



**FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING
AND INFORMATION SCIENCE**



**INFORMATION TECHNOLOGY AND
ELECTRICAL ENGINEERING -
DEVICES AND SYSTEMS,
MATERIALS AND TECHNOLOGIES
FOR THE FUTURE**

Startseite / Index:

<http://www.db-thueringen.de/servlets/DocumentServlet?id=12391>

Impressum

Herausgeber: Der Rektor der Technischen Universität Ilmenau
Univ.-Prof. Dr. rer. nat. habil. Peter Scharff

Redaktion: Referat Marketing und Studentische
Angelegenheiten
Andrea Schneider

Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik
Susanne Jakob
Dipl.-Ing. Helge Drumm

Redaktionsschluss: 07. Juli 2006

Technische Realisierung (CD-Rom-Ausgabe):
Institut für Medientechnik an der TU Ilmenau
Dipl.-Ing. Christian Weigel
Dipl.-Ing. Marco Albrecht
Dipl.-Ing. Helge Drumm

Technische Realisierung (Online-Ausgabe):
Universitätsbibliothek Ilmenau
[ilmedia](#)
Postfach 10 05 65
98684 Ilmenau

Verlag:  Verlag ISLE, Betriebsstätte des ISLE e.V.
Werner-von-Siemens-Str. 16
98693 Ilmenau

© Technische Universität Ilmenau (Thür.) 2006

Diese Publikationen und alle in ihr enthaltenen Beiträge und Abbildungen sind urheberrechtlich geschützt. Mit Ausnahme der gesetzlich zugelassenen Fälle ist eine Verwertung ohne Einwilligung der Redaktion strafbar.

ISBN (Druckausgabe): 3-938843-15-2
ISBN (CD-Rom-Ausgabe): 3-938843-16-0

Startseite / Index:
<http://www.db-thueringen.de/servlets/DocumentServlet?id=12391>

S. Selve, A. Knote, Th. Kups, H.G. Krüger, L. Spieß und H. Kern

Festkörperphysikalische Analyse an nanoskaligen funktionellen Keramik-Verbund-Schichten

Solid state physical analysis of nanoscale functional ceramic composite layers

Abstract

Es besteht großer Bedarf an beschichteten metallischen Bauteilen für den Verschleiß- und Korrosionsschutz im Hochtemperaturbereich. Von diesen Schichten wird erwartet, dass sie außer einer hohen Verschleiß- und Korrosionsbeständigkeit auch eine gute Haftung am metallischen Bauteil, ausgezeichnete Temperaturwechselbeständigkeit und eine hohe Schadenstoleranz bei mechanischer Beanspruchung aufweisen. Durch Nutzung elektrophoretischer und galvanotechnischer Verfahren wurden Kompositsschichten hergestellt, die die Eigenschaften von Metall (Ni) und Keramik (ZrO_2) in vorteilhafter Weise verbinden [1]. Niedrige Sintertemperaturen, im Bereich von 950 - 1250 °C, begünstigen dabei die Verringerung der thermischen Belastung des Substrats. Die für die Haftfestigkeit der Kompositsschicht maßgebliche Grenzflächengestaltung wird durch umfassende ortsaufgelöste Analytik (REM / TEM / XRD / EDX / EELS) aufgeklärt. Als Ausgangsmaterialien dienen ein hochlegierter Chromstahl X6Cr17, sowie kommerziell erhältliches Pulver aus yttriumstabilisiertem ZrO_2 (TOSOH TZ8Y). Als Nickelquelle wurde ein Nickelsulfamat-Elektrolyt verwendet.

There is a large desire of coated metallic units for wear- and corrosion protection in high temperature range. From these layers will be expected, besides a high stability of wear and corrosion also a good bond strength on the metallic unit, excellent temperature stability and a high damage tolerance at mechanical demand. By using the techniques of electrophoresis and galvanism, there were developed composite layers which combined the properties of metal (Ni) and ceramic (ZrO_2) in a favourable manner [1]. Low sinter temperatures, between 950 - 1250 °C, prefer decreasing the thermal load of the substrates. The boundary interface organization, considerably for the bond strength of the composite layers, was cleared up by comprehensive local dissolved analyses (SEM / TEM / XRD / EDX / EELS). The starting materials were the high-alloyed chromesteel X6Cr17 and the commercial powder (TOSOH TZ8Y) of yttrium-stabilized ZrO_2 . As nickel-source a nickelsulfamat-electrolyte was used.

1 Einleitung

Der Schwerpunkt der Untersuchungen lag in der Bestimmung der Haftmechanismen des Stoffverbundes. Neben grundlegenden Untersuchungen des verwendeten Ausgangspulvers (TZ8Y) zu dessen Struktur vor und nach dem Sintern wurde auch das Substrat (X6Cr17) während des Abscheide- und Herstellungsprozesses des Verbundes auf seine chemische Zusammensetzung hin untersucht. Zur Erhöhung der Haftfestigkeit erwies sich der Einsatz eines Haftvermittlers (Nickel) als notwendig. Das in die poröse TZ8Y-Schicht galvanisch abgeschiedene Nickel diffundiert während der notwendigen Wärmebehandlungsprozesse in das Substrat und umgekehrt. Die Auswirkungen, hinsichtlich chemischer Zusammensetzung und Hafteigenschaften auf Verbund und Substrat, wurden ebenfalls untersucht.

Für die Charakterisierung kamen Röntgendiffraktometrie (XRD), Atomkraft- (AFM), Raster- (REM) und Transmissionselektronenmikroskopie (TEM), Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) und Elektronen-Energie-Verlust-Spektroskopie (EELS) zum Einsatz. Für die REM-Untersuchungen wurden hauptsächlich zwei Präparationsmethoden zur Querschnittscharakterisierung angewendet:

- die Erzeugung von Bruchkanten und
- die Herstellung von Schliffen.

Die Bruchkantenerzeugung am Substratmaterial X6Cr17 war aufgrund seiner hohen Zähigkeit und Dimensionen nicht ohne Weiteres möglich. Da die Schichten, besonders bei den Proben ohne Nickel, sehr anfällig gegen mechanische Beanspruchung sind, führten Versuche, die Probe in kleinere Stücke zu zersägen immer zum Abplatzen der Schichten. Daher wurde zuerst mittels eines Lasers ein langer Streifen von 2,5 mm Breite aus der Probe herausgeschnitten. Anschließend wurde rückseitig mit einer Wafersäge vorsichtig eine Sollbruchstelle in das Substrat gesägt, um das Problem der Zähigkeit zu vermindern. Der dünnere Bereich konnte nun leichter gebrochen werden.

Die Herstellung von Proben für die Transmissionselektronenmikroskopie erfolgte, anhand des zugrunde liegenden Ausgangsmaterials, nach zwei unterschiedlichen Verfahren:

- der herkömmlichen Querschnittspräparation und
- der Abscheidung von Partikeln auf so genannte Quantifoil-Netzchen.

Die Abscheidung auf Netzchen wird hauptsächlich bei pulverförmigen Stoffen angewandt. An den vorliegenden Proben wurde sowohl das ungesinterte Ausgangspulver als auch die gesinterte Schicht untersucht. Im Fall der Schicht wurden erst Teile von der

Probenoberfläche entnommen, anschließend in einem Mörser zerrieben, im Ultraschallbad dispergiert und schließlich auf ein Netzchen aufgebracht.

2 Darstellung der Ergebnisse

2.1 Charakterisierung des Ausgangspulvers

Für das Sintern abgeschiedener Schichten ist die Kenntnis über Phasenausbildung und Partikelgrößen von hoher Bedeutung. Im Folgenden werden daher die Ergebnisse der Charakterisierung des verwendeten ZrO_2 -Pulvers (TZ8Y) in seinem ungesinterten Ausgangszustand dargestellt und diskutiert. Den Messungen liegen das vom Hersteller gelieferte Granulat, sowie das für die Abscheidung aufbereitete Pulver zugrunde. Mit Hilfe des Diffraktometers D 5000 (Bruker/AXS) in BRAGG-BRENTANO-Anordnung wurden das ZrO_2 -Granulat und das ZrO_2 -Pulver auf seine Phasenanteile untersucht. Das Diffraktogramm in Abb. 1 zeigt sowohl für das Granulat als auch für das Pulver keine Unterschiede in den Lagen der Beugungspeaks und deren Halbwertsbreiten.

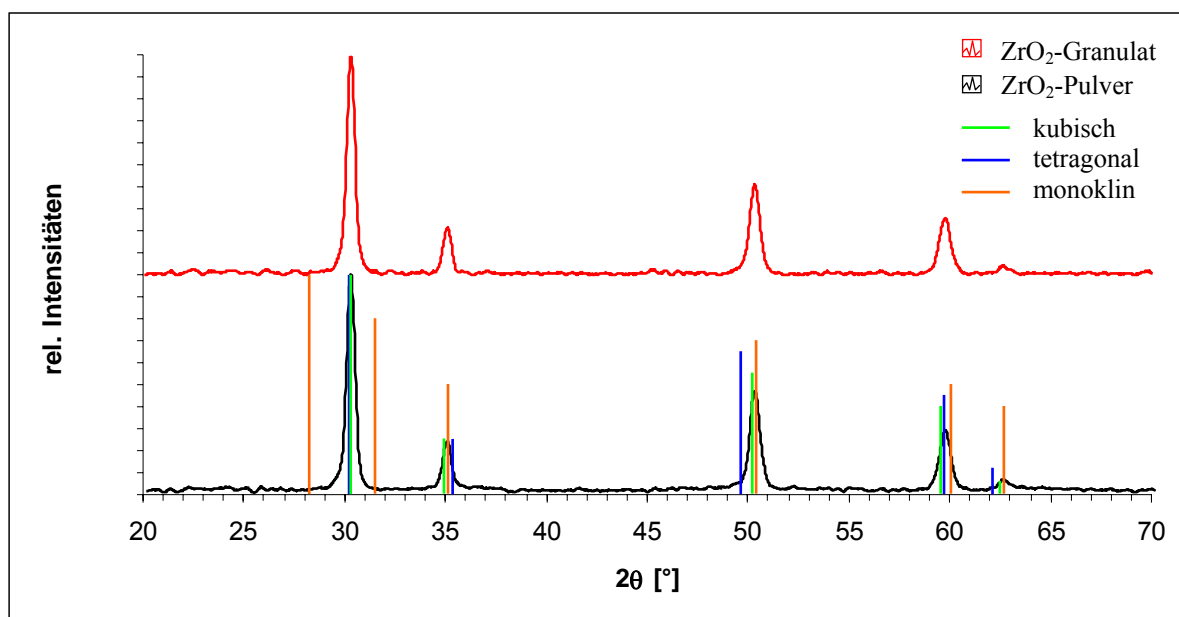


Abb. 1: Diffraktogramm von ZrO_2 -Granulat und ZrO_2 -Pulver

Fig. 1: Diffractogram of ZrO_2 -granulate and ZrO_2 -powder

Die Umwandlungstemperatur von tetragonal zu monoklin hängt bei ZrO_2 stark von der Partikelgröße ab [2]. Unterhalb einer Partikelgröße von 2 μm findet eine Verschiebung der Umwandlungstemperatur zu niedrigeren Temperaturen statt. Ab einer kritischen Partikelgröße von 300 nm bleibt ein metastabiler Restanteil an tetragonaler Phase erhalten [3]. Die Zuordnung der gemessenen Beugungspeaks erfolgt anhand von Powder Diffraction Files (PDF). Hier sind von bekannten Materialien die Beugungs-

winkel, Intensitäten und Netzebenenabstände aufgeführt. Eine exakte Zuordnung von tetragonalen oder monoklinen Phasenanteilen der untersuchten Proben kann aufgrund der Auflösungsgrenze des Verfahrens nicht erfolgen, wobei die experimentell ermittelten Peaklagen um bis zu 1,5° (2θ) von denen in den PDF-Dateien 17-0923 (tetragonales ZrO₂) und 03-0515 (monoklines ZrO₂) abweichen können. Tabelle 1 zeigt die zu erwartenden Peaklagen und Intensitäten der beteiligten Phasenanteile.

