

Schlussbericht

der Forschungsstelle(n)

Nr. 1

Technische Universität Darmstadt
Institut für Werkstoffkunde
Grafenstr. 2
64283 Darmstadt

zu dem über die



im Rahmen des Programms zur
Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF)

vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie
aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

geförderten Vorhaben **14873 N/1**

***Untersuchung der Rissausbreitung in Wärmedämmschichtsystemen unter
thermomechanischer Beanspruchung***

(Bevilligungszeitraum: 01.08.2006 - 31.07.2010)

der AiF-Forschungsvereinigung

Forschungsvereinigung Verbrennungskraftmaschinen (FVV)

Darmstadt, 14.12.2010

Ort, Datum

Prof. Dr.-Ing. C. Berger

Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s)
an der/den Forschungsstelle(n)

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Technologie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Schlussbericht

der Forschungsstelle(n)

Nr. 2

DECHEMA Gesellschaft für Chemische Technik und Biotechnologie e.V.
Karl-Winnacker-Institut
Theodor-Heuss-Allee 25
60486 Frankfurt am Main

zu dem über die



im Rahmen des Programms zur
Förderung der industriellen Gemeinschaftsforschung und -entwicklung (IGF)

vom Bundesministerium für Wirtschaft und Technologie
aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages

geförderten Vorhaben **14873 N/2**

***Untersuchung der Rissausbreitung in Wärmedämmschichtsystemen unter
thermomechanischer Beanspruchung***

(Bevilligungszeitraum: 01.08.2006 - 31.07.2010)

der AiF-Forschungsvereinigung

Forschungsvereinigung Verbrennungskraftmaschinen (FVV)

Frankfurt am Main, 14.12.2010

Ort, Datum

Prof. Dr.-Ing. M. Schütze

Name und Unterschrift des/der Projektleiter(s)
an der/den Forschungsstelle(n)

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Technologie

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Modellierung Rissausbreitung

Vorhaben Nr. 910

Untersuchung der Rissausbreitung in Wärmedämmschichtsystemen unter thermomechanischer Beanspruchung

Abschlussbericht

Kurzfassung:

In diesem Vorhaben wurde anhand eines modernen APS-Wärmedämmschichtsystems bestehend aus dem einkristallinen Grundwerkstoff CMSX-4, der Haftvermittlerschicht vom Typ Co-NiCrAlY und der keramischen Deckschicht $ZrO_2+8\%Y_2O_3$ eine Analyse und Modellierung von Delamination und Durchriss der Wärmedämmschicht unter Belastung vorgenommen. Das entwickelte Lebensdauermodell basiert auf einem bruchmechanischen Ansatz und beschreibt die kritische Dehnung für die Versagensarten Delamination und Durchriss für isotherme Beanspruchung, sowie für TMF- bzw. TGMF-Beanspruchung. Zur experimentellen Datenermittlung wurde eine Erweiterung einer vorhandenen Prüfapparatur auf Innenkühlung vorgenommen, mit der sich bei kontinuierlicher Innenkühlung ein relevanter Temperaturgradient von rd. 80 K zwischen der Oberfläche der Wärmedämmschicht und Innenoberfläche der Hohlprobe einstellen lässt. Ausgehend von einer isothermen Vorauslagerung mit anschließender thermomechanischer TGMF-Beanspruchung wurden an Hohlproben in Druckversuchen unter Verwendung der Schallemissionsanalyse die kritische Dehnung für Delamination und Durchriss bestimmt (Druck und Zug).

Des Weiteren wurde das Rissausbreitungsverhalten in APS-Wärmedämmschichtsystemen sowohl für In-Phase- als auch für Out-of-Phase-Beanspruchung experimentell untersucht.

Für die Erzeugung bauteiltypischer Schichtschäden wurden an Hohlproben und überwiegend an Flachproben mit Laufzeiten bis rd. 3000h bzw. 14000h einerseits isotherme Auslagerungsversuche und andererseits thermozyklische Versuche durchgeführt. An unterschiedlich beanspruchten Proben ließen sich Rissbefunde im Schichtverbundsystem einschließlich der Grenzschichten klassifizieren und quantifizieren. Anhand von Charalambides-Versuchen konnten nach anisothermer und zyklisch ausgelagerten Flachproben ergänzende Daten für die Modellierung und Angaben zur kritischen Dehnung gewinnen. Auf der Basis der experimentell ermittelten Defektgrößen und der Bruchzähigkeit ließen sich mit dem dehnungsbasierten Modell Werte der kritischen Dehnung berechnen, die eine akzeptable Übereinstimmung mit den experimentellen Daten zeigen.

Insgesamt führt hinsichtlich der kritischen Dehnung die zyklische Beanspruchung an Flachproben zu einem konservativen Ergebnis. Unter TGMF-Beanspruchung wird eine höhere kritische Dehnung im Druckversuch beobachtet. Durch metallographische Analysen, Rissauswertungen sowie Finite-Element-Rechnungen unter Berücksichtigung relaxierender Spannungen ließen sich die in den TGMF-Versuchen beobachteten Schichtschäden beschreiben. Danach führt In-Phase-Beanspruchung zu kürzeren Lebensdauern im Vergleich zu Out-of-Phase-Beanspruchung aufgrund signifikant höheren Dehnungen und Spannungen. Schließlich ergab die Charakterisierung der Schichtschädigungen an Bauteilsegmenten Übereinstimmungen mit den an Hohlproben gefundenen Delaminationsrissen.

Das Ziel des Forschungsvorhabens ist erreicht / ~~ist nicht erreicht~~ worden.

Berichtsumfang:	104 S., 88 Abb., 11 Tab., 73 Lit.
Beginn der Arbeiten:	01.08.2006
Ende der Arbeiten:	31.07.2010
Zuschussgeber:	AiF-Nr. 14873 N
Forschungsstellen:	Institut für Werkstoffkunde, Technische Universität Darmstadt Leitung: Prof. Dr.-Ing. Christina Berger Karl-Winnaker-Institut, DECHEMA e.V. Leitung: Prof. Dr.-Ing. Michael Schütze
Bearbeiter und Verfasser:	Dipl.-Ing. Herman Aleksanoglu, Dr.-Ing. Alfred Scholz, IfW Darmstadt Dr. Mario Rudolphi, Dr. Daniel Renusch, Prof. Dr.-Ing. Michael Schütze, KWI Frankfurt
Obmann des Arbeitskreises:	Dr. Werner Stamm, Siemens, Power Generation
Vorsitzender des Beirates:	Dr.-Ing. C. Teetz, MTU Friedrichshafen GmbH
Weitere Berichte zum FV:	R 546 (2009), R552 (2010)

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Stand des Wissens	3
2.1. EXPERIMENTELLE NACHBILDUNG DER BEANSPRUCHUNG	3
2.2. SIMULATION UND LEBENSDAUERMODELLE	9
2.2.1. <i>Klassische Lebensdauermodelle</i>	12
2.2.2. <i>Finite-Element-Simulation</i>	14
2.2.3. <i>Dehnungsbasiertes Lebensdauermodell</i>	14
3. Aufgabenstellung	17
4. Lebensdauermodell	19
4.1. MODELLKOMPONENTE 1 – ISOTHERME VORAUSLAGERUNG	21
4.2. MODELLKOMPONENTEN 2 UND 3 – THERMOZYKLISCHE AUSLAGERUNG BZW. TGMF- BEANSPRUCHUNG	24
4.3. MODELLKOMPONENTE 4 – RISSBILDUNG IN DER HAFTVERMITTLERSCHICHT	25
5. Experimente	27
5.1. WÄRMEDÄMMSCHICHTSYSTEME	27
5.1.1. <i>Flachproben</i>	29
5.1.2. <i>Hohlprobe</i>	31
5.2. VERSUCHSTECHNIK	31
5.2.1. <i>Isotherme Oxidation</i>	32
5.2.2. <i>Zyklische Oxidation</i>	33
5.2.3. <i>Thermomechanische Ermüdungsversuche</i>	35
5.2.4. <i>Charalambides-Versuche</i>	44
5.2.5. <i>Druckversuch mit SEA-Analyse und CCD-Kamera</i>	49
5.2.6. <i>Vorgehensweise Rissbewertung</i>	51
6. Lebensdauer kennwerte	53
6.1. ERGEBNISSE DER ENERGIEFREISETZUNGSRATE	53
6.2. ERGEBNISSE DER KRITISCHEN DEHNUNG	58
6.2.1. <i>Kritische Dehnung (Delamination) anhand von Charalambides-Versuchen</i> ..	58
6.2.2. <i>Kritische Dehnung beim Druckversuch</i>	59
6.3. RISSBEWERTUNG	62
6.3.1. <i>Rissanalyse nach isothermer Oxidation</i>	63

6.3.2. Rissanalyse nach zyklischer Oxidation	66
6.3.3. Rissanalyse nach TGMF-Beanspruchung.....	67
6.3.4. Rissanalyse am Bauteil.....	69
6.4. FINITE-ELEMENT-SIMULATION	73
6.4.1. Modellierung des Wärmedämmschichtsystems	73
6.4.2. Ergebnisse	77
7. Gesamtbewertung Schädigung und Lebensdauermodellierung	83
7.1. SCHÄDIGUNG	83
7.2. LEBENSDAUERMODELLIERUNG	87
8. Schlussfolgerung und Ausblick	92
9. Zusammenfassung	96
10. Literatur	99

Verzeichnis der Symbole und Abkürzungen

Symbol/ Abkürzung	Erläuterung
APS	atmosphärisches Plasmaspritzen, atmospheric plasma spraying
CCD	ladungsgekoppeltes Bauteil, charge-coupled device
CVD	chemische Gasphasenabscheidung, chemical vapour deposition
EB-PVD	elektronenstrahl-unterstützte physikalische Gasphasenabscheidung, electron beam physical vapour deposition
EDX	energie-dispersive Röntgenspektroskopie, energy dispersive X-ray spectroscopy
FE	Finite-Element
FTZ	Fluggasturbinenzyklus
GW/ GWS	Grundwerkstoff
BC	Haftvermittlerschicht / bondcoat
IGZ	Industriegasturbinenzyklus
IP	In-Phase
IR	Infra-Rot
MTE	Mantelthermoelement
NASA	Nationale Luft- und Raumfahrtbehörde; National Aeronautics and Space Administration
OOP	Out-of-Phase
PVD	physikalische Gasphasenabscheidung, physical vapour deposition
RTE	Regelthermoelement
SEA	Schallemissionsanalyse
TF	Temperaturwechselversuche, thermal fatigue
TGMF	Thermomechanische Versuche mit Temperaturgradienten, thermal gradient mechanical fatigue
TGO	thermisch gewachsene Oxidschicht, thermally grown oxide
TK	Thermographiekamera
TMF	Thermomechanische Versuche, thermomechanical fatigue
TBC	Wärmedämmschicht/ thermal barrier coating
YSZ	Yttrium teilstabilisiertes Zirkonoxid
Y ₂ O ₃	Yttriumoxid
Griechische Zeichen	
α_k	Kerbformzahl
γ_s	spezifische Oberflächenenergie

δ	TGO-Oxidschichtdicke
δ_c	kritische TGO-Oxidschichtdicke (Versagen in einem einzelnen Zyklus)
ε	Dehnung
$\Delta\varepsilon$	Dehnungsschwingbreite
$\Delta\varepsilon_{applied}$	aufgezwungenen Dehnung
$\varepsilon_{del.}$	Dehnung bei Delamination
$\varepsilon_{Durchriss}$	Dehnung bei Ablösung der Wärmedämmschicht
$\Delta\varepsilon_{ff}$	inelastische Dehnungsschwingbreite (ohne TGO-Schicht)
ε_{ges}	Gesamtdehnung
$\Delta\varepsilon_{in}$	inelastische Dehnungsschwingbreite (zwischen Keramikschicht und Substrat)
ε_c	kritische Dehnung
$\Delta\varepsilon_c$	maximale Dehnschwingbreite im Ausgangszustand
$\varepsilon_c^{tension}$	kritische Dehnung bei Zugbeanspruchung
$\varepsilon_{\text{lokaler Durchriss}}$	Dehnung beim Auftreten eines lokalen Durchrisses
ε_{max}	maximale Dehnung
ε_m	mechanische Dehnung
$\Delta\varepsilon_p$	plastischen Dehnungsschwingbreite
$\varepsilon_{\text{Spannungsabfall}}$	Dehnung bei Spannungsabfall
ε_{therm}	thermische Dehnung
ε_{op}	maximale Dehnungsschwingung am Bauteil
Θ	Orientierungsabweichung
ν	Querkontraktionszahl
σ_c	kritische Spannung
φ	Winkel der Phasenverschiebung;

Lateinische Zeichen

A	Numerische Konstante (Norton Gesetz)
B	Konstante
b	Probenbreite
C	Konstante
c	Defektgröße
D	TBC-Dicke
E	E-Modul
$E_{c,3}$	E-Modul des Schichtverbundes vor der Delamination
$E_{c,5}$	E-Modul des Schichtverbunds nach der Delamination
EPM	Einzelprüfmaschine

E_{TBC}	Elastizitätsmodul der TBC
f	Geometrieparameter
G_C	kritische Energiefreisetzungsrate
$I_{c,3}$	Flächenträgheitsmoment des Schichtverbunds vor der Delamination
$I_{c,5}$	Flächenträgheitsmoment des Schichtverbunds nach der Delamination
K_C	Kritische Bruchzähigkeit
K_{Ic}	kritische Bruchzähigkeit für Zugbelastung
K_{IIc}	kritische Bruchzähigkeit für Schubbelastung
M_b	Biegemoment bei Schichtversagen
N	Spannungsexponent im Norton Gesetz
N_A	Anrisswechselzahl
N_{AG}	Zyklenzahl bis Probenausbau
N_f	Zyklusanzahl bis zum Auftreten von Rissen in BC
P	Porosität
P	Kraft
P_{II}	Last in Phase II
P_{III}	Last in Phase III
R	Grenzflächenrauigkeit zwischen Haftvermittlerschicht und TBC
R_a	Mittenrauheitswert
t_{AG}	Prüfzeit bis Probenausbau
T_{max}	maximale Temperatur
T_{min}	minimale Temperatur
t_{ox}	Haltezeit bei maximaler Temperatur für isotherme Oxidation
t_{TGMF, t_H}	Haltezeit bei maximaler Temperatur im TGMF-Versuch
t_{TF, t_H}	Haltezeit bei maximaler Temperatur im TF-Versuch
ΔWs	Oberflächenenergie für Rissöffnung

1. Einleitung

Gasturbinenschaufeln der ersten und zweiten Reihe von Flug- und Industrieturbinen werden heute in zunehmendem Maße mit keramischen Wärmedämmschichten aus teilstabilisiertem Zirkonoxid versehen (TBC = Thermal Barrier Coating). Hierdurch lässt sich die Heißgastemperatur in Verbindung mit einer wirksamen Schaufelkühlung weit über die zulässige Grundwerkstofftemperatur erhöhen und damit eine deutliche Steigerung des Wirkungsgrades erzielen. Zwischen Wärmedämmschicht und Schaufelgrundwerkstoff befindet sich eine metallische Haftvermittlerschicht (BC = Bondcoat). Sie wird über geeignete Spritzverfahren oder über chemische Verfahren aufgetragen. Keramische Wärmedämmschichten werden durch atmosphärisches Plasmaspritzen (**Bild 1.1**) oder durch Elektronenstrahlverdampfen (**Bild 1.2**) aufgebracht. Die Haftvermittlerschicht bewirkt durch mechanische Verklammerung sowie bei EB-PVD-Schichten auch durch chemische Bindungskräfte die Haftung der Wärmedämmschicht an den Grundwerkstoff. Die Haftvermittlerschicht hat bei beiden Systemen gleichzeitig die Aufgabe, den Grundwerkstoff vor Oxidation zu schützen. Dies erfolgt durch eine Aluminiumoxidschicht zwischen Wärmedämmschicht und Metall, die sich im Betrieb bildet. Durch An- und Abfahrvorgänge sowie Leistungsänderungen der Gasturbine und durch die damit verbundenen Änderungen der Temperaturgradienten und -transienten erfährt die Schaufel und das Wärmedämmschichtsystem eine thermomechanische Wechselbeanspruchung.

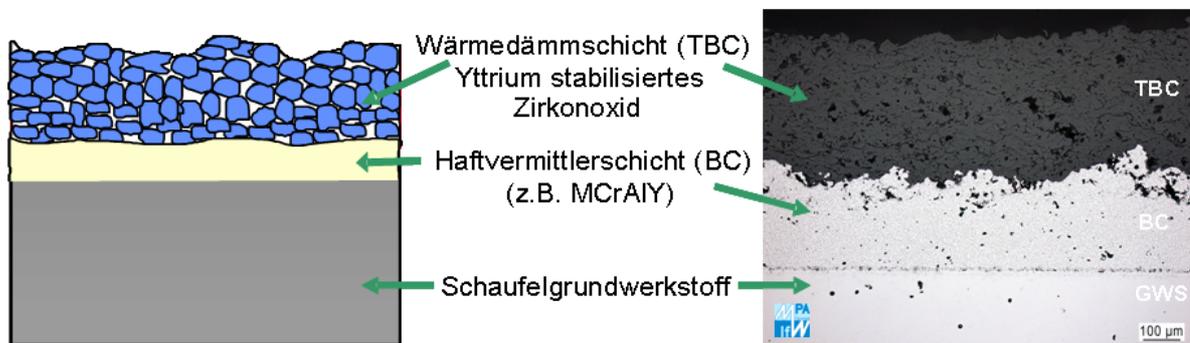


Bild 1.1 Schematische Darstellung und Schlibbild eines APS-Wärmedämmschichtsystems [1, 2]

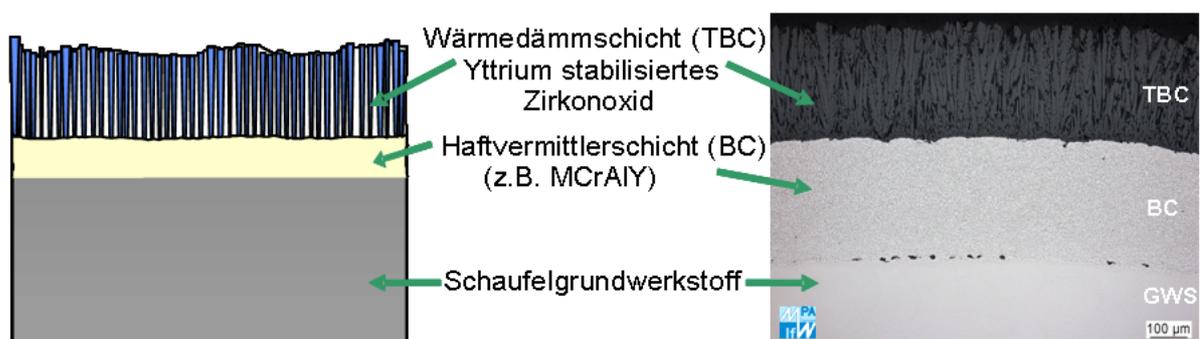


Bild 1.2 Schematische Darstellung und Schlibbild eines EB-PVD-Wärmedämmschichtsystems [1, 2]

Der Einsatz von Wärmedämmschichtsystemen zur Heißgastemperaturerhöhung ist dennoch mit Risiken verbunden, da ein Versagen der Wärmedämmschicht durch die damit verbundene Materialtemperaturerhöhung zu erheblichen Schäden an der Beschau felung führen kann. Deshalb ist es erforderlich, die vorhandenen Kenntnisse zur Schädigungsentwicklung von Wärmedämmschichtsystemen unter statischer und zyklischer Thermobelastung durch thermomechanischer Beanspruchung zu erweitern. Hierbei sind vor allem die Schichtschädigungsmechanismen zu klären, die sich zu einem zuverlässigen Lebensdauermodell für Wärmedämmschichtsysteme zusammenführen lassen. Noch bestehen erhebliche Wissensdefizite in der Beschreibung der Evolution von Rissinitiation und Risswachstum bis hin zur Delamination von Wärmedämmschichtsystemen sowie Rissstoppeffekten in Wechselwirkung mit Beanspruchung und Bauteil. Die Rissinitiation kann unterschiedliche Ursachen haben. Hierbei sind sowohl Risstyp als auch die zeitabhängige Entwicklung der TGO (thermisch gewachsene Oxideckschicht) und die aus dem Schichtverbundsystem herrührenden Fehlpassungen in dem Verbundsystem von Bedeutung. Die Modellierung von Rissausbreitungsvorgängen bis hin zur Lebensdauervorhersage ist daher eine wichtige Zukunftsaufgabe zur Beschreibung von Wärmedämmschichten in stationäre Gasturbinen und Flugturbinen.

2. Stand des Wissens

Die wesentlichen Erkenntnisse aus Arbeiten an anderen Stellen sowie eigenen Vorarbeiten betreffen APS-Wärmedämmschichtsysteme. Vereinzelt wird aber auch auf EB-PVD-Systeme eingegangen.

2.1. Experimentelle Nachbildung der Beanspruchung

Die Beanspruchungen auf ein Wärmedämmschichtsystem lassen sich im Labor nur stark vereinfacht nachbilden. In der Regel wird in rein thermischen bzw. thermisch-mechanischen Experimenten versucht, die Versagensmechanismen von Wärmedämmschichtsystemen auf Turbinenschaufeln zu untersuchen. Gleichzeitig besteht seitens der Industrie ein erhebliches Interesse an aussagefähigen Experimenten zur Qualifizierung von Wärmedämmschichtsystemen. Daher wurden Prüftechniken entwickelt, die sich auf einzelne Beanspruchungskomponenten wie etwa die oxidative Beanspruchung beschränken. Als prüftechnische Konzepte zur Untersuchung der Haltbarkeit von Wärmedämmschichten haben sich isotherme Oxidationsversuche, mechanische Versuche, Burner-Rig-Versuche, Temperaturwechselversuche, zyklische Oxidationsversuche, thermomechanische Versuche und thermomechanische Versuche mit Temperaturgradienten etabliert. Diese lassen sich in isotherme und anisotherme bzw. thermozyklische Prüfkonzepte (**Tabelle 2.1**) einteilen.

Prüfkonzept	Probenform	Skizze	Quelle
isotherme Oxidation	zylindrisch, Bauteil		1-3
4-Punkt-Biegeversuch	flach		2-7
Temperaturwechselversuch (TF), zyklische Oxidation	zylindrisch, Bauteil, flach, Hohlprobe		9
thermomechanische Ermüdung (TMF)	zylindrisch, Hohlprobe		1, 2, 9
thermomechanische Ermüdung mit Temperaturgradient (TGMF)	Hohlprobe		10-14
Burner-Rig-Versuch	flach, Scheibe		8

Tabelle 2.1 Übersicht über die Prüfkonzepte von Wärmedämmschichtsystemen, die Quellenangaben stellen nur eine Auswahl dar

Als isothermes Experiment wird zur Charakterisierung vielfach der statische Versuch herangezogen. Dabei werden beschichtete Proben im Glühofen bei konstanter Temperatur an Luft ausgelagert. Während dieser Auslagerung kommt es zur Oxidation der Haftvermittlerschicht und zum Aufwachsen einer Oxideckschicht (TGO; Thermal Grown Oxide). Die durch das TGO-Wachstum verursachten Spannungen führen zum Versagen von Wärmedämmschicht-

systemen [15-18]. Für isotherme Oxidationsversuche haben sich zylindrische Proben bzw. Scheiben bewährt.

Ein typisches Ergebnis für ein APS-Wärmedämmschichtsystem zeigt das Wachstum der Oxidschichtdicke sowie der gesamten Oxidation [1] (**Bild 2.1** bis **Bild 2.4**). Durch die Reaktion von Sauerstoff der Betriebsatmosphäre mit dem Aluminium der Haftvermittlerschicht bildet sich die dichte Al_2O_3 -Oxidschicht (TGO). Das Aluminium aus der Haftvermittlerschicht diffundiert solange nach, bis die Aluminium-Aktivität abnimmt. Ab diesem Zeitpunkt bilden sich andere Oxide wie z.B. Spinelle, die die Bildung der gesamten Oxidation fördern.

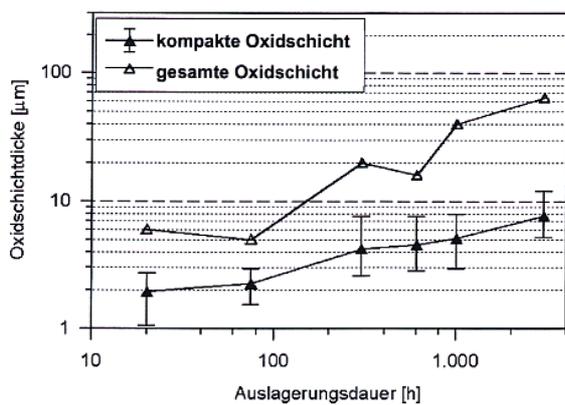


Bild 2.1 TGO-Schichtdicke über der Auslagerungsdauer bei dem System CMSX-4-CoNiCrAlY-APS. Isotherme Auslagerung bei 1000 °C [1]

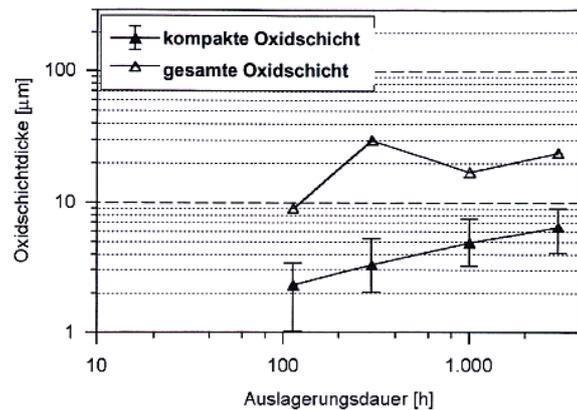


Bild 2.2 TGO-Schichtdicke über der Auslagerungsdauer bei dem System CMSX-4-CoNiCrAlY-EB-PVD. Isotherme Auslagerung bei 1000 °C [1]

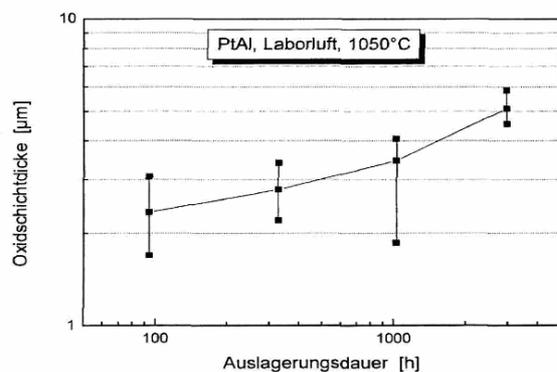


Bild 2.3 TGO-Schichtdicke über der Auslagerungsdauer bei dem System CMSX-4-CoNiCrAlY-EB-PVD. Isotherme Auslagerung bei 1000 °C [1]

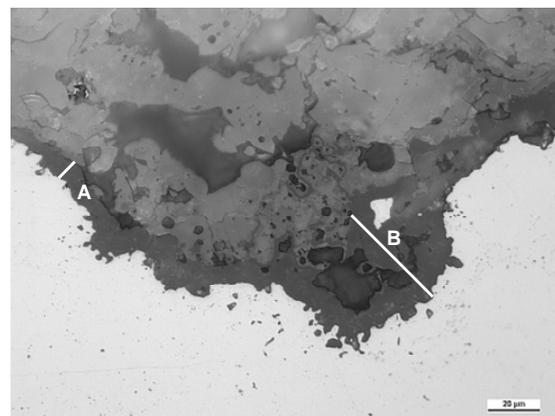


Bild 2.4 Bestimmung der kompakten Oxidschichtdicke (A) und der maximalen TGO-Schichtdicke entsprechend der inneren Oxidation (B)

Die Bestimmung der Haftfestigkeit von Wärmedämmschichten erfolgt vielfach mit 4-Punkt-Biegeversuchen bei Raumtemperatur [7, 12] (**Bild 2.5**). Dabei wird unterschieden zwischen Flachproben ohne und mit steifer Decklage [19]. Im Fall der Probe ohne steifer Decklage (Bild 2.5a) wird der Versuch so gefahren, dass in der Wärmedämmschicht Druckspannungen

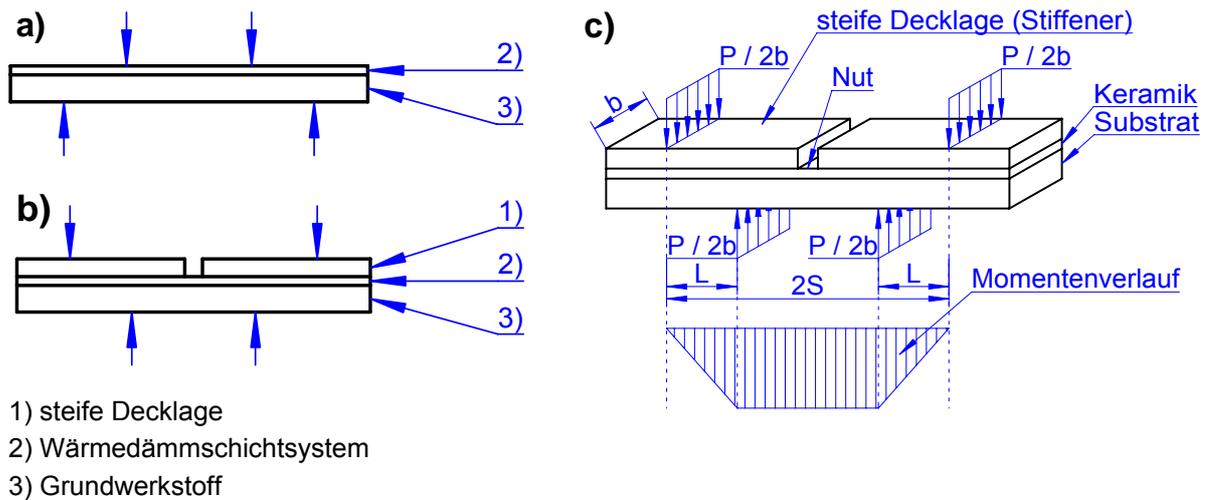


Bild 2.5 Vier-Punkt-Biegebeanspruchung an Proben ohne steife Decklage (a) bzw. mit steifer Decklage (b) und Angaben zur Geometrie und Belastung im Charalambides-Versuch (b), (c), schematisch

auftreten. In diesem Fall erfolgt in der Regel eine Delamination im Interface zwischen der MCrAlY-Schicht und keramischer Wärmedämmschicht.

Beim 4-Punkt-Biegeversuch nach Charalambides (Bild 2.5b, c), durchgeführt wieder bei Raumtemperatur, wird die Probe mit zwei Plättchen aus Metall versteift. Das Schichtsystem steht hier in dieser Versuchsanordnung unter Zugbeanspruchung. Delamination entsteht üblicherweise in der keramischen Wärmedämmschicht, weil dort aufgrund der Struktur der Keramik (Bild 1.1) der geringste Widerstand vorliegt.

Die zum Ablösen der Wärmedämmschicht benötigte Kraft stellt ein Maß für die Haftfestigkeit und somit den Delaminationswiderstand der Wärmedämmschicht dar. Die aus den Versuchen ermittelten Kennwerte lassen sich zur bruchmechanischen Beschreibung des Versagens der Wärmedämmschicht verwenden.

Bei den thermozyklischen Prüfkonzepten werden die An- und Abfahrvorgänge einer Turbine simuliert, um thermisch induzierte Wechsellasten zu erzeugen, wie sie in realen Turbinenschaufeln auftreten. Dabei ist es wichtig, dass die Wärmeeinbringung von außen erfolgt. Induktionsheizungen werden üblicherweise nicht verwendet, da die Wärmeeinbringung hier über das Wärmedämmschichtsystem wie im Betrieb erfolgen soll. Je nach Temperaturzyklus kann zusätzlich eine oxidative Beanspruchung durch eine längere Haltezeit ($> 1\text{h}$) bei Maximaltemperatur erzeugt werden.

Im Burner-Rig-Versuch, der ebenfalls zur Charakterisierung von Wärmedämmschichtsystemen eingesetzt wird, wird die Probe direkt der Flamme eines Gasbrenners ausgesetzt. Hierbei sind Zusammensetzung und Temperatur der Gasflamme der des Heißgases in Gasturbinen ähnlich, wenngleich maßgebliche Beanspruchungskomponenten nicht umgesetzt werden können. Zusätzlich besteht die Möglichkeit, dem Gasstrom Partikel beizumischen, um eine

erosive und/oder korrosive Beanspruchungskomponente zu erzeugen. Je nach Probenaufnehmer sind beim Burner-Rig-Versuch komplexe, bauteilähnliche Proben bis hin zum Bauteil mit Innenkühlung möglich (Tabelle 2.1).

Beim zyklischen Oxidationsversuch ohne Haltezeit (TF-Versuch) wird vielfach eine Flachprobe oder zyklische Probe zyklischen Temperaturwechseln mit hohen Abkühlraten ausgesetzt, ohne dass es während des Versuches zu einem nennenswerten Aufwachsen einer Oxidschicht kommt. Es wird davon ausgegangen, dass eine Erhöhung der Maximaltemperatur das Versagen der Wärmedämmschicht beschleunigt, während eine Erhöhung der Minimaltemperatur zu einer geringeren Schädigung führt [9]. Im zyklischen Oxidationsversuch mit Haltezeit dagegen wird die Oxidation durch eine hinreichend lange Haltezeit bei Maximaltemperatur erreicht. Hierbei wird das Ablösen der Wärmedämmschicht durch thermisch induzierte Wechsellasten, unterstützt durch die Wachstumsspannungen der TGO-Schicht, bewirkt [9].

In [2] wurden thermozyklische Versuche an Hohlproben in demselben Prüfaufbau wie in der vorliegenden Arbeit bei den thermomechanischen Versuchen durchgeführt. Beim thermomechanischen Ermüdungsversuch (TMF) wird die Probe zusätzlich noch mit einer mechanischen Komponente üblicherweise in einem Prüfraumen beansprucht. Die mechanische Beanspruchungskomponente soll die Spannungen simulieren, die sowohl durch die Temperaturdifferenz zwischen Oberflächentemperatur und der Temperatur auf der Schaufelinnenseite als auch durch mechanische Verspannungen verursacht werden. Dabei wird der Versuch in der Regel dehnungskontrolliert gefahren. Wenn die mechanische Dehnung mit der Temperatur zunimmt, handelt es sich um In-Phase (IP)-Beanspruchung, während eine Out-of-Phase (OOP)-Beanspruchung vorliegt, wenn die Dehnung und die Temperatur gegenläufig sind.

Aufgrund der betrieblichen Beanspruchung können sich bei innengekühlten Schaufeln an der Oberfläche im Bereich der Eintrittskante Druckspannungen einstellen. Daher wurde in diesem Vorhaben sowohl im Industriegasturbinenzyklus (IGZ) als auch im Fluggasturbinenzyklus (FTZ) eine mechanische Druckschwellbeanspruchung vorgegeben. Weiterhin wurden auch In-Phase-Versuche im Industriegasturbinenzyklus gefahren. Im Fall der In-Phase-Beanspruchung sieht die Probe eine Zugschwellbeanspruchung. Somit treten bei maximaler Temperatur unter In-Phase-Beanspruchung Zugspannungen und unter Out-of-Phase-Beanspruchung Druckspannungen (**Bild 2.6**) auf.

Die untere Zyklustemperatur im Industriegasturbinenzyklus (Bild 2.6a) beträgt $T_{\min} = 60^{\circ}\text{C}$, die obere Zyklustemperatur $T_{\max} = 930^{\circ}\text{C}$. Alle Zyklustemperaturen beziehen sich auf die Oberfläche der Haftvermittlerschicht. Sowohl die Aufwärm- als auch die Abkühl- dauer beträgt 4min. Die Haltezeit bei maximaler Temperatur beträgt 8min. Diese Dauer gilt als hinreichend, um einen Spannungsabbau im Schichtsystem durch Relaxation zu ermöglichen. Die Haltezeit bei minimaler Temperatur beträgt 4min, um einen Temperatenausgleich zwischen dem vorgegebenen und tatsächlichen Temperaturzyklus zu gewährleisten. Der

mechanische Beanspruchungszyklus beginnt mit einer Gesamtdehnung $\varepsilon = 0\%$, um dann bei T_{\max} die maximale Dehnung ε_{\max} zu erreichen. Mit dem Ende der Haltezeit wird die Dehnung innerhalb von 4min wieder auf $\varepsilon = 0\%$ reduziert.

Der Fluggasturbinenzyklus (Bild 2.6b) bildet die Beanspruchung einer gekühlten Fluggasturbinenschaufel ab. Er beginnt mit einer unteren Zyklustemperatur von $T_{\min} = 300^\circ\text{C}$, gefolgt von einer Erwärmung der Probe in 3min auf $T_{\max} = 1050^\circ\text{C}$ und 2min Haltephase bei T_{\max} . Die Probe wird anschließend in 3min auf T_{\min} abgekühlt, während die Haltezeit hierbei 1min beträgt. Der mechanische Druckschwellzyklus hat eine Phasenverschiebung von $\varphi = -135^\circ$. Diese ist definiert als der Winkel, der die Verzögerung des mechanischen Zyklus gegenüber dem Temperaturzyklus beschreibt [20]. Der negative Wert von φ bedeutet, dass der Dehnungszyklus dem Temperaturzyklus vorausseilt.

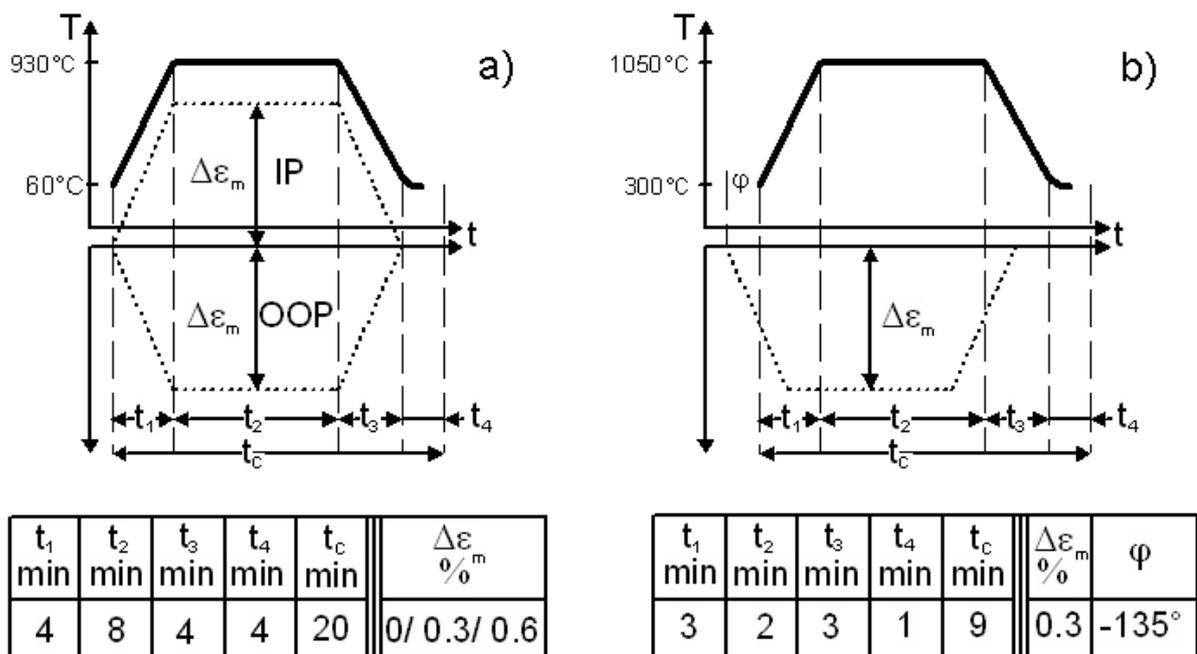


Bild 2.6 Ablauf von Temperatur und mechanischer Gesamtdehnung nach [1, 2]

Um schnelle Erwärmungsraten mit einer Wärme einbringung von außen zu realisieren, werden leistungsstarke Strahlungsöfen verwendet [2, 14]. Durch zusätzliche Innenkühlung der Hohlproben lässt sich ein radialer Temperaturgradient erzeugen (TGMF-Versuch, [12]).

Die unterschiedlichen Schädigungsmechanismen, wie sie sich abhängig von Beanspruchungsart und Probekörper einstellen, sind systematisch in **Bild 2.7** aufgetragen [9]. Hierbei handelt es sich um ein Wärmedämmschichtsystem bestehend aus dem Grundwerkstoff vom Typ CMSX-4, Haftvermittlerschicht CoNiCrAlY (LCO22) und keramischer Wärmedämmschicht vom Typ Yttrium teilstabilisiertes Zirkonoxid (YSZ). Hierbei zeigt sich, dass mit zunehmender zyklischer Beanspruchungskomponente eine Verlagerung des Risspfades von der TGO in die Wärmedämmschicht beobachtet wird. Bei Versuchen mit radialem Temperaturgradienten lies sich ebenfalls eine Verschiebung des Risspfades von der Oxidschicht in die Keramik beobachten.

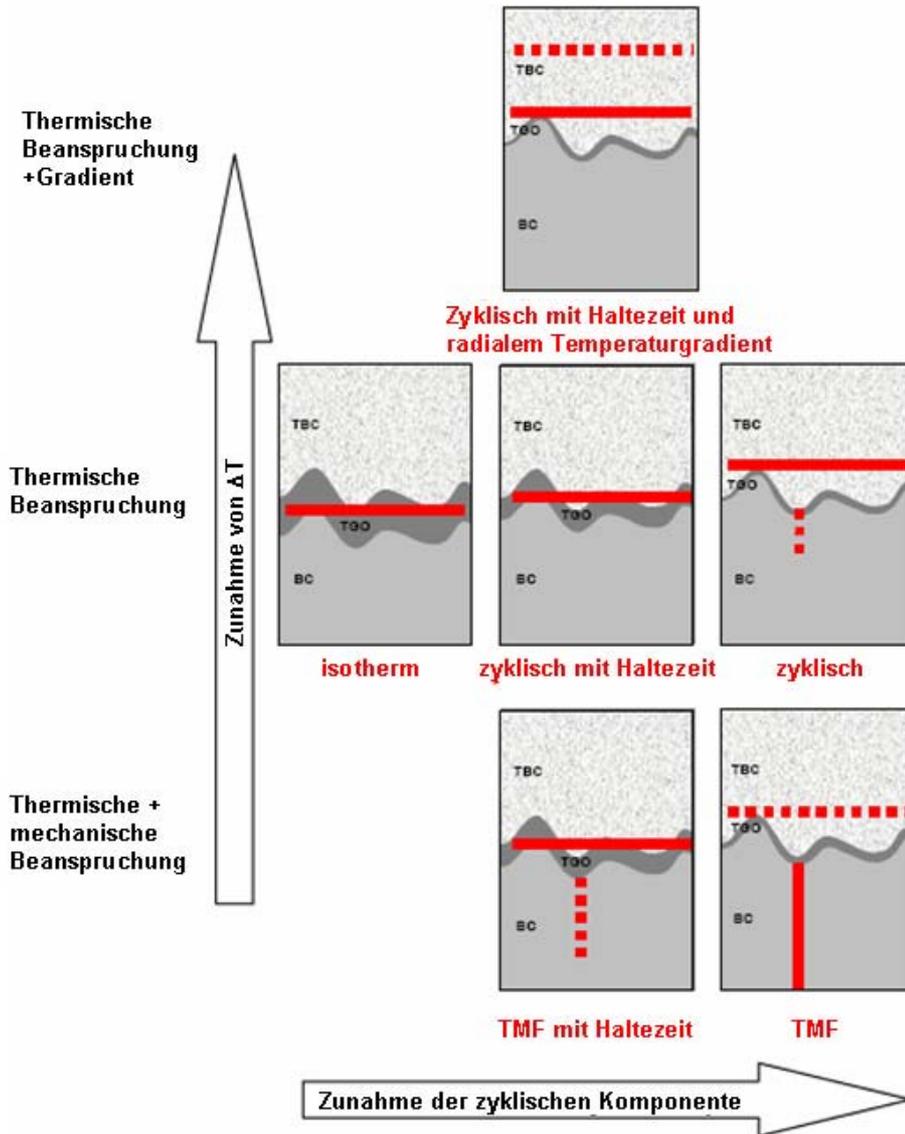


Bild 2.7 Korrelation zwischen Prüfkonzept und Schadenkonfiguration [9], APS-Wärmedämmschichtsystem

Die aus dem vorhergegangenen Vorhaben erzielten Ergebnisse [1, 2, 21, 22] lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- ⇒ Bei APS-Wärmedämmschichten weisen die Out-of-Phase-Versuche für den Fall des Industriegasturbinenzyklus eine stärkere Schädigung der Haftvermittlerschicht durch Ermüdungsrisse (Dehnungsschwingbreite $\Delta\varepsilon = 0,6\%$) im Vergleich zur In-Phase-Belastung und bei thermozyklischer Beanspruchung auf. Die Ermüdungsschädigung der Haftvermittlerschicht geht bei einer näher am Anwendungsfall liegenden Dehnungsschwingbreite von $\Delta\varepsilon = 0,3\%$ deutlich zurück. Gleichzeitig ändert sich die Orientierung der Segmentierungsriss in der Wärmedämmschicht von längs zu quer zur Probenachse.

- ⇒ Im TF-Versuch lassen sich fast ausschließlich Schädigungen in der Wärmedämmschicht identifizieren [23, 24]. Beim Fluggasturbinenzyklus wird aufgrund der hohen oberen Zyklustemperatur eine schnellere Schädigung von Wärmedämmschicht und Haftvermittlerschicht beobachtet.
- ⇒ Bei den APS-Proben mit rauher Oberfläche der Haftvermittlerschicht bilden sich nach ersten Erkenntnissen in TMF-Versuchen weniger Ermüdungsrisse in der Haftvermittlerschicht als im Fall geringerer Rauheit.
- ⇒ Im Vergleich der an APS-Wärmedämmschichten im Industrieturbinenzyklus bisher durchgeführten TMF-Versuche unter Out-of-Phase-Beanspruchung mit den reinen Temperaturwechselversuchen (TF) zeigen die TMF-Versuche unter Out-of-Phase-Beanspruchung längere Lebensdauern. Dabei wird bisher beobachtet, dass sich die schädigungsrelevanten Risse in die keramische Deckschicht verlagern [2].
- ⇒ Als ein weiterer wichtiger Schädigungsbefund bei APS-Schichten im Industriegasturbinenzyklus zeigt In-Phase-Beanspruchung Delamination der keramischen Wärmedämmschicht, während dies bei den bisher durchgeführten Out-of-Phase-Versuchen selbst nach längsten Versuchsdauern von rund 1700h nicht zu beobachten war. In-Phase führt daher im Vergleich zu Out-of-Phase zu um etwa Faktor 2 kürzeren Lebensdauern.
- ⇒ Einzelne Ergebnisse an EB-PVD-Proben zeigen im Zyklus mit Phasenverschiebung ($\varphi = -135^\circ$) Delaminationsrisse in der Wärmedämmschicht sowie in der TGO, jedoch keine Ermüdungsrisse in der Haftvermittlerschicht. Dies deckt sich auch mit den Untersuchungen in [25].

Zusammenfassend konnten in [1, 2] wichtige Erkenntnisse über den Einfluss der Oberflächenrauheit bei APS-Schichtsystemen, aber auch in geringerem Umfang an EB-PVD-Wärmedämmschichtsystemen und über die Erzeugung typischer Schädigungen gewonnen werden. Dabei ließen sich aus 4-Punkt-Biegeversuchen Daten gewinnen, wie sie in Lebensdauermodellen benötigt werden.

Ausgehend von einer experimentellen Basis mit teilweise langzeitigen TMF-Versuchen gewinnen Rechenmodelle zur Nachrechnung der Beanspruchungen im Schichtverbundsystem und schließlich Lebensdauermodelle zunehmend an Bedeutung.

2.2. Simulation und Lebensdauermodelle

Die Vorhersage der Lebensdauer von Wärmedämmschichten in Gasturbinen ist eine noch weitgehend ungelöste Aufgabe, da in der industriellen Anwendung ein Wechselspiel sowohl von mechanischer als auch von thermischer Beanspruchung des Bauteils erfolgt und darüber hinaus auch chemische Vorgänge zu einer Schädigung der Wärmedämmschicht führen können. Eine verlässliche Vorhersage der Lebensdauer ist aber für einen ökonomischen Betrieb unerlässlich, damit Wartungsintervalle möglichst groß gewählt werden

können, um Kosten zu sparen und trotzdem einen sicheren und störungsfreien Betrieb der Maschine zu gewährleisten. Eine Modellierung der Vorgänge ist sehr komplex, da das Modell alle schadensrelevanten Parameter und deren Wechselwirkung berücksichtigen sollte, damit eine zuverlässige Vorhersage möglich ist.

Im Betrieb bildet sich durch Reaktion von Sauerstoff der Betriebsatmosphäre mit dem Aluminium der Haftvermittlerschicht die hauptsächlich aus Al_2O_3 gebildete, zunächst fest haftende und dichte Oxidschicht (TGO) (**Bild 2.8**), die den hochwarmfesten Grundwerkstoff der Schaufel vor weiterer Oxidation schützt. Aluminium aus der Haftvermittlerschicht diffundiert nach, so dass in der γ -Phase am Übergang zur TGO-Schicht immer eine Al-Aktivität aufrecht erhalten bleibt, welche die Bildung von Al_2O_3 ermöglicht. Erst wenn die Aluminium-Aktivität nicht mehr ausreicht, um Al_2O_3 zu bilden, bilden sich andere Oxide wie z.B. Spinelle. Durch die TGO-Schichtdicke (Rauheit) werden lokal Spannungen induziert, die lokal im Grenzflächenbereich zur Schädigung der Wärmedämmschicht beitragen. Bei APS-Wärmedämmschichten, die aufgrund ihres Aufbaus im grenzflächennahen Bereich Stellen erhöhter Spannungskonzentration aufweisen, können solche Risse parallel zur Grenzschicht in die Wärmedämmschicht hineinwachsen und zum so genannten kohäsiven Versagen führen [27-29]. Mit fortschreitender Aluminiumverarmung können schnell wachsende Spinelle, die sich in der TGO-Schicht bilden, das Abheben von Wärmedämmschichtsegmenten bewirken [30]. Im grenzschichtnahen Bereich kann die Bildung der TGO-Schicht eine Umkehrung des alternierenden Spannungsverlaufes bewirken und auf diese Weise ausschlaggebend für die Rissentstehung und den Rissfortschritt werden [30, 31]

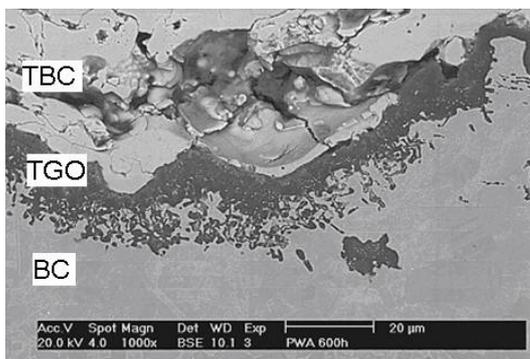


Bild 2.8 APS-Wärmedämmschichtsystem nach Glühung über 600h bei 1000°C, mit einer für PWA 286 typischen Bildung der TGO-Schicht, Beitrag der DECHEMA [2]

Im Fall von EB-PVD-Wärmedämmschichten kann ein Defekt, der sich als Riss entlang der Grenzfläche Haftvermittlerschicht/Wärmedämmschicht ausbreitet, unter der beim Abkühlen des Verbundes infolge der thermischen Fehlpassung entstehenden Druckbeanspruchung des Verbundsystems zum Versagen der Wärmedämmschicht durch Beulen führen. Durch Oxidation, Mikrorissbildung und -wachstum, Zusammenwachsen von vorhandenen Rissen und Koagulieren von Poren in der TGO-Schicht (**Bild 2.9**) in der ursprünglichen Grenzfläche und auch im grenzflächennahen Bereich kann eine kritische Delaminationsrissgröße entstehen, die das Aufbeulen der Wärmedämmschicht in der Abkühlphase einer thermozyklischen Beanspruchung ermöglicht. Dieses Aufbeulen kann bei hohen Temperaturen

durch Relaxation der Wärmedämmschicht gefördert werden [31]. Große Delaminationsrisse oder Anrissfelder in vielen kleinen Rissen parallel zur Oberfläche des Grundwerkstoffs stören die Wärmeleitung aus der Schicht in den Grundwerkstoff, was zu lokalen Überhitzungen an der Oberfläche der Keramik führen kann. Hierdurch entstehen Zug-Normalspannungen im Randbereich, die ein stationäres Risswachstum und als Folge Aufbeulen und schließlich Delamination im stationären Betrieb verursachen.

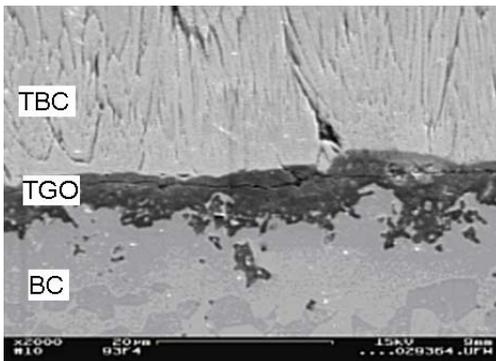


Bild 2.9 EB-PVD-Wärmedämmschichtsystem nach thermischer Zyklierung [1]

Sintervorgänge, die mit zunehmender Temperatur und Dauer im Bereich höherer Temperaturen bei APS-Schichten und EB-PVD-Schichten aus Y_2O_3 -stabilisiertem Zirkonoxid aufgrund der kinetischen Randbedingungen von Bedeutung sind, wurden bei den bisherigen Untersuchungen [1, 2] nicht betrachtet. Durch Sintervorgänge kommt es zu einer Verdichtung des Gefüges durch Abbau von Poren und zum Ausheilen von Mikrorissen und somit zu einer Veränderung der Schichteigenschaften, wie z.B. erhöhter E-Modul, geringere Dehnungstoleranz wegen des Fortfalls von Mikro- und Segmentierungsrisse und erhöhter Wärmeleitfähigkeit. Sinterungsbedingte Schwindungsvorgänge können Zugspannungen in der Schicht mit entsprechenden Scherspannungen in der Grenzfläche zum Grundwerkstoff [32, 33] bewirken. Tritt neben den Sintervorgängen eine erhöhte Temperatur auf, verändert sich der Aufbau der Wärmedämmschicht durch Bildung der kubischen Phase und der tetragonalen Phase t , wobei sich dann diese Phase mit abnehmender Temperatur unter Volumenänderung in die monokline Phase m umwandelt.

Wärmedämmschichten auf Gasturbinenschaufeln werden lagenweise aufgebracht. Diese Schichtstruktur muss nach einer Schichtschädigung ein Weiterbetrieb der Schaufel ohne Versagen bis zum nächsten Inspektionsintervall ermöglichen, was die volle Ausnutzung des Potentials der Wärmedämmschicht einschränkt. Um dieser Einschränkung zu begegnen, ist eine zuverlässige Vorhersage über die Lebens- bzw. Restlebensdauer erforderlich [34]. Dabei ist die thermomechanische Belastung des Verbundsystems, die Schichthaftung, die Änderungen der physikalischen und chemischen Eigenschaften und die sich verändernden Spannungs-Dehnungszustände im Schichtsystem sowie der zulässige Oxidationsangriