufsetzen einer aus Wolfram bestehenden Platte, des PFM (Plasma Facing Material), auf eine aus Kupfer und/oder Kupferlegierungen (CuCrZr) gefertigte

Wärmesenke mit integrierter Kühlung. Wesentliche Problematik dieser Werkstoffkombination ist der starke Unterschied in den thermischen Ausdehnungskoeffizienten ($\alpha_{Cu} \approx 4\alpha_W$) sowie in den Elastizitätsmoduli ($E_{Cu} \approx 0.2E_W$) beider Materialien. Diese führen unter thermischen Belastungen und der daraus resultierenden Ausbildung eines Temperaturgradienten in der Komponente zu Spannungsüberhöhungen an der Fügenschicht. In Lebensdaueranalysen sind diese Spannungen das entscheidende Versagenskriterium.

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Weiterentwicklung des Flachziegelkonzeptes des Divertors für die Werkstoffkombination W/Cu durch eine zwischen beiden Werkstoffen integrierte, funktionell gradierten Fügeverbindung (FGM). Durch den Gradientenwerkstoff soll ein stetiger Übergang zwischen den unterschiedlichen Materialeigenschaften generiert und dadurch eine Optimierung des Bauteilverhaltens unter Betriebsbedingungen erreicht werden. Für dessen Realisierung werden mehrere pulvermetallurgische Herstellungsmethoden in Betracht gezogen. Zu diesen gehören das Low Pressure Plasmaspritzverfahren (LPPS), das wasserstabilisierte Plasmaspritzen (WSPS), das „High Velocity Oxygen Fuel“-Flammspritzen (HVOF) und das Lasersinterverfahren anhand des „Blown Powder Process“ (BPP).

Die Fertigung repräsentativer Proben mittels dieser Verfahren und die Charakterisierung sowohl des mikrostrukturellen Aufbaus, als auch der mechanischen, thermo-mechanischen und thermophysikalischen Werkstoffeigenschaften soll Aufschluss über die zur Qualifizierung der einzelnen Verfahren notwendigen Güte geben. Auf Basis der ermittelten Daten werden anhand von Finite-Element-Methoden die Auswirkungen einer FGM-Schicht auf das thermische und strukturelle Verhalten des Divertormoduls simuliert und optimiert. Hierbei wird die Qualifizierung der untersuchten Verfahren bezüglich ihres Potenzials zur Erhöhung der Lebensdauer einer Divertorkomponente durch den Vergleich zueinander und ebenso zum konventionellen Design ohne FGM ermöglicht.

Das Endprodukt der Entwicklungsarbeit sollen aktiv gekühlte Bauteile mit optimierter, integrierter Gradientenschicht sein. Diese Module durchlaufen Testreihen an der Elektronenstrahlanlage JUDITH (Jülicher Divertortestanlange in den Heißen Zellen), in denen die im Fusionsreaktor auftretenden Wärmeflüsse simuliert werden. Die daraus resultierenden Ergebnisse geben Aufschluss über Einsatztauglichkeit und Verbesserungsmöglichkeiten der Komponenten. Dieses neue Design für Divertorkomponenten soll zu einer Verbesserung der Einsatz-, Leistungs- und Widerstandsfähigkeit führen.

2 UNTERSUCHTE HERSTELLUNGSVERFAHREN UND PRÜFMETHODEN

2.1 VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG GRADIERTER W/CU-SCHICHTEN

2.1.1 NIEDRIGDRUCK-PLASMASPRITZEN

Die Plasmaspritztechnologie ist eine hoch automatisierte Methode zur Herstellung von Oberflächenbeschichtungen. In dieser wird der Werkstoff in Pulverform in den Plasmastrom eingebracht, aufgeschmolzen, in Richtung des Substrates beschleunigt und auf diesem deponiert. Der dahinterstehende „line-of-sight“-Prozess basiert auf einem in mehrere Stufen unterteilten und miteinander verbundenen Energietransfer. Ausgehend von einem elektrischen Potentialfeld, welches für den Übertrag elektrischer Energie an das Plasmagas verantwortlich zeichnet, werden in weiterer Folge die im Plasma gespeicherte thermische Energie und der Impuls an die eingeblasenen Pulverpartikel transferiert. Die daraus resultierende thermische und kinetische Energie der Partikel wird letztendlich durch Aufprall und Haftung auf dem Substrat an dieses in Form von Wärme und Verformungsenergie abgegeben [59].

Der Aufbau einer Plasmaspritzanlage besteht grundsätzlich aus der Plasmapistole mit integrierter Pulver- und Gaszuführung (s. Abb. 2.1) und einem Gleichstromgenerator. Hauptbestandteile der Pistole sind die konisch geformte, spitz zulaufende und zentral angeordnete Wolfram-Kathode und eine zylindrische, düsenförmige und wassergekühlte Kupfer-Anode.

In Abhängigkeit der angelegten Spannung kommt es zwischen diesen beiden Bauteilen zu einer elektrischen Entladung, wodurch an den Elektroden eine hohe Deposition an Wärmeenergie erfolgt. Unter optimalen Bedingungen etabliert sich ein Lichtbogen hoher

Energiedichte. Dieser ionisiert das zugeführte Plasmagas, meist Argon in Kombination mit Wasserstoff, wodurch dieses in den plasmaförmigen Zustand übergeht. Die darin enthaltenen freien Elektronen und Kationen bewegen sich zur jeweiligen Elektrode, werden auf diesem Weg durch das mit Geschwindigkeiten von mehreren hundert m/s eingeblasene Plasmagas beschleunigt und ionisieren aufgrund von Stossprozessen weitere neutrale Teilchen. Durch diesen Prozess wird das Plasma in dem Lichtbogen aufrecht erhalten, auf Temperaturen bis zu 20000 K geheizt und es folgt die Ausbildung einer Plasmafackel [60-62].

Der Plasmapistole wird das pulverförmige Beschichtungsmaterial entweder intern und/oder extern zugeführt. Die Partikel werden darin nahe an oder über den Schmelzpunkt erwärmt und in Richtung des Substrates beschleunigt. Auf dem vorgeheizten Substrat bildet sich eine aus sich

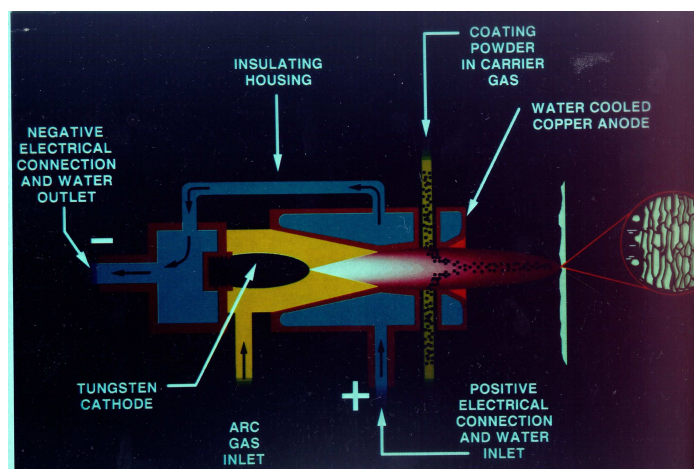


Abb. 2.1: schematische Darstellung der Funktionsweise einer Plasmaspritzanlage; Plasmapistole aus Kathode und wassergekühlter Anode mit integrierter Pulver- und Gaszuführung

überlappenden Lamellen bestehende Schichtstruktur. Die Bindung innerhalb des aufgetragenen Werkstoffes und an der Grenzschicht zum Substrat ist mechanischer Natur.

Das System beinhaltet neben der Hauptstromversorgung zusätzlich eine weitere Stromquelle. Diese bedient sich der Anode der Plasmapistole und des als Kathode fungierenden Substrates. Analog der Funktionsweise der Plasmapistole etabliert sich zwischen diesen Elektroden ein Lichtbogen mit vergleichsweise geringer Leistungsdichte.

Dieses als „Transferred Arc Cleaning“ (TAC, s. Abb. 2.2) bezeichnete Werkzeug wird dazu verwendet, die Oberfläche vor oder während des Herstellungsprozesses zu reinigen und damit die Reinheit der hergestellten Schichten zu erhöhen [63,64]:

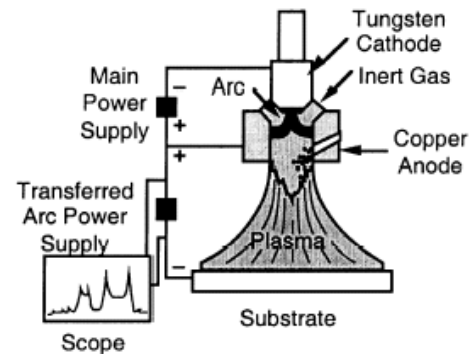


Abb. 2.2: Schematischer technischer Aufbau des Transferred Arc Cleaning zur Oberflächenreinigung während des Herstellungsprozesses

Der wesentliche Unterschied des LPPS-Verfahrens gegenüber anderen Plasma- und Flamspritzprozessen besteht in der Verwendung einer Vakuumkammer. In dieser findet der Herstellungsprozess unter Inertgasatmosphäre bei Drücken von 20–400 mbar statt. Höhere Geschwindigkeiten und somit niedrigere Porosität, bessere Haftung zwischen Schicht und Substrat sowie geringere Eigenspannungen und geringerer Sauerstoff- und Stickstoffgehalt sind die Folge.

Direkten Einfluss nehmen die während des Herstellungsprozesses herrschenden atmosphärischen Bedingungen auf die thermische Leitfähigkeit der gespritzten Schicht. Am Beispiel von Wolfram bedeutet dies, dass im Vergleich zu hochreinem Wolfram-Vollmaterial, die unter Niedrigdruck plasmagespritzte Wolfram-Schicht eine auf 60% reduzierte thermische Leitfähigkeit aufweist. Bei Beschichtung unter Atmosphärendruck werden hingegen je nach verwendetem Gas nur 5% (Luft) bis 35% (Argon) der maximalen Leitfähigkeit erreicht [68].

Zum Erhalt optimaler Schichtstrukturen und Materialeigenschaften müssen verschiedene Parameter präzise aufeinander abgestimmt werden. Dazu zählen

- | | |
|-------------------------------------|---------------------------------------|
| - eingebrachte elektrische Leistung | - Korngrößenverteilung und -form |
| - Plasmagas | - Einblaspunkt und -winkel |
| - Plasmagasdruck | - Spritzgeschwindigkeit |
| - Atmosphäre | - Abstand |
| - Fördergasdruck | - Oberflächenrauigkeit des Substrates |
| - Pulverförderrate | - Substratheizung |
| - Pulverfördergas | - Bewegungsgeschwindigkeit |

Diese Parameter bestimmen wiederum teilweise Sekundärparameter. So wird z.B. durch die Wahl des Plasmagases, meist Ar in Kombination mit H₂, und die Variation der atmosphärischen Bedingungen die erreichbare Temperatur reguliert [60,68]. Weitere Möglichkeiten der Variation bieten die Verwendung unterschiedlicher Pulvergrößen oder die Regelung der Aufenthaltsdauer der Partikel in der Plasmaflamme über Einblaspunkt und Einblaswinkel [65,66]. Dabei ermöglicht die Zuführung von unten aufgrund des Einflusses der Gravitation eine lange Aufenthaltsdauer (hochschmelzende Werkstoffe, z.B. Refraktärmetalle), wohingegen die Zuführung von oben das Pulver vor übermäßiger Verdampfung schützt [59].

Allgemein bietet der Plasmaspritzprozess einzigartige Möglichkeiten:

- Herstellung einer großen Bandbreite an Materialien, von Metall zu Keramik und Polymeren und eine Kombination dieser.
- Beschichtung gemischter Keramiken und Metall-Legierungen, welche Anteile mit stark variierenden Dampfdrücken enthalten, ohne nennenswerte Änderung der Zusammensetzung.
- Homogene Beschichtungen mit zeitlich konstanter Beschichtungszusammensetzung.
- Fertigung gradierter Materialien aus Metall/Metall aber auch Metall/Keramik-Systemen.

Systeme aus W/Cu stellen dahingehend aufgrund der extremen Unterschiede der Schmelzpunkte eine große Herausforderung an die exakte Abstimmung von Wärmeenergie, Korngröße und Verweildauer in der Plasmaflamme dar [67].

Industrielle Anwendungsgebiete dieser Technologie sind z.B. abriebfeste Beschichtungen auf Kolbenringen, Wärmedämmschichten und Schichten mit hoher Verschleißfestigkeit (s. Abb. 2.3) mitunter in der Textil- und Papierindustrie.

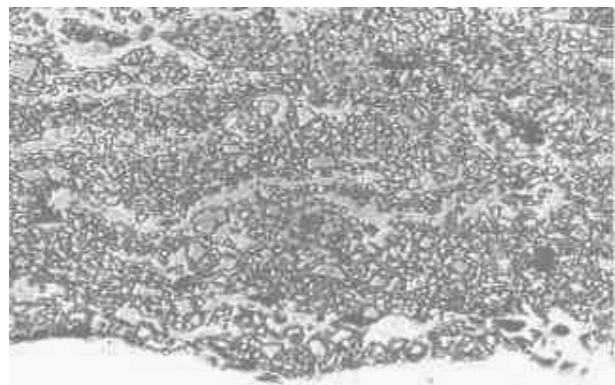


Abb. 2.3: plasmagespritzte Verschleißschicht aus Wolframkarbid mit 12% Kobalt

Während ein Großteil der technologischen Nutzungsgebiete eine oberflächliche Nachbehandlung erforderlich macht, erlauben dennoch viele Anwendungen eine direkte Verwendung der Beschichtung. Zu diesen zählen unter anderem die zur Zeit erforschte Herstellung und Reparatur plasmabelasteter Oberflächen in der Fusionsforschung. Vor allem die Möglichkeit der in-situ Reparatur im Reaktorinneren könnte eine attraktive Lösung für viele Materialprobleme darstellen [68].

2.1.2 DIREKTES LASERSINTERN

Das technologische Prinzip des Mehrlagenauftragschweißens, besser bekannt unter dem Begriff des direkten Lasersinterns, basiert zum einen auf der kurzzeitigen und lokalen Erwärmung der Substratoberfläche mittels eines Hochenergielasers und der daraus resultierenden Erzeugung eines Schmelzbades. Zum anderen wird in dieses Schmelzbad Beschichtungsmaterial in Form von Metallpulver eingeblasen, wodurch dieses in seine Schmelzphase übergeht und letztendlich zu einem vollständig dichten Werkstoff erstarrt.

Die schematische Versuchsanordnung (s. Abb. 2.4) besteht im wesentlichen aus vier Hauptkomponenten:

1. Hochenergielaser (CO_2 , Nd:YAG) inklusive dazugehöriger Optik

Mittels Laser wird die erforderliche Wärmemenge auf das zu beschichtende Bauteil aufgebracht. Der Laserstrahl wird dabei über ebene Umlenkspiegel geführt und durch einen parabolischen Spiegel auf die geforderte Spurbreite fokussiert. Durch die bessere Einkopplung der Photonenenergie bei Nd:YAG-Lasern ($\lambda = 1064 \text{ nm}$) aufgrund der

verwendeten Frequenz gegenüber dem CO₂-Laser ($\lambda = 10.6\mu\text{m}$) sind niedrigere Leistungsdichten ausreichend, um ein Schmelzen desselben Werkstoffs zu erreichen.

2. Manipulationskonstruktion für die operative Bauteilbewegung

Diese besteht aus einem x-y Kreuztisch und kann bei komplizierten Geometrien durch die Einführung von Rotationsachsen um zwei Dimensionen erweitert werden. Unter Einbeziehung der Beweglichkeit des Laserfokus in z-Richtung stehen zur Fertigung eines dreidimensionalen Bauteiles so 5 Freiheitsgrade zur Verfügung.

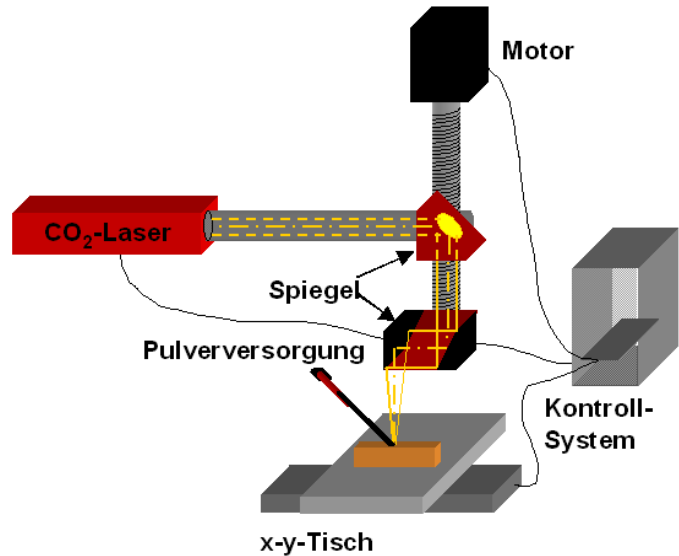


Abb. 2.4: Schematische Versuchsanordnung für den Blown Powder Process

3. Pulverförderanlage

Diese führt ein Pulver-Gas-Gemisch zu, welches über eine oder mehrere seitlich angeordnete Düsen oder eine axial zum Laser angeordnete Koaxialdüse in die durch den Laser erzeugte Schmelzzone eingeblasen wird. Die Verwendung von Koaxialdüsen bietet Vorteile und Nachteile.

Vorteile

Eine Erhöhung der Distanz zwischen Düse und dem Schmelzbad führt zu einer wesentlichen Verminderung der thermischen Belastung der Düse. Weitere positive Charakteristika sind die einfache Justierung, die Erhöhung des Pulverwirkungsgrades und eine von der Vorschubrichtung unabhängige Aufbaurate.

Nachteile

Die von der Vorschubrichtung unabhängige Aufbaurate geht einher mit einem Anteil ungewollter Einblasrichtungen mit direkten negativen Auswirkungen auf die Schichtqualität. Zudem ist ein wesentlich komplexerer Aufbau im Vergleich zur seitlichen Düse erforderlich.

4. Steuereinheit

Anhand eines CAD-Modells wird über ein daraus erstelltes Bewegungsprogramm die Manipulationseinheit und der Laser gesteuert.

Auf Basis des CAD-Modells werden über ein Kontrollprogramm die Bewegung des Laserspots gesteuert und so die zu erstellenden Konturen des Bauteils auf das Substrat übertragen (siehe Abb. 2.5). Die Aufbringung des Materials erfolgt schichtweise, wobei die Gesamtheit der aufgetragenen Schichtlagen den gradierten Schichtverbund bilden [69]. Typische Parameter der Bauteilherstellung sind eine Laserleistung von 0.2-3 kW, eine Vorschubgeschwindigkeit von 5-30 mm/s, eine Pulverförrate bis 25 g/min und eine materialabhängige Aufwachsrate bis $\sim 50\text{cm}^3/\text{h}$ [70,71,74,77].

Die vereinfachte, analytische Betrachtung des Schichtbildungsprozesses (s. Abb. 2.6) beruht auf mehreren Annahmen:

- Es existiert eine lokale Energiebilanz für die Spurbreite b , für deren Dimension Laserleistung, Laserspotdurchmesser und Geschwindigkeit verantwortlich zeichnen.
- Der gesamte Wärmeübertrag an den zugeführten Pulverwerkstoff erfolgt nicht im Laserstrahl, sondern im Schmelzbad.
- Jede neu aufgetragene Lage besitzt einen kreisförmigen Querschnitt.

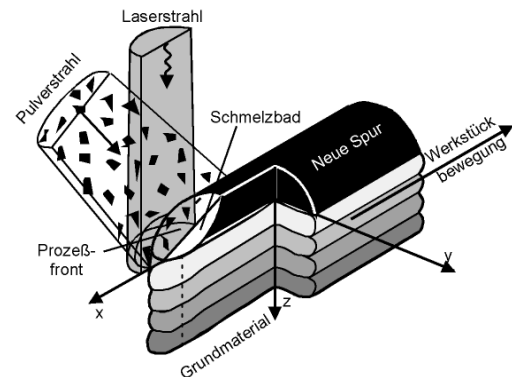


Abb. 2.5: Grundprinzip des Mehrlagen-Auftragsschweißens

Die maximale Rauigkeit der Oberfläche, welche die Auswahl an Einsatzmöglichkeiten begrenzt [77], ermittelt sich unter diesen Randbedingungen anhand der mittels Laser aufgeschmolzenen Spurbreite und der Höhe der neu aufgetragenen Lage. Der Schichthöhe wird als Hauptcharakteristikum des Lasersinterprozesses besondere Bedeutung beigemessen, da jede Parameteränderung, im besonderen die Pulverzuführungsposition bzw. der Einblaspunkt, direkten Einfluss auf diese Variable ausübt [72].

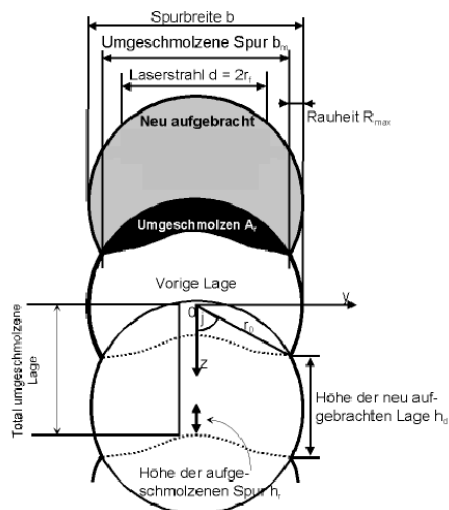


Abb. 2.6: Querschnitt durch mehrere Lagen und Ablauf des Aufbauprozesses

Unter realen Bedingungen tragen neben geometrischen Gegebenheiten ebenso Oxidation und Ablagerungen ungeschmolzener Pulver zur Steigerung der Oberflächenrauigkeit bei [72]. Des weiteren oszilliert diese in Abhängigkeit des Überlappungsverhältnis nebeneinander liegender Schichtlagen zwischen Maxima und Minima [73].

Den Beschränkungen des Lasersinter-Prozesses durch die Rauigkeit stehen jedoch viele Vorteile und Einsatzmöglichkeiten gegenüber [74-76]:

- Eine Vielzahl an Materialien und Legierungen stehen zur Herstellung zur Verfügung, sofern diese über einen Schmelzpunkt verfügen. Dies beinhaltet fast jedes bekannte Metallsystem, so auch schwer zu bearbeitende Materialien wie intermetallische Verbindungen, Refraktärmetalle und Hochtemperaturlegierungen.
- Die nach der Methode des Lasersinterns hergestellten Bauteile weisen im Regelfall keine Poren oder Lunker auf und verfügen somit über eine hohe Homogenität. Den Werkstoff charakterisiert eine feine Mikrostruktur und an der Grenzfläche zum Substrat tritt nur eine geringfügige Lösung der Materialien ineinander auf, unter anderem durch den niedrigen Wärmeübertrag an das Substrat. Die mechanischen Materialeigenschaften erreichen für viele Werkstoffe Werte, welche ebenso mit konventionellen Methoden erreicht werden (siehe am Beispiel: 663 Cu-Legierung und 316L-rostoffreier Stahl) [77].
- Die Anwendungsgebiete liegen im Prototypenbau (u.a. komplexe 3D-Geometrien), dem Werkzeug- und Formenbau (z.B. medizinische Geräte) und im Bereich der Reparaturschweißungen an abgenutzten, teuren Bauteilen (z.B. Triebwerke). Des Weiteren

besteht die Möglichkeit, Strukturen auf bereits bestehende Komponenten aufzubringen (s. Abb. 2.7).

- Die Realisierung spezieller Werkstoffkombinationen und Bauteilgeometrien bis „near-net shape“-Genauigkeit in einem Arbeitsschritt gewährleisten eine rasche Verfügbarkeit.

Weltweit wurden bereits mehrere „Rapid Prototyping“-Prozesse auf Basis des direkten Lasersinterns und daraus gefertigte Materialien untersucht und optimiert [78-83]. Forschungsprojekte laufen unter anderem unter dem Titel „Laser Casting“ an der University von Liverpool, unter dem Überbegriff „Laser Engineered Net Shaping (LENS)“ an den Sandia National Laboratories und als „Directed Light Fabrication (DLF)“ am Los Alamos National Laboratory. Für die Kommerzialisierung und die industrielle Nutzung bedarf es jedoch noch großer Anstrengungen zur Verbesserung des Verständnisses des Prozessablaufes [84-86]. Die Beschreibung ebenso untersuchter alternativer Verfahren und deren Ergebnisse finden sich im Anhang B wieder.



Abb. 2.7: gefertigte Bauteile (3D-Formen, Schneidwalzen, Vorformen) am NRC/IMTI unter dem Titel „Free Form Laser Consolidation“, keine Oberflächenbehandlung

2.2 BESCHICHTUNGS- UND FÜGEVERFAHREN

2.2.1 GALVANISCHE BESCHICHTUNG

Durch Galvanisieren werden metallische Kationen aus einer Elektrolytlösung als metallische Schicht auf einem Substrat abgeschieden, ohne eine Legierung aus Grund- und Beschichtungsmaterial zu erzeugen. Am Substrat werden die Metallionen durch Aufnahme von Elektronen entladen, wodurch eine gleichmäßige homogene Metallschicht entsteht. Gleichzeitig lösen sich Ionen aus der aus dem Beschichtungsmaterial bestehenden Kathode.

Treibende Kraft dieser Reaktion ist eine Gleichstromquelle welche eine Potentialdifferenz im System erzeugt. Der dabei auftretende Stromfluss erfolgt in den Leitern durch Elektronen, in der Lösung durch Ionen [61].

Theoretische Basis der Elektrodposition sind Faraday's Gesetze zur Elektrolyse:

1. Die chemischen Änderung an einer Elektrode ist direkt proportional zum Ladungsträgerstrom, welche durch die Lösung geleitet wird.

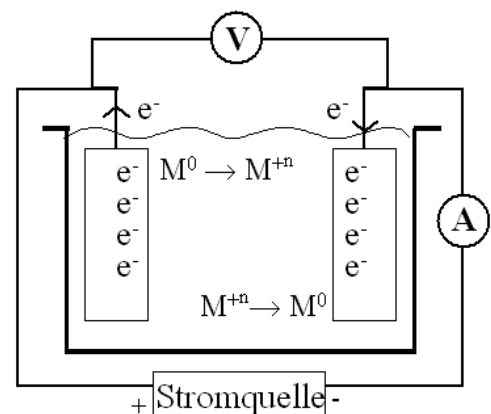


Abb. 2.8: Schematische Darstellung einer Beschichtungszelle; für Cu und Ni, welche divalente Ionen sind (Ni^{2+} , Cu^{2+}), sind bei einfachen Säurelösungen 2 Elektronen involviert

2. Die Menge an unterschiedlichen Substanzen, welche durch einen gegebenen Strom aus einer Elektrode gelöst werden, sind proportional zu ihren chemisch äquivalenten Gewichten.

Die quantitative Beschreibung dieser Gesetze lautet wie folgt:

$$W = \frac{I \cdot t E_q}{F} \quad - 2.1 -$$

Die abgelagerte Masse W ist bei Normierung durch die Faradaykonstante F hierin direkt proportional dem verbrauchten Strom $I \cdot t$ und dem äquivalenten Gewicht E_q des Elements. Demzufolge wird die gewünschte Schichtdicke durch exakte Zeitsteuerung in Abhängigkeit von Stromstärke und zu beschichtender Oberfläche erreicht. Die dabei erreichte Effizienz der Ablagerung

$$\% \text{Elektrodeneffizienz} = 100 \times \frac{\text{real abgelagerte Masse}}{\text{theoretisch abgelagerte Masse}} \quad - 2.2 -$$

wird durch die Elektrolytlösung bestimmt (s. Tab. 2.1)

Tab. 2.1: Elektrolyten und deren Effizienz für Kupfer- und Nickelbeschichtungen

Beschichtung	Elektrolyt	Effizienz
Cu	Säurelösung SO_4	97-100%
	CN (niedrige Effizienz)	30-45%
	CN (hohe Effizienz)	90-95%
	P_2O_7	~100%
Ni	Säurelösung	93-98%

Vorteile gegenüber anderen dazu konkurrierenden Verfahren, z.B. Vakuumbeschichtungen, bieten

- niedrigen Kosten
- dicke Beschichtungen im typischen Bereich von 2.5 bis 25 μm
- Beschichtung komplexer Geometrien
- Kontrolle und Veränderung von Beschichtungseigenschaften durch Variation der Abscheidungsparameter und der Schichtdicke
- geringe thermische Belastung des Werkstücks und die Kontrolle der Eigenspannungen

Einsatzgebiete galvanischer Schichten sind sowohl als Dekormaterial als auch als Verschleiß- oder Korrosionsschutz. Eine weitere Funktion besteht in der Aufbringung dünner Schichten auf Fügeflächen zur Stimulierung von Grenzflächendiffusionen und einer damit verbundenen Erhöhung der Bindungsstärke.

2.2.2 HEISS ISOSTATISCHES PRESSEN (HIP)

Heiß Isostatisches Pressen ist ein Prozess zur Erzeugung hoher Werkstoffdichten in Abhängigkeit der Temperatur und der Zeit. In diesem übt ein unter hohem Druck stehendes Gas (Ar, He, N, $p = 3 - 300 \text{ MPa}$) eine isostatische Kraft auf das Werkstück aus. Der Verfahrensaufbau setzt sich

aus einer eigens dafür ausgelegten Druckkammer, internen Heizelementen und der Gaszuführung zusammen (s. Abb. 2.9).

Die Charakteristika des HIP-Prozesses lassen sich wie folgt zusammenfassen [87]:

- Der Werkstoff wird plastisch verformt, wodurch Porositäten geschlossen und bis zu 100% theoretische Dichte erreicht werden. Im Gegensatz zu anderen Produktionsmethoden (z.B. Kalt-Isostatisches-Pressen) gilt dies auch für hochlegierte Materialien.
- Niedrige Herstellungstemperaturen resultieren in verminderten Eigenspannungen (vgl. Sinterprozess). Der Einsatzbereich reicht von 480°C für Aluminiumlegierungen bis 1700°C für Wolfram.
- Die physikalischen und mechanischen Eigenschaften des gefertigten Werkstoffes verhalten sich isotrop.
- Das Verfahren bietet in punkto Bauteilgröße hohe Flexibilität und ist aufgrund des einstufigen Prozesses äußerst kosteneffektiv.

Der Einsatzbereich umfasst die pulvermetallurgische Bauteilfertigung, die Verdichtung poröser, freistehender Grünlinge, das Ausheilen geschweißter oder gesinterter Werkstoffe und das durch Diffusionsprozesse gesteuerte Fügen von Bauteilkomponenten und Verbundsystemen. Die hergestellten Komponenten werden direkt oder nach einer oberflächlichen Nachbehandlung in verschiedensten Bereichen eingesetzt (s. Abb. 2.10).

Pulvermetallurgische Komponentenfertigung

Der Prozessablauf basiert auf drei Säulen [87]:

- **Pulver-Konsolidierung**

Grundvoraussetzung ist eine Vorverdichtung des Pulvers auf 60-80% der theoretischen Dichte. Im Falle einer Kapselung der zu fertigenden Komponente ist ein ausreichendes Vakuum im Inneren der Kapsel erforderlich. Während der Konsolidierungsphase wird das Pulver als kohäsionslos und frei beweglich angenommen. Zu diesem Zeitpunkt finden noch keine Partikeldeformationen statt.

- **„Neck-Growth“**

Erreicht der Freiheitsgrad der einzelnen Partikel bei einer entsprechenden Dichte ein Minimum, erfolgt zwischen diesen „neck-growth“ und die Bildung von Bindungen.

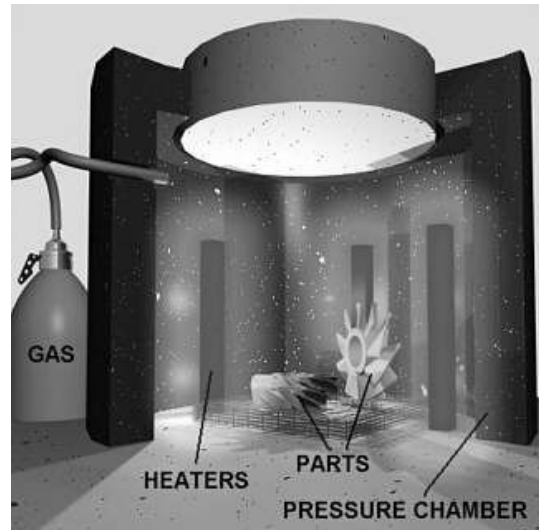


Abb. 2.9: schematische Darstellung des Versuchsaufbaus für den HIP-Prozess



Abb. 2.10: Mittels HIP hergestellte Rotoren, Doppelschneckenextruder und Schraubenelemente

Treibende Kräfte dieses Vorganges sind das Kriechen als Resultat von Volumendiffusion, Korngrenzendiffusion oder Partikelbewegung und die plastische Deformation.

- **Schlussverdichtung**

In dieser Phase wird das Material als starr angenommen. Es enthält nur noch isolierte Poren, welche mit Korngrenzen in Verbindung stehen.

Herstellung von Werkstoffverbunden durch Diffusionsbindung

Diffusionsbindungen beruhen auf dem Atomtransport zwischen benachbarten Oberflächen, wodurch keine Notwendigkeit besteht, diese aufzuschmelzen. Dies ermöglicht die Vermeidung einer Trennung (Abscheidungen) oder von Verfestigungsrissen. Im Gegensatz zur Verdichtung von Pulvern treten kaum makroskopische Veränderungen im Werkstoff auf.

Mikroskopisch hingegen tritt an der Grenzfläche plastische Verformung auf. Aufgrund des Einflusses der Oberflächenenergie bilden sich sphärische Poren deren Größe sich als Funktion der Rauigkeit der Oberfläche ergibt. In weiterer Folge sind die Mechanismen zur Verdichtung des Werkstoffverbundes (siehe oben) auch auf Diffusionsbindungen übertragbar.

2.3 CHARAKTERISIERUNG DER MECHANISCHEN EIGENSCHAFTEN

2.3.1 4-PUNKT-BIEGEPRÜFUNG

Die 4-Punkt-Biegeprüfung ermöglicht eine einfache Bestimmung des Elastizitätsmoduls und bietet im Hinblick auf Probengeometrie und -fertigung Vorteile gegenüber dem uni-axialen Zugversuch.

- *Prüfeinrichtung*

Die Durchbiegungsmessungen erfolgen einerseits an einer elektromechanischen Universal-Werkstoffprüfmaschine vom Typ INSTRON. Die dabei zur Erfassung der aufgetragenen Last eingesetzte Kraftmessdose vom Typ Lebow verfügt über einen Arbeitsbereich von 0 bis 1000 N. Des Weiteren wird die Durchbiegung mittels eines Messtasters vom Typ Sangamo ermittelt. Dieser auf dem LVDT-Messprinzip (Linear-Variable Differential Transformer) basierende Wegaufnehmer verfügt über einen maximalen Messbereich von $\pm 1000 \mu\text{m}$. Die aufgetragene Kraft sowie die Durchbiegung werden über die Datenerfassungssoftware DasyLAB mit einer Frequenz von 1 Hz digital erfasst.

Der für Hochtemperaturuntersuchungen in das Messsystem integrierte Einzonenofen wird auf eine Heizrate von $8^\circ\text{C}/\text{min}$ eingestellt. Dies verhindert eine durch zu hohe Temperaturgradienten verursachte Schädigung der keramischen Versuchsvorrichtung. Die Bestimmung der Ofentemperatur erfolgt über ein in unmittelbarer Nähe der Probe montiertes Thermoelement vom Typ K (Nickel-Chromnickel).

Andererseits werden RT-Messungen an einer Miniaturprüfeinrichtung vorgenommen. Die Erfassung der aufgetragenen Last erfolgt mittels einer 1 kN-Kraftmessdose der Fa. Wazau. Des Weiteren wird zur Messung der Durchbiegung ein Digitaltaster der Fa. Solartron mit einem

Messbereich von $\pm 1000 \mu\text{m}$ eingesetzt. Die daraus gewonnenen Daten werden wiederum über die Datenerfassung DasyLAB mit einer Frequenz von 1 Hz aufgezeichnet.

▪ Versuchsdurchführung und Auswertung

Als Vorbereitung zur Versuchsdurchführung werden die 4-Punkt-Biegeproben flach in die keramische Prüfvorrichtung gelegt (s. Abb. 2.11) und mit einer geregelten Vorlast von 2 N belastet. Nach Erreichen der Versuchstemperatur erfolgt die kraftgesteuerte Belastung der Prüflinge, entweder bis zum Probenbruch oder bis zum Erreichen des Messbereich-endes des Wegaufnehmers bei $1000 \mu\text{m}$.

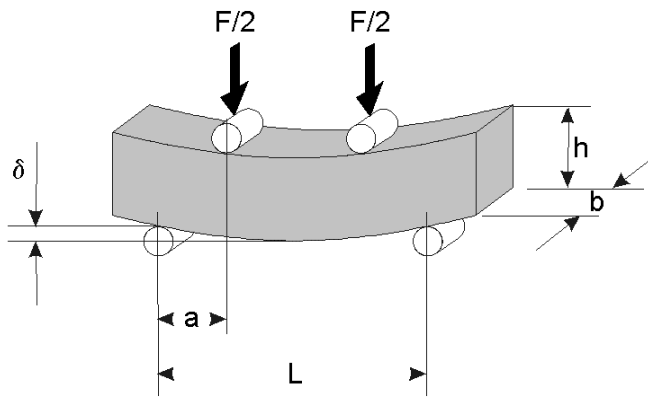


Abb. 2.11: Schematische Darstellung einer 4-Punkt-Biegevorrichtung

Der Vorteil der 4-Punkt gegenüber der 3-Punkt-Biegemethode ist die konstante Spannung und Dehnung zwischen den inneren Auflagern. Diese sind analog zu den äußeren, auf denen die Probe ruht, parallel gelagert (s. Abb. 2.11).

Die ermittelten Kraft-Durchbiegungsdiagramme sind oft aufgrund unterschiedlicher Probengeometrien von geringer Aussagekraft. Daher werden unter Verwendung von Gl. 2.3 die Biegekräfte in Biegespannungen σ und die Durchbiegungswerte in Dehnungen ε umgerechnet.

$$\varepsilon = \frac{12h \cdot \delta}{(3L^2 - 4a^2)}$$

$$\sigma = \frac{3a \cdot F}{bh^2}$$

- 2.3 -

Unter Berücksichtigung des Hook'schen Gesetzes ergibt sich zur Berechnung des E-Moduls folgende Gleichung [88]

$$E_b = \frac{a(3L^2 - 4a^2)}{4bh^3} \frac{F}{\delta}$$

- 2.4 -

2.3.2 HAFTFESTIGKEITSPRÜFUNG

Die Ermittlung der Haftfestigkeit oder auch Verbundfestigkeit von Substrat und aufgebrachtter Beschichtung erfolgt anhand des Stirnabreißtests (Pull-off, Zug-, Perpendikulartest) nach DIN EN 582 [89].

Das Prinzip dieser Prüfung beruht auf der Trennung des Verbunds durch eine senkrecht zur Haftverbindung einwirkende Kraft. Die Ankopplung der Prüfkraft erfolgt über ein oder zwei mit der Probe verklebte Prüfstempel. Eine indirekte Krafteinleitung ist von der Dicke des Substrats abhängig.

■ Prüfeinrichtung

An die Prüfeinrichtung werden diverse Anforderungen gestellt. Diese beinhalten eine Krafterzeugung in Zugrichtung bis zu 50 kN, ein biegemoment- und torsionsmomentfreies Einleiten dieser Zugkraft auf den Prüfkörper und ein möglichst trägheitsfreies Messen und Aufzeichnen der Prüfkraft. Diesen Anforderungen wird die verwendete Universalprüfmaschine von Zwick-Roell, gesteuert von einem automatisierten Messerfassungssystem, gerecht.

Zwei Ausführungsvarianten der Haftfestigkeitsprüfung, abhängig von Substratgeometrie und -werkstoff, sind in Abb. 2.12 dargestellt. Gewählt wird die Anordnung für dünne Substrate, welche die Verwendung zweier in Längsachse zentrierter Prüfstempel erfordert. Diese aus Stahl gefertigten Zylinder besitzen einen Durchmesser von 38,2 mm und ein einseitig gefertigtes, zentriertes Innengewinde. Die Einspannung erfolgt mit einer eigens dafür konstruierten, zentrierten Spannvorrichtung mittels M20-Gewindestangen, über welche die aufgebrachte Kraft auf den Probenkörper übertragen wird.

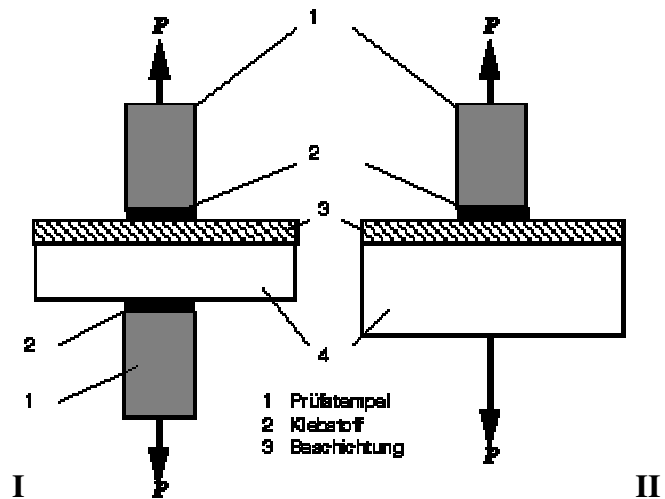


Abb. 2.12: Versuchsanordnungen für den Stirnabreißtest in Abhängigkeit der Substratdicke; I) dünne Substrate - verwendete Anordnung, II) dicke Substrate

■ Auswertung

Die Haftfestigkeit ist jene mechanische Kenngröße, welche die Qualität des Verbundes zwischen Grundwerkstoff und metallischem Überzug charakterisiert. Ihre Berechnung erfolgt gemäß Gl. 2.5 durch Quotientenbildung der, in der Grenzflächenschicht zur Überwindung der Haftung erforderlichen, inneren Kraft F_i und der beim Bruch gebildeten wahren Oberfläche A_w .

$$\bar{\sigma}_H = \frac{\vec{F}_i}{A_w} \quad - 2.5 -$$

Eine direkte Messung der Haftfestigkeit ist jedoch nicht möglich. Aufgrund dessen wird die experimentell bestimmte Festigkeit angegeben, welche als Verbundfestigkeit bezeichnet wird (s. Gl. 2.6) und worin eine Vielzahl von vorhandenen Einflussfaktoren vernachlässigt wurden. Unter anderem sind dies Oberflächen- und Materialeigenschaften sowie Präparationseinflüsse und Verfahrensparameter, welche Einfluss auf die Erhöhung bzw. Erniedrigung der Haftfestigkeit ausüben.

Die Verbundfestigkeit entspricht der äußeren Kraft F_a , welche pro Einheit der geometrischen Oberfläche A_g aufgebracht werden muss, um den Verbund an der Phasengrenze zu zerstören. Im technischen Gebrauch wird dieser Ausdruck jedoch als Haftfestigkeit verstanden.

$$\bar{\sigma}_V = \frac{\vec{F}_a}{A_g} \quad - 2.6 -$$

2.4 THERMO-PHYSIKALISCHE WERKSTOFFCHARAKTERISIERUNG

2.4.1 DILATOMETRIE

Der thermische Ausdehnungskoeffizient (Coefficient of Thermal Expansion, CTE) bildet die Basis zur Bestimmung thermisch induzierter Spannungsfelder und Eigenspannungen in Werkstoffverbunden.

▪ *Prüfeinrichtung*

Die für die Versuche herangezogene Messvorrichtung ist das Dilatometer „DIL 402“ der Fa. Netzsch (s. Abb. 2.13). Dieses Gerät basiert auf dem „Pushrod“-Verfahren und kann in einem Temperaturbereich von -180°C bis 500°C als auch von RT bis 1500°C eingesetzt werden.

Über induktive, auf dem LVDT-Prinzip basierende Wegaufnehmer wird die Verschiebung des Gestänges (= „Pushrod“) digital ausgelesen. Derart können in Abhängigkeit der angelegten Spannung minimale Abweichungen von $0.2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ des CTE detektiert werden. Ein Kriterium dafür ist die Planparallelität der Querschnittsflächen, an denen die Einspannung erfolgt. Dadurch wird die höchst mögliche Genauigkeit des Systems gewährleistet.

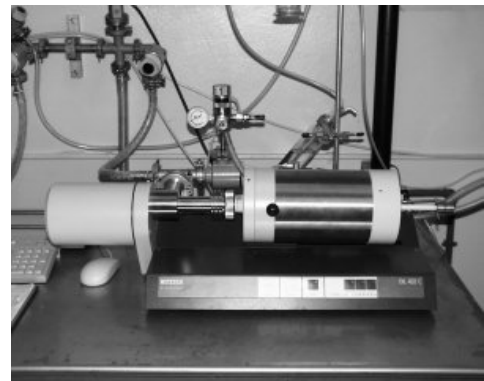


Abb. 2.13: Dilatometer DIL 402 / Netzsch

Die Kontrolle und Steuerung der Messung erfolgt über ein mit der Anlage verknüpftes Datenerfassungssystem. Dieses übernimmt die Überwachung und Regelung aller wichtigen Parameter, wie z.B. Heizung, Kühlung, Atmosphäre, Grenzwerte und Abweichungen.

▪ *Versuchsdurchführung und Auswertung*

Zur Kontrolle der gemessenen Daten wird Platin als Referenzmaterial verwendet, welches im Bereich mittlerer und großer Dehnungen eingesetzt wird. Referenz sowie der zu untersuchende Werkstoff werden mit einer Einspannbelastung von $\sim 500 \text{ mN}$ beaufschlagt. In Schutzgasatmosphäre werden die Proben dem sich gemäß der vorgegebenen Spezifikation ändernden Temperaturfeld ausgesetzt.

Sowohl die mit Hilfe des Extensometers gegenüber der Ursprungslänge gemessene Längenänderung ΔL , als auch die mittels Temperaturfühler aufgezeichnete Temperaturdifferenz ΔT bestimmen den thermischen Ausdehnungskoeffizient α wie folgt [90]:

$$\alpha = \frac{1}{L_0} \frac{\Delta L}{\Delta T}$$

- 2.7 -

2.4.2 DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETRY (DSC)

Dieses Verfahren dient der an Kleinproben durchgeführten, einfachen und schnellen Bestimmung der spezifische Wärmekapazität c_p über einen sehr großen Temperaturbereich.

▪ *Prüfeinrichtung*

Diese thermophysikalische Messmethode beruht auf der Messung des quantitativen Wärmeflussunterschiedes von oder zur Probe bzw. von oder zum Referenzmaterial, welcher als Funktion der Temperatur und/oder der Zeit aufgezeichnet wird. Dessen Regelung erfolgt über die Bestimmung der Temperaturdifferenz zwischen Probe und Referenz, während die Probe einem kontrollierten Temperaturprogramm ausgesetzt wird.

Als Messapparatur fungiert das auf hohe Temperaturbereiche ausgelegte „DSC 404C“ von Netzsch (s. Abb. 2.14). Der überdeckte, operativ mögliche Temperaturbereich dieses Gerätes liegt im Bereich von -120°C bis 1650°C . Das System ermöglicht außerdem die Durchführung der Messungen unter Schutzgasbedingungen. Dies dient der Vermeidung von Oxidationsreaktionen, welche aufgrund von Masseänderungen zu Messwertverfälschungen führen. Die Messwerterfassung erfolgt digital.



Abb. 2.14: Differential Scanning Calorimetry, ARCS

▪ *Auswertung*

Die spezifische Wärme eines Werkstoffes gibt in Abhängigkeit der Temperatur die durch die Masse normierte Wärmemenge wieder, welche notwendig ist, diesen Werkstoff um 1 K zu erwärmen. Durch die Aufzeichnung der zur Erhaltung des Gleichgewichts zwischen Probe und Referenz erforderlichen Energie, wird jeder Temperatur direkt ein Wärmeflussunterschied im Werkstoff zugeordnet. Die durch Integration erhaltene Fläche unter der Wärmeflusskurve beinhaltet die mit dem thermischen Verhalten korrelierte Enthalpieänderung. Die allgemeine Wärmekapazität C berechnet sich lt. Gl. 2.8 aus dem Verhältnis von Wärmefluss zu Heizrate:

$$\text{Wärmefluss} = \frac{q}{t} \quad \text{Heizrate} = \frac{\Delta T}{t}$$

$$C = \frac{q}{\Delta T} \quad - 2.8 -$$

Die spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck ergibt sich unter Berücksichtigung der Masse und der damit erfolgten Normierung der Wärmekapazität zu

$$c_p = \frac{q}{m \cdot \Delta T} \quad - 2.9 -$$

2.4.3 THERMAL DIFFUSIVITY - "LASER FLASH"

Die „Laser-Puls“, auch „Laser-Flash“, genannte Methode zur schnellen und effektiven Messung der Temperaturleitfähigkeit wurde ursprünglich für homogene und isotrope Materialien entwickelt. In weiterer Folge wurde sie jedoch ebenso erfolgreich zur Charakterisierung inhomogener und anisotroper Werkstoffe, sowie für Materialien mit Schichtstruktur eingesetzt [90].

▪ Prüfeinrichtung

Die verwendete Laser-Flash-Apparatur arbeitet mit einem hochenergetischen Neodym-Glas-Laser. Dieser liefert Laserpulse mit einer von 0.1 bis 2 ms regelbaren Pulsdauer und einer Wellenlänge von 1064 nm, über welche auf der Oberfläche der Probe eine definierte Wärmemenge deponiert wird.

Die Probentemperatur an der dem Laser zugewandten Seite wird mit einem Pt/PtRh-Thermoelement gemessen. Simultan wird die Temperatur an der Rückseite der Probe mit einem Infrarot-Sensor aufgezeichnet. Das Schema dafür ist aus Abb. 2.15 ersichtlich. Die Messgenauigkeit des Gesamtsystems wird wesentlich durch die Planparallelität von Grund- und Deckfläche der Probe beeinflusst und beträgt $\pm 5\%$.

Die Probe wird zur Versuchsdurchführung auf einen Probenhalter montiert und in dem Teil des Ofens platziert, welcher die homogenste Temperaturverteilung aufweist. Die Messung eines Standards aus rostfreiem Stahl erfolgt als Referenz vor und nach jeder Prüfreihe.

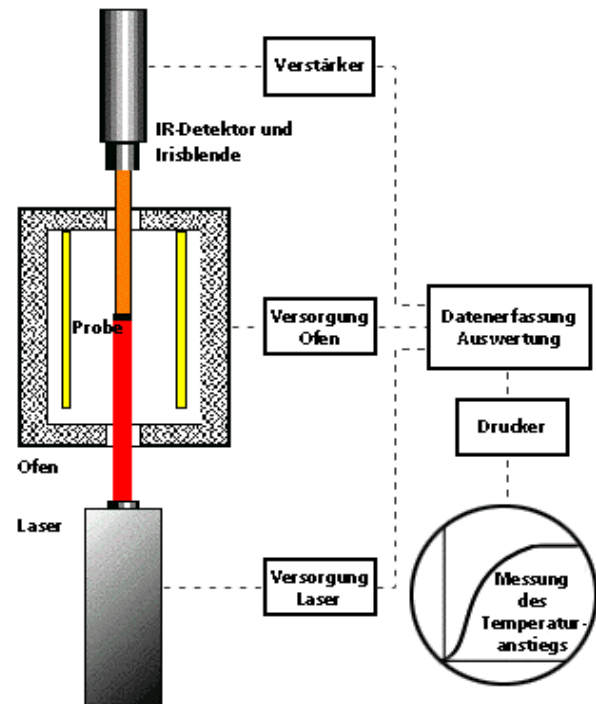


Abb. 2.15: Schema einer Laserflash-Apparatur

Für eine schnellere und exaktere Versuchsführung ist eine vorhergehende Temperaturbehandlung poröser Proben von Vorteil.

▪ Auswertung

Die Auswertung der Ergebnisse beruht auf der Lösung der Wärmeleitungsgleichung, in welcher die Dichte ρ , die spezifische Wärme c_p und die Wärmeleitfähigkeit λ zueinander in Relation gesetzt werden

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(\lambda \frac{\partial T}{\partial x} \right) \quad - 2.10 -$$

Diese lässt sich unter Annahme von homogenem, isotropem und im betrachteten Temperaturintervall eigenschaftsinvariantem Verhalten des Werkstoffes zu folgender Gleichung vereinfachen,

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} \quad - 2.11 -$$

in welcher für die Temperaturleitfähigkeit a die Beziehung

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot c_p} \quad - 2.12 -$$

gilt. Die auf der Vorderseite des Werkstoffes mittels Laser eingebrachte Wärme Q resultiert an seiner Rückseite (D = Probenhöhe) in einer charakteristischen Temperaturänderung. Nach unendlicher Zeit nimmt diese den Maximalwert von

$$T_{D\max} = \frac{Q}{\rho c_p D} \quad - 2.13 -$$

an. Die Betrachtung des relativen Temperaturanstieges an der Rückseite ergibt für die Temperaturleitfähigkeit

$$a = \frac{K_x D^2}{t_x} \quad - 2.14 -$$

In dieser Gleichung steht die Variable x für den prozentualen Anteil am Gesamttemperaturanstieg. Wird für t_x die Halbwertszeit für den Temperaturanstieg $t_{1/2}$ angenommen, so ergibt sich unter Berücksichtigung der damit korrelierten Konstante $K_{1/2}$ Gl. 2.14 zu

$$a = \frac{0.139 \cdot D^2}{t_{1/2}} \quad - 2.15 -$$

2.4.4 WÄRMELEITFÄHIGKEIT

Wie bereits eingangs erwähnt bestimmt sich die Wärmeleitfähigkeit aus dem Produkt von spezifischer Wärme, Temperaturleitfähigkeit und Dichte. Unter Verwendung aller Messgrößen in Abhängigkeit der Temperatur ergibt sich für die Wärmeleitfähigkeit aus der Gleichung 2.12 [90]:

$$\lambda = c_p \cdot a \cdot \rho \quad - 2.16 -$$

Dabei wird die Dichte bei Raumtemperatur gravimetrisch ermittelt und berechnet sich in Abhängigkeit der Temperatur wie folgt:

$$\rho = \frac{\rho_0}{(1 + (\alpha \cdot \Delta T))^3} \quad - 2.17 -$$

2.5 ZERSTÖRUNGSFREIE WERKSTOFFCHARAKTERISIERUNG - ULTRASCHALL

Die Ultraschallanalyse dient der Detektierung von Materialfehlern wie Porosität, Delamination und Rissen. Des weiteren ermöglicht es die Bestimmung dynamischer Materialkenngrößen wie E-Modul, Schubmodul und Poisson-Zahl.

▪ Theoretische Grundlagen und Auswertung

Der für den Menschen hörbare Frequenzbereich liegt zwischen 16Hz und 20kHz. Schallwellen mit darüber hinausgehenden Frequenzen werden unter dem Begriff Ultraschall zusammengefasst.

Die Übertragung von Schallschwingungen erfolgt aufgrund der Wechselwirkung von Teilchen und fordert dadurch das Vorhandensein eines hinreichend dichten Mediums. In Abhängigkeit des Stoffes sind diese Teilchen Moleküle oder Atome und je fester deren Bindung und je höher deren Dichte ist, desto höher ist die Ausbreitungsgeschwindigkeit der zu übertragenden Schallwelle. Deshalb werden in Gasen und Flüssigkeiten mit lockeren Gefügen nur longitudinale Schallwellen übertragen. In Festkörpern hingegen erfolgt aufgrund der höheren Bindungskräfte auch die Anregung transversaler Schallwellen. Unter Voraussetzung des Fehlens von Störelementen und Dämpfungsmechanismen kann sich die so entstehende Welle über weite Strecken in einem Material ausbreiten.

Die maßgebliche Größe in der Schallübertragung und -messung ist der Schalldruck. In Abhängigkeit der Dichte ρ , Schallgeschwindigkeit c , Auslenkung der Moleküle (bzw. Atome) ξ und Frequenz der erzeugten Schallwelle ω ergibt sich der Schalldruck zu [91]

$$p = \rho \cdot c \cdot \omega \cdot \xi = Z \cdot \omega \cdot \xi \quad - 2.18 -$$

Das Auftreffen einer Schallwelle auf die Grenzfläche zwischen zwei Materialien mit unterschiedlicher Schallimpedanz Z resultiert in einen transmittierten und einen reflektierten Wellenanteil. Die Berechnung erfolgt analog zur Beschreibung der Ausbreitung optischer Wellen und ist ausschließlich von den Schallimpedanzwerten beider Werkstoffe abhängig.

$$R = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_2 + Z_1} \quad - 2.19 -$$

$$T = \frac{2 \cdot Z_2}{Z_2 + Z_1} \quad - 2.20 -$$

Am Übergang von Gasen und Flüssigkeiten (niedrige Schallimpedanz) auf Festkörper (hohe Schallimpedanz) erfolgt demnach hauptsächlich Transmission ($T \approx 2$). Wohingegen im umgekehrten Fall die Reflexion überwiegt ($T \approx 0$). Dieser physikalische Zusammenhang beinhaltet das Hauptkriterium in der Materialprüfung bei der Verwendung des Ultraschalls zur Fehleranalyse. Seine Nutzung erfährt er durch die Detektion von Luft- und Flüssigkeitseinschlüssen in Festkörpern und das Aufspüren „harter“ Teilchen (z.B. Metalle) in einer schallweichen Matrix (z.B. Kunststoff) aufgrund des auftretenden Phasensprungs.

Ein Nachteil der Ultraschallmesstechnik ist die Begrenzung des Auflösungsvermögens durch die Wellenlänge des eingekoppelten Schalls. Eine grobe Abschätzung besagt, dass zwei Punkte noch getrennt aufgelöst werden, wenn ihr Abstand mindestens die halbe Wellenlänge des Prüfsignals beträgt. Das Material selbst geht dabei in Form der eigenen Schallgeschwindigkeit in die Berechnung der Wellenlänge λ mit ein:

$$\lambda = \frac{c}{f} \quad - 2.21 -$$

Einer Erhöhung des Auflösungsvermögens durch die Wahl höherer Prüfkopffrequenzen f werden jedoch durch die auftretende Schwächung der Schallamplitude und der damit verbundenen

Verringerung der Eindringtiefe in Abhängigkeit der Frequenz Grenzen gesetzt. Die Amplitudenschwächung wird durch das Abschwächungsgesetz

$$p = p_0 \cdot e^{-\alpha_p d} \quad - 2.22 -$$

beschrieben. In der Literatur wird der Schwächungskoeffizient α neben dem Schalldruck p in selteneren Fällen auf die Schallintensität J bezogen. Da die Intensität dem Quadrat des Schalldrucks proportional ist, ergibt sich aus

$$J = J_0 \cdot e^{-\alpha_j d} \quad - 2.23 -$$

als Beziehung der Absorptionskoeffizienten

$$\alpha_j = 2\alpha_p = \alpha_0 \cdot f^n \quad - 2.24 -$$

mit α_0 als frequenzunabhängigem Schwächungskoeffizienten und n als Grad der Frequenzabhängigkeit. Des weiteren setzt sich der Schallabsorptionskoeffizient aus zwei Anteilen zusammen. Einem für beinahe alle Materialien anwendbaren, von der Frequenz abhängigen Teil und einem nur für Metalle gültigen Streuanteil α_s , welcher sich am Verhältnis von Korngröße und Wellenlänge orientiert:

$$\alpha_p = C_1 \cdot f \quad - 2.25 -$$

$$\begin{aligned} \alpha_s &= C_2 \cdot F_A \cdot D_K^3 \cdot f^4 & D_K < \frac{\lambda}{3} \\ \alpha_s &= C_3 \cdot F_A \cdot \frac{1}{D_K} & D_K > \frac{\lambda}{3} \end{aligned} \quad - 2.26 -$$

Aufgrund des Fehlens einer vollständigen Liste der Anpassungskonstanten C_1 , C_2 und C_3 sowie des Korngrenzendurchmessers D_K und des Anisotropiefaktors F_A , empfiehlt es sich, den Absorptionskoeffizienten über die Messung der Schallamplitude in Abhängigkeit der Frequenz und der Entfernung von der Oberfläche zu bestimmen. Ist der Schwächungskoeffizient in seinem Frequenzverlauf bekannt, so kann er näherungsweise durch die Formel

$$\alpha_p = p + q \cdot f^m \quad - 2.27 -$$

beschrieben werden. Derart lässt sich die optimale Frequenz für einen definierten Fehlerabstand z ermitteln:

$$f_{opt} = \frac{1}{\sqrt[m]{mqz}} \quad - 2.28 -$$

■ Prüfeinrichtung

Die Anlage vom Typ Panametrics Multiscan (s. Abb. 2.16) verfügt über Prüfköpfe mit einer Frequenz zwischen 5 und 100 MHz, welche eine Fehlerauflösung $\geq 20 \mu\text{m}$ erlauben. Die Einkopplung des Messsignals erfolgt dabei mittels destilliertem Wasser, welches über ein Pumpsystem mit eingebautem Vorfilter ins Messbecken geleitet wird [92]. Zur Abrasterung der

untersuchten Komponente stehen vier motorisierte Achsen zur Verfügung. Drei dienen der Positionierung im Raum, während die verbleibende Rotationsachse die Analyse zylindrischer Bauteile oder Bohrungen ermöglicht.

Die Steuerungs- und Auswertungssoftware steuert den Messablauf und ermöglicht die nachträgliche Bildbearbeitung und -darstellung der Messergebnisse.



Abb. 2.16: Ultraschall-Messanlage der Fa. Panametrics: Messbecken, 4-Achsen Verschiebesystem und Positioniervorrichtung

2.6 SIMULATION THERMISCHER BELASTUNGEN

Die Elektronenstrahlanlage JUDITH (= Jülicher Divertor-Testanlage in den Heißen Zellen) dient hauptsächlich der Untersuchung aktiv gekühlter Divertormodule unter thermozyklischer Wärmebelastung. Ein weiteres Einsatzgebiet der Apparatur ist die Ermittlung der Belastbarkeit unterschiedlicher Werkstoffe in Form von Kleinproben gegenüber Thermoschock-induzierter Schädigungen, wie z.B. Erosion oder Rissbildung. Bedingungen, welche z.B. während in Fusionsreaktoren auftretender VDEs (Vertical Displacement Events) und Plasmadisruptionen herrschen, können in JUDITH in bezug auf ihre hohe Energie- und Leistungsdichte erreicht und simuliert werden.

Der Aufbau von JUDITH wird in Abb. 2.17 schematisch dargestellt. Die Anlage besteht aus einer Elektronenkanone mit einer Leistung von 60 kW, einer Vakuumkammer aus rostfreiem Stahl mit den Abmessungen 800 x 600 x 900 m³ und diversen Diagnostikeinrichtungen, welche außerhalb der Kammer platziert sind.

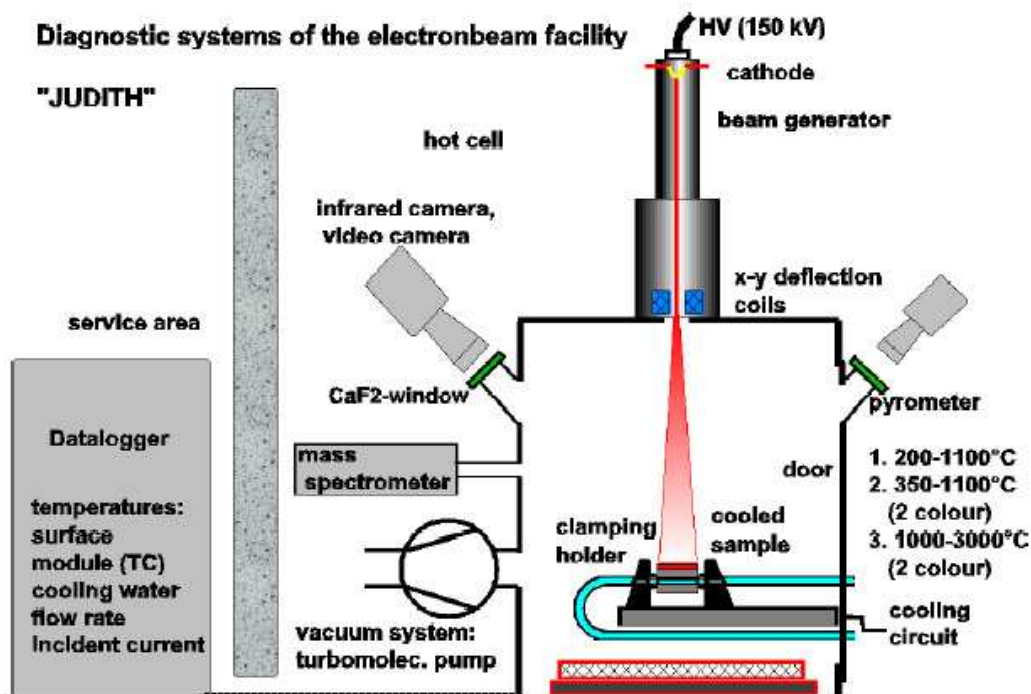


Abb. 2.17: Schematischer Aufbau der Elektronenstrahlanlage JUDITH mit Diagnostikeinrichtungen [93]

An der Kathode wird ein Elektronenstrahl erzeugt, welcher sich aus emittierten, freien Elektronen zusammen setzt. Diese werden in der Elektronenkanone beschleunigt und in einem, von Magnetspulen erzeugten, elektrostatischen Feld fokussiert. Die Strahlungsleistung bestimmt sich aus dem Produkt von angelegter Beschleunigungsspannung und Stromstärke. Der gewünschte Wärmefluss wird demzufolge bei konstanter Beschleunigungsspannung ($U_B = 120 \text{ kV}$) durch eine Variation der Stromstärke und der belasteten Fläche eingestellt. Dabei ist die Differenz zwischen aufgebrachter und tatsächlich absorbierte Wärmeleistung zu berücksichtigen. Diese wird durch die an der Werkstoffoberfläche stattfindende, teilweise Reflexion der Elektronen beeinflusst und über Messungen des absorbierten Stromes quantifiziert.

Zur Untersuchung kurzer Thermoschockbelastungen erzeugt ein geladener Kondensator kurze Pulse im Bereich von 1 bis 90 ms zur Aufbringung lokal begrenzter und stationärer Belastungen. Im Gegensatz dazu besteht ebenso die Möglichkeit der kontinuierlichen Abrasterung der Oberfläche mittels Elektronenstrahl. Die dabei verwendete Scanfrequenz des Elektronenstrahls ist variabel und erreicht in x- bzw. y-Richtung bis zu 100 kHz. Dies gewährleistet eine bestmögliche und homogene Belastung der Oberfläche. Die gesamten technischen Spezifikationen der Elektronenstrahlanlage JUDITH sind in Tab. 2.2 zusammengefasst.

Tab. 2.2: Technische Spezifikationen der Elektronenstrahlanlage JUDITH

Strahlauslenkung	$\pm 50 \text{ mm}$
Spannung	$\leq 150 \text{ kV}$
Stromstärke	$\leq 400 \text{ mA}$
Leistung	$\leq 60 \text{ kW}$
Startzeit des Pulses	$130 \mu\text{s}$
Scanfrequenz	$0.1 \leq f \leq 100 \text{ kHz}$
max. Belastungsfläche	$100 \times 100 \text{ mm}^2$

Für die Gewährleistung einer ungehinderten Ausbreitung des Strahls besteht die Notwendigkeit, sowohl die strahlerzeugenden und strahlführenden Systeme, als auch die Arbeitskammer zu evakuieren. Aus diesem Grund stellen die vakuumerzeugenden Systeme mit die wichtigsten Komponenten der Anlage dar. Das für einen reibungslosen Betrieb erforderliche Vakuum liegt im strahlerzeugenden Bereich bei $\leq 10^{-3} \text{ Pa}$ ($= 10^{-5} \text{ mbar}$); in der Arbeitskammer ist ein Vakuum von 10^{-2} Pa ($= 10^{-4} \text{ mbar}$) für die Untersuchung ausreichend.

Das Verfahrensprinzip beruht auf der Nutzung der kinetischen Energie der auf die Oberfläche des zu untersuchenden Bauteils auftreffenden Elektronen. Dabei findet die Interaktion der Elektronen mit den Atomen der bestrahlten Probe in einer Serie von Elementarprozessen statt. Während des Aufpralls wird demzufolge die in den Teilchen gespeicherte Energie unter anderem in Licht und Wärme umgewandelt bzw. in Abhängigkeit der Werkstoffoberfläche partiell reflektiert. Speziell die dabei freiwerdende thermische Energie führt unter anderem zum Schmelzen oder Abdampfen der belasteten Oberfläche.

2.7 FINITE-ELEMENT-SIMULATION

Bei der Entwicklung neuer Komponenten wird der Berechnung von Eigenspannungen sowie von Temperatur- und Spannungsfeldern als Vor- sowie als Begleituntersuchung zur experimentell durchgeführten Analyse große Bedeutung beigemessen. Die Möglichkeit dazu bieten sowohl analytische als auch Finite-Element-Methoden (FEM).

Aufgrund der Einführung von Computern in den wissenschaftlichen Alltag und der stetigen Leistungserhöhung dieser Geräte in den letzten zwei Jahrzehnten entwickelten sich die FEM zu einem unverzichtbaren Hilfsmittel bei der Lösung komplexer Probleme.

Die gestellten Anforderungen an die Berechnung eines technischen Systems gliedern sich wie folgt in drei Punkte [94]:

- Idealisierung des Systems auf eine berechenbare Form
- Vorgabe von Randbedingungen und Aufstellen von vorherrschenden, systemabhängigen Gleichgewichtsbedingungen bzw. Bewegungsgleichungen sowie deren Lösung
- Interpretation der Ergebnisse

Die Anwendung dieser Punkte auf das zu untersuchende Werkstoffsystem liefert die Antwort auf die wohl wichtigste Frage: „Sind in das System integrierte Gradientenwerkstoffe überhaupt dazu in der Lage interne Spannungen im Bereich des Interfaces zu minimieren und dadurch Risse und Delamination an Grenzflächen zu verhindern?“ [95]. Diese Frage viele Forscher rund um den Globus beschäftigt und zu vielen neuen und innovativen Ansätzen geführt [96-101].

▪ Theoretische Grundlagen

Die Problemstellung eines Werkstoffverbundes für die Brennkammer eines Fusionsreaktors, wie er z.B. durch W/Cu gegeben ist, setzt sich aus unterschiedlichen thermischen Belastungen während der Produktion und der Einsatzphase zusammen. Differierende thermische Ausdehnungskoeffizienten und thermische Gradienten führen zu Verformungen des Verbundes und zur Ausbildung räumlicher Spannungsfelder speziell an der Fügenschicht der Materialien. Die dabei auftretende lokale thermische Dehnung resultiert bei Überlagerung mit dem elastischen und plastischen Anteil zu einer Gesamtdehnung in der Form:

$$d\epsilon_{ik} = d\epsilon_{ik}^{el} + d\epsilon_{ik}^{pl} + d\epsilon_{ik}^{th} \quad - 2.29 -$$

Die jeweiligen Komponenten des Spannungstensors werden daraus wie folgt abgeleitet. Für den thermischen Anteil gilt:

$$d\epsilon_{ik}^{th} = \alpha_{ik} \cdot (T - T_0) \xrightarrow{\text{Isotropie}} \delta_{ik} \cdot \alpha \cdot (T - T_0) \quad - 2.30 -$$

Zur Berechnung der elastischen Komponente wird das Hook'sche Gesetz verwendet. Dessen Formulierung wird unter Verwendung von Gl. 2.29 aus der allgemeinen Gleichung

$$d\sigma_{ij} = D_{ijkl} \cdot d\epsilon_{kl}^{el} \quad - 2.31 -$$

zu

$$d\sigma_{ij} = D_{ijkl} \cdot (d\epsilon_{kl} - d\epsilon_{kl}^{pl} - d\epsilon_{kl}^{th}) \quad - 2.32 -$$

transformiert. Der Elastizitätstensor D_{ijkl} setzt sich darin aus einer Kombination von Schubmodul

$$G = \frac{E}{2 \cdot (1 + \nu)} \quad - 2.33 -$$

und Lamé'scher Konstante

$$\lambda' = \frac{\nu \cdot E}{(1 + \nu) \cdot (1 - 2\nu)} \quad - 2.34 -$$

zusammen, welche beide Funktionen des Elastizitätsmoduls E und der Poisson-Zahl ν sind, und berechnet sich wie folgt:

$$D_{ijkl} = G \cdot (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) + \lambda' \cdot \delta_{ij} \delta_{kl} \quad - 2.35 -$$

Die effektivste Beschreibung des plastischen Dehnungsanteils erfolgt durch die Definition einer Fließfunktion. Diese beinhaltet eine Vergleichsspannung, welche sich aus der von-Mises-Theorie zu

$$\sigma_{eqv} = \frac{1}{\sqrt{2}} \cdot \sqrt{(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2} \quad - 2.36 -$$

ergibt [102-103]. Die in dieser Berechnung enthaltenen Hauptachsenspannungen σ_{11} , σ_{22} und σ_{33} (auch σ_{xx} , σ_{yy} , σ_{zz}) definieren das 3-dimensionale Koordinatensystem, in welchem die Schubspannungen τ_{xy} , τ_{xz} und τ_{yz} verschwinden.

Die Differenzenbildung zwischen Vergleichsspannung und der sich aus dem einachsigen Zug ergebenden Fließspannung zeigt, dass das Fließkriterium erfüllt ist, wenn sich diese beiden Spannungen gegenseitig aufheben. Das Überschreiten der Fließspannung durch die „von-Mises Spannungen“ ist das Indiz für das Auftreten plastischer Verformung. Bei zyklischer Belastung führen die akkumulierten, nicht-reversiblen plastischen Verformungen zu ermüdungsbedingten Schädigungen, welche zum Versagen des Bauteils beitragen.

▪ *Finite-Element-Programm*

Das zur Verfügung stehende Softwareprogramm zur Durchführung von Finite-Element-Modellierungen ist ANSYS. Dieses Programm verbindet die Lösungssoftware mit den Werkzeugen sowohl zur Vor- als auch Nachbearbeitung des simulierten Modells. Dadurch werden Schnittstellen zu anderen Programmen für relativ einfache Geometrien überflüssig. Das Programm dient der Lösung kombinierter Verhaltensweisen und unterstützt thermische, mechanische, flüssigkeitsdynamische, elektromagnetische, transiente und dynamische Analysen.

Des weiteren bietet ANSYS zwei Möglichkeiten der Bedienung:

- Nutzung des graphischen Interface
- Verfassung sogenannter „Input-Files“, geschrieben in der „ANSYS Parametric Design Language“ (APDL)

3 CHARAKTERISIERUNG DER VERWENDETEN PULVER

3.1 PULVERSORTEN UND ANALYSEVERFAHREN

Die eingesetzten Spritzverfahren zur Herstellung gradiert W/Cu-Verbundwerkstoffe basieren auf der Verwendung pulverförmiger Werkstoffe. Jedes dieser Herstellungsverfahren variiert in seinen Anforderungen an die Partikelgröße, wodurch zur Findung eines Optimums ein breites Spektrum an Pulvergrößen erforderlich ist. Dieses umfasst neben den in Reinform vorliegenden Pulvern auch beschichtetes Material, sowohl Wolfram mit Kupfer Beschichtung als auch die dazu entgegengesetzte Kombination (s. Anhang). Tab. 3.1 beinhaltet alle zur Verfügung stehenden Pulversorten und die dazugehörigen Größenverteilungen.

Tab. 3.1: Pulversorten im Lieferzustand und Lieferanten

Bezeichnung	Material	Größe [µm]	Lieferant
MicroMet Cu_100	Kupfer	< 100	MicroMet
MicroMet Cu_315	Kupfer	80-315	MicroMet
Praxair Cu_75	Kupfer	45-75	Praxair Surface Technologies, Inc
Plansee W_5.5	Wolfram	5,5	Plansee AG
Alldyne W_160	Wolfram	35-160	Alldyne
Buffalo W_32	Wolfram	< 32	Buffalo Tungsten Inc.

Die Charakterisierung der Pulver erfolgt durch Bestimmung von Größe, Formfaktor und Reinheit des jeweiligen Pulvers, um die Qualitätssicherheit zu gewährleisten [87]. Die jeweiligen Pulversorten wurden daher mittels Siebanalyse entsprechend den am Markt erhältlichen und genormten Siebgrößen in Teilmengen mit geringer Größenvarianz unterteilt. Die dazu verwendete Vorrichtung war die Analysen-Siebmaschine AS 200 der Fa. Retsch und die dazugehörigen, nach DIN mit der Zertifizierung ISO 3310/1 versehenen, Analysensiebe.

Die für die Analyse entnommene Pulvermenge setzte sich aus mehreren Einzelproben zusammen. Zusätzlich wurde durch eine vorangehende, vollständige Durchmischung ein möglicher Paranusseffekt [104] vermieden, welcher durch Vibration große Körner nach oben und kleine nach unten verfrachtet.

Aussagen über Form und Oberflächenstruktur werden durch die Untersuchung der Pulver unter dem Rasterelektronenmikroskop (REM) erhalten. Die Bestimmung der Formfaktoren erfolgte sowohl für W als auch für Cu-Pulver anhand der SEM-Bilder mittels der Formel

$$f = \frac{4\pi a}{u^2} \quad - 3.1 -$$

für den Kreisformfaktor f [105,106]. Diese vergleicht die Fläche der Schnittfigur mit dem Quadrat des konkaven Umfangs, oder anders formuliert, den konkaven Umfang mit dem eines flächengleichen Kreises. Hierdurch nimmt der Formfaktor für einen Kreis sein Maximum von f=1 an. Dieser Formfaktor ist der am häufigsten verwendete [106,107].

3.2 WOLFRAM

Die optische Analyse der Wolframpulver ergab, ungeachtet der Größenunterschiede, in allen Fällen überwiegend polyedrische, teilweise auch annähernd runde Partikelstrukturen. Eine nähere Betrachtung der Partikel und dabei auch der Oberfläche zeigt jedoch deutliche Unterschiede auf.

Die Untersuchung und Bestimmung der chemischen Zusammensetzung mittels punktueller EDX-Analysen ergab, mit Ausnahme eines durch die Reaktion mit Luft auftretenden Oxidfilms, keine Verunreinigungen.

▪ Pulver „Plansee W_5.5“

Die Partikelgröße dieses Pulvers zeigte für die vom Hersteller angegebene Siebfraction von $5.5\ \mu\text{m}$ Teilchengrößen zwischen 1 und $10\ \mu\text{m}$. Die glatte Oberflächenstruktur dieser Pulver charakterisiert ihre Güte, allerdings kann dadurch die Affinität zur Agglomeratbildung nicht vermieden werden (s. Abb. 3.1), wodurch eine Reduktion der Fließfähigkeit dieses Pulvers resultiert. Des weiteren verhindert die Agglomeration eine eindeutige Quantifizierung getrennter Partikel und erschwert in Folge dessen die Messung des Formfaktors (s. Abb. 3.1). Basierend auf der Auswertung eindeutig als einzelne Körner erkennbarer Partikel bestimmt sich der Formfaktor im Mittel zu 0.86 . Dies entspricht in etwa dem Mittelwert aus einem hexa- (0.83) bzw. oktagonalen (0.9) Querschnitt.

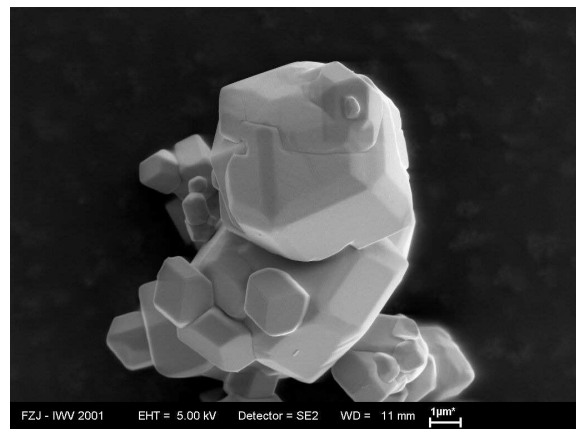
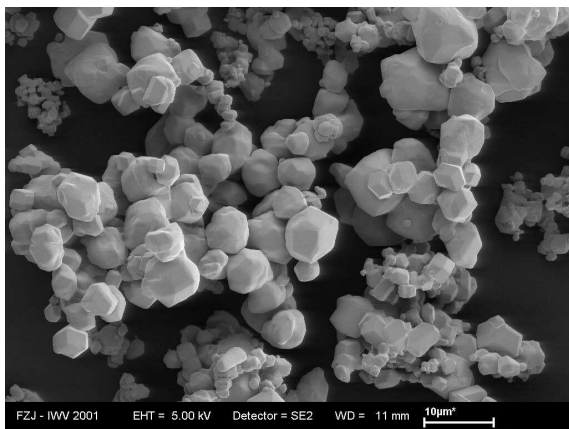


Abb. 3.1: SEM-Bilder - W-Pulver, $5.5\ \mu\text{m}$, PLANSEE AG, I) Übersicht – Agglomerate, II) wenige einzelne Körner zwischen $1\ \mu\text{m}$ und $10\ \mu\text{m}$ als Agglomerat

▪ Pulver „Alldyne W_160“

Das Pulver der Fa. Alldyne überdeckt den Größenbereich zwischen 35 und $160\ \mu\text{m}$. Die Partikel weisen, verglichen mit anderen Pulversorten, in geringerem Maße geometrisch exakt definierte Strukturen auf. Ausdruck findet dies in deren Oberflächenrauigkeit ebenso wie auftretenden Aushöhlungen bzw. Rissbildungen (s. Abb. 3.2). Die auftretende Formvarianz der Partikel liefert ein breites Spektrum an Formfaktoren.

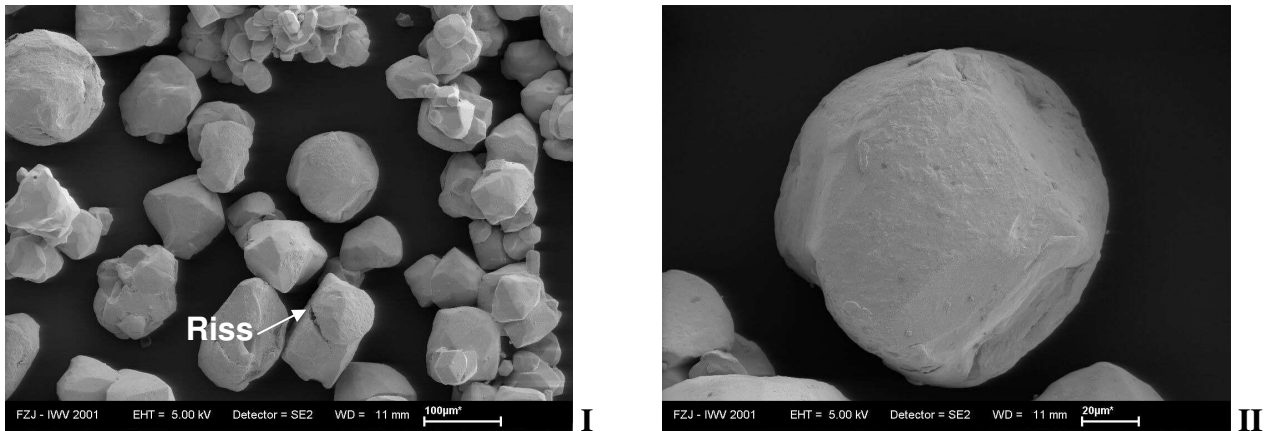


Abb. 3.2: SEM-Bilder - W-Pulver, 35-160 µm, Alldyne, I) Übersicht, II) einzelnes Korn

▪ Pulver „Buffalo W_32“

Die Partikel dieses Pulvers besitzen entgegen der Angabe des Hersteller auch Partikel mit Dimensionen > 32 µm. Diese werden durch eine vorwiegend glatte Oberflächenbeschaffenheit irregulär polyedrischer Kornstrukturen charakterisiert. Des weiteren besitzt der Werkstoff eine Affinität zur Agglomeratbildung (s. Abb. 3.1). Direkte Auswirkungen auf die Fließfähigkeit des Pulvers sind jedoch nicht festzustellen. Jedoch erschwert die Agglomeration eine eindeutige Bestimmung des Formfaktors, welcher in etwa zwischen 0.75 und 0.8 liegt.

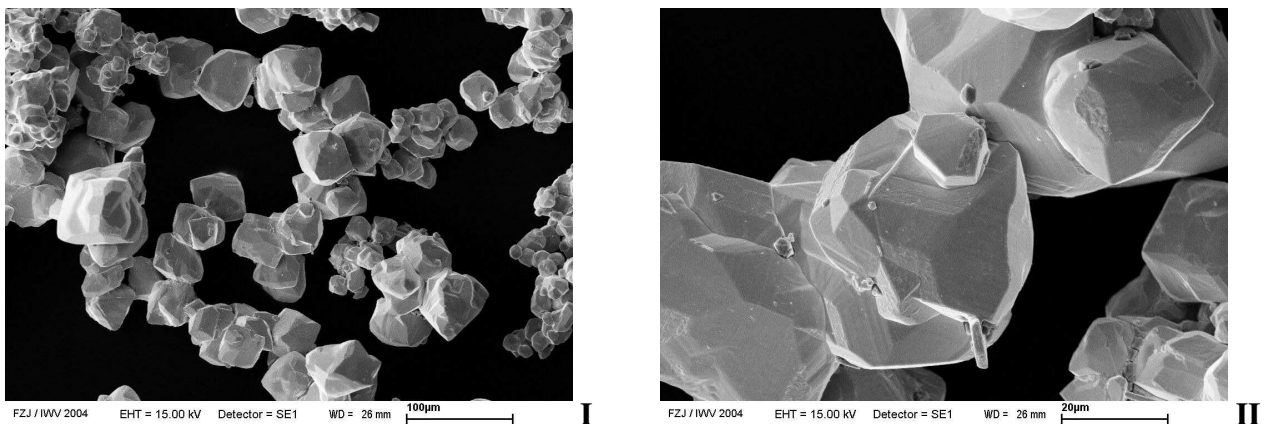


Abb. 3.3: SEM-Bilder - W-Pulver, < 32 µm, Buffalo Tungsten, I) Übersicht, II) agglomerierte Körner

3.3 KUPFER

Starke Variationen der Pulverform, sowohl innerhalb eines Produktes als auch im Vergleich mit anderen Pulversorten kennzeichnen die zur Verfügung stehende Auswahl an wasser- und gasverdünsten Cu-Pulvern. Materialien mit reinem spratzigen Anteil stehen dabei Fabrikaten bestehend aus überwiegend runden oder aus einer Durchmischung von annähernd runden Partikeln mit willkürlich geformten, spratzigen Partikeln gegenüber. Zudem wurde die Zusammensetzung der Werkstoffe in EDX-Analysen bestimmt (s. Anhang C).

▪ Pulver „MicroMet Cu_100“

Die Korngrößenverteilung dieses wasserverdünsten Pulvers erstreckt sich über Geometrien ≤ 100 µm und setzt sich annähernd zu 100% aus einer unregelmäßig geformten, spratzigen

Fraktion zusammen (s. Abb. 3.4). Dies ergibt sich unter Vernachlässigung des Rundkornanteils, welcher am unteren Limit der Korngröße bei einem bzw. wenigen μm sehr stark hervortritt.

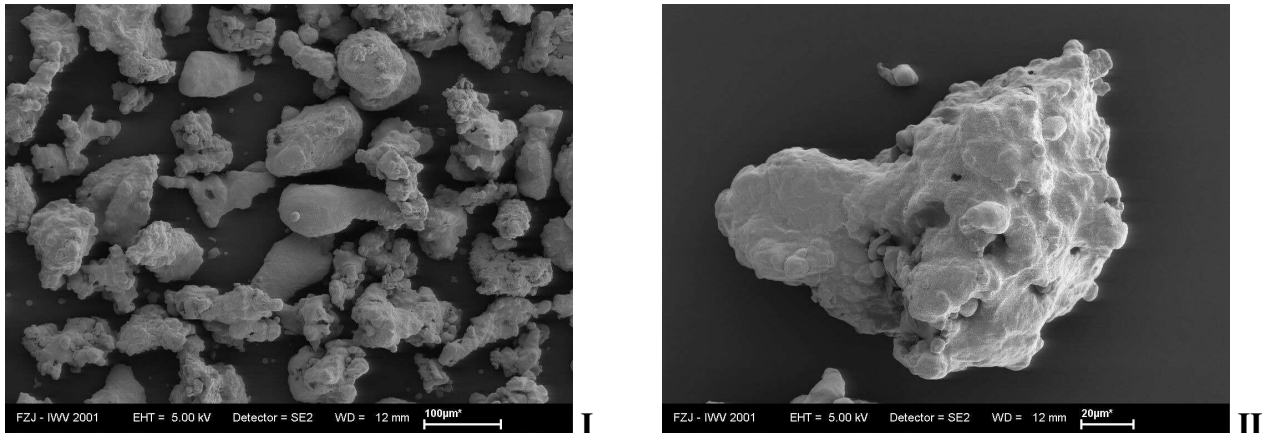


Abb. 3.4: SEM-Bilder - Cu-Pulver, MicroMet, < 100 μm ; I) Übersicht, II) einzelnes Korn, spratzig

Der Formfaktor wird durch die unregelmäßige Form und den dadurch im Vergleich zur umschlossenen Fläche vergrößerten Umfang beeinflusst. Dementsprechend wurde für diesen im Mittel nur ein Wert von 0.58 gemessen. Wiederum wird der Anteil an Kleinstpartikeln hierbei vernachlässigt.

▪ Pulver „MicroMet Cu_315“

Diese wasserverdünnte Pulversorte der Firma MicroMet überdeckt einen Größenbereich zwischen 80 und 315 μm und besteht ebenso zu einem großen Anteil aus unregelmäßig geformten Partikeln (s. Abb. 3.5). Neben dieser spratzigen Fraktion treten jedoch auch von der allgemeinen Form stark abweichende große, runde Partikel mit einem in Abb. 3.5 dargestellten repräsentativen Anteil auf.

Die Berechnung der Formfaktoren ergab, unter Vernachlässigung des Rundkornanteils mit Formfaktoren nahe 1, einen gemessenen Mittelwert von 0.6, wodurch die Äquivalenz zum Pulver MicroMet Cu_100 gegeben ist.

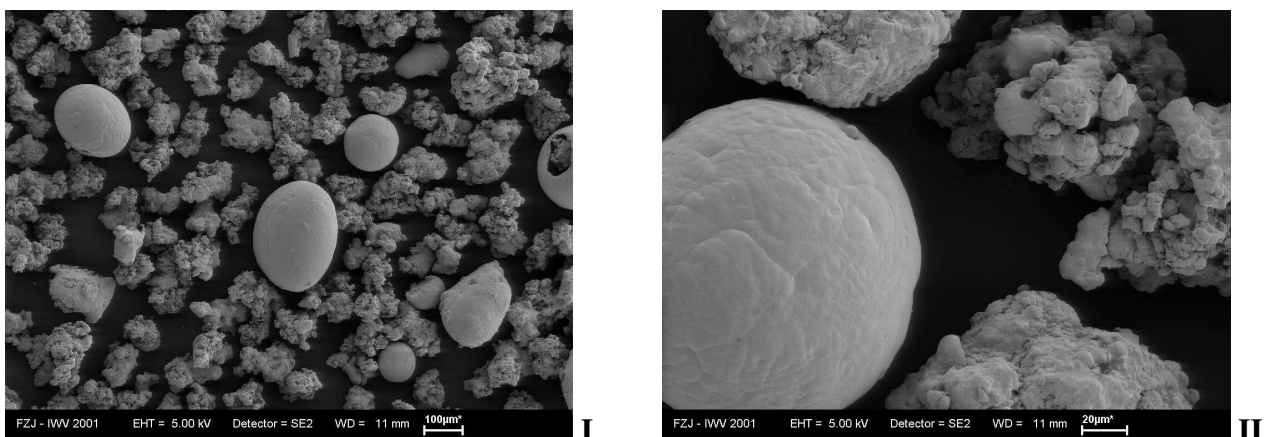
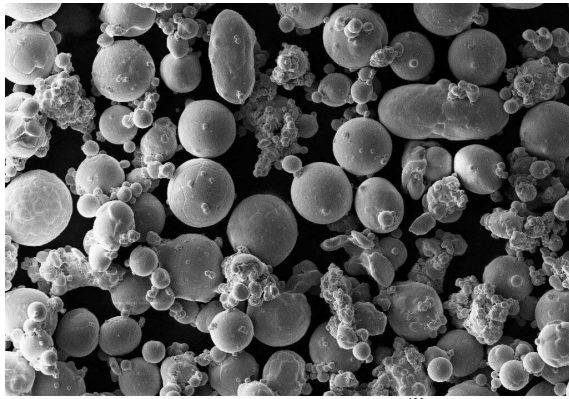


Abb. 3.5: SEM-Bilder - Cu-Pulver, MicroMet, 80-315 μm ; I) Übersicht, II) Vergleich zwischen rund und spratzig

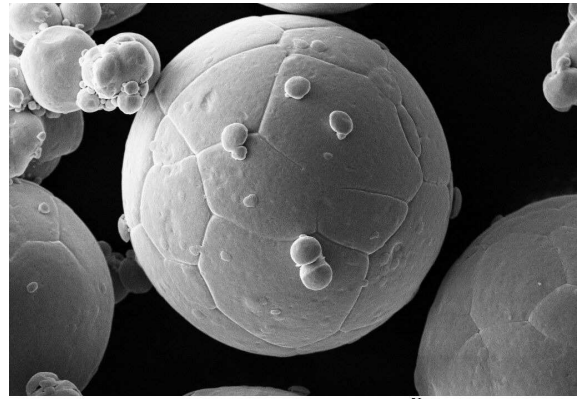
▪ Pulver „Praxair Surface Technologies“

Die Korngrößenverteilung dieses wasserverdünnten Werkstoffes erstreckt sich über Geometrien zwischen 45 und 75 μm . Die Zusammensetzung besteht zu einem überwiegenden Anteil aus

Rundpartikeln, woraus sich ein Formfaktor von 0.96 ergibt (s. Abb. 3.4). Des weiteren treten unregelmäßig geformte und aus mehreren kleinen Rundpartikeln mit Größen $<<45\text{ }\mu\text{m}$ zusammengesetzte Partikel auf. Die Miteinbeziehung dieser Partikel in den Formfaktor reduziert diesen im Mittel auf 0.76.



I



II

Abb. 3.6: SEM-Bilder - Cu-Pulver, Praxair Surface Technologies, 45-75 μm ; I) Übersicht, II) rundes Korn mit segmentierter Oberflächenstruktur

4 VORUNTERSUCHUNGEN ZUR HERSTELLUNG VON GRADIERTEN ZWISCHENSCHICHTEN

4.1 FERTIGUNG MITTELS NIEDRIGDRUCK-PLASMASPRITZEN (LPPS)

4.1.1 WICHTIGE EINFLUSSGRÖSSEN BEI DER SPRITZSCHICHTHERSTELLUNG

Die grundlegende Frage nach dem Einfluss der Partikelgröße betrifft sowohl das Schmelz- als auch das nachfolgende Depositionsverhalten des Werkstoffes. Die Analyse dessen erfolgte unter anderem anhand der Bestimmung der Verweildauer des Pulvers (s. Kap. 3) in der Plasmafackel. Insbesondere Wolfram stellt hierbei aufgrund seiner hohen Dichte und seines hohen Schmelzpunktes eine besondere Herausforderung im Hinblick auf die Optimierung der Parameter dar.

Unter Verwendung des Niederdruck-Plasmaspritzens wurden bei variierenden Argon-Trärgasströmen der Plasmaflamme Wolframpulver in der Größenordnung von $5.5\text{ }\mu\text{m}$ und $20\text{--}30\text{ }\mu\text{m}$ zugeführt. Die Höhe des dabei an die einzelnen Partikel übertragenen Impulses bestimmt sich als Funktion sowohl der Geschwindigkeit und der Dichte des Gasstromes als auch der Partikeldichte und -geometrie. Zudem ist dieser Impuls ein Charakteristikum für die Verweildauer der Partikel in der Plasmaflamme. Dementsprechend weisen große und schwere Partikel einen hohen Impuls auf, werden bei der Durchquerung der Plasmafackel kaum beeinflusst und sind durch einen frühzeitigen Austritt aus dieser gekennzeichnet.

Der dabei auftretende Austrittswinkel steht ebenso in Proportionalität zur Durchflussmenge des Trärgases und kann über diese bestimmt werden. Die Ergebnisse zeigten jedoch, dass ein für die Anlage minimaler Trärgasstrom von 0.7 SLPM (= Standard Liter pro Minute) erforderlich ist, um ein akzeptables Partikelverhalten im Plasmagasstrom zu erhalten. In Abhängigkeit der Partikelgröße variiert der Austrittswinkel dennoch zwischen $1\text{--}5^\circ$ für kleine Pulvergrößen und $20\text{--}30^\circ$ für das $20\text{--}30\text{ }\mu\text{m}$ große Pulver. Dieser Effekt tritt unabhängig von der Zuführungsposition auf, wobei eine geringfügige Optimierung durch die Zufuhr von oben erzielt wird (s. Abb. 4.1).

Basierend auf diesem Analysenergebnis, welches die Verwendung kleinstmöglicher Wolfram-Partikel fordert, wurde unter Berücksichtigung der Schmelzpunkte und Schmelzenthalpien ($H_{\text{Cu}} = 13.14\text{ kJ/mol}$, $H_{\text{W}} = 35.4\text{ kJ/mol}$) und in experimentellen Versuchen eine Auswahl für Kupfer getroffen. Ein Optimum der Kombination aus Auftragsleistung und Schichtqualität wurde dabei durch die Kombination mit Cu-Partikelgrößen im Bereich von $40\text{--}50\text{ }\mu\text{m}$ bei einem Argon-Gasdurchfluss von 1 SLPM erzielt. Die für beide Werkstoffe erzielten Förderquoten wurden in linearer Abhängigkeit der Fördergeschwindigkeit ermittelt und ergeben sich bei einer Dosiertellergeschwindigkeit des Pulverförderers von 4 RPM (= Rotationen pro Minute) zu:

- Kupfer: 2.66 g/min
- Wolfram: 10.84 g/min

Charakteristisch für die Verwendung von Kupfer ist die grünliche Färbung der Plasmaspitze (s. Abb. 4.1, rechts). Diese verdeutlicht, dass die Partikel in einem breit gefächerten Strahl in Richtung des Substrates beschleunigt werden. Unter Berücksichtigung des sich daraus

ergebenden Unterschiedes zum wohl definierten und in dem zuvor bestimmten Winkelbereich zwischen 1 und 5° zu findenden Wolfram-Strahl, wird die Struktur des Schichtaufbaus bereits vorgegeben. Deren Zusammensetzung besteht, aus einer wechselnden Abfolge gleichzeitig aufgetragener W/Cu-Schichten und darauf folgender, reiner Cu-Überzüge.

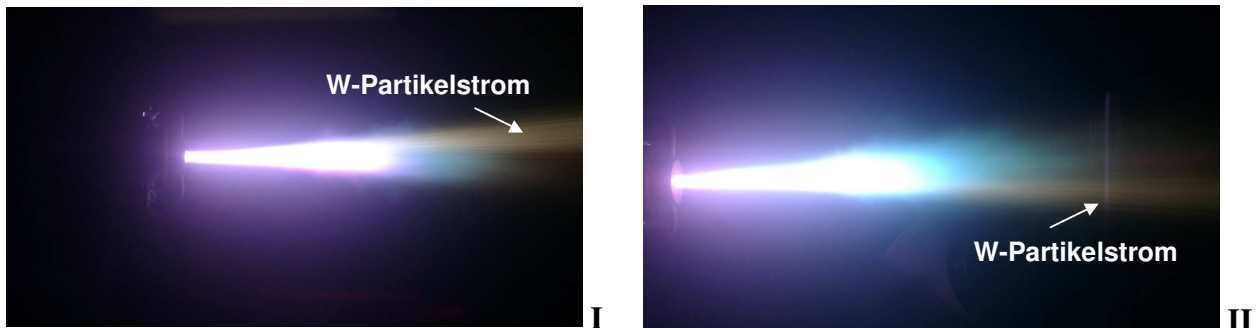


Abb. 4.1: Wolfram in der Plasmafackel (5.5 μm), I) Austritt in geringem Winkel nach oben; II) Kombination von Wolfram (5.5 μm) und Kupfer (40-50 μm , grünlicher Färbung) bei gleichen Parametern – Austritt von Wolfram nach unten bei Zuführung von oben

4.1.2 HERSTELLUNG VON WOLFRAM-SCHICHTEN

Die besten Ergebnisse in bezug auf das Schmelzverhalten der Pulverpartikel werden bei einer Leistung der Anlage von 47-48 kW und Plasmagaszusammensetzung aus 40 SLPM Argon und 10 SLPM Wasserstoff erzielt. Unter Variation weiterer Parameter wurden Schichten mit einer Dicke von ca. 400 μm gefertigt. Diese weisen, ungeachtet in geringer Anzahl auftretender, lokalisierter, größerer Fehlstellen, eine optisch ermittelte Porosität < 5% auf (s. Abb. 4.2). Eine geringfügige Erhöhung der Spritzdistanz bewirkt eine höhere Werkstoffdichte in substratnahen Regionen in der Größenordnung von ca. 200-250 μm . Dem entgegen steht die Erhöhung der Oberflächenrauigkeit, welche ebenso aus der Erhöhung der Spritzdistanz resultiert. Basierend auf diesen Erkenntnissen wurde eine niedrigere Spritzdistanz von 250 mm gewählt, welche es ermöglicht die Werkstoffdichte durch die Zugabe von Kupfer zu erhöhen und große Oberflächenrauigkeiten zu vermeiden.

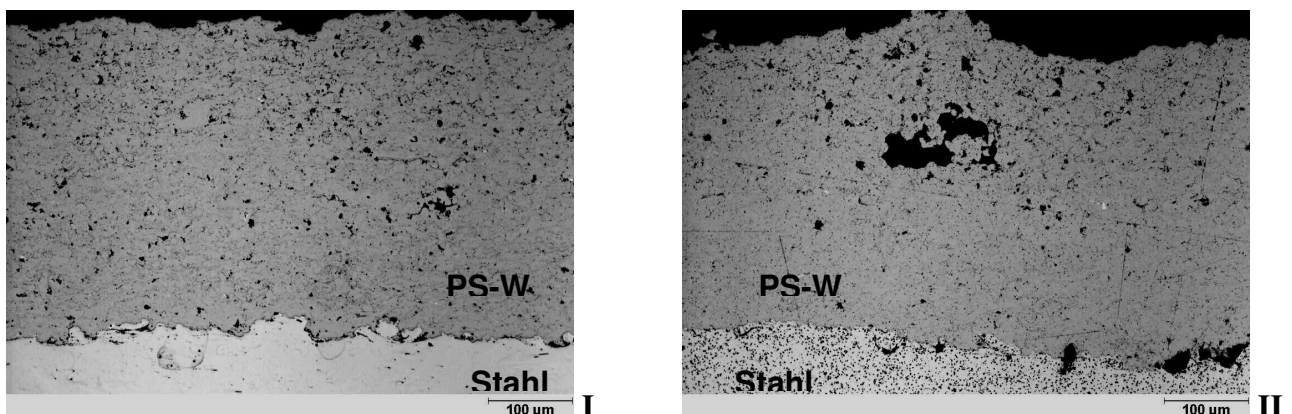


Abb. 4.2: LM-Bilder - plasmagespritztes Wolfram, I) Spritzdistanz 250 mm, II) Spritzdistanz 275 mm

Die zu beschichtende Oberfläche des Stahlsubstrates wurde mittels Sandstrahlens vorbehandelt, um eine Erhöhung der Oberflächenrauigkeit und damit verbunden eine Verbesserung der mechanischen Haftung zu erreichen. Unebenheiten der Kontaktfläche werden durch die aufgetragene W-Schicht kompensiert und mit Ausnahme kleiner, kaum vermeidbarer

Unregelmäßigkeiten sind keine weiteren Störfaktoren erkennbar (s. Abb. 4.2). Bei einer identischen Präparation des zur Modulfertigung verwendeten Wolframsubstrates, können die mit den Stahlsubstraten erzielten Ergebnisse direkt übertragen werden.

4.1.3 HERSTELLUNG VON WOLFRAM/KUPFER-VERBUNDWERKSTOFFEN

Die Fertigung eines plasmagespritzten Verbundwerkstoffes aus Wolfram und Kupfer erfolgte auf zwei Arten:

1. Zuführung von Reinmaterialien über zwei kombinierte Pulverfördersysteme

Dieser Variante gilt das Hauptaugenmerk aufgrund der Variabilität der Schichtzusammensetzung während des Herstellungsprozesses und einer Verringerung des Materialaufwandes. Die jeweilige Förderrate ergibt sich unter Berücksichtigung der in Kap. 4.1.1 bestimmten Förderleistung und experimenteller, den Wirkungsgrad betreffender Untersuchungen.

2. Aus vorgefertigten Pulvermischungen hergestellte Verbundwerkstoffe

Vorgemischte Pulver besitzen den Nachteil der fehlenden Variabilität durch die Vorgabe einer bestimmten Zusammensetzung. Des weiteren wird eine Kompromisslösung für die Durchflussmenge des Fördergases erforderlich.

▪ Einheitliche Schichten

Tab. 4.1 enthält eine Auflistung der aus beiden Herstellungsprozessen resultierenden Schichteigenschaften. Die gravimetrische Bestimmung der Dichte bei Raumtemperatur erfolgte ohne Einflussnahme weiterer Wärmebehandlungen direkt nach der Herstellung. Der Cu-Gehalt und die Porosität wurden anhand metallographischer Schlitte unter Verwendung des Bildanalyseprogrammes „KS-400 3.0“ von Zeiss optisch ermittelt.

Tab. 4.1: Schichteigenschaften von W/Cu-Verbunden

Herstellung	Cu-Gehalt [%]	Dichte [g/cm ³]	optische Porosität [%]	Auftragsrate [µm/Zyklus]
separat	26	15.16	1.67	5.2
vorgemischt	25.4	12.76	5.8	7

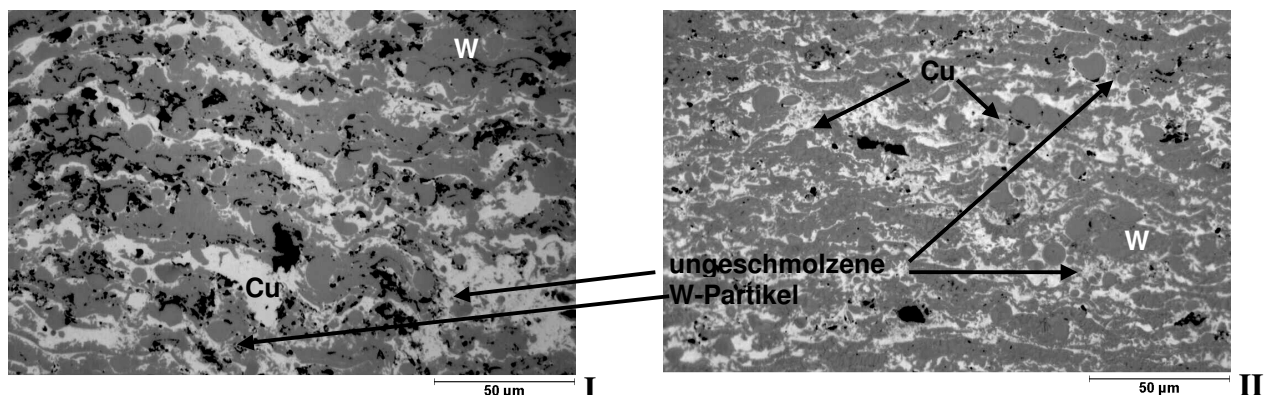


Abb. 4.3: LM-Bilder von Schichtstrukturen zweier W/Cu-Schichten mit einem Cu-Anteil von 25-26Vol% und einem hohen Anteil eingebetteter, ungeschmolzener W-Körner; I) vorgemischte Pulver, II) separate Pulverzuführung

Der Vergleich zeigt, dass bei getrennter Pulverzuführung eine Erhöhung der Dichte um 2.4 g/cm^3 erreicht wird. Dies bestätigt die Reduktion der optisch bestimmten Porosität und bedeutet eine Annäherung des Wertes an die theoretische Dichte von 16.6 g/cm^3 . Daran orientiert folgt daraus eine archimedische Porosität $\sim 8.6\%$.

Mikrostrukturelle Unterschiede beider Herstellungsverfahren finden sich in der gegensätzlichen Phasenverteilung. Vorgemischte Pulver tendieren zur Konzentration und Separation von Wolfram- und Kupferphase. Bei separater Pulverzuführung des reinen Wolfram- und Kupfermaterials tritt hingegen eine annähernd homogene Verteilung auf (s. Abb. 4.3), welche der Mikrostruktur einer Cu-infiltrierten Probe nahe kommt (s. Abb. 4.4). Dies ist zudem die Grundlage für eine Reduktion der vorwiegend in der Wolfram-Phase auftretenden Porosität. Beide Effekte, sowohl die Erhöhung der Homogenität der Phasenverteilung als auch die Reduktion der Porosität führen zur Verbesserung des thermophysikalischen und –mechanischen Werkstoffverhaltens.

Unabhängig vom Herstellungsprozess wurde die Struktur durch einen Anteil ungeschmolzener, in die Struktur eingebetteter Wolfram-Partikel charakterisiert. Die Partikelgröße variiert über die gesamte Bandbreite des eingesetzten Pulvers. Mögliche Ursachen hierfür sind ein frühzeitiger, jedoch in Anbetracht des in Kap. 4.1.1 gezeigten Teilchenstromes unwahrscheinlicher Austritt der Partikel aus der Plasmaflamme und eine Abschirmungswirkung durch andere Teilchen, z.B. durch Bildung von Agglomeraten. Letzteres ist eine direkte Folgerung aus der mikrostrukturellen Betrachtung des Wolfram-Pulvers in Kap. 3.2. Auswirkungen auf die thermischen und mechanischen Eigenschaften sind mit Ausnahme einer geringfügigen Partikelverstärkung durch den relativ geringen Anteil nicht zu erwarten.

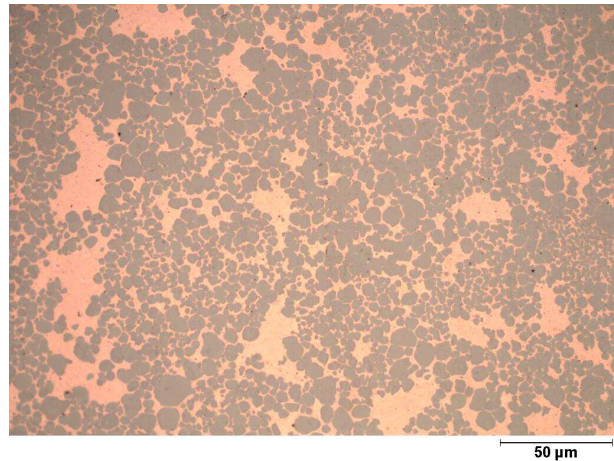


Abb. 4.4: LM-Bild der Schichtstruktur eines Cu-infiltrierten Werkstoffes der Fa. Planssee AG; durchgehende Cu-Struktur und schlechte Bindungen der W-Partikel untereinander

▪ Gradientenschichten

Die Fertigung gradiertter Systeme diene einerseits der Überprüfung der prinzipiellen Machbarkeit am praktischen Beispiel (s. Abb. 4.5). Diese repräsentieren jedoch nicht zwangsweise den Gradientenverlauf, durch welchen eine maximale Reduktion der Spannungen in einem Werkstoffverbund erreicht wird.

Andererseits wurde bei unterschiedlichen Mischungsverhältnissen der Einfluss des Transferred Arc Cleaning (TAC) auf das mikrostrukturelle Gefüge untersucht. Signifikante Auswirkungen wurden hierbei in Bereichen mit hohem Cu-Anteil ($>50\%$) in punkto Porosität erreicht, dessen optisch ermittelten Werte bei $\sim 0\%$ liegen. Dem entgegen erweisen sich Schichtregionen mit dominierendem W-Anteil im Hinblick auf deren Porosität, unabhängig vom Herstellungsprozess, näherungsweise als konstant. Dies bedeutet, dass durch den lokalen Wärmeübertrag des Lichtbogens an die hergestellte Schicht für niedrigschmelzende Werkstoffe eine Erhöhung der Dichte erreicht wird.

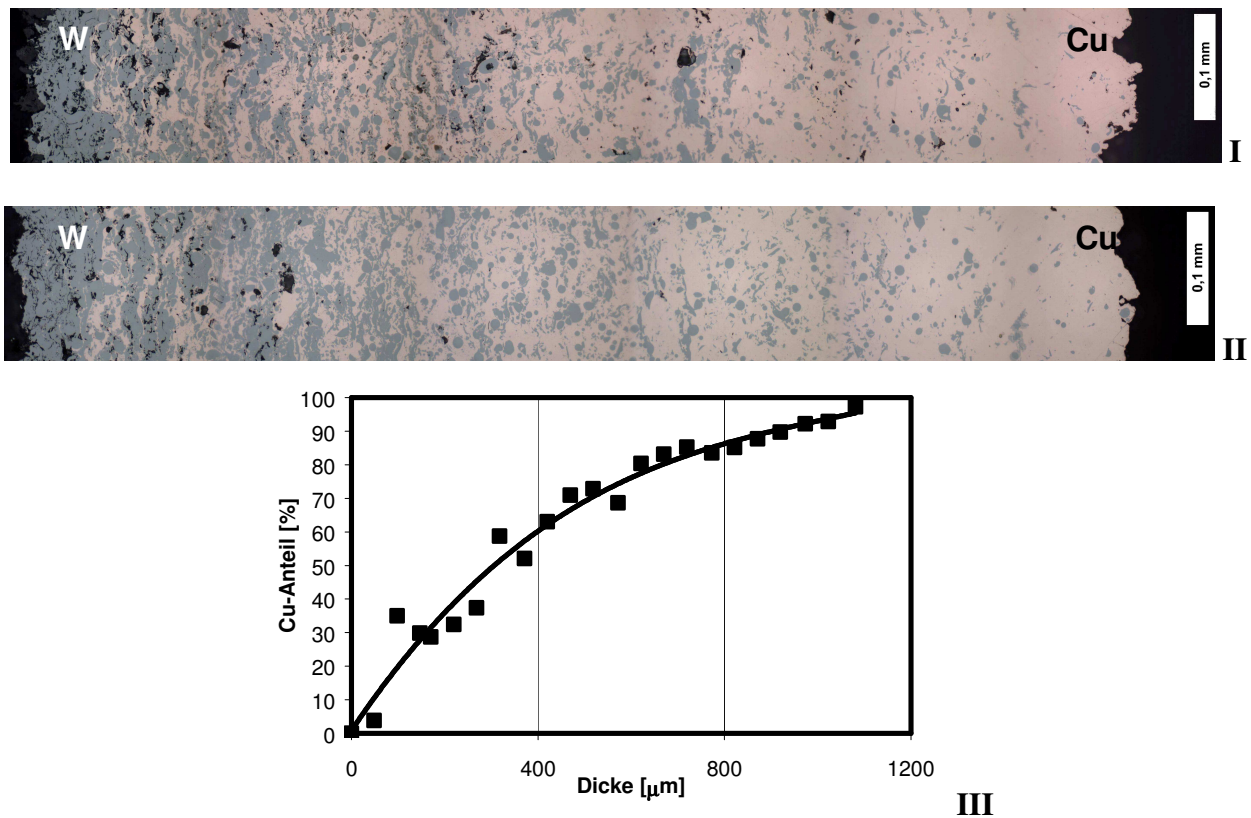


Abb. 4.5: LM-Panoramaaufnahmen gradierter Schichten, I) ohne Transferred-Arc-Cleaning (TAC), II) mit TAC; III) Diagramm des Mischungsverlaufes für steigenden Cu-Anteil des Gradienten mit TAC

▪ Oxidation und Kornstruktur

Die Versuchsdurchführung unter Niedrigdruck und der Gebrauch von TAC garantieren eine Minimierung des Fremdpartikel- und Oxidgehalts im hergestellten Werkstoffverbund. Verifiziert wurde dies anhand von EDX-Analysen der W/Cu-Strukturen, worin neben Wolfram und Kupfer lediglich im Hintergrundrauschen angesiedelte und zu vernachlässigende Sauerstoffpeaks detektiert wurden (s. Abb. 4.6). Demzufolge wird aufgrund des Fehlens thermisch isolierender Oxidschichten innerhalb der Phase und an den Phasenübergängen ein optimales Werkstoffverhalten gewährleistet.

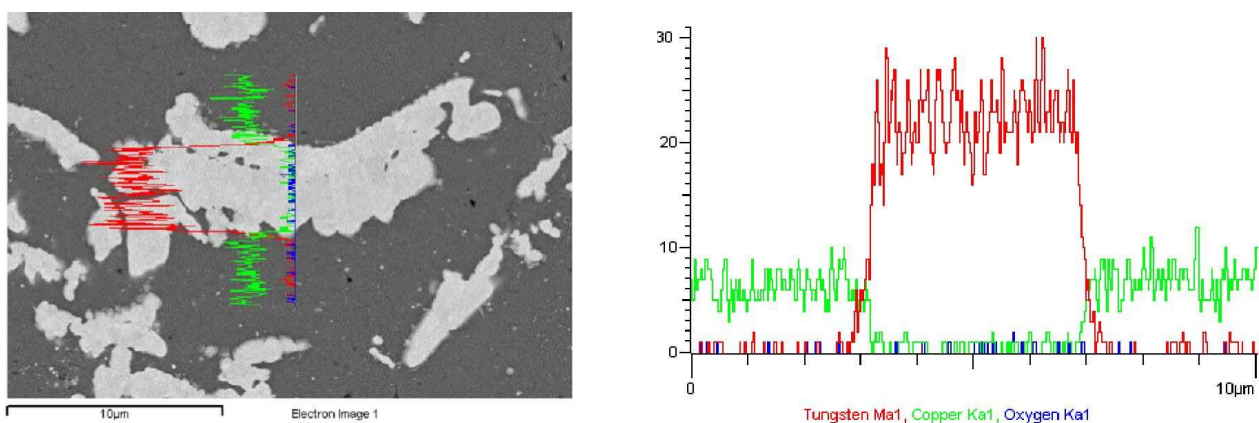


Abb. 4.6: REM-Bild und Linienprofil an einem eingebetteten, geschmolzenen Wolfram-Partikel zur Bestimmung der Zusammensetzung und des Oxidgehaltes

Das Kornwachstum und die Kornorientierung in der Wolfram-Phase des Verbundwerkstoffes, resultierend aus dem Herstellungsprozesses, zeigt ein differenziertes Verhalten (s. Abb. 4.7). In geschmolzenen Partikeln bildet sich eine zumeist längliche Kornstruktur aus, deren Vorzugsrichtung normal zur Oberfläche des wiedererstarrten Partikels liegt. Im Gegensatz dazu besteht die Kristallstruktur ungeschmolzener Partikel zu einem überwiegenden Teil aus einem einzigen Korn mit definierter Orientierungsrichtung. Dies bestätigt die zuvor konstatierte, weitgehende Abschirmung dieser Teilchen gegenüber äußerer thermischer Beeinflussung.

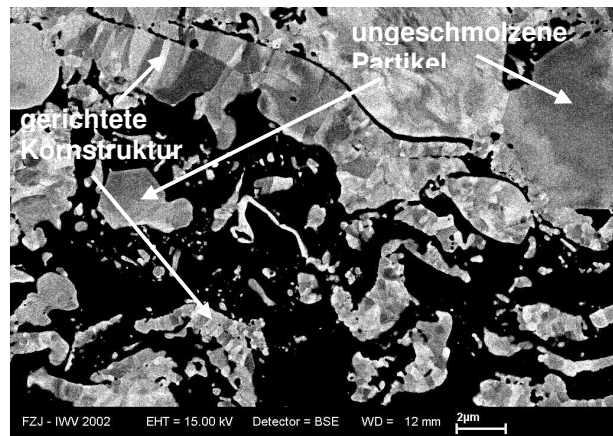


Abb. 4.7: REM-Bild des W/Cu-Verbundes; Kornwachstum und Ausbildung einer Vorzugsrichtung in der auf- und ungeschmolzenen W-Phase

4.1.4 ZUSAMMENFASSUNG

Ein Optimum in der Fertigung eines W/Cu-Verbundwerkstoffes anhand des LPPS-Prozesses wird durch die Verwendung von Reinmaterialien unter separater Pulverzuführung erreicht. Die für reines Wolfram ermittelten Parameter werden dabei auf alle W/Cu-Zusammensetzungen angewendet. Die Pulvereinbringung erfolgt für Wolfram von oben und für Kupfer dem entgegengesetzt von unten in den selben Bereich der Plasmaflamme. Das dafür erforderliche Kupfer-Pulver steht in einem Größenverhältnis von ca. 8:1 zum Wolfram-Pulver. Die weiteren Parameter für den Spritzvorgang sind

- ein Spritzabstand von 250 mm
- eine über den Plasmastrom geregelte Leistung von 47-48 kW
- ein Plasmagasstrom von 40 SLPM (Standard Liter pro Minute) Argon und 10 SLPM Wasserstoff
- ein Trägergasstrom von 1 SLPM Argon für Cu und 0.7 SLPM Argon für W
- eine je nach Mischungsverhältnis für beide Werkstoffe unabhängig voneinander zwischen 0.5 und 6 RPM (Rotationen pro Minute) variierende Fördergeschwindigkeit für den Dosierteller des Pulverförderers
- der zusätzliche Einsatz von „Transferred Arc Cleaning“ (TAC) mit Strömen bis zu 10 A

Die Studie zur Bestimmung des Potentials beschichteter Pulver in der Fertigung gradiertter W/Cu-Verbunde anhand des LPPS-Verfahrens und deren Ergebnisse werden im Anhang näher erläutert.

4.2 FERTIGUNG MITTELS DIREKTEM LASERSINTERN

4.2.1 EINFÜHRUNG UND BESCHREIBUNG DER VERSUCHSANLAGE

Im Gegensatz zum LPPS-Verfahren stellt das direkte Lasersintern auf dem Gebiet der Herstellung von Wolfram bzw. Wolfram/Kupfer-Verbundwerkstoffen einen vollkommen

unerforschten Fertigungsprozess dar. Das Hauptaugenmerk der Studien liegt deshalb in der Evaluierung anlagentechnischer und materialspezifischer Möglichkeiten. Nachfolgende pulverspezifische Analysen, die Fertigung einheitlich zusammengesetzter W/Cu-Schichten und die Ermittlung des mikrostrukturellen Gefüges sind weitere Bestandteile der Untersuchungen. Hierbei werden Aussagen über zu erwartende werkstoffspezifische Materialdaten getroffen und mögliche Grenzen des Verfahrens diskutiert.

Die technische Ausrüstung der verwendeten Anlage besteht aus folgenden Hauptbestandteilen:

- CO₂-Laser mit einer maximalen Leistung von 3 kW
- Spindelförderer zur Einbringung des Pulverwerkstoffes
- Standardmäßige Verwendung einer einzelnen, seitlich angeordneten Düse
Diese ermöglicht einen definierten, wenngleich stark richtungsabhängigen Schichtaufbau (vgl. Kap. 2.1.2).
- Kunststoffkammer mit variablem Luftreservoir
Variation der atmosphärischen Bedingungen von Luft bis Inertgasatmosphäre. Zusätzliche Zuführung von Inertgas über den Pulverförderer und mittels Laserkühlung.

4.2.2 HERSTELLUNG VON WOLFRAM-SCHICHTEN

Die Fertigung von reinen Wolfram-Schichten bzw. -Strukturen bedarf sehr hoher Temperaturen und Leistungsdichten, um einen Übergang des Materials in seine Schmelzphase zu gewährleisten. Diese Voraussetzungen sind nur unter Verwendung eines hochschmelzenden Werkstoffes als Substratmaterial gegeben, dessen Siedepunkt über der Schmelztemperatur von Wolfram liegt. Demzufolge ist bei Betrachtung des Werkstoffsystems Wolfram/Kupfer eine Fertigung auf Kupfer auszuschließen, wodurch in den wolframspezifischen Analysen nur Wolframsubstrat zum Einsatz kommt. Für diese Experimente werden Pulver der mittleren Größenordnung 5.5 µm verwendet, die ein vollständiges Aufschmelzen des eingebrachten Materials gewährleisten.

Ein entscheidender Parameter ist das Reflexionsvermögen des Werkstoffes, welches direkten Einfluss auf den Anteil an eingekoppelte Lichtenergie ausübt. Demnach erhöhen matte und grobstrukturierte technische Oberflächen, z.B. eines gebeizten Wolfram-Blech, den Prozentsatz absorbiertener Energie. Äquivalente Ergebnisse liefern vorgeheizte Metallsubstrate bzw. -schmelzen [108] sowie im Infrarotbereich oxidierte Oberflächen [109]. Ein Anschleifen der Oberfläche führt hingegen dazu, dass trotz maximaler Laserleistung kein makroskopisch sichtbarer Einfluss auf das Substrat ausgeübt wird.

Unter der Randbedingung eines Wolfram-Substrates bei Raumtemperatur, erfolgt die Erzeugung eines Schmelzbades durch die Nutzung einer Laserleistung von 3 kW und einer Vorschubgeschwindigkeit von 1.25 mm/s. Zusätzlich wird der Fokus des Laserstrahls um ~7.5 mm in positiver z-Richtung, der Richtung des Schichthöhenwachstums

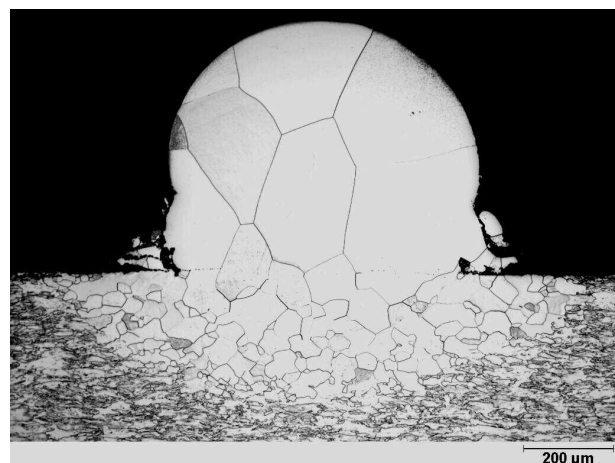


Abb. 4.8: LM-Bild des Querschliffes eines einzelnen W-Steges (3 Lagen) auf W-Substrat; Pulver: 5.5 µm; Kornwachstum in der aufgebauten Struktur

verschoben bzw. defokussiert. Die damit erzeugte Rekristallisierungszone und damit der mikrostrukturell sichtbare Wärmeeinfluss im Substrat reicht in eine Tiefe von ca. 300 µm. Durch diese Parameterabstimmung wird eine Schädigung des Substrats weitgehend vermieden und die Größe des Laserspots maximiert, um die bestmögliche Auftragsleistung zu gewährleisten.

In der Fertigung von Mehrschichtsystemen (s. Abb. 4.8 und Abb. 4.9) reduziert sich die benötigte Laserleistung ab der zweiten aufgetragenen Schichtlage auf 2,5 kW. Ursachen dafür sind die Erhöhung der Substrattemperatur und ein in seinen Richtungen eingeschränktes Wärmeleitungsvermögen aufgrund der generierten Stegstruktur. Die Verringerung des Wärmeübertrages an den Werkstoff trägt zu einer Verringerung der Ausbildung einer großvolumigen Wärmeeinflusszone des Wolfram-Systems bei.

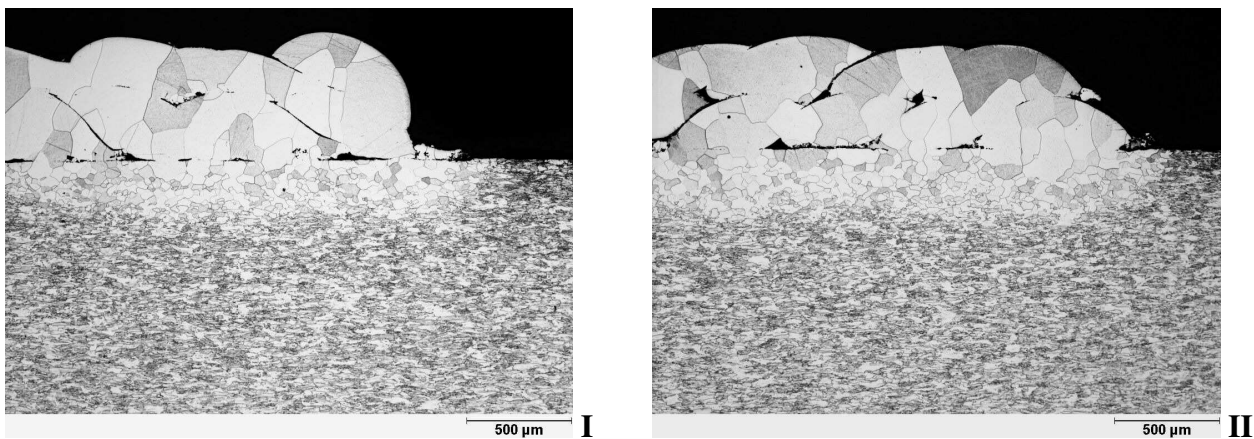


Abb. 4.9: LM-Bilder von Wolfram-Schichten mit Porositäten zwischen den Lagen und zwischen Schicht und Substrat; 2 Lagen I) ohne Offset für die 2. Lage, II) mit Offset um die halbe Spurbreite

Die Verfahrensführung erfolgt in Argon-Atmosphäre, um Oxidationsreaktionen und atmosphärisch bedingte Porositäten zu vermeiden. Des Weiteren wird Helium sowohl über die Pulverförderanlage zugeführt, als auch zur Kühlung des Lasers verwendet. Der Einsatz von Helium mindert auftretende Plasmareaktionen der Werkstoffe und gewährleistet damit eine möglichst hohe Nutzung der eingebrachten Wärmeleistung.

Für Wolfram besteht zudem ein Zusammenhang zwischen Wachstumsrate und verwendetem Trägergas [110]. Die erbrachte Auftragsleistung beträgt $\sim 0.6 \text{ cm}^3/\text{h}$ bei einer Förderrate von 5.9 g/min. Diese entspricht bei einer maximal möglichen Auftragsleistung von $18.3 \text{ cm}^3/\text{h}$ einer den effektiven Nutzung des eingebrachten Werkstoffes von $\sim 3\%$. Das nicht aufgetragene, großteils ungeschmolzene Pulver wird in der Prozesskammer abgelagert. Die Rückgewinnung des Ausgangsmaterials erfolgt durch Siebprozesse, in welchen die ursprüngliche Größenfraktion wiederhergestellt wird. Der Prozentsatz des Rückgewinnungsanteils erreicht Werte von über 90%.

In den gefertigten Schichtstrukturen wird innerhalb eines aufgetragenen Steges eine hohe Dichte erzielt. Die ebenso auftretenden Rauigkeiten an den Seitenflächen beschränken sich in der Betrachtung einzelner Stege auf die Randbereiche der ersten Schicht, welche des weiteren eine unvollkommene Bindung zum Substrat kennzeichnet (s. Abb. 4.8). In der Mikrostruktur flächiger Wolfram-Schichten finden sich zudem Poren (s. Abb. 4.9). Sowohl jene zwischen Schicht und Substrat, als auch jene zwischen einzelnen Schichtlagen und sich überlappenden Stegen lassen sich jedoch durch die Variation des Überlappungsverhältnisses auf ein Minimum reduzieren.

Das Hauptproblem bei der Deposition von Wolfram stellt jedoch das auftretende Kornwachstum dar. Kornwachstum bedeutet eine Reduktion der mechanischen Festigkeit in Form der Versprödung des Werkstoffes und ist ein Resultat der hohen eingebrachten Wärme und des raschen Abkühlvorgangs. Dieser Vorgang beginnt bereits in der Rekristallisierungszone des Substrates durch die Bildung grober, vergrößerter Kornstrukturen und es erfolgt ein direkter Übergang zum aufgebauten Material. In diesem bilden sich Körner in einem Größenbereich von 100 μm bis über 500 μm . Eine Möglichkeit dieses Wachstum zu kontrollieren, wäre die Integration von Störelementen durch die Verwendung von Legierungen, z.B. W-La₂O₃ oder W-Re, um Werkstoffe aus der Fusionsforschung zu nennen.

4.2.3 HERSTELLUNG VON WOLFRAM/KUPFER-WERKSTOFFVERBUNDEN

Die Charakteristik des direkten Lasersinterns ermöglicht zwei auf gegensätzlichen Voraussetzungen basierende Herstellungskonzepte für Wolfram/Kupfer-Verbunde. Einerseits die Fertigung eines Schichtverbundes beginnend auf einem Wolfram-Substrat, andererseits die Verwendung von Kupfer bzw. einer Kupferlegierung als Basiswerkstoff.

▪ Herstellung auf Wolfram-Substrat

Um ein Aufschmelzen des Substratmaterials zu gewährleisten, erfordert diese Variante zur Fertigung von Wolfram/Kupfer-Verbunden die in Kap. 4.2.2 ermittelten Parameter. Dabei treten im Schmelzbad, welchem vorgemischte Pulverzusammensetzungen zugeführt werden, Temperaturen über 3430°C auf. Dies führt, wie zuvor gezeigt, zu einem vollständigen Aufschmelzen des eingebrachten Wolframanteiles. Für die zugeführte Kupferphase hingegen bedeutet dies eine thermische Belastung, welche den bei 2567°C liegenden Siedepunkt des Materials übersteigt.

Die Reaktion der Cu-Phase im Prozessablauf wird dementsprechend durch Verdampfungsreaktionen und Plasmazündungen gekennzeichnet. Deren Stärke variiert in Abhängigkeit der Cu-Pulversorte, -größe und -menge. Der daraus resultierende Schichtaufbau zeigt eine trapezförmige Querschnittsgeometrie einzelner Spuren (s. Abb. 4.10). Die so entstehenden Ablösungen in den Randbereichen und die Abflachung der Oberfläche jedes Steges bieten Raum für Porositäten im Schichtgefüge und widersprechen dem theoretischen Modell (s. Kap. 2.1.2).

Partielle Schichtablösungen sind großteils das Resultat eines ungenügenden Energieübertrages an das Substratmaterial, ausgelöst durch die abschirmenden Wirkung des gebildeten Plasmas. Mitunter verursacht jedoch auch die Ablagerung ungeschmolzener Cu-Partikel die Delamination der Schichten. Hierbei besteht ein direkt proportionaler Zusammenhang zwischen verwendeter Cu-Partikelgröße und angelagertem Material.

Die Mikrostruktur der Schichten zeigt im wesentlichen

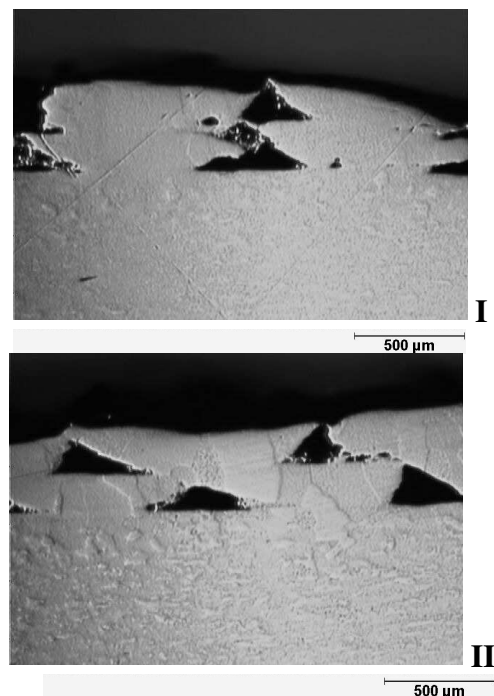


Abb. 4.10: LM-Bilder des Schichtaufbaus von W (5.5 μm) – Cu (< 32 μm , 25Vol%) auf Wolfram-Substrat: I) ohne Offset für die 2. Schicht, II) mit Offset um die halbe Spurbreite für die 2. Schicht

eine Unterteilung in zwei Bereiche. Einerseits bestehen die Stegstrukturen und somit das aufgebaute Material mit hoher Werkstoffdichte zu 100% aus Wolfram. Andererseits beinhalten die Oberflächen und die zwischen den Stegstrukturen gebildeten Porositäten, neben Wolfram zu einem geringen Prozentsatz auch Kupfer- und Oxidanteile (vgl. Tab. 4.2). Änderungen des prozentualen Kupferanteils im vorgemischten Ausgangswerkstoff zeigen keine Auswirkungen auf diese erhaltenen Ergebnisse.

Demzufolge limitieren die thermischen Eigenschaften von Kupfer den Verfahrensprozess, indem sie die Fertigung eines homogenen Aufbaus unter Aufschmelzung beider Phasen verhindern.

Tab. 4.2: EDX-Analyse des in Abb. 4.10 dargestellten Querschliffes der W/Cu-Schicht

Spektrum	C [%]	O [%]	Cu [%]	W [%]
1				100.00
2	6.46	3.01	4.86	85.68
3	5.70	2.76	8.13	83.41
4	28.49	10.73	5.08	55.70
Max.	28.49	10.73	8.13	100.00
Min.	5.70	2.76	4.86	55.70

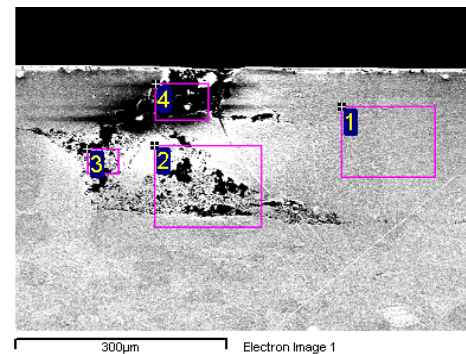


Abb. 4.11: REM-Bild der W/Cu-Schicht auf Wolframsubstrat; Querschliff mit EDX-Spots im aufgebauten Vollmaterial und in den zwischen den Spuren gebildeten Poren

■ Herstellung auf Kupfer-Substrat

Kupfersubstrat stellt bei Verwendung eines CO₂-Lasers aufgrund des hohen Reflexionsvermögens und seiner sehr guten thermischen Leitfähigkeit hohe Anforderungen an die Prozesstechnik. Zum einen erfolgt eine Einkopplung der Laserenergie nur zu ~0.5%. Dies bedeutet, dass der reflektierte Laserstrahl, welcher über 99% der Energie trägt, diese Energie an die Prozesskammer und die darin befindlichen Anlagenelemente abgibt. Konkret ist damit eine Gefährdung des Lasers, der Pulverdüse und in gewissem Maße auch der Prozesskammer selbst verbunden. Zum anderen wird die durch den Laser lokal deponierte Wärmeenergie aufgrund der hohen thermischen Leitfähigkeit von Kupfer effektiv und schnell von der Oberfläche abtransportiert und die Bildung eines Schmelzbades erschwert. Durch den Einsatz von Bronze-Substrat in den Vorversuchen werden diese Probleme teilweise umgangen, bzw. treten in stark reduzierter Form auf und können dadurch kontrolliert werden.

Die ermittelten Parameter wie Laserleistung, Auftragsgeschwindigkeit und Pulverförderrate besitzen eine große Bandbreite, über welche ein konstant hoher Standard in bezug auf Aufbau und Oberflächenqualität aufrecht erhalten wird. So sind die Ergebnisse zwischen 1.8 kW und 2.5 kW, sowie bei daran angepasster unterschiedlicher Defokussierung und Geschwindigkeit, annähernd äquivalent. Die Pulverförderrate variiert, je nach Wolfram-Gehalt, zwischen 3 und 6 g/min und die Auftragsrate erreicht Werte bis zu 3 cm³/h, woraus eine Pulverausbeute ≤ 10% gegeben ist.

Hierbei treten Unterschiede zwischen den einzelnen Werkstoffen auf. Diese äußern sich in einer Verringerung des Wolfram-Gehalts in der aufgetragenen Schichtstruktur im Vergleich zur eingebrachten Pulvermischung um 10 bis 50%. Diese Differenz verändert die Mischungskonzentration im überschüssigen Material und erschwert eine Rückgewinnung ähnlich jener für reine Werkstoffe. Eine Lösungsmethode besteht in der Verwendung unterschiedlicher Pulvergrößen. Anhand von Siebanalysen kann so eine Auftrennung der einzelnen Phasen mit minimalem Fremdkörperanteil und dessen Wiederverwertung erfolgen.

Eine Limitierung dieser Fertigungsverfahren basiert auf der maximal erreichten Prozesstemperatur. Diese liegt unterhalb der Schmelztemperatur von Wolfram und beschränkt dadurch die Möglichkeiten zur Bildung von Wolfram/Kupfer-Verbundwerkstoffen auf W-partikelverstärkte Cu-Strukturen. Das Zusammensetzungsverhältnis derartiger Werkstoffe wird durch einen maximal möglichen Prozentanteil der Wolframpartikel entsprechend der höchsten Packungsdichte begrenzt. Voraussetzung hierbei ist ein stabiler Zusammenhalt der Cu-Matrix. Des weiteren verliert mit zunehmendem W-Gehalt das Schmelzbad an Volumen, wodurch die Verfahrensführung schwieriger und die erreichte Schichthöhe reduziert wird.

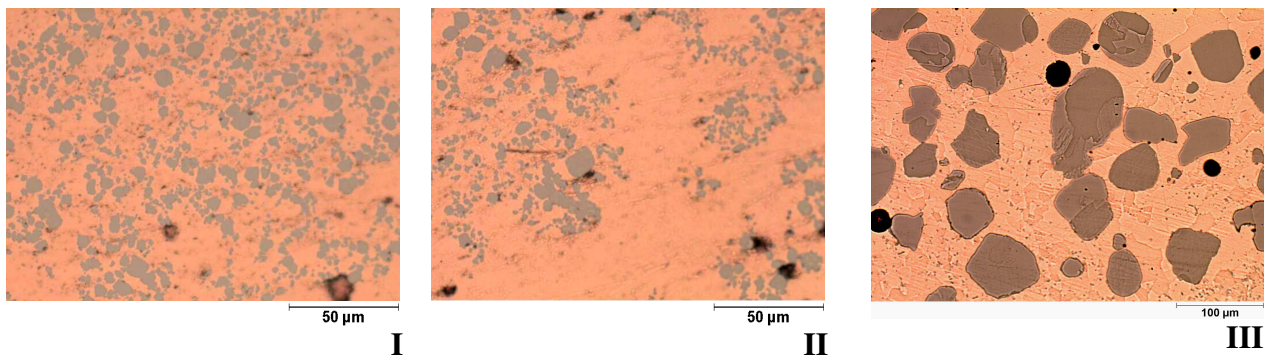


Abb. 4.12: LM-Bilder der Mikrostruktur lasergesinterter W/Cu-Schichten aus unterschiedlichem Grundmaterial; I) W (5.5 µm) und Cu (< 32 µm), homogene und II) inhomogene Bereiche; III) W (80-100 µm) und Cu (80-100 µm); künstliche, durch die Präparation hervorgerufene Porositäten

Die Partikelverteilung in der Mikrostruktur der gefertigten W/Cu-Verbunde zeigt unabhängig von der verwendeten Partikelgröße über weite Bereiche hohe Homogenität (s. Abb. 4.12). Ein partieller Verlust dieser Homogenität erfolgt aufgrund von Siedevorgängen in Kupfer sowie dessen Oberflächenspannungen. Beide führen zu einem gehäuftem Auftreten von Wolframpartikeln an der Oberfläche und zu große Bereiche reinen Kupfers. Durch ihre vergleichsweise geringe Masse sind dabei kleine Partikel diesen Vorgängen stärker ausgesetzt. Die Konsequenz besteht in der Verwendung von Pulvergrößen < 32 µm (s. Abb. 4.13). Einerseits werden so diesen Effekten weniger Angriffsmöglichkeiten geboten und dennoch eine möglichst hohe Partikelverstärkung im Werkstoff zu erreicht.

Die Benetzung der Wolfram-Partikel mit Kupfer führt zu einer guten Bindung zwischen diesen beiden Phasen. Diese wird durch die Vermeidung von Oberflächenoxidationen in einer Argon-Atmosphäre und durch Helium als Fördergas unterstützt. Im W/Cu-Verbundwerkstoff sind vorhandene Verunreinigungen nur auf Diffusionsprozesse im Grenzbereich zu dem verwendeten Fe-Al-Bronze-Substrat zurückzuführen (s. Abb. 4.14). Eine Beeinflussung der Materialeigenschaften der aufgebauten Struktur durch das Substrat beschränkt sich somit auf diesen Zwischenschichtbereich.

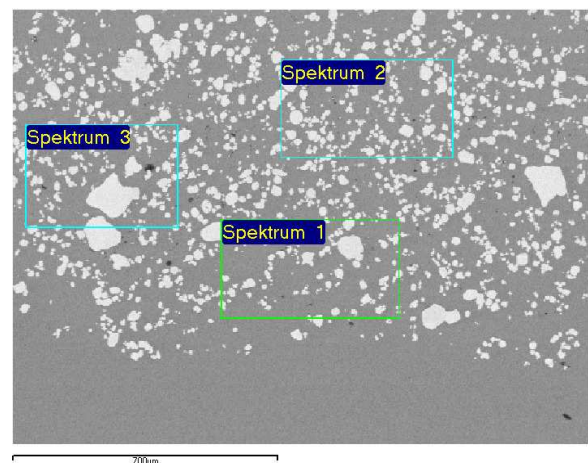


Abb. 4.13: REM-Bild einer W/Cu-Schicht gefertigt aus W (< 32 µm) und Cu (45-75 µm); homogene Bereiche und Übergang zum Fe-Al-Bronze-Substrat mit Ausbildung eines Gradienten; EDX-Spektren zur Untersuchung der Diffusionstiefe des Substratwerkstoffes

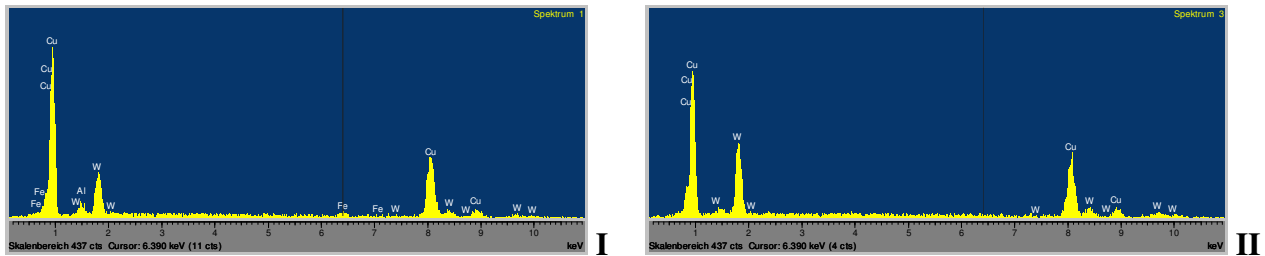


Abb. 4.14: EDX-Spektren im Bereich des Gradienten I) an der Grenzschicht zum Substrat, II) über dem vom Substrat beeinflussten Schichtbereich

4.2.4 ZUSAMMENFASSUNG

Der Herstellungsprozess für reine Wolframbeschichtungen anhand des direkten Lasersinterns findet in einem engen Parameterfenster statt. Die dabei erreichten Qualitätsmerkmale sind:

- hochdichte Strukturen
- eine gute Bindung zwischen Substrat und aufgetragener Schicht
- Kornwachstum hin zu Korngrößen $> 500 \mu\text{m}$
- Rauigkeiten und Schichtablösung in den Randbereichen
- Rissbildung im Substrat

Letztere lässt sich durch das Vorheizen des Substrates über die Spröd-Duktil-Übergangstemperatur, womit ebenso eine Reduktion der erforderlichen Laserleistung verbunden ist, großteils vermeiden.

Herstellung von W/Cu-Verbundwerkstoffen:

1. Wolfram-Substrat

Durch das Aufschmelzen von Wolfram und der dabei entstehenden Temperatur über 3430°C kann durch Verdampfen von Kupfer kein aus beiden Komponenten bestehender Schichtaufbau erfolgen.

2. Kupfer-Substrat

Für die Beschichtung mit Kupfer optimierte Parameter ermöglichen die Fertigung dichter und unter Einfluss der Partikelgröße homogener, partikelverstärkter W/Cu-Verbundwerkstoffe. Durch das fehlende Aufschmelzen der Wolfram-Phase ist der technisch realisierbare Wolfram-Gehalt an die Existenz einer stabilen durchgehenden Cu-Matrix gekoppelt und somit von der Packungsdichte der Wolfram-Partikel abhängig. Für kugelförmige, gleich große Wolfram-Partikel liegt diese bei $\sim 74 \text{ Vol}\%$. Aufgrund der Verwendung von teilweise unregelmäßig geformten Partikeln, deren Größe im Bereich $\leq 32 \text{ nm}$ variiert, wird die Packungsdichte erhöht. Als oberes Limit wird ein Wolfram-Anteil von $\sim 80 \text{ Vol}\% \text{Cu}$ angenommen.

Weitere Untersuchungsergebnisse für beschichtete Pulver und deren Möglichkeiten zur Fertigung gradierter W/Cu-Verbundwerkstoffe werden im Anhang beschrieben.

5 PROBENFERTIGUNG UND CHARAKTERISIERUNG VON W/CU-SCHICHTWERKSTOFFEN

5.1 HERSTELLUNG MIT NIEDRIGDRUCK PLASMASPRITZEN (LPPS)

5.1.1 CHARAKTERISIERUNG DER MIKROSTRUKTUR

Die in Kap. 4.1 beschriebenen Voruntersuchungen bilden die Grundlage für die Herstellung von W/Cu-Proben mit dem LPPS-Verfahrens. Auf einer Beschichtungsfläche von jeweils $50 \times 50 \text{ mm}^2$ (Stärke 50 mm) wurden vier Proben mit unterschiedlichen Cu-Gehalten (etwa gestuft um 20%) hergestellt (s. Abb. 5.1). Die Beschichtung erfolgt auf Graphitsubstraten, was die mechanische Abtrennung der W/Cu-Proben vereinfachte.

Die Bestimmung der tatsächlichen Schichtzusammensetzung und der optisch sichtbaren Porosität im Gefüge erfolgte anhand metallographischer Schliffbilder mittels des Bildanalyseprogrammes „KS400 3.0“. Sowohl Rasterelektronen- als auch der Lichtmikroskopiebilder wurden zur Auswertung herangezogen und die reale Schichtzusammensetzung als Mittelwert der gemessenen Prozentanteile definiert (s. Tab. 5.1). Die ermittelten Werte weichen zwischen 2 und 8 Prozent von den theoretisch erwarteten Zusammensetzungen ab. Diese Erfahrungen erlaubten die Ableitung eines Zusammenhanges zwischen der Beschichtungsrate und der Zusammensetzung des Probenkörpers.

Tab. 5.1: Plasmagespritzte Proben – optisch gemessene Porosität und prozentualer Cu-Anteil

Bezeichnung	Lichtmikroskopie		REM		Mittelwert		Angestrebter Anteil
	P [Vol%]	Cu-Anteil [Vol%]	P [Vol%]	Cu-Anteil [Vol%]	P [Vol%]	Cu-Anteil [Vol%]	Cu-Anteil [Vol%]
W-26Cu	0.67	28.96	1.67	24.38	1.17	26.17	20%
W-43Cu	0.78	40.79	0.25	45.38	0.52	43.09	40%
W-52Cu	0.28	52.39	0.24	52.30	0.26	52.35	60%
W-78Cu	0.35	74.69	0.48	81.43	0.42	78.06	80%

Die erreichten Schichtdicken und die gemessenen Auftragsraten für die unterschiedlichen in ihren Zusammensetzungen variierenden Werkstoffe sind in Tab. 5.2 aufgelistet.

Tab. 5.2: Plasmagespritzte Schichten - Cu-Anteil, Dicke und Auftragsrate

Probennummer	Spritzlagen	Dicke [mm]	Auftragsrate [μm /Zyklus]
W-26Cu	440	2.30	5.2
W-43Cu	380	2.15	5.7
W-52Cu	380	2.25	5.9
W-78Cu	380	2.95	7.8

An der Anlage stand nur ein APS-Brenner vom Typ F4 zur Verfügung. Dieser weist gegenüber einem VPS-Brenner in bezug auf die Nutzung der Plasmaenergie einen deutlich niedrigeren Wirkungsgrad auf. Daraus resultieren die hohe Anzahl der Beschichtungslagen und langen Herstellungszeiten.

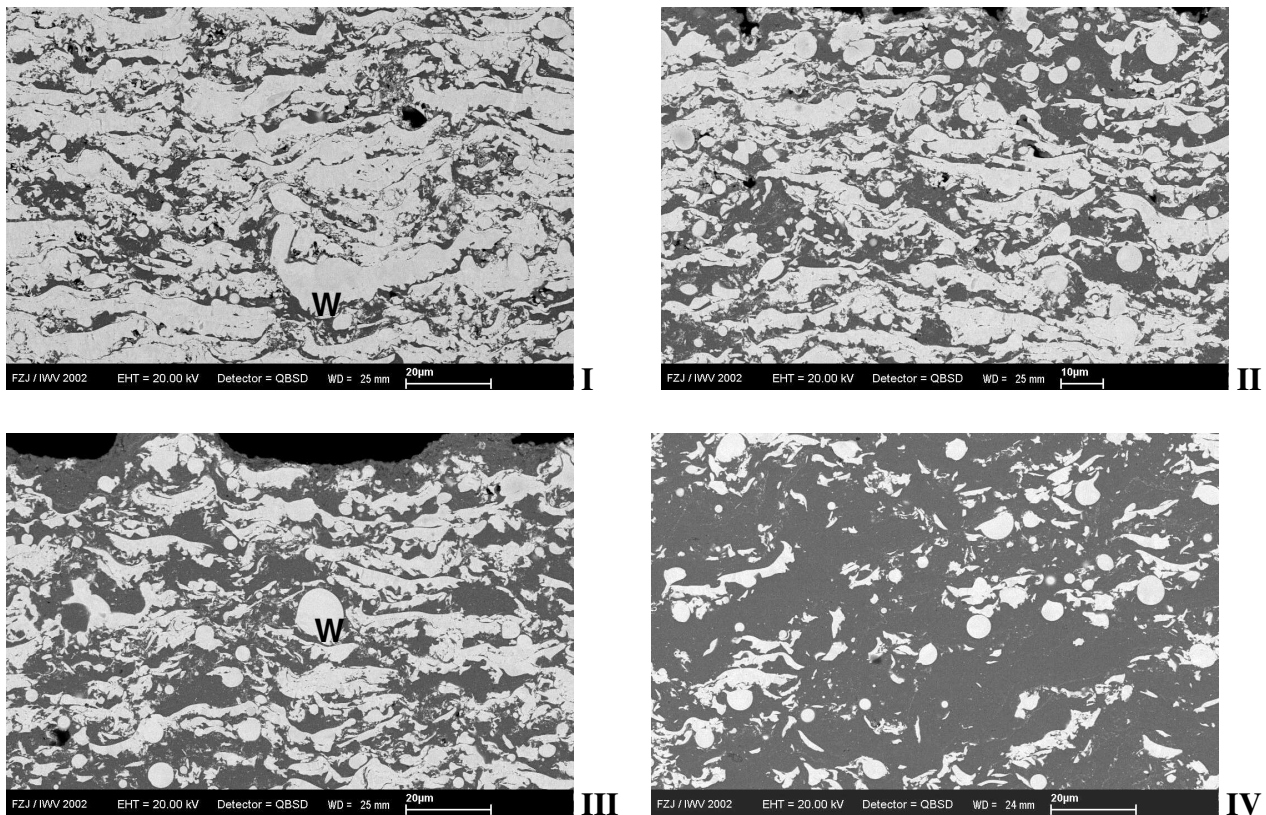


Abb. 5.1: REM-Bilder plasmagespritzter Proben unterschiedlicher Zusammensetzung, hergestellt unter Verwendung von 2 Pulverzuführungssystemen – durchgehende Cu-Struktur, Anteil ungeschmolzener W-Partikel und geringe Porosität in allen Schichten.; I) Probe W-26Cu, ungeschmolzene W-Anteile kaum sichtbar, II) Probe W-43Cu; III) Probe W-52Cu; IV) Probe W-78Cu

Die Hälfte des Probenmaterials wurde in einer H_2 -Atmosphäre bei $1050^\circ C$ mit einer Dauer von 1 h gegläht, womit die Oberflächengüte der Proben durch die Reduktion von Sauerstoff verbessert werden konnte. Die resultierende Dichte der temperaturbehandelten und unbehandelten Schichten wurde mittels Massen- und Volumenbestimmung ermittelt (s. Tab. 5.3). Das Resultat dieser Messungen ist eine Erhöhung der Dichte durch den Auslagerungsprozess. Hierbei tritt ein mit zunehmendem Cu-Anteil abnehmender Dichteunterschied zwischen beiden Messungen auf. Dieser weist auf eine bereits nach der Herstellung vorhandene, ausreichende Grunddichte der Proben mit hohem Cu-Anteil hin.

Tab. 5.3: Plasmagespritzte Proben – Dichte vor und nach der Auslagerung ($1050^\circ C$, 1 h) und über die Mischungsregel berechnete Porosität

	vor Auslagerung	nach Auslagerung	Differenz	Porosität
Probennummer	ρ [g/cm^3]	ρ [g/cm^3]	$\Delta\rho$ [g/cm^3]	P [%]
W-26Cu	15.16	15.67	0.51	5.57
W-43Cu	14.04	14.43	0.39	2.68
W-52Cu	12.48	12.74	0.26	8.29
W-78Cu	10.50	10.68	0.18	4.54

5.1.2 MECHANISCHE UND THERMOMECHANISCHE WERKSTOFFPRÜFUNG

5.1.2.1 4-Punkt Biegeprüfung

Die als Prüflinge verwendeten Biegestäbchen wurden aus den zuvor beschriebenen freistehenden W/Cu-Schichten mit einer Länge von 44 mm, eine Breite von 4 mm herausgearbeitet. Die Abmessung der Dicke variierte zwischen den hergestellten Mischungsverhältnisse zwischen 1.9 und 2.8 mm.

Die Belastung der Biegeproben erfolgte bei RT, 200°C, 300°C und 600°C weggesteuert mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 0.1 mm/min. Die Messtemperatur wurde mittels eines Thermoelements erfasst und geregelt. Des Weiteren wurde zur Messung der aufgetragenen Kraft eine auf 1000 N kalibrierte Kraftmessdose verwendet.

▪ Bruchcharakterisierung der Probe W-26Cu

Ein Charakteristikum der Probe W-26Cu ist der nur für diese Werkstoffzusammensetzung auftretende Probenbruch als Folge des 4-Punkt-Biegeversuches. Der Bruch tritt für Temperaturen $\leq 300^\circ\text{C}$ während der Versuchsdurchführung auf. Die Ursache dieses Werkstoffversagens liegt im temperaturabhängigen elastisch-plastischen Verhalten der im Werkstoffverbund dominierenden Wolfram-Phase. Diese Eigenschaft von Wolfram führt bereits bei geringen aufgetragenen plastischen Dehnungen zu einem Versagen in Form von Sprödbrüchen.

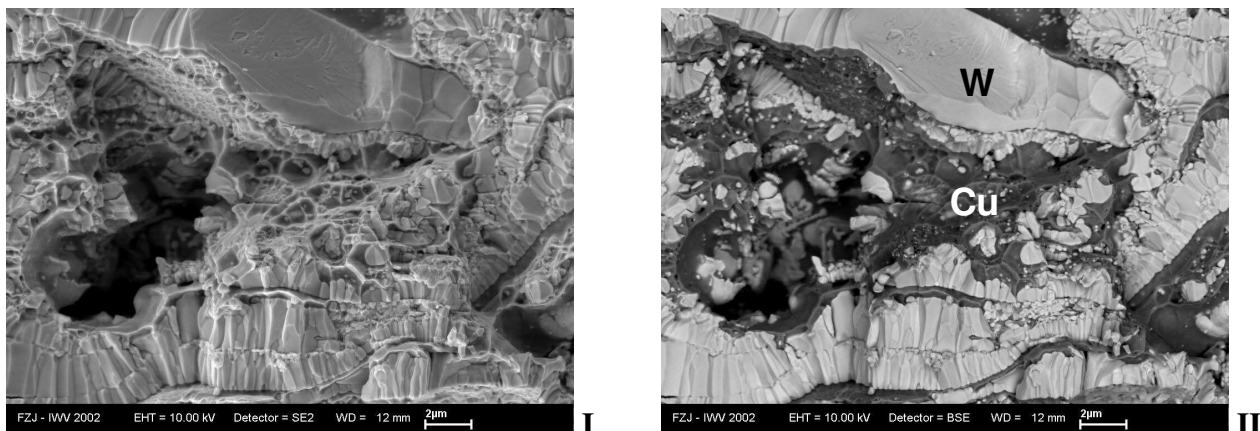


Abb. 5.2: Bruchfläche der 4-Punkt-Biegeprobe W-26Cu bei RT als I) SEM-Bild, II) REM-Bild; Charakteristik eines Sprödbruches in der W-Phase durch glatte Bruchflächen und Bruch entlang von Korngrenzen; Charakteristik eines duktilen Bruches in der Cu-Phase durch Ausbildung einer Steg- und Wabenstruktur; Bestätigung der Ausbildung länglich geformter Körner in der umgeschmolzenen W-Phase

Die Struktur der Bruchfläche bei RT (s. Abb. 5.2) zeigt glatte und entlang von Korngrenzen verlaufenden Bruchstellen in der Wolfram-Phase. Dies sind typische Merkmale eines Spröd- oder Gewaltbruches. In der Kupfer-Phase wird die für ein duktiles Material typische Form der Wabenbildung beobachtet. Der Einfluss der Kupfer-Phase auf das elastisch-plastische Verhalten des Werkstoffverbundes wird somit sichtbar.

Das Versagen der 4-Punkt-Biegeprobe des Werkstoffes W-26Cu, welche bei einer Temperatur von 600°C geprüft wurde, erfolgte ca. 0.5 h nach Beendigung der 4-Punkt-Biegeprüfung. Hierbei wurde die Probe nach dem 4-Punkt-Biegeversuch nicht entlastet sondern in der Durchbiegung am Ende des Versuches konstant gehalten. Das Bruchbild (siehe Abb. 5.4) unterscheidet sich deutlich von dem bei RT.

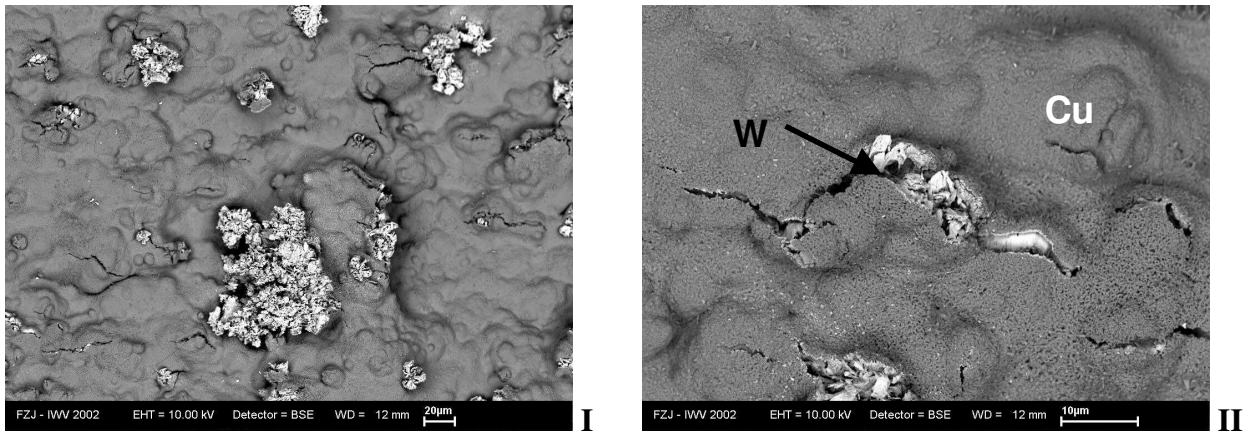


Abb. 5.3: REM-Bilder der Bruchfläche der 4-Punkt-Biegeprobe W-26Cu bei 600°C in einer I) Übersichtsaufnahme mit einzelnen Wolfram-Inseln unterschiedlicher Größe, II) Vergrößerung mit Rissbildung im Bereich der Wolfram-Inseln, Charakteristika einer Überlagerung von duktilem, Kriech- und Gewaltbruch

Der Bruchverlauf liegt fast vollständig in der Kupfer-Phase des Werkstoffverbundes. Diese Struktur bestätigt das Vorhandensein einer zusammenhängenden Kupfer-Phase in der für die thermische Leitfähigkeit relevanten Richtung senkrecht zur Oberfläche. Gleichzeitig wird aber auch demonstriert, dass das Versagen des Werkstoffes bei steigenden Temperaturen zunehmend von der Festigkeit von Kupfer abhängt. Eine Verfestigung durch die Wolfram-Phase erfolgt nur in geringem Ausmaß.

Ebenfalls erkennbar sind die unterschiedlichen Bruchcharakteristika im Verhalten ungeschmolzener Partikel. Durch den bei 600°C homogenen Rissverlauf entlang der Oberfläche der Körner wird bestätigt, dass der Anteil derartiger Partikel keinen, bzw. nur einen minimalen Beitrag zur mechanischen Festigkeit leistet (s. Abb. 5.4).

▪ Bestimmung des Elastizitätsmoduls

Anhand der in Kap. 2.3.1. beschriebenen Relationsbeziehungen wurden aus den gemessenen Kraft-Verschiebungsmesswerten die dazu gehörenden Spannungs-Dehnungsdiagramme ermittelt. Es werden die Kennlinien der einzelnen Materialien für RT, 200°C, 300°C und 600°C gegenübergestellt (s. Abb. 5.5):

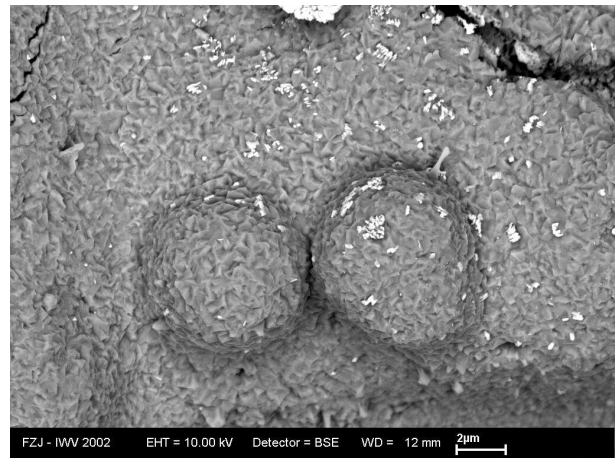


Abb. 5.4: REM-Bild der Bruchfläche der 4-Punkt-Biegeprobe W-26Cu bei 600°C; Rissverlauf in Cu mit wenigen W-Inseln und unter Aussparung ungeschmolzener W-Partikel, welche keinen bzw. einen geringen hemmenden Einfluss auf das Fortschreiten des Risses aufweisen (unten)

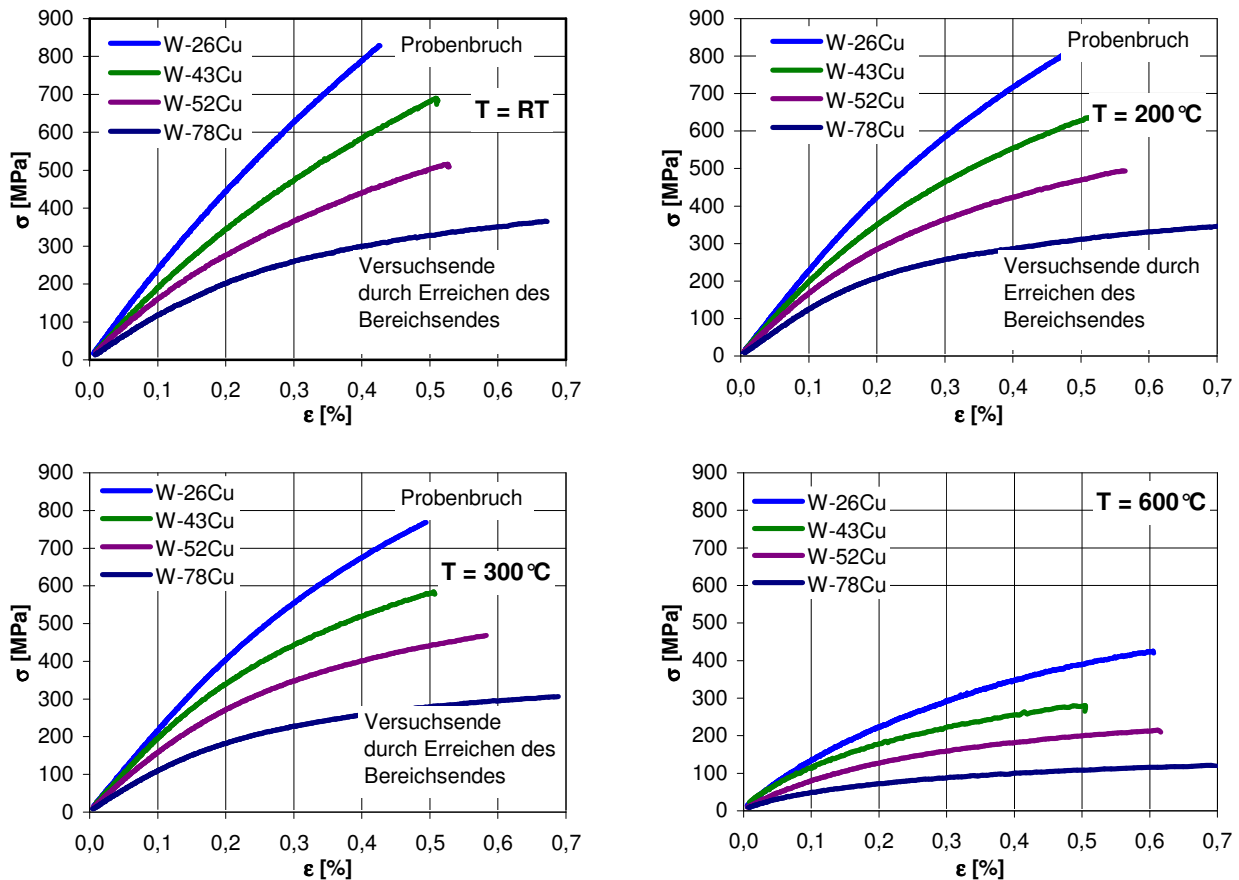


Abb. 5.5: Spannungs-Dehnungsdiagramme plasmagespritzter W/Cu-Verbundproben ermittelt bei RT, 200, 300 und 600°C mittels 4-Punkt-Biegeversucht bei konstantem Vorschub von 0.1 mm/min

Die W/Cu-Verbunde zeigen bei konstanter Temperatur die erwartete und dem Mischungsanteil von Kupfer im Werkstoff proportionale, kontinuierliche Verringerung im Festigkeitsverhalten. Ein Maßstab dafür ist die Fließspannung $R_{p,0.2\%}$. (s. Tab. 5.4).

Tab. 5.4: Zugfestigkeit $R_{p,0.2\%}$ bei Temperaturen von RT bis 600°C für unterschiedliche Zusammensetzungen der Verbundwerkstoffe

Probennummer	$R_{p,0.2\%}$ [MPa]			
	RT	200°C	300°C	600°C
W-26Cu	445.4	424.2	403.7	224.1
W-43Cu	334.8	351	339.5	178.6
W-52Cu	275.9	284.2	271.1	126.9
W-78Cu	202.4	208.2	182.1	71.8

Die Auswertung der Spannungs-Dehnungsdiagramme in bezug auf den Elastizitäts-Modul erfolgte gemäß der Beschreibung in Kap. 2.3.1. Der Elastizitäts-Modul in Abhängigkeit der Temperatur (s. Abb. 5.6) besitzt mehrere Charakteristika:

- Direkt proportional zur prozentualen Erhöhung des Kupferanteils erfolgt eine kontinuierlicher Abfall der elastischen Kenngröße und der Festigkeitswerte.
- Eine Erhöhung der Temperatur führt zu unterschiedlichem Verhalten der W- und Cu-reichen Bereiche in zwei voneinander deutlich unterscheidbare Regionen. Dies ist das Resultat einer

mikrostrukturellen Veränderung im Werkstoff, welche mit sinkendem Wolfram-Gehalt durch den Verlust einer zusammenhängenden Wolfram-Phase charakterisiert wird.

- In Korrelation zum gemessenen E-Modul sind die ermittelten Festigkeitswerte für Mischungsverhältnisse mit hohem Kupfer-Gehalt sehr hoch. Dies führt bereits bei geringen aufgetragenen Dehnungen zu starker Spannungsentwicklung im Werkstoff.
- Zusammensetzungen $\geq 43\text{Vol}\%\text{Cu}$ erfahren eine Steigerung des Elastizitäts-Moduls durch eine Temperaturerhöhung von RT zu 200°C .

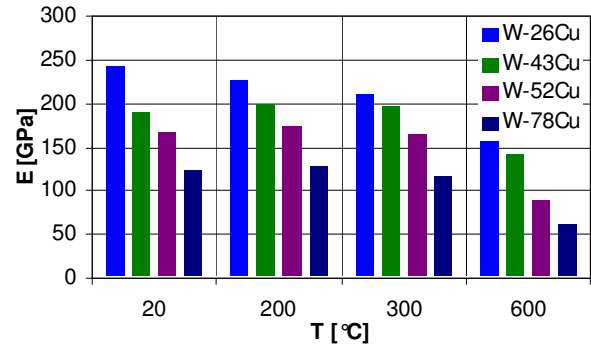


Abb. 5.6: E-Modul plasmagespritzter W/Cu-Zusammensetzungen in Abhängigkeit der Temperatur

Die Interpolation des Elastizitätsmoduls über den gesamten Mischungsbereich erfolgte einerseits linear. Andererseits wurden die Regionen über die ermittelten Werte für W-26Cu und W-78Cu hinaus linear extrapoliert (s. Abb. 5.7). Sowohl der Elastizitäts-Modul für reines Wolfram, als auch der für reines Cu, wird durch den plasmagespritzten Werkstoff unabhängig von der Temperatur nicht erreicht. Die gemessenen Werte stimmen jedoch mit aus der Literatur entnommenen Daten für andere Herstellungsverfahren (Sintern, Cu-Infiltration) größtenteils überein.

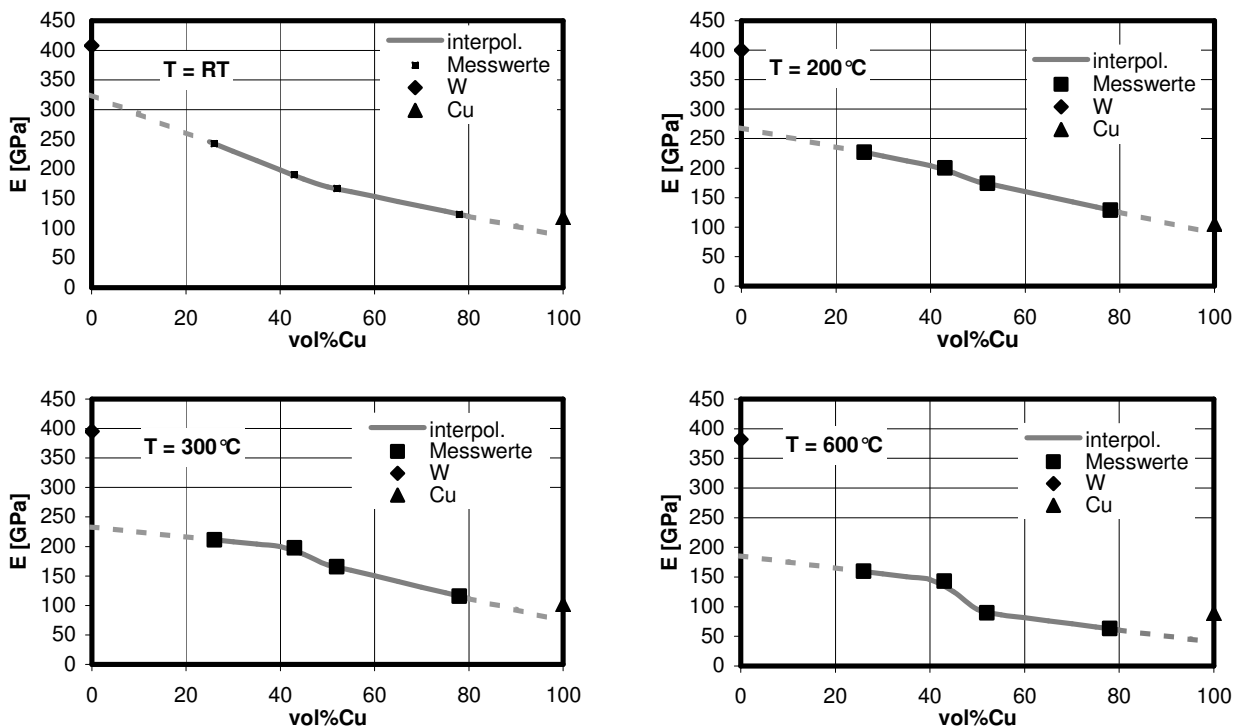


Abb. 5.7: E-Modulwerte plasmagespritzter W/Cu-Proben bei RT, 200°C , 300°C und 600°C ; lineare Interpolation zwischen den Messwerten über den Mischungsbereich und Vergleich mit Literaturwerten für reines, schmelzmetallisch hergestelltes Wolfram und Kupfer bei der jeweiligen Temperatur

5.1.2.2 Haftfestigkeitsprüfung

Die Haftfestigkeitsprüfung an der Verbundfläche zwischen einem Wolfram-Substrat und einer definierten plasmagespritzten W/Cu-Beschichtung wurde in Form des Stirnabreißtests (siehe Kap. 2.3.2) durchgeführt. Auf ein 5 mm dickes und den Abmessungen des Prüfstempels angepasstes Substrat wurde eine plasmagespritzte W/Cu-Lage mit einem Kupfer-Anteil von 5-10% und einer Höhe von 300 μm aufgebracht. Die Versuchsanordnung wurde durch zentrisches Verkleben der Prüfstempel und des Zweischichtsystems mittels Zentriereinrichtung gemäß Abb. 2.12 gefertigt. Der verwendete Klebstoff, ein 2-Komponenten Epoxidharz Kleber, wurde bei 140°C ausgehärtet. Dementsprechend besaß dieser eine vom Hersteller vorgegebene theoretische Zugfestigkeit zwischen 2500 und 3000 N/cm^2 . Zudem wurden die Klebeflächen mittels Sandstrahlung vorbehandelt, um eine Verbundfestigkeit zwischen Stempel und Klebstoff, welche jene zwischen Beschichtung und Substrat übersteigt.

Der Schichtverbund hielt einer aufgetragenen Maximallast von 35.86 kN stand. Bei einer Gesamtfläche von $\sim 1146 \text{ mm}^2$ resultiert daraus eine Verbundfestigkeit von 3.13 kN/cm^2 . Diese übersteigt einerseits die des Klebers, andererseits trägt dieser aufgrund einer partiellen Infiltration des porösen, plasmagespritzten Werkstoffes zu einem geringen Anteil zur Festigkeit bei.

5.1.3 THERMO-PHYSIKALISCHE WERKSTOFFPRÜFUNG

5.1.3.1 Thermischer Ausdehnungskoeffizient (CTE)

Die Probenkörper mit den Dimensionen 12 x 4 x $\sim 2\text{-}3 \text{ mm}^3$ wurden aus den plasmagespritzten Verbundwerkstoffen (siehe Kap. 5.1) gefertigt. Die Dicke variierte zwischen den unterschiedlichen Zusammensetzungen analog den in Kap. 5.1.2.1 beschriebenen 4-Punkt Biegeproben. Die Versuchsdurchführung erfolgte gemäß Kap. 2.4.1 im untersuchten Temperaturbereich von 50°C bis 1050°C mit einer Heizrate von 5°C/min.

▪ Einheitliche Zusammensetzung

Die Ermittlung des CTE erfolgte gemäß der Beschreibung in Kap. 2.4.1. Der thermische Ausdehnungskoeffizient des unbehandelten Verbundwerkstoffes steigt mit zunehmendem Kupfer-Anteil an und nimmt für alle vier untersuchten W/Cu-Mischungen Werte zwischen jenen für reines Wolfram und Kupfer an (s. Abb. 5.8).

Im Gegensatz zu einem stetig steigenden Kurvenverlauf, wie er für Wolfram und Kupfer in der Literatur zu finden ist, zeigen die plasmagespritzten Werkstoffe hingegen einen ab einer bestimmten Temperatur fallenden Kurvenverlauf. Für die Werkstoffe W-26Cu, W-43Cu und W-52Cu erfolgt die Trendumkehr ab einer Temperatur von 400°C, für W-78Cu bei 600°C.

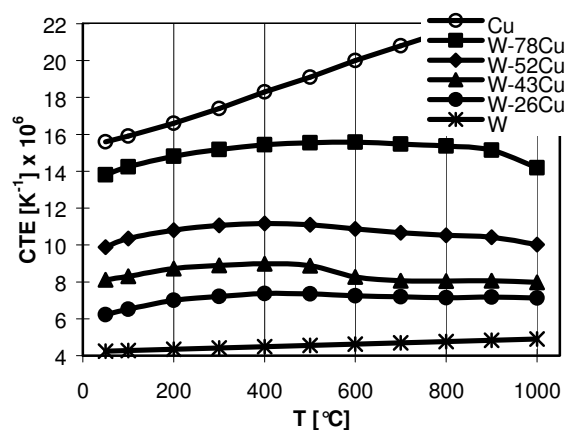


Abb. 5.8: CTE-Messwerte plasmagespritzter W/Cu-Zusammensetzungen im Vergleich mit Literaturdaten für reines Wolfram und Kupfer

Bemerkenswert ist ebenso das thermische Dehnungsverhalten der Verbundwerkstoffe für Temperaturen bis 200°C. Die relative Steigung des CTE-Kurvenverlaufes ist in diesem Temperaturbereich vergleichbar mit der für reines Kupfer. Dies zeigt, dass das thermische Dehnungsverhalten im niedrigen Temperaturbereich durch die Kupfer-Phase dominiert wird.

Die in Kap. 5.1 beschriebene Auslagerung zeigte im besonderen Auswirkungen auf die Proben W-52Cu und W-78Cu. Diese äußern sich in der Erhöhung des CTE-Wertes dieser Werkstoffe und einem annähernd konstanten bzw. leicht steigenden Kurvenverlauf in Abhängigkeit der Temperatur (s. Abb. 5.9). Die Differenz für W-52Cu beträgt bei einer Temperatur von 200°C $1,2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und steigert sich bei 800°C auf $1,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Für W-78Cu wird eine Steigerung von $0,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 200°C auf $0,8 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ bei 800°C ermittelt.

Die W/Cu-Verbunde W-26Cu und W-43Cu zeigen aufgrund ihrer hohen Wolfram-Phasenanteile (vgl. Kap. 5.1.2.1) keine Verhaltensänderung.

▪ *Gradierte Systeme*

Des weiteren wurden Messungen an den in Kap. 4.1.3 beschriebenen gradierten Verbundwerkstoffen, welche mit und ohne TAC hergestellt wurden, durchgeführt. Aufgrund der Durchbiegung beider Proben während des Versuches kann aus der gemessenen Längenänderung nicht auf den thermischen Ausdehnungskoeffizienten rückgeschlossen werden.

Der Vergleich der relativen Längenänderung der Prüflinge (s. Abb. 5.10) zeigt jedoch, dass das Krümmungsverhalten für den ohne TAC hergestellten gradierten Verbund sehr viel stärker ausgeprägt ist. Während für den mit TAC hergestellten Werkstoffverbund im Temperaturbereich von RT bis 1000°C eine annähernd lineare Steigerung der relativen Längenänderung beobachtet wird, weicht der Kurvenverlauf des ohne TAC hergestellten W/Cu-Verbundwerkstoffes bereits ab 300°C von seinem linearen Verhalten ab.

Die Ursachen dafür sind die durch die Oberflächenreinigung verbesserte Bindungsqualität und die höhere Dichte im plasmagespritzten gradierten Verbundwerkstoff (vgl. Abb. 4.5).

In der späteren Anwendung stellen speziell die Ausdehnung der Schicht und deren Krümmungsverhalten bei steigender Temperatur äußerst wichtige Faktoren für den

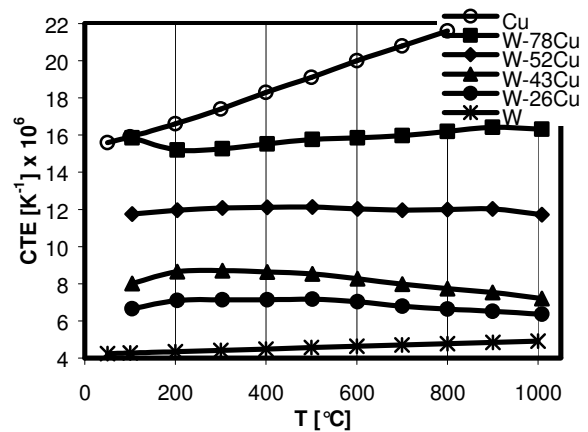


Abb. 5.9: CTE-Messwerte plasmagespritzter W/Cu-Zusammensetzungen nach der Auslagerung im Vergleich mit Literaturdaten für reines Wolfram und Kupfer

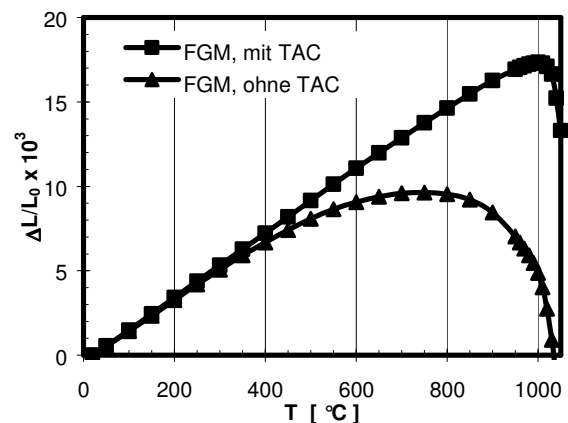


Abb. 5.10: Verhältnis der thermische Längenänderung zur Ursprungslänge als Funktion der Temperatur – gradierte, plasmagespritzte Proben; Durchbiegung während der Prüfung

Bindungserhalt sowohl zur Wärmesenke als auch zum PFM dar. Ein bereits bei niedrigen Temperaturen initiiertes Krümmungsverhalten führt im Verbund zu zusätzlichen Spannungen an den Grenzflächen, welche die Schadensbildung forcieren und so zum Versagen des Bauteils beitragen.

5.1.3.2 Spezifische Wärme

Das Wärmeaufnahmevermögen eines Körpers bzw. Werkstoffes ist ein wichtiger Faktor in der Berechnung thermischer Felder, welches sich aus den Phasenanteilen und der Porosität bestimmt. Für das System aus Wolfram und Kupfer besteht aufgrund der Existenz zweier getrennter Phasen neben der Messung (s. Kap. 2.4.2) auch die Möglichkeit einer theoretischen Abschätzung.

Die Messung erfolgte unter Argon-Schutzgasatmosphäre an Zylinderproben mit einem Durchmesser von 4,5 mm und einer Höhe von 1 mm. Diese verfügten über eine plane Grundfläche, um die Messgenauigkeit des Prüfsystems durch eine optimale Wärmeübertragung zwischen dem Werkstoff und der Probenhalterung zu gewährleisten.

Die Messwerterfassung erfolgte in 5°C-Schritten bei einem untersuchten Temperaturintervall von 50°C bis 1000°C. Die Heizrate betrug 20 K/min.

Die ermittelten Ergebnisse liegen zwischen den Literaturwerten von reinem Wolfram und Kupfer und für RT exakt im Bereich der über die Mischungsregel

$$c_{W/Cu} = \frac{1}{\rho_{W/Cu}} (k_W \rho_W c_W + k_{Cu} \rho_{Cu} c_{Cu})$$

$$k_W = 1 - k_{Cu}$$

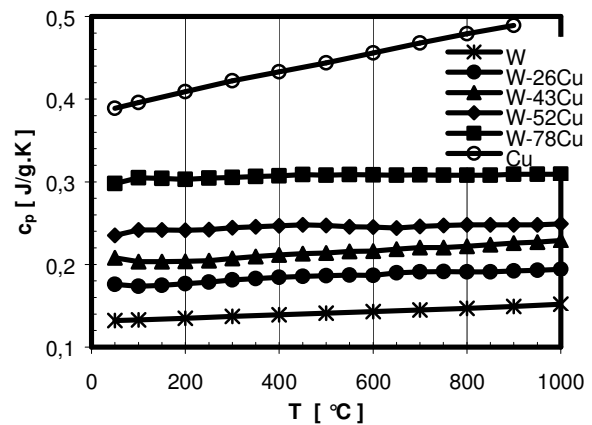


Abb. 5.11: spezifische Wärme plasmagespritzter W/Cu-Proben im Vergleich mit Literaturdaten für reines Wolfram und Kupfer

- 5.1 -

bestimmten Werte. Die Temperaturverläufe weisen konstante bzw. sanft mit der Temperatur ansteigende Werte auf. Durch die geringe Steigung der c_p -Kurven der unterschiedlichen Verbundwerkstoffe weichen die Werte mit steigender Temperatur stark von der Mischungsregel ab.

5.1.3.3 Thermische Leitfähigkeit

Die thermische Leitfähigkeit definiert die Geschwindigkeit des Wärmetransportes und bestimmt somit die Temperatur an belasteten Oberflächen sowie den Temperaturgradienten im Bauteil. Die Messung ist eine Kombinationsmessung, bestehen aus der bereits beschriebenen Messung von Dichte und spezifischer Wärme sowie der beschriebenen Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit.

Für die Versuchsdurchführung an der Laser-Flash-Apparatur (s. Kap. 2.4.3) wurden aus den plasmagespritzten Grundwerkstoffen (s. Kap. 5.1) vor und nach der Auslagerung

Zylindergeometrien herausgearbeitet. Diese verfügten über einen Durchmesser von 10 mm und eine durch den Werkstoff limitierten Probenhöhe. Die Planparallelität von Grund- und Deckfläche gewährleisteten eine konstante Probendicke, welche direkt in die Berechnungsformel der Temperaturleitfähigkeit eingeht (siehe Kap. 2.4.3).

Die Untersuchung erfolgte schrittweise über einen Temperaturbereich von 30°C bis 1000°C mit einem ersten Temperatursprung von 70°C gefolgt von einer konstanten Schrittweite von 100°C. Zur Vermeidung von Oxidationen während der Messung wurde die Probenkammer mit Helium geflutet.

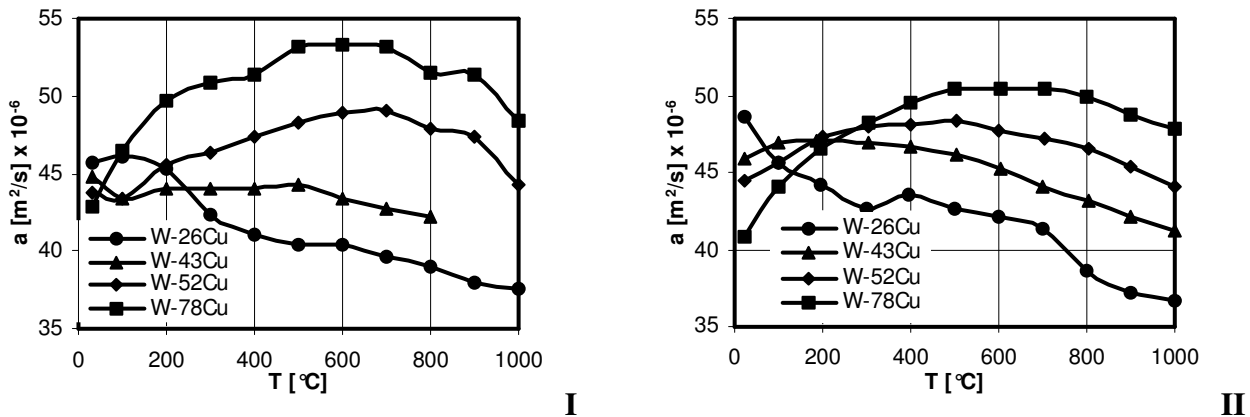


Abb. 5.12: Temperaturleitfähigkeit plasmagespritzter W/Cu-Proben I) vor Auslagerung, II) nach Auslagerung unter H_2 -Atmosphäre, bei 1050°C und einer Dauer von 1 h

Der Verlauf der Temperaturleitfähigkeitskurven in Abhängigkeit der Temperatur charakterisiert sich vor und nach der Auslagerung durch folgende Punkte (s. Abb. 5.12):

- Die Temperaturleitfähigkeitswerte bei RT zeigen ein Absinken der Werte mit zunehmendem prozentualen Kupfer-Anteil im Verbundwerkstoff.
- Die Temperaturleitfähigkeitskurven besitzen jeweils ein Maximum, welches für einen höheren Kupfer-Gehalt im Verbundwerkstoff bei höheren Temperaturen und höheren Temperaturleitfähigkeitswerten liegt.
- Im Temperaturbereich über 600°C nimmt die Temperaturleitfähigkeit stetig ab.

Die Ursache für dieses Temperaturabhängigkeit liegt in der Porosität des Werkstoffes, welche sich mit steigender Temperatur durch die Ausdehnung von Kupfer verringert. Die Maxima werden an den Punkten erreicht, an denen die Ausdehnung von Kupfer keine weitere Verdichtung des Werkstoffes zur Folge hat. Dementsprechend liegen die Maxima für steigenden Wolfram-Anteil bei niedrigeren Temperaturen, da gleichzeitig die Porosität und vor allem die geschlossene Porosität im Material zunimmt, welche durch die Kupferphase nicht geschlossen werden kann.

In der Gegenüberstellung der Ergebnisse vor und nach der Auslagerung zeigt sich nach der Auslagerung eine breitere Streuung der Werte bei RT. Insgesamt betrachtet führt die Konsolidierung der Mikrostruktur nach der Auslagerung zu einem homogenen Kurvenverlauf und zu einer definierteren Ausprägung der Maxima.

Die Wärmeleitfähigkeit, berechnet auf der Basis ermittelter Werte nach der Auslagerung, übernimmt aufgrund ihrer direkten Proportionalität zur Temperaturleitfähigkeit großteils deren Kurvenform (s. Abb. 5.13). Die Wärmeleitfähigkeitswerte bei 100°C liegen unter jenen von reinem Wolfram ($\lambda_{W,100^\circ C} = 156 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ [111]). Die Ursachen dafür sind vorhandene

Porositäten, sich daraus ergebende ungenügende Verbindungen zwischen den Phasen und teilweise Mängel in der zusammenhängenden Cu-Struktur.

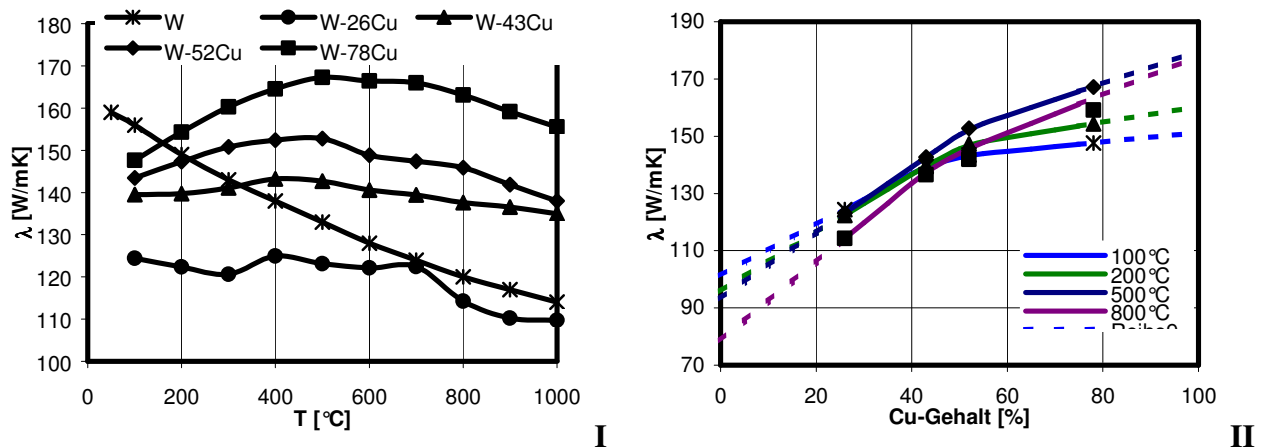


Abb. 5.13: Wärmeleitfähigkeit plasmagespritzter W/Cu-Proben nach der Auslagerung; I) Vergleich mit Literaturdaten für reines Wolfram, II) Diagramm des Mischungsbereiches– Interpolation zwischen den Messwerten für mehrere Temperaturen

Der Anstieg der thermischen Leitfähigkeit bei Zunahme der Temperatur bis ca. 500°C zeigt, dass durch die Ausdehnung von Kupfer die Porosität bis zu einem gewissen Grad kompensiert wird. Kaum Auswirkungen dieses Effektes zeigt der Werkstoff W-26Cu, wohingegen der größte Einfluss auf Wolfram/Kupfer-Verbunde mit hohem Kupfer-Anteil ausgeübt wird. Dadurch bilden sich in Abhängigkeit des Mischungsverhältnisses zwei Bereiche, mit unterschiedlichem thermischen Materialverhalten aus (s. Abb. 5.13).

5.1.4 ULTRASCHALLUNTERSUCHUNGEN

Die Materialuntersuchung mittels Ultraschall dient durch Messung der transversalen und longitudinalen Schallgeschwindigkeiten c_T und c_L der Ermittlung der dynamischen Materialkennwerte für den Schubmodul

$$G = c_T^2 \cdot \rho \quad - 5.2 -$$

und den Elastizitätsmodul unter Berücksichtigung der Poisson-Zahl ν

$$E = c_L^2 \cdot \rho \cdot \frac{(1 + \nu) \cdot (1 - 2\nu)}{(1 - \nu)} \quad - 5.3 -$$

$$\nu = \frac{1 - 2 \cdot (c_T / c_L)^2}{2 - 2 \cdot (c_T / c_L)^2}$$

Die Bestimmung der Schallgeschwindigkeiten erfolgte durch Prüfköpfe mit einer Frequenz von 10 MHz. Die verwendeten Probenkörper waren die in Kap. 5.1.2.1 und Kap. 5.1.3.3 beschriebenen Prüfkörper.

Die dynamischen Elastizitätsmoduli liegen für die Werkstoffe W-78Cu und W-52Cu im Bereich der statisch ermittelten Werte bzw. darüber (s. Abb. 5.14). Im Gegensatz dazu werden für die Zusammensetzungen W-43Cu und W-26Cu geringere Werte als im 4-Punkt-Biegeversuch gemessen. Hieraus ist, wie schon in der mechanischen Untersuchung festgestellt, ein Sprung im Materialverhalten ersichtlich, welcher in Relation zum jeweiligen Phasenanteil von Kupfer bzw. Wolfram steht.

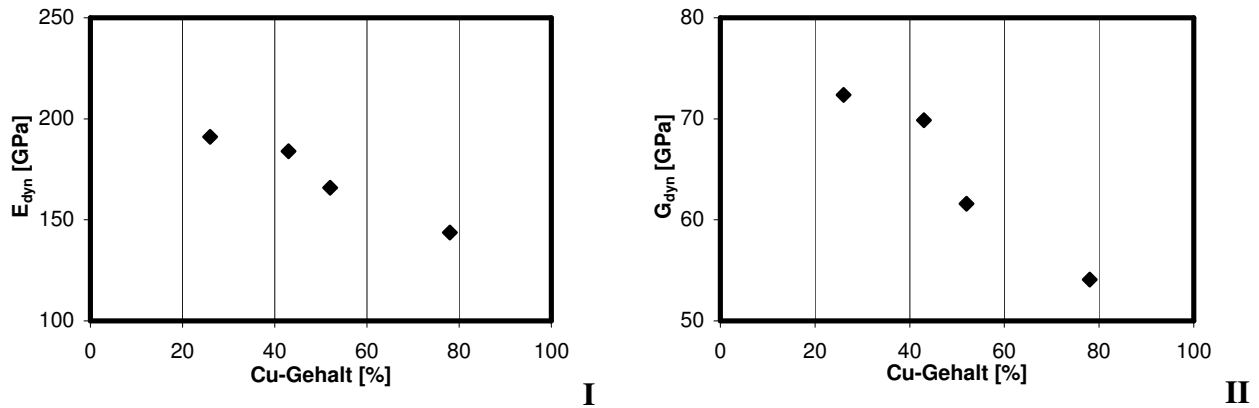


Abb. 5.14: Diagramme der mittels Ultraschall gemessenen dynamischen Materialkennwerte plasmagespritzter W/Cu-Proben; I) Elastizitätsmodul, II) Schubmodul

5.2 HERSTELLUNG MIT DIREKTEM LASERSINTERN

5.2.1 CHARAKTERISIERUNG DER MIKROSTRUKTUR

Basierend auf den Erkenntnissen aus den Voruntersuchungen wurden drei W/Cu-Verbunde unterschiedlicher Zusammensetzung auf einer Beschichtungsfläche von je $60 \times 20 \text{ mm}^2$ gefertigt. Die Herstellung erfolgte anhand vorgemischter W/Cu-Pulver, bestehend aus einem Kupfer-Mischungsanteil von 25, 50 bzw. 70 Gew%Cu. Die Mischung auf Basis von Gewichtsprozenten ermöglicht die Vernachlässigung der Schüttdichte und entspricht, umgerechnet auf das Volumen, 42, 68 und 83.5 Vol%Cu.

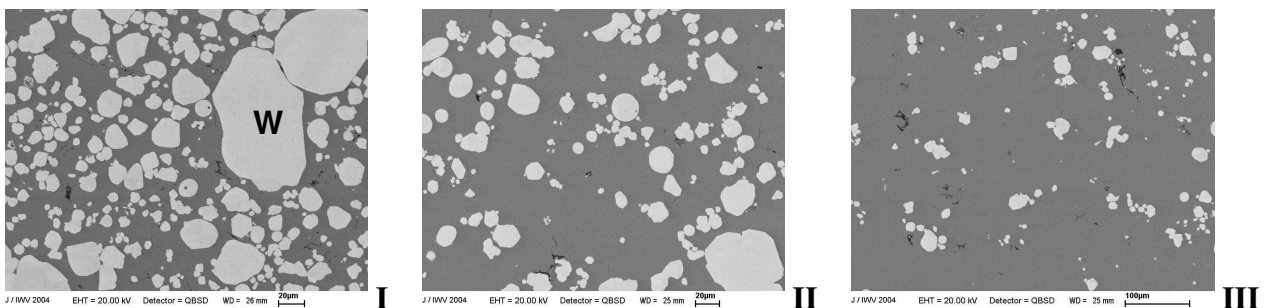


Abb. 5.15: SEM-Bilder lasergesinterner Proben unterschiedlicher Zusammensetzung, hergestellt unter Verwendung vorgemischten Pulvers – Cu-Matrix mit eingebetteten W-Partikeln, geringe Porosität.; I) Probe W-56Cu-L, II) Probe W-75Cu-L, III) Probe W-92Cu-L

Die Quantifizierung dieses Mischungsverhältnisses und ebenso der Porosität anhand der Schliffbilder der gefertigten Proben (s. Abb. 5.15) erfolgte mittels des Bildanalyseprogrammes „KS400 3.0“. Hierbei treten jedoch Diskrepanzen gegenüber dem Mischungsverhältnis der

eingebrachten Pulver auf, welche sich in einem Anwachsen des Kupfer-Gehalts um bis zu 14% äußern. Dies bedeutet, dass während der Herstellung einen Verlust an Wolfram-Partikeln auftritt (s. Tab. 5.5).

Ebenso ermittelt wurden die Dichte mittels Massen- und Volumenbestimmung sowie die Auftragsrate, welche unabhängig vom Mischungsverhältnis ~ 0.1 mm/Lage beträgt. Umgerechnet auf die Fertigungsgeschwindigkeit bedeutet dies eine zeitliche Aufbaurrate zwischen 2 und $3 \text{ cm}^3/\text{h}$.

Tab. 5.5: Lasergesinterte Proben – Porosität und W/Cu-Verhältnis

Probennummer	Porosität [%]	Cu-Anteil [Vol%]	ρ [g/cm ³]	Lagenanzahl	Dicke [mm]	Auftragsrate [$\mu\text{m}/\text{Lage}$]
W-56Cu-L	0.29	56.27	12.13	16	1.65	103
W-75Cu-L	0.23	74.95	9.90	10	1.05	105
W-92Cu-L	0.3	92.26	8.85	10	1.15	115

Als Substrat wurde Al-Fe-Bronze verwendet, welche im Hinblick auf den Reflexionskoeffizienten für Laserlicht Vorteile gegenüber einem reinen Kupfersubstrat bietet. Dies führt jedoch zu einer in der Übergangszone stattfindenden Durchmischung von Substratmaterial und eingebrachtem W/Cu-Gemisch sowie zur Ausbildung eines Werkstoffgradienten. Die Dimension dieses Mischungsbereiches beträgt $\sim 400 \mu\text{m}$ und ist für die Probe W-56Cu-L aufgrund des hohen Wolfram-Gehalts deutlich ausgeprägt (s. Abb. 5.16).

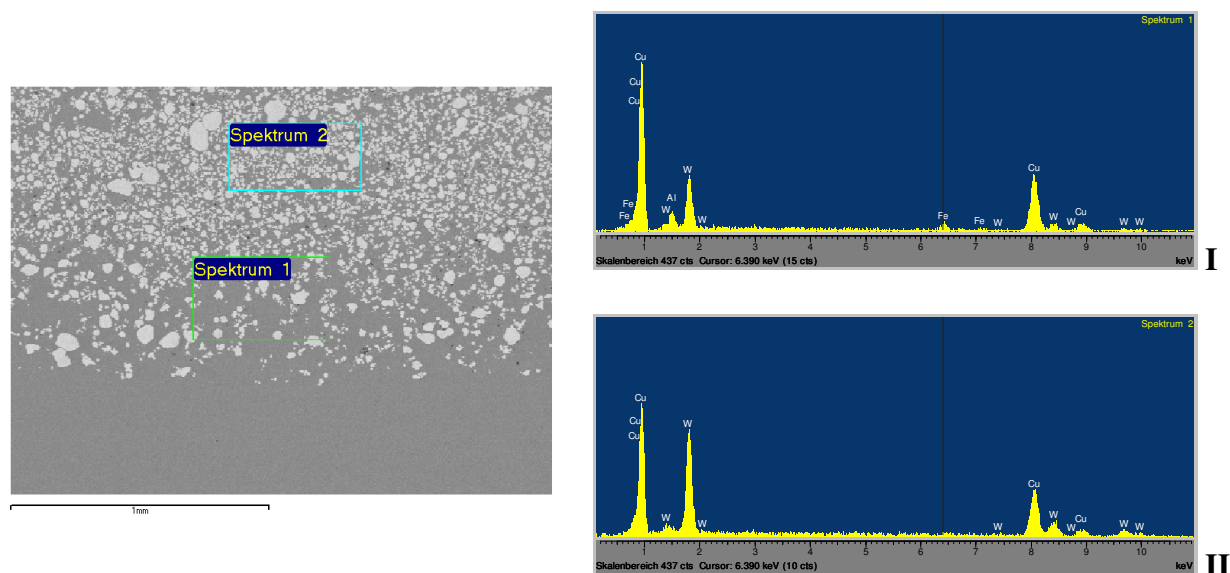


Abb. 5.16: EDX-Analyse der Probe W-56Cu-L; I) Mischungsbereich aus Al-Fe-Bronze-Substrat und eingebrachter W/Cu-Material; Ausbildung eines Gradienten in der Mischungszone ($\sim 400 \mu\text{m}$), II) Bereich reiner W/Cu-Zusammensetzung

Des weiteren charakterisieren sich die Schichtstrukturen durch Oberflächenrauigkeiten bis zu $300 \mu\text{m}$ und Porositäten in der Kupfermatrix. Diese besitzen in wenigen Fällen ein rissähnliches Aussehen (s. Abb. 5.17), und sind im besonderen an der Grenzfläche zwischen zwei aufgebraachten Lagen beobachtbar.

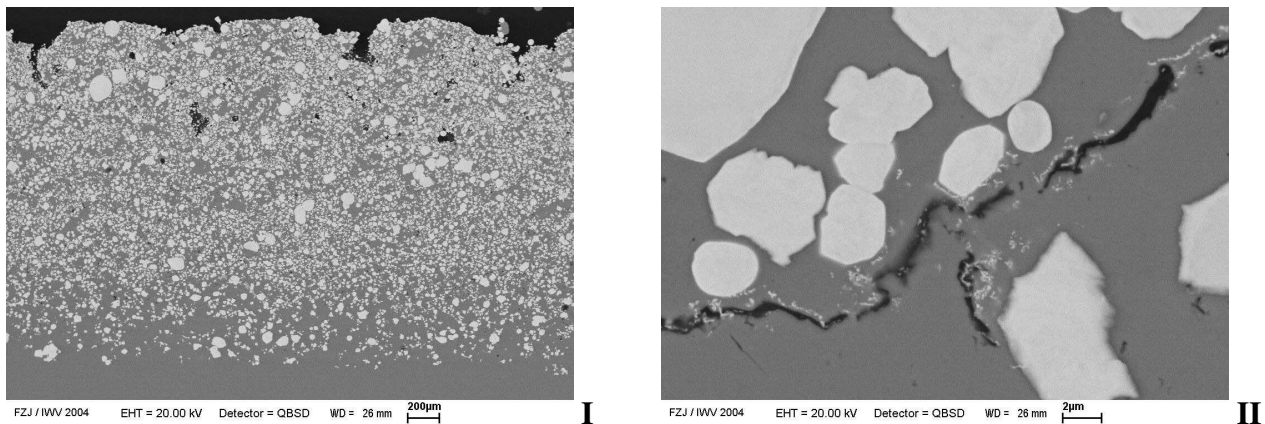


Abb. 5.17: REM-Bilder der Probe W-56Cu-L, I) Übersicht über den Schichtquerschnitt, Oberflächenrauigkeit der Schicht und Porosität bzw. II) Vergrößerung in Cu-Matrix auftretender Porositäten mit einem rissähnlichen Aussehen

5.2.2 MECHANISCHE WERKSTOFFPRÜFUNG

Die Biegestäbchen wurden unter Aussparung der Mischungszone aus den zuvor beschriebenen W/Cu-Schichten herausgearbeitet. Deren Abmessungen waren eine Länge von 28 mm, eine Breite von 4 mm und eine über die unterschiedlichen Mischungsverhältnisse variierende Dicke zwischen 0.6 und 1 mm.

Die Belastung der Biegeproben erfolgte bei RT an der in Kap. 2.3.1 beschriebenen Miniaturbiegeprüfeinrichtung unter einer weggesteuerten Belastung mit einer Vorschubgeschwindigkeit von 0.1 mm/min. Die dabei aufgebrachten Kraft wurde über die auf 100 N kalibrierte Kraftmessdose digital aufgezeichnet.

Die Auswertung der Ergebnisse erfolgte gemäß Kap. 2.3.1. Die ermittelten Spannungs-Dehnungskurven der W/Cu-Verbunde (s. Abb. 5.18) bestätigen einerseits das sich mit zunehmendem Cu-Prozentanteil im Werkstoff kontinuierlich verringernde Festigkeitsverhalten. Andererseits zeigen die Kurvenverläufe, dass der Festigkeitsverlust zwischen W-92Cu-L und W-75Cu-L sehr viel geringer ausfällt als in Relation dazu zwischen W-75Cu-L und W-56Cu-L. Dieses Verhalten ist auf eine verminderte Wirksamkeit der Partikelverstärkung, mindestens bis zu einem Kupfer-Gehalt von 25 Vol% zurückzuführen.

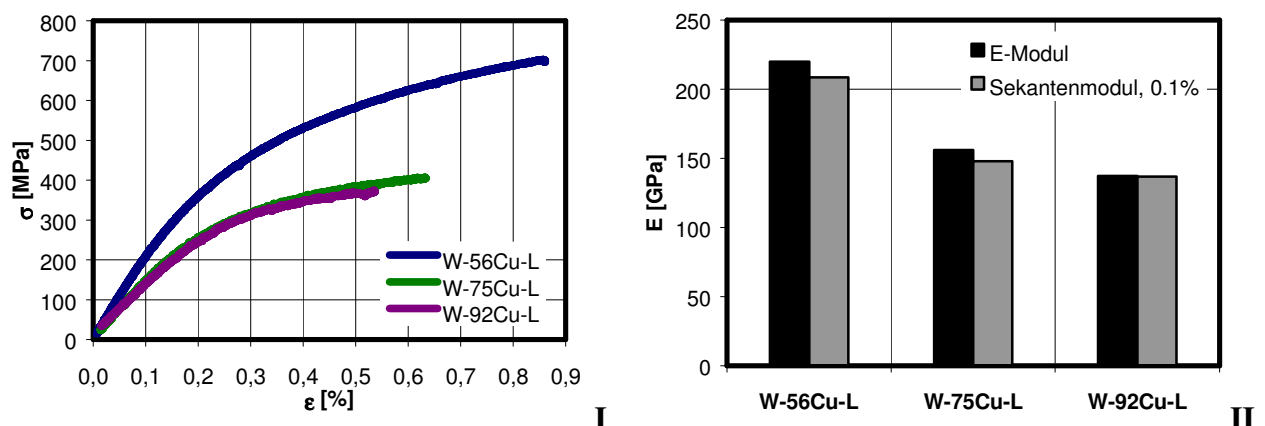


Abb. 5.18: Ergebnisse der 4-Pkt-Biegeprüfung an lasergesinterten W/Cu-Proben, I) Spannungs-Dehnungsdiagramm, II) Elastizitätsmodul sowie Sekantenmodul bei 0.1% Dehnung

Des Weiteren zeigt die Gegenüberstellung von Elastizitätsmoduli zu Sekantenmoduli bei 0.1% Dehnung, dass die Differenz zwischen beiden Werten indirekt proportional zum prozentualen Kupfer-Gehalt ansteigt. Demzufolge führt eine Erhöhung des Wolfram-Gehalts einerseits zu einer Erhöhung der Steifigkeit und andererseits zu einer Reduktion des Bereiches elastischer Dehnung.

Im Mischungsdiagramm erfolgt zwischen den ermittelten Werkstoffdaten eine lineare Interpolation (s. Abb. 5.19). Die Extrapolation des linearen Kurvenverlaufes zwischen 75 und 92 Vol%Cu hin zu reinem Kupfer resultiert in einem Elastizitätsmodul über dem für OFHC-Cu.

Aufgrund der fehlenden Werte in dem Bereich unter 56Vol%Cu wurden zwei Varianten der Extrapolation als Extremwerte angenommen:

1. Weiterführung der linearen Steigung zwischen 75 Vol%Cu und 56 Vol%Cu
Dies impliziert die fiktive Möglichkeit der Herstellung reiner Wolframschichten, welche sich durch Werte über 400 GPa charakterisieren.
2. Weiterführung der linearen Steigung zwischen 75 Vol%Cu und 56 Vol%Cu bis 50 Vol%Cu.
Änderung der Steigung für Mischungsverhältnisse kleiner 50 Vol%Cu auf einen Wert äquivalent dem zwischen 92 Vol%Cu und 75 Vol%Cu.

Die Extrapolation der Kurve in den Bereich unter 56Vol%Cu besitzt jedoch nur bis zu einem minimalen Grenzwert, welcher durch die Packungsdichte des Wolfram-Pulvers bestimmt wird, Gültigkeit (s. Kap. 4.2.4).

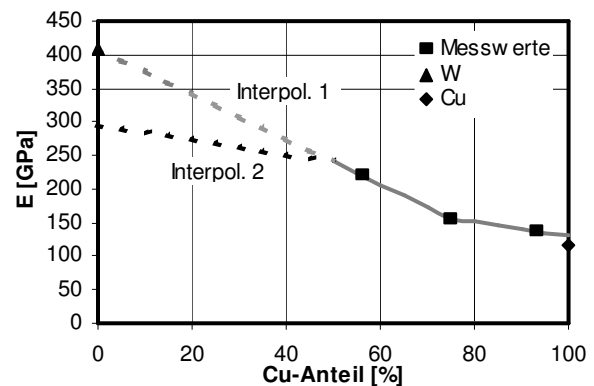


Abb. 5.19: E-Modulwerte lasergesinteter W/Cu-Zusammensetzungen bei RT und Vergleich mit Literaturwerten für Wolfram und Kupfer; lineare Interpolation zwischen den Messwerten über den gesamten Mischungsbereich (Interpol. 1) und Interpolation ab 50Vol%Cu anhand modifizierter Steigung (Interpol. 2)

5.2.3 THERMO-PHYSIKALISCHE WERKSTOFFPRÜFUNG

5.2.3.1 Thermischer Ausdehnungskoeffizient (CTE)

Aus den lasergesinterten Grundwerkstoffen (siehe Kap. 5.1), deren Dicke in Abhängigkeit der Zusammensetzung variiert, wurden die Probenkörper mit den Dimensionen $12 \times 4 \times \sim 0.6\text{-}1 \text{ mm}^3$ gefertigt. Der im Versuch (s Kap. 2.4.1) untersuchte Temperaturbereich erstreckt sich von 50°C bis 1000°C .

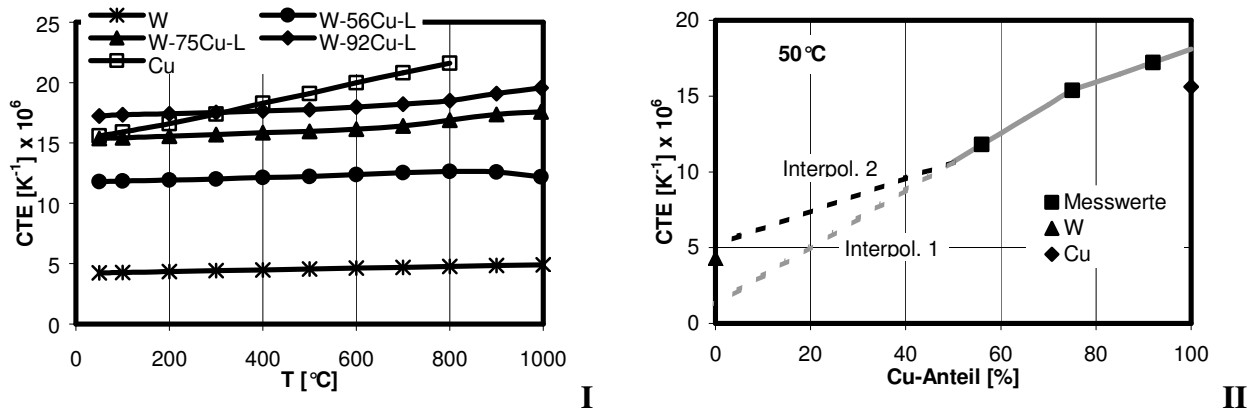


Abb. 5.20: CTE lasergesinterter W/Cu-Werkstoffe im Vergleich mit Literaturdaten für reines Wolfram und Kupfer; I) in Abhängigkeit der Temperatur, II) als Funktion des Mischungsverhältnisses bei 50°C – variierende Interpolationen: linear (Interpol. 1), mit modifizierter Steigung < 50%Cu (Interpol. 2)

Die Ermittlung des CTE erfolgte gemäß der Beschreibung in Kap. 2.4.1. Der thermische Ausdehnungskoeffizient des Verbundwerkstoffes steigt mit zunehmendem Kupfer-Anteil an. Hierbei treten ebenso wie beim Elastizitätsmodul aus Kap. 5.2.2, in den beiden untersuchten Intervallen unterschiedlich hohe Änderungsraten auf. Zwischen 92 Vol%Cu und 75 Vol%Cu beträgt diese bei 50°C $\sim 0.11 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pro Prozentpunkt. Im Bereich von 75 Vol%Cu bis 56 Vol%Cu verdoppelt sich dieser Wert annähernd auf $\sim 0.2 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ pro Prozent (s. Abb. 5.20). Dies bestätigt, dass das Verhalten des Wolfram/Kupfer-Verbundes bei einem prozentualen Kupfer-Anteil größer 75Vol% überproportional durch die Kupfer-Phase beeinflusst wird.

Die Extrapolation des CTE auf den Bereich unter 56 Vol%Cu erfolgt, in Übereinstimmung mit dem Elastizitätsmodul (s. Kap. 5.2.2), unter Variation der zuvor berechneten Änderungsraten ab einem Mischungsverhältnis von 50 Vol%Cu. Die imaginäre Weiterführung der Extrapolation bis hin zu reinem Wolfram zeigt eine Differenz beider Kurven von $\sim 4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Hierbei liegen die zum Vergleich herangezogenen Literaturdaten für reines Wolfram zwischen den interpolierten Werkstoffdaten.

Der thermische Ausdehnungskoeffizient als Funktion der Temperatur entspricht in seinem Verlauf trotz hohen Kupfer-Anteils eher dem von Wolfram. Die Ausdehnung der Werkstoffe ist über die Temperatur stabil bzw. stetig steigend. Eine Ausnahme bildet der Werkstoff W-56Cu-L, welcher ab 800°C einen geringfügigen Abfall erkennen lässt. Dies resultiert aus der Erhöhung des Wolfram-Gehaltes im Verbund und deutet auf eine Schwächung der Kupfer-Matrix hin (s. Abb. 5.8).

Dem entgegen steht die Erhöhung der Steigung der CTE-Kurven ab einer Temperatur von ca. 700°C für die Materialien W-92Cu-L und W-75Cu-L. Dies ist ein Zeichen für einen kompakten, in seiner Struktur dichten Werkstoff.

5.2.3.2 Spezifische Wärme

Die Messung (vgl. Kap. 5.1.3.2) erfolgte an Zylinderproben aus lasergesintertem W/Cu mit einem Durchmesser von 6 mm und einer je nach Mischungsverhältnis variierenden Höhe von 0.6 bis 1 mm.

Die ermittelten Ergebnisse liegen im Bereich theoretisch vorhergesagter Werte (s. Gl. 5.1) und stimmen mit den ermittelten Daten für plasmagespritzte W/Cu-Werkstoffe annähernd überein (s.

Kap. 5.1.3.2). Dies beinhaltet ebenso den an die Literaturwerte von Wolfram angepassten Kurvenverlauf mit einer geringen Steigung über die Temperatur.

Für Temperaturen $\leq 200^\circ\text{C}$ erfährt die spezifischen Wärme einen Anstieg, dessen Ausmaß in direktem Zusammenhang mit dem prozentualen Kupfer-Anteil im Werkstoffverbund steht. So werden für den Werkstoff W-56Cu-L bei RT um 0.02 J/gK höhere Werte gemessen als bei 200°C . Für W-75Cu-L beträgt die Steigerung bereits 0.03 J/gK und erreicht für W-92Cu-L ca. 0.04 J/gK .

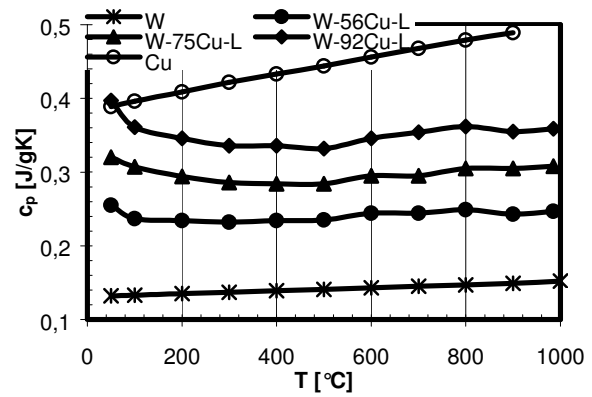


Abb. 5.21: Spezifische Wärme lasergesinterter W/Cu-Mischungen im Vergleich mit Literaturdaten für reines Wolfram und Kupfer

5.2.3.3 Thermische Leitfähigkeit

Zur Versuchsdurchführung an der Laser-Flash-Apparatur (s. Kap. 2.4.3) wurden aus den lasergesinterten Grundwerkstoffen (s. Kap. 5.1) Zylindergeometrien herausgearbeitet. Diese entsprechen in ihren Dimensionen den in Kap. 5.2.3.2 beschriebenen Proben zur Messung der spezifischen Wärme. Die Planparallelität von Grund- und Deckfläche gewährleisten eine konstante Probendicke, welche direkt in die Berechnungsformel der Temperaturleitfähigkeit eingeht (s. Kap. 2.4.3).

Die Versuchsdurchführung und Messung der Temperaturleitfähigkeit erfolgte schrittweise über einen Temperaturbereich von 50°C bis 1000°C mit einem ersten Temperatursprung von 50°C gefolgt von einer konstanten Schrittweite von 100°C . Zur Vermeidung von Oxidationen während der Messung wurde eine Helium-Inertgasatmosphäre geschaffen.

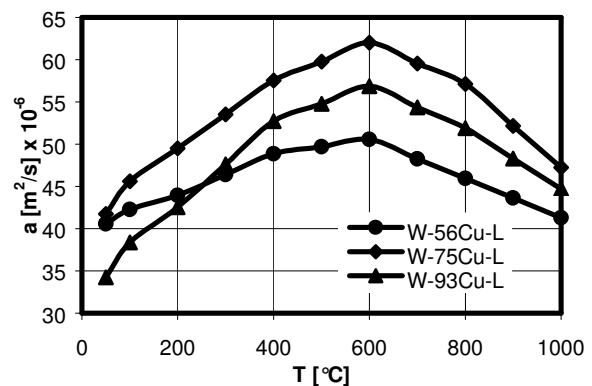


Abb. 5.22: Temperaturleitfähigkeit lasergesinterter W/Cu-Werkstoffe

Der Verlauf der Temperaturleitfähigkeitskurven in Abhängigkeit der Temperatur wird durch folgende Punkte charakterisiert (s. Abb. 5.22):

- Die Kennlinie jedes Verbundwerkstoffes besitzt ein Maximum bei 600°C . Dies impliziert, dass die Werkstoffe bei dieser Temperatur, unabhängig vom Mischungsverhältnis, die maximal erreichbare Dichte annehmen.
- Die Überschreitung der Maxima führt zu Kurvenverläufen, welche durch ihre stetige Abnahme den für die Reinelemente und allgemein für Metalle entsprechen. Deren größenordnungsmäßige Staffelung entspricht in diesem Bereich den differierenden Legierungsverhältnissen.
- Die Kennlinien der Werkstoffe W-92Cu-L und W-75Cu-L verlaufen im gesamten Temperaturbereich in annähernd konstantem Abstand zueinander. Das Material W-56Cu-L

hingegen unterscheidet sich von den anderen Werkstoffen durch seinen flachen Kurvenverlauf im Bereich unter 600°C.

Die Kurvenverläufe unter 600°C werden durch den Beitrag der dichten Wolframphase im Werkstoff bestimmt. Die nur in Kupfer auftretende Porosität des Werkstoffes reduziert sich durch Erhöhung des Wolfram-Anteils, woraus eine bei RT höhere Temperaturleitfähigkeit resultiert. Die abnehmende Anzahl an Porositäten ist ebenso die Ursache für das geringe Ausmaß an Verbesserung in bezug auf die Dichte des Werkstoffes, woraus der flachere Kurvenverlauf resultiert.

Die Verläufe der Wärmeleitfähigkeitskurven (s. Abb. 5.23) entsprechen in etwa jenen der Temperaturleitfähigkeit. Die Wärmeleitfähigkeit liegt in Abhängigkeit der Zusammensetzung und als Resultat der Porosität des Werkstoffes teilweise bis zu 400°C unter der für reines Wolfram. Das Ansteigen der Kurven bis ca. 600°C bedeutet jedoch eine verbesserte Leitfähigkeit im für den Divertormodul relevanten Temperaturbereich.

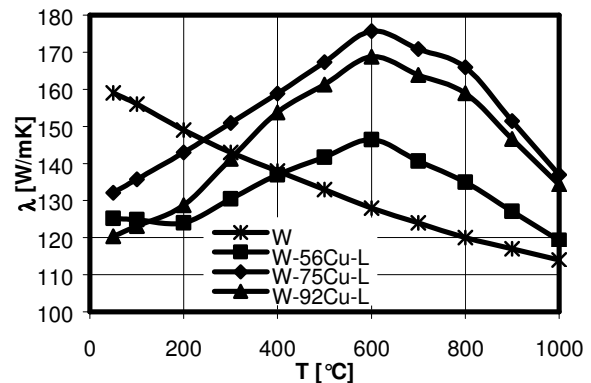


Abb. 5.23: Wärmeleitfähigkeit lasergesinterter W/Cu-Werkstoffe im Vergleich mit Literaturdaten für reines Wolfram

Der direkte Vergleich der Werkstoffe im Temperaturbereich über 600°C zeigt geringe Unterschiede zwischen den Zusammensetzungen W-75Cu-L und W-93Cu-L, wohingegen für W-56Cu-L ein signifikanter Abfall zu erkennen ist. Dies korreliert wiederum mit der bereits gewonnenen Erkenntnis einer Unterteilung des Mischungsbereiches in mindestens zwei Regionen, welche sich als Funktion des prozentualen Mischungsanteils durch unterschiedliche Änderungsraten charakterisieren.

5.3 SCHLUSSFOLGERUNG

Aufgrund vergleichbarer Gefügestrukturen und Werkstoffdaten für einen Kupfer-Gehalt über 50Vol% sind die beiden untersuchten Verfahren, Plasmaspritzen und Lasersintern, in diesem Bereich als gleichwertig zu betrachten.

Für Zusammensetzungen mit Mischungsverhältnissen unter 50 Vol%Cu sind jedoch sowohl in bezug auf die Gefügestruktur als auch die Werkstoffeigenschaften Unterschiede zwischen den Verfahren zu erwarten. Im Lasersinterverfahren muss die Kupfer-Phase die während des Prozesses nicht aufschmelzende Wolfram-Phase umschließen, um einen stabilen Verbundwerkstoff zu erhalten, wodurch das Mischungsverhältnis im Verbundwerkstoff begrenzt wird. Im LPPS-Verfahren ist dies aufgrund des Schmelzens beider Werkstoffe nicht erforderlich und die flexible Herstellung eines Gradienten über den ganzen Mischungsbereich möglich.

Die in den Bereich unter 50 Vol% hinein durchgeführten Extrapolationen des Elastizitätsmoduls und des thermischen Ausdehnungskoeffizienten lasergesinteter Werkstoffe zeigen zudem eine hohe Streuung. Inwiefern jedoch die unterschiedlichen Werkstoffdaten Einfluss auf das

Bauteilverhalten haben wird in Kap. 6 untersucht. Eine vorzeitige Klassifizierung der Herstellungsverfahren ist anhand der bereits gewonnenen Daten nicht möglich.

6 FINITE-ELEMENT-SIMULATION ZUR WIRKUNG VON GRADIERTEN W/CU-SCHICHTWERKSTOFFEN

6.1 GRUNDSÄTZLICHE ÜBERLEGUNGEN

Finite Element Methoden stellen eine idealisierte Sichtweise realer Bedingungen dar. Unter Berücksichtigung dieser Idealisierungen, werden Hinweise auf das thermische und strukturelle Verhalten von Werkstoffen als auch von Bauteilen gegeben. Neben der Verifizierung experimenteller Ergebnisse bieten FE-Methoden die ressourcensparende Möglichkeit zur Optimierungen des Designs im theoretischen Modell. Die mathematischen Grundlagen zu den Finite Element Methoden sind in Kap. 2.7 näher erläutert.

Die Erstellung eines 2-D Modells eines Divertormoduls erfolgt durch Spiegelung an der Symmetrieebene in Längsrichtung unter der Voraussetzung, dass über die Länge des Bauteils invariante Kühlungsbedingungen vorherrschen (vgl. Abb. 6.1). Die Grundbausteine dieser auf dem Flachziegelkonzept basierenden Bauteilgeometrie sind folgende Komponenten mit einer jeweiligen Breite von 24 mm:

- eine 20 mm hohe Wärmesenke, bestehend aus der Cu-Legierung CuCrZr und eine darin integrierte Kühlstruktur mit einem durchströmten Innendurchmesser von 10 mm
- eine OFHC-Cu Zwischenschicht mit einer Höhe von 2 mm
- ein 5-stufiges Schichtsystem, bestehend aus unterschiedlichen Zusammensetzungen
- ein in seiner Höhe variables PFM aus Wolfram

Die Analyse des in die Struktur integrierten funktionellen Gradienten erfolgt auf der Basis der in Kap.5 ermittelten und den daraus auf das gesamte Mischungsspektrum extrapolierten Materialdaten. Die Zielvorgabe ist, anhand eines neuen Designs eine Aussage über die prinzipielle Möglichkeit zur Verbesserung der Modulgeometrie zu erhalten. Basierend auf diesen Ergebnissen soll zur Ausschöpfung der maximalen Leistungsfähigkeit die Struktur der gradierten Schicht optimiert werden.

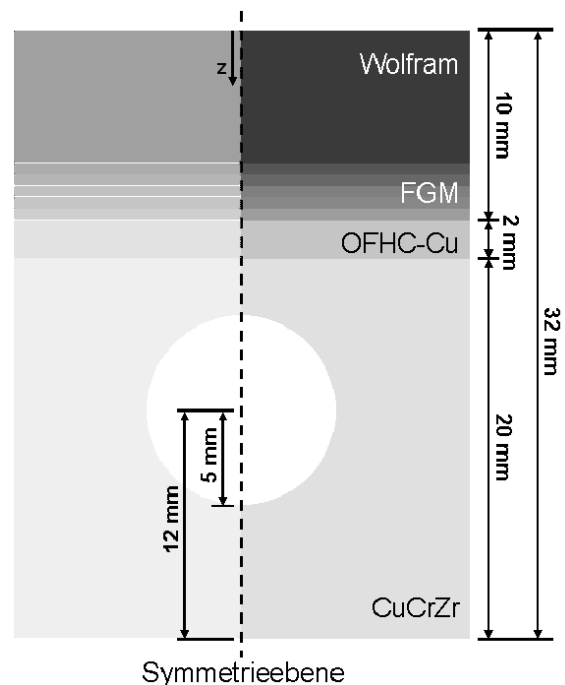


Abb. 6.1: Geometrie des Modells für ein Modul unter Ausnutzung vorhandener Symmetrien für die Simulation, bestehend aus dem PFM Wolfram, dem FGM, einer OFHC-Cu Zwischenschicht und der Wärmesenke aus CuCrZr mit integrierter Kühlung

Grundlage zur Berechnung der Temperatur- und Spannungsfelder sind die Materialeigenschaften der einzelnen Komponenten und die gewählten Randbedingungen, welche sich wie folgt zusammenfassen lassen:

- Die Materialkennwerte für die 3 Hauptkomponenten Wolfram, OFHC-Cu und CuCrZr charakterisieren das thermische und mechanisch-plastische Verhalten des Werkstückes. In

zahlreichen Untersuchungen wurden diese und weitere Eigenschaften des Werkstückes ermittelt [112-114] und eine große Datenbasis für Berechnungen geschaffen.

Tab. 6.1: Mechanische und thermo-physikalische Materialdaten für W, OFHC-Cu und CuCrZr

	T [°C]	E [GPa]	ν	YS [MPa]	UTS [MPa]	λ [W/mK]	c_p [J/kgK]	α [K ⁻¹] $\times 10^6$	ρ [kg/m ³] $\times 10^{-3}$
OFHC-Cu	20	117.0	0.33	49	215	398	386.0	15.4	8.88
	200	104.5		40	170	389.6	408.5	16.6	
	300	101.0		35	145	384.4	421.5	17.5	
	600	87.8		20	60	365.9	455.8	20.0	
CuCrZr	20	135.9	0.343	300	415	366.0	389.0	16.75	8.86
	200	123.0		270	350	382.3	406.9	17.23	
	300	115.7		250	315	378.0	417.1	17.53	
	500	101.3	0.35	195	225	361.0	448.6	18.2	
W	20	397.8	0.28	1250	1410	161.5	131.5	4.22	19.30
	200	396.4		1150	1250	149.3	135.3	4.35	
	500	390.0	0.29	850	965	132.7	141.3	4.56	
	1000	368.4		470	570	113.7	151.6	4.91	
	1500	333.3	0.30	200	265	102.7	164.5	5.26	
	2000	284.6		55	75	96.4	182.8	5.60	

- Auf die Oberfläche des PFM werden Belastungen von 5, 10 und 20 MWm⁻² aufgebracht. Diese entsprechen den Spezifikationen des ITER-Divertor im Normalbetrieb mit kurzzeitigen Spitzenlasten.
- Der Wärmeübergangskoeffizient an der Kühlrohrinnenseite wurde mittels EUPITER-Code berechnet (s. Abb. 6.2).

Parameter:

Rohrrinnendurchmesser: 10 mm
 Druck: 4 MPa
 Kühlwassertemperatur: 100°C
 Geschwindigkeit: 10 m/s
 Oberflächenrauigkeit: 3 μ m
 Twistrate (TR): 2
 Dicke des twisted tapes: 1.64 mm

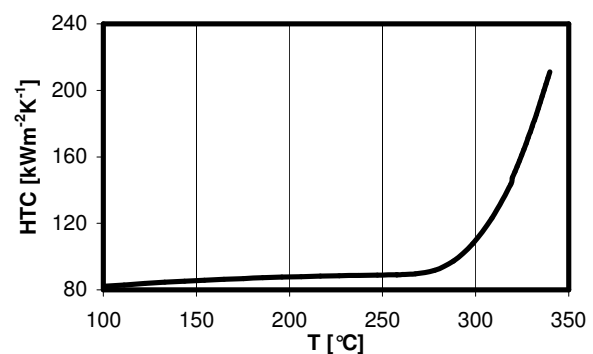


Abb. 6.2: Kühlparameter und dazugehöriger Wärmeübergangskoeffizient über der Temperatur; Übergang von einphasiger Strömung hin zu unterkühltem Blasensieden

- Das Gesamtsystems befindet sich bei 500°C im spannungsfreien Zustand. Dieser Wert korreliert mit der mittleren, im HIP-Prozess (s. Kap. 2.2.2) verwendeten Temperatur.
- An den Fügeflächen zwischen den Wolfram und Kupfer-Werkstoffen sowie innerhalb des gradierten W/Cu-Verbundes besteht eine perfekte Bindungsstruktur ohne Porositäten und Lunker. Diese bedingt eine optimale Wärmeleitfähigkeit sowie Haftung an diesen Übergängen.

Anhand transienter thermischer Simulationen wird im Inneren des Bauteils das im Gleichgewichtszustand vorherrschende Temperaturfeld berechnet. In darauffolgenden strukturellen Analysen wird der plastische und ebene Spannungszustand ermittelt, welcher sich als Resultat des in der Komponente etablierten Temperaturgradienten präsentiert. Um hieraus eine von Randeffekten freie Gegenüberstellung variierender Designoptionen zu gewährleisten, werden die Spannungen entlang der Symmetrieebene des Moduls isoliert herausgegriffen.

In dieser Ebene wird der wahre Spannungszustand im Werkstück unabhängig von am freien Rand auftretenden Singularitäten widerspiegelt. Von besonderem Interesse sind hierbei die normal zur Oberfläche auftretenden Spannungen zwischen PFM-Oberfläche und Kühlrohrwand. Diese sind ein Maß für die Schadenswahrscheinlichkeit im Werkstück und dabei vor allem an den Fügezonen und korrelieren in der Symmetrieebene in ihrem Absolutbetrag mit den von Mises-Spannungen (s. Kap. 2.7).

Die Basis und Referenz, welche den derzeitigen Stand der Technik repräsentiert, bildet ein Divertormodul ohne gradierten Übergang. Der Aufbau und die Modellierung erfolgt analog zu Abb. 6.1 unter Beibehaltung der Gesamthöhe und der Vernachlässigung der gradierten Zwischenschicht. Die Interpretation der darin auftretenden Temperatur- und Spannungsverläufe unter den zuvor definierten Randbedingungen gibt Aufschluss über Schwachstellen im Werkstoffverbund. Des weiteren zeigen sie den jeweiligen Einfluss der verwendeten Materialien auf das Gesamtspannungsverhalten und deren Einfluss auf den Temperaturgradienten im Werkstück.

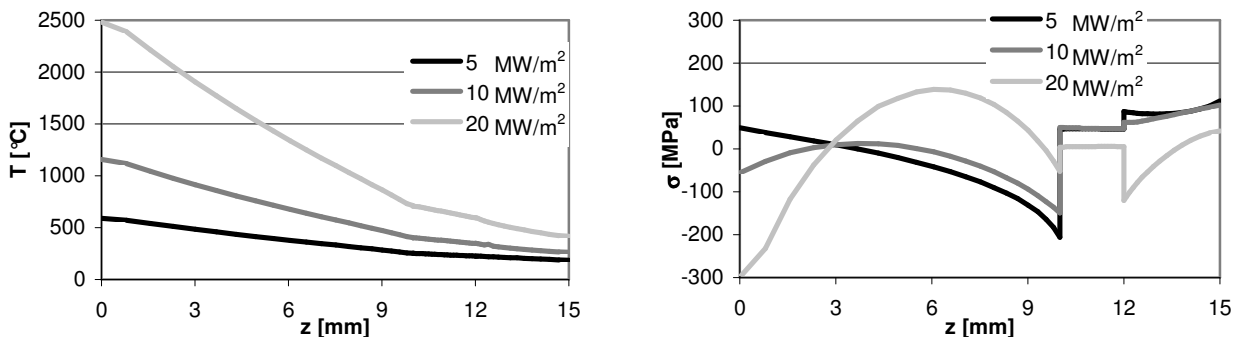


Abb. 6.3: Diagramme mit Temperatur- und Spannungsverlauf für die Spannungen in x-Richtung in der Symmetrieebene eines Moduls ohne FGM bei einer Belastung von 5, 10 und 20 MW/m²

Die im Temperaturdiagramm dargestellten Wärmeübergangskurven (s. Abb. 6.3) stellen in ihrem Verlauf eine Funktion der Wärmeleitfähigkeit der involvierten Materialien dar. Des weiteren zeigen sie die direkte Proportionalität zur eingebrachten Wärmeleistung durch die Korrelation mit einer für jeden Punkt definierten Temperaturerhöhung. Bei einer Belastung von 20 MW/m² führt diese zu einer Oberflächentemperatur von 2480°C und einer Temperatur am Kühlrohr von 418°C.

Die Spannungsentwicklung im Material als Reaktion auf die thermische Belastung erfordert die Betrachtung der einzelnen Bereiche bzw. der jeweiligen Werkstoffübergänge. Hierbei liegt das Hauptaugenmerk im besonderen auf den Maximalspannungen an den Grenzflächen und den dadurch verursachten Spannungssprüngen.

Beginnend für Wolfram, zeigt sich an der Oberfläche eine durch die Belastung ausgelöster Wechsel vom Zug- in den Druckspannungsbereich. Dieser resultiert aus der durch die hohen Temperaturen ausgelösten Reduktion des Elastizitätsmoduls an der Oberfläche und der an dem Übergang zwischen Wolfram und OFHC-Cu stattfindenden Relaxation der Druckspannungen.

Die Ursachen für die Entspannung an dieser Grenzfläche liegen in den Materialeigenschaften von OFHC-Cu, dessen Spannungen bereits für 5 und 10 MW/m² konstant im plastischen Bereich zwischen 40 und 50 MPa liegen.

Des weiteren bewirkt die OFHC-Cu Schicht einen Ausgleich zwischen Wolfram und CuCrZr, wodurch ein Teil der Spannungen in dem Werkstoff absorbiert und in plastische Verformungsarbeit umgewandelt wird. Demzufolge wird die Spannungskonzentration in CuCrZr nur in geringem Maße durch den darüber liegenden Werkstoffverbund beeinflusst und stellt in weiterer Folge durch ihre geringe Varianz kein wesentliches Schadens- bzw. Vergleichskriterium dar.

Die entscheidenden Parameter für die Schadensvorhersage und den qualitativen Vergleich sind somit die Grenzflächenspannungen zwischen Wolfram und OFHC-Cu. Diese haben einen maßgeblichen Anteil am Versagen des Bauteils; der Reduktion dieser Spannung gilt daher das Hauptaugenmerk der Untersuchungen.

6.2 SIMULATION DER WIRKUNG VON LPPS-SCHICHTWERKSTOFFEN

6.2.1 OPTIMIERUNG DES GRADIENTENWERKSTOFFES

Die Integration eines plasmagespritzten, gradierten Werkstoffverbundes in das Modell eines W/Cu-Divertormoduls (s. Abb. 6.1) erfolgt durch stufenweise Schichtübergänge. Jede dieser Stufen besteht aus einer unterschiedlichen, in 5%-Schritten variierenden Zusammensetzung und basiert auf der exakten Definition ihrer thermischen und mechanischen Materialparameter. Diese werden anhand gemessener Daten (s. Kap. 5.1.2 und Kap. 5.1.3) auf die gewünschten Mischungsverhältnisse extrapoliert und sind in Tab. 6.2 für einige repräsentative Zusammensetzungen angeführt.

Tab. 6.2: mechanische und thermo-physikalische Werkstoffgrößen für mittels LPPS hergestellte Schichtzusammensetzungen in Abhängigkeit der Temperatur

	T [°C]	E [GPa]	ν	YS [MPa]	UTS [MPa]	λ [W/mK]	c_p [J/kgK]	α [K ⁻¹] $\times 10^6$	ρ [kg/m ³] $\times 10^{-3}$
W-20Cu	20	262	0.29	481	985	130	182.0	5.61	16.11
	200	236		450	900	127	189.8	6.39	
	600	166	0.298	240	470	127	201.7	6.64	15.68
W-40Cu	20	198	0.3	363	710	163	232.6	7.66	14.65
	200	204		364	664	167	244.4	8.42	
	600	146	0.306	187	300	169	260.1	8.09	14.26
W-60Cu	20	154	0.31	253	467	161	283.1	10.81	12.11
	200	160		261	436	172	298.9	12.04	
	600	81	0.314	110	180	186	318.5	12.32	11.78
W-80Cu	20	120	0.32	197	340	164	333.6	13.69	10.52
	200	125		202	327	178	353.4	14.98	
	600	61	0.322	68	107	202	376.9	15.97	10.24

In einer Reihe von Studien wurde sowohl der geometrische Aufbau bzgl. der Schicht- und der Einzelstufendicke als auch die Schichtzusammensetzungen variiert. In diesen Analysen konnte

gezeigt werden, dass nicht jede Gradientenstruktur und jede Zusammensetzung einen positiven Einfluss auf die Spannungssituation im Bauteil besitzt. Deshalb werden folgende Gradientenparameter, welche nur eine geringe Streubreite aufweisen, als optimal bewertet (s. Tab. 6.3):

1. Die Dicke des Gradienten d_t wird auf 2-3 mm festgelegt. Eine Erhöhung der Gradientendicke führt zu einer Spannungsreduktion an den Grenzflächen, es wird jedoch auch anhand dünner FGM-Schichten ein gewisser Grad an Verbesserung erzielt. Die Stärke der Gradientendicke ist durch die in der Schicht erreichten Temperaturen limitiert.
2. Das ermittelte Zusammensetzungsverhältnis besteht aus einem Teilgradienten, welcher ausgehend von reinem Wolfram einen maximalen Kupfer-Gehalt von 25Vol% erlaubt. Die Ursache dafür liegt in der hohen Festigkeit des plasmagespritzten Materials, welche in der Verbindung mit einem vergleichsweise niedrigen Elastizitätsmodul für kupferreiche Mischungsverhältnisse schon bei geringen Dehnungen zu hohen Spannungen führt.
3. Der funktionelle Aufbau des Gradientenverlaufes (vgl. Tab. 6.3) zeigt über zwei Drittel der Schichtdicke einen Abfall des Wolfram-Gehalts im Mischungsverhältnis um 40Vol%, wohingegen im letzten Drittel eine Reduktion um 60% stattfindet. Dies demonstriert, dass ein Großteil der Spannungsreduktion bereits in unmittelbarer Nähe zum PFM erfolgt.

Tab. 6.3: Schichtgeometrie und -zusammensetzung der optimierten gradierten Übergangsschicht

Nr.	d_t [mm]	d_s [mm]	p_w [%]	d_w [mm]
PS-1	2	0.80	95	8
		0.54	90	
		0.32	85	
		0.20	80	
		0.14	75	

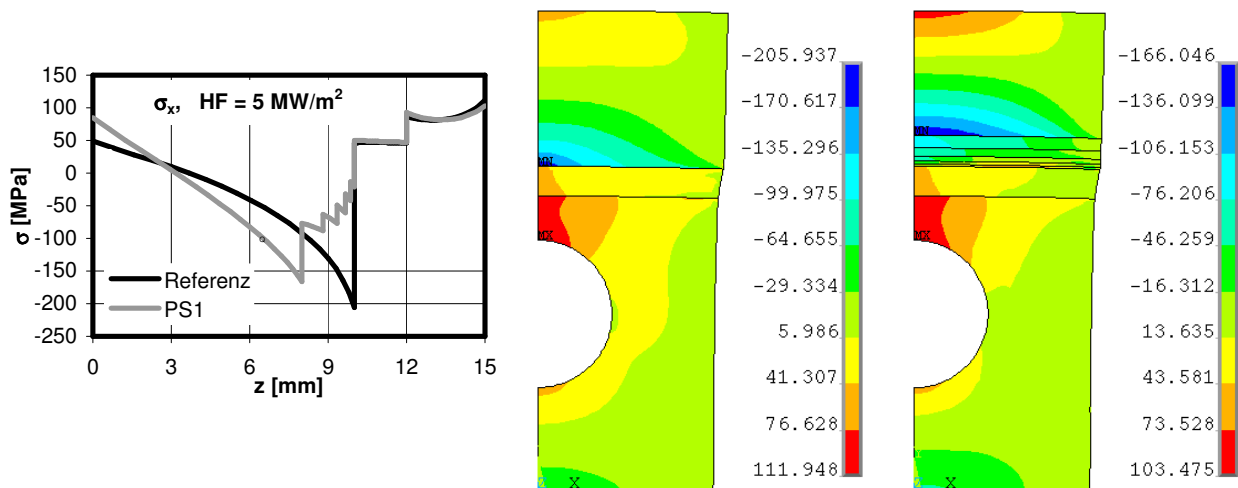


Abb. 6.4: Spannungsverläufe in der Symmetrieebene für Module ohne (Referenz) und mit optimiertem Gradienten; Spannungen in x-Richtung bei einer Belastung von 5 MW/m^2

In der Gegenüberstellung von Referenzmodul und optimiertem Modul mit gradiertem Übergang (s. Abb. 6.4 und Abb. 6.5) wird in erster Linie eine Verschiebung der Problemzone sichtbar. Die zuvor als Hauptproblem identifizierten Druckspannungen in Wolfram am Übergang zu OFHC-Cu verlagern sich auf ein Problem der Bindung zwischen Wolfram und dem FGM. Die dabei erreichte Spannungsreduktion beträgt im Falle einer thermischen Belastung von 5 MW/m^2 ~20.4% und erhöht sich für 10 MW/m^2 auf ~36.2%. Bei einer eingebrachten Wärmeleistung von 20 MW/m^2 entspricht die Verbesserung hauptsächlich dem stufenförmigen Übergang, welcher durch den vereinfachten, idealisierten Modellaufbau erreicht wird. Zudem wird, unabhängig von der Belastung, eine Reduktion der Spannungen am Übergang zum OFHC-Cu erreicht.

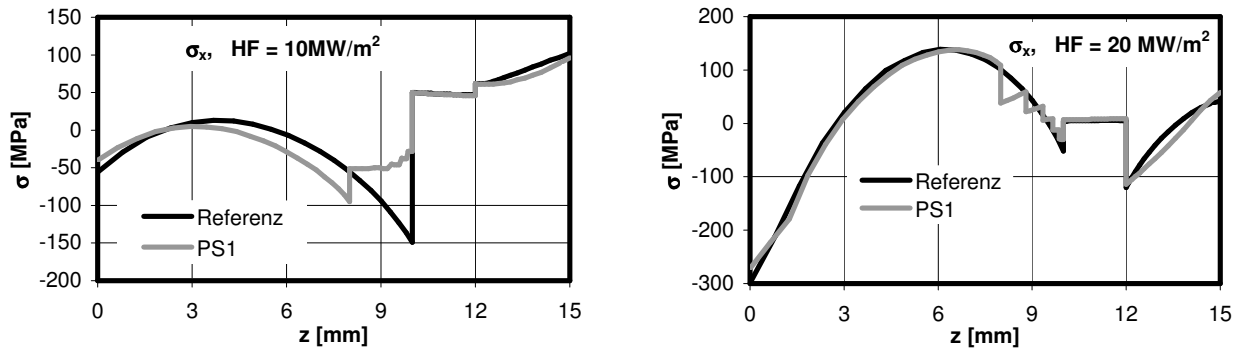


Abb. 6.5: Spannungen in der Symmetrieebene in x -Richtung für Module ohne (Referenz) und mit optimiertem Gradienten bei einer Belastung von 10 und 20 MW/m^2

Zur Verifizierung der oben angeführten Punkte werden in der Folge unter einer Belastung von 5 MW/m^2 andere Schichtgeometrien und Zusammensetzungen der als Optimum qualifizierten Gradientenstruktur gegenübergestellt. Zudem werden weitere Punkte, die Geometrie betreffend erörtert und es wird gezeigt, dass durch Kastellierung der PFM-Oberfläche eine weitere Spannungsreduktion erreicht wird. Unter den gleichen Voraussetzungen jedoch bei höheren Belastungen ermittelte Ergebnisse finden sich, ebenso wie die Schichtgeometrien und Zusammensetzungen, im Anhang wieder.

ad 1. Untersuchung des Schichtdickeneinflusses des eingefügten FGMs

Bei Belastungen von 20 MW/m^2 und darüber treten im Bereich des Gradienten Temperaturen auf, welche je nach FGM-Schichthöhe um oder über dem Schmelzpunkt von Kupfer liegen (s. Abb. 6.6). Daraus resultiert die Limitierung der Schichthöhe des FGM auf $\sim 2 \text{ mm}$.

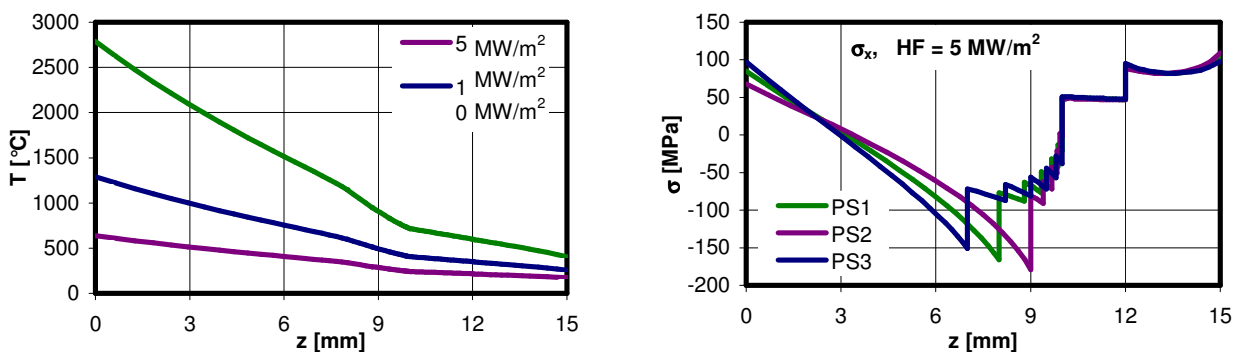


Abb. 6.6: Temperaturen in der Symmetrieebene in Abhängigkeit der eingebrachten Leistungen bei einer FGM-Schichtdicke von 2 mm; Spannungen in der Symmetrieebene in x -Richtung für Module mit variierender FGM-Schichtdicke (PS2 = 1 mm, PS3 = 3 mm) bei einer Belastung von 5 MW/m^2

Die Reduktion der Schichthöhe des Gradienten resultiert an der als kritisch eingestuften Grenzfläche zwischen PFM und FGM in einer Druckspannungserhöhung (s. Abb. 6.6). Im Vergleich zur Schichtdicke von 2 mm beträgt diese 7.8% für 1 mm (PS-2). Hingegen bedeutet eine Schichtdickenerhöhung eine weitere Reduktion der Spannungen um 10% für 3 mm (PS-3). Unabhängig von der Schichtdicke wird somit eine Spannungsreduktion gegenüber dem Referenzmodul erzielt.

Für eine eingebrachte Wärmeleistung von 5 MW/m^2 ergeben sich des weiteren mit der FGM-Schichthöhe ansteigende Druckspannungen am Übergang von FGM zu OFHC-Cu. Ein ähnliches Verhalten zeigen die Zugspannungen an der Wolfram-Oberfläche. Diesen wird jedoch, aufgrund

der ohnehin vergleichsweise geringen Spannungen an diesen Stellen und aufgrund der fehlenden Relevanz als Schadenskriterium, keine Bedeutung beigemessen. Zudem relativieren sich diese Resultate bei Betrachtung des Verhaltens unter einer Belastung von 10 und 20 MW/m² (s. Anhang).

ad 2. Untersuchung der Zusammensetzung des FGMs

Erste Simulationen beschäftigen sich mit über den gesamten Mischungsbereich verteilten Zusammensetzungen, wobei diese als gleichverteilt angenommen werden. Die Variation erfolgt hierbei durch die Dimensionen der einzelnen Schichtlagen des FGMs. Einerseits sind diese jenen für die Modulgeometrie PS1 äquivalent (PS4), andererseits werden sie als äquidistant modelliert (PS4a).

Eine deutlich ausgeprägte Steigerung der Spannungen an beiden Grenzflächen, sowohl zwischen PFM und FGM, als auch FGM und OFHC-Cu sind die Folge (s. Abb. 6.7). In Zahlen ausgedrückt beträgt die Druckspannungserhöhung im Bereich FGM-PFM 51% für PS4 und 82.1% für PS4a, wodurch Werte erreicht werden, welche sogar über jenen des Referenzmoduls angesiedelt sind.

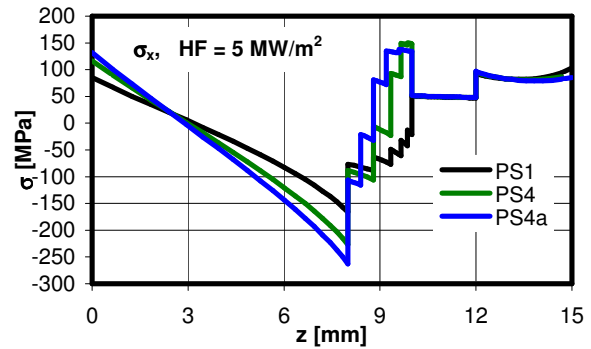


Abb. 6.7: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module mit über den gesamten Mischungsbereich variierender Zusammensetzung und unterschiedlichem Schichtaufbau bei einer Belastung von 5 MW/m²

Des weiteren erfolgt bereits im Gradientenverlauf der Übergang von Druck- auf Zugspannungen. Diese erhöhen die Schadenswahrscheinlichkeit um ein Vielfaches und kulminieren in den Grenzregionen zwischen FGM und OFHC-Cu in einem Maximum von 134 MPa für PS4 und 115 MPa für PS4a.

Der zweite Teil der Untersuchung in bezug auf die funktionelle Zusammensetzung des Mischungsverhältnisses beinhaltet die Untersuchung des Bereiches ≥ 75 Vol%Cu (PS5, PS5a). Die Ergebnisse dieser Untersuchungen zeigen jedoch eine, in Werten absolut unabhängig von der Schichtgeometrie stattfindende, Verschlechterung des Spannungszustandes im Modul. Im besonderen betrifft dies den Übergang von PFM zu FGM, an welchem die Steigerung der Druckspannungswerte um 123% das für ein integriertes FGM erreichbare Maximum darstellt.

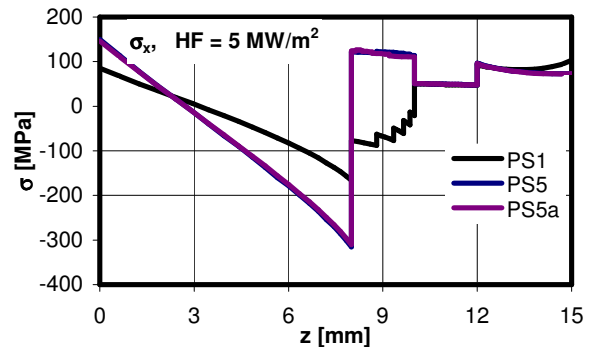


Abb. 6.8: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module mit einem partiellen Gradienten im Cu-nahen Bereich und unterschiedlichem Schichtaufbau bei einer Belastung von 5 MW/m²

Ein negativer Einfluss eines über den gesamten Mischungsbereich aufgeteilten Gradienten und enorme Spannungsüberhöhungen bei Verwendung eines Gradienten mit Mischungsverhältnissen von 75 bis 100 Vol%Cu ist das Fazit dieser Untersuchungen.

ad 3. *Untersuchung der inneren Geometrie des FGMs*

Die Variation der geometrischen Abmessungen der einzelnen Schichtlagen innerhalb der FGM-Struktur. Zu diesem Zweck wird einerseits eine Gleichverteilung der Schichtdicken angenommen (PS6), andererseits eine zu PS1 inverse Aufteilung mit der dicksten Schichtlage bei 75 Vol%W (PS7).

Ergebnis der Untersuchungen ist die geringfügige Erhöhung der Spannungen an der PFM-FGM Grenzfläche um 7.9% für PS6 bzw. 13.9% für PS7 und an der Grenzfläche von FGM zu OFHC-Cu im FGM-Bereich von 52.6% für PS6 und 94.7% für PS7.

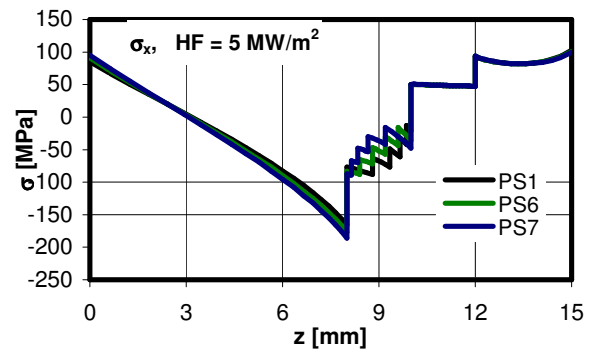


Abb. 6.9: Spannungen in der Symmetrieebene in x -Richtung für Module mit variierenden inneren geometrischen Abmessungen der einzelnen Stufen des gradierten Überganges bei einer Belastung von 5 MW/m^2

Fazit dieser Untersuchung ist, dass eine Verschiebung der Schichtlagendicke hin zu niedrigerem W-Gehalt zu einer Erhöhung der Spannungen an den Grenzflächen führt. Der Gradientenaufbau muss deshalb überwiegend aus breiten W-reichen Bereichen bestehen.

- *Untersuchung des Einflusses von OFHC-Cu*

Die Integration einer OFHC-Cu Schicht erfolgt aufgrund ihrer Funktion als Ausgleichsschicht, welche hauptsächlich im plastischen Bereich arbeitet. Unter Beibehaltung der Gesamthöhe und damit verbunden der Ausdehnung des FGM-Bereiches, führt bereits die Reduktion der OFHC-Cu Zwischenschicht auf die Hälfte ihrer geometrischen Abmessungen (PS9) zu einer Spannungserhöhung in CuCrZr um 32%. An der Grenzfläche zwischen PFM und FGM tritt hingegen, bedingt durch die Ausweitung des FGMs auf 4 mm, eine 10%ige Reduktion der Spannungen auf, wohingegen diese im übrigen Bauteil annähernd konstant bleiben.

Der Verzicht auf OFHC-Cu (PS8) resultiert, unabhängig von der Verbreiterung des FGMs, in einer Erhöhung der Druckspannung von 34.4% an der Grenzfläche zwischen PFM und FGM. Bei weitem deutlicher ist jedoch der Anstieg der Zugspannung am Übergang von OFHC-Cu zu CuCrZr von 191.6%.

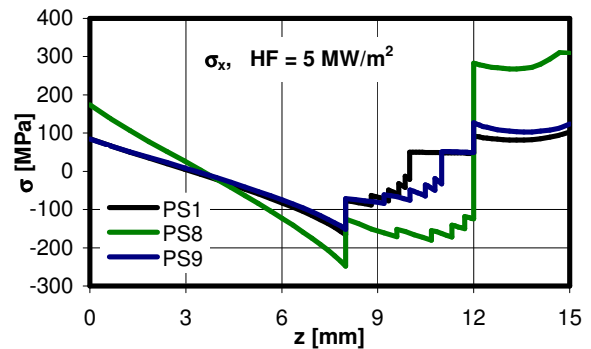


Abb. 6.10: Spannungen in der Symmetrieebene in x -Richtung für Module mit variierender OFHC-Cu-Schichtdicke bei einer Belastung von 5 MW/m^2

Die Folgerung aus diesen Ergebnissen ist die Notwendigkeit der Integration einer OFHC-Cu Zwischenschicht. Eine Reduktion ihrer Schichtdicke muss durch die Vergrößerung der Abmessungen des FGM-Bereiches kompensiert werden.

- *Untersuchung des Einflusses der PFM-Dicke*

Das Interesse an der Simulation variierender PFM-Schichtdicken liegt in der Evaluierung der Auswirkungen von im Betrieb auftretenden Erosionsmechanismen. Hierzu werden Schichthöhen

von 0 mm (PS10), 3 mm (PS11) und 5 mm (PS12) modelliert und eine Berechnung unter den gegebenen Randbedingungen durchgeführt.

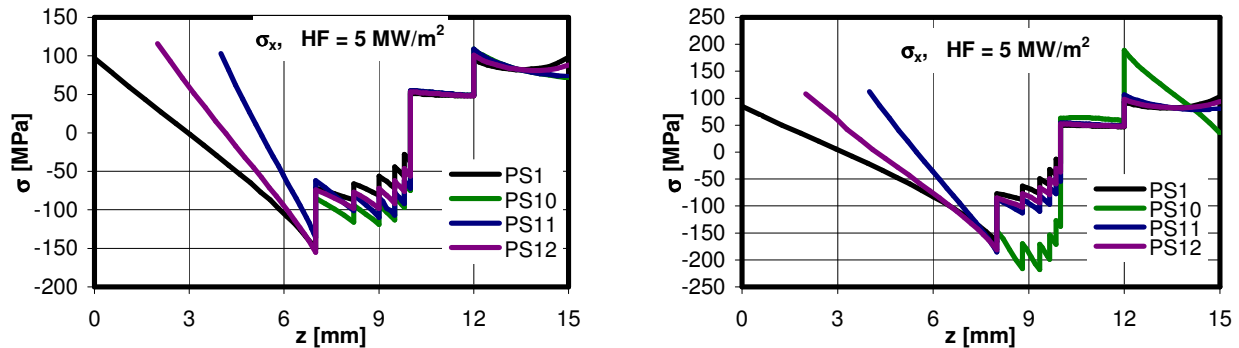


Abb. 6.11: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module mit variierender PFM-Schichtdicke bei einer Belastung von 5 MW/m^2

An der Grenzfläche zum PFM erfolgt ab einer Schichthöhe von 3 mm und darunter eine Reduktion der Spannungen. Dem entgegen steht jedoch ein Anstieg der Druckspannungen zwischen FGM und OFHC-Cu. Dieser ergibt sich prozentual zu 97.4% für PS10, 89.5% für PS11 und 47.4% für PS12.

Die Schlussfolgerung daraus ist, dass die betriebsbedingte Erosion von Wolfram weder eine entscheidende Verbesserung noch Verschlechterung der Spannungssituation zur Folge hat.

6.2.2 OPTIMIERUNG DES DESIGNS DURCH KASTELLIERUNG

Die als Kastellierung bezeichnete Unterteilung der Oberfläche in Einzelsegmente durch Einfügen von Dehnungsfugen ist eine äußerst wirkungsvolle Methode, Spannungen im Bauteil zu reduzieren (s. Kap. 1.4.2). Deren Modellierung erfolgt durch Modifikation des in Kap. 6.1 beschriebenen zweidimensionalen Modells, indem das PFM inklusive des optimierten FGMs in 4.5 mm breite, Segmente mit quadratischer Grundfläche unterteilt wird (PS1-brush).

Durch die Miteinbeziehung des FGM in die Kastellierung werden die Druckspannungen, welche an der Grenzfläche zwischen Wolfram und FGM auftreten an die Fügezone von FGM und OFHC-Cu transferiert (s. Abb. 6.14). Daraus erwächst ein entscheidendes Qualitätskriterium, welches auf der Entlastung der Schwachstelle im Verbund basiert, nämlich der mechanische Bindung zwischen plasmagespritztem Material und Wolfram-Substrat.

Den Vorteilen dieses Transfers, den unabhängig von der eingebrachten Leistung ermittelten Spannungsreduktionen im PFM/FGM-Bereich von mehr als 85%, stehen jedoch auch Nachteile gegenüber. Diese zeigen sich in einer zur eingebrachten Leistung in Relation stehenden 200 bis

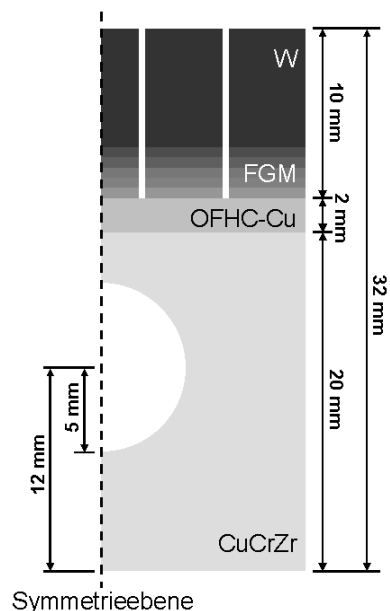


Abb. 6.12: Geometrie und Zusammensetzung des kastellierten Moduls unter Ausnutzung vorhandener Symmetrien für die Simulation; Kastellierungsbreite 4.5 mm

290%igen Erhöhung der Druckspannungen an der Grenzfläche zwischen FGM und OFHC-Cu. Eine Kompensation der negativen Auswirkungen erfolgt jedoch durch die an dieser Fügezone etablierte Diffusionsbindung, sowie die plastische Verformbarkeit des Materials.

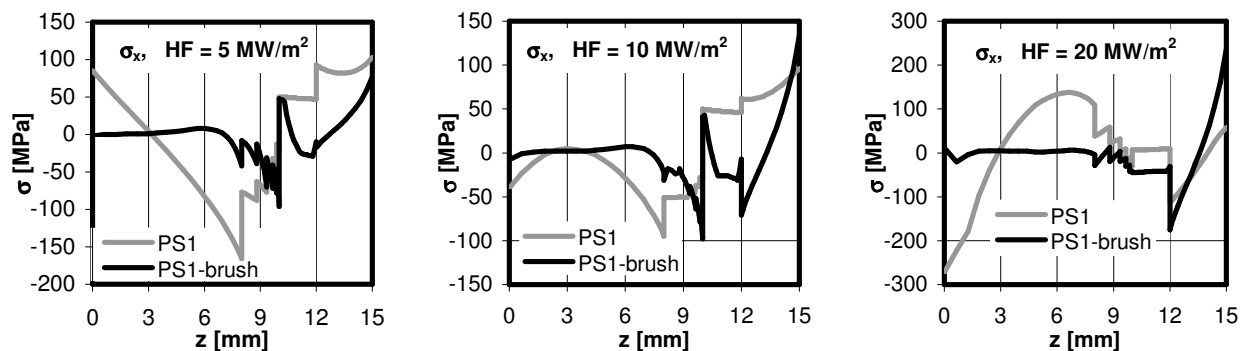


Abb. 6.13: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module mit und ohne Kastellierung bei einer Belastung von 5, 10 und 20 MW/m²

In dem qualitativen Vergleich des Moduls PS1-brush und eines kastellierten Referenzmoduls zeigt sich die Äquivalenz zu den zuvor für das Flachziegelkonzept berechneten Ergebnissen (s. Abb. 6.14). So reduzieren sich die als kritisch definierten Druckspannungen an der Unterseite des FGMs für 5 und 10 MW/m² um ~30% und für 30 MW/m² um ~38%. Im Bereich zwischen Leistungsdichten von 10 und 30 MW/m² bildet sich hingegen eine Kongruenz der Spannungsverläufe aus, welche für 20 MW/m² annähernd deckungsgleich verlaufen.

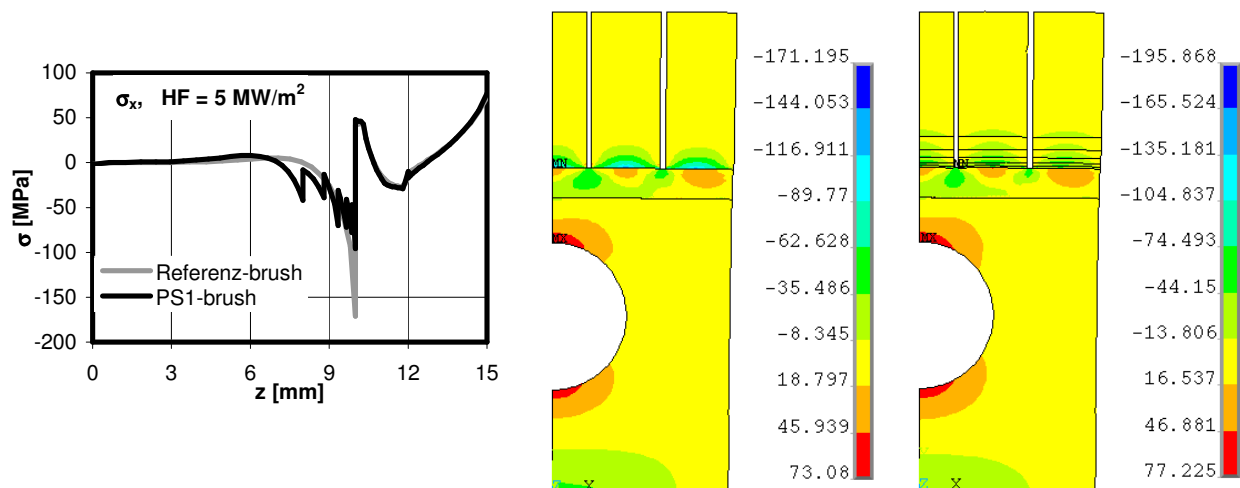


Abb. 6.14: Spannungsverläufe und -verteilung für Module ohne (Referenz) und mit optimiertem Gradienten sowie einer Kastellierung der Oberfläche bis zur OFHC-Cu-Zwischenschicht; Spannungen in x-Richtung bei einer Belastung von 5 MW/m²

Von den Spannungen in der Symmetrieebene unabhängig weisen die Spannungsschaubilder (s. Abb. 6.14) darauf hin, dass jeder „Zahn“ sein eigenes Spannungssystem ausbildet. Diese korrelieren in ihrer Form miteinander, jedoch tendieren sie für 5 und 10 MW/m² zur Ausbildung größerer Zugspannungsbereiche in OFHC-Cu als Folge des Abstandes von der Symmetrieebene. Dementsprechend erhöht sich die Schadenswahrscheinlichkeit in den Randbereichen, welche im Falle eines Versagens den Ausgangspunkt für Ablösungen bilden.

Leistungsdichten im Bereich von 20 MW/m² und höher führen hingegen zu Druckspannungen und vernachlässigbaren Spannungssprüngen in diesem Bereich (s. Abb. 6.15). Die daraus zu ziehende Schlussfolgerung ist, dass Schädigungen des Verbundes hauptsächlich durch die

Belastung mit Wärmeflüssen $< 20 \text{ MW/m}^2$ initiiert werden. Ein daraus folgendes Versagen des geschädigten Bauteils erfolgt jedoch in der Regel erst bei höheren Leistungsdichten und damit höheren Temperaturen und stärkeren Auswirkungen des Wärmeausdehnungskoeffizienten an den Fügeflächen.

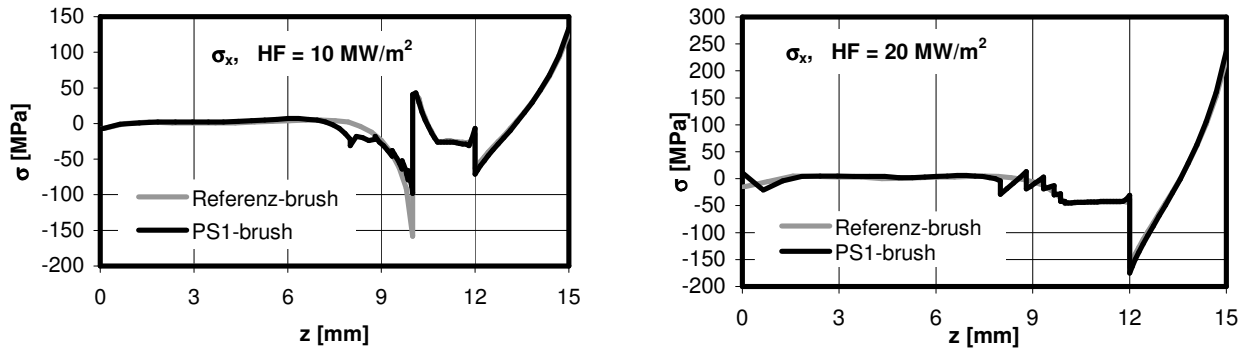


Abb. 6.15: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für kastellierte Module mit und ohne FGM bei einer Belastung von 10 und 20 MW/m^2

Die Option einer Erhöhung der Schnitttiefe bis an die Grenzfläche zwischen OFHC-Cu zu CuCrZr verringert bei einem Wärmefluss von 5 MW/m^2 die Spannungen um $\sim 38\%$ (s. Abb. 6.16). Dem entgegen steht die drastische Verschlechterung des thermischen Verhaltens bei hohen Wärmelasten, welche unweigerlich zu einer Schädigung des Bauteils führt. Zudem resultiert die Steigerung des Verhältnisses von Kastellierungshöhe zur Grundfläche in mechanischen Problemen und einer Erhöhung der Gefahr des Kippens eines einzelnen „Zahnes“.

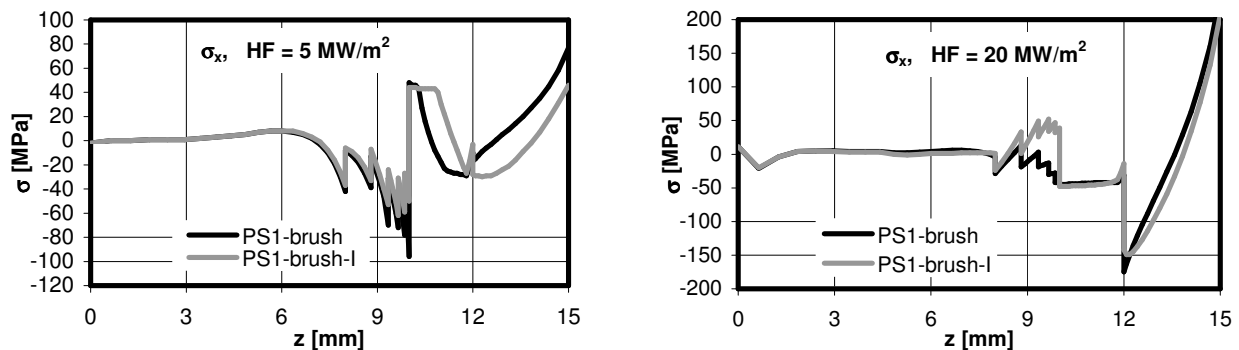


Abb. 6.16: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für kastellierte Module mit einer Schnitttiefe bis zu OFHC-Cu (PS1-brush) und bis zu CuCrZr (PS1-brush-I) bei einer Belastung von 5 und 20 MW/m^2

6.3 SIMULATION DER WIRKUNG VON DLS-SCHICHTWERKSTOFFEN

6.3.1 OPTIMIERUNG DES GRADIENTENWERKSTOFFES

Der lasergesinterte, gradierte Werkstoffverbund wird durch abgestufte Schichtübergänge simuliert und in das Modell eines W/Cu-Divertormoduls (s. Abb. 6.1) integriert. Die minimale Schrittweite zwischen zwei Stufen beträgt 5Vol%, wobei die in Kap. 5.2.2 und Kap. 5.2.3

gemessenen Materialparameter auf die gewünschten Mischungsverhältnisse inter- und extrapoliert werden.

Analog zu Kap. 5.2.2 werden beide Extrapolationsvarianten des Elastizitätsmoduls im Bereich unter 50Vol%Cu berücksichtigt und einander gegenübergestellt. Dies gilt in gleicher Weise für die in Kap. 5.2.3 ermittelten Ausdehnungskoeffizienten und soll gewährleisten, dass alle Einflüsse berücksichtigt werden.

In Tab. 6.4 sind die aus der linearen Extrapolation erhalten Werkstoffdaten für einige repräsentative Zusammensetzungen angeführt. Die Variationen des Elastizitätsmoduls und des Ausdehnungskoeffizienten anhand der Interpolation 2 in Abb. 5.19 und Abb. 5.20 sind in Tab. 6.5 anhand äquivalenter Schichtzusammensetzungen aufgelistet.

Tab. 6.4: Mechanische und thermo-physikalische Materialkennwerte für 4 ausgewählte lasergesinterte Schichtzusammensetzungen

	T [°C]	E ₁ [GPa]	ν	YS [MPa]	UTS [MPa]	λ [W/mK]	c _p [J/kgK]	α [K ⁻¹] × 10 ⁶	ρ [kg/m ³] × 10 ⁻³
W-20Cu-L	20	341	0.29	557	963				16.37
	100					104	104	5.04	
	200	303		457	790	88	120	5.08	
	600	256	0.298	212	483	91	147	5.28	16.13
W-40Cu-L	20	274	0.3	448	751				14.02
	100					116	178	8.82	
	200	244		367	616	108	183	8.89	
	600	206	0.306	170	369	122	201	9.23	13.76
W-60Cu-L	20	207	0.31	338	670				11.67
	100					127	252	12.60	
	200	184		277	549	128	247	12.70	
	600	155	0.314	129	255	153	255	13.18	11.40
W-80Cu-L	20	151	0.32	253	435				9.60
	100					132	323	15.99	
	200	134		208	357	139	309	16.11	
	600	113	0.322	96	165	174	310	16.68	9.32

Tab. 6.5: mechanische und thermo-physikalische Materialkennwerte für 4 ausgewählte, lasergesinterte Schichtzusammensetzungen – Variation unter 50Vol%Cu

	T [°C]	E ₂ [GPa]	YS ₂ [MPa]	UTS ₂ [MPa]	α [K ⁻¹] × 10 ⁶
W-20Cu-L	20	273	410	882	
	100				7.34
	200	244	336	723	7.51
	600	205	156	335	7.98
W-40Cu-L	20	251	398	841	
	100				9.58
	200	224	327	689	9.7
	600	189	151	319	10.13

In Simulationen wurden der geometrische Aufbau, die Schichtzusammensetzung und die Materialparameter variiert. Hierbei wurden wiederum Ergebnisse (vgl. Kap. 6.2) erzielt, welche zeigen, dass nicht jede funktionelle Gradientenstruktur dazu beiträgt, die Spannungssituation im Bauteil zu verbessern. Zudem sind im besonderen aufgrund der Variation der Werkstoffdaten im

Bereich $\leq 50\text{Vol\%Cu}$ eindeutige Aussagen über die qualitative Optimierung des Werkstoffverbundes nicht möglich.

Bezogen auf Schichtzusammensetzung und –geometrie werden folgende Gradientenparameter als optimal bewertet (s. Tab. 6.6):

1. Die Dicke des Gradienten wird auf 1-2mm festgelegt. Diese wird, trotz direkter Proportionalität der Gradientendicke zur Qualitätssteigerung, durch die Kombination aus Schichttemperatur und Kupfer-Matrix nach oben hin limitiert.
2. Das ermittelte Zusammensetzungsverhältnis besteht aus einem Teilgradient, welcher ausgehend von einem Kupfer-Gehalt von 20Vol% einen maximalen Kupfer-Gehalt von 35Vol% erlaubt. Die Ursache dafür liegt in der hohen Festigkeit des lasergesinterten Materials (vgl. Kap. 6.2.1).
3. Der funktionelle Aufbau des Gradientenverlaufes (vgl. Tab. 6.6) beinhaltet möglichst hohe Wolfram-Anteile, wodurch die Schichten von 70Vol%W bis 65Vol%W nur ein Sechstel der Gesamtdicke einnehmen.

Tab. 6.6: Schichtgeometrie und -zusammensetzung der optimierten gradierten Übergangsschicht

Nr.	d_t [mm]	d_s [mm]	p_w [%]	d_w [mm]
LS1	2	1.00	80	8
LS2		0.67	75	
LS3		0.20	70	
		0.13	65	

Basierend auf diesen Vorgaben werden den einzelnen Schichten unterschiedliche Materialdaten zugewiesen. Daraus resultieren drei Variationen des Gradienten, welche sich wie folgt ergeben:

LS1: linear interpolierte Werkstoffdaten (s. Tab. 6.4)

LS2: Variation des Elastizitätsmoduls (s. Tab. 6.5) unter Beibehaltung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten

LS3: Variation des Elastizitätsmoduls und des thermischen Ausdehnungskoeffizienten (s. Tab. 6.5)

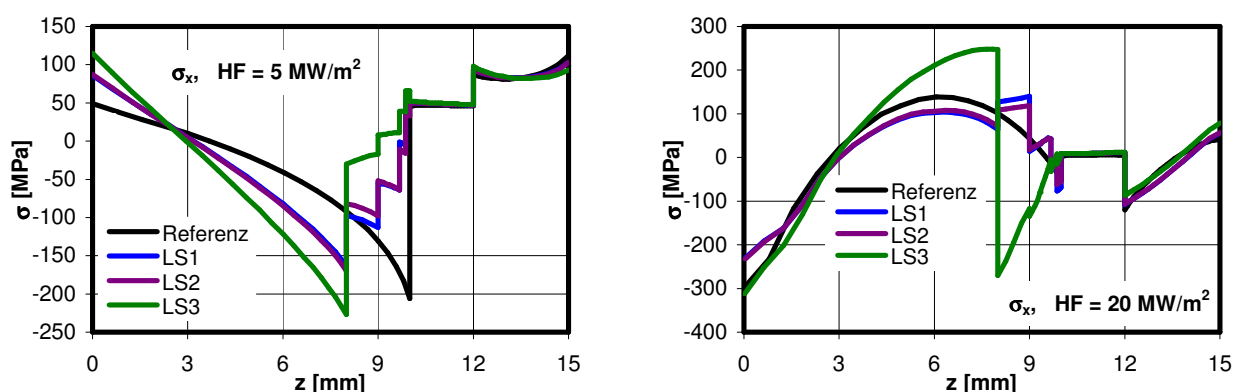


Abb. 6.17: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module ohne (Referenz) und mit optimiertem Gradienten bei einer Belastung von 5 und 20 MW/m²; Variation der Materialparameter

Die Gegenüberstellung dieser drei Studien und der eines Referenzmoduls zeigt wiederum eine Verlagerung der kritischen Spannungen auf die Übergangszone zwischen PFM und FGM (vgl. Kap. 6.2.1). Diese Verschiebung tritt jedoch, in Abhängigkeit der materialspezifischen Parameter, nicht immer in Kombination mit einer Spannungsreduktion auf. So wird im Falle einer thermischen Belastung von 5 MW/m² für LS1 eine Verringerung von ~20% und für LS2 von

17.5% erzielt. Dem entgegen steht eine Steigerung der Druckspannungen um 10.2% für LS3 (s. Abb. 6.17). Zudem ergeben sich für LS3 erhöhte Zugspannungen an der Grenzfläche zwischen FGM und OFHC-Cu.

Bei einem Wärmefluss von 20 MW/m^2 tritt im Gradienten im Bereich von 80Vol%W für LS1 und LS2 eine Zugspannungserhöhung auf. Für LS3 erfolgt hingegen ein Sprung von Zug- auf Druckspannungen bei damit korrelierter Überhöhung der Zugspannungen im PFM.

Fazit dieser Ergebnisse ist einerseits ein geringer Einfluss des Elastizitätsmoduls auf die qualitativen Eigenschaften des Bauteils. Andererseits resultiert die Änderung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten in einer drastischen Verschlechterung der Spannungssituation und damit im Verlust der optimierenden Wirkung des Gradienten. Der Ausdehnungskoeffizient entscheidet demnach maßgeblich über die Qualität eines Schichtüberganges, wodurch in der weiteren Entwicklung des Lasersinterverfahrens dieser Parameter mit Priorität behandelt werden muss.

Des weiteren liegt die Temperatur an der Grenzfläche von PFM zu FGM, wie schon in Kap. 6.2.1 festgestellt, bei 20 MW/m^2 für Schichthöhen von 2 mm im Bereich der Schmelztemperatur von Kupfer. Die Mikrostruktur des lasergesinterten Werkstoffes, basierend auf einer Kupfer-Matrix, reagiert bei diesen Temperaturen mit Verformungen und im Falle des Aufschmelzens mit dem Verlust der Stabilität.

Der Schichthöhenvergleich von 1 mm (s. Tab. 6.7) und 2 mm auf der Basis der für LS2 gültigen Materialdaten demonstriert, dass auch eine Reduktion der Schichthöhe noch einen gewissen Optimierungsgrad erzielen kann. Bei 5 MW/m^2 bedeutet dies für LS4 einen quantitativen Gewinn gegenüber dem Referenzmodul von 12.1% (s. Abb. 6.18). Des weiteren werden für einen eingebrachten Wärmefluss von 20 MW/m^2 die Spannungen zwischen PFM und FGM im Vergleich zu LS2 verringert. Dem steht jedoch ein Anstieg der Druckspannungen am Übergang von FGM zu OFHC-Cu von $\sim 77\%$, verglichen mit dem Referenzmodul, bzw. 67% , im Vergleich mit LS2, gegenüber.

Tab. 6.7: Schichtgeometrie und -zusammensetzung der optimierten gradierten Übergangsschicht

Nr.	d_t [mm]	d_s [mm]	p_w [%]	d_w [mm]
LS4	1	0.50	80	8
		0.33	75	
		0.10	70	
		0.7	65	

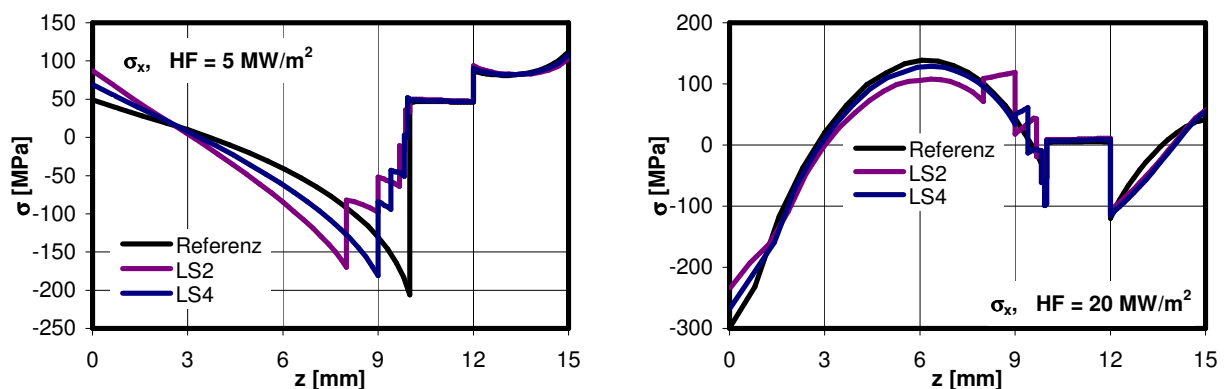


Abb. 6.18: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module ohne (Referenz) und mit variierender FGM-Schichtdicke bei einer Belastung von 5 und 20 MW/m^2

6.3.2 OPTIMIERUNG DES DESIGNS DURCH KASTELLIERUNG

Der geometrische Aufbau des Simulationsmodells (s. Abb. 6.12) und die aus der Kastellierung erwachsenden positiven Aspekte sind in Kap.6.2.2 näher erläutert. Die Integration des optimierten, lasergesinterten W/Cu-Gradientenwerkstoffes in das Modell ermöglicht, wiederum in Abhängigkeit der Materialcharakteristika, eine Verbesserung des Spannungszustandes gegenüber dem Referenzmodul. Hierbei wird durch die äquivalent zu Kap. 6.3.1 definierten Modelle, LS1-brush, LS2-brush und LS3-brush am Übergang von FGM zu OFHC-Cu eine Spannungsreduktion von 51.5% bis zu 79% erreicht (s. Abb. 6.19). Dennoch treten für LS3-brush hohe Spannungen an der Grenzschicht von PFM zu FGM auf. Diese erhöhen die Versagenswahrscheinlichkeit an dieser Stelle annähernd auf das Maß des nicht kastellierten Konzeptes.

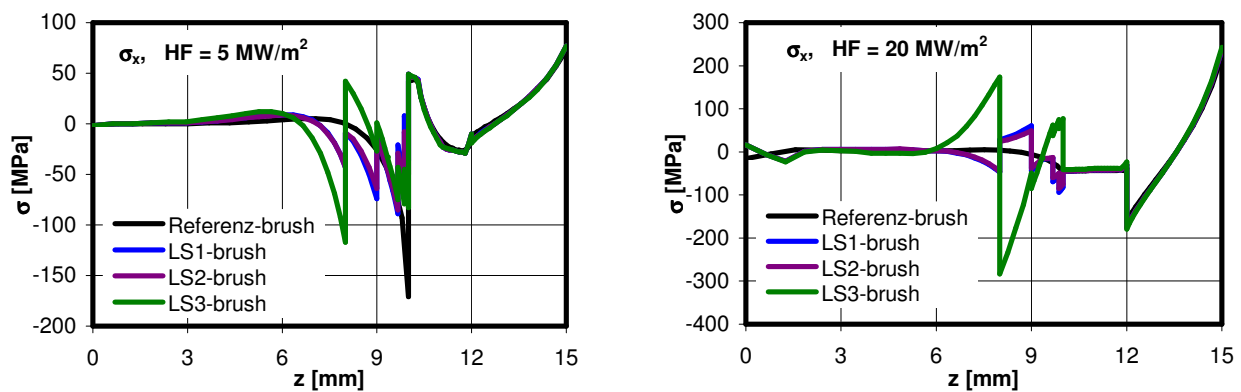


Abb. 6.19: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module mit Kastellierung bei einer Belastung von 5 und 20 MW/m²; Vergleich ohne und mit FGM

Unter einer Belastung von 20 MW/m² wird, wie bereits in Kap.6.2.2 gezeigt, unter den vorgegebenen Randbedingungen allein durch die Kastellierung ein Optimum erreicht. Dieses kann nicht verbessert, sondern bei Integration eines Gradienten nur nachgeahmt werden. Die Ergebnisse zeigen jedoch, dass, bedingt durch den thermischen Ausdehnungskoeffizienten, Abweichungen vom Ideal stattfinden. Hierbei tritt einerseits am Übergang von PFM und FGM ein Spannungssprung von Druck- auf Zugspannungen auf. Andererseits erfolgt für LS3-brush an derselben Stelle des Werkstoffverbundes ein dazu invertierter Sprung von Zugspannungen im PFM auf Druckspannungen im FGM. In Relation zueinander übersteigen die Zugspannungen hierbei jene für LS1-brush und LS2-brush um den Faktor 7. Ebenso erfolgt eine Erhöhung der Druckspannungen um den Faktor 6. Die Inversion der Spannungen demonstriert, dass ein Ausdehnungskoeffizient zwischen den beiden interpolierten Extremversionen (s. Abb. 5.20) das Optimum darstellt.

6.4 SCHLUSSFOLGERUNG

Auf Basis der Integration eines funktionellen, plasmagespritzten W/Cu-Gradienten erfolgt eine Verbesserung der thermisch bedingten Spannungssituation in einer W/Cu-Divertorkomponente. Das Zusammensetzungsverhältnis des Verbundwerkstoffes besteht aus einem Teilgradient, welcher, ausgehend von reinem Wolfram, einen maximalen Kupfer-Gehalt von 25 Vol% erlaubt. Der funktionelle Aufbau dieses Gradienten zeigt über zwei Drittel der Schichtdicke einen Abfall des Wolfram-Gehalts im Mischungsverhältnis um 40Vol%, wohingegen im letzten Drittel eine

Reduktion um 60% stattfindet. Des weiteren präsentiert sich die Qualitätssteigerung als direkt proportionale Funktion der Gradientendicke. Eine Erhöhung der Gradientendicke entspricht einer weiteren Optimierung, deren Limitierung die Temperatur in der gradierten Schicht darstellt.

Ein Maximum an Optimierung wird durch die Kastellierung der Oberfläche mit einer Querschnittsfläche unter $5 \times 5 \text{ mm}^2$ erreicht. Hierbei bedarf es der Miteinbeziehung des Gradienten in die Kastellierung, um eine Verlagerung der kritischen Spannungen von der Fügezone zwischen PFM und FGM hin zu jener zwischen FGM und OFHC-Cu zu erreichen. Die dabei auftretenden Spannungen weisen darauf hin, dass die Initiierung einer Schädigung der Fügenschicht bei geringen, das Bauteilversagen bei hohen aufgetragenen Wärmeflüssen erfolgt. Zudem erhöht sich die Schadenswahrscheinlichkeit in den Randbereichen des Moduls.

Ein dazu äquivalentes Ergebnis zeigen lasergesinterte Werkstoffe. Für diese gilt jedoch aufgrund der Limitierung des Mischungsverhältnisses auf Werkstoffe $\geq 20 \text{ Vol\%Cu}$ eine Verschiebung der Zusammensetzung des Teilgradienten auf das Intervall von 20 bis 35 Vol%Cu. Des weiteren existieren aufgrund fehlender gesicherter Werkstoffdaten für den Bereich $< 50 \text{ Vol\%Cu}$ teilweise hohe Varianzen in den Ergebnissen der strukturellen Simulationen. Infolgedessen ist eine exakte Bestimmung der Güte im Vergleich zu einem plasmagespritzten Gradienten sowie zu einer Geometrie ohne Gradienten nicht möglich.

Im Vergleich mikrostruktureller (s. Kap. 5) und herstellungsspezifischer (s. Kap. 4) Unterschiede erweist sich jedoch das LPPS-Verfahren als weitaus flexibler. Deshalb wird, zudem basierend auf den gesicherten und qualitativ hochwertigen Ergebnissen für das LPPS-Verfahren, die Herstellung von Divertormodulen auf diese Fertigungsmethode eingeschränkt.

7 HERSTELLUNG UND PRÜFUNG VON TESTMODULEN FÜR „HEAT FLUX“ EXPERIMENTE IN JUDITH

7.1 HERSTELLUNG VON „TESTMODULEN“

7.1.1 HERSTELLUNG DES GRADIENTEN W/CU-VERBUNDWERKSTOFFES

Im Hinblick auf die Fertigung von aktiv gekühlten Divertormodulen stehen zwei Varianten zur Herstellung gradiertter Zwischenschichten zur Auswahl:

1. Schichtaufbau auf einem Wolfram-Substrat

Diese Variante erfordert keine weiteren Hilfsmittel während des Plasmaspritzprozesses. Des weiteren bietet sie die Möglichkeit im HIP-Verfahren (s. Kap. 2.2.2) die einzelnen Komponentenwerkstoffe, CuCrZr, OFHC-Cu und das Materialsystem aus FGM und PFM simultan zu fügen.

2. Schichtaufbau auf einem Kupfer-Substrat

Die erforderliche Kühlung des Substrates während der Herstellung führt zu einer Reduktion der Benetzungsfähigkeit. Des weiteren treten durch die hohen Temperaturunterschiede zwischen Substrat und der Schmelzphase des aufgetragenen Materials Eigenspannungen auf, welche eine Delamination der Schicht bewirken können.

Im Falle der Verwendung eines vorgefertigten PFM's erfordert das Fügen der gradierten Schicht auf das PFM Temperaturen zwischen 700°C und 900°C. Dementsprechend unterteilt sich die Gesamtfertigung aufgrund der zu vermeidenden thermischen Belastung von CuCrZr $\geq 550^\circ\text{C}$ (s. Kap. 1.4.1) in mehrere Schritte. Dies erhöht den Zeit- und Kostenaufwand.

Dies gilt auch für das Aufbringen von Wolfram mittels LPPS-Verfahren durch eine von der notwendigen PFM-Dicke abhängige längere Beschichtungsdauer. Der HIP-Zyklus zur Herstellung der Verbindung zwischen OFHC-Cu und CuCrZr kann in keinem der zuvor angesprochenen Verfahren vermieden werden.

Unter Berücksichtigung ökonomischer und technologischer Gesichtspunkte wurde Variante 1) der Vorzug gegeben. Darauf aufbauend erfolgte die Fertigung von in Finite-Element-Analysen (s. Kap. 6) optimierten, gradierten, ~2.5 mm starken W/Cu-Verbunden, basierend auf den in Kap. 4.1 ermittelten Parametern (s. Tab. 7.1).

Tab. 7.1: Optimierte Schichtzusammensetzung der gradierten Schicht und Parameter zu deren Herstellung

d [mm]	P _W [%]	Spritzlagen	D _W [% RPM]	D _{Cu} [% RPM]
1	95	170	6	0.5
0.8	90	140	5.5	0.5
0.5	85	90	5	0.5
0.3	80	50	5	1
0.2	75	35	4.5	1

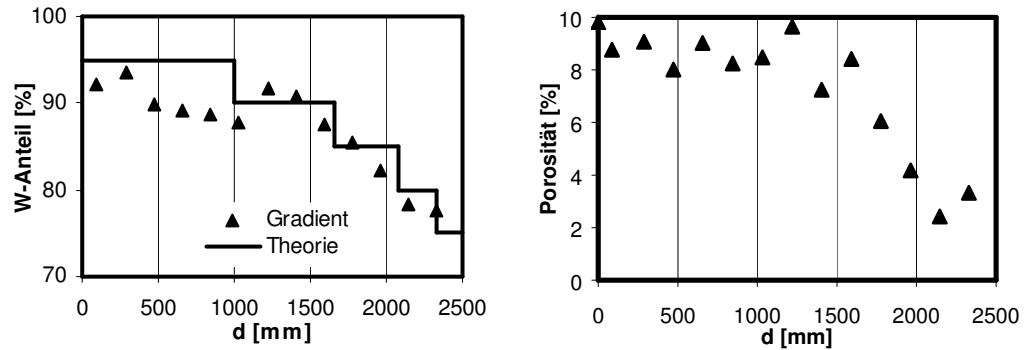
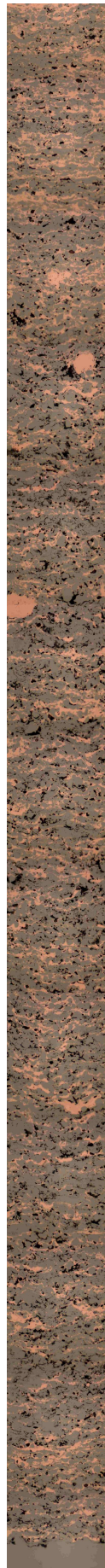


Abb. 7.1: Prozentanteil von W im Gesamtgefüge des Gradienten unter Vernachlässigung des Porositätsanteils (links) im Vergleich zum rechnerisch ermittelten Aufbau und Gegenüberstellung der optisch gemessenen Porosität (rechts)

Die Schichtzusammensetzung des Gradienten stimmt annähernd mit der theoretisch angesetzten und über die Förderrate und die Anzahl der Spritzlagen geregelten Form (s. Abb. 7.1) überein. Dies gilt im besonderen für den Bereich von 75 bis 90Vol%W. Hier sind die Übergänge im Werkstoff fließend (vgl. Abb. 7.3), wodurch makroskopische Grenzschichtphänomene vermieden werden und ein Optimum des Verhaltens erreicht wird.

Der größte Anteil des Gradienten mit der theoretischen Zusammensetzung von 95Vol% zeichnet sich im Mittel durch einen um ca. 4-5% darunter liegenden Wert ab. Demzufolge bleibt die Zusammensetzung ab einem Wolfram-Gehalt von 90Vol% annähernd konstant.

Die optische Porosität in der Mikrostruktur nach dem Herstellungsprozess beträgt zwischen 8 und 10% im Bereich hohen Wolfram-Phasenanteils und reduziert sich mit steigendem Cu-Gehalt auf ~3-4% (s. Abb. 7.1).

Die Grenzfläche zwischen Wolfram-Substrat und aufgebrachtener gradiertem W/Cu-Schicht zeigt eine sehr gute Benetzung und Verzahnung der Werkstoffoberflächen (s. Abb. 7.2). Dies gewährleistet eine hohe thermische Leitfähigkeit und eine ausreichende mechanische Festigkeit (vgl. Haftfestigkeitsprüfung Kap. 5.1.2.2).

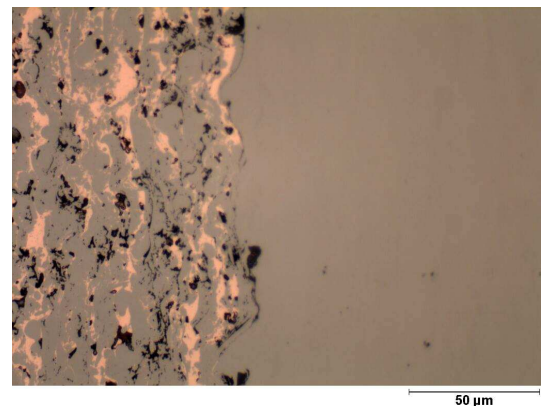


Abb. 7.2: LM-Bild der Grenzschicht zwischen plasmagespritztem Gradienten und dem Wolfram-Substrat

Abb. 7.3: Gradientenstruktur einer mittels LPPS hergestellten, ca. 2.5 cm dicken W/Cu-Beschichtung auf W-Substrat an einer repräsentativ ausgewählten Positionen im Werkstoff

7.1.2 DIVERTORMODULE

Die Finite Element Analysen ergaben ein optimiertes Spannungsverhalten in der Divertorkomponente bei Geometrien mit kastelliertem PFM. Dennoch wird auch ohne Kastellierung durch Integration der gradierten Schicht eine Reduktion der Spannungen an den Grenzflächen erreicht. Um beide Konzepte vergleichen zu können, wurde auf dem Flachziegelkonzept basierend je ein Modul mit (FT126/1) und ohne (FT126/2) Macrobrush-Design hergestellt (s. Abb. 7.4).

Als erster Schritt erfolgte die Fertigung der aus den unterschiedlichen Vollmaterialien bestehenden Einzelkomponenten in den gewünschten Größenabmessungen:

CuCrZr:	77 x 24 x 20 mm ³
OFHC-Cu:	77 x 24 x 2 mm ³
Wolfram:	80 x 27 x 7 mm ³

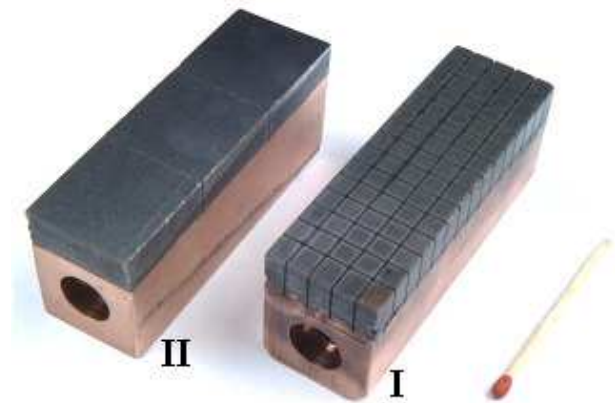


Abb. 7.4: Hergestellte Testmodule mit integrierter Kühlstruktur; I) mit Kastellierung des PFM, FT126/1, II) ohne Kastellierung, FT126/2

Die für Wolfram auftretende Abweichung um 3 mm in der Dimension für die Länge und die Breite resultiert aus der Form des entsprechend Kap. 7.1.1 hergestellten, plasmagespritzten Gradienten. Dieser zeigt in einem Randbereich von 1 bis 1.5 mm Abrundungen und damit eine Verringerung der Schichthöhe. Durch eine größere Beschichtungsfläche des Wolfram-Substrates können diese Inhomogenitäten nachträglich entfernt werden. Dadurch ist die Herstellung einer homogenen Verbindung zwischen Wärmesenke und PFM gewährleistet.

Das Fügen der einzelnen Materialien und damit die Fertigung einer Divertorkomponente erfolgt in einem HIP-Prozess durch die dabei entstehenden Diffusionsbindungen zwischen den beteiligten Werkstoffen. Aufgrund des hohen Wolfram-Anteils im Gradienten ist eine Anbindung an eine dünne Cu-Diffusionsbindungsschicht erforderlich. Hierfür stehen zwei Varianten zur Auswahl:

1. Plasmaspritzen
2. galvanisches Abscheiden

Die Beschichtung mittels Plasmaspritzen kann im Gegensatz zur galvanischen Abscheidung direkt im Zuge der Aufbringung der gradierten Schicht erfolgen. Oberflächenrauigkeiten und eventuell auftretende Schichtdickenunterschiede des plasmagespritzten Werkstoffes verhindern jedoch bei beiden Verfahren eine direkte Weiterverwendung.

Demzufolge ist eine Nachbearbeitung der plasmagespritzten Oberfläche durch Schleifen erforderlich, einerseits um die Oberflächenrauigkeiten zu reduzieren und andererseits um eine Planparallelität zur PFM-Oberfläche herzustellen. Durch die Planparallelität wird die Maximierung der Kontaktflächen und daraus folgend der Bindung im zu fügenden Werkstoffsystem gewährleistet.

Daher wurde eine ca. 50 µm starke, plasmagespritzte und aus reinem Kupfer bestehende Diffusionsbindungsschicht gefertigt. Die Aufbringung einer reinen Kupfer-Schicht basierte auf

früheren, an Kleinproben durchgeführten Untersuchungen, in welchen das Verhalten einer als Diffusionsschicht konzipierten plasmagespritzten W-80Cu-Schicht ermittelt wurde (s. Anhang G). Aufgrund von Unregelmäßigkeiten sowohl der Oberfläche als auch der Gesamtbeschichtungsstärke, welche bis zu 200 µm variierte, konnte jedoch die Planparallelität unter Beibehaltung der Diffusionsbindungsschicht nicht gewährleistet werden. Die daraus folgende Konsequenz war das Abschleifen der plasmagespritzten Oberfläche und damit der aufgetragenen plasmagespritzten Kupfer-Schicht und die Aufbringung einer galvanisch hergestellten Kupfer-Schicht im Ausmaß von ~10 µm.

Kupfer verfügt bei einer Temperatur von 500°C über eine geringe Selbstdiffusion (Diffusionskoeffizient $D = 6 \cdot 10^{-15} \text{ cm}^2/\text{s}$). Dies gilt ebenso für Nickel ($D = 4.4 \cdot 10^{-16} \text{ cm}^2/\text{s}$) [115] jedoch wird durch die Integration einer Ni-Zwischenschicht der Einfluss einer diffusionshemmenden Oberflächenoxidation auf den Kupferwerkstoff stark reduziert. Ebenso wird, im Gegensatz zu einer Sn-Zwischenschicht [115], eine höhere mechanische Bindungsfestigkeit gegenüber einer direkten HIP-Diffusionsbindung zwischen Kupfermaterialien erreicht (s. Kap. 1.4.2).

Hierzu wurden beide Kontaktflächen der OFHC-Cu-Plättchens, sowohl zu CuCrZr als auch zum FGM, galvanisch mit einer ~20 µm dicken Ni-Schicht überzogen. Zudem wurde die Kontaktoberfläche von CuCrZr geschliffen und gereinigt. Dies diente der Reduktion der durch die Herstellung vorhandenen Rauigkeit und entfernte den größten Teil des diffusionshemmenden Oxidfilms an der Oberfläche.

Nach Stapelung gemäß den Vorgaben des zu fertigenden Werkstoffverbundes erfolgte die Kapselung des Systems durch eine Kupferummantelung. Diese bestand aus 1 mm dickem Kupferblech, welches mittels Elektronenstrahlschweißens bei gleichzeitiger Entlüftung und Reduktion des Atmosphärendrucks auf ca. 10^{-4} mbar luftdicht verschlossen wurde. Die Verwendung von Kupfer anstelle einer Stahlkapselung basiert auf der hohen Verformbarkeit bei Temperaturen im Bereich von 450 bis 550°C und der damit verbundenen besseren Kraftübertragung der aufgetragenen Druckes auf den Schichtverbund. Das Vakuum im Inneren der Kapsel gewährleistet einen optimalen Kontakt der Bindungsflächen und verhindert das Auftreten gasgefüllter Porositäten.

Die verwendeten Prozessparameter (s. Tab. 7.2) wurden unter Berücksichtigung der Eigenschaftsveränderung von CuCrZr bei einer Temperaturbelastung größer als 550°C und der geringen Diffusionsgeschwindigkeit von Kupfer und Nickel festgelegt [115-124]. Diese gewährleisteten bei 550°C eine ausreichende Zeitspanne zur Etablierung der Diffusionsbindung. Ebenso ermöglichen sie in einem zweiten Verfahrensschritt durch die Reduktion der Temperatur auf 450°C den partiellen Abbau thermisch erzeugter Eigenspannungen.

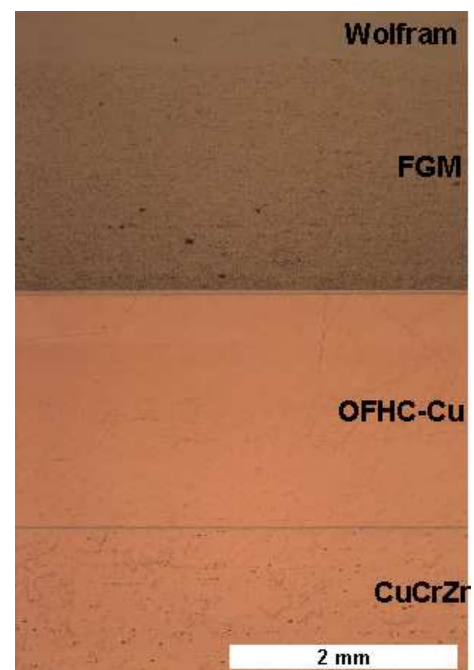


Abb. 7.5: LM-Schliffbild eines Ausschnittes des W/Cu-Werkstoffverbundes nach dem HIP-Prozess

Tab. 7.2: HIP-Prozessparameter zur Herstellung einer Diffusionsbindung im W/Cu-Werkstoffverbund

	t [min]	T [K/min]	T [°C]	p [MPa]
Heizrate + Druckaufbau		9.9		3
Zyklus 1	240		550	195
Abkühlrate		4.7		
Zyklus 2	60		450	195
Abkühlrate + Druckabbau		7.5		4.1

Nach dem HIP-Prozess wurde der hergestellte Werkstoffverbund (s. Abb. 7.5) von seiner Kupferummantelung getrennt und im Hinblick auf die Mikrostruktur bzw. die Qualität der Diffusionsbindungen untersucht.

Das Werkstoffgefüge zeigt Dickenunterschiede der Ni-Zwischenschichten (s. Abb. 7.6) zwischen 22 µm an der Übergangszone von OFHC-Cu zu galvanisch beschichtetem Kupfer und 19 µm am Werkstoffübergang zwischen OFHC-Cu und CuCrZr. In beiden Fällen erfolgt eine örtlich variierende, bis zu 6 µm tiefe Diffusion von Nickel in die jeweiligen Kupferwerkstoffe, welche eine „verzahnte“, in gewissem Maße gradierte Übergangsstruktur erzeugt.

Die Bindung zwischen der galvanisch hergestellte Kupfer-Schicht und dem plasmagespritzten Gradienten erfolgt durch Diffusionsbindung der Kupferphasen und die Benetzung der Wolframphase mit Kupfer. Die Grenzfläche ist annähernd plan und weist keine Fehlstellen in Form von Porositäten auf (s Abb. 7.6).

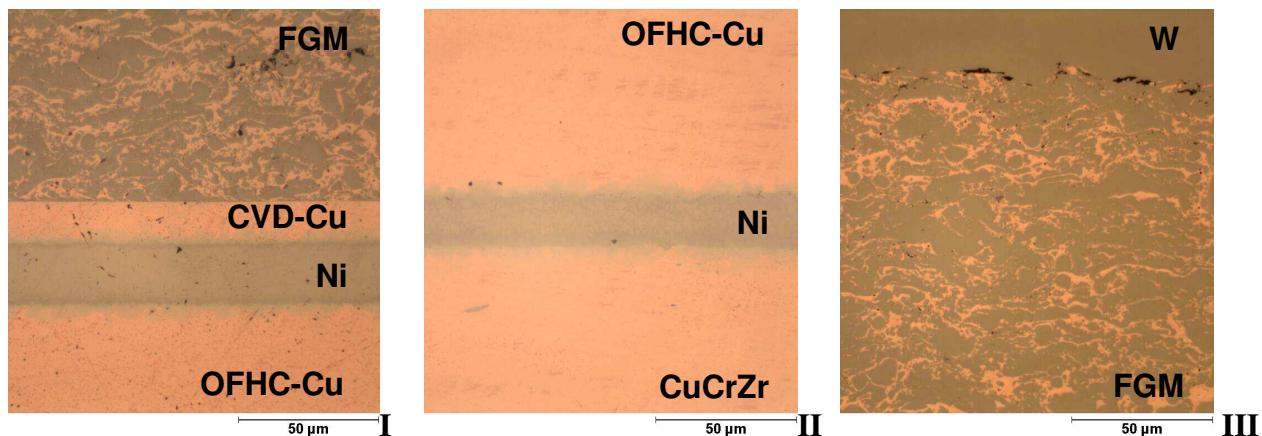


Abb. 7.6: LM-Bilder der Grenzschicht zwischen I) FGM und OFHC-Cu, II) OFHC-Cu und CuCrZr; Ni-Zwischenschichten und Diffusionsbereiche ohne Porositäten; III) Grenzschicht zwischen plasmagespritztem FGM und PFM - gute Verzahnung, stellenweise Porositäten

Im Werkstoffübergang von plasmagespritztem W/Cu-Verbundwerkstoff zum PFM werden hingegen auch nach dem HIP-Prozess noch größere Porositäten gefunden (s. Abb. 7.6). Die Porosität im Gefüge des gradierten Werkstoffes reduziert sich im Vergleich zum Zustand vor dem HIP-Prozess drastisch und weist annähernd homogen über den Werkstoff verteilte Werte von ~1% auf (s. Abb. 7.7).

Demzufolge äußert sich der Einfluss des HIP-Prozesses auf die Porosität vor allem im Bereich hohen Wolfram-Gehalts, in welchem eine Verringerung um bis zu 90% erfolgt. Dies führt zu einer Verbesserung der Wärmeleitfähigkeit und einer damit im Zusammenhang stehender Verbesserung des Verhaltens unter Wärmebelastung.

Die Analyse der Diffusionsbindungen im Werkstoffverbund erfolgte mittels Ultraschall. Die Untersuchungsparameter waren die Abrasterung der Oberfläche mit einer Schrittweite von 0.25 mm in x- und y-Richtung, eine Prüfkopfgeschwindigkeit von 20 mm/s und eine Prüffrequenz von 10 MHz. Inhomogenitäten der Bindungsstruktur, wie z.B. Poren, verursachen hierbei eine Erhöhung der reflektierten Schallintensität.

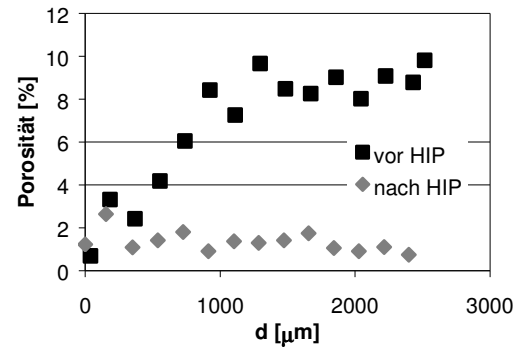


Abb. 7.7: Porosität über den gesamten Gradientenverlauf vor und nach dem HIP-Prozess; steigende Dicke d geht einher mit einem steigenden W-Gehalt im Gradienten

Die Bewertung der Analysenergebnisse führt zu folgenden Bewertungen der Bindungsstruktur der beiden gefertigten Komponenten, FT126/1 und FT126/2 (s. Abb. 7.8 und Abb. 7.9):

- Die Wahrscheinlichkeit einer reduzierten Bindungsqualität steigt in den Randbereichen.
- Bereiche mangelhafter Bindung zwischen CuCrZr und OFHC-Cu treten im allgemeinen auch am Interface zwischen OFHC-Cu und FGM auf.

Die Auswertung der Ultraschallscanbilder der Module FT126/1 und FT126/2 zeigt eine Zunahme der Stellen mit mangelhafter Bindung für den Werkstoffverbund FT126/2. Die größten Schädigungen treten hierbei an der Übergangsschicht von OFHC-Cu und FGM auf (s. Abb. 7.9). Als Kontrast dazu treten an diesem Interface jedoch auf einem Großteil der Fläche annähernd perfekte Bindungsstrukturen auf, erkennbar an den niedrigen reflektierten Schallintensitäten.

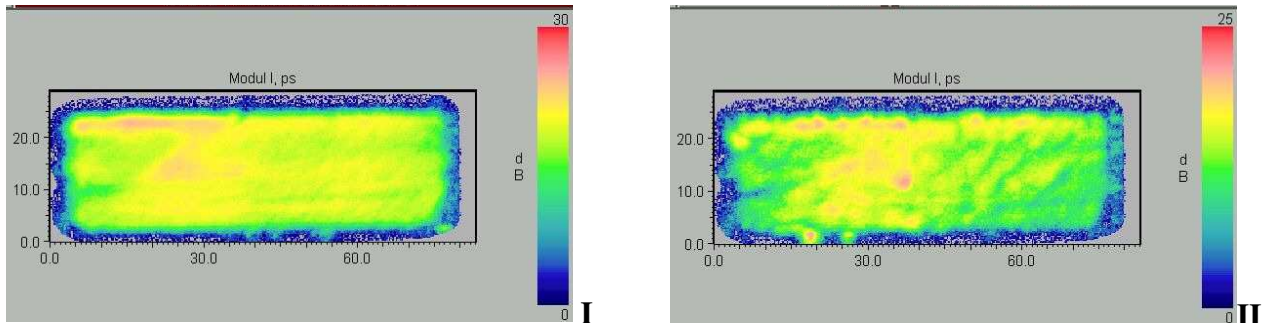


Abb. 7.8: Ultraschallanalyse des Moduls FT126/1, Zwischenschicht zwischen I) CuCrZr und OFHC-Cu und II) OFHC-Cu und FGM

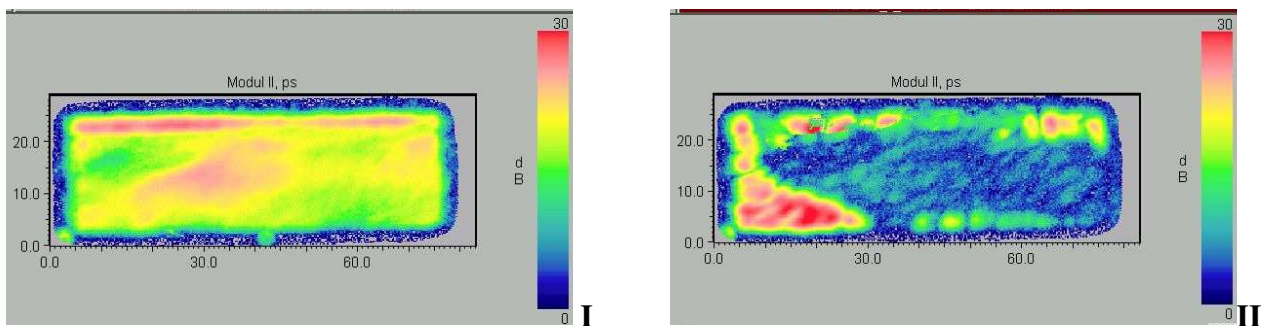


Abb. 7.9: Ultraschallanalyse des Moduls FT126/2, Zwischenschicht zwischen I) CuCrZr und OFHC-Cu und II) OFHC-Cu und FGM

Unter anderem aufgrund dieser Ergebnisse erfolgte die Kastellierung der Komponente FT126/1. Diese lässt durch die geringere Anzahl an detektierten Fehlstellen eine höhere Widerstandskraft

gegenüber den bei einer Macrobrush-Struktur unter thermischer Belastung an der Grenzfläche zwischen OFHC-Cu und FGM auftretenden Spannungen (s. Kap. 6.2.2) erwarten.

Dem entgegen treten für FT126/2 ohne Kastellierung die größten Spannungen am Übergang von plasmagespritztem FGM zu PFM auf. Die Qualität dieser Grenzschicht kann aufgrund der gleichzeitigen Fertigung für beide Bauteile als konstant angenommen werden (s. Kap. 6.2.1).

Die Endfertigung der beiden Testmodule erfolgte durch die Bohrung des Kühlrohres (s. Abb. 7.10) und die Kastellierung des PFM inklusive des FGM (s. Abb. 7.11, vgl. Kap. 6.4).

Der kreisförmige Querschnitt der Kühlrohrgeometrie besitzt einen Durchmesser von 10 mm mit einem um 2 mm aus der zentrierten Lage in CuCrZr nach oben verschobenen Mittelpunkt, wodurch ein Restabstand von 3 mm zwischen der Bohrung und der OFHC-Cu Schicht verbleibt. An den jeweiligen Kühlrohrenden wurde der Rohrdurchmesser auf einer Länge von 4 mm auf 12 mm erweitert, um eine Ankopplung an das Kühlsystem der Elektronenstrahlanlage zu gewährleisten.

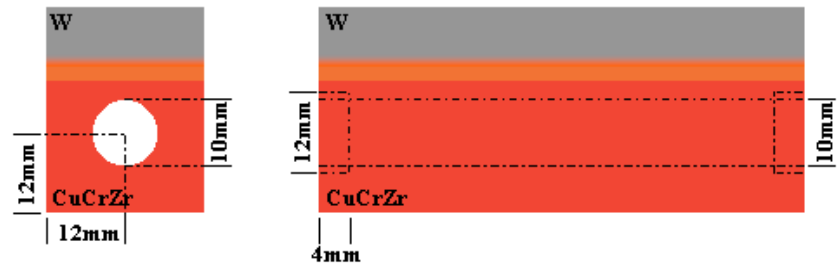


Abb. 7.10: Modulgeometrie mit Kühlrohrbohrung im Quer- und Längsschnitt; Erhöhung des Rohrdurchmessers an den Enden zur Ankopplung an das Kühlsystem der Elektronenstrahlanlage

Die Oberflächenrauigkeit der Innenwand des Kühlrohres beträgt zwischen 3 und 5 μm , wodurch ein optimaler Wärmeübergangskoeffizient gewährleistet ist. Dieser wird durch die Einbringung eines verdrehten Kupferbleches, eines sogenannten „twisted tapes“, mit einer Twistrate von 2 und einer Blechdicke von 1.64 mm zusätzlich erhöht [125].

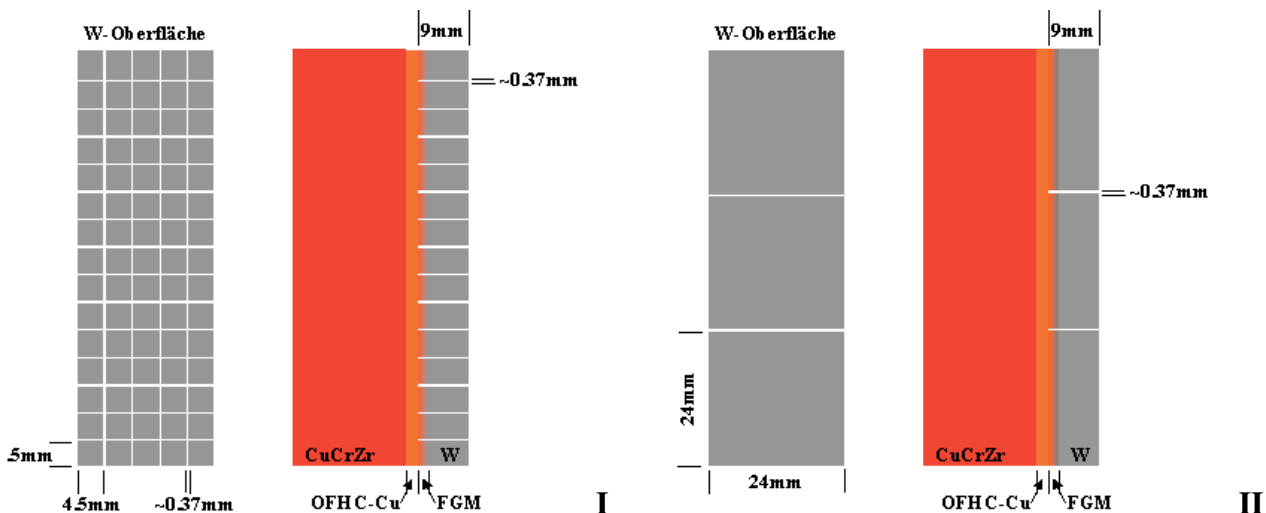


Abb. 7.11: Modulgeometrie mit Kastellierung der Oberfläche für Modul I) FT126/1 und II) FT126/2

Zusätzlich wurden das plasmabelastete Wolfram und der gradierte Werkstoff mittels Heißdrahterosion bei einer Schnittbreite von $\sim 0.37 \text{ mm}$ und einer Schnitttiefe von $\sim 9 \text{ mm}$ in 5×15 Segmente unterteilt (s. Abb. 7.12). Die Größe der Grundfläche eines einzelnen segmentierten Bereiches beträgt für den Testmodul FT126/1 in etwa $4.5 \times 4.5 \text{ mm}^2$.

Ebenso wurde der Modul FT126/2 in drei Ziegel einer Größe von ca. $24 \times 24 \text{ mm}^2$ aufgeteilt. Diese Unterteilung erfolgte, um die Versagenskriterien unter mehrerer Belastungsformen untersuchen zu können. Eine Veränderung der Spannungssituation im Bauteil, ähnlich einer Macrobrush-Struktur wird durch diese Segmentierung nicht erzielt.

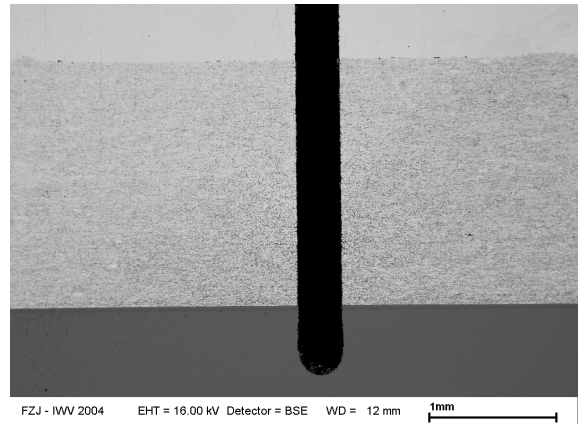


Abb. 7.12: Kastellierung der Oberfläche - Schnitttiefe bis OFHC-Cu; Abrundung der Kerbgrundes zur Verringerung der Spannungen

7.2 HIGH HEAT FLUX TESTS

7.2.1 AUFBRINGUNG STATIONÄRER LEISTUNGSDICHTEN

Die Divertortestmodule FT126/1 und FT126/2 wurden in der Elektronenstrahlanlage JUDITH (s Kap. 2.6) steigenden Wärmeflussbelastungen im Wechselspiel mit Entlastungsphasen, einem sogenannten „Screening“, unterzogen. Der dabei eingebrachte Wärmefluss W bestimmt sich aus der Leistung P , normiert durch die belastete Fläche A . Die Leistung wiederum ergibt sich aus dem Produkt der Beschleunigungsspannung U und der Stromstromstärke I , gewichtet mit dem Absorptionskoeffizienten ϵ , welcher für Wolfram 0.55 beträgt.

$$W = \frac{P}{A} = \frac{U \cdot I \cdot \epsilon}{A} \quad - 7.1 -$$

Eine andere Bestimmungsmethode beruht auf der Messung der Temperaturänderung ΔT der Kühlwassertemperatur. Die daraus ermittelte absorbierte Leistung ist zudem proportional zur spezifischen Wärme c_p von Wasser und dem Massendurchfluss ϕ .

$$P = \frac{c_p \cdot m \cdot \Delta T}{t} = c_p \cdot \Delta T \cdot \phi \quad - 7.2 -$$

Diese Variante bietet die Möglichkeit der Ergebnisüberprüfung im Falle variierender Wolfram-Oberflächeneigenschaften.

Die jeweilige Belastungsdauer im Screening-Test von 40s unterteilt sich in die Zeit bis zum Erreichen des Gleichgewichtszustandes unter konstanter Elektronenstrahlbelastung (~10 s) und eine anschließende Haltezeit. Die Entlastung erfolgte bis zum Erreichen des Gleichgewichtszustandes des Moduls, erkennbar an einer konstanten Kühlwassertemperatur mit einer anschließenden Haltezeit von ca. 60 s.

Die Temperatur an der Oberfläche wurde im Gleichgewichtszustand mittels Pyrometer und über eine Infrarotkamera aufgezeichnet. Ein lokaler Anstieg der Oberflächentemperatur weist auf eine Schädigung des Interface hin, wodurch die Wärmeabfuhr nicht mehr in vollem Umfang gewährleistet ist.

▪ Modul FT126/1

Die schrittweise Belastung des Moduls fand bei absorbierten Wärmeflüssen von 0.6 bis 23.8 MW/m² statt. Durch geeignete Wahl der Scanfrequenzen des Elektronenstrahls in x- und y-Richtung ($f_x = 20.1$ kHz, $f_y = 90$ kHz) wird eine homogene Belastungsverteilung auf der Oberfläche erzielt. Die Variation der Frequenzen, z.B. durch $f_x = 40$ kHz, $f_y = 31$ kHz, führt zu einer überproportionalen Konzentration der Belastung und einer Temperaturüberhöhung an den Modulenden (Reihe 1 und 15, s. Abb. 7.13).

Im Laufe der Untersuchung wurde die belastete Fläche von 1776 mm² auf 694 mm² reduziert, um derart hohe eingebrachte Wärmeflüsse an der Anlage realisieren zu können (s. Abb. 7.13). Die einzelnen Belastungsschritte und -parameter sowie die dazugehörigen Infrarot-Bilder und ermittelten Oberflächentemperaturprofile werden im Anhang G explizit dargestellt.

Die Auswertung der Ergebnisse anhand der Temperaturverläufe parallel zur Mittelachse (s. Abb. 7.14) und normal zum Kühlmittelfluss auf der Reihe 3 und 6 (s. Abb. 7.15) zeigt eine mit der Belastung stetig steigende Temperatur. Die Temperaturerhöhung erfolgt kontinuierlich über den gesamten Linienverlauf der betrachteten Oberfläche, wobei Maxima am Kühlmittleingang (s. Abb. 7.14) und bedingt durch den Abstand von der Kühlstruktur an den Außenkanten des Moduls (s. Abb. 7.15) auftreten. Schädigungen des Interface können dadurch bis zu dem maximal aufgetragenen Wärmefluss von 23.8 MW/m² ausgeschlossen werden. Die in den IR-Bildern und im Temperaturprofil sichtbaren Unterschiede zwischen äquivalenten Stellen werden durch Emissionsunterschiede an der Oberfläche sowie durch die Positionierung der Kamera hervorgerufen.

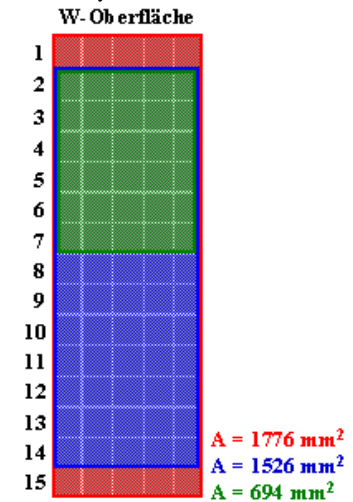


Abb. 7.13: Screening-Test – FT126/1, Reduktion der belasteten Oberfläche bei steigendem absorbierten Wärmefluss

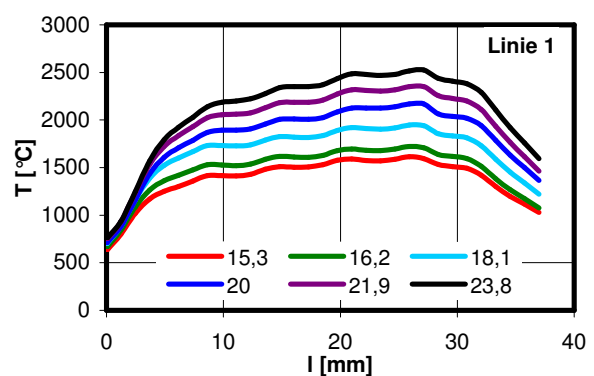
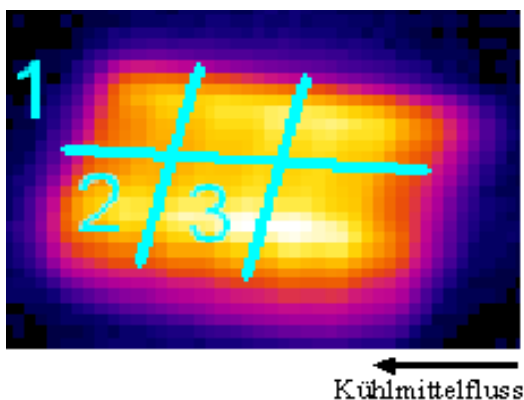


Abb. 7.14: FT126/1; I) IR-Bild mit Auswertungslinien für das Temperaturprofil auf der Oberfläche der Komponente; II) Temperaturprofil entlang der Mittelachse (Linie 1) bei Belastungen von 15.3 MW/m² bis 23.8 MW/m²

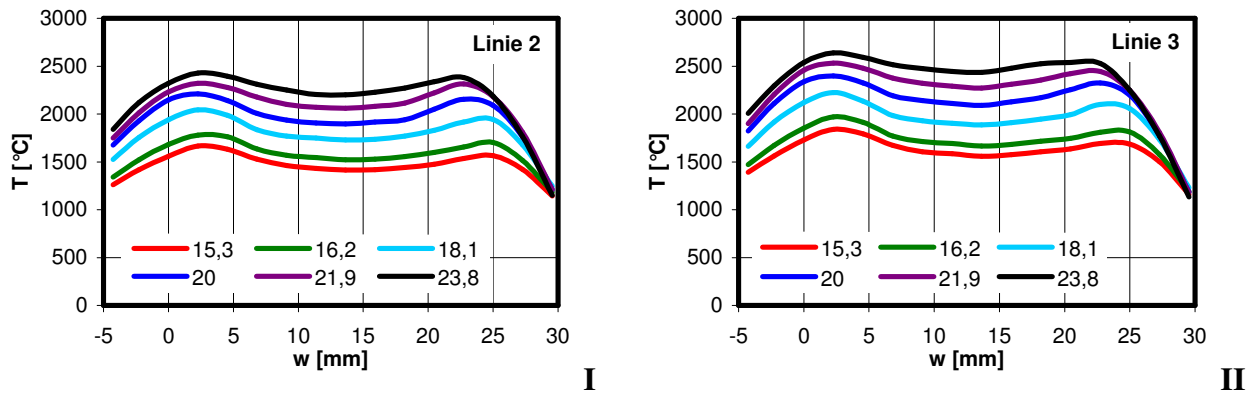


Abb. 7.15: FT126/I; Temperaturprofile entlang I) Reihe 6 der Kastellierung (Linie 2) und II) Reihe 3 (Linie 3) bei Belastungen von $15,3 \text{ MW/m}^2$ bis $23,8 \text{ MW/m}^2$

Diese Erkenntnisse werden durch den Vergleich der aus den IR-Bildern ermittelten Oberflächentemperaturprofile bei $15,3$ (s. Abb. 7.16) und $23,8 \text{ MW/m}^2$ (s. Abb. 7.17) bestätigt. Hierbei bleiben die Bereiche in denen erhöhte Temperaturen gemessen werden sowie die allgemeine Temperaturverteilung auf der Oberfläche konstant.

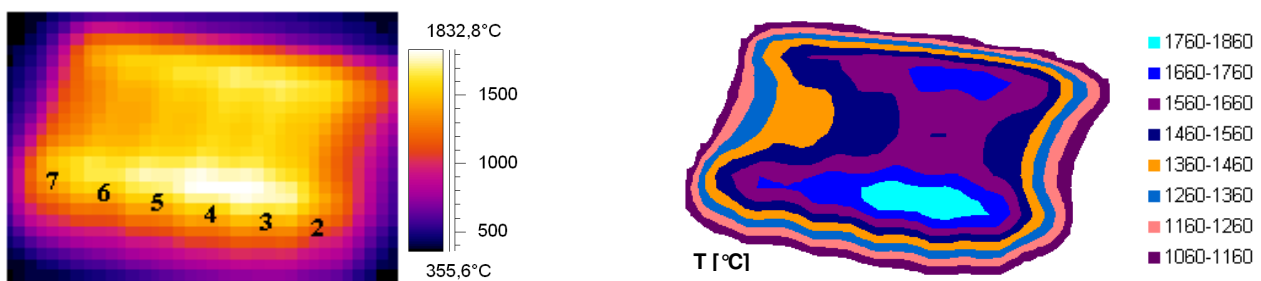


Abb. 7.16: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von $15,3 \text{ MW/m}^2$

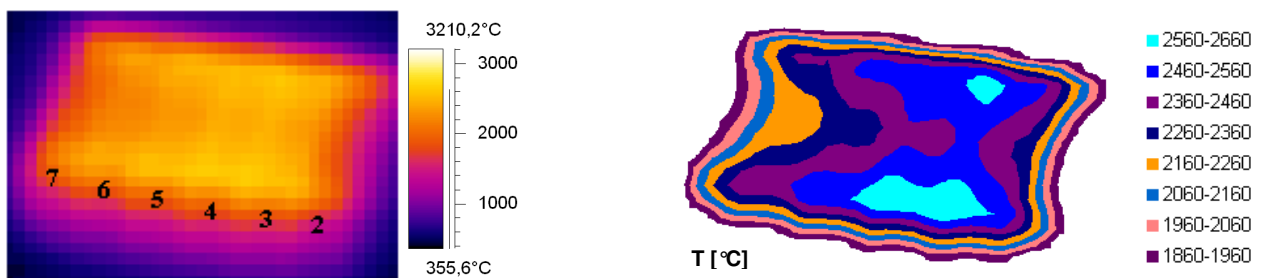


Abb. 7.17: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von $23,8 \text{ MW/m}^2$

Die zweidimensionale Simulation der thermischen Belastungen unter Berücksichtigung der realen Kühlungsbedingungen (s. Abb. 7.18) korreliert sehr gut mit den gemessenen Werten. Am Beispiel eines eingebrachten Wärmeflusses von 20 MW/m^2 weicht die reale Temperatur von 2064°C im Zentrum der belasteten Fläche vom theoretischen Wert bei 2084°C nur geringfügig ab (vgl. Abb. 7.18 und Anhang H). Die ebenfalls bei 20 MW/m^2 berechnete Temperatur am Kühlrohr beträgt $\sim 315^\circ\text{C}$. Damit liegt sie weit unterhalb der Temperatur von 389°C , welche unter diesen Kühlbedingungen den kritischen, maximal aufnehmbaren Wärmefluss des Bauteils charakterisiert. Das gilt ebenso noch für den maximalen aufgebrachten Wärmefluss von $23,8 \text{ MW/m}^2$ mit einer Kühlrohrtemperatur von 363°C .

Parameter:

Rohrinnendurchmesser: 10 mm
 Druck: 3.6 MPa
 Kühlwassertemperatur: 21°C
 Geschwindigkeit: 12 m/s
 Oberflächenrauigkeit: 3 µm
 Twistrate (TR): 2
 Dicke des twisted tapes: 1.64 mm

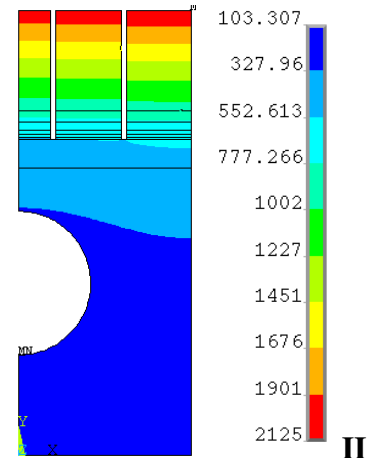
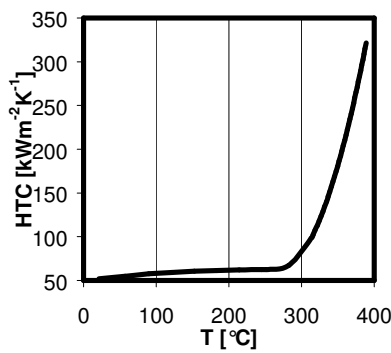
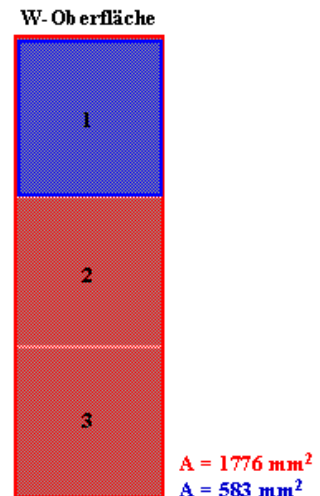


Abb. 7.18: FEM-Simulation; I) Kühlparameter und dazugehöriger Wärmeübergangskoeffizient über der Temperatur, II) Temperaturverteilung bei 20MW/m²

▪ Modul FT126/2

Dieser Modul wurde bei einer belasteten Oberfläche von 1776 und 583 mm² (s. Abb. 7.19) mit einem absorbierten Wärmefluss von 19.3 MW/m² beaufschlagt (s. Anhang H). Bereits bei 0.6 MW/m² treten jedoch auf den Ziegeln 1 und 3 in geringem Ausmaß Temperaturüberhöhungen auf (s. Abb. 7.20). Diese verstärken sich bis zu einem Wärmefluss von 7.8 MW/m² und spiegeln sich in einer Temperaturdifferenz von ~200°C gegenüber dem Ziegel 2 wider (s. Abb. 7.21).

Als Konsequenz der verminderten thermischen Eigenschaften kommt es für Ziegel 3 bereits bei 8.9 MW/m² zum spontanen Versagen. Dieses ist gleichzusetzen mit einer totalen Ablösung des Ziegels von der darunter liegenden Wärmesenke.



Durch die Reduktion der belasteten Oberfläche auf den Ziegel 1 konnte eine maximale Belastungen von 18.1 MW/m² aufgebracht werden, welcher der Modul noch standhielt. Eine weitere Erhöhung der Elektronenstrahlbelastung auf 19.3 MW/m² führte jedoch, äquivalent zu Ziegel 3, zu einem spontanen Versagen von Ziegel 1.

Abb. 7.19: Screening-Test – Reduktion der belasteten Oberfläche bei steigendem absorbierten Wärmefluss

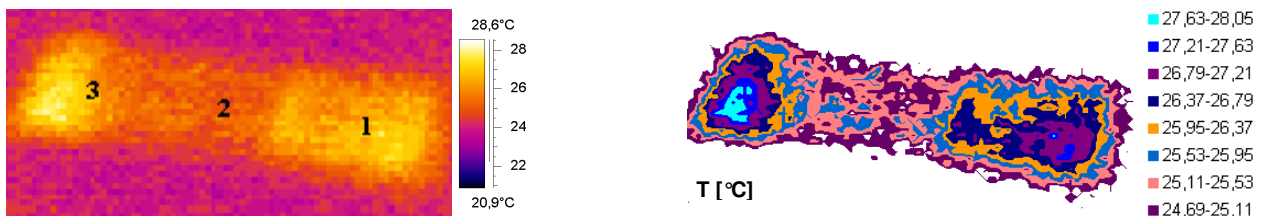


Abb. 7.20: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 0.6 MW/m²

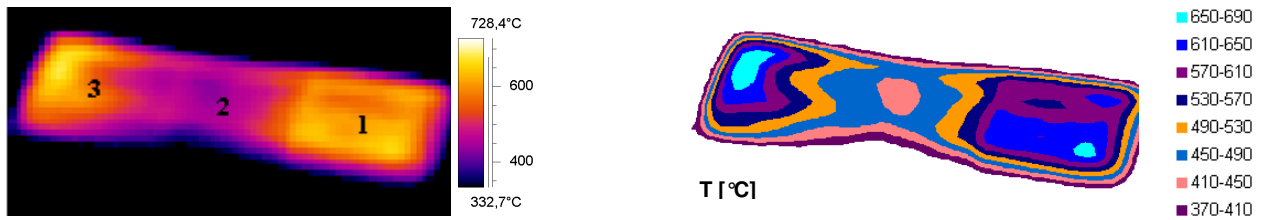


Abb. 7.21: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 7.8 MW/m^2

Die Auswertung der Ergebnisse anhand der Temperaturverläufe bei Belastungen von 7.9 bis 18.1 MW/m^2 erfolgte wiederum parallel zur Mittelachse (s. Abb. 7.22) und normal zum Kühlmittelfluss (s. Abb. 7.23). Hierbei kommt es bis zu einer Wärmeflussbelastung von 12.5 MW/m^2 zu einer homogenen und kontinuierlichen Steigerung der Temperatur an der Oberfläche mit Maxima am Kühlmiteleingang an den Außenkanten des Moduls.

Schädigungen des Interface treten als Flächeneffekt ab einer Belastung von 14.7 MW/m^2 auf. Diese sind in den Temperaturverläufen an einer homogenen, jedoch sprunghaften und nicht mit der Änderung des Wärmeflusses korrelierenden Änderung der Oberflächentemperatur erkennbar (s. Abb. 7.22). Zudem werden Schädigungen der Randbereiche durch die starke Ausprägung der Temperaturmaxima sichtbar (s. Abb. 7.23).

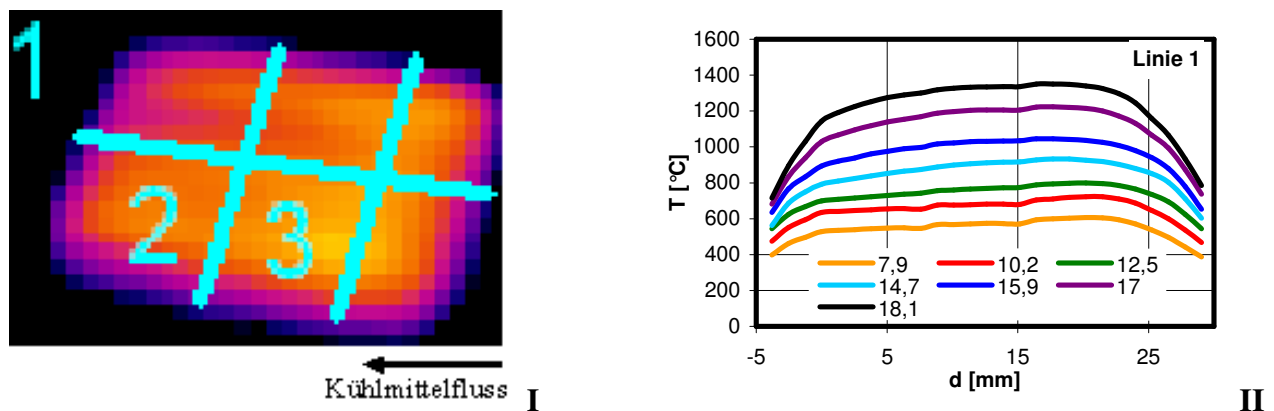


Abb. 7.22: FT126/2; I) IR-Bild mit Auswertungslinien zur Ermittlung des Temperaturprofils auf der Oberfläche der Komponente; II) Temperaturprofil entlang der Linie 1 bei Belastungen von 7.9 MW/m^2 bis 18.1 MW/m^2

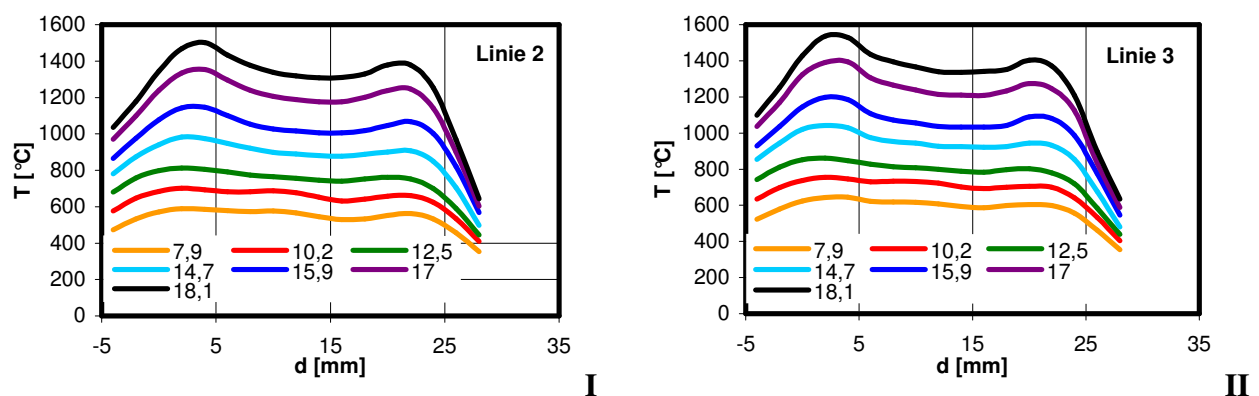


Abb. 7.23: FT126/2; Temperaturprofile entlang der Linie 2 (I) und der Linie 3 (II) bei steigenden Belastungen von 7.9 MW/m^2 bis 18.1 MW/m^2

7.2.2 AUFBRINGUNG THERMOZYKLISCHER BELASTUNGEN

Die Untersuchungen zur Thermoermüdung der beiden Komponenten FT126/1 und FT126/2 erfolgten durch zyklische Belastungsversuche. Die Untersuchungsparameter (s. Anhang H) waren ein absorbierter Wärmefluss von 20 MW/m^2 für den Modul FT126/1, und 14.7 MW/m^2 für den Modul FT126/2. Des weiteren wurde eine Belastungsdauer von 10 s und eine einer Abkühlzeit von 20 s festgelegt. Sowohl während der Belastungs- als auch der Entlastungsphase wurde das thermische Gleichgewicht der Komponente erreicht.

Die belastete Oberfläche für den Modul FT126/1 war der Bereich von Reihe 9 bis Reihe 14 mit einer Fläche von 694 mm^2 (s. Abb. 7.24). Dieser Flächenabschnitt wurde in den Screening-Tests bis zu einem absorbierten Wärmefluss von 15.3 MW/m^2 belastet. Dieser führt jedoch, wie zuvor gezeigt, zu keiner Schädigung des Werkstoffverbundes.

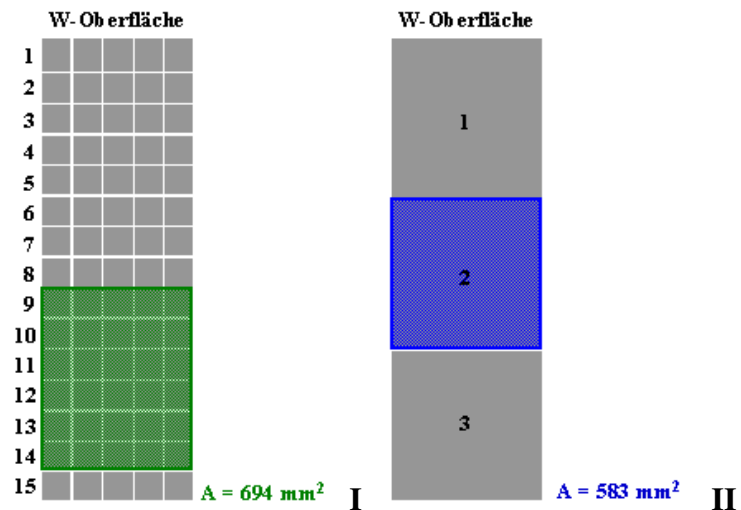


Abb. 7.24: Thermoermüdung; belastete Oberfläche für den Modul I) FT126/1 und II) FT126/2

Die zyklische Belastung auf dem Modul FT126/2 erfolgte auf dem Ziegel 2, für welchen in den bisherigen Untersuchungen keine Schädigungen festgestellt wurden, auf einer Fläche von 583 mm^2 (s. Abb. 7.24). Dennoch erfolgte die Schädigung des Moduls durch spontanes Versagen bereits nach dem ersten Zyklus.

Für Modul FT126/1 wurden hingegen unter Verwendung der oben genannten Parameter in einem Belastungsschritt 100 Zyklen aufgebracht. In einem zweiten Schritt folgten weitere 50 Zyklen. Die über das 2-Farben Pyrometer gemessene Temperaturentwicklung an der Oberfläche unterteilt sich in mehrere Bereiche (s. Abb. 7.25):

- Abfall der Oberflächentemperatur bis ca. zum Zyklus 50: Verbesserung der thermischen Leitfähigkeit des Werkstoffverbundes und im speziellen der gradierten Schicht
- Bereich konstanter Temperatur von Zyklus 50 bis Zyklus 80
- langsames Anwachsen der Temperatur bis Zyklus 100: beginnendes Bauteilversagen
- Temperatursprung nach einer Abkühlphase (ca. 2h) der Vakuumkammer von 90°C auf 30°C

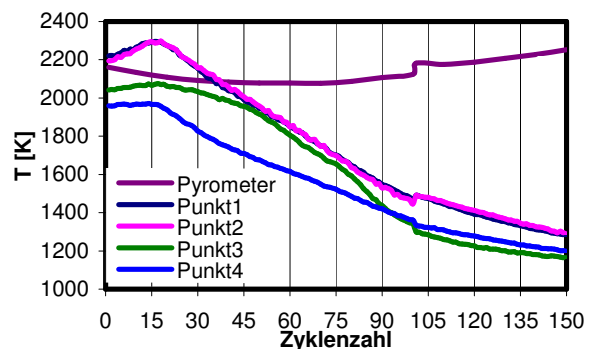


Abb. 7.25: Temperaturverlauf an willkürlich ausgewählten Punkten der zyklisch belasteten Oberfläche in Abhängigkeit der Zyklenzahl; Vergleich mit 2-Farben Pyrometer

- *Temperatursteigerung bis Zyklus 150:* Fortsetzung des langsamen Bauteilversagens, Modul unter makroskopischen Gesichtspunkten intakt - keine spontane Ablösung einzelner Bereiche

Die ebenfalls aufgezeichneten IR-Bilder zeigen einen fallenden Temperaturverlauf. Dieser wurde durch die Beschichtung des Beobachtungsfensters mit Wolfram und einer damit verbundenen Reduktion der Lichtintensität vorgetäuscht. Die Auswertung der Bilder in den Temperaturdiagrammen (s. Anhang G und Abb. 7.26 bis Abb. 7.29) ermöglicht dennoch die exakte Definition des Einsetzens von Schädigungen bei Zyklus 80 und der dabei beeinflussten Bauteilbereiche.

Diese befinden sich am Rand des Moduls (s. Abb. 7.28 und Abb. 7.29), welcher bereits in den FEM-Berechnungen als Bereich erhöhter Schadenswahrscheinlichkeit erkannt wurde (s. 6.2.2). Zudem korrelieren sie mit den Fehlstellen zwischen OFHC-Cu und FGM die in den Ultraschalluntersuchungen (s. Abb. 7.8) ermittelt wurden.

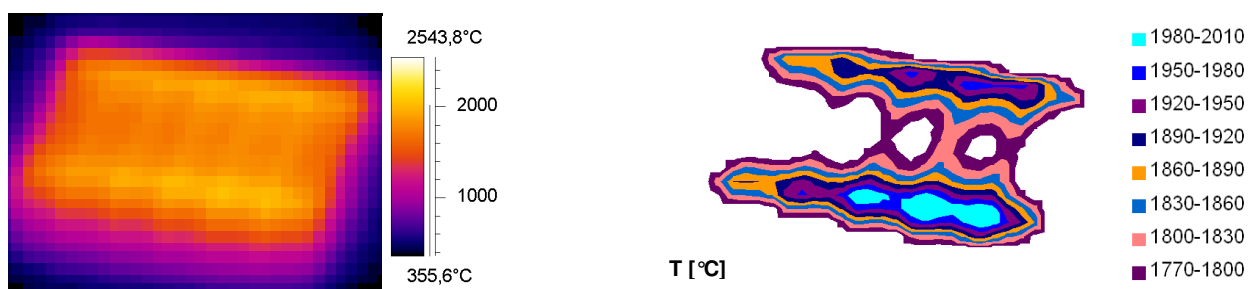


Abb. 7.26: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 11 MW/m^2 , Zyklus 1

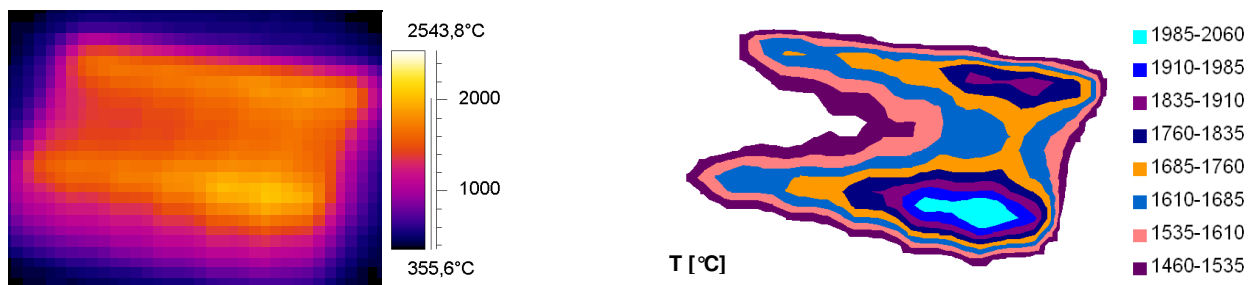


Abb. 7.27: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 11 MW/m^2 , Zyklus 50

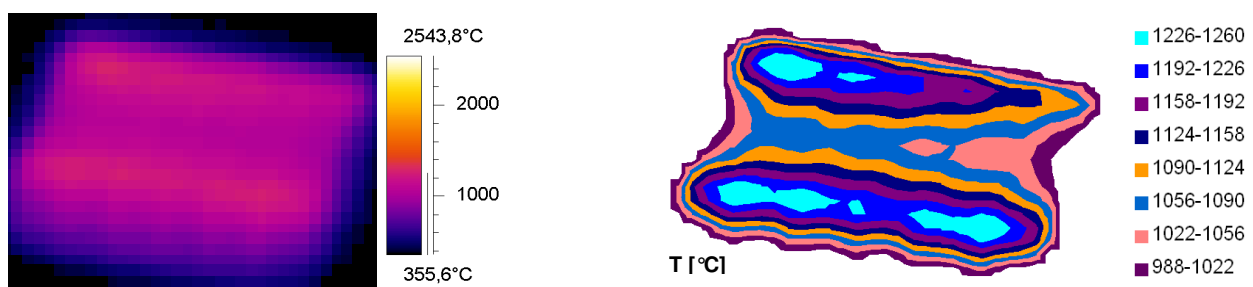


Abb. 7.28: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 11 MW/m^2 , Zyklus 100

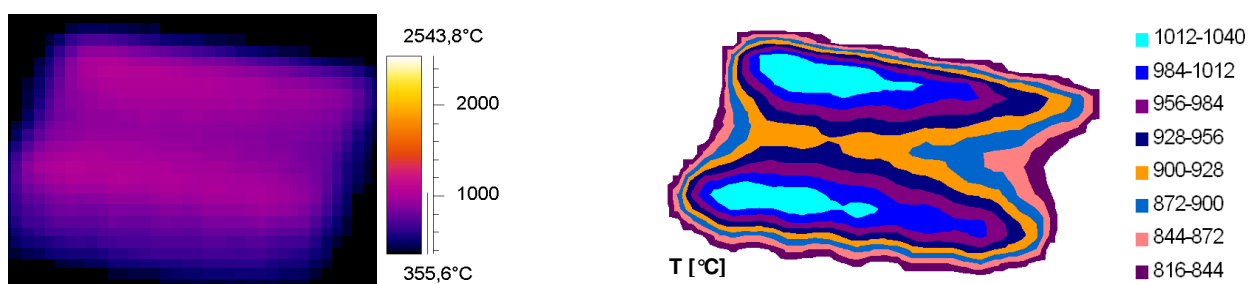


Abb. 7.29: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 11 MW/m^2 , Zyklus 150

7.2.3 SCHADENSANALYSE

In mikrostrukturellen Analysen wurden die belasteten Bauteilbereiche auf strukturelle Schäden und Schwachstellen des Werkstoffverbundes hin untersucht.

▪ Modul FT126/1

Das Bauteil zeigte direkt nach der Belastung keine makroskopisch sichtbaren Schädigungen des Werkstoffverbundes. Eine geringfügige mechanische Belastung führte jedoch für zwei „Zähne“ des zyklisch belasteten Oberflächenbereichs zu einem Versagen der Bindung an der Grenzfläche zwischen OFHC-Cu und dem FGM (s. Abb. 7.30).

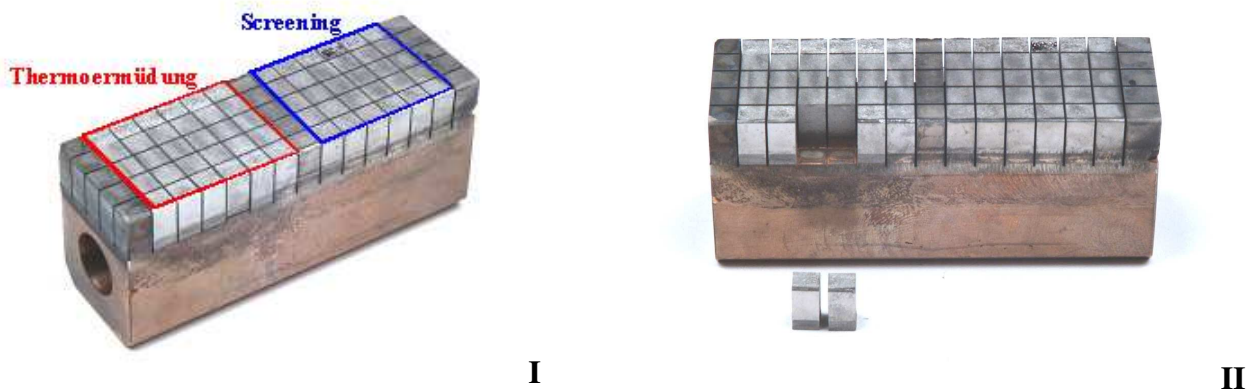


Abb. 7.30: Modul FT126/1; I) Modul direkt nach der Belastung, II) lockere „Zähne“ – lösen durch geringe mechanische Belastung an der Grenzfläche zwischen OFHC-Cu und FGM

Diese Schädigung des Bauteils resultiert aus dem Werkstoffversagen der galvanisch aufgetragene Cu-Schicht und äußert sich in Form von Rissbildung. Die Rissausbreitung erfolgt streng lokalisiert auf diese Schicht und beeinflusst somit weder den Gradienten noch die Ni-Diffusionsbindungsschicht (s. Abb. 7.31). Das Schadensausmaß betrifft bis zu einem gewissen Grad die gesamte zyklisch belastete Fläche, wobei die Rissausbreitung in den Randbereichen deutlich stärker ausgeprägt ist.

Im Gegensatz dazu treten im unter Screening-Bedingungen belasteten Bauteilvolumen keine bzw. nur minimale Risschädigungen in der galvanischen Cu-Schicht auf (s. Abb. 7.31).

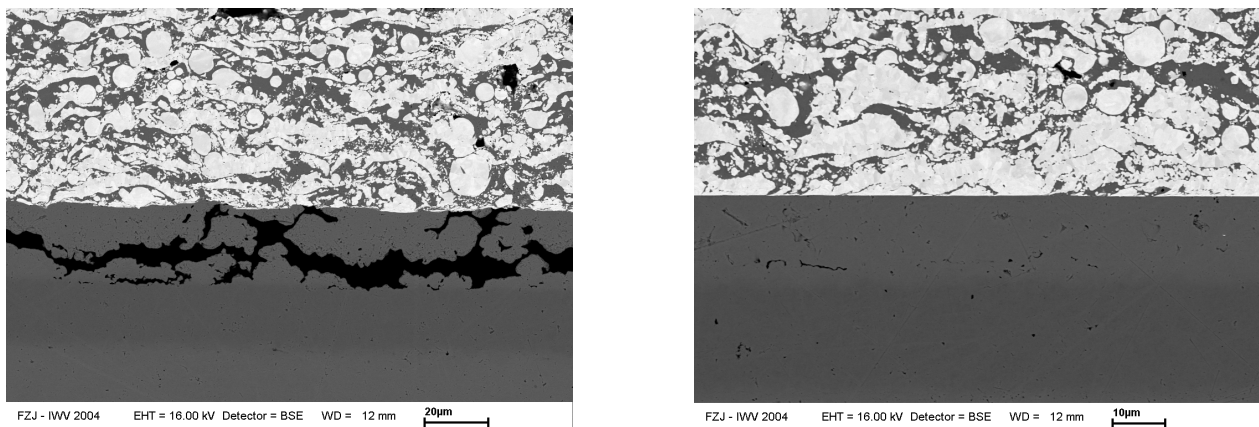


Abb. 7.31: Übergangszone von OFHC-Cu zum FGM, I) Thermoermüdung: Bruchzone am Interface zwischen FGM und OFHC-Cu im galvanisch beschichteten Cu, II) Screening: keine bzw. geringfügige Schädigung in der galvanisch hergestellten Cu-Schicht

In weiteren Untersuchungen wurde in einem zentral auf der Oberfläche positionierten „Wolfram-Zahn“ ein Riss detektiert, dessen Rissbeginn an der Außenkante des Wolfram liegt. Dieser ist auf die Sprödigkeit des Materials zurückzuführen. Das Risswachstum erfolgt in Richtung des Zentrums des Wolfram-Zahns, wo eine Verzweigung stattfindet. Ein Ast läuft annähernd symmetrisch zum einlaufenden Ast vom Zentrum wieder in Richtung des Wolfram-Randes. Der andere Ast trifft normal auf den plasmagespritzten Gradienten und durchläuft diesen vollständig in einem vertikalen Riss ohne horizontale Verzweigungen. Ein Stopp der Rissausbreitung erfolgte in der galvanischen Cu-Schicht durch plastische Verformung des Materials an der Risspitze und einer damit verbundenen vollständigen Absorption der Rissenergie.

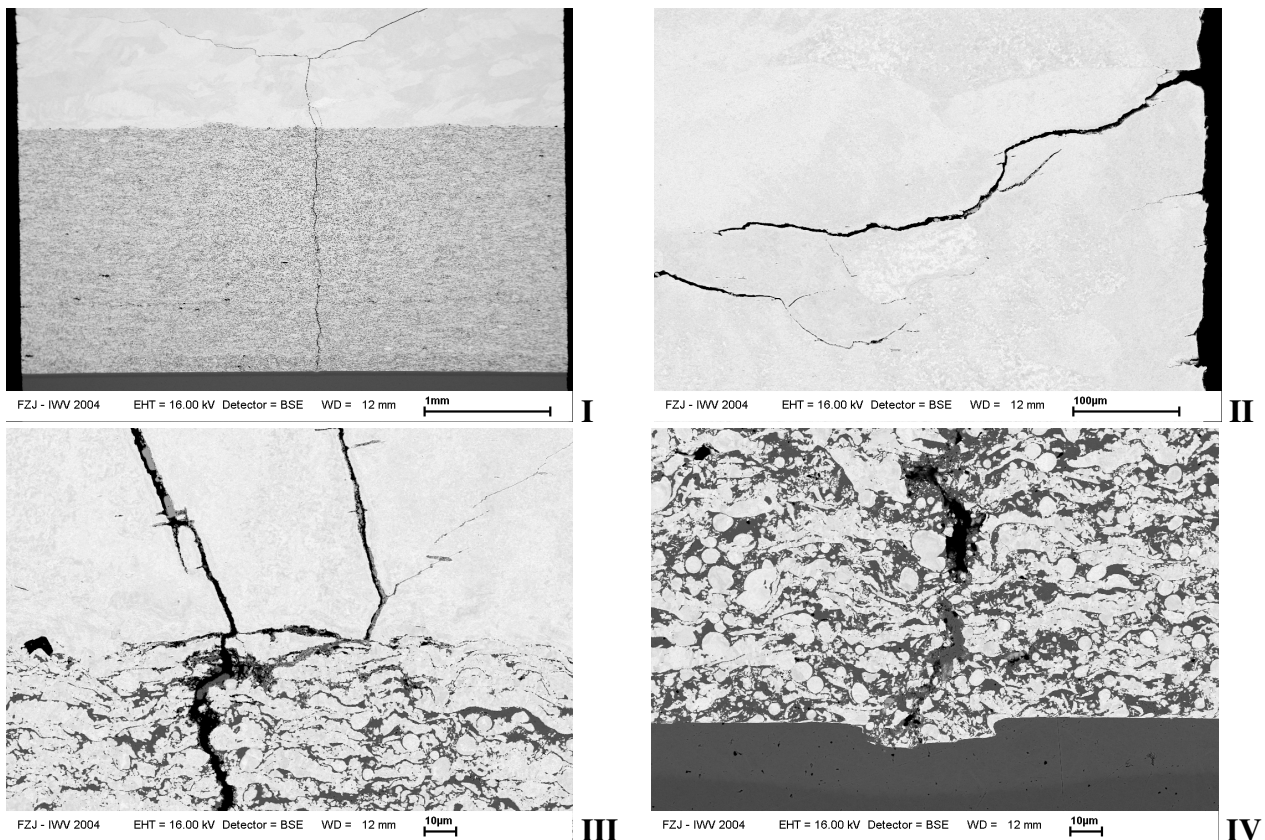


Abb. 7.32: Modul FT126/1; I) Risswachstum in einem Wolfram-Zahn, II) Rissbeginn in Wolfram, III) vertikaler Riss am Übergang zum plasmagespritzten FGM, IV) plastische Verformung der galvanischen Cu-Schicht an der Risspitze

▪ Modul FT126/2

Das Bauteilversagen erfolgte für diesen Modul ausschließlich am Übergang zwischen FGM und PFM (s. Abb. 7.33) und bestätigt die Ergebnisse der FEM-Analysen (s. Kap. 6.2.1). Die Grenzschrift zwischen FGM und OFHC-Cu und die galvanisch aufgebraute Cu-Schicht erfährt keine Schädigung ihrer Mikrostruktur (s. Abb. 7.34).

Die Bruchflächen werden durch die Kombination zweier Mechanismen gekennzeichnet:

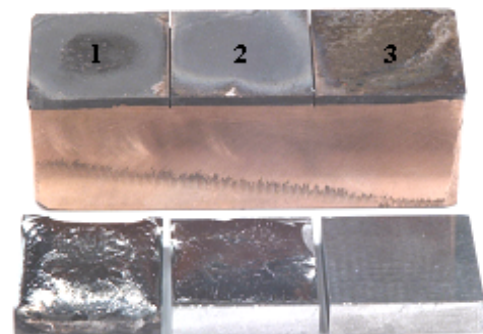


Abb. 7.33: Modul FT126/2 nach der Belastung; spontanes Werkstoffversagen an der Grenzfläche zwischen FGM und PFM

1. Ablösungen zwischen PFM und plasmagespritztem Kupfer – (s. Abb. 7.35)
2. Gewaltbrüchen (s. Abb. 7.36)

Am Beispiel der mikrostrukturelle Untersuchung des Ziegels 1, welcher einer Belastung von 18.1 MW/m^2 standhielt, werden die durch Ablösungen gekennzeichneten Bruchzonen in den Randbereichen durch den Rissverlauf in Kupfer, bzw. an der Kupferoberfläche charakterisiert. Dieses ist mit einer Schichtdicke von $2\text{-}5 \mu\text{m}$ an der Oberfläche des plasmagespritzten FGM zu finden und fehlt auf den Bruchflächen des Gewaltbruches im Zentrum des Ziegels fast vollständig. Eine für einen duktilen Bruch typische Wabenstruktur konnte nicht festgestellt werden.

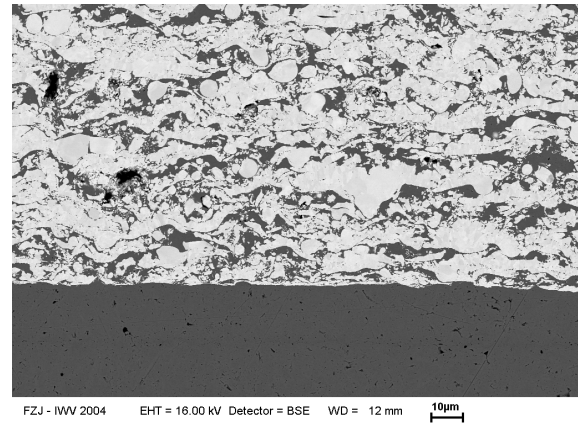
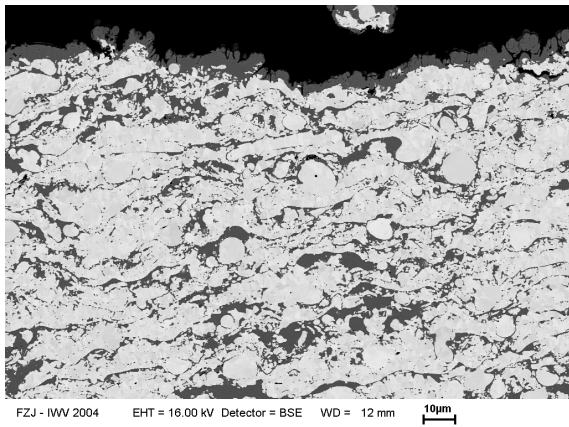
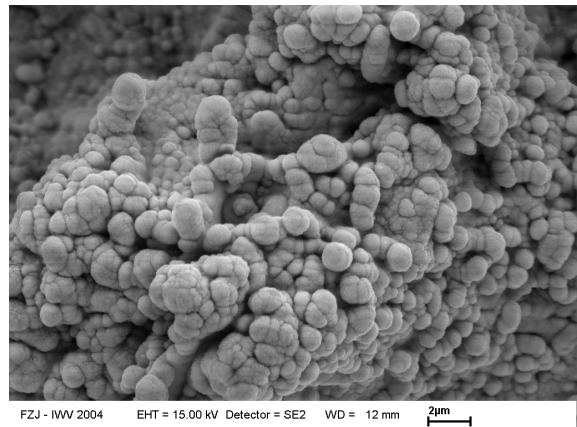


Abb. 7.34: Modul FT126/2, Ziegel 1: keine Beeinflussung der Bindungsstruktur zwischen OFHC-Cu und FGM

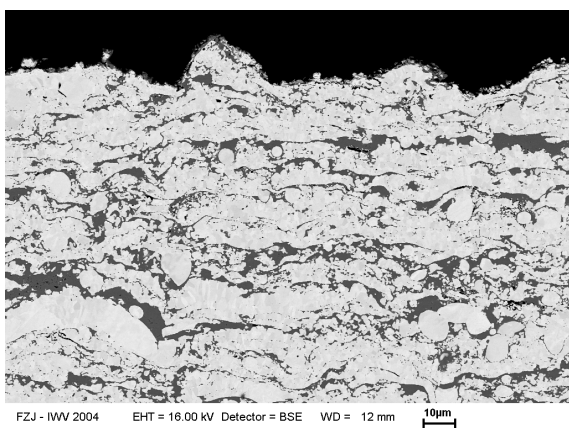


I

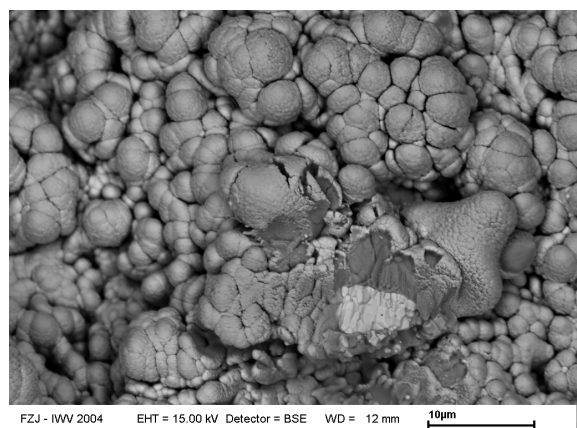


II

Abb. 7.35: Modul FT126/2, Ziegel 1, duktiler Bruch; I) REM-Bild, Kupferbeschichtung auf der Oberfläche des FGM, II) SEM-Bild, Oberflächenstruktur



I



II

Abb. 7.36: Modul FT126/2, Ziegel 1, Gewaltbruch, I) REM-Bild des FGM, kein Kupfer an der Oberfläche, II) REM-Bild der Oberfläche am Übergang zwischen duktiler und Sprödbbruchzone

7.3 ZUSAMMENFASSUNG UND SCHLUSSFOLGERUNG

Die Fertigung von Divertormodulen mit integrierter funktionell gradierter W/Cu-Zwischenschicht unterteilt sich in mehrere Prozessschritte:

1. *Plasmaspritzen*

Aufbringen des W/Cu-Gradienten auf Wolfram-Substrat

2. *Galvanische Beschichtung*

Kupfer: Abschluss des FGM und Kontakt- bzw. Diffusionsbindungsschicht zu OFHC-Cu

Nickel: Erhöhung der mechanischen Bindungsfestigkeit durch Beschichtung der OFHC-Cu Kontaktflächen zu FGM und CuCrZr

3. *Heiß Isostatisches Pressen*

Vakuumkapselung der Komponenten mit Kupfer

Simultanes Diffusionsschweißen von FGM und OFHC-Cu bzw. OFHC-Cu und CuCrZr

$p = 195 \text{ MPa}$, $t = 5 \text{ h}$, $T (4 \text{ h}) = 550^\circ\text{C}$, $T (1 \text{ h}) = 450^\circ\text{C}$

4. *Kühlrohrbohrung*

5. *Heißdrahterosion*

Kastellierung der Oberfläche: FT126/1: $4.5 \times 4.5 \text{ mm}^2$

FT126/2: $24 \times 24 \text{ mm}^2$

Die gefertigten Module wurden in der Elektronenstrahlanlage JUDITH High-Heat-Flux-Untersuchungen in Form von Screening-Tests und zyklischen thermischen Belastungen unterzogen. Die dabei im Screening maximal aufgetragenen Wärmeflussbelastungen waren

- FT126/1: 23.8 MW/m^2 – keine Schädigung
- FT126/2: $7.8 \text{ bis } 18.1 \text{ MW/m}^2$ – Bauteilversagen an der Grenzfläche zwischen FGM und PFM

Zur Ermittlung der Thermoermüdungsbeständigkeit der Module wurden zyklische Belastungen aufgebracht:

- FT126/1: 20 MW/m^2 , $100 + 50 \text{ Zyklen}$ – kein Versagen jedoch lokale Schädigung des FGM - OFHC-Cu Interfaces durch Rissakkumulation
- FT126/2: 14.7 MW/m^2 , 1 Zyklus – Bauteilversagen

Resultierend aus diesen Ergebnissen erhöht die Kastellierung des PFMs inklusive des FGMs die Lebensdauer des Bauteils um ein Vielfaches gegenüber einem Design ohne Kastellierung. Die Integration eines optimierten funktionellen Gradienten erhöht die Widerstandskraft gegenüber thermischer Belastung und ermöglicht hohe stationäre Belastungen des Moduls.

Die Schädigung unter zyklischen Belastungen ist stark lokal begrenzt auf die galvanisch aufgetragene Kupfer-Diffusionsbindungsschicht zwischen FGM und OFHC-Cu. Dementsprechend bedarf es der Optimierung der mechanischen Festigkeit dieser Schicht, z.B. durch das Ersetzen mittels einer in der ursprünglichen Konzeption vorgesehenen, plasmagespritzten Kupferschicht, wodurch eine weitere Optimierung und Lebensdauererhöhung erreicht würde.

8 ZUSAMMENFASSUNG

Die Realisierung zukünftiger Fusionsanlagen, wie z.B. ITER (lateinisch für „der Weg“), stellt hohe Ansprüche an die Technologie und die zu verwendenden Materialien. Im Hinblick darauf ist eines der schwierigsten Aufgabengebiete die Entwicklung plasmabelasteter Komponenten im Bereich des Divertors, welche im stationären Zustand thermischen Leistungsdichten von 5 bis 20 MWm⁻² ausgesetzt sind.

Das Flachziegelkonzept, das Aufsetzen des aus Wolfram bestehenden PFMs (Plasma Facing Material) auf eine aus Kupfer und Kupferlegierungen (CuCrZr) gefertigte Wärmesenke mit integrierter Kühlung, ist das zur Zeit verfolgte Designkonzept für die hochbelasteten Divertorkomponenten. Aufgrund der starken Unterschiede im thermischen Ausdehnungskoeffizienten und Elastizitätsmodul der beteiligten Werkstoffe führen thermische Belastungen und die Ausbildung eines damit verbundenen Temperaturgradienten in der Komponente zu hohen Spannungen an der Fügenschicht. Diese Spannungen sind die wesentliche Ursache für das Versagen eines Bauteils und bestimmen somit dessen Lebensdauer.

Die Entwicklung einer auf dem ursprünglichen Konzept aufbauenden, alternativen Designoption für den Divertor beinhaltet die Integration eines gradierten Materials (FGM). Dieses erfüllt unterschiedliche Anforderungen an unterschiedlichen Positionen im Materialverbund und sorgt für einen stetigen Übergang zwischen den unterschiedlichen Materialeigenschaften, wodurch eine Minimierung lokaler Spannungsspitzen in der Grenzfläche erreicht werden kann.

Zwei Methoden zur Realisierung eines gradierten Verbundwerkstoffes aus Wolfram und Kupfer wurden vorgestellt. Hierbei handelt es sich einerseits um den Niedrigdruck-Plasmaspritzprozess. In diesem wird der Pulverwerkstoff durch Kontakt mit einem Gasplasma geschmolzen, in Richtung des Substrates beschleunigt und auf diesem durch Bildung mechanischer Bindungen abgelagert. Der Prozess des direkten Lasersinterns basiert andererseits auf der Bildung eines Schmelzbades auf dem zu beschichtenden Substrat. Der Schichtaufbau erfolgt durch Einblasen des Pulvers in diese Schmelzzone.

Um die Reproduzierbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten wurden die eingesetzten Wolfram- und Kupfer-Pulver betreffs ihrer Größe, Form und Zusammensetzung charakterisiert. Die daraus gewonnenen Erkenntnisse waren Bestandteil der Analyse der Verfahrensparameter zur Herstellung von W/Cu-Verbundwerkstoffen mit variierender Zusammensetzung.

Das LPPS-Verfahrens ermöglicht die Fertigung homogener, beliebig zusammengesetzter Schichtwerkstoffe aller Mischungsverhältnisse von W zu Cu. Diese werden unter Verwendung von Reinmaterialien unter separater Pulverzuführung bei einem Größenverhältnis der Pulverwerkstoffe im Mittel von ca. 8:1 (Cu:W) hergestellt. Eine Erhöhung der Dichte und der Bindungsfestigkeit zwischen den einzelnen Phasen wird durch eine in situ Oberflächenreinigung während des Herstellungsprozesses mittels „Transferred Arc Cleaning“ (TAC) erzielt. Das so gefertigte Werkstoffgefüge beinhaltet einen über den Mischungsbereich nicht konstanten prozentualen Anteil ungeschmolzener Wolfram-Partikel und optisch ermittelte Porositäten $\leq 1\%$.

Dem entgegen wird der DLS-Prozess in seinen Variationsmöglichkeiten auf die Herstellung von W-partikelverstärkten Kupferwerkstoffen limitiert. Dies resultiert daraus, dass die Kupferpartikel bei Kontakt mit einem Schmelzbad aus Wolfram verdampfen. Die Beschichtung mit für Kupfer optimierten Parametern ermöglichen hingegen die Fertigung annähernd dichter und homogener, W/Cu-Verbundwerkstoffe. Durch das fehlende Aufschmelzen der Wolfram-Phase ist der

technisch realisierbare Wolfram-Gehalt an die Existenz einer stabilen durchgehenden Kupfer-Matrix gekoppelt.

Basierend auf den Voruntersuchungen wurden mit beiden Verfahren W/Cu-Verbundwerkstoffe mit unterschiedlichen Zusammensetzungen hergestellt:

- LPPS: W-26Cu, W-43Cu, W-52Cu und W-78Cu
- DLS: W-56Cu, W-75Cu und W-93Cu

An daraus gefertigten Kleinproben wurden thermo-mechanische und thermo-physikalische Werkstoffeigenschaften bestimmt und über den gesamten Mischungsbereich interpoliert. Hierbei spiegelt das thermische Verhalten der Werkstoffe die Auswirkungen der Porosität im Verbund wider. Dies gilt im besonderen für die thermische Leitfähigkeit, welche durch relativ niedrige Werte bei RT und das Erreichen eines proportional zum Cu-Gehalt zu höheren Temperaturen verschobenen Maximums bestimmt wird.

Aufgrund der ermittelten Werkstoffdaten für Proben mit Cu-Gehalten über 50 Vol% erscheinen beide untersuchten Verfahren im Werkstoffverhalten gleichwertig zu sein. Plasmagespritzte Werkstoffe ändern ihr Materialverhalten jedoch bei einer Reduktion des Mischungsanteil von Kupfer von 52 auf 43 Vol% signifikant. Dies ist auf den Übergang im Gefüge von einer Kupfer-Matrix zu einer Wolfram-Matrix zurückzuführen zu sein. Aufgrund dieser Tatsache haben plasmagespritzte und lasergesinterte W/Cu-Verbundwerkstoffe ab einem derartigen Mischungsverhältnis nicht mehr die gleichen Eigenschaften. Die Extrapolationen des Elastizitätsmoduls und des thermischen Ausdehnungskoeffizienten lasergesinteter Werkstoffe auf den Bereich ≤ 50 Vol% zeigen dementsprechend eine hohe Streubreite.

In Finite-Element-Analysen zum plastischen Verhalten wurden die ermittelten Materialeigenschaften in das 2-dimensionale Modell eines Divertormoduls mit integriertem W/Cu-Gradienten implementiert. Geometrie und funktioneller Aufbau des gradierten Werkstoffes wurden variiert und optimiert. Aufgrund dieser Analysen liefert ein Gradient, welcher für LPPS, ausgehend von 0 bis 5 Vol%Cu, einen maximalen Kupfer-Gehalt von 25 Vol% erlaubt, die besten Ergebnisse. Hingegen ist das W/Cu-Mischungsverhältnisses im DLS-Prozess, für welches ein minimaler Kupfer-Gehalt von 20 Vol% angenommen wurde, limitiert. Dementsprechend liegt für dieses Verfahren der optimierte Bereich des partiellen Gradienten zwischen 20 bis 35 Vol%Cu.

Der funktionelle Aufbau des gradierten Verbundwerkstoffes wurde dabei nicht mit einem kontinuierlichen Übergang angenommen, sondern setzt sich aus diskreten, in ihrer Dicke variierenden Schichten zusammen. Dabei erfolgt über zwei Drittel der Schichtdicke eine Erhöhung des prozentualen Kupfer-Anteil auf 10 Vol% (LPPS) bzw. 70 Vol% (DLS). Hingegen findet im letzten Drittel eine Zunahme auf 25 Vol% (LPPS) und 35 Vol% (DLS) statt. Die Spannungsreduktion präsentiert sich schließlich als direkt proportionale Funktion der Gradientendicke. Diese wird jedoch den wachsenden Abstand von der Kühlstruktur und den dadurch bei hohen eingebrachten Wärmeenergien auftretenden Temperaturen im gradierten Werkstoff limitiert.

Eine weitere Optimierung des Flachziegelkonzeptes bzgl. der sich aufbauenden Spannungsfelder wurde durch die Aufteilung der Oberfläche des Plasma Facing Materials (PFM) in Bereiche mit einer Querschnittsfläche unter $5 \times 5 \text{ mm}^2$, einer sogenannten Kastellierung, erreicht. Hierbei bedarf es der Miteinbeziehung sowohl des PFMs als auch des gradierten Werkstoffes. Dadurch kommt es zu einer Verlagerung der kritischen Spannungen von dem mechanisch gefügten

Übergang zwischen PFM und gradiertem Werkstoff hin zur Diffusionsverbindung zwischen dem gradierten Werkstoff und der OFHC-Cu Zwischenschicht.

Im Vergleich der Gefügeausbildung erweisen sich beide Herstellungsverfahren für gradierte Schichten als qualitativ hochwertig. Das LPPS-Verfahren ermöglicht die Herstellung einer Zwischenschicht ohne Einschränkung des Mischungsverhältnisses der Schichtzusammensetzung. Demzufolge wird das LPPS-Verfahren als das am besten geeignete Verfahren zur Herstellung von Divertortestmodulen mit integrierter gradiertem Zwischenschicht herangezogen.

Die Fertigung von Divertormodulen mit integrierter gradiertem W/Cu-Zwischenschicht unterteilt sich in mehrere Prozessschritte:

1. *Plasmaspritzen*
Aufbringen des W/Cu-Werkstoffes auf das Wolfram-Substrat
2. *Galvanische Beschichtung*
Kupfer: Abschluss des FGM und Kontakt- bzw. Diffusionsbindungsschicht zu OFHC-Cu
Nickel: Erhöhung der mechanischen Bindungsfestigkeit durch Beschichtung der OFHC-Cu Kontaktflächen zu FGM und CuCrZr
3. *Heiß Isostatisches Pressen*
Vakuumpkapselung der Komponenten mit Kupfer
Bindung zwischen FGM und OFHC-Cu bzw. OFHC-Cu und CuCrZr in einem Verfahrensschritt
 $p = 195 \text{ MPa}$, $t = 5 \text{ h}$, $T_1 (4 \text{ h}) = 550^\circ\text{C}$, $T_2 (1 \text{ h}) = 450^\circ\text{C}$
4. *Kühlrohrbohrung*
5. *Heißdrahterosion*
Kastellierung der Oberfläche

Die Untersuchung der Mikrostruktur und der HIP-Bindung an den Kontaktflächen erfolgte anhand metallographischer Methoden und in Ultraschallanalysen. Auftretende, großteils punktuelle Fehlstellen an den Fügeflächen konzentrieren sich hauptsächlich auf die Bereiche nahe der Seitenflächen des Moduls.

Zwei sich in der Kastellierung der Oberfläche unterscheidende Module wurden gefertigt. Dies sind der Modul FT126/1 mit einer Kastellierungsgrundfläche von $4.5 \times 4.5 \text{ mm}^2$ und im Vergleich dazu der Modul FT126/2 mit einem in 3 Ziegel zu $24 \times 24 \text{ mm}^2$ unterteilten PFM-Oberfläche.

In High-Heat-Flux-Tests (HHF) an der Elektronenstrahlanlage JUDITH wurden diese aktiv gekühlten Module bezüglich ihrer thermischen Beständigkeit unter stationär und zyklisch eingebrachten Leistungsdichten qualifiziert. Der Modul FT126/1 überstand stationäre Belastungen bis 23.8 MW/m^2 schadlos und liegt damit weit über den geforderten 20 MW/m^2 , wohingegen der Modul FT126/2 bereits zwischen 7.8 und 18.1 MW/m^2 an der Grenzfläche zwischen FGM und PFM versagte.

Zur Ermittlung der Thermoermüdungsbeständigkeit der Module wurden zyklische Belastungen bei 20 MW/m^2 (FT126/1) und 14.7 MW/m^2 (FT126/2) aufgebracht. Während für die Komponente FT126/2 bereits nach einem Zyklus die Ablösung des PFM erfolgte, überstand das Bauteil FT126/1 150 Zyklen ohne zu versagen. Dabei erfuhr es jedoch eine partielle Schädigung des FGM-OFHC-Cu Interfaces. Der Schadensbereich ist lokal begrenzt auf die galvanisch aufgetragene Kupfer-Diffusionsschicht.

Es konnte gezeigt werden, dass durch die Integration einer Gradientenschicht aus W/Cu die Beständigkeit gegenüber thermischen Belastungen verbessert wird. Hierbei kommt im besonderen auch der Kastellierung des PFM's inklusive des FGM's große Bedeutung zu.

9 LITERATUR

- [1] J. Raeder; Controlled nuclear fusion: fundamentals of its utilization for energy supply, Chichester New York, Wiley (1986)
- [2] M. Keilhacker, B.E. Keen, M.L. Watkins; Energy for the 21st century – a perspective on nuclear fusion, Bericht, Abingdon: Jet Joint Undertaking (1993)
- [3] K. Pinkau, U. Schuhmacher; Kernfusion mit magnetisch eingeschlossenen Plasmen; Physik in unserer Zeit, pp 138-154, (1982)
- [4] J. Ongena, G. Van Oost, J. Eidens, R.P. Schorn; Kernfusion – Eine Herausforderung für die Menschheit, Trilateral Euregio Cluster (2000)
- [5] Kernfusion – Berichte aus der Forschung, Folge 1, Max-Planck-Institut für Plasmaphysik (IPP), Garching b. München, Druck: Gebr. Giehrl GmbH München (1995)
- [6] Contemporary physics Education Project (CPEP, 1996)
- [7] K. Pinkau, U. Schuhmacher; Kernfusion mit magnetisch eingeschlossenen Plasmen, Physik in unserer Zeit, pp. 138-154 (1982)
- [8] Forschungsverbund Fusion der Hermann von Helmholtz-Gemeinschaft Deutscher Forschungseinrichtungen (HGF); Kernfusion im Forschungsverbund, pp. 21,22 (1996)
- [9] P. Schiller; Review of material selection for fusion reactors; J. Nucl. Mat. 206, pp. 113 (1993)
- [10] Summary of the ITER Final Design Report, presented by the ITER director (Juli 2001)
- [11] M. Merola, W. Dänner, J. Palmer, G. Vieider, C.H. Wu et al.; European contribution to the development of the ITER divertor, Fus. Eng. Des. 66-68, pp. 211-217 (2003)
- [12] B. Wiechers, M. Rödiger; Untersuchungen von Kohlenstoff-Werkstoffen und Wolfram-Legierungen für den Divertor zukünftiger Fusionsreaktoren, Berichte des FZ-Jülich, Jül-3761 (Diss. RWTH Aachen, 2000)
- [13] A. Cardella, H. Gorenflo, A. Lodato, K. Ioki, R. Raffray; Effects of plasma disruption events on ITER first wall materials, J. Nucl. Mat. 283-287, pp. 1105-1110 (2000)
- [14] A. Hassanein, I. Konkashbaev; Hydrodynamic effects of eroded materials of plasma-facing component during a Tokamak disruption, J. Nucl. Mat. 283-287, pp. 1171-1176 (2000)
- [15] A. Hassanein, I. Konkashbaev; Theory and models of material erosion and lifetime during plasma instabilities in a Tokamak environment, Fus. Eng. Des. 51-52, pp. 681-694 (2000)
- [16] H. Bolt, T. Scholz, J. Boedo, K.H. Finken, A. Hassanein, J. Linke; Response of plasma facing materials to high transient heat loads in a tokamak, Fus. Eng. Des. 39-40, pp. 287-294 (1998)

-
- [17] S. Tanaka, H. Bolt; Erosion and redepositon experiment on carbon in the plasma source MAP, Proc. 17th SOFT, Vol. 1, Fus. Tech., Vol. 18, pp. 391 (1992)
- [18] K. Krieger, H. Maier, R. Neu, ASDEX Upgrade Team; Conclusions about the use of tungsten in the divertor of ASDEX Upgrade, J. Nucl. Mat. 266-269, pp. 207-216 (1999)
- [19] M. Merola, G. Vieider, M. Bet, I. Bobin Vastra, L. Briottet, P. Chappuis, K. Cheyne, G. Dell'Orco, D. Duglué, R. Duwe, S. Erskine, F. Escourbiac, M. Fèbvre, M. Grattarola, F. Moreschi, A. Orsini, R. Pamato, L. Petrizzi, L. Plöchl, B. Riccardi, E. Rigal, M. Rödig, J.F. Salavy, B. Schedler, J. Schlosser, S. Tähtinen, R. Vesprini, E. Visca, C.H. Wu; European achievements for ITER high heat flux components, Fus. Eng. Des. 56-57, pp. 173-178, Elsevier Publ. (2001)
- [20] T. Hino, M. Akiba; Japanese developments of fusion reactor plasma facing components, Fus. Eng. Des. 49-50, pp. 97-105 (2000)
- [21] V. Barabash, M. Akiba, J.P. Bonal, G. Federici, R. Matera, K. Nakamura, H.D. Pacher, M. Rödig, G. Vieider, C.H. Wu; Carbon fiber composites application in ITER plasma facing components, J. Nucl. Mat. 258-263, pp. 149-159 (1998)
- [22] E. Tsitrone, P. Chappuis, Y. Corre, E. Gauthier, A. Grosman, J.Y. Pascal; Net erosion measurements on plasma facing components of Tore Supra, J. Nucl. Mat. 290-293, pp. 331-335 (2001)
- [23] K. Ohya, T. Tanabe, M. Wada, T. Ohgo, V. Philipps, B. Unterberg, A. Pospieszczyk, B. Schweer, A. Huber, N. Noda; Simulation and experimental studies of impurity release from tungsten exposed to edge plasmas in TEXTOR-94, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B 153, pp. 354-360 (1999)
- [24] C.H. Wu, E. Hechtel; Erosion of tungsten by self-sputtering and light ion irradiation at oblique angles of incidence, J. Nucl. Mat. 196-198, pp. 569-572, (1992)
- [25] T. Tanabe, M. Akiba, Y. Ueda, K. Ohya, M. Wada, V. Philipps; On the utilization of high Z materials as a plasma facing component, Fus. Eng. Des. 39-40, pp. 275-285 (1998)
- [26] N. Brooks, D. Alman, G. Federici, D.N. Ruzic, D.G. Whyte; Erosion/redeposition analysis: status of modelling and code validation for semi-detached tokamak edge plasmas, J. Nucl. Mat. 266-269, pp 58-66 (1999)
- [27] R.E. Nygren; Actively cooled plasma facing components for long pulses high power operation, Fus. Eng. Des. 60, pp. 547-564 (2002)
- [28] M. Fujitsuka, I. Mutoh, T. Tanabe, T. Shikama; High heat load test on tungsten and tungsten containing alloys, J. Nucl. Mat. 233-237, pp. 638-644 (1996)
- [29] I. Smid, M. Akiba, G. Vieider, L. Plöchl; Development of W-armor and bonding to copper for plasma-interactive components, J. Nucl. Mat. 258-263, pp. 160-172 (1998)
- [30] R. Tivey, T. Ando, A. Anipenkov, V. Barabash, S. Chioocchio, G. Federici, C. Ibbott, R. Jakeman, G. Janeschitz, R. Raffray, M. Akiba, I. Mazul, H. Pacher, M. Ulrickson, G.
-

- Vieider; ITER divertor, design issues and research and development, *Fus. Eng. Des.* 46, pp. 207-220 (1999)
- [31] A. Li Puma, L. Giancarli, Y. Poitevin, J.-F. Salavy, P. Sardain, J. Szczepanski; Optimization of a water-cooled divertor for the European power plant conceptual study, *Fus. Eng. Des.* 61-62, pp. 177-183 (2002)
 - [32] M. Scheerer; Entwicklung und Analyse von hochbelasteten Komponenten für Divertoren künftiger Fusionsanlagen, *Berichte des FZ-Jülich, Jül 3777* (Diss. RWTH Aachen, 2000)
 - [33] J. Boscary, J. Fabre, J. Schlosser; Critical heat flux of water subcooled flow in one-side heated swirl-tubes, *Int. J. Heat Mass Transf.* 42, pp. 287-301 (1999)
 - [34] E. Rigal, P. Bucci, G. Le Marosi; Fabrication of monoblock high heat flux components for ITER divertor upper vertical target using hot isostatic pressing diffusion welding, *Fus. Eng. Des.* 49-50, pp. 317-322 (2000)
 - [35] E. Visca, B. Riccardi, A. Orsini, C. Testani; Manufacturing and testing of monoblock tungsten small-scale mock-ups, *Fus. Eng. Des.* 56-57, pp. 343-347 (2001)
 - [36] V. Barabash, M. Akiba, A. Cardella, I. Mazul, B.C. Odegard Jr, L. Plöchl, R. Tivey, G. Vieider; Armor and heat sink materials joining technologies development for ITER plasma facing components, *J. Nucl. Mat.* 283-287, pp. 1248-1252 (2000)
 - [37] D. Youchinson, R. Nygren, J.S. O'Dell, J. McDonald, T. Lutz; Advances In Tungsten-Armored Plasma Facing Components, *Proc. Symp. Fus. Eng., Atlantic City, NJ*, pp. 364-367 (2002)
 - [38] D. Delfosse, B. Ilschner; Pulvermetallurgische Herstellung von Gradientenwerkstoffen, *Mat.-wiss. U. Werkstofftech.* 23, pp. 235-240, VCH Verlagsgesellschaft, Weinheim (1992)
 - [39] B. Ilschner; Technical Resumé of the 5th International Symposium on Functionally Graded Materials, *Mat. Sc. Forum* 308-311, pp. 3-10 (1999)
 - [40] A.E. Giannakopoulos, S. Suresh, M. Finot, M. Olsson; Elastoplastic Analysis of thermal cycling: layered materials with compositional gradients, *Acta metall. Mater.*, Vol 42, No. 4, pp. 1335-1354, Elsevier Publ. (1995)
 - [41] R. Jedamzik, A. Neubrand, J. Rödel; Functionally graded materials by electrochemical processing and infiltration: application to tungsten/copper composites, *J. Mat. Sc.* 35, pp. 477-486, Kluwer Academic Publishers (2000)
 - [42] J. Zhu, Z. Lai, Z. Yin, J. Jeon, S. Lee; Fabrication of ZrO₂-NiCr functionally graded material by powder metallurgy, *Mat. Chem. and Phys.* 68, pp. 130-135 (2001)
 - [43] W. Neumann, E. Kny; High Temperature – High Pressure, Vol. 21, No. 5, pp. 525-532 (1989)
 - [44] G. Dowson; Powder Metallurgy: The Process and its Products, EPMA – Information (2000)

-
- [45] W.F. Smith; Structure and properties of engineering alloys, NY: Mac Graw Hill, series in material science and engineering, pp. 630-677 (1993)
- [46] T. Hirai, L. Chen; Recent and Prospective Development of Functionally Graded Materials in Japan, Mat. Sci. For. Vol. 308-311, pp. 509-514, Trans Tech Publ. (1999)
- [47] R. Watanabe, K. Ichiki, T. Hayama, A. Kawasaki; Research Report 1997: Chemistry and Physics of Functionally Graded Materials, Grant-in-Aid for Scientific Research on Priority Area, No. 274, MESSC, p. 5 (1997)
- [48] M. Fukumoto, Y. Tokimoto, H. Mikawa, Y. Tanaka; Fabrication of Functionally Graded Thermoelectric Coatings by Plasma Spraying of Mechanically-Alloyed Composite Powders, Mat. Sci. For. Vols. 308-311, pp. 742-747 (1999)
- [49] K.V. Sebastian; Int. J. Powd. Met. Powd. Tech., Vol. 17, Nr. 4, pp. 297-303 (1981)
- [50] I.N. Frantsevich; Poroshkovaya Metall., Vol. 212, No. 8, pp. 36-47 (1980), Englische Übersetzung
- [51] W. Neumann, E. Kny; High Temperature – High Pressure, Vol. 21, No. 5, pp. 525-532 (1989)
- [52] B.A. Movchan; Functionally graded EB PVD coatings, Surf. and Coat. Tech. 149, pp. 252-262 (2002)
- [53] J. Singh; Ion Beam Assisted, Electron Beam Physical Vapor Deposition, J. of Adv. Mat. and Proc., Vol. 11, p. 32 (1996)
- [54] S. Seifried, M. Winterer, H. Hahn; Nanocrystalline gradient films through chemical vapor synthesis, Scripta mater. 44, pp. 2165-2168 (2001)
- [55] P. Hou, S.N. Basu, V.K. Sarin; Structure and high-temperature stability of compositionally graded CVD mullite coatings, Int. J. of Refr. Met. & Hard Mat. 19, pp. 467-477 (2001)
- [56] H. Bolt, A. Buuron, F. Koch, M. Noethe; Experiments and modelling of combined PVD and CVD processes using a hollow cathode arc discharge plasma, Surf. and Coat. Tech. 108-109, pp. 520-525 (1998)
- [57] H.A. Jehn; PVD and ECD-competition, alternative or combination, Surf. and Coat. Tech. 112, pp. 210-216 (1999)
- [58] B. Ilschner, K. Barthel; Pulvermetallurgische Herstellung von Gradientenwerkstoffen, Beschichten u. Verbinden in Pulvermet. u. Keramik, Hans Kolaska, pp. 325-339 (1992)
- [59] R.B. Heimann; Plasma-Spray Coating, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim (1996)
- [60] H. Herman; Plasmagespritzte Beschichtungen, Spektrum der Wissenschaft, Nov. Ausgabe, p. 102 (1988)
-

- [61] R.F. Bunshah; Handbook of Deposition Technologies for Films and Coatings, Science Technology and Applications, Second Edition, Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey (1994)
- [62] E. Pfender; Fundamental Studies Associated with the Plasma Spray Process, Proc. National Thermal Spray Conf. 1987, Orlando, Florida, ASM International (1988)
- [63] K. J. Hollis, R. G. Castro, R. P. Doerner and C. J. Maggiore; The removal of co-deposited carbon/deuterium films from stainless steel and tungsten by transferred-arc cleaning, Fus. Eng. Des. 55, Issue 4, pp. 437-447 (2001)
- [64] K. J. Hollis, R. G. Castro, C. J. Maggiore and A. Ayala; The removal of ion implanted deuterium from tungsten and stainless steel by transferred-arc cleaning, J. Nucl. Mat. 283-287, pp. 1085-1088 (2000)
- [65] H.-M. Höhle; Thermische Spritzverfahren, Beschichtungen für Hochleistungsbauteile, VDI Bericht 624, VDI Verlag, Düsseldorf, pp. 71-83 (1986)
- [66] S.E. Brünings, R.W. Steinbrech; Metallverstärkung von Keramik in thermisch gespritzten Mehrschichtsystemen, Berichte des Forschungszentrum Jülich, JÜL-3788 (2000)
- [67] K. Smolka; Thermisches Spritzen, Ein Leitfaden für den Praktiker, Deutscher Verlag für Schweißtechnik GmbH, Düsseldorf (1985)
- [68] M. U. Valdes, R.G. Saint-Jacques, J.F. Coté, C. Moreau; High heat load testing of plasma sprayed W coatings, 12th Int. conf. On Plasma Surface Interaction in controlled Fusion Devices, Saint Raphael (1996)
- [69] G.K. Lewis, E. Schlienger; Practical considerations and capabilities for laser assisted direct metal deposition, Mat. Des. 21, pp. 417-423 (2000)
- [70] Rapid Prototyping im Zielwerkstoff; Firmeninformation des ARC Seibersdorf (2000)
- [71] R. Irving; Taking a powder: laser processing, Int. J. Powd. Met., Vol 36, No. 4, pp. 69-74 (2000)
- [72] Y. Li, H. Yang, X. Lin, W. Huang, J. Li, Y. Zhou; The influences of processing parameters on forming characterizations during laser rapid forming, Mat. Sci. Eng. A360, pp. 18-25 (2003)
- [73] Y. Li, J. Ma; Study on overlapping in the laser cladding process, Surf. Coat. Tech. 90, pp. 1-5 (1997)
- [74] J.M. Yellup; Laser cladding using the powder blowing technique, Surf. Coat. Tech. 71, pp. 121-128 (1995)
- [75] G.K. Lewis, E. Schlienger; Practical considerations and capabilities for laser assisted direct metal deposition, Mat. Des. 21, pp. 417-423 (2000)
- [76] Präsentation NRC/IMTI, Free-Form Laser Consolidation & Its Potential Applications for Mould Making, Mould Makers Council, Dinner Meeting, Jan. 2001

-
- [77] I. Smid, M. Resch, M. Fürst; interne Kommunikation mit ARC Seibersdorf
- [78] S.F. Corbin, E. Toyserkani, A. Khajepour; Cladding of an Fe-aluminide coating on mild steel using pulsed laser assisted powder deposition, *Mat. Sci. Eng. A354*, pp.48-57 (2003)
- [79] Y. Zhang, M. Xi, S. Gao, L. Shi; Characterization of laser direct deposited metallic parts, *J. Mat. Proc. Tech.* 142, pp. 582-585 (2003)
- [80] C. Bezencon, A. Schnell, W. Kurz; Epitaxial deposition of MCrAlY coatings on a Ni-base superalloy by laser cladding, *Scr. Mat.* 49, pp. 705-709 (2003)
- [81] M.A. Anjos, R. Vilar, R. Li, M.G. Ferreira, W.M. Steen K.Watkins; Fe-Cr-Ni-Mo-C alloys produced by laser surface alloying, *Surf. Coat. Tech.* 70, pp. 235-242 (1995)
- [82] M.A. Anjos, R. Viar, Y.Y. Qiu; Laser cladding of ASTM S31254 stainless steel on a plain carbon steel substrate, *Surf. Coat. Tech.* 92, pp. 142-149 (1997)
- [83] X. Wu, J. Liang, J. Mei, C. Mitchell, P.S. Goodwin, W. Voice; Microstructures of laser-deposited Ti-6Al-4V, *Mat. Des.* 25, pp. 137-144 (2004)
- [84] E. Toyserkani, A. Khajepour, S. Corbin; 3-D finite element modeling of laser cladding by powder injection: effects of laser pulse shaping on the process, *Opt. Las. Eng.* 41, pp. 849-867 (2004)
- [85] J. Lin; Concentration mode of the powder stream in coaxial laser cladding; *Opt. Las. Tech.* 31, pp. 251-257 (1999)
- [86] C-Y. Liu, J. Lin; Thermal processes of a powder particle in coaxial laser cladding, *Opt. Las. Tech.* 35, pp. 81-86 (2003)
- [87] Powder Metal Technologies and Applications, Vol. 7, ASM Handbook (2000)
- [88] Metals Handbook, Ninth Edition, Vol. 8 Mechanical Testing, Am. Soc. f. Met., Ohio (1987)
- [89] DIN EN 582, Ausgabe:1994-01, Thermisches Spritzen; Ermittlung der Haftzugfestigkeit; Deutsche Fassung EN 582:1993
- [90] K.D. Maglic, A. Cezairliyan, V.E. Peletsky; Compendium of Thermophysical Property Mesurement Methods, 2: Recommended Measurement Techniques and Practices, Plenum Press, New York (1992)
- [91] J. Krautkrämer, H. Krautkrämer; Werkstoffprüfung mit Ultraschall, 5. Auflage, Springer Verlag, Berlin-Heidelberg, New York (1986)
- [92] P.A. Hahn, M. Scheerer, I. Šmid, E. Kny, W. Hohenauer, J. Linke, N. Reheis; Non Destructiv Ultra-Sonic Examination of a CFC/TZM/Mo41Re Divertor-Mock-Up for next generation Tokamaks; *Proc. 14th International Plansee Seminar 97*, Vol 4, (1997)
-

- [93] R.Duwe, W.Kühnlein, G.Pott; High heat loading tests and temperature measurements in Hot Cells, European working group "hot laboratories and remote handling" plenary meeting (Sept. 1998)
- [94] K.J. Bathe; Finite-Elemente-Methoden, Deutsche Übersetzung von P. Zimmermann, Springer-Verlag, Berlin (1990)
- [95] F. Erdogan, T.-C. Chiu; On the Spallation of FGM Coatings, Mat. Sci. For. Vols. 308-311, pp. 917-922 (1999)
- [96] T. Reiter; G.J. Dvorak; Micromechanical models for graded composite materials, J. Mech. Phys. Solids, Vol. 45, No. 8, pp. 1281-1302 (1997)
- [97] L.L. Shaw; Thermal residual stresses in plates and coatings composed of multi-layered and functionally graded materials, Composites Part B 29B, pp.199-210 (1998)
- [98] T.L. Becker Jr., R.M. Cannon, R.O. Ritchie; An approximate method for residual stress calculation in functionally graded materials, Mech. of Mat. 32, pp. 85-97 (2000)
- [99] W. Hufenbach, G. Archodoulakis, M. Lepper; A Simulation Model for the Design of Functionally Graded Materials under Thermo-Mechanical Loads, Mat. Sci. For. Vols. 308-311, pp. 983-988 (1999)
- [100] Y.Y. Yang; Stress Analysis in a Joint with Functionally Graded Materials Considering Material Creep Behaviour, Mat. Sci. For. Vols. 308-311, pp. 948-954 (1999)
- [101] W. Schaller , Y.Y. Yang; Stress Optimization in Applications with Functionally Graded Materials, Mat. Sci. For. Vols. 308-311, pp. 942-947 (1999)
- [102] R. von Mises; Mechanik der festen Körper im plastisch-deformablen Zustand; Nachrichten der Gesellschaft der Wissenschaften Göttingen; Mathematisch Physikalische Klasse; Göttingen (1913)
- [103] R. von Mises; Z. Angew. Math. Mechanik 8; pp. 106; (1928)
- [104] A. Rosato, K.J. Strandburg, F. Prinz, R.H. Swendsen; Why the Brazil Nuts Are on Top: Size Segregation of Particulate Matter by Shaking, Phys. Rev. Lett. 58, pp. 1038-1040 (1987)
- [105] W. Batel; Korngrößenmeßtechnik, 2. Auflage, Springer-Verlag, Berlin/ Göttingen/ Heidelberg (1964)
- [106] H.E. Exner, H.P. Hougardy; Einführung in die quantitative Gefügeanalyse, Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, Oberursel (1986)
- [107] J.L. Chermant, M. Costier, J. Lavolé; Bildanalyse mit dem Digitalisierungstisch, II: Teilchen-für-Teilchen-Analyse und Untersuchung der Anisotropie, Praktische Metallographie 18, pp. 413-419 (1979)
- [108] M. v. Allmen, A. Blatter; Laser-beam interactions with materials: physical principles and applications, Springer-Verlag Berlin Heidelberg New York (1995)

-
- [109] C.W. Draper, P. Mazzoldi; *Laser Surface Treatment of Metals*, Martinus Nijhoff Publishers, Dordrecht/Boston/Lancaster (1986)
- [110] M. Meunier, R. Izquierdo, M. Tabbal, S. Evoy, P. Desjardins, M.H. Bernier, J. Bertomeu, N. Elygoubi, M. Suys, E. Sacher, A. Yelon; Laser induced deposition of tungsten and copper, *Mat. Sc. Eng. B45*, pp. 200-207, Elsevier Publ. (1997)
- [111] M. Merola, V. Barabash, R. Jakeman, I. Smid; ITER PLASMA FACING COMPONENT MATERIALS DATABASE IN ANSYS FORMAT", *Iter Doc. G 17 MD 71 96-11-19 W 0.1* (January 1999)
- [112] ITER Material Properties Handbook, Document No. S 74 MA 2 (2001)
- [113] ITER Materials Assessment Report, G 74 MA 10 00-11-10 W 0.1 (2001)
- [114] A.A.F. Tavassoli; "Materials design data for fusion reactors", *J. Nucl. Mat.* 258-263, pp. 85-96 (1998)
- [115] E. Rigal, P. Bucci, G. Le Marosi; Fabrication of monoblock high heat flux components for ITER divertor upper vertical target using hot isostatic pressing diffusion welding, *Fus. Eng. Des.* 49-50, pp. 317-322 (2000)
- [116] S.A. Fabritsiev, S.J. Zinkle, B.N. Singh; Evaluation of copper alloys for fusion reactor divertor and first wall components, *J. Nucl. Mat.* 233-237, pp. 127-137 (1996)
- [117] A.D. Ivanov, A.K. Nikolaev, G.M. Kalinin. M.E. Rodin; Effect of heat treatments on the properties of CuCrZr alloys, *J. Nucl. Mat.* 307-311, pp. 673-676 (2002)
- [118] V. Belyakov, I. Mazul, Yu. Strebkov; Manufacturing and testing of large-scale mock-ups of ITER plasma facing components in Russia, *Fus. Eng. Des.* 61-62, pp. 129-134 (2002)
- [119] S. Saito, K. Fukaya, S. Ishiyama, K. Sato; Mechanical properties of HIP bonded W and Cu-alloys joint for plasma facing components, *J. Nucl. Mat.* 307-311, pp. 1542-1546 (2002)
- [120] J.W. Davis, G.M. Kalinin; Material properties and design requirements for copper alloys used in ITER, *J. Nucl. Mat.* 258-263, pp. 323-328 (1998)
- [121] G.M. Kalinin, S.A. Fabritsiev, B.N. Singh, S. Tahtinen, S.J. Zinkle; Specification of properties and design allowables for copper alloys used in HHF components of ITER, *J. Nucl. Mat.* 307-311, pp. 668-672 (2002)
- [122] G. Kalinin, R. Matera; Comparative analysis of copper alloys for the heat sink of plasma facing components in ITER, *J. Nucl. Mat.* 258-263, pp. 345-350 (1998)
- [123] United States Patent: Process of bonding copper and tungsten, Patent Number: 5,988,488, Nov. 23, (1999)
- [124] United States Patent: Fabricating method of composite material, Patent Number: 5,126,102, Jun. 30, (1992)
-

- [125] R.M. Manglik and A.E. Bergles; Heat Transfer and Pressure Drop Correlations for Twisted-Tape Inserts in Isothermal Tubes: Part II, Transition and Turbulent Flows, Journal of Heat Transfer, Vol. 115, pp. 890-896 (1993)

ANHANG

A. NOTATION UND ABKÜRZUNGEN.....	A.1
B. HERSTELLUNGSVERFAHREN FÜR W/CU-VERBUNDWERKSTOFFE.....	B.2
B.1. Wasserstabilisiertes Plasmaspritzen (WSPS)	B.2
B.2. HVOF-Flammspritzen	B.3
C. CHARAKTERISIERUNG DER VERWENDETEN PULVER.....	C.4
C.1. Kupfer-Pulver: MicroMet Cu_100	C.4
C.2. Kupfer-beschichtetes Wolfram.....	C.5
C.3. Wolfram-beschichtetes Kupfer	C.6
D. UNTERSUCHUNG ZUR HERSTELLUNG VON W/CU-VERBUNDWERKSTOFFEN MIT BESCHICHTETEN PULVERN	D.9
D.1. Herstellung mit Niedrigdruck-Plasmaspritzen	D.9
D.2. Herstellung mit Wasserstabilisiertem Plasmaspritzen.....	D.10
D.3. Herstellung mit High Velocity Oxygen Fuel – Flammspritzen.....	D.11
D.4. Herstellung mit Direktem Lasersintern	D.12
D.5. Schlussfolgerung	D.13
E. UNTERSUCHUNG ZUR HERSTELLUNG VON WOLFRAM- UND KUPFERWERKSTOFFEN MIT WASSERSTABILISIERTEM PLASMASPRITZEN ...	E.14
E.1. Variation der Wolfram-Partikelgröße	E.14
E.2. Herstellung von Wolfram Schichten	E.15
E.3. Herstellung von Kupfer Schichten	E.16
E.4. Schlussfolgerung	E.17
F. FINITE-ELEMENT-SIMULATION ZUR WIRKUNG VON GRADIENTEN W/CU- SCHICHTWERKSTOFFEN	F.18
F.1. Variation der Schichtgeometrien und -Zusammensetzungen	F.18
F.2. Optimierung des Gradienten - Spannungsdiagramme.....	F.19
G. FERTIGUNG VON W/CU-WERKSTOFFVERBUNDEN	G.21
H. HIGH HEAT FLUX TESTS AN DER ELEKTRONENSTRAHLANLAGE JUDITH	H.24
H.1. Aufbringung stationärer Leistungsdichten: Screening	H.24
H.2. Aufbringung zyklischer Belastungen: Thermoermüdung	H.31
I. LITERATUR	I.35

A. NOTATION UND ABKÜRZUNGEN

a [m]: Abstand Auflager - Kraftaufbringung	P [W]: Leistung
a [m ² /s]: Temperaturleitfähigkeit	P [W/m ²]: Wärmeflussdichte
b [m]: Probenbreite	Q [J]: Energie
c [m/s]: Schallgeschwindigkeit	R: Reflexionskoeffizient
c _p [J/kgK]: spez. Wärme	T: Transmissionskoeffizient
c _L [m/s]: longitudinale Schallgeschwindigkeit	T [K]: Temperatur
c _T [m/s]: transversale Schallgeschwindigkeit	T _{Dmax} [K]: maximale Temperatur
d [m]: Probendicke	U [V]: Spannung
f [Hz]: Frequenz	W [kg]: Gewicht
f _{opt} [Hz]: optimale Frequenz	Z: Schallwiderstand, spezifische Schallimpedanz
h [m]: Probenhöhe	α [1/K]: thermischer Ausdehnungskoeffizient
m [kg]: Masse	α _j [1/m]: Absorptionskoeffizient für Schallintensität
p [Pa]: statischer Druck	α _p [1/m]: Absorptionskoeffizient
p,q,m: Konstanten für Frequenzverlauf	α _s [1/m]: Streuanteil des Absorptionskoeffizienten
q [J/m ²]: Energiedichte	δ [m]: Durchbiegung
t _x [s]: für Temperaturanstieg benötigte Zeit	δ _{ik} , δ _{jl} , δ _{il} , δ _{jk} , δ _{ij} , δ _{kl} : Kronecker-Delta
z [m]: Fehlerabstand	ε: Dehnung
A [m ²]: Fläche	ε _{ik} : Dehnungstensor
C _i : Anpassungskonstanten	ε: Absorptionskoeffizient für Elektronenstrahl
D [m]: Dicke	φ: Massenfluss
D _{ijkl} : Elastizitätstensor	λ [W/mK]: Wärmeleitfähigkeit
D _K [mm]: Korndurchmesser	λ: Auflösungsvermögen
E [MPa]: Elastizitätsmodul	λ': Lamé'sche Konstante
E _q [kg]: äquivalentes Elementgewicht	ν: Poisson-Zahl
F _A : Anisotropiefaktor	ρ [kg/m ³]: Dichte
F: Faraday Konstante	σ [MPa]: Spannung
G [MPa]: Schubmodul	σ _{eq} [MPa]: von Mises Vergleichsspannung
I [A]: Stromstärke	σ _{ii} [MPa]: Hauptachsenspannungen
J [dB]: Schallintensität	σ _{ik} [MPa]: Spannungstensor
K _x : Konstante bei x-prozentigem Temperaturanstieg	ω [Hz]: Schallwellenfrequenz
L [m]: Auflagerabstand	ξ [m]: Auslenkung der Moleküle (bzw. Atome)
L [m]: Probenlänge	
P [N]: Last	

BPP: Blown Powder Process
 CTE: Coefficient of Thermal Expansion
 DLS: Direct Laser Sintering
 FEM: Finite-Element-Methoden
 FGM: Functionally Graded Material
 HHF: High Heat Flux
 HIP: Heiß Isostatisches Pressen
 HVOF: High Velocity Oxygen Fuel

LPPS: Low Pressure Plasma Spraying
 OFHC: Oxygen Free High Conductivity
 PFM: Plasma Facing Material
 RPM: Rotationen Pro Minute
 SLPM: Standard Liter Pro Minute
 TAC: Transferred Arc Cleaning
 VDE: Vertical Displacement Event
 WSPS: Water Stabilized Plasma Spraying

B. HERSTELLUNGSVERFAHREN FÜR W/CU-VERBUNDWERKSTOFFE

B.1. WASSERSTABILISIERTES PLASMASPRITZEN (WSPS)

Neben gasstabilisierten hat sich auch wasserstabilisierte Plasmasysteme etabliert. Ursprünglich ein Werkzeug, um mittels Plasma zu schneiden, wird es derzeit nur im Bereich des Plasmaspritzens von metallischen und keramischen Pulvern industriell genutzt. Die Einsatzgebiete des wasserstabilisierten Plasmaspritzens liegen hierbei aber in einem breiten Feld. Dies beinhaltet u. a. die Luft- und Raumfahrt (z.B. Turbinengehäuse, Motorteile), die Stahlindustrie (z.B. Sauerstoffanlagen, Heißmetallpressstempel) und die Ölindustrie (z.B. Pumpkolben).

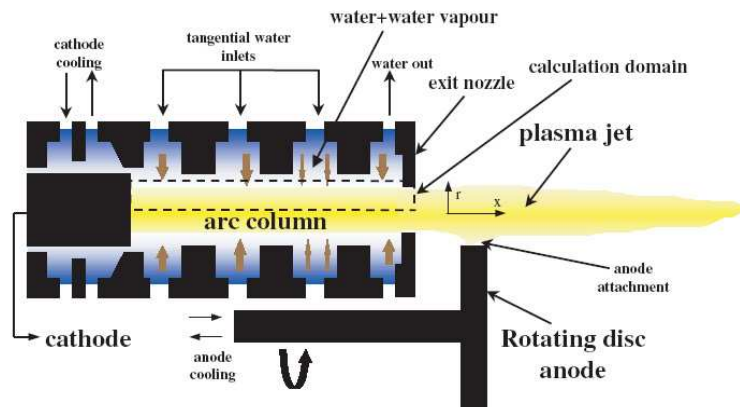


Abb. B.1: Verfahrensprinzip der Plasmakanone; Wasser wird tangential eingebracht und erzeugt einen Strudel in der Kammer. Der Lichtbogen etabliert sich zwischen der Kathode aus einem in Kupfer gepressten Stück Zirkonium [1]

Der Verfahrensaufbau (s. Abb. B.1) besteht aus einer in mehrere Sektionen unterteilten Kammer,

welche jeweils über zentral angeordnete Einlässe verfügen. Über diese wird Wasser unter Druck tangential eingebracht und erzeugt in der Kammer einen Wasserstrudel. Die Kathode im Inneren der Brennkammer besteht aus in Kupfer gepresstem Zirkonium. Die Anode, welche außerhalb der Brennkammer positioniert ist, besteht aus einer Kupfer-Scheibe mit interner Kühlung. Durch Rotation der Anode wird eine übermäßige Erosion der Elektrode vermieden. Die Länge des stabilisierten Lichtbogens in der Kammer beträgt ~60 mm und außerhalb zwischen 3 und 15 mm, in Abhängigkeit, wo der Lichtbogen auf die Anodenoberfläche trifft [1].

Jene diesem Verfahrensprinzip zugrundeliegenden Überlegungen sind:

- Das Verdampfen der Flüssigkeit produziert ein Plasmamedium aus Sauerstoff und Wasserstoff.
- Aus einem Teil des ionisierten Dampfes formiert sich ein Schild zwischen Lichtbogen und Flüssigkeit, welcher diesen stabilisiert.
- Das verbliebene ionisierte Sauerstoff/Wasserstoff-Gemisch wird im Lichtbogen aufgeheizt. Durch fortwährende Zuführung des Brennstoffes entsteht derart ein Überdruck mit einem Maximum in der Nähe der Kathode. Dieser beschleunigt das Plasma in Richtung der Austrittsöffnung der Pistolenkammer.

Basierend auf diesen Grundlagen verfügt das Verfahren, verglichen mit gasstabilisierten Systemen, über hohe Austrittsgeschwindigkeiten, Temperaturen und Plasmaenthalpien sowie einen hohen Pulverdurchsatz [1-3].

Gas- und wasserstabilisierte Plasmaspritzverfahren besitzen dementsprechend substantiell unterschiedliche Charakteristika. Der Bereich zwischen diesen beiden Methoden wird durch die Hybrid-Plasmakanone überdeckt, welche in einer ersten Kammer den Lichtbogen durch Gas in der zweiten durch Wasser stabilisiert. Derart wird das erzeugte Plasma einerseits durch hohe Temperaturen und Wärmeflüsse, wie sie für wasserstabilisierte Systeme typisch sind, gekennzeichnet. Andererseits erhöht sich durch die Beigabe von Gas die Plasmadichte, die Geschwindigkeit und der Impulsübertrag. Demzufolge kombiniert eine derartige Plasmakanone den hohen Pulverdurchsatz, typisch für das wasserstabilisierte Verfahren, und die in gasstabilisierten Systemen erzeugte hohe Partikelgeschwindigkeit [3,4].

B.2. HVOF-FLAMMSPRITZEN

Die Erwärmung und das Aufschmelzen des eingeblasenen Pulvers erfolgt im HVOF-Flammspritzverfahren unter Nutzung der, während des Verbrennungsprozesses von Brenngas und Sauerstoff erzeugten, chemischen Energie. Das Charakteristikum dieser Herstellungsmethode ist ein durch den stabilen und einheitlichen Ablauf des Verbrennungsprozesses erzeugter Druck, aus welchem die hohen Geschwindigkeiten resultieren [5].

Die Formgebung der an die Brennkammer anschließenden Düse orientiert sich an der Notwendigkeit der Bildung eines Überschallstromes. In der dadurch entstehenden Unterdruckzone, findet die Pulverzuführung statt (s. Abb. B.2).

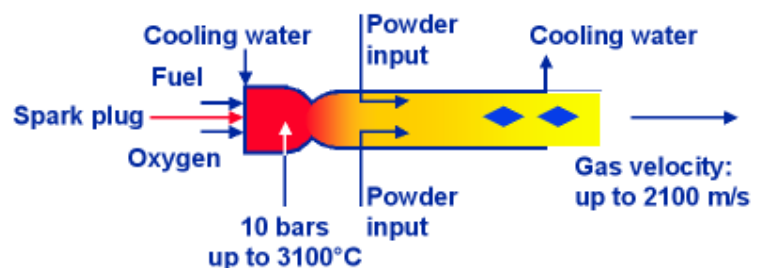


Abb. B.2: schematische Darstellung des Prozessablaufes während des HVOF-Plasmaspritzens; hohe Geschwindigkeiten, moderate Temperaturen, Atmosphäre: Luft

Die Partikelgeschwindigkeit der eingeblasenen Pulverkörner steht mit dem zuvor erwähnten, in der Brennkammer erzeugten Druck in unmittelbarem Zusammenhang und erreicht Werte von ~2100 m/s. Die in der Flamme herrschenden Temperaturen liegen im Bereich von ~3000°C (s. Abb. B.2).

Äquivalent zu anderen Flamm- und Plasmaspritzverfahren, wird das Pulver in der Flamme aufgeschmolzen, in Richtung des zu beschichtenden Werkstückes beschleunigt und darauf deponiert. Aufgrund der hohen Geschwindigkeiten weisen jene im HVOF-Verfahren gefertigte Schichten eine außerordentlich hohe Dichte (> 99.5%) und hohe Festigkeits- und Härteeigenschaften auf.

C. CHARAKTERISIERUNG DER VERWENDETEN PULVER

C.1. KUPFER-PULVER: MICROMET CU_100

Zur qualitativen und quantitativen Untersuchung des Pulvers auf Verunreinigungen wurden EDX-Spektren (Punkt- und Flächenspektren (s. Abb. C.1 und Abb. C.2) aufgenommen, die folgende Ergebnisse in Gewichtsprozent ergeben haben (vgl. Tab. C.1 und Tab. C.2):

Tab. C.1: EDX-Analyse, Überblick – Partikel $\leq 32 \mu\text{m}$

Spektum.	C	O	P	Cu
1	10.57	2.55		86.87
2	4.87	2.73	0.27	92.12
3	4.49	5.47	1.27	88.77
4	2.87	0.68		96.46
Max.	10.57	5.47	1.27	96.46
Min.	2.87	0.68	0.27	86.87

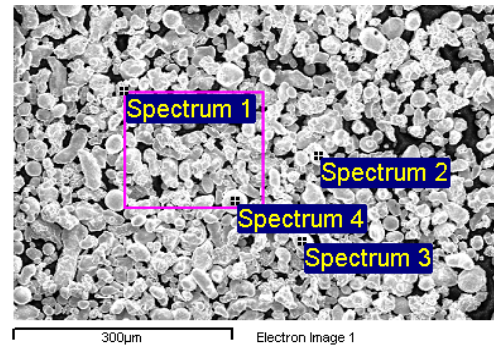


Abb. C.1: REM-Bild des Cu-Pulvers, Flächen- und Punktspektren

Tab. C.2: EDX-Analyse, einzeln – Partikel $\leq 32 \mu\text{m}$

Spektrum	C	O	Al	P	Cu
1	3.37	1.69			94.94
2	1.69	1.74		0.29	96.28
3	1.19	0.26	0.08		98.47
4	2.95	3.30		0.88	92.87
5	0.67	0.17	0.07		99.09
Max.	3.37	3.30	0.08	0.88	99.09
Min.	0.67	0.17	0.07	0.29	92.87

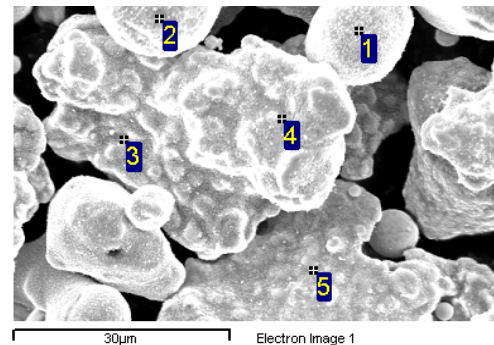


Abb. C.2: REM-Bild des Cu-Pulvers, Punktspektren

Das massive Auftreten von Kohlenstoff in beiden Analysen resultiert aus der Verwendung eines kohlenstoffhaltigen Probenhalters. Der Sauerstoffanteil wiederum ist ein Produkt einerseits aus der natürlichen Oxidation des Werkstoffes an Luft und andererseits aus der Herstellung, da es sich nicht OFHC-Cu handelt. Dabei erhöht der Sauerstoff die Leitfähigkeitseigenschaften des Materials.

Des weiteren finden sich noch andere Elementspuren. Dies sind Phosphor und Aluminium, wobei letzteres in derart geringen Mengen gemessen wurde, dass die Mengenangabe in den Bereich des Fehlers des Messgerätes fällt und mit hoher Wahrscheinlichkeit vernachlässigt werden kann.

C.2. KUPFER-BESCHICHTETES WOLFRAM

Das Cu-beschichtete Wolframpulver der Fa. Advanced Ceramics Corporation wurde in einem ECD-Verfahren (= Electro-Chemical-Deposition) hergestellt. Seine Zusammensetzung besteht aus Wolfram-Partikel mit einer Größe zwischen 20 und 60 μm und einer Cu-Beschichtung im Ausmaß von 40 Gewichtsprozent. Dies entspricht in etwa einem Volumenanteil von 60% und einer Gesamtpartikelgröße zwischen 80 und 160 μm .

Das verwendete Verfahren erlaubt eine exakte und von der Partikelgröße unabhängige Kontrolle der Beschichtungsdicke (s. Abb. C.3). Durch Variation der Partikelgröße bzw. der Beschichtungsdicke können somit beliebige Mischungsverhältnisse hergestellt werden.

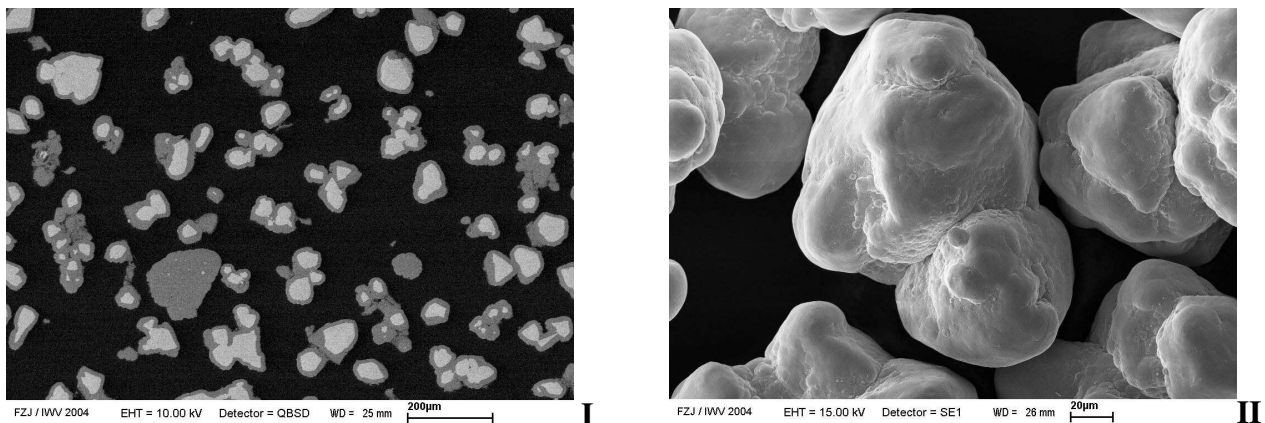


Abb. C.3: Cu-beschichtetes W-Pulver; Advanced Ceramics Corporation, 80-160 μm – Cu-Beschichtungsanteil 40Gew%; I) REM-Bild einer Querschliffübersicht – viele in ihrer Cu-Phase zusammengewachsene Partikel, II) Oberflächenstruktur zusammengewachsener Partikel

Das gehäufte Auftreten zusammengewachsener Körner wirkt sich auf die äußere Form des Pulvers aus. Diese wird unter Abrundung der Oberfläche maßgeblich durch die Geometrie der Wolfram-Partikel bestimmt (s. Abb. C.3). Stellen rauer Oberfläche befinden sich nur im Bindungsbereich zwischen den Partikeln. Der Formfaktor liegt in etwa zwischen 0.85 und 0.9 für zusammenhängende Partikel. Für einzelne Partikel erreicht er mitunter Werte ≥ 0.95 .

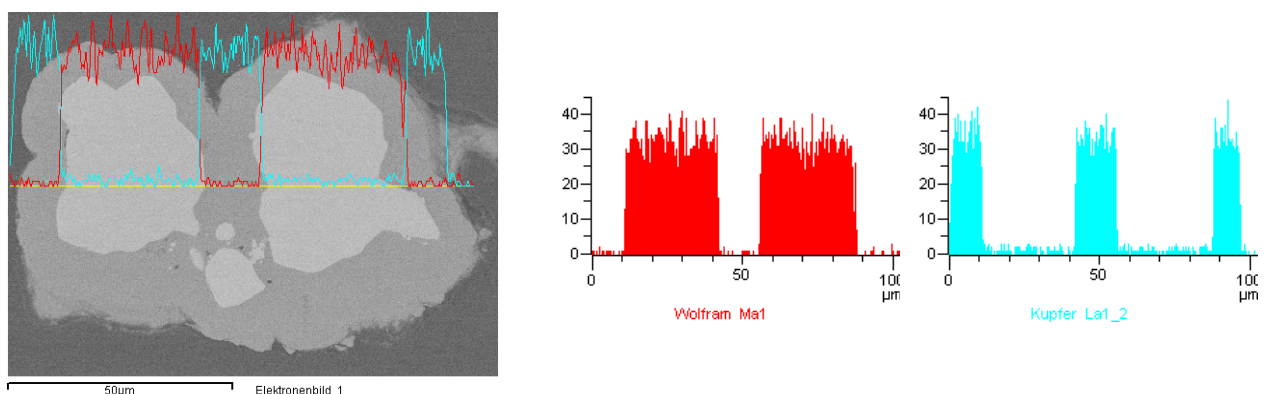


Abb. C.4: Cu-beschichtetes W-Pulver, EDX-Analyse; kein Oxidanteil zwischen Wolfram und Kupfer-Hülle

Die EDX-Analyse des Pulvers erbrachte keine Verunreinigungen bzw. Oxidationsanteile im Werkstoffgefüge und im besonderen an der Wolfram-Oberfläche (s. Abb. C.4).

C.3. WOLFRAM-BESCHICHTETES KUPFER

Die Pulversorten mit den Bezeichnungen „TYPE III“ und „TYPE 3D15“ wurden von der Fa. OSRAM SYLVANIA zur Verfügung gestellt. Nach Angabe des Herstellers liegt das Verhältnis von Kupfer zu Wolfram in Gewichtsprozent bei $1^{(\text{Cu})}:5,6^{(\text{W})}$.

Die Herstellung dieser Pulver erfolgt mittels chemischer Synthese von W/Cu-Oxiden [6,7] und einer darauffolgenden Wasserstoff-Reduktion. Durch diese werden die Oxide in reine W/Cu-Verbindungen mit einer einzigartigen Phasenverteilung überführt. Dessen Besonderheit besteht im Aufbau jedes einzelnen Teilchens aus einer W- und Cu-Phase wobei die W-Phase die Cu-Phase substanziell einschließt [8,9]. Der herstellungsspezifische Unterschied zwischen den Pulversorten „TYPE III“ und „TYPE 3D15“ reduziert sich im wesentlichen auf zwei Punkte:

1. die Verwendung unterschiedlicher Herstellungsmaterialien
2. der Werkstoff „TYPE III“ wurde vor der Herstellung einem „Agglomerationsschritt“ unterzogen und nach der Wasserstoff-Reduktion nicht weiterbehandelt.

Daraus resultiert eine, sowohl in Form, als auch im Aufbau der Partikel sehr unterschiedliche Mikrostruktur der Pulverwerkstoffe.

Diese Pulver charakterisieren sich vor allem durch ihre sehr hohe Sinteraktivität. Die Nutzung zusätzlicher, den Sintervorgang unterstützender und die Werkstoffeigenschaften negativ beeinflussender Hilfsmittel kann damit vermieden werden. Des weiteren besitzt der Werkstoff eine größenabhängige Fließfähigkeit, welche nur für Partikelgrößen $\geq 100 \mu\text{m}$ in ausreichendem Maß vorhanden ist.

- Pulversorte: „TYPE III“

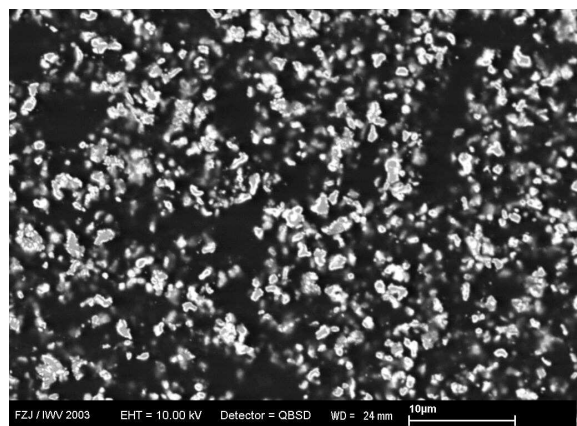
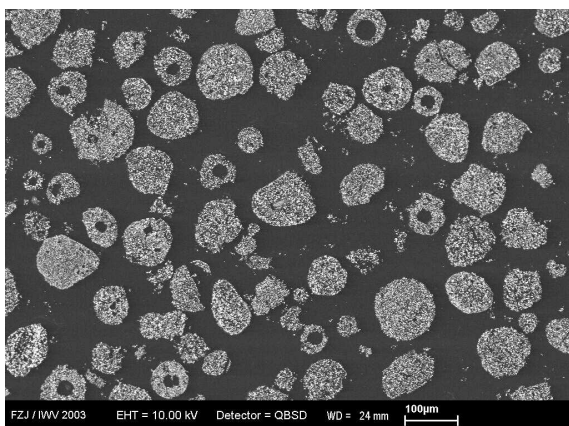
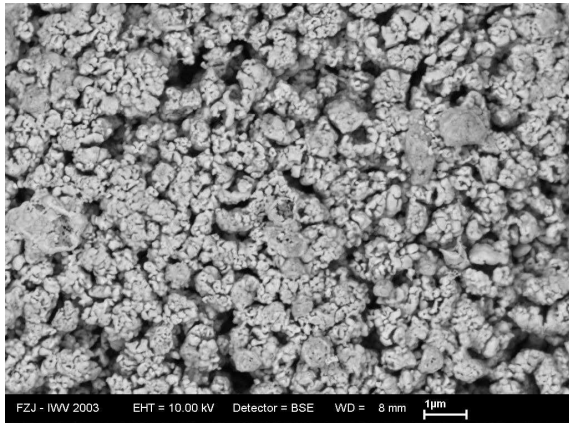


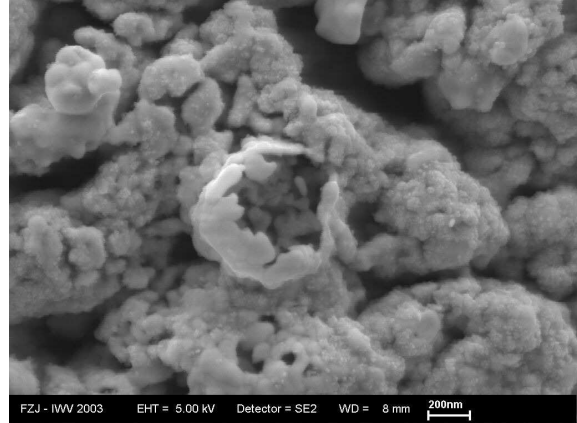
Abb. C.5: REM-Schliffbilder der Pulversorte „TYPE III“; I) Übersicht mit hohem Rundkornanteil und sphärischen Hohlräumen im Inneren der Pulverkörner II) Substruktur mit lockerer, kaum zusammenhängender Struktur und relativ hohem W-Anteil

Der Werkstoff „TYPE III“ besteht zu einem hohen Prozentsatz aus annähernd sphärischen Partikeln im Größenbereich zwischen 40 und $125 \mu\text{m}$. Diese werden durch einen ebenfalls sphärischen Hohlraum in ihrem Inneren gekennzeichnet (s. Abb. C.5). Die Probenpräparation bietet jedoch keine Möglichkeit, den exakten Querschnitt eines jeden im Blickfeld befindlichen Partikels zu erhalten. Obwohl somit keine definitive Aussage über die Gesamtheit getroffen

werden kann, wird angenommen, dass die Struktur betreffend für alle Partikel Kongruenz besteht. Die Ursache dieses mikrostrukturellen Aufbaus ist entweder die Verwendung von agglomeriertem Ausgangsmaterial oder die fehlende Weiterbehandlung nach der Wasserstoffreduktion.



I



II

Abb. C.6: SEM-Bilder der Oberflächenstruktur des Pulvers „TYPE III“; I) Übersicht, II) einzelnes Wolframumhülltes Kupfer-Partikel in einem Größenbereich von 400 nm

Die einzelnen Pulverpartikel sind Agglomerate vieler, von einer schützenden Wolframbhülle umgebener Cu-Partikel im Bereich $\leq 1 \mu\text{m}$ und zeichnen sich durch eine hohe Porosität aus (s. Abb. C.5). Dies steht im völligen Gegensatz zum Cu-beschichteten Wolframpulver (s. Kap. C.2), worin jedes einzelne Partikel aus einem einzigen Wolframkern und einer umhüllenden Schale aus Kupfer besteht.

Der optische Eindruck der Oberflächenstruktur bestätigt den Eindruck eines vergleichsweise lose zusammenhängenden Gebildes (s. Abb. C.5 und Abb. C.6). Des weiteren weist jene auf die Partikel aufgetragene Beschichtung mit Wolfram keine homogene, sondern eine kornartige, teilweise schwammähnliche Struktur auf (s. Abb. C.6).

- Pulversorte: „TYPE 3D15“

Die Korngrößenverteilung dieses Pulvers liegt im Bereich $\leq 100 \mu\text{m}$ mit einem Häufigkeitsmaximum zwischen 50 und 63 μm . Die Partikelform variiert in ihrem optischen Erscheinungsbild zwischen annähernd rund und willkürlich geformt (s. Abb. C.7). Die Partikel wirken durch die Oberflächenstruktur der einzelnen Pulverkörner, welche ein ineinander verschmolzenes Wolframgerüst zeigt, im Gegensatz zum Werkstoff „TYPE III“, kompakt und stabil. (s. Abb. C.8).

Die Stabilität von „TYPE 3D15“ wird ebenso durch seine vergleichsweise hohe innere Dichte erhöht (vgl. Abb. C.5 und Abb. C.7). Die Gegenüberstellung zu „TYPE III“ zeigt jedoch ebenso, dass der Cu-Anteil in für „TYPE 3D15“ um ein vielfaches höher liegt und somit nicht den Angaben des Herstellers entspricht.

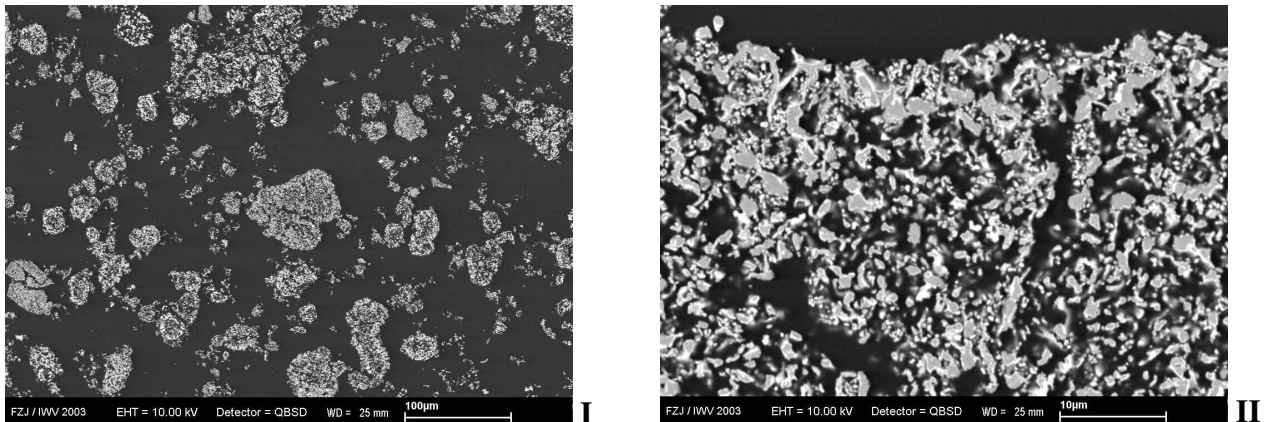


Abb. C.7: REM-Bilder der Pulversorte „TYPE 3D15“; I) Querschliffübersicht mit hohem spratzigen Anteil, II) Substruktur eines einzelnen Korns - hoher Cu-Anteil mit dünner W-Beschichtung

Jene das Gerüst bildende Wolfram-Beschichtung der Cu-Partikel besteht aus keiner homogenen, sondern eine sehr feinen, kornartigen und sich überlappenden Struktur (s. Abb. C.8). Eine Oberflächenrauigkeit der einzelnen „Körner“ ist hingegen kaum vorhanden. Dadurch tritt das schwammähnliche Aussehen, welches für das Pulver „TYPE III“ konstatiert wurde, nicht auf.

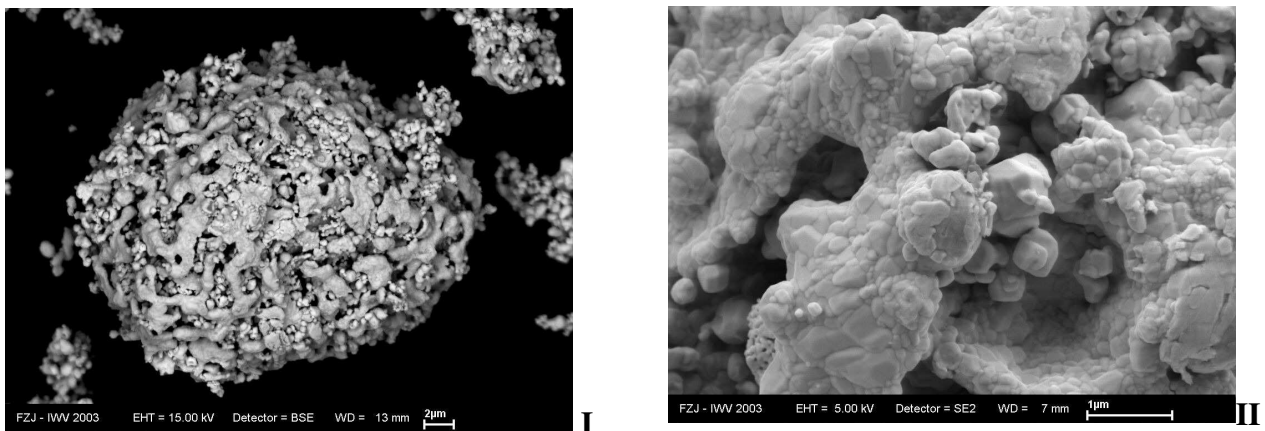


Abb. C.8: Oberflächenstruktur eines Pulverkorns des Pulvers „Type 3D15“; I) REM-Bild eines einzelnen Pulverkorns – Übersicht, II) SEM-Bild der Oberfläche mit Kornstruktur der Wolfram-Beschichtung

D. UNTERSUCHUNG ZUR HERSTELLUNG VON W/CU- VERBUNDWERKSTOFFEN MIT BESCHICHTETEN PULVERN

D.1. HERSTELLUNG MIT NIEDRIGDRUCK-PLASMASPRITZEN

Unter Variation mehrerer Parameter (s. Tab. D.1) wurden ~150 µm dicke W/Cu-Beschichtungen mit einer optisch ermittelten Porosität zwischen 1 und 2% hergestellt. Allgemeine Charakteristika der Gefügestruktur sind die inhomogene Verteilung der unaufgeschmolzenen W-Partikel, der prozentuale Verlust bis zu 75% an Wolfram in Relation zum Ausgangsmaterial und die hohe Oberflächenrauigkeit (s. Abb. D.1 und Abb. D.2).

Tab. D.1: Cu- und W-spezifische Parameter zur Herstellung von W/Cu-Verbunden anhand Cu-beschichteter W-Partikel

Parameter	Plasmastrom [A]	Geschwindigkeit [mm/s]	Spritzdistanz [mm]	Plasmagas (SLPM)	
				Ar	H
Cu-spezifisch	550	440	250	40	6.5
W-spezifisch	720	100	200	45	10

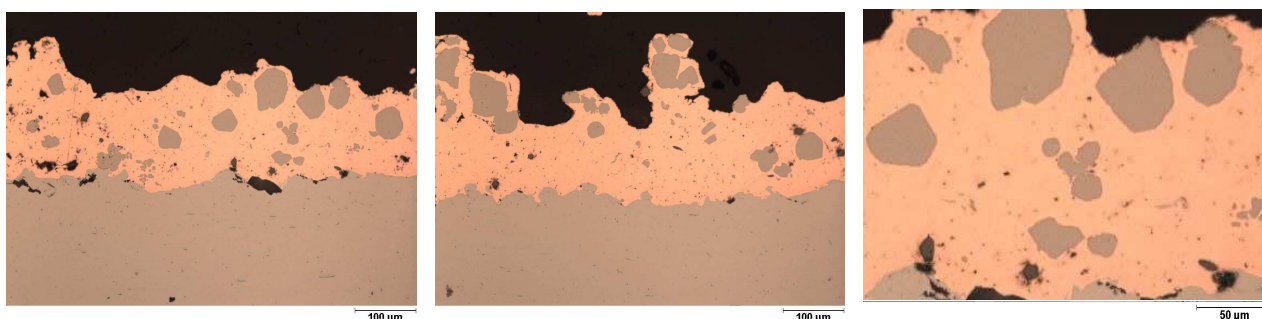


Abb. D.1: LM-Bilder – W/Cu-Schicht, hergestellt aus Cu-beschichtetem W-Pulver mittels Cu-Parametern



Abb. D.2: LM-Bilder – W/Cu-Schicht, hergestellt aus Cu-beschichtetem W-Pulver mittels W-Parametern

Diese mikrostrukturellen Merkmale sind eine direkte Folge des Schmelzverhaltens des Werkstoffes in der Plasmaflamme. Dieses wird durch das vollständige Aufschmelzen der Kupfer-Hülle gekennzeichnet. Dem entgegen bleibt das jeweils umschlossene Wolfram-Korn unabhängig von der Parametereinstellung unberührt. Die Ursache dafür liegt in der schützenden und kühlenden Wirkung der Kupfer-Schmelze und des sich in Abhängigkeit der Temperatur bildenden Kupfer-Dampfes.

Weitere Schlussfolgerung ist eine partielle Trennung von festem Wolfram und flüssigem Kupfer. Daraus resultierend treffen schwerere und harte W-Teilchen auf eine Mischung aus flüssiger, fester oder im Erstarren befindlicher Oberfläche und werden an dieser teilweise reflektiert.

D.2. HERSTELLUNG MIT WASSERSTABILISIERTEM PLASMASPRITZEN

Der Aufbau von 600 μm bis 1.3 mm dicker Schichten erfolgt ohne Probleme (s. Abb. D.3). Die erhaltene Verteilung der Wolfram-Partikel in der Kupfer-Matrix ist gleichmäßig. Der genutzte Wolfram-Anteil des Pulvers liegt jedoch nur zwischen 15 und 25Vol%. Zudem treten im Werkstoffverbund optisch ermittelte Porositäten bis zu 15Vol% und, bedingt durch das Herstellungsverfahren (s. Anhang B.1) ein hoher Anteil an Oxid-Partikeln auf.

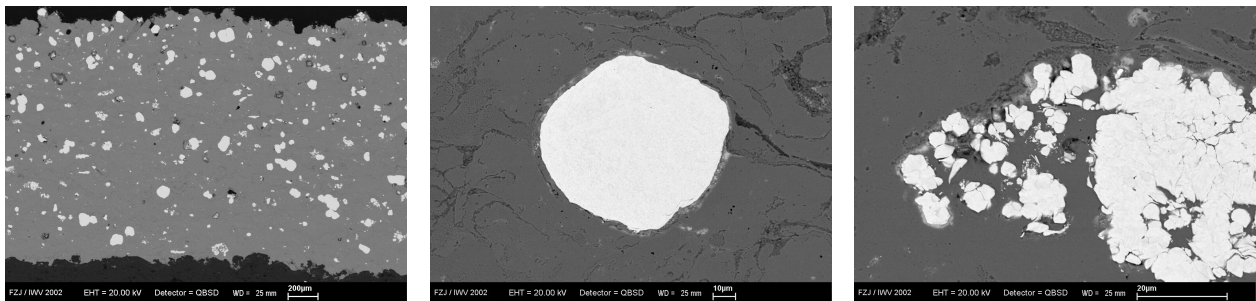


Abb. D.3: REM-Bilder - W/Cu (100-125 μm), Schichthöhe 1.3 mm; Partikelform von rund bis willkürlich

Ebenfalls zu beobachten ist die Variation zwischen regulären und irregulären Formen der ungeschmolzenen Wolfram-Partikel (s. Abb. D.3). Der überproportionale Anteil irregulärer Partikel resultiert aus deren partiellem Aufschmelzen, zurückzuführen auf den hohen Energieübertrag in diesem Herstellungsverfahren.

Die EDX-Analyse über den Querschnitt eines eingebetteten Wolfram-Korns ergibt des weiteren eine bis zu 1 μm dicke Oxidschicht an der Oberfläche des Wolframs (s. Abb. D.4). Diese verhindert die optimale Benetzung der W-Partikel mit Cu und reduziert sowohl die mechanische Festigkeit als auch die thermophysikalischen Eigenschaften. Die Ausbreitung von Rissen an der Oberfläche der Partikel wird durch diese Oxidschichten begünstigt, wodurch die Partikelverstärkung des Werkstoffes nur in begrenztem Ausmaß zur Wirkung kommt.

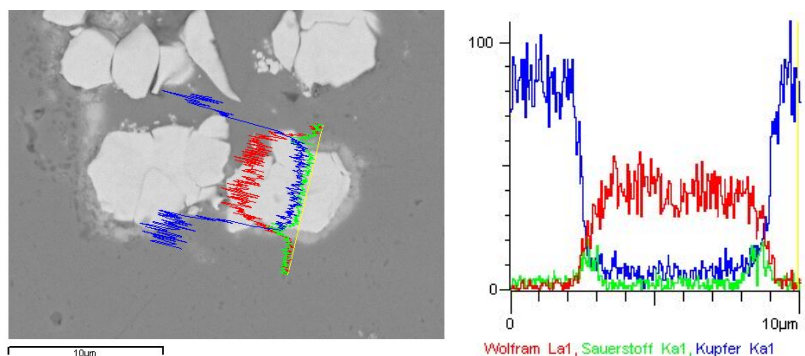


Abb. D.4: EDX-Analyse am Querschnitt eines Wolfram-Korns

D.3. HERSTELLUNG MIT HIGH VELOCITY OXYGEN FUEL – FLAMMSPRITZEN

Entsprechend der erreichbaren Verfahrenstemperatur, welche ihr Maximum mehrere hundert °C unterhalb des Schmelzpunktes von Wolfram (~3430°C) erreicht, findet ein Aufschmelzen der Wolfram-Phase nicht statt. Dennoch wurde mittels HVOF-Plasmaspritzen versucht, dessen verfahrenstechnische Vorteile, für eine erhöhte Deposition an Wolfram zu nutzen. Diese Zielsetzung beruht auf der Annahme, dass jene an die Wolfram-Partikel übertragene Geschwindigkeit ausreicht, um einen Großteil der Partikel in die weiche aufgebaute Cu-Struktur zu integrieren und einen hohen Reflexionsanteil der Partikel zu verhindern.

Die Untersuchung erfolgte an fünf, in ihren Herstellungsparametern variierenden, Schichten (s. Tab. D.2).

Tab. D.2: Parametervariation im HVOF-Flammspritzverfahren für die Verwendung von Cu-beschichtetem W-Pulver

Probenr.	Distanz [mm]	Robot.geschw. [mm/s]	Sauerstoff (NLPM)	Wasserstoff (NLPM)	Dosierscheibe Rotation [%]	Trärgas: N ₂ (NLPM)
03-30-H	250	500	214	635	5	10
03-31-H	250	500	214	635	10	10
03-32-H	200	500	214	635	10	10
03-33-H	200	250	214	635	10	10
03-34-H	200	500	260	600	10	10

Die Probe „03-31-H“ steht hierbei in bezug auf Mikrostruktur, Wolfram-Gehalt und im Gefüge vorhandenen Oxidanteil repräsentativ für alle hergestellten Werkstoffverbunde (siehe Abb. D.5). Lediglich die Schichtdicke schwankt bei konstanter Zyklenanzahl (= 20 Zyklen) mit variierenden Parametern zwischen 50 und 450 µm.

Eine hohe Dichte jedoch nur ein prozentualer Anteil $\leq 5\text{Vol}\%$ an eingebetteten Wolfram-Körnern charakterisieren den Werkstoff (s. Abb. D.5). Des weiteren wurde ein hoher, für das Verfahren typischer (s. Anhang B.2) Oxidanteil in der Schicht festgestellt. EDX-Analysen in unterschiedlicher Schichtregionen (s. Abb. D.6 und Abb. D.7) definieren die oxidierte Phase als jene in den REM-Bildern sichtbaren, dunkel gefärbten Strukturbereiche in der Kupfer-Phase.

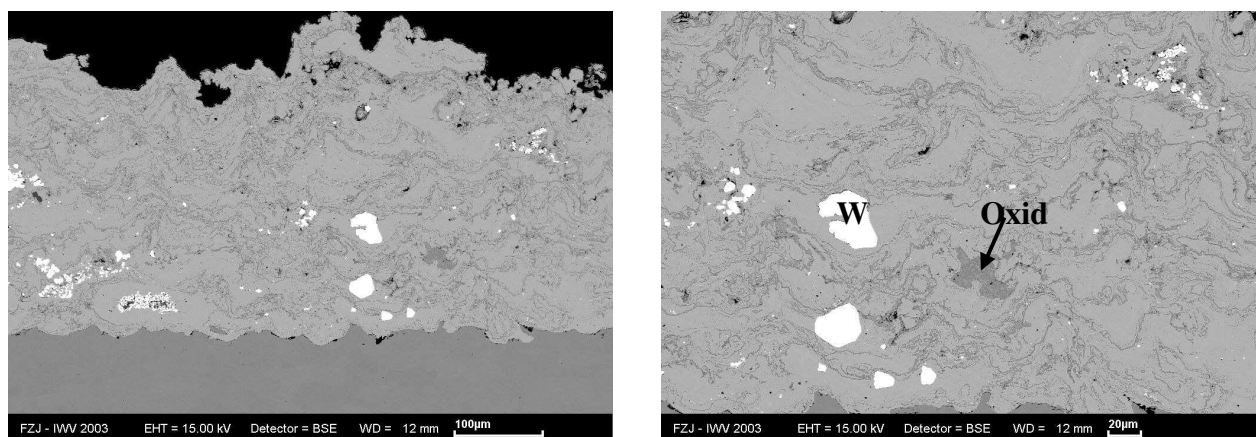


Abb. D.5: SEM-Bilder der Schicht „03-31-H“, geringer W-Anteil, Schichtdicke ca. 250 µm, oxidierte Bereiche erkennbar an dunkler Färbung im Vergleich zu reinem Cu

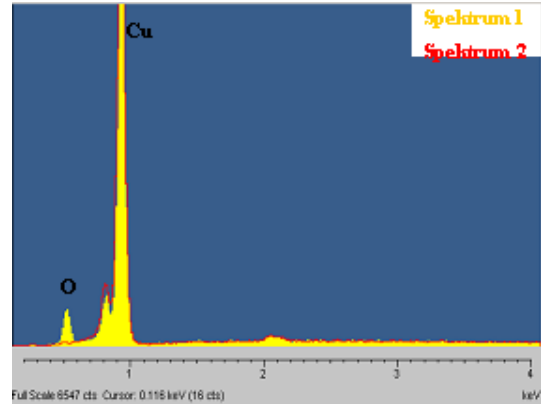
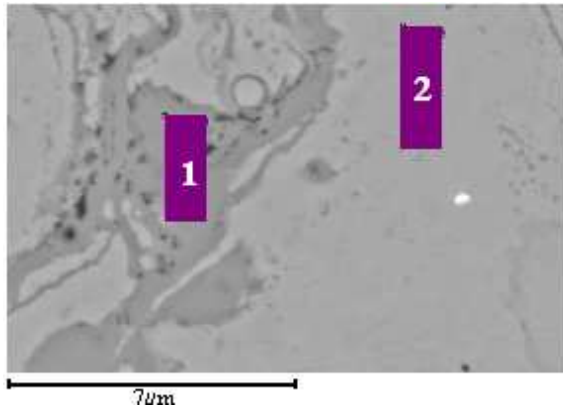


Abb. D.6: EDX-Flächenanalyse der Schicht „03-31-H“; Oxidanteil der Cu-Phase in Spektrum 1, erkennbar an dunkler Färbung; kaum Oxidanteil in Spektrum 2

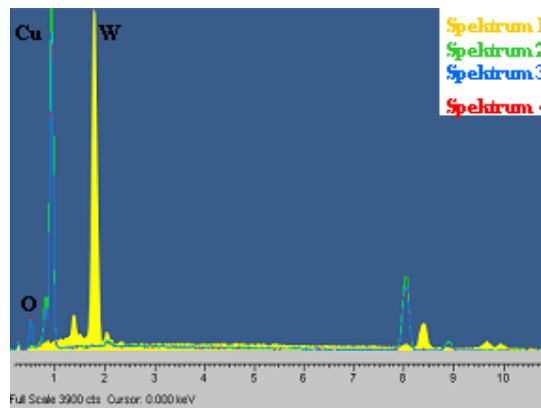
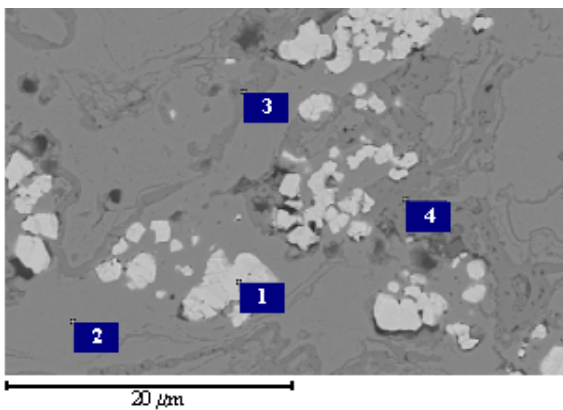


Abb. D.7: EDX-Punktanalyse der Schicht „03-31-h“; Spektrum 1 zeigt das W-Spektrum; Spektrum 2 bis Spektrum 4 zeigen das Cu-Spektrum mit einem Sauerstoffgehalt für Spektrum 3 und 4

Des weiteren bewirkt die Schutzfunktion, welche die Cu-Hülle ausübt, eine Abschirmung des Wolfram-Kerns gegenüber Oxidationsreaktionen. Dieses Resultat steht in Zusammenhang mit den geringen Flammentemperaturen und in direktem Gegensatz zu den Ergebnissen für WSPS (s. Anhang D.2).

D.4. HERSTELLUNG MIT DIREKTEM LASERSINTERN

Die Fertigung von W/Cu-Schichten mittels Cu-beschichteter Wolfram-Partikel in der Größenordnung von 100-125 µm erfolgte auf Fe-Al-Bronze-Substrat unter kupferspezifischen Parametern. Die Schichthöhe beträgt ~1 mm bei einer beschichteten Fläche von 1 x 1 cm².

Der Wolfram-Anteil des Pulvers wird im Verfahren, äquivalent vorgemischten Pulvern, nicht aufgeschmolzen und verteilt sich homogen im Werkstoff. Des weiteren beinhaltet der Wolfram/Kupfer-Verbund eine optisch

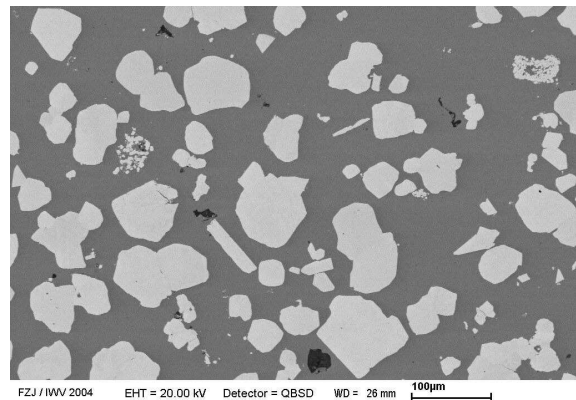


Abb. D.8: REM-Bild; W/Cu (100-125 µm)

ermittelten, prozentualen Anteil an Wolfram im Ausmaß von ~36Vol%. Dies entspricht annähernd dem theoretischen Wert von 40Vol%. Demzufolge kann unter Berücksichtigung von Variationen in der Zusammensetzung des Ausgangsmaterials eine annähernd 100%ige Nutzung desselbigen angenommen werden. Dies gilt jedoch nur für das Mischungsverhältnis und nicht für den Gesamtnutzungsgrad des Pulvers, der, vergleichbar gemischten Pulvern, zwischen 5 und 10% liegt. Im Gegensatz zu gemischten Pulvern liegt hierbei der Wiedergewinnungsanteil reflektierten, nicht abgelagerten Materials bei 100%.

D.5. SCHLUSSFOLGERUNG

Fazit der Untersuchungen ist die prinzipielle Eignung des 40Gew.%Cu-beschichtete Wolfram-Pulvers für thermische Spritzprozesse, sowohl LPPS, WSPS als auch HVOF-Flammspritzen. Dies gilt jedoch nur unter der Berücksichtigung eines geringen, teilweise nur bei 10% liegenden, Nutzungsgrades der Wolfram-Phase des Ausgangswerkstoffes. Zudem werden mittels WSPS und HVOF-Flammspritzen gefertigte Schichten durch einen hohen Sauerstoff-Gehalt charakterisiert.

Das Potential des Lasersinterverfahrens ist in bezug auf die Verwendung beschichteter Partikel wesentlich höher einzustufen. Hohe Dichten, homogene Schichtzusammensetzungen, 100%ige Nutzung des Gesamtmaterials und die Beibehaltung des voreingestellten Mischungsverhältnisses definieren die qualitativen Eigenschaften des Verfahrens. Unter diesen Voraussetzungen, insbesondere in bezug auf die Wirtschaftlichkeit, ist die Fertigung von Wolfram/Kupfer-Verbunden mittels beschichteter Pulver jener mittels Pulvermischungen reiner Werkstoffe vorzuziehen.

E. UNTERSUCHUNG ZUR HERSTELLUNG VON WOLFRAM- UND KUPFERWERKSTOFFEN MIT WASSERSTABILISIERTEM PLASMASPRITZEN

E.1. VARIATION DER WOLFRAM-PARTIKELGRÖßE

Drei unterschiedliche Pulvergrößen wurden anhand von Splatgeometrien (s. Tab. E.1) im Hinblick auf ihr daraus ableitbares Schmelzverhalten im Institut für Plasmaphysik in Prag untersucht [10]. Zu diesem Zweck wurden bei konstanten Parametereinstellungen (z.B. Spritzdistanz von 350 mm, Trägergas He) isolierte Splats auf Stahlsubstrat hergestellt.

- *Pulvergröße: 100 – 125 μm*

Pulver dieser Größenordnung erzeugen in erster Linie fragmentarische Splats. Als Resultat kaum geschmolzener sphärischer Partikel treten jedoch in geringem Ausmaß auch Einschlagsmarkierungen ohne abgelagertes Material auf (s. Abb. E.1).

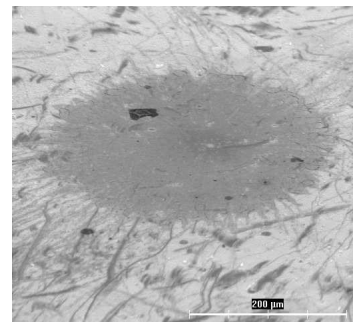
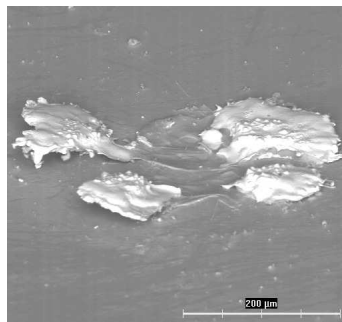


Abb. E.1: 100-125 μm - isolierte Splats; I), fragmentarischer Splat; II) Einschlagmarke eines einzelnen W-Partikels [10]

- *Pulvergröße: 80 – 100 μm*

Das Charakteristikum mittlere Partikelgrößen ist ein partielles Auftreten fragmentarischer Splats und die Rauigkeit der Oberfläche geschlossener, in ihrer Formgebung idealer Splats. Letztere korreliert mit dem ungeschmolzenen Volumenanteil des Partikels. Die sternförmige Verfärbung der Substratoberfläche stellt die infolge thermischer Belastung stattfindende kristalline Veränderung des Substratmaterials dar (s. Abb. E.2).

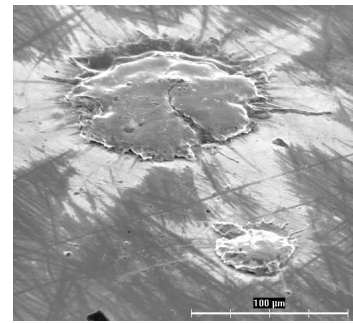
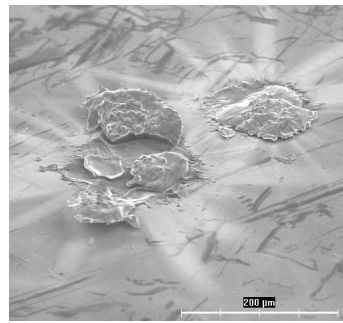


Abb. E.2: Wolfram-Splats unterschiedlicher Pulvergrößen; I) 80-100 μm , fragmentarischer Splat und Splat mit rauer Oberfläche - ungeschmolzene Anteile, II) 63-80 μm , glatte Oberfläche - vollständiges Aufschmelzen

- *Pulvergröße: 63 – 80 μm*

Bei weiterer Reduktion der Partikelgröße erfolgt ein vollständiger Übergang des Materials in die Schmelzphase (s. Abb. E.2).

Tab. E.1: Splat-Geometrien für variierende Pulvergrößen [10]

Pulvergröße [μm]	“ideale” Form	raue Oberfläche	fragmentarisch	annähernd sphärisch	Ablagerungsrate [%]	“Qualität”
63-80	Großteil	Ausnahme	Ausnahme	keine	99	gut
80-100	häufig	häufig	häufig	keine	97	mittel
100-125	einige	häufig	häufig	einige	44	schlecht

E.2. HERSTELLUNG VON WOLFRAM SCHICHTEN

Wolfram-Beschichtungen wurden auf Stahlsubstrat hergestellt und bezüglich Oxidationsverhalten, Porosität und Elastizitätsmodul untersucht. Diese zeigen optisch ermittelte Porositäten zwischen 10 und 15%, Oxideinschlüsse und eine hohe Oberflächenrauigkeit (s. Abb. E.3).

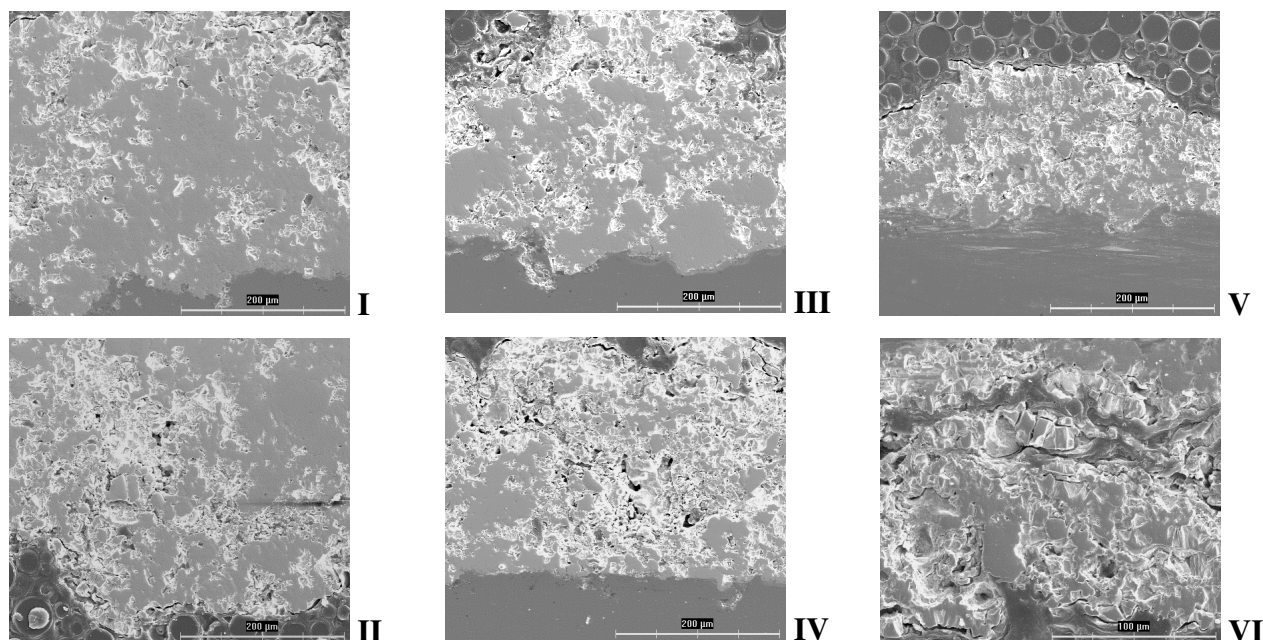


Abb. E.3: “Gute” (I, III, V) und “schlechte” (II, IV, VI) Regionen für unterschiedliche Pulvergrößen: 100-125 μm (I, II), 80-100 μm (III, IV), 63-80 μm (V, VI); verringerte Schichtdicke bei gleicher Zyklenanzahl und Vergrößerung der Porosität bei kleiner werdender Pulvergröße [10]

Die durchgeführte EDX-Analyse ausgewählter Stellen der Schicht in Abb. E.4 zeigt leichte Sauerstoff- und Kohlenstoffanteile. Die Porositätsstruktur ist in allen drei Varianten relativ stark ausgeprägt, eine Reduzierung mit steigender Partikelgröße ist aber optisch erkennbar (s. Abb. E.3). Trotz der größten Porosität machen die Mikrostrukturbilder für die kleinsten Partikel aber optisch einen kompakteren Eindruck. Dieser Eindruck wird durch die Messung der E-Moduli der Schichten bestätigt, welche mittels Indenterverfahren ermittelt wurden. Für jene mit Partikelgrößen $\geq 80 \mu\text{m}$ hergestellten Schichten wurde ein

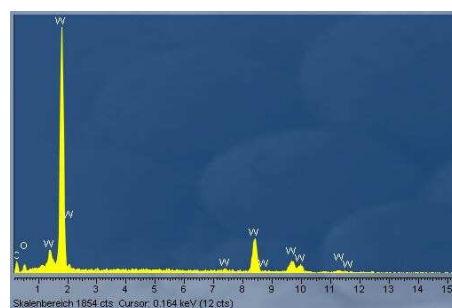


Abb. E.4: Energiespektrum, Wolfram-Schicht

Elastizitätsmodul von 79 GPa ermittelt. Jener mit Partikelgrößen im Bereich von 63-80 μm gefertigter Wolframwerkstoff erreichte hingegen 151 GPa.

Ein weiteres Kriterium ist die Aufbaurrate in Abhängigkeit der Partikelgröße. Unter Abrechnung der Oberflächenrauigkeit werden dabei Schichtdicken zwischen 160 und 320 μm und dementsprechend eine Variation der abgelagerten Masse erreicht (s. Tab. E.2).

Tab. E.2: Vergleich der Pulvergrößen – Splats und Schichtaufbau [10]

Pulvergröße [μm]	Dicke [μm]	Dichte	abgelagerte Masse [g]	Porosität	Oxidationsanteil [%]
63-80	160	gut	6,25	hoch	0,037
80-100	240	mittel	9,9	mittel	0,018
100-125	320	schlecht	11,5	niedrig	0,046

Die qualitative Berechnung des Oxidationsanteils erfolgte durch Mittelung der Intensität der drei stärksten WO_3 -Linien und durch Setzen dieses Wertes ins Verhältnis zur Intensität der stärksten W-Linie.

Neben diesen Untersuchungen wurde eine W-Schicht unter Verwendung einer Hybrid-Plasmakanone (s. Anhang B) hergestellt. Das verwendete Pulver überdeckte den Größenbereich zwischen 50 und 90 μm . Der mikrostrukturelle Aufbau dieser Schicht besteht zum Großteil aus sich überlagernden und durch Oxidschichten deutlich voneinander getrennte Splats (s. Abb. E.5). Ebenfalls sehr hoch ist die Porosität der Schicht.

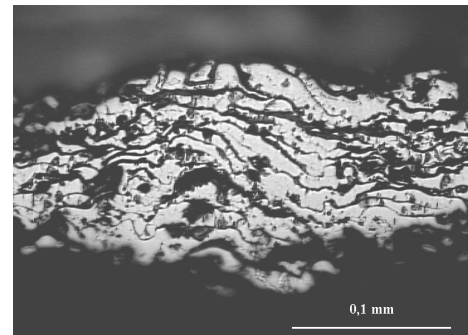


Abb. E.5: W-Schichtstruktur, hergestellt mit Hybrid-Plasmakanone; hohe Porosität und Pfannkuchenstruktur [10]

E.3. HERSTELLUNG VON KUPFER SCHICHTEN

Die Verwendung von Kupfer im Bereich von 125-160 μm bringt weist eine hohe Dichte des aufgetragenen Materials und eine gute Verbindung zum Substrat auf (s. Abb. E.6). Jene für das Plasmaspritzen typische Fladenstruktur ist deutlich zu erkennen und ebenso jene zwischen den Fladen auftretenden Oxidschichten.

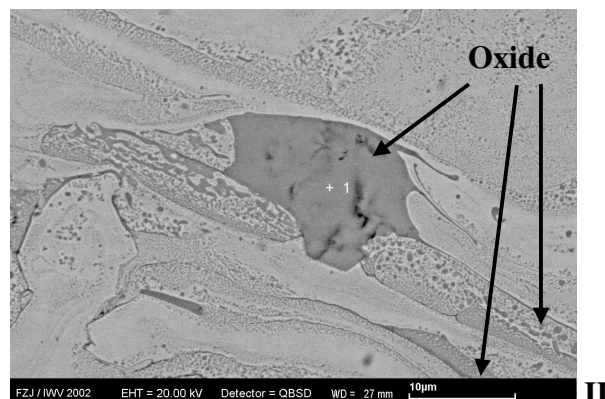
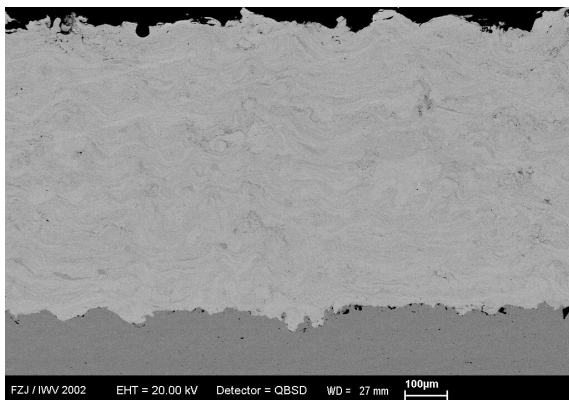


Abb. E.6: SEM-Bilder: Cu-Schicht, 125-160 μm ; I) Übersicht, II) Oxidpartikel und oxidierte Schichtlagen im Kupfer-Werkstoff; EDX-Punktspektrum (s. Abb. E.7)

Die Verwendung kleinerer Partikel im Bereich von 100-125 μm bringt keine mikrostrukturellen Veränderungen der Kupfer-Schicht mit sich. Eine Veränderung findet jedoch für die Schichthöhe statt, die sich von ca. 900 μm auf 650 μm bei gleichbleibender Anzahl aufgebrachter Lagen verringert.

Die EDX-Analyse inhomogener Anteile in der Cu-Schicht hat sowohl in der Punkt- als auch in der Flächenanalyse einen hohen Sauerstoffanteil ergeben. Weitere Elemente sind in der Struktur nicht vorhanden. (s. Abb. E.7).

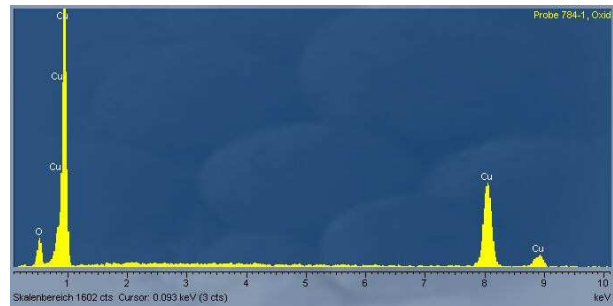


Abb. E.7: Energiespektrum, Cu-Schicht, 125-160 μm , sichtbarer Sauerstoff-Anteil

E.4. SCHLUSSFOLGERUNG

Die Herstellung von Wolfram und Kupfer-Verbunden mittels des wasserstabilisiertem Plasmaspritzen wird durch hohe Porosität und Inhomogenitäten in der Wolframstruktur und hohe Oxidation in der Kupfer-Phase gekennzeichnet.

Die thermo-physikalischen Eigenschaften werden sowohl durch die qualitätsmindernden Faktoren Porosität und Oxidation wesentlich beeinflusst. Basierend auf der Porositätsstruktur eignet sich dieses Verfahren jedoch durch gezielte Manipulation der Porosität zur Herstellung eines porösen, gradierten W-Grundgerüsts und zur nachträglichen Infiltration mit Kupfer.

F. FINITE-ELEMENT-SIMULATION ZUR WIRKUNG VON GRADIERTEN W/CU-SCHICHTWERKSTOFFEN

F.1. VARIATION DER SCHICHTGEOMETRIEN UND -ZUSAMMENSETZUNGEN

Tab. F.1: Geometrie und Zusammensetzung der gradierten Schicht unter Variation der Schichtdicke

Nr.	d _t [mm]	d _s [mm]	p _w [%]	d _w [mm]	Nr.	d _t [mm]	d _s [mm]	p _w [%]	d _w [mm]
PS-2	1	0.4	95	9	PS-3	3	1.2	95	7
		0.27	90				0.8	90	
		0.16	85				0.5	85	
		0.1	80				0.3	80	
		0.07	75				0.2	75	

Tab. F.2: Geometrie und Zusammensetzung des gradierten Überganges unter Variation der Schichtzusammensetzung und der Einzellagendicke – vollständiger Gradient

Nr.	d _t [mm]	d _s [mm]	p _w [%]	d _w [mm]	Nr.	d _t [mm]	d _s [mm]	p _w [%]	d _w [mm]
PS-4	2	0.8	90	8	PS-4a	2	0.4	90	8
		0.54	70				0.4	70	
		0.32	50				0.4	50	
		0.2	30				0.4	30	
		0.14	10				0.4	10	

Tab. F.3: Geometrie und Zusammensetzung des gradierten Überganges unter Variation der Schichtzusammensetzung und der Einzellagendicke – partieller Gradient

Nr.	d _t [mm]	d _s [mm]	p _w [%]	d _w [mm]	Nr.	d _t [mm]	d _s [mm]	p _w [%]	d _w [mm]
PS-5	2	0.8	25	8	PS-5a	2	0.14	25	8
		0.54	20				0.2	20	
		0.32	15				0.32	15	
		0.2	10				0.54	10	
		0.14	5				0.8	5	

Tab. F.4: Geometrie und Zusammensetzung des gradierten Überganges unter Variation der Einzellagendicke

Nr.	d _t [mm]	d _s [mm]	p _w [%]	d _w [mm]	Nr.	d _t [mm]	d _s [mm]	p _w [%]	d _w [mm]
PS-6	2	0.4	95	8	PS-7	2	0.14	95	8
		0.4	90				0.2	90	
		0.4	85				0.32	85	
		0.4	80				0.54	80	
		0.4	75				0.8	75	

Tab. F.5: Geometrie und Zusammensetzung der gradierten Schicht unter Variation der Dicke des OFHC-Cu

Nr.	d_t [mm]	d_s [mm]	p_w [%]	d_w [mm]	d_{OFHC} [mm]	Nr.	d_t [mm]	d_s [mm]	p_w [%]	d_w [mm]	d_{OFHC} [mm]
PS-8	4	1.6	95	8	0	PS-9	3	1.2	95	8	1
		1.08	90					0.81	90		
		0.64	85					0.48	85		
		0.4	80					0.3	80		
		0.28	75					0.21	75		

Tab. F.6: Geometrie und Zusammensetzung des gradierten Überganges unter Variation der PFM-Schichtdicke

Nr.	d_t [mm]	d_s [mm]	p_w [%]	d_w [mm]	Nr.	d_t [mm]	d_s [mm]	p_w [%]	d_w [mm]	Nr.	d_t [mm]	d_s [mm]	p_w [%]	d_w [mm]
PS-10	2	0.8	95	0	PS-11	2	0.8	95	3	PS-12	2	0.8	95	5
		0.54	90				0.54	90				0.54	90	
		0.32	85				0.32	85				0.32	85	
		0.2	80				0.2	80				0.2	80	
		0.14	75				0.14	75				0.14	75	

F.2. OPTIMIERUNG DES GRADIENTEN - SPANNUNGSDIAGRAMME

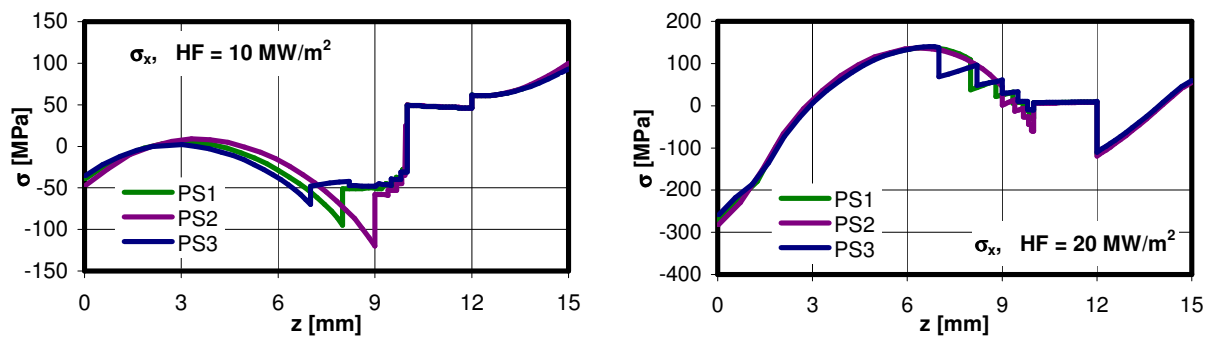


Abb. F.1: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module mit variierender FGM-Schichtdicke bei 10 und 20 MW/m²

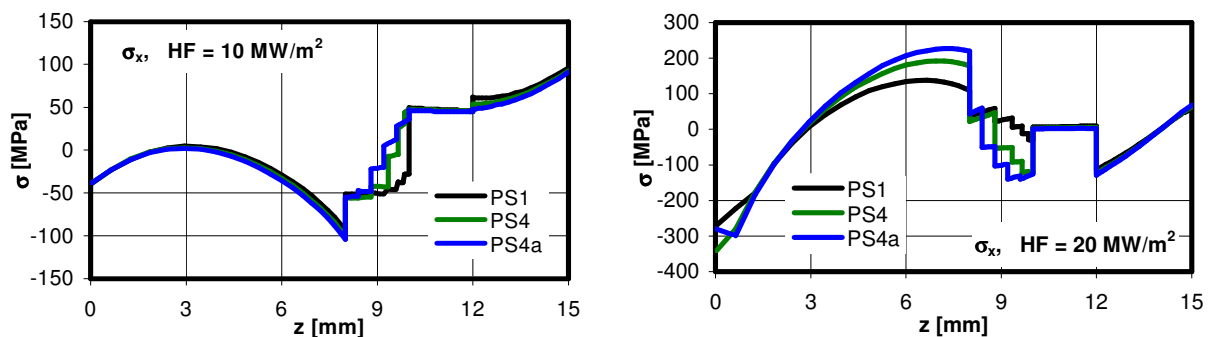


Abb. F.2: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module mit über den gesamten Mischungsbereich variierender Zusammensetzung und unterschiedlichem Schichtaufbau bei 10 und 20 MW/m²

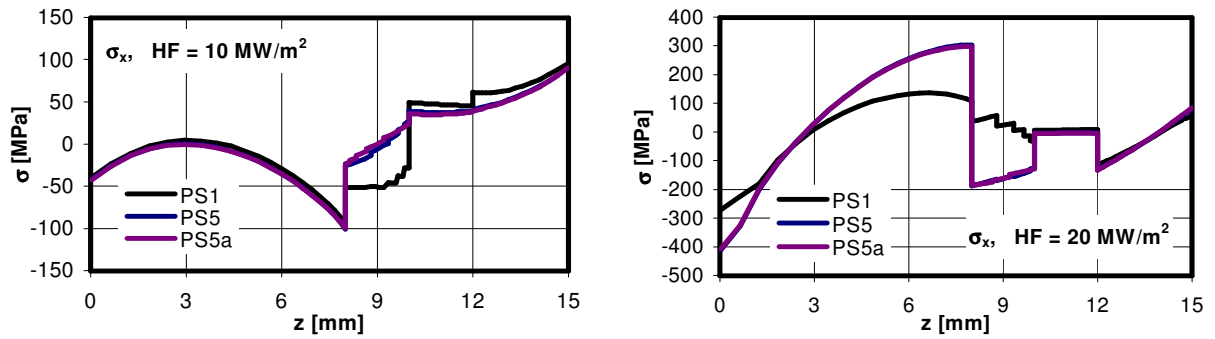


Abb. F.3: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module mit einem partiellen Gradienten im Cu-nahen Bereich und unterschiedlichem Schichtaufbau bei 10 und 20 MW/m²

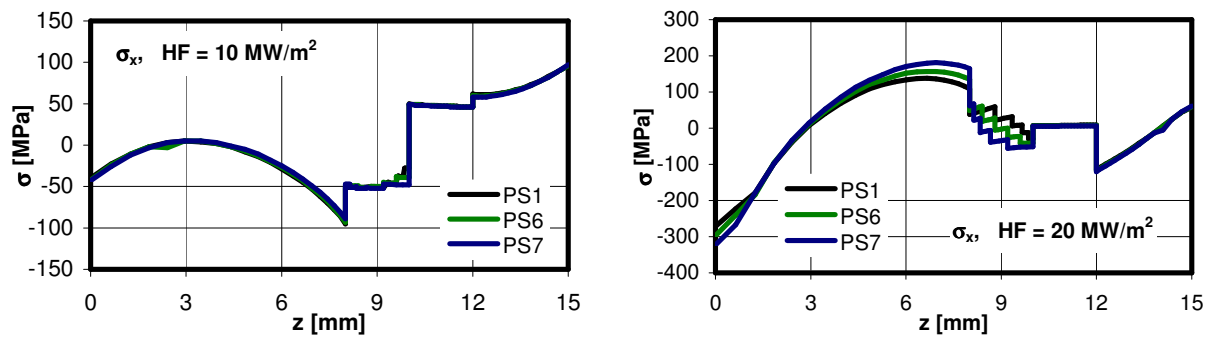


Abb. F.4: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module mit variierenden inneren geometrischen Abmessungen der einzelnen Stufen des gradierten Überganges bei 10 und 20 MW/m²

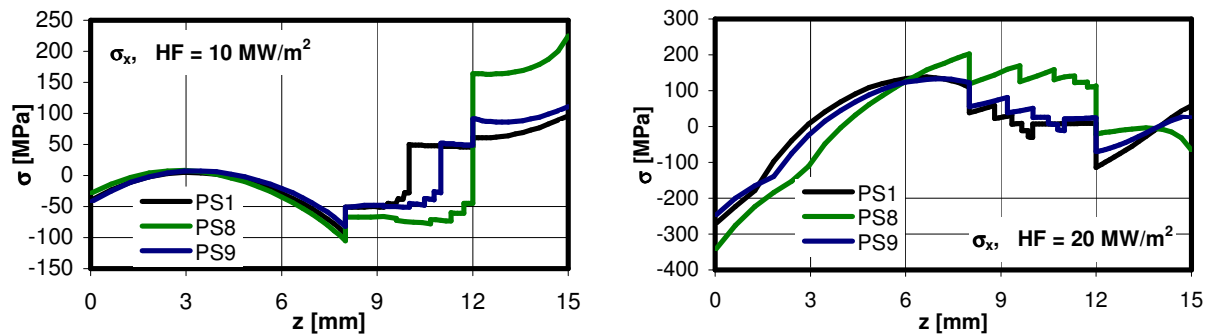


Abb. F.5: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module mit variierender OFHC-Cu-Schichtdicke bei 10 und 20 MW/m²

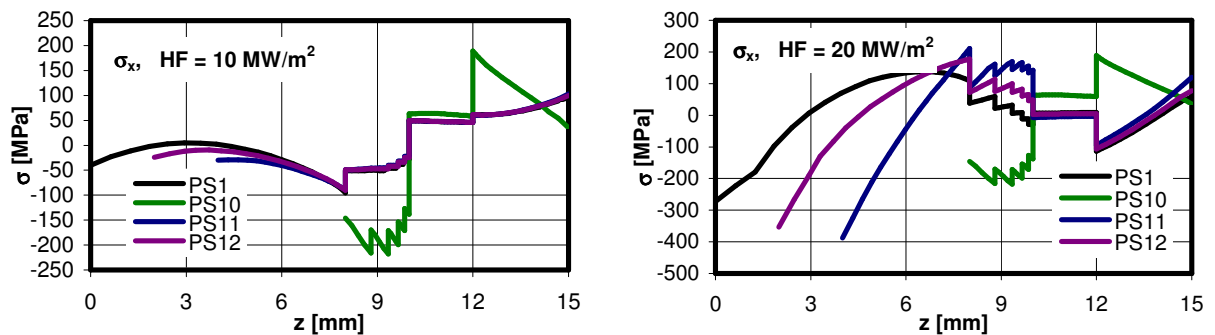


Abb. F.6: Spannungen in der Symmetrieebene in x-Richtung für Module mit variierender PFM-Schichtdicke bei 10 und 20 MW/m²

G. FERTIGUNG VON W/CU-WERKSTOFFVERBUNDEN

Zur Herstellung des Werkstoffverbundes aus Wolfram, FGM, OFHC-Cu und CuCrZr wurden folgende Geometrien verwendet:

- Wolfram + FGM: 45 x 20 x 7.5 mm³
- OFHC-Cu: 45 x 20 x 2 mm³
- CuCrZr: 45 x 20 x 5 mm³

Die Fertigung des gradierten Materials erfolgte analog zu Kap. 7 mittels Niederdruck-Plasmaspritzen auf Wolfram-Substrat. Zusätzlich wurde als Abschluss eine ~50 µm hohe, aus W-22Cu bestehende Schichtlage mittels LPPS-Verfahren aufgebracht (s. Tab. G.1, Abb. G.1). Diese stellt eine Diffusionsschicht für den HIP-Prozess dar. Der Wolfram-Gehalt im Verbundwerkstoff wurde aufgrund des für diese Zusammensetzung bestimmten Elastizitätsmoduls, welcher in etwa mit jenem für OFHC-Cu übereinstimmt, ausgewählt.

Das Wolfram Substrat mit darauf gefertigtem, plasmagespritztem Gradienten wurde zur Reduktion des Oxidgehalts an der Oberfläche in H₂-Atmosphäre bei 1050°C für 1h ausgelagert.

Nach Stapelung gemäß den Vorgaben des zu fertigenden Werkstoffverbundes erfolgte die Kapselung des Systems durch eine 1 mm Kupferummantelung. Diese wurde mittels Elektronenstrahlschweißen bei gleichzeitiger Entlüftung und Reduktion des Atmosphärendrucks auf ca. 10⁻⁴ mbar luftdicht verschlossen wurde.

Die Kapselung des Werkstoffverbundes erfolgte analog zu Kap. 7. Ebenso entsprachen die verwendeten HIP-Parameter den in Kap. 7 vorgestellten Parametern (s. Tab. G.2).

Tab. G.2: HIP-Prozessparameter zur Etablierung einer Diffusionsbindungsschicht im W/Cu-Werkstoffverbund

	t [min]	T [°C]	p [MPa]
Heizrate + Druckaufbau	pro Minute	9.9	3
Zyklus 1	240	550	195
Abkühlrate	pro Minute	4.7	
Zyklus 2	60	450	195
Abkühlrate + Druckabbau	pro Minute	7.5	4.1

Tab. G.1: Theoretische Schichtzusammensetzung der funktionell gradierten Schicht und korrelierte Parameter zu deren Herstellung

d [mm]	P _W [%]	Zyklenanzahl	D _W [%RPM]	D _{Cu} [%RPM]
1	95	170	6	0.5
0.8	90	140	5.5	0.5
0.5	85	90	5	0.5
0.3	80	50	5	1
0.2	75	35	4.5	1
0.05	20	10	1	4.5

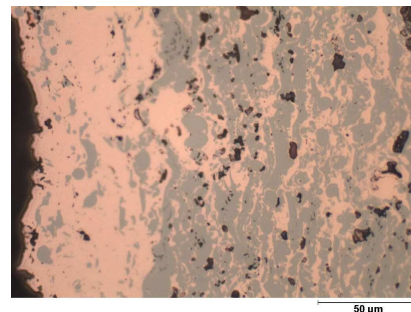


Abb. G.1: LM-Bild des Querschliffes der Gradientenschicht mit Diffusionsbindungsschicht aus W-80Cu

Nach dem HIP-Prozess wurde der hergestellte Werkstoffverbund von der Kupferummantelung getrennt und im Hinblick auf die Qualität der Diffusionsbindungen untersucht.

Die Charakterisierung mittels Ultraschall, welche mit einem 20 MHz Prüfkopf bei einer Prüfgeschwindigkeit von 10 mm/s durchgeführt wurde, zeigt an der Grenzschicht zwischen FGM und OFHC-Cu große Bereiche hoher Intensität, welche eine fehlende Bindung kennzeichnen (s. Abb. G.2). In den Randbereichen der Kontaktfläche tritt jedoch Bindung auf, die eine Separation des Werkstoffverbundes verhindert. Ebenso wird an wenigen Stellen in der Mitte der untersuchten Probe eine Verbesserung des Kontaktes und der Bindung beobachtet.

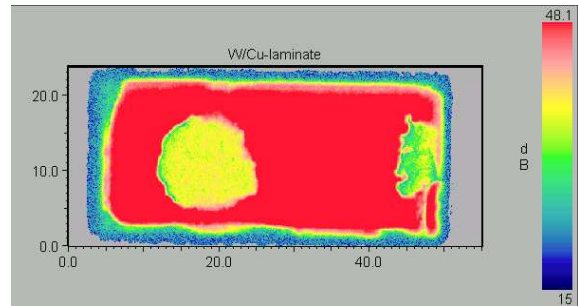


Abb. G.2: Ultraschallscanbild – Amplitude des rückgestreuten Schalls an der Grenzfläche zwischen OFHC-Cu und FGM

Die Gefügestruktur an der Grenzfläche zwischen FGM und OFHC-Cu wird durch plastische Verformungen des Kupfers und Restporositäten aufgrund der Oberflächenrauigkeit der Kontaktflächen gekennzeichnet (s. Abb. G.3). Trotz des Kontaktes der Werkstoffe wird die Grenzfläche durch einen annähernd konstanten Abstand gekennzeichnet.

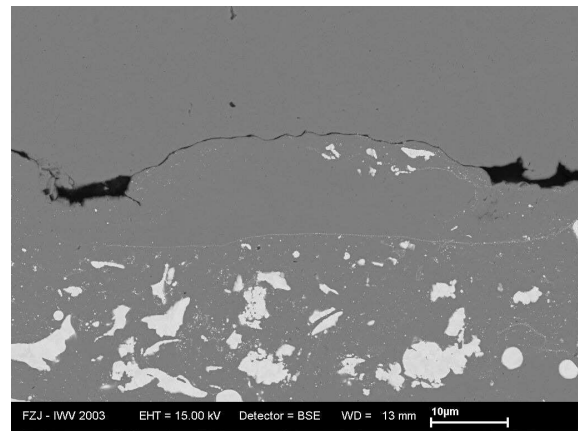


Abb. G.3: SEM-Bild der Übergangszone von FGM zu OFHC-Cu des gehipten W/Cu-Laminates; Porositäten durch die Rauigkeit der Oberfläche der plasmagespritzten Schicht und Fehlen von Diffusionsbindungen – äquidistanter Abstand zwischen beiden Werkstoffen

In einer punktuellen EDX-Analyse des Spaltes (s. Abb. G.4) wurden zusätzlich zum Cu-Anteil, geringe Mengen an Sauerstoff und Silizium gemessen. Das ebenfalls detektierte Vorkommen von Platin resultiert aus der Probenpräparation. Der Sauerstoffanteil erklärt sich aus der natürlichen Oxidation an Luft. Silizium stellt einen Rückstand aus dem Schleifprozess dar.

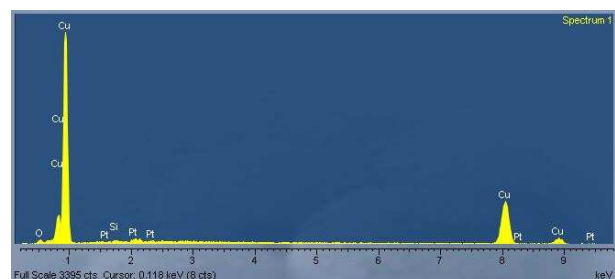
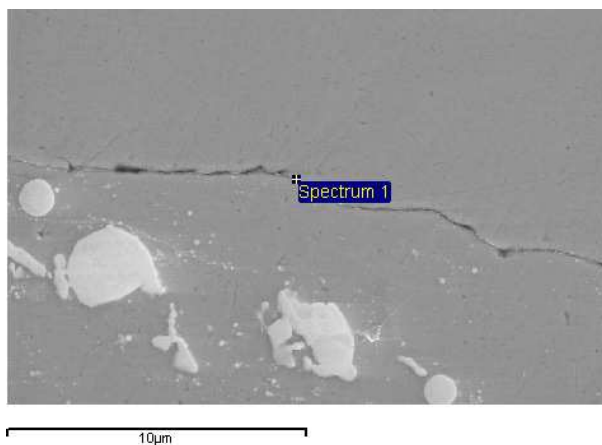


Abb. G.4: EDX-Analyse des Spaltes zwischen plasmagespritztem Cu und OFHC-Cu – Punktanalyse; geringer Sauerstoffgehalt und Platin durch Probenbeschichtung

Die Betrachtung der Oberfläche des plasmagespritzten Materials offenbart einen überproportional hohen Anteil an Wolfram-Partikeln. Diese sind plan geschliffen, wohingegen die umgebende Kupfer-Phase aufgrund ihrer Struktur durch den Schleifprozess nicht beeinflusst wurde (s. Abb. G.5).

Als Folge dieser Beobachtungen werden in Zukunft Diffusionsschichten aus 100%Cu verwendet, um einen eventuellen negativen Einfluss des Wolfram-Anteils zu vermeiden. Die Oberflächenrauigkeiten werden vollständig entfernt und eine exakt plane Oberfläche erzeugt. Nickel-Zwischenschichten werden eingefügt, um den Einfluss einer diffusionshemmenden Oxidschicht an der Werkstoffoberfläche zu minimieren.

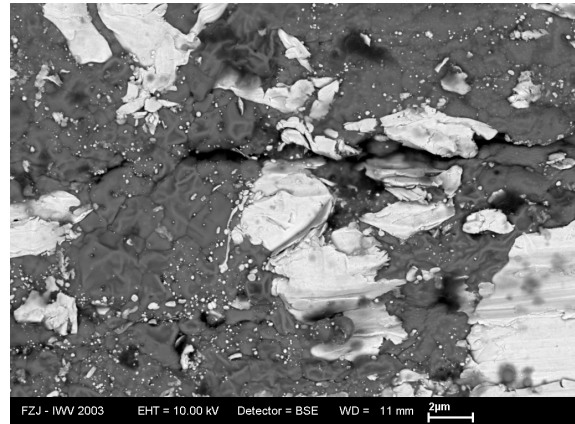


Abb. G.5: Oberfläche des plasmagespritzten Verbundwerkstoffes nach dem HIP-Prozess – Kontaktfläche zu OFHC-Cu, an der keine Bindung erfolgte

H. HIGH HEAT FLUX TESTS AN DER ELEKTRONENSTRAHLANLAGE JUDITH

H.1. AUFBRINGUNG STATIONÄRER LEISTUNGSDICHTEN: SCREENING

Tab. H.1: Screening-Parameter für den Modul FT126/1

V [keV]	I [mA]	A [mm ²]	P _{inc} [MW/m ²]	P _{abs} [MW/m ²]	ΔT [°C]	f _x [kHz]	f _y [kHz]	Pyrometer [T]	Pyrometer [°C-°C]
120	15	1776	1	0.55	0.2	40	31		200-1100
120	30	1776	2	1.1	0.5	40	31		200-1100
120	45	1776	3	1.7	0.7	40	31	205	200-1100
120	60	1776	4.1	2.2	1	40	31	266	200-1100
120	90	1776	6.1	3.3	1.5	40	31	411	200-1100
120	120	1776	8.1	4.5	2.2	40	31	558	200-1100
120	150	1776	10.1	5.6	2.75	40	31	733	200-1100
120	180	1776	12.2	6.7	3.25	40	31	886	200-1100
120	210	1776	14.2	7.8	3.8	40	31	1018	200-1100
120	180	1526	14.1	7.8	3.2	40	31	784	700-1600
120	180	1526	14.1	7.8	3.2	20	90	736	700-1600
120	205	1526	16.1	8.9	3.6	20	90	863	700-1600
120	230	1526	18.1	10	4	20	90	968	700-1600
120	255	1526	20	11	4.5	20	90	1060	700-1600
120	279	1526	22	12.1	5	20	90	1133	700-1600
120	305	1526	24	13.2	5.3	20	90	1208	700-1600
120	330	1526	25.9	14.2	5.8	20	90	1277	700-1600
120	355	1526	27.9	15.3	6.15	20	90	1352	700-1600
120	161	694	27.8	15.3	2.8	20.1	90	1453	700-1600
120	170	694	29.4	16.2	2.95	20.1	90	1497	700-1600
120	180	694	31.1	17.1	3.07	20.1	90	1549	700-1600
120	190	694	32.9	18.1	3.25	20.1	90	1605	700-1600
120	190	694	32.9	18.1	3.25	20.1	90	1937	1000-3500
120	200	694	34.6	19.3	3.4	20.1	90	1991	1000-3500
120	210	694	36.3	20	3.5	20.1	90	2064	1000-3500
120	220	694	38.1	21	3.6	20.1	90	2121	1000-3500
120	230	694	39.8	21.9	3.75	20.1	90	2176	1000-3500
120	240	694	41.5	22.8	3.85	20.1	90	2200	1000-3500
120	250	694	43.2	23.8	4	20.1	90	2230	1000-3500

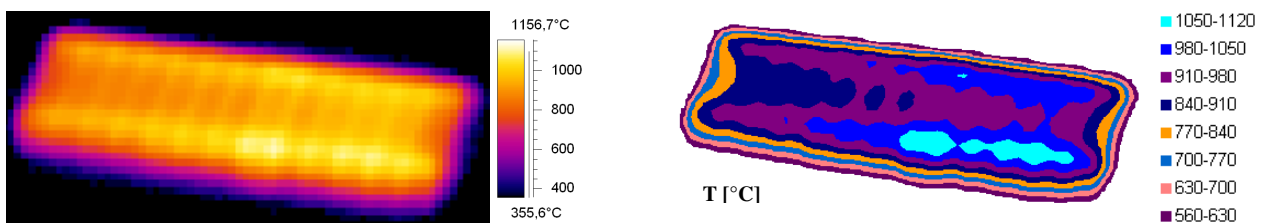


Abb. H.1: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 8.9 MW/m²

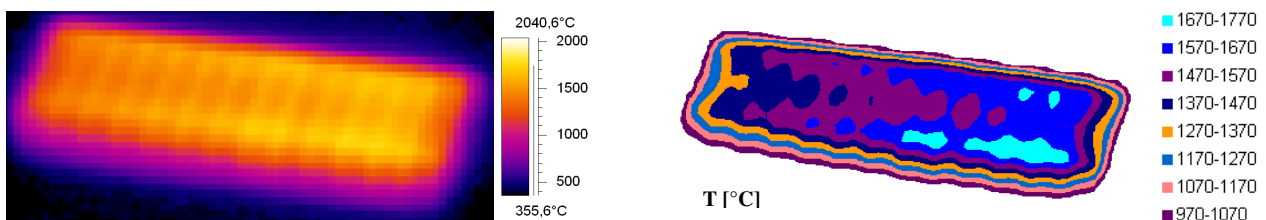


Abb. H.2: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 15.3 MW/m²

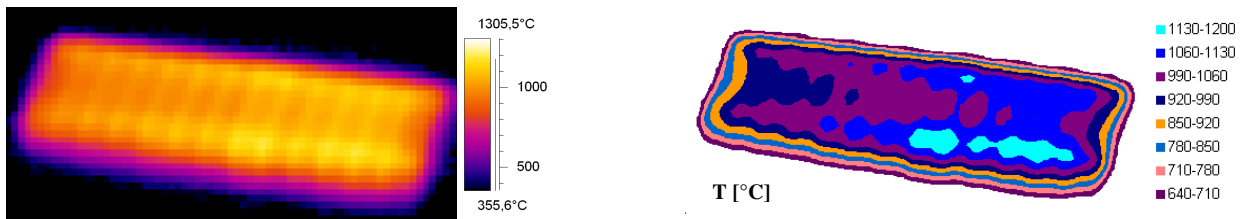
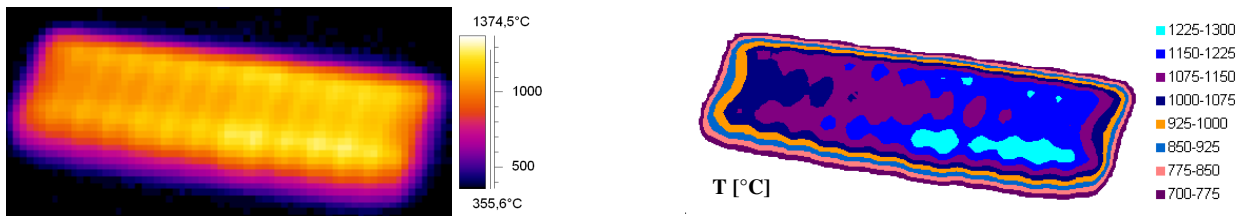
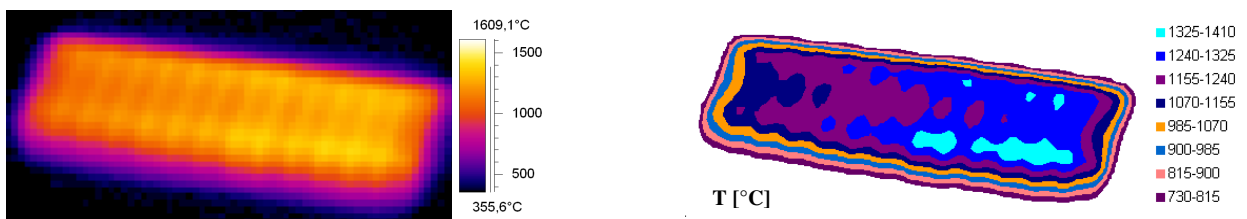
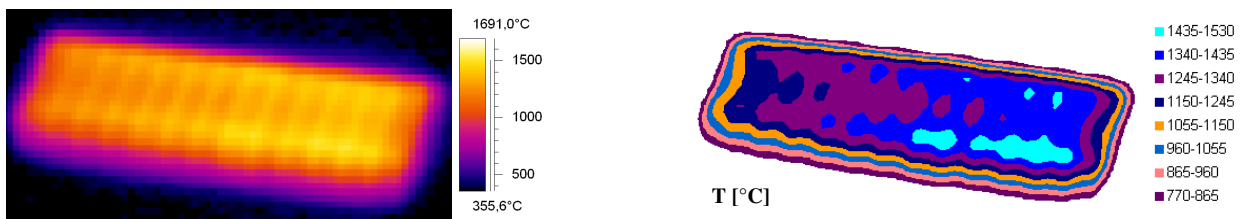
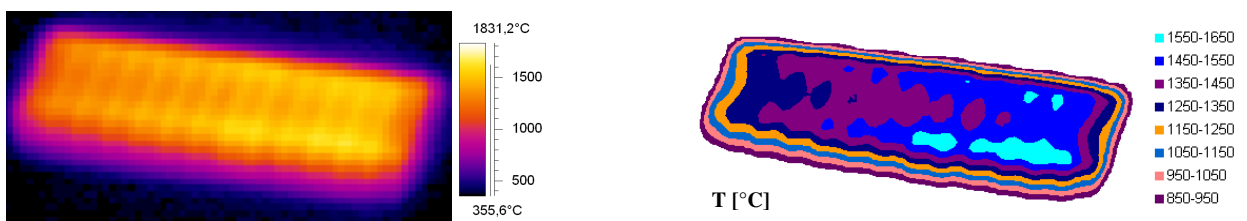
Abb. H.3: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 10 MW/m^2 Abb. H.4: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 11 MW/m^2 Abb. H.5: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von $12,1 \text{ MW/m}^2$ Abb. H.6: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von $13,2 \text{ MW/m}^2$ Abb. H.7: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von $14,2 \text{ MW/m}^2$ Abb. H.8: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von $16,2 \text{ MW/m}^2$



Abb. H.9: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 17.1 MW/m^2



Abb. H.10: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 18.1 MW/m^2



Abb. H.11: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 18.1 MW/m^2



Abb. H.12: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 19.3 MW/m^2



Abb. H.13: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2



Abb. H.14: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 21 MW/m^2



Abb. H.15: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 21.9 MW/m^2



Abb. H.16: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 22.8 MW/m^2

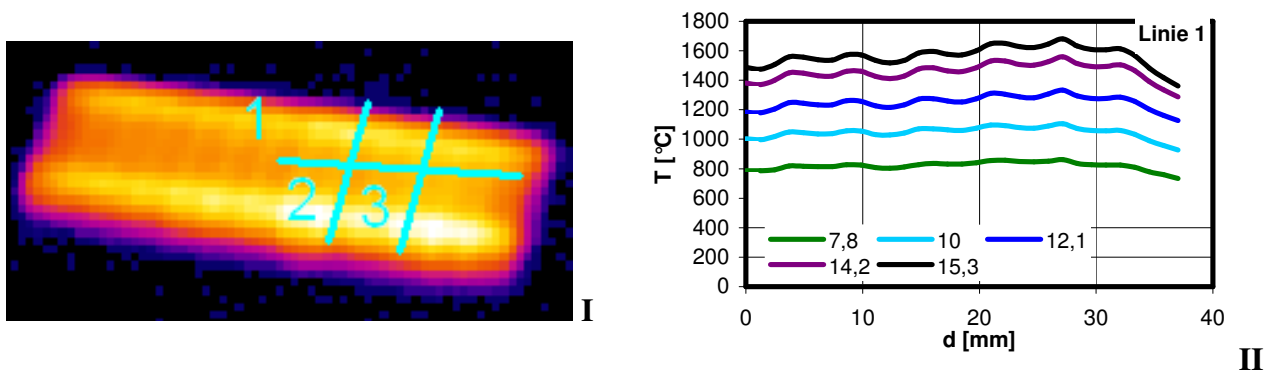


Abb. H.17: I) IR-Bild mit Auswertungslinien, an welchen das Temperaturprofil auf der Oberfläche der Komponente ermittelt wird; II) Temperaturprofil entlang der Linie 1 bei Belastungen von 7.8 MW/m^2 bis 15.3 MW/m^2

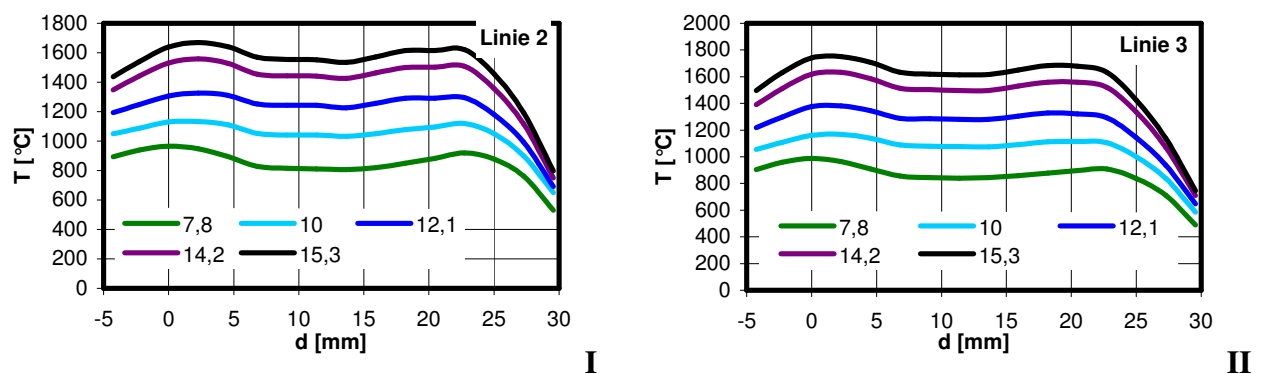
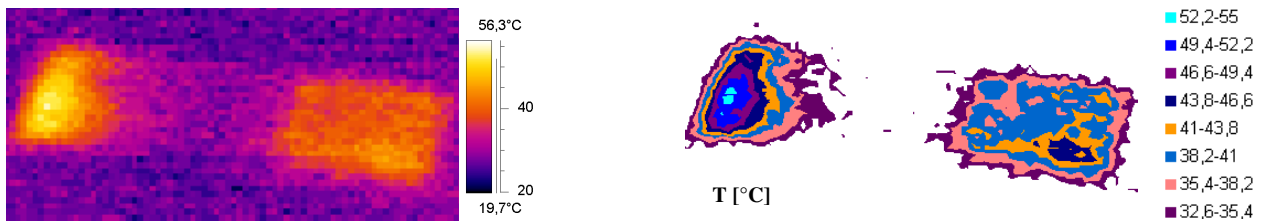
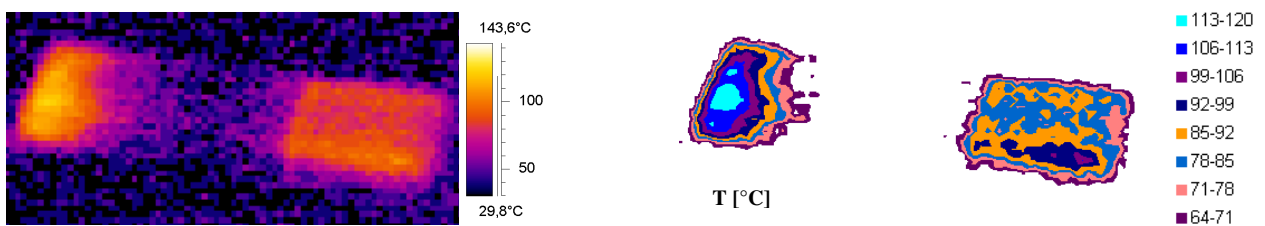
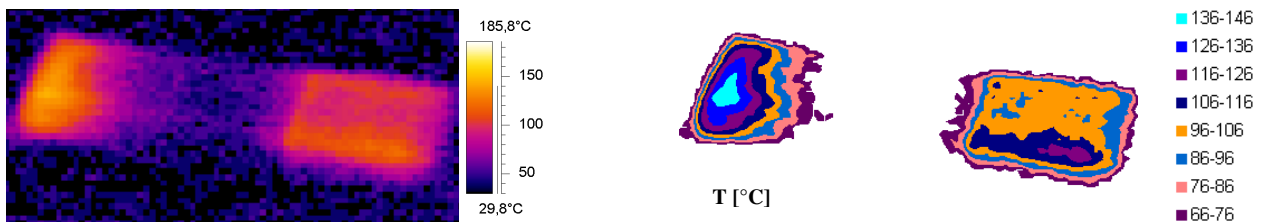


Abb. H.18: Temperaturprofile entlang I) der Linie 2 und II) der Linie 3 bei unterschiedlichen Belastungen von 7.8 MW/m^2 bis 15.3 MW/m^2

Tab. H.2: Screening-Parameter für den Modul FT126/2

V [keV]	I [mA]	A [mm ²]	P _{inc} [MW/m ²]	P _{abs} [MW/m ²]	ΔT [°C]	f _x [kHz]	f _y [kHz]	Pyrometer [T]	Pyrometer [°C-°C]
120	15	1776	1	0.55	0.25	20.1	90		200-1100
120	30	1776	2	1.1	0.5	20.1	90		200-1100
120	60	1776	4.1	2.2	1	20.1	90	212	200-1100
120	90	1776	6.1	3.3	1.5	20.1	90	318	200-1100
120	120	1776	8.1	4.5	2	20.1	90	438	200-1100
120	150	1776	10.1	5.6	2.5	20.1	90	563	200-1100
120	180	1776	12.2	6.7	3.2	20.1	90	706	200-1100
120	210	1776	14.2	7.8	3.55	20.1	90	829	200-1100
120	240	1776	16.2	8.9	-	20.1	90	890	200-1100
120	70	583	14.4	7.9	1.15	20.1	90	637	200-1100
120	80	583	16.5	9.1	1.35	20.1	90	727	200-1100
120	90	583	18.5	10.2	1.5	20.1	90	812	200-1100
120	100	583	20.6	11.3	1.65	20.1	90	870	200-1100
120	110	583	22.7	12.5	1.85	20.1	90	954	200-1100
120	120	583	24.7	13.6	2.15	20.1	90	1006	200-1100
120	130	583	26.8	14.7	2.25	20.1	90	1096	200-1100
120	130	583	26.8	14.7	2.25	20.1	90	1400	1000-3500
120	140	583	28.8	15.8	2.35	20.1	90	1497	1000-3500
120	150	583	30.9	17	2.5	20.1	90	1587	1000-3500
120	160	583	32.9	18.1	2.6	20.1	90	1668	1000-3500
120	170	583	35	19.3	-	20.1	90	-	1000-3500

Abb. H.19: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 1.1 MW/m²Abb. H.20: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 2.2 MW/m²Abb. H.21: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 3.3 MW/m²

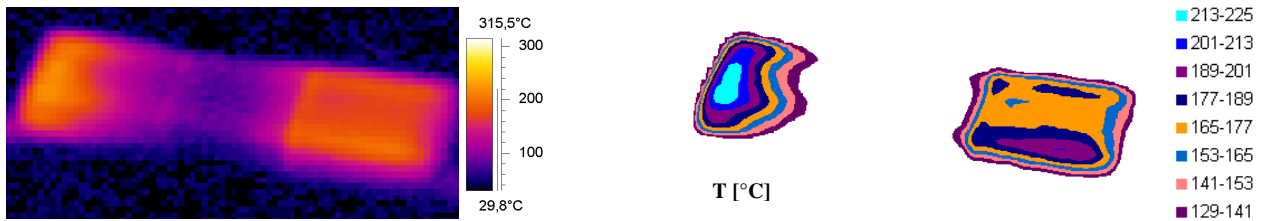
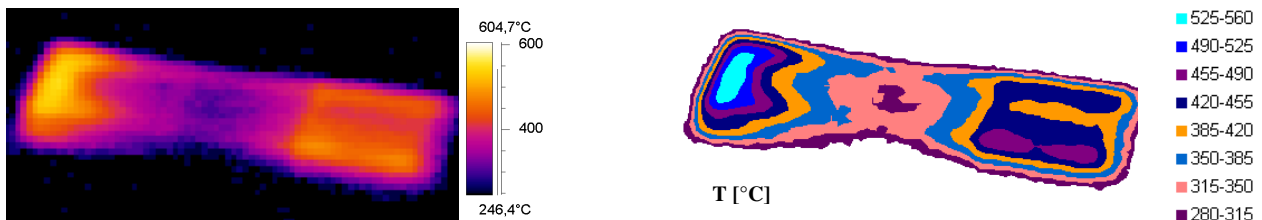
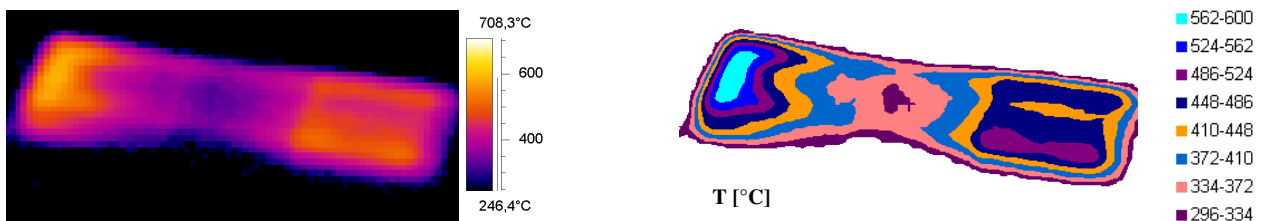

Abb. H.22: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 4.5 MW/m^2

Abb. H.23: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 5.6 MW/m^2

Abb. H.24: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 6.7 MW/m^2

Abb. H.25: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 7.9 MW/m^2

Abb. H.26: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 9.1 MW/m^2

Abb. H.27: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 10.2 MW/m^2



Abb. H.28: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 11.3 MW/m^2



Abb. H.29: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 12.5 MW/m^2



Abb. H.30: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 13.6 MW/m^2



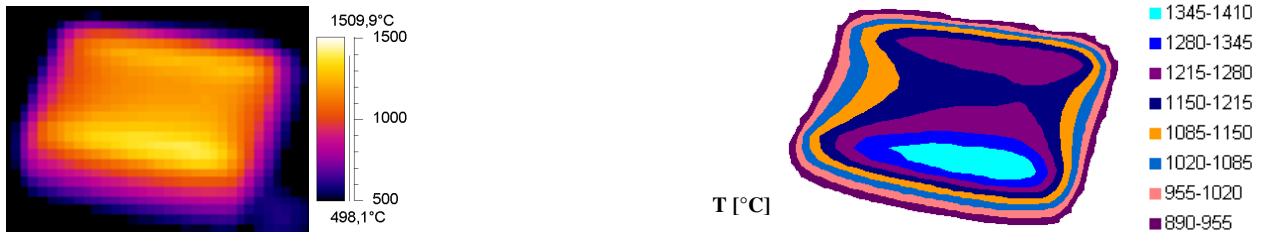
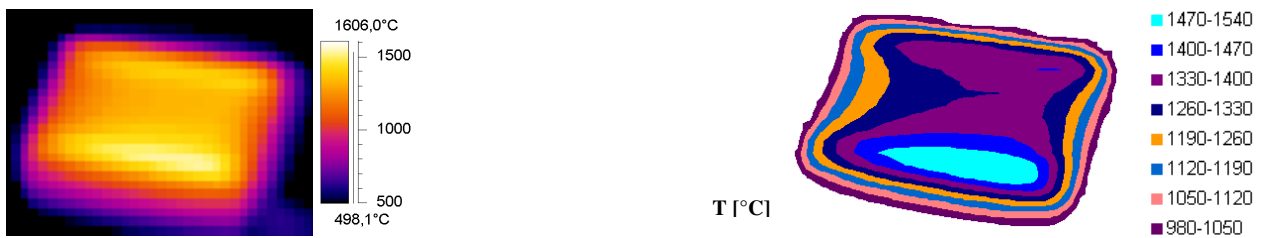
Abb. H.31: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 14.7 MW/m^2



Abb. H.32: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 14.7 MW/m^2



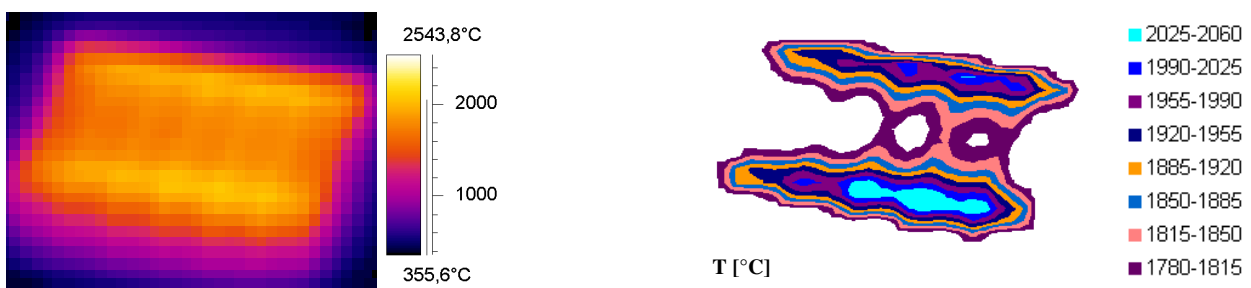
Abb. H.33: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 15.9 MW/m^2

Abb. H.34: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 17 MW/m^2 Abb. H.35: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 18.1 MW/m^2

H.2. AUFBRINGUNG ZYKLISCHER BELASTUNGEN: THERMOERMÜDUNG

Tab. H.3: Zyklrierparameter für den Modul FT126/1

Zyklus	V [keV]	I [mA]	P_{inc} [MW/m ²]	P_{abs} [MW/m ²]	f_x [kHz]	f_y [kHz]	ΔT [°C]	Pyrometer [°C]
1	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1888
10	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1860
20	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1836
30	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1819
40	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1811
50	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1806
60	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1806
70	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1804
80	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1814
90	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1834
100	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1850
101	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1910
110	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1903
120	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1914
130	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1935
140	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1955
150	120	210	36.3	20	20.1	90	3.5	1979

Abb. H.36: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 10

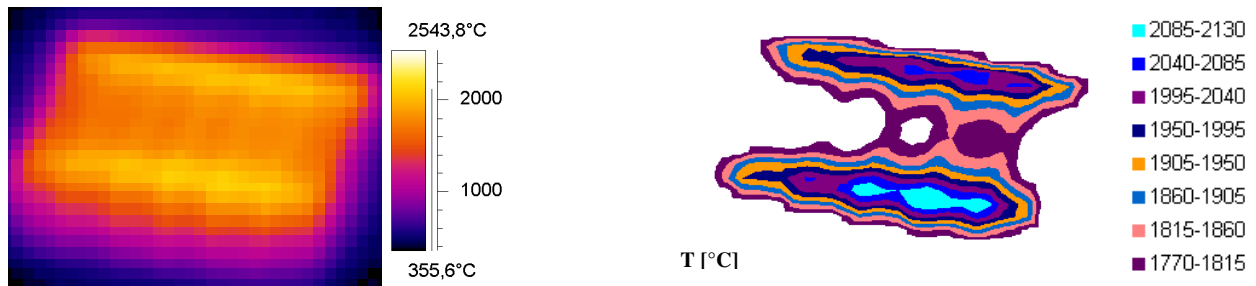


Abb. H.37: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 20

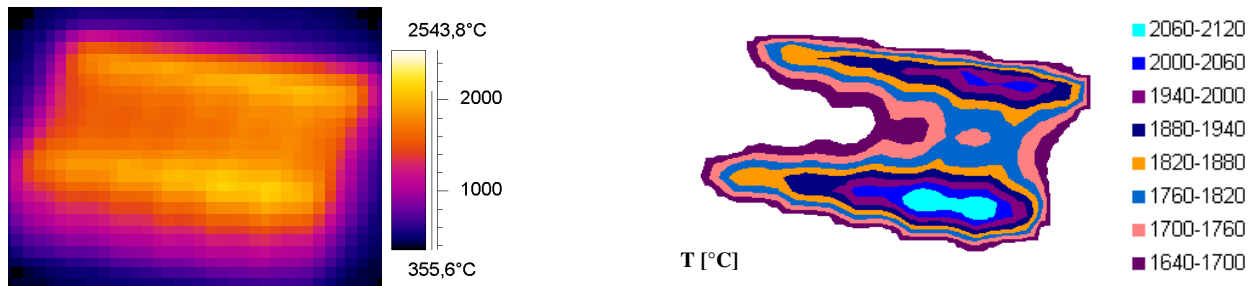


Abb. H.38: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 30

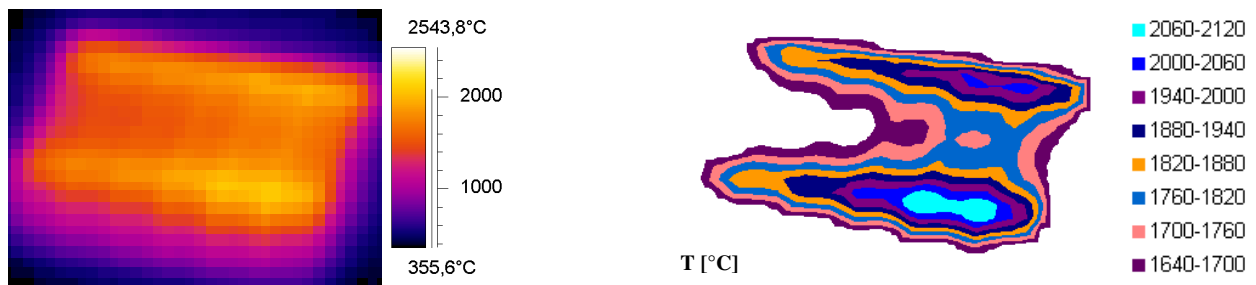


Abb. H.39: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 40

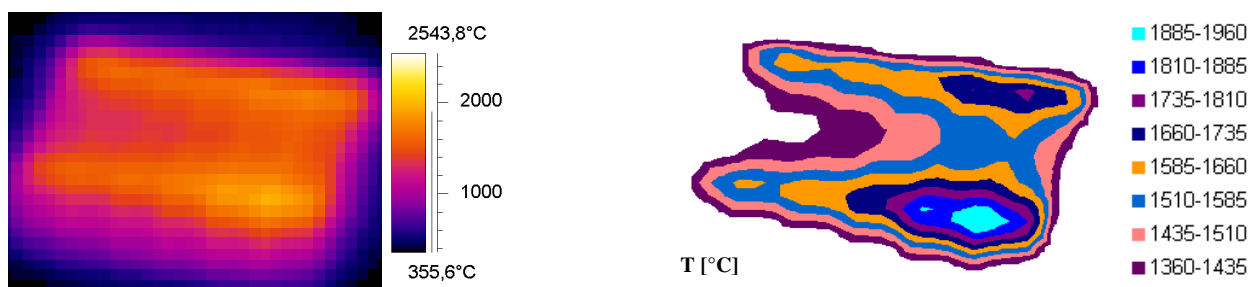


Abb. H.40: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 60

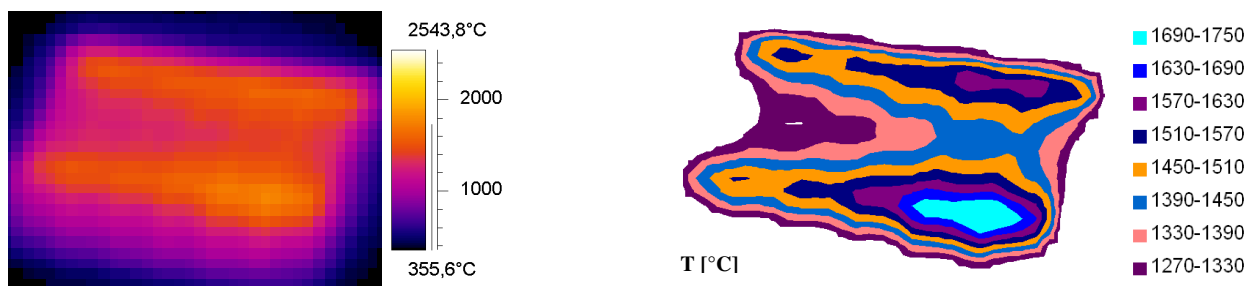


Abb. H.41: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 70

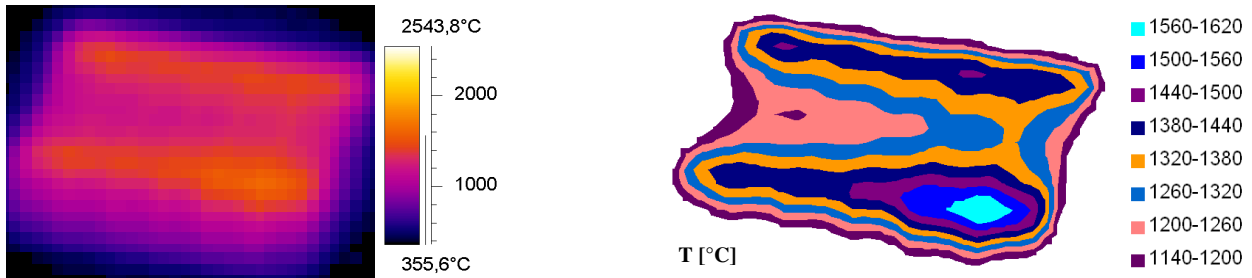


Abb. H.42: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 80

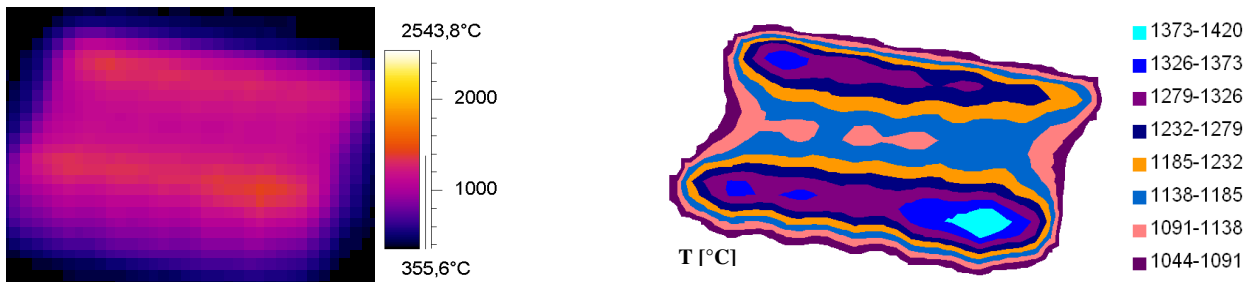


Abb. H.43: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 90

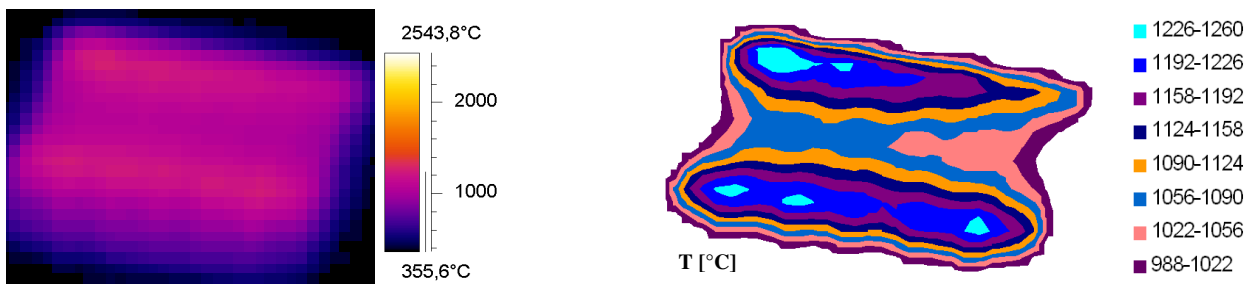


Abb. H.44: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 101

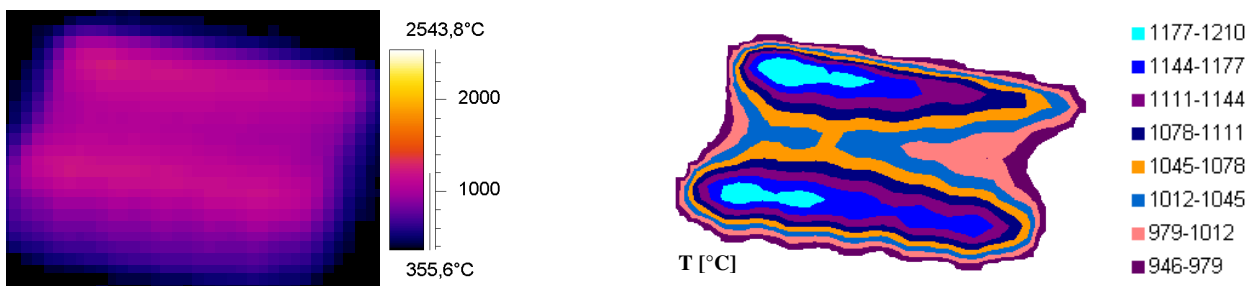


Abb. H.45: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 110

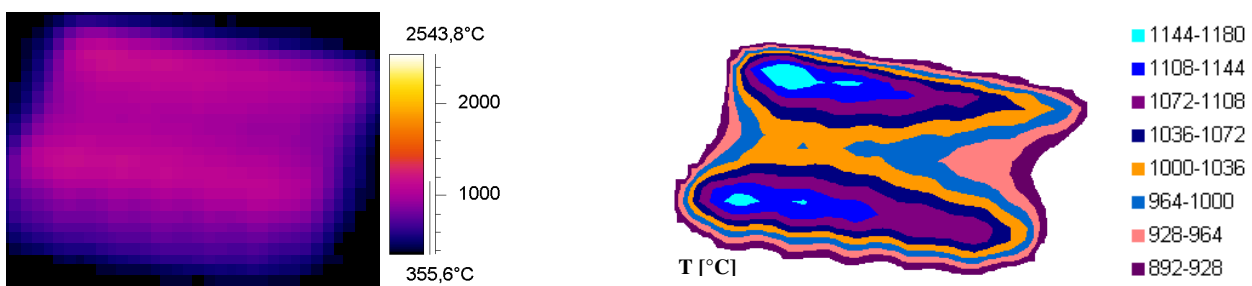


Abb. H.46: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 120

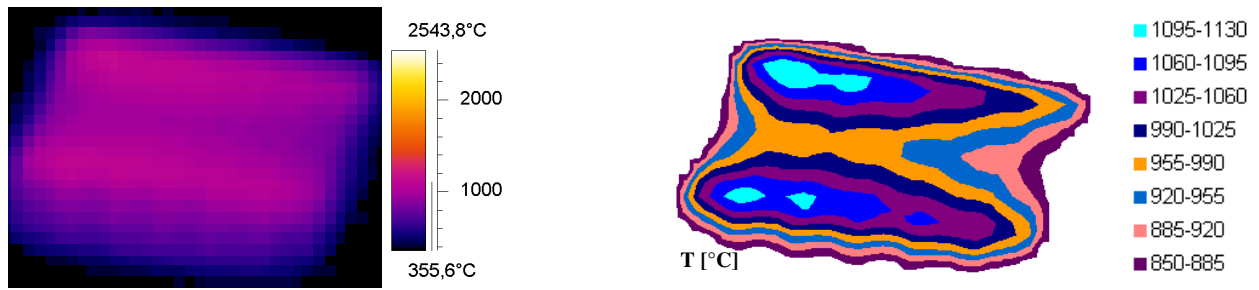


Abb. H.47: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 130

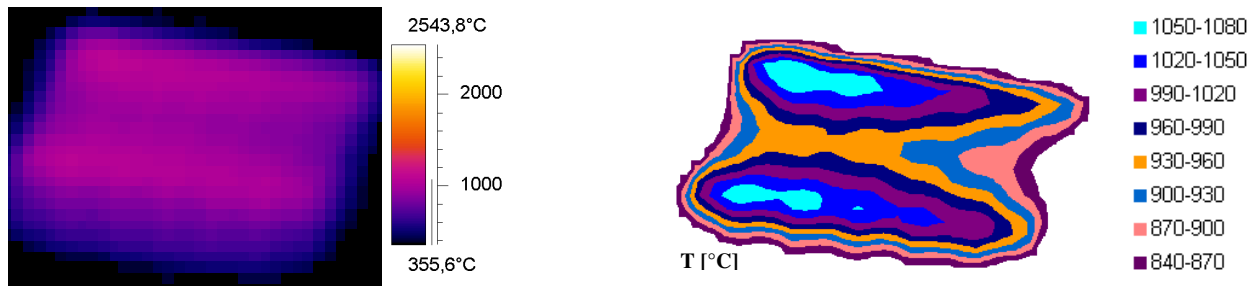


Abb. H.48: IR-Bild und Oberflächentemperaturprofil bei einer Elektronenstrahlbelastung von 20 MW/m^2 , Zyklus 140

I. LITERATUR

- [1] Jenista; Water-vortex-stabilized electric arc: III. Radial energy transport, determination of water vapour-boundary and arc performance, J. Phys. D: Appl. Phys. 36, pp. 2995-3006 (2003)
- [2] P. Chraska, M. Hrabovsky; An Overview of Water Stabilized Plasma Guns and Their Applications, Proc. Int. Therm. Spray Conf. & Exp., Orlando, Florida, USA, pp. 81-85 (1992)
- [3] M. Hrabovsky; Generation of thermal plasmas in Liquid an hybrid DC arc torches, Pure & Appl. Chemistry 74, Nr. 3, pp. 429-433 (2002)
- [4] M. Hrabovsky, V. Kopecky, T. Kavka, A. Chumak, V. Sember; Properties of New Plasma Spraying Torch with Hybrid Gas/Liquid Arc Stabilization, 48. Int. Wiss. Koll., Tech. Univ. Ilmenau (2003)
- [5] L. Pawlowski; "The science and engineering of thermal spray coatings", Chichester: Wiley, 1995
- [6] Dorfman et al.; US Patent 5,468,457, Nov. 1995
- [7] Dorfman et al.; US Patent 5,470,549, Nov. 1995
- [8] Dorfman et al.; US Patent 5,956,560, Sept. 1999
- [9] Dorfman et al.; US Patent 6,103,392, Aug. 2000
- [10] Kommunikation mit Jiri Matejicek, IPP Prag

Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde im Rahmen eines Forschungsauftrages der Friedrich Schiedel-Stiftung für Energietechnik, Österreich, am Institut für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik (IWV-2) im Forschungszentrum Jülich durchgeführt.

Herrn Univ.-Prof. Dr.-Ing. L. Singheiser gilt mein Dank für die Möglichkeit, diese Arbeit an seinem Institut durchführen zu können.

Herrn Prof. Dr. rer. nat. F. Schubert sei herzlich für seine großzügige und wertvolle Unterstützung bei der Erstellung meiner Doktorarbeit gedankt.

Dankbar bin ich Herrn Dr. J. Linke und Herr Dr. I. Smid für ihre wissenschaftliche Betreuung während der Arbeit und die anregenden Diskussionen, die immer neue Wege aufgezeigt haben.

Herrn Dr. J.-E. Döring und Herrn Dr. R. Vaßen gilt mein aufrichtiger Dank für ihre wertvolle und uneingeschränkte Unterstützung bei der Herstellung plasmagespritzter Schichten und der Komponentenfertigung mittels HIP im IWV-1 des Forschungszentrums Jülich.

Hiermit sei ebenso Herrn Dr. W. Hohenauer für seine aufopfernde Unterstützung bei den thermophysikalischen Messungen sowie allen weiteren Mitarbeiterinnen der ARC Seibersdorf Research GmbH gedankt.

Für die Einladung und die Möglichkeit zur Durchführung wertvoller Arbeiten im Bereich des direkten Lasersinterns gilt mein Dank den Mitarbeitern des „Institute for Integrated Manufacturing Technologies“ des National Research Council Canada.

Ebenso bedanken will ich mich bei H. J. Matejcek vom IPP-Prag für seine Arbeiten und Messungen im Bereich des Wasserstabilisierten Plasmaspritzens.

Zu guter letzt gilt mein Dank allen Mitarbeitern des Instituts für Werkstoffe und Verfahren der Energietechnik, des Zentralinstituts für Technologie und der Heißen Zellen des Forschungszentrums Jülich, die durch ihre permanente Bereitschaft zur Zusammenarbeit diesen Forschungsauftrag in maßgeblicher Weise unterstützten. Im Besonderen hervorzuheben sind hier Frau G. Gutzeit für ihre Hilfe in der Bildanalyse, Herrn G. Böling für seine Unterstützung bei der Fertigung jedweder Proben und Komponenten, die Herrn Dr. M. Rödig, W. Kühnlein und H. Münstermann für die wissenschaftliche Betreuung und Durchführung der Elektronenstrahlexperimente, die Herrn D. Pitzer und F. Tietz für die Durchführung thermophysikalischer Messungen und Herr P. Joecken, der Garant für ein datenverlustfreies Arbeiten.

Forschungszentrum Jülich
in der Helmholtz-Gemeinschaft



Jül-4148
Oktober 2004
ISSN 0944-2952