Tabelle 1: intensitätsreiche (Haupt-) Reflexe der tetragonalen und monoklinen Phase von ZrO₂ gemäß PDF-Datei
Table 1: (main-) reflexes of high intensity of tetragonal and monoclinic phase of ZrO₂ due to PDF-file

PDF: 17-0923 tetragonales ZrO ₂			PDF: 03-0515 monoklines ZrO ₂			PDF: 30-1468 kfz yttriumstabilisiertes ZrO ₂		
2θ [°]	Intensität	h k l	2θ [°]	Intensität	h k l	2θ [°]	Intensität	h k l
			28,127	100	1 1 1			
30,168	100	1 1 1	31,475	80	-1 1 1	30,085	100	1 1 1
35,308	25	2 0 0	35,023	50	2 0 0	34,868	25	2 0 0
49,786	65	2 0 2	50,375	70	2 2 1	50,138	55	2 2 0
59,726	45	3 1 1	60,026	50	unbekannt	59,599	40	3 1 1
62,121	12	2 2 2	62,728	40	unbekannt	62,540	6	2 2 2

Mit Hilfe der PDF-Datei 30-1468 (kfz 92ZrO₂·8Y₂O₃) lässt sich eine eindeutige Zuordnung aller Beugungsreflexe treffen, und auch den bisher unbekanntenen Beugungspeaks bei 2θ ≈ 60° und 2θ ≈ 62,5° kann jeweils eine Netzebene zugewiesen werden. Das TZ8Y-Pulver liegt als kfz-ZrO₂ mit Y₂O₃ stabilisiert vor.

Die Auswertung des Diffraktogramms und die Berechnung der mittleren Kristallitgröße D_{hkl} erfolgt mittels Fundamentalparameteranalyse (FPA) und der SCHERRER-Gleichung

$$D_{hkl} = \frac{K \cdot \lambda}{B_{1/2} \cdot \cos \vartheta} \quad 0,89 \leq K \leq 1,39 .$$

K ist ein Formfaktor, der von der Methode zur Bestimmung der Halbwertsbreite B_{1/2} des Beugungspeaks abhängt, λ ist die Wellenlänge der verwendeten Röntgenstrahlung und θ der Beugungswinkel. Die Halbwertsbreiten der Beugungspeaks dienen als Grundlage für die Berechnung der Partikelgröße mittels FPA. Die ermittelten Partikelgrößen sind der Tabelle 2 zu entnehmen.

Tabelle 2: Partikelgrößen von ZrO₂-Granulat und ZrO₂-Pulver
Table 2: particle size of ZrO₂-granulate and ZrO₂-powder

ZrO ₂ -Granulat				ZrO ₂ -Pulver			
h k l	2θ [°]	B _{1/2} (2θ) [°]	Partikelgröße [nm]	h k l	2θ [°]	B _{1/2} (2θ) [°]	Partikelgröße [nm]
1 1 1	30,085	0,417	25,4	1 1 1	30,085	0,425	25,3
2 0 0	34,868	0,480	26,5	2 0 0	34,868	0,402	26,5
2 2 0	50,138	0,522	21,2	2 2 0	50,138	0,512	21,7
3 1 1	59,599	0,549	18,6	3 1 1	59,599	0,567	19,6
2 2 2	62,540	0,571	19,9	2 2 2	62,540	0,583	19,8

Wie aus der Tabelle hervorgeht, gibt es hinsichtlich der Partikelgrößen zwischen Granulat und Pulver keine signifikanten Unterschiede. Es treten Abweichungen von maximal 5,1% auf. Die Aufbereitung hat demnach keinen nachhaltigen Einfluss auf die Struktur oder die Partikelgrößen des verwendeten ZrO_2 -Pulvers. Des Weiteren stimmen die ermittelten Partikelgrößen mit den Angaben des Herstellers Tosoh überein, der diese mit durchschnittlich 25 nm angibt [4]. Da bei XRD die Peakbreite und die Partikelgröße umgekehrt proportional sind, werden nur kleine kohärent streuende Bereiche ausgewertet. Daher gibt die Partikelgröße von 25 nm nur den Wert der kleinsten Partikel an. Untersuchungen am TEM lieferten aufgrund der hohen Agglomerationsneigung von ZrO_2 nur eine Größenabschätzung im Bereich von 30...60 nm, wie Abb. 2 verdeutlicht.

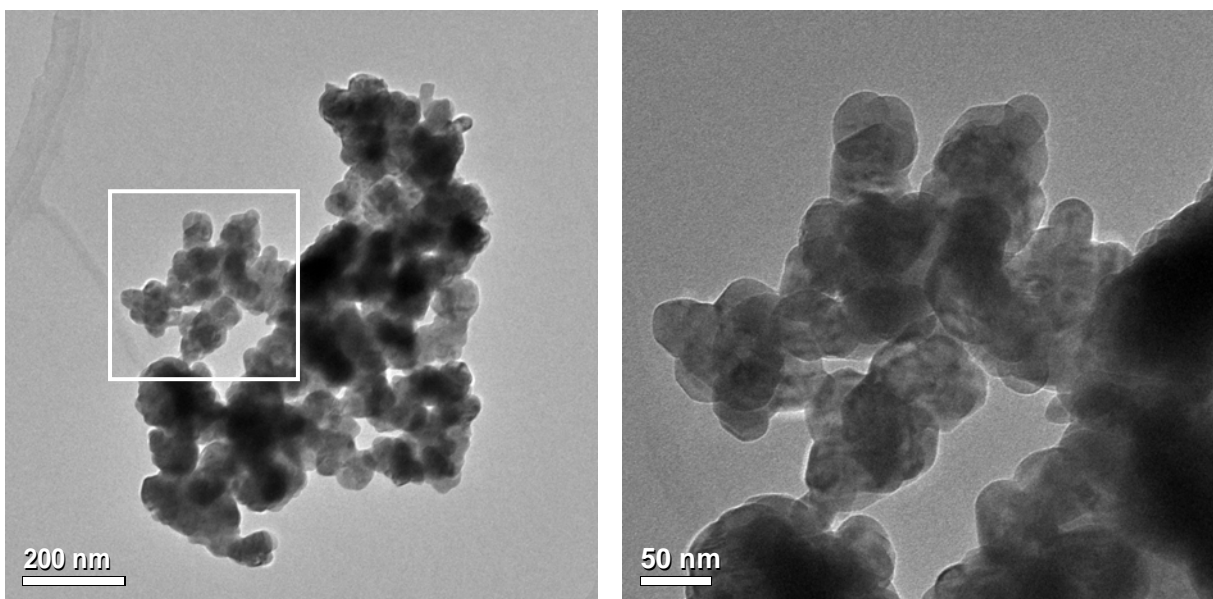


Abb. 2: TEM-Aufnahmen von agglomerierten ZrO_2 -Partikeln, vergrößerter Ausschnitt (re.)
Fig. 2: TEM-images of agglomerated ZrO_2 -particles, zoomed cutout (r.)

2.2 Charakterisierung des Substrates

Die Veränderung der Oberfläche und der Struktur des Substratwerkstoffes durch den Sinterprozess sind wichtige Faktoren für die Anbindung der abgeschiedenen Schichten. Da der Stahl hochtemperaturbeständig ist, wird auf eine Phasenanalyse des unbehandelten Substrates verzichtet und auf einschlägige Literatur verwiesen [5, 6]. Die Analyse beschäftigt sich mit dem Einfluss des abgeschiedenen Nickels auf die Phasenausbildung des Substrats. Eine Abhängigkeit von der Temper-Temperatur wird aus folgendem Grund nicht betrachtet:

- Das zur Vorvernickelung auf dem Substrat abgeschiedene Nickel wird bei Temperaturen zwischen 700 °C und 850 °C getempert. Anschließend erfolgt das Abscheiden der Keramikschicht und deren Sinterung, die bei Temperaturen

zwischen 950 °C und 1250 °C abläuft, und die damit deutlich höher ist als die Temper-Temperatur. Die Diffusion während des ersten Temperns wird durch die Diffusion beim Sintern überdeckt.

Abb. 3 zeigt markante Ausschnitte eines Diffraktogramms von vorvernickeltem Stahlsubstrat. Die Probe wurde bei 1150 °C, 3 Stunden lang bei einem Druck von $\approx 5 \cdot 10^{-3}$ mbar gesintert. Das Diffraktogramm wurde unter streifendem Einfall gemessen, bei Einfallswinkeln ω zwischen $0,5^\circ$ und 6° .

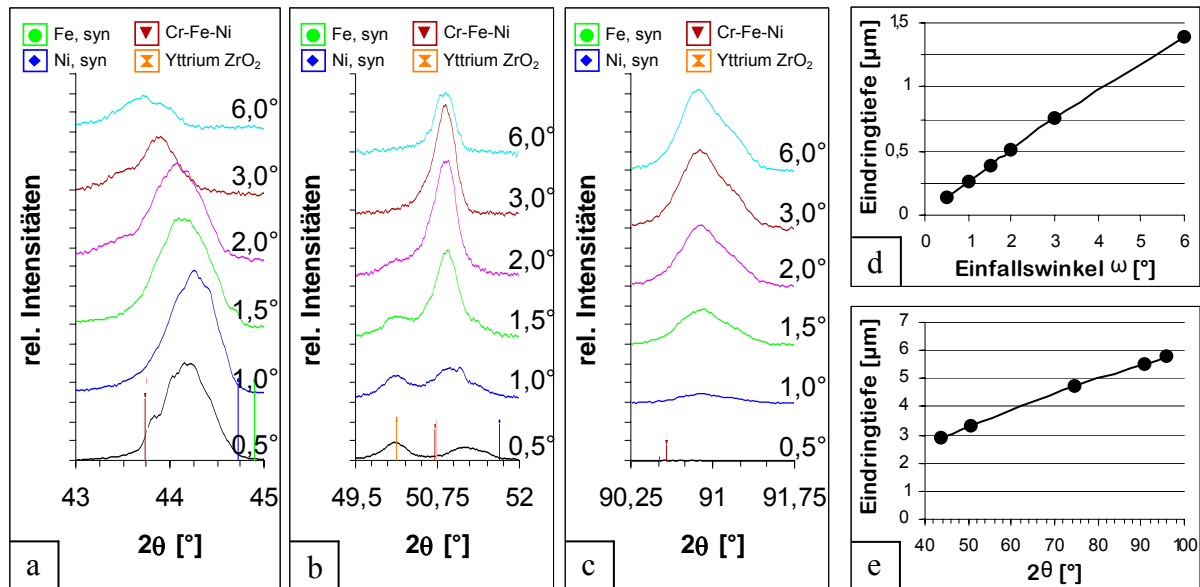


Abb. 3: Diffraktogramm-Ausschnitte von vorvernickeltem Substrat, Cr-Fe-Ni-(111)-Peak (a), (200)-Peak (b), (311)-Peak (c),

Abhängigkeit der Eindringtiefe bei streifendem Einfall (d) sowie bei BRAGG-BRENTANO (e)

Fig. 3: Diffractogram-cutout of pre-nickel plated substrate, Cr-Fe-Ni-(111)-Peak (a), (200)-Peak (b), (311)-Peak (c),

Dependency of the penetration depth at grazing incidence (d) and at BRAGG-BRENTANO (e)

Aus quantitativen EDX-Messungen an der Substrat-Oberfläche ergaben sich die in Tabelle 3 aufgeführten prozentualen Anteile der detektierten Elemente.

Tabelle 3: Ergebnisse der EDX-Analyse
Table 3: results of the EDX-analysis

Element (K _α -Linie)	Gewichts-%	Atom- %
Cr	8,41	9,09
Ni	25,48	24,39
Fe	66,11	66,52

Tabelle 4: Elementanteile laut PDF: 33-0397

Table 4: element rates due to PDF: 33-0397

kfz Cr _{0,19} Fe _{0,7} Ni _{0,11} – rostfreier Stahl, austenitisch				
Element	Gewichts-%	2θ [°]	Intensität	h k l
Cr	17,9	43,583	100	1 1 1
Ni	11,4	50,792	45	2 0 0
Fe	69,8	74,699	26	2 2 0
Si	0,88	90,697	30	3 1 1
Mo	<0,01	95,968	12	2 2 2

Unter Vorgabe der Elementverteilung und den ermittelten Peaklagen im Diffraktogramm liefert die PDF-Datei 33-0397 (Cr-Fe-Ni) die größte Übereinstimmung, siehe Tabelle 4. Der in Abb. 3 gemessene Anteil an ZrO_2 stammt, präparationsbedingt, von Teilen der Schicht an den Rändern der Probe. Mit steigendem Einfallswinkel ω reduziert sich daher dessen Anteil. Ergänzend sind die zu erwartenden Peaklagen von reinem Eisen (PDF: 06-0696) und reinem Nickel (PDF: 04-0850) im Diffraktogramm mit aufgeführt.

In Abhängigkeit der ω - und 2θ -Einfallswinkel verhält sich die Eindringtiefe des Röntgenstrahls entsprechend der Diagramme d und e mit einer Eindringtiefe von max. $7,5 \mu\text{m}$ bei $2\theta = 180^\circ$. Mit zunehmender Eindringtiefe wird ein größeres Volumen angeregt. Dies führt mit steigendem Einfallswinkel ω zu den im rechten und mittleren Teil der Abb. 3 zu verzeichnenden Intensitätszuwächsen. Der linke sowie der mittlere Teil der Abbildung zeigen, dass sich die Peaklagen mit steigendem Einfallswinkel ω in Richtung der zu erwartenden Cr-Fe-Ni-Peaks verschieben.

Anhand von EDX-Linescans am Substratquerschnitt (siehe Abb. 4) wird der Konzentrationsverlauf und die Diffusionszone deutlich. Die dick gezeichneten Linien zeigen den gleitenden Durchschnitt der Messwerte. Der Linescan wurde bei einer Beschleunigungsspannung von 20 kV aufgenommen. Der Elektronenstrahl regt dabei einen ca. $1,7 \mu\text{m}$ tiefen und ca. $2 \mu\text{m}$ breiten Probenbereich an.

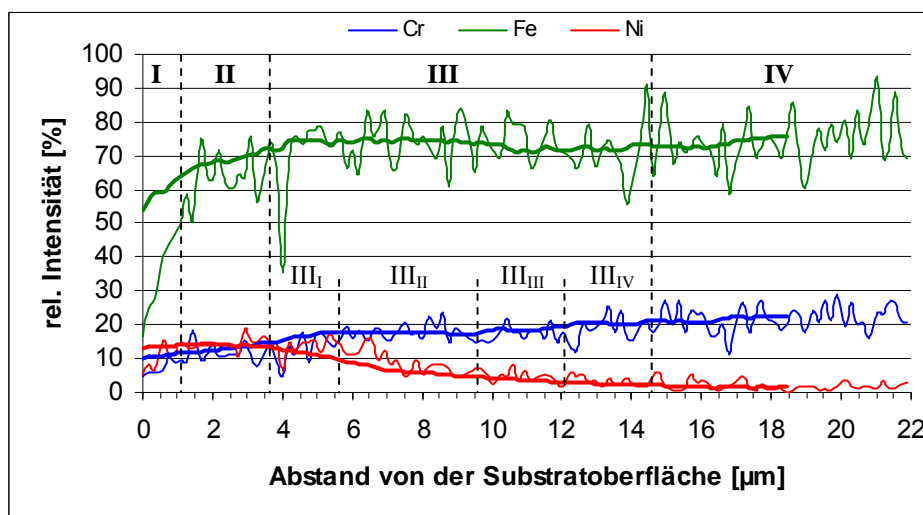


Abb. 4: EDX-linescan am Substratquerschnitt
 Fig. 4: EDX-linescan on a lateral cut of the substrate

Die Kurvenverläufe bestätigen prinzipiell die Werte der Tabellen 3 und 4. Im Messbereich I (bis ca. $1,5 \mu\text{m}$) ist zunächst ein Anstieg der gemessenen Konzentrationen zu sehen. Dies ist auf die Nähe zur Substratoberfläche und dem somit reduzierten Anregungsbereich zurückzuführen. Im Bereich II (bis ca. $4 \mu\text{m}$) ist der Anteil von Ni konstant bei ca. 15% und der Mischkristall gesättigt. Der Bereich III (bei ca. $15 \mu\text{m}$)

markiert das „Ende“ der Diffusionszone des Ni. Die Anteile von Cr und Fe nehmen im gleichen Maß zu, wie der von Ni abnimmt. Im übrigen Bereich IV bleiben die Anteile der beteiligten Elemente in etwa gleich.

Die unterschiedlichen Anteile an Chrom und Nickel in den Substratbereichen I bis IV führen gemäß dem SCHÄFFLER-Diagramm [6] zu Veränderungen des ursprünglich ferritischen Gefüges. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5 aufgeführt.

Tabelle 5: Gefügeveränderungen in den verschiedenen Substratbereichen
Table 5: structure alteration in the various substrate sections

Bereich	Substrattiefe [µm]	% -Anteile lt. Abb. 4		Gefüge lt. SCHÄFFLER-Diagramm
		Cr	Ni	
I & II	0...4	10...14	12...14	austenitisch-martensitisch
III _I	4...6	14...18	11...14	austenitisch
III _{II}	6...10	≈ 18	5...11	austenitisch-martensitisch
III _{III}	10...12,5	18...20	3...5	martensitisch-ferritisch
III _{IV}	12,5...15	≈ 20	0...3	ferritisch
IV	> 15	≈ 20	0	ferritisch

Die Austenitbildung ist typisch für Stähle mit Ni-Anteilen. Nachteilig wirkt sich aus, dass austenitische Stähle gegenüber ferritischen eine geringere Wärmeleitfähigkeit besitzen und zusätzlich eine geringere Resistenz gegen interkristalline Korrosion aufweisen.

Die Messung der Substrat-Rauigkeiten erfolgte in Abhängigkeit von der Sinterzeit und der Sintertemperatur. Hierfür wurden Proben hergestellt, die 3, 6 und 9 Stunden lang bei Temperaturen von 950 °C, 1050 °C, 1150 °C und 1250 °C gesintert wurden. Die Ergebnisse der Untersuchungen werden in den Abbildungen 5 und 6 dargestellt.

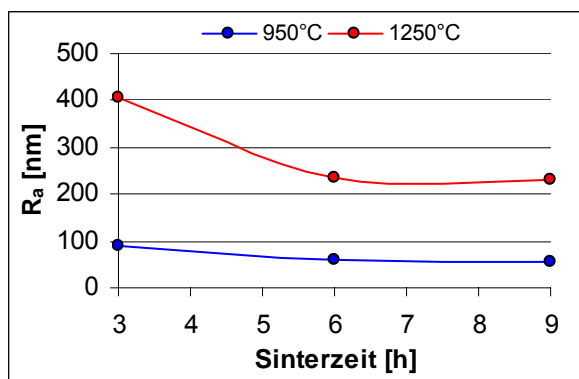


Abb. 5: Rauigkeit in Abhängigkeit von der Sinterzeit
Fig. 5: roughness in depending on sinter length

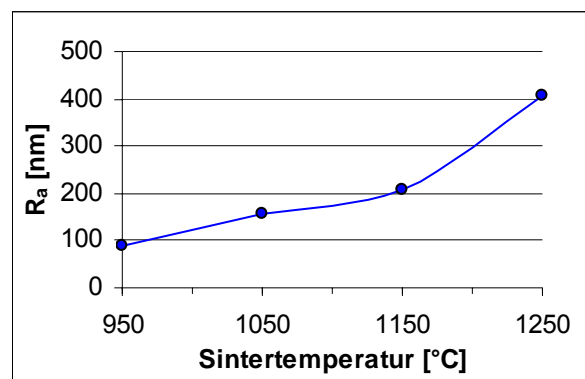


Abb. 6: Rauigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur
Fig. 6: roughness in depending on temperaturure

Lange Sinterzeiten führen zu einer Senkung der Rauigkeit und zu einem, von der Sintertemperatur abhängigen, konstanten Wert. Eine deutliche Erhöhung der Rauigkeit ist mit steigender Sintertemperatur zu verzeichnen.

Des Weiteren wurden die Rauigkeiten von vorvernickelten Substraten und solchen ohne Ni verglichen. Dazu wurden zwei Proben hergestellt, die je 3 Stunden lang bei 1150 °C gesintert wurden. Die Vorvernickelung erfolgte zuvor durch galvanische Abscheidung von Nickel und anschließender Temperung bei 850 °C für 1 Stunde. Die Vorvernickelung bewirkt ebenfalls eine starke Erhöhung der Substrat-Rauigkeit. Eine Zunahme der Rauigkeit ist durchaus beabsichtigt, da dies für die Haftung der Keramikschichten durch Verankerung auf dem Substrat eine wichtige Rolle spielt.

2.3 Charakterisierung der TZ8Y-Schicht (ohne Nickel-Infiltration)

Zunächst werden die Ergebnisse der Untersuchungen an Keramikschichten ohne Nickel-infiltration dargestellt. Die Grünschichten werden mit unterschiedlichen Abscheideparametern (angelegte Spannung bei der Elektrophorese, Abscheidezeit) hergestellt und an Luft getrocknet. Das anschließende Sintern erfolgt bei Temperaturen zwischen 950 °C und 1250 °C für jeweils 3 Stunden. Die Abb. 7 stellt die Schichtdicke in Abhängigkeit von der Sinteremperatur dar. Es wird deutlich, dass sich bei niedriger Spannung, pro Zeiteinheit weniger Partikel auf dem Substrat ablagern, was dünnere Schichten ergibt.

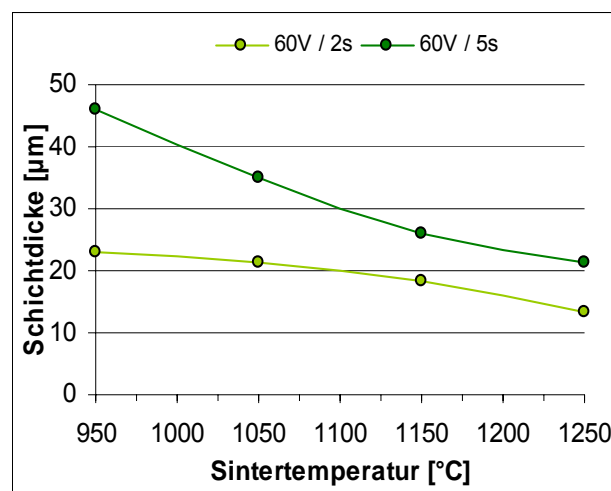


Abb. 7: Schichtdicke in Abhängigkeit von der Sinteremperatur
Fig. 7: thickness of the layer in depending on sinter temperature

Weiterhin folgt aus Abb. 7 der *Sinter-Schwund*, der von der Grünschichtdicke abhängt. Aufgrund der hohen Porosität der Grünschicht ist der Sinter-Schwund bei dicken Schichten (höheres Volumen) größer als bei dünnen. Im betrachteten Temperaturbereich beträgt dieser für die dünne Schicht (60V / 2s) $\approx 41\%$, die dicke Schicht (60V / 5s) $\approx 55\%$.

Durch Elektronenbeugung am TEM wurden Beugungsbilder der ZrO₂-Schicht aufgenommen, siehe Abb. 8. Aus den Abständen der Beugungsringe zum Ursprung wurden

die zugehörigen Netzebenenabstände ermitteln. In Tabelle 6 sind die zu Abb. 8 gehörenden Werte aufgeführt, zusammen mit den lt. PDF: 30-1468 zu erwartenden d_{hkl} -Werten.

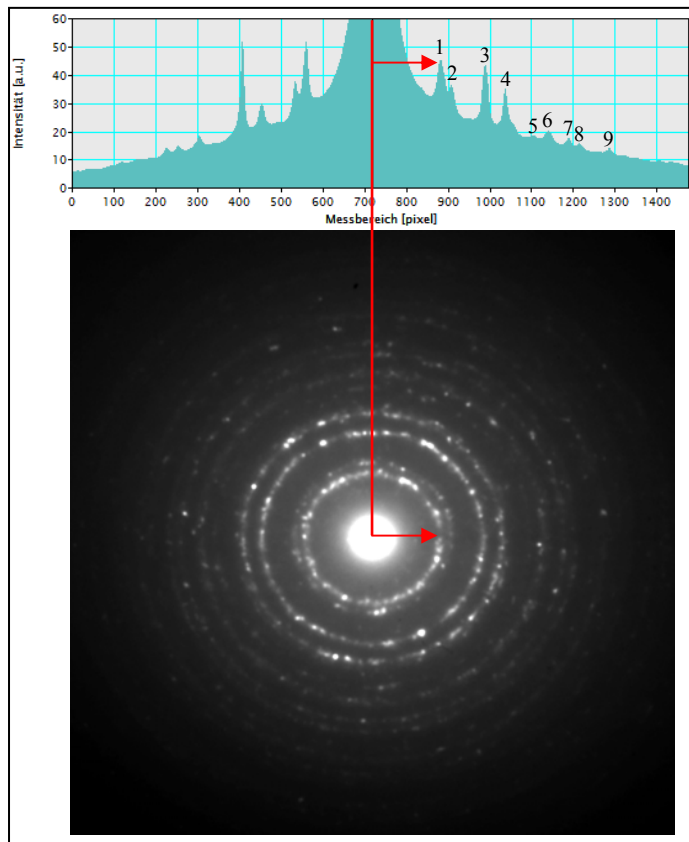


Tabelle 6: Netzebenenabstände von kfz-ZrO₂
Table 6: lattice plane distances of fcc-ZrO₂

Ring	Abstand [pixel]	d_{hkl} [nm]	PDF: 30-1468 d_{hkl} [nm]	h k l
1	164	0,299	0,296800	1 1 1
2	192	0,256	0,257100	2 0 0
3	273	0,180	0,181800	2 2 0
4	320	0,154	0,155000	3 1 1
5	379	0,129	0,128500	4 0 0
6	417	0,118	0,117900	3 3 1
7	464	0,106	0,104900	4 2 2
8	495	0,099	0,098910	5 1 1
9	538	0,091	0,090860	4 4 0

Abb. 8: Beugungsbild einer ZrO₂-Schicht (unten),
linescan zur Intensitätsverteilung (oben)
Fig. 8: diffraction pattern of a ZrO₂-layer (bottom)
linescan of intensity distribution (top)

Die Abweichungen zwischen den ermittelten d_{hkl} -Werten und denen der PDF-Datei 30-1468 betragen $\leq 1\%$. Die ausgeprägten Ringe des Beugungsbildes verdeutlichen, dass sich durch das Sintern keine Vorzugsorientierung einstellt. Die sehr gute Übereinstimmung mit der PDF-Datei 30-1468 (kfz Yttrium ZrO₂) zeigt, dass alle erkennbaren Beugungsringe dem kfz-Gitter zugeordnet werden können. Zusätzliche Analysen mittels XRD unterstützen dieses Ergebnis. Somit folgt durch das Sintern keine messbare Phasenänderung.

Anhand von XRD-Daten wurden die Partikelgrößen in Abhängigkeit von der Sinterzeit und Sintertemperatur bestimmt. Niedrigindizierte Netzebenen eignen sich wegen der hohen Intensität ihrer Peaks besonders für die Größenbestimmung. Zudem lassen sich intensitätsbehaftete Messfehler reduzieren. Die Auswertung anhand des intensitätsreichsten Peaks, hier des (111)-Peaks, liefert die genauesten Resultate. Abb. 9 zeigt die Partikelgröße, abhängig von der Sinterzeit und unter Beachtung der drei stärksten Peaks, an (hier (111), (200) und (220)).

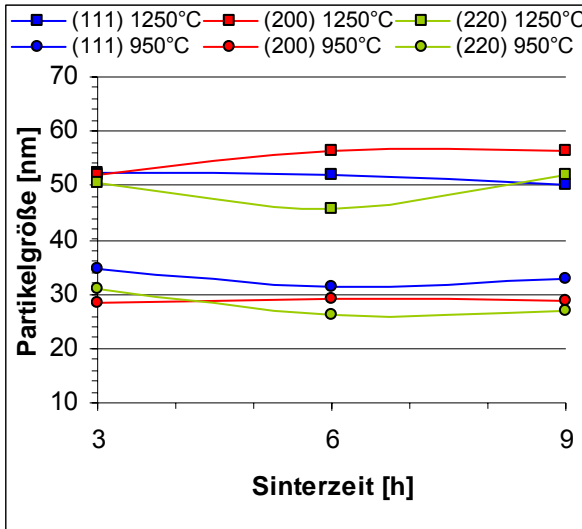


Abb. 9: Partikelgröße in Abhängigkeit der Sinterzeit bei 950 °C und 1250 °C

Fig. 9: particle size in depending on sinter length at 950 °C and 1250 °C

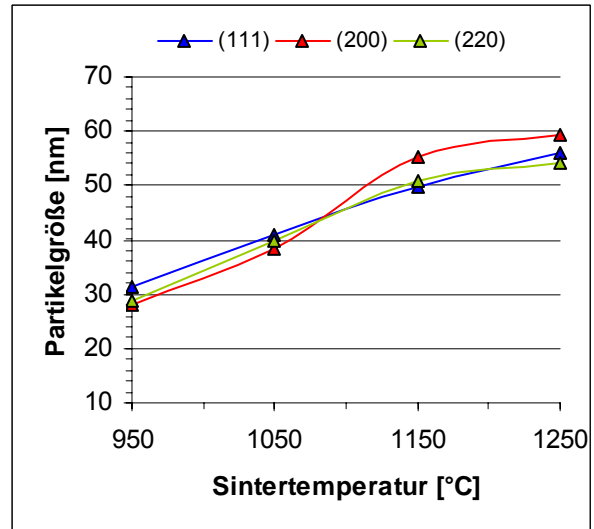


Abb. 10: Partikelgröße in Abhängigkeit der Sintertemperatur (Sinterzeit = 3h)

Fig. 10: particle size in depending on sinter temperature (length = 3h)

Wird über die Werte gemittelt, so wird deutlich, dass die Sinterzeit keinen Einfluss auf die Partikelgröße hat. Anders verhält es sich mit der Sintertemperatur, siehe Abb. 10. Unterhalb von 950 °C haben die Partikel noch etwa die Dimension des Ausgangspulvers. Mit steigender Temperatur nimmt die Partikelgröße zu. Bei 1250 °C hat sich die Größe, im

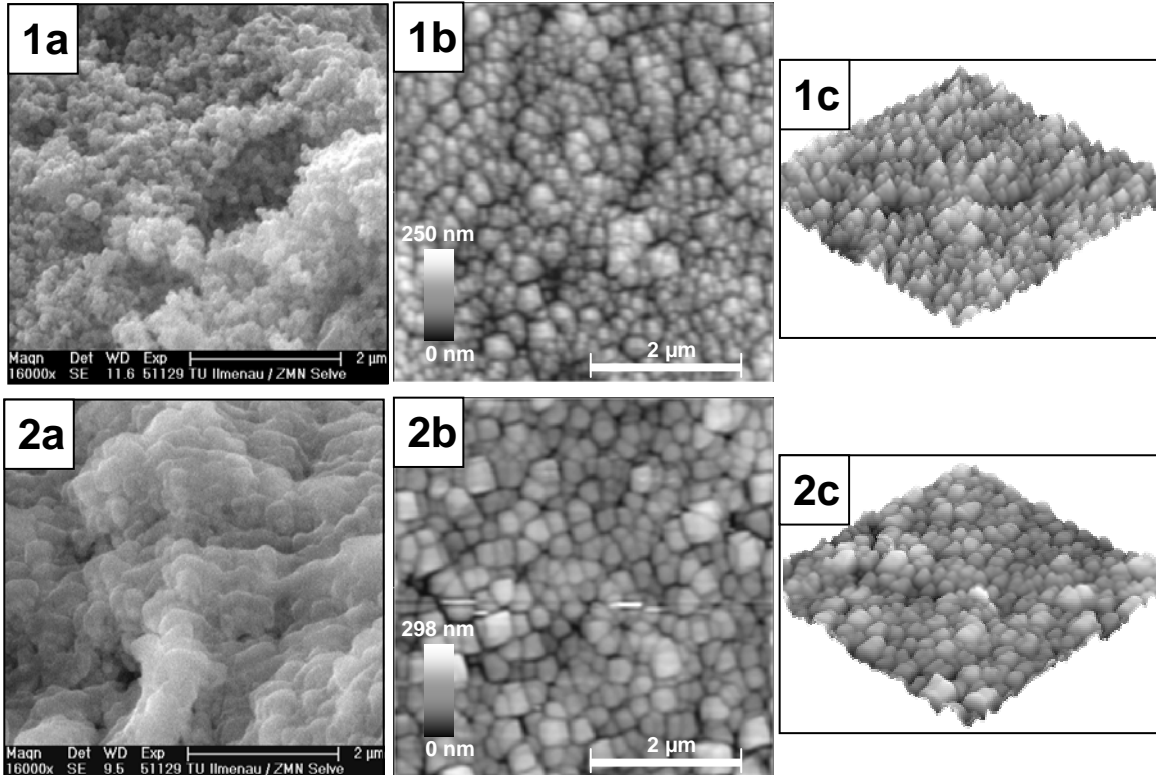


Abb. 11: Darstellung des temperaturabhängigen Partikelwachstums von ZrO_2

1 = ($T_{Sinter} = 950 \text{ °C}$), 2 = ($T_{Sinter} = 1250 \text{ °C}$)

a = REM-Bild vom Querschnitt, b = AFM-Bild der Oberfläche, c = 3D-Darstellung von b

Fig. 11: demonstration of the temperature depending particle growth of ZrO_2

1 = ($T_{Sinter} = 950 \text{ °C}$), 2 = ($T_{Sinter} = 1250 \text{ °C}$)

a = SEM-image of a lateral cut, b = AFM-image of the surface, c = 3D-image of b

Vergleich zum Ausgangspulver, mit ≈ 55 nm bereits mehr als verdoppelt. Zur Veranschaulichung sind in Abb. 11 REM- und AFM-Aufnahmen von Proben gegenübergestellt, die bei 950 °C, 1050 °C und 1250 °C jeweils 3 Stunden lang gesintert wurden.

Es ist deutlich zu erkennen, dass die Partikelgrößen mit steigender Sinter Temperatur anwachsen. Das Bestreben der Partikel, ihre Oberflächenspannung zu reduzieren, führt zum Zusammenwachsen unmittelbar benachbarter Partikel unter der Ausbildung von Sinterhalsen, wie man im Bild 2a sehen kann. Die Bilder 1c, 2c zeigen 3D-Darstellungen der AFM-Bilder und belegen, wie sich durch das Partikelwachstum die Oberflächenrauigkeit verringert.

Eigenstressanalysen an einzelnen Proben haben ergeben, dass das Partikelwachstum während des Sinterns zu keinen messbaren Zug- oder Druckspannungen in den Schichten führt. Tabelle 7 stellt die Untersuchungsergebnisse dar. Alle Messwerte liegen innerhalb des Messfehlers des Analyseverfahrens von ± 125 MPa.

Tabelle 7: Ergebnisse der Eigenstressanalyse in Abh. von Sinter Temperatur und Abscheideparametern
Table 7: results of residual stress analysis in depending on sinter temperature and coating parameters

$T_{\text{Sinter}} = 1050^{\circ}\text{C}$	σ [MPa]		$T_{\text{Sinter}} = 1150^{\circ}\text{C}$	σ [MPa]	
	60V, 5s	60V, 10s		60V, 5s	60V, 10s
	x = 115	x = 98		x = -79	x = -34
	y = -57	y = -51		y = 52	y = 12
	z = 0	z = 0		z = 0	z = 0

Für den möglichen Einsatz solcher Keramiksichten im industriellen Bereich, beispielsweise in Heißluft-Strömungskanälen, spielt die Oberflächenrauigkeit, hinsichtlich des Wirkungsgrades einer Anlage, eine wichtige Rolle. Abb. 12 zeigt den Zusammenhang zwischen steigender Sinter Temperatur und der Verringerung der Oberflächenrauigkeit.

Die gemessene Rauigkeit von 391 nm (bei 1250 °C) gegenüber 445 nm (bei 950 °C) entspricht einer Verminderung um $\approx 12\%$. Der Messfehler für dieses Verfahren liegt im Bereich von $\pm 10\%$. Das Verhältnis von Partikelgröße und Rauigkeit geht sehr deutlich aus den AFM-Aufnahmen von Abb. 11 hervor.

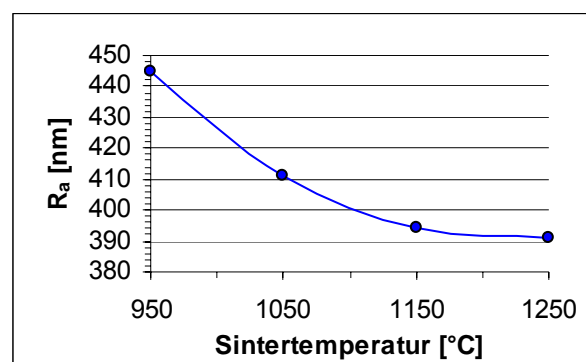


Abb. 12: Rauigkeit in Abhängigkeit der Sinter Temperatur (Sinterzeit = 3h)

Fig. 12: roughness in depending on sinter temperature (length = 3h)

Um die Haftmechanismen von ZrO_2 auf X6Cr17 zu untersuchen, wurden zunächst Modellproben hergestellt, an denen hochauflösende TEM (HR-TEM) möglich war. Im ersten Schritt wurden auf einem Si-Wafer reaktiv 250 nm Si_3N_4 aufgebracht, um später chemische Reaktionen zwischen ZrO_2 und Si zu verhindern. Anschließend wurde ZrO_2

abgeschieden und die Probe 3h bei 1150°C gesintert. An dieser Probe (Abb. 13) konnte gezeigt werden, dass sich ZrO_2 -Partikel, die nahe am Interface liegen, auf der Si_3N_4 -Oberfläche verankern und nicht in die Schicht eindringen. Die Partikel sind noch deutlich als solche zu erkennen.

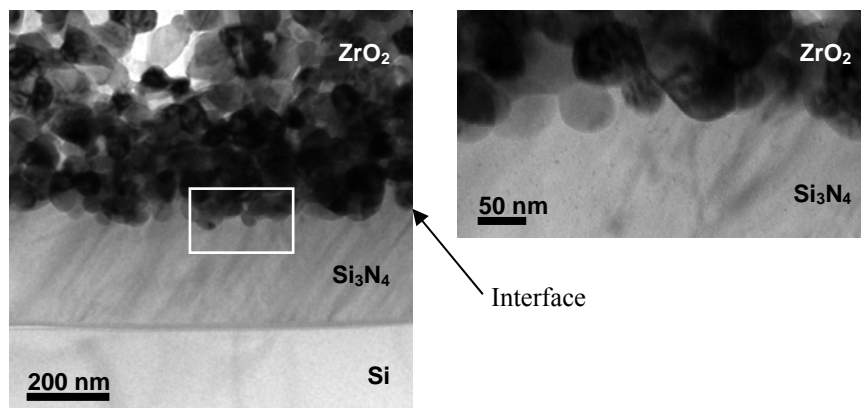


Abb. 13: Verankerung von ZrO_2 -Partikeln auf Si_3N_4 -Schicht, Ausschnitt (re.)
 Fig. 13: bonding of ZrO_2 -particles on the Si_3N_4 -layer, zoomed cutout (r.)

Für den nächsten Schritt der Haftungs-Untersuchungen wurden Submikrometer-Partikel aus X6Cr17, repräsentativ für das Substrat, zusammen mit ZrO_2 zu Pellets gepresst und unter gleichen Bedingungen wie herkömmliche Proben versintert. Hieran soll die Haftungsweise von ZrO_2 am Stahlsubstrat näher bestimmt werden, siehe Abb. 14.

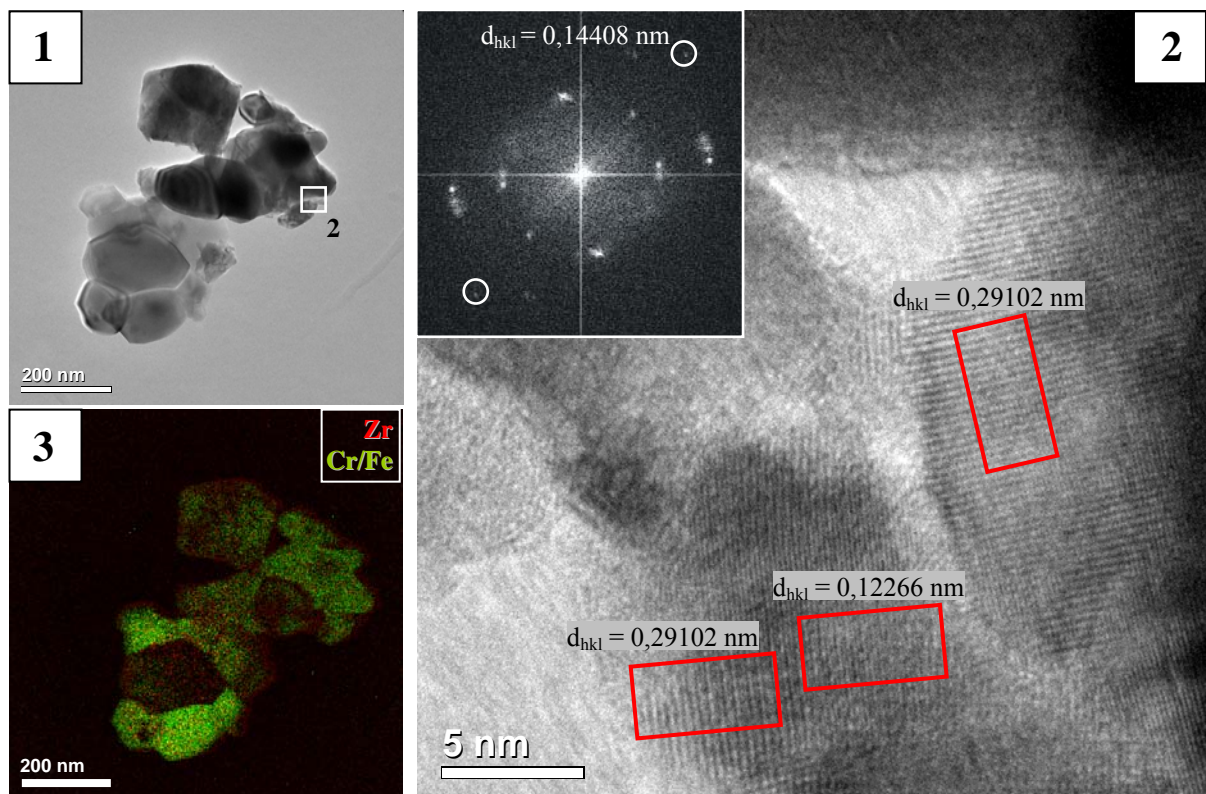


Abb. 14: HRTEM- und EELS-Aufnahmen an ZrO_2 -Stahl-Pellet
 1 Übersicht, 2 HR-Bild mit FFT des markierten Bereichs in 1, 3 EELS-Bild von Zr und Cr/Fe
 Fig. 14: HRTEM- und EELS-images on ZrO_2 -steel-pellet
 1 overview, 2 HR-image with FFT of the marked area in 1, 3 EELS-image of Zr and Cr/Fe

Die aus den HR-TEM-Bildern bestimmten Netzebenenabstände sind mit einem Fehler von 5% behaftet. Die Netzebenenabstände von Cr, Fe und ZrO_2 unterscheiden sich im betrachteten Bereich nur sehr wenig von einander, siehe Tabelle 8.

Tabelle 8: Gegenüberstellung von theoretischen Netzebenenabständen von Cr, Fe und ZrO_2
 Table 8: comparison of theoretical lattice plane distances of Cr, Fe and ZrO_2

Cr (krz)		Fe (krz)		ZrO_2 (kfs)		ZrO_2 (monoklin)		ZrO_2 (tetragonal)	
d_{hkl} [nm]	h k l	d_{hkl} [nm]	h k l	d_{hkl} [nm]	h k l	d_{hkl} [nm]	h k l	d_{hkl} [nm]	h k l
0,288390	1 0 0	0,286640	1 0 0	0,296800	1 1 1	0,284000	-1 1 1	0,296000	1 1 1
0,203900	1 1 0	0,202680	1 1 0	0,181800	2 2 0	0,218000	1 2 1	0,212000	1 1 2
0,144190	2 0 0	0,143320	2 0 0	0,148400	2 2 2	0,144900	0 2 3	0,149300	2 2 2
0,117740	2 1 1	0,117020	2 1 1	0,117900	3 3 1	0,121300	-1 4 1	0,117900	3 3 1
0,101950	2 2 0	0,101340	2 2 0	0,104900	4 2 2	---	---	0,101800	3 1 4

Somit ist der durch die Messung begangene Fehler größer als die notwendige Genauigkeit für die eindeutige Zuordnung einer Netzebene zum jeweiligen Element. Die aus Abb. 14 gewonnenen Netzebenenabstände verdeutlichen dies. Mit Ausnahme des ZrO_2 -(220)_{kfs}-Wertes weichen alle Werte einer Zeile um maximal 4% von einander ab. Sie liegen damit innerhalb des 5%-Fehlerbereichs, was die Zuordnung auf Basis der Netzebenenabstände unmöglich macht. Daher wurde das Verfahren durch HR-EELS erweitert, siehe Abb. 15.

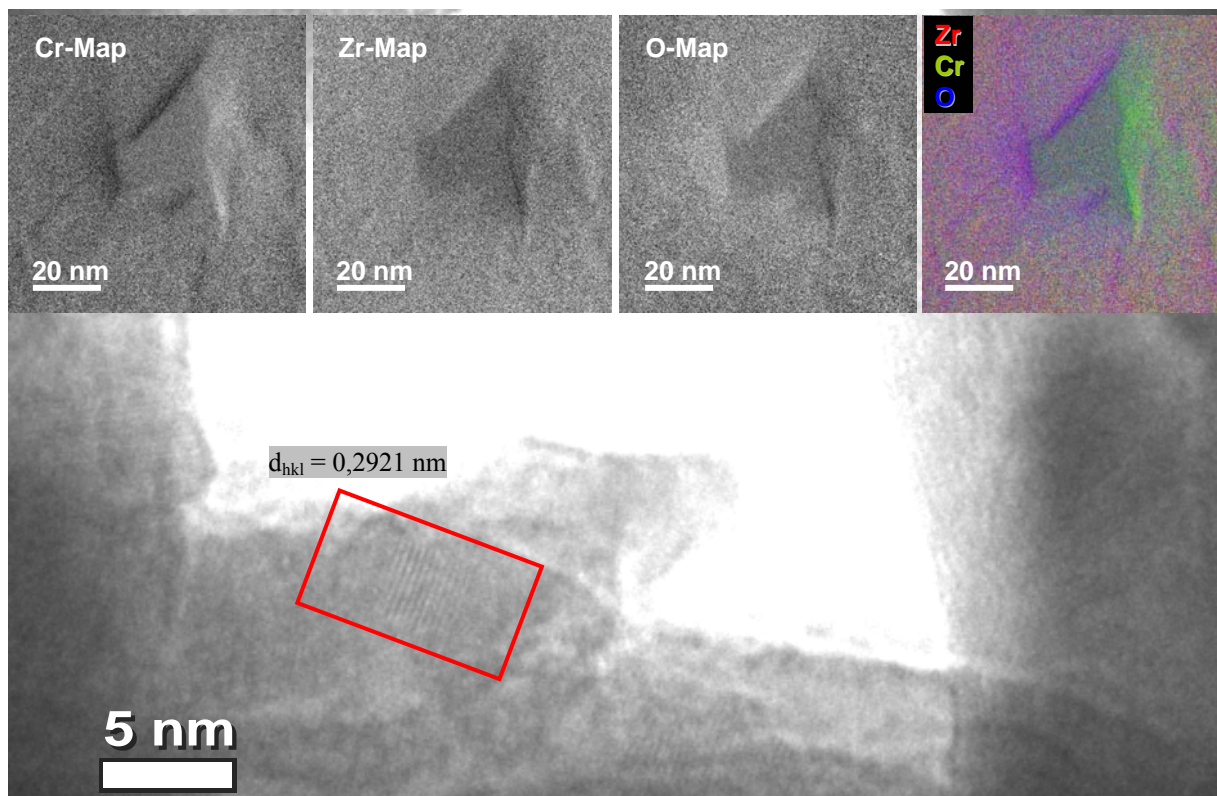


Abb. 15: HRTEM-Bild (u.), HR-EELS-Bilder (o.) der Elemente Cr, Zr und O und Darstellung als RGB-Bild
 Fig. 15: HRTEM-image (bottom), HR-EELS-images (top) of Cr, Zr and O and construction as RGB-image

Hier ist klar zu unterscheiden, an welchem Ort sich ein entsprechendes Element befindet. Dieses Verfahren bietet die Möglichkeit, gemessene Netzebenenabstände durch

gleichzeitige Analysen der Verlustenergie in Beziehung zu setzen und somit Elementen zuzuordnen, siehe Abb. 15. Der gemessene Abstand $d_{hkl} = 0,2921 \text{ nm}$ kann kubischem ZrO_2 zugeordnet werden. EELS bestätigt durch den Nachweis von Zr und O in diesem Bereich diese Zuordnung. Somit lassen sich, bei weiterer Anpassung des Verfahren auf die spezielle Problemstellung, Aussagen über etwaige Diffusion an den Korngrenzen treffen. REM-Untersuchungen an Querschnittsproben zeigen keine Diffusionszone. Die Erhöhung der Substrat-Rauigkeit während des Sinterns führt zur Haftung der Schicht durch Verankerung der ZrO_2 -Partikel auf der Oberfläche, wie es anhand von TEM- (Abb. 13) und REM-Aufnahmen (Abb. 16) zu sehen ist. Daraus resultiert eine äußerst geringe Toleranz gegen mechanische Beanspruchungen. Die Schicht löst sich über weite Bereiche des Substrats ab. Durch Auffüllen der Poren der gesinterten Keramik mit Nickel, soll die Haftfestigkeit der Schichten am Substrat entscheidend erhöht werden.

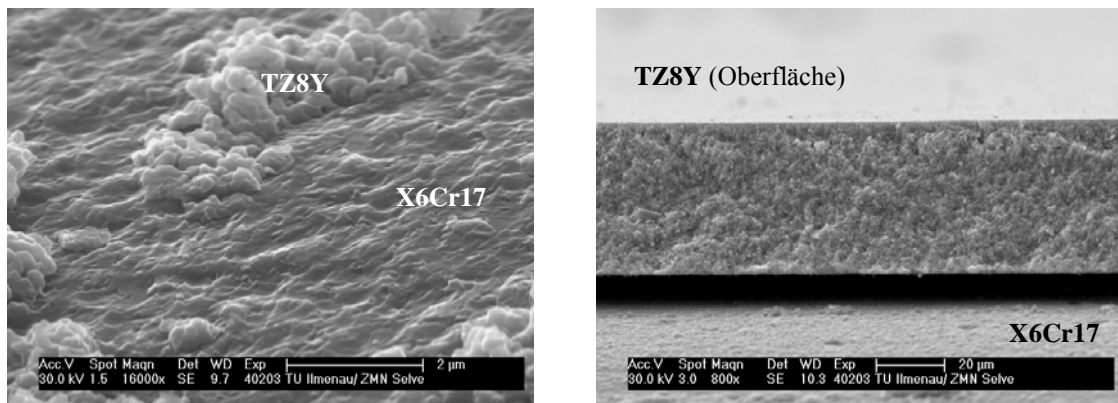


Abb. 16: Verankerung am rauhen Substrat (li.), Ablösung der Schicht vom Substrat (re.)
 Fig. 16: anchoring on the rough substrate (l.), debonding of the layer from substrate (r.)

2.4 Charakterisierung der TZ8Y-Schicht (mit Nickel-Infiltration)

In den vorangegangenen Abschnitten wurden die Ergebnisse bezüglich Schichtdicke (Sinter-Schwund), Phasenbestand, Partikelgröße, Eigenspannung und Rauigkeit bereits dargestellt. Die folgenden Untersuchungen beschäftigen sich mit den Einflüssen des Nickels auf die Schichten und insbesondere auf die veränderten Hafteigenschaften. Mit Ausnahme der Modellproben, die ausschließlich für TEM-Analysen hergestellt worden sind, gelten für die mit Nickel aufgefüllten Keramikschichten identische Eigenschaften.

Um den Haftungsmechanismus zwischen Nickel und ZrO_2 zu charakterisieren, erfolgten an speziell präparierten Proben TEM- und EELS-Untersuchungen, siehe Abb. 17. Das O-Map steht stellvertretend für ZrO_2 , da der Sauerstoff hier nur in Kombination mit Zr auftritt. Das abgebildete Teilchen setzt sich aus mehreren ZrO_2 -Partikeln zusammen. Die Pore im Innern ist vollständig mit Nickel ausgefüllt, wie die einzelnen Bilder erkennen

lassen. Damit existiert eine stoffschlüssige Verbindung, bei der die gegenseitigen Porositäten mit dem jeweils anderen Stoff ausgefüllt sind.

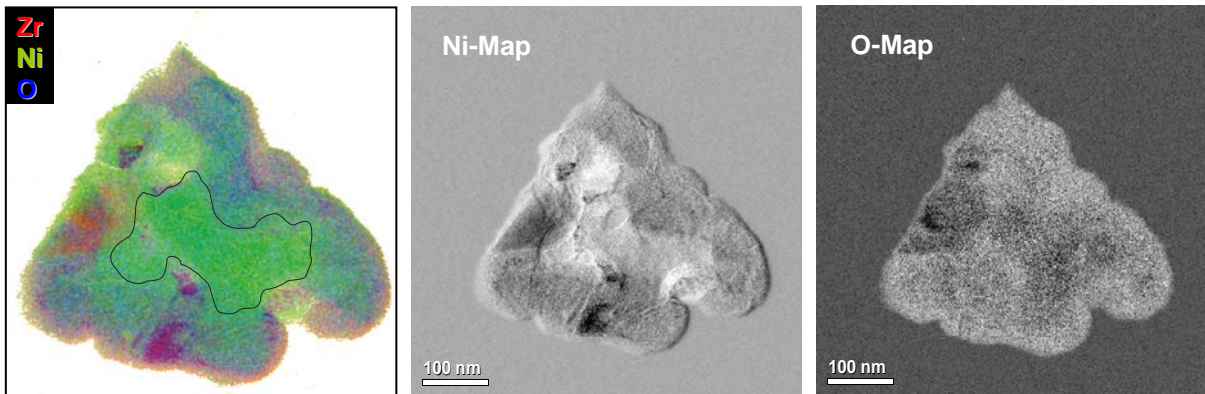


Abb. 17: TEM- und EELS-Bilder eines Teilchens mit aufgefüllter Porosität, Darstellung als RGB-Bild
 Fig. 17: TEM- and EELS-images of a particle with filled porosity, displayed as RGB-image

2.4.1 Haftung am Substrat – ohne Substrat-Vorvernickelung

Das Verankern der Keramik auf dem Substrat sorgt für eine nur geringe Haftung. Durch die Infiltration der Poren mit Nickel und dem anschließenden Tempern kommt es zur Diffusion von Ni mit Cr und Fe. Dies bewirkt den „Übergang des Substratwerkstoffes“ in die Poren der Keramik. Durch diese Stoffschlüssigkeit erfolgt eine dauerhafte Anbindung der Schicht an das Substrat und erhöht die Haftfestigkeit. Aufgrund der geringen Verdichtung der Keramik tritt eine erhöhte Rissanfälligkeit auf. Neben der Eigenschaft der ZrO_2 -Keramik, kleinere laufende Risse selbst zu stoppen, verhindert das infiltrierte Nickel durch seine Duktilität die Ausbreitung größerer Risse.

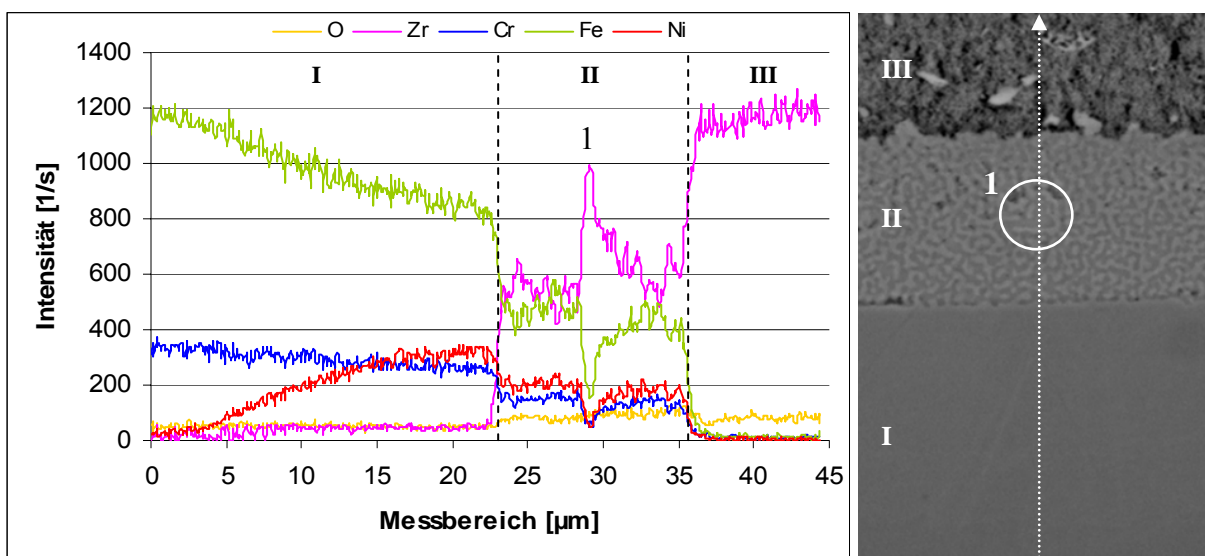


Abb. 18: Ergebnis des Linescans (li.) entlang der Pfeilrichtung in nebenstehender Abbildung
 Fig. 18: result of the linescan (l.) along the arrow in the adjoining image

Die in Abb. 18 dargestellten Ergebnisse eines EDX-Linescans belegen die Diffusion von Ni, Cr und Fe. Die zum Linescan zugehörige Abbildung zeigt durch die Pfeilrichtung den Weg des Elektronenstrahls während der Messung an.

Das Diagramm kann in drei Bereiche aufgeteilt werden:

Bereich I – Substrat, Bereich II – nickelinfiltrierte ZrO_2 -Schicht, Bereich III – ZrO_2 -Schicht. In Bereich I ist eine deutliche Reduzierung des Fe- und Cr-Gehaltes zu beobachten unter gleichzeitiger Zunahme des Ni-Gehaltes. Es bilden sich die bereits diskutierten Phasen aus. In den Bereich II, die aufgefüllte Schicht, ist ein hoher Anteil an Fe diffundiert. Der scheinbar geringere Ni- und Zr-Gehalt in dieser Schicht erklärt sich anhand der Inhomogenität der Schicht wie folgt: an den meisten mit Nickel aufgefüllten Stellen dringt der Elektronenstrahl bis zu den darunter liegenden ZrO_2 -Partikeln vor und umgekehrt. Die Anregungsbirne ist also größer als der durchschnittliche Partikeldurchmesser. Daher verringert sich die Anzahl der je Zeiteinheit und Element detektierten Röntgenquanten. Dieser Effekt wird deutlich an dem mit „1“ markierten Bereich, wo sich ein großer ZrO_2 -Partikel befindet und eine maximale Ausbeute an Röntgenquanten liefert. Die Zählrate steigt sprunghaft an, während für die anderen Elemente an dieser Stelle die Rate rapide abnimmt. Gleiches gilt im Bezug auf Bereich III, der nicht mit Nickel aufgefüllt ist.

Abb. 19 zeigt den direkten Vergleich der Grenzflächen von Schicht und Substrat, von Proben ohne Einfluss von Nickel und Proben mit nickelinfiltrierten Schichten. Während das Substrat im linken Bild eine vergleichsweise ebene Oberfläche aufweist, ist das Substrat der nickelinfiltrierten Probe im rechten Bild aufgeraut. Dies ermöglicht eine bessere Verankerung der Partikel am Substrat, wirkt sich auf die Hafteigenschaft der Schicht jedoch nur gering aus. Der vorwiegende Haftungsmechanismus bei nickelinfiltrierten Proben ohne Substrat-Vorvernickelung ist die Diffusion zwischen den Elementen des Substratwerkstoffes und Nickel.

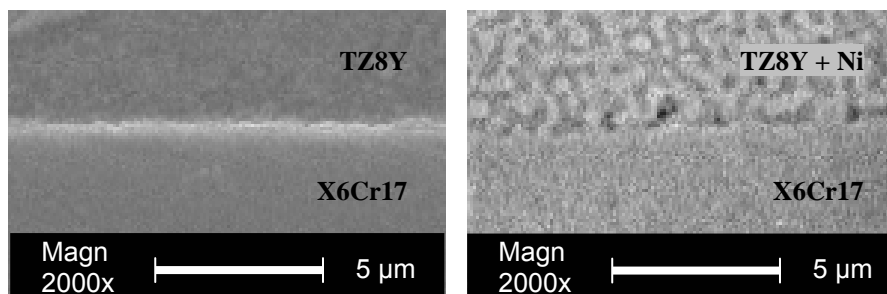


Abb. 19: Vergleich der Substrat-Rauigkeiten

TZ8Y-Schicht ohne Nickel (li.), TZ8Y-Schicht mit Nickel (re.)

Fig. 19: comparison of the substrate roughnesses

TZ8Y-layer without nickel (l.), TZ8Y-layer with nickel (r.)

2.4.2 Haftung am Substrat – mit Substrat-Vorvernickelung

Die Behandlung des Substrates mit Nickel verleiht dessen Oberfläche eine deutlich höhere Rauigkeit im Vergleich zu den bisher genannten Methoden. Dies geht aus den Ergebnissen aus Abschnitt 2.2 sowie aus Abb. 20 hervor.

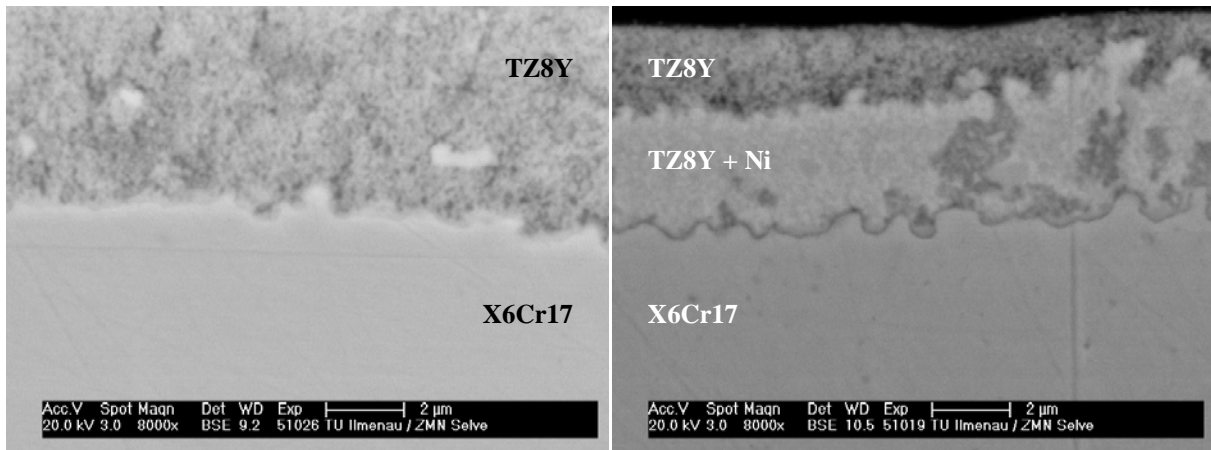


Abb. 20: Darstellung der Rauigkeit von vorvernickeltem Substrat ohne nickelinfiltrierter Schicht (li.), mit nickelinfiltrierter Schicht (re.)

Fig. 20: demonstration of the roughness of pre-nickel plated substrate without nickel-infiltrated layer (l.), with nickel-infiltrated layer (r.)

Im Vergleich der Abbildungen 18 und 21 zeigt sich anhand der dargestellten Linescans an der vorvernickelten Probe ein größerer Diffusionsbereich als an der Probe ohne Vorvernickelung. Ursache dafür ist die über einen längeren Zeitraum einwirkende Temperatur; zunächst das Tempern des auf dem Substrat abgeschiedenen Ni bei 850 °C für 1h, das Sintern der Keramikschicht bei bis zu 1250 °C für 3h und erneutes Tempern der infiltrierten Ni-Schicht bei 850 °C für 1h. Hinzu kommt die Heiz- und Abkühlzeit (6 °C/min).

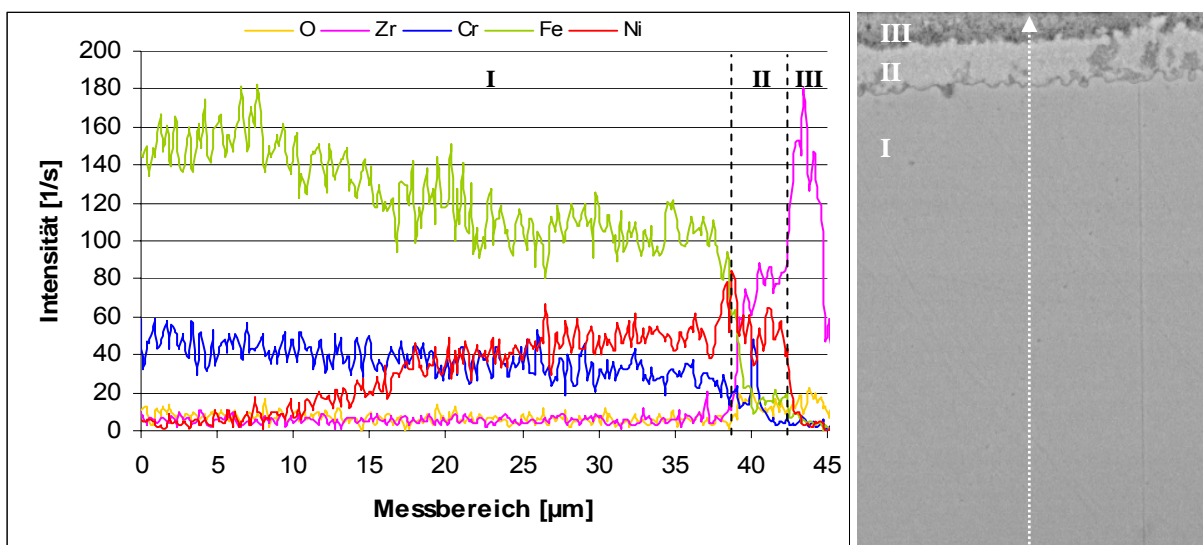


Abb. 21: Ergebnis des Linescans (li.) entlang der Pfeilrichtung in nebenstehender Abbildung
Bereiche: I – vorvernickeltes Substrat, II – nickelinfiltrierte ZrO_2 -Schicht, III – ZrO_2 -Schicht

Fig. 21: result of the linescan (l.) along the arrow in the adjoining image
sectors: I – pre-nickel plated substrate, II – nickel-infiltrated ZrO_2 -layer, III – ZrO_2 -layer

Während bei Proben ohne Nickel-Einfluss ausschließlich der Verankerungsmechanismus wirkt, trägt bei Proben mit nickelinfiltrierten Schichten (aber ohne Substrat-Vorvernickelung) überwiegend die Diffusion zur Schichthaftung bei. Bei Proben mit nickelinfiltrierter Schicht und Substrat-Vorvernickelung wirken zwei Haftmechanismen: wegen der hohen Substrat-Rauigkeit in besonderem Maße die Verankerung der Teilchen auf dem Substrat und zusätzlich die Diffusion. Daher sind bei diesen Schichten die besten Hafteigenschaften zu erwarten.

In Abb. 22 sind nach den drei unterschiedlichen Verfahren hergestellte Proben zum Vergleich dargestellt. Anhand von Bruchkanten kann die Schichthaftung qualitativ bestätigt werden. In den einzelnen Bildern ist ein unterschiedliches Abrissverhalten der Schichten zu erkennen. Die Schicht ohne Nickel (linkes Bild) weist aufgrund der geringen Haftung einen großen Riss über die gesamte Probenbreite auf. Im mittleren Bild ist die Rissbildung deutlich geringer, während die Schicht im rechten Bild sehr gut am vorvernickelten Substrat haftet.

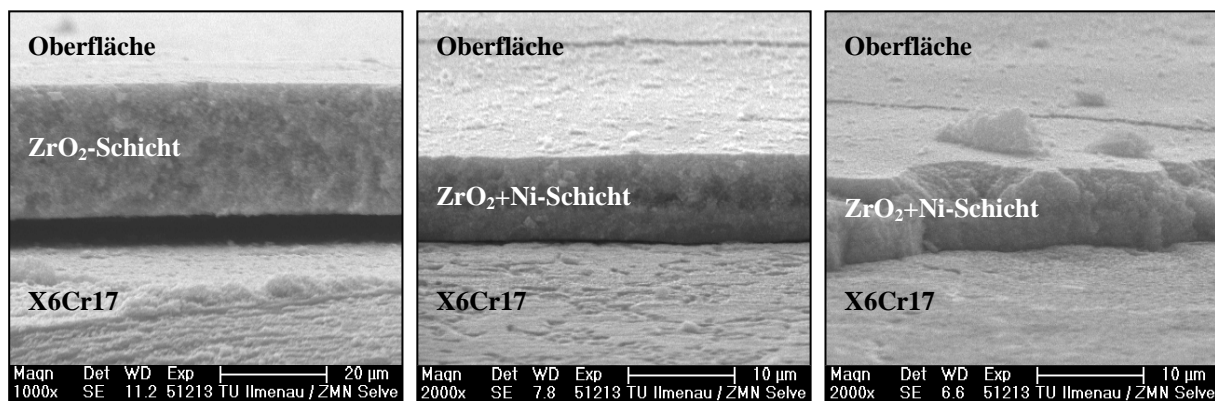


Abb. 22: Darstellung der Schichthaftung am Substrat
*ZrO₂ auf X6Cr17 ohne Substrat-Vorvernickelung (li.),
 ZrO₂+Ni auf X6Cr17 ohne Substrat-Vorvernickelung (Mitte),
 ZrO₂+Ni auf X6Cr17 mit Substrat-Vorvernickelung (re.)*

Fig. 22: demonstration of the bondstrength on the substrate
*ZrO₂ on X6Cr17 without substrate pre-nickel plating (l.),
 ZrO₂+Ni on X6Cr17 without substrate pre-nickel plating (centre),
 ZrO₂+Ni on X6Cr17 with substrate pre-nickel plating (r.)*

Durchgeführte quantitative Messungen zu den Haftfestigkeiten der einzelnen Schichten bestätigen zum Teil die bisherigen Aussagen. Die Schichten ohne Nickelinfiltration und ohne Substrat-Vorvernickelung reißen bei Kräften um 20...25 N vom Substrat ab. Für die Schichten mit Nickel-Einfluss kann kein exakter Wert angegeben werden. Während des Experiments traten bei Kräften um 35 N noch keine Schädigungen der Schichten auf. Bei Werten oberhalb von 35 N versagte die Klebeverbindung zwischen Schicht und Abreißvorrichtung (Stempel). Damit ist grundsätzlich bewiesen, dass die getroffenen Maßnahmen zur Schichthaftung zu einer realen Steigerung der Haftfestigkeit führen.

3 Zusammenfassung und Ausblick

Im Rahmen dieser Arbeit wurden mit Hilfe von AFM, REM, TEM und XRD Untersuchungen an dünnen Schichten durchgeführt. Die Schichten bestanden aus yttriumstabilisiertem Zirkoniumoxid (TZ8Y) des Herstellers Tosoh, hatten Dicken von 4...46 μm und waren auf einem X6Cr17-Stahlsubstrat aufgebracht. Die Beschichtung der Proben wurde im Institut für Werkstofftechnik der TU Ilmenau vorgenommen und erfolgte nach einem ebenfalls an der TU Ilmenau entwickelten patentierten Verfahren zur elektrophoretischen Beschichtung elektrisch leitender Substrate. Für die auf Stahlsubstrat mittels Elektrophorese und Galvanik abgeschiedenen Kompositschichten wurden geeignete Präparationsmethoden für TEM-Untersuchungen erarbeitet. Damit konnten sowohl an Teilen der ZrO_2 -Schicht als auch an den ZrO_2 -Partikeln hochaufgelöste TEM- und EELS-Untersuchungen durchgeführt werden.

Zukünftige Arbeiten werden sich mit der Verbesserung der Präparationsmethoden für derartige Proben beschäftigen, um somit aussagekräftigere HR-EELS-Ergebnisse zu erhalten. Die Präparation mit Hilfe einer FIB-Anlage (Focused Ion Beam) zeigt hierbei eine Perspektive auf.

Mittels der Röntgendiffraktometrie konnte das verwendete ZrO_2 -Pulver anhand seiner Peak-Charakteristik eindeutig identifiziert werden. Mit Hilfe von REM- und XRD-Untersuchungen wurden die durch Diffusion hervorgerufenen Änderungen der chemischen Zusammensetzung des Substratmaterials und der infiltrierten ZrO_2 -Schicht tiefenabhängig analysiert. Die Zusammenhänge zwischen den Abscheideparametern der Schicht, der Sintertemperatur und den Schichtdicken wurden untersucht und dargestellt. Weiterhin wurde der Einfluss von Sintertemperatur und -zeit auf die Oberflächenrauigkeit von Substrat und Schicht untersucht, ebenso wie das temperaturabhängige Partikelwachstum der ZrO_2 -Keramik. Eigenspannungsanalysen an Schichten mit und ohne Nickelinfiltration haben keine messbaren Zug- oder Druckspannungen innerhalb der Schichten ergeben.

Die Haftfestigkeiten der Schichten am Substrat wurden in Abhängigkeit ihres Herstellungsverfahrens sowohl qualitativ als auch quantitativ untersucht. Zu Beginn getroffene Annahmen über die Auswirkung von Maßnahmen zur Verbesserung der Schichthaftung konnten dabei bestätigt werden. Aufgrund ungenügender Haftung zwischen Probe und Abreißvorrichtung konnten keine exakten Haftfestigkeitswerte von nickelinfilierten Schichten auf Substraten mit und ohne Vorvernickelung ermittelt werden.

Ein Ziel weiterführender Arbeiten wird es daher sein, quantitative Haftfestigkeitsuntersuchungen an derartigen Schichten durchzuführen.

References:

- [1] H. Kern, H.G. Krüger, U. Schindler, A. Knotz, Europapatent PCT/EP02/10535, 2002.
- [2] A.H. Heuer, N. Claussen, W.M. Kriven, M. Rühl, Stability of tetragonal ZrO₂ particles in ceramic matrices, J. Amer. Ceram. Soc., Vol. 65, 642-650, 1982.
- [3] T.K. Gupta, F.F. Lange, J.H. Bechtold, Effect of stress-induced phase transformation on the properties of polycrystalline zirconia containing metastable tetragonal phase, J. Mater. Sci., Vol. 13, 1464-1470, 1978.
- [4] Tosoh Produktbeschreibung – Specification of zirconia powder
- [5] H. Berns, Stahlkunde für Ingenieure, 2. Auflage, Springer-Verlag, 1993.
- [6] P. Gümpel, Rostfreie Stähle, 3. Auflage, Expert-Verlag, 2001.

Authors:

Dipl.-Ing. (FH) Sören Selve
Technische Universität Ilmenau – Institut für Mikro- und Nanotechnologien, Gustav-Kirchhoff-Straße 7
D-98693, Ilmenau/Thüringen
Phone: +49 3677 69 3435
Fax: +49 3677 69 3353
E-mail: soeren.selve@tu-ilmenau.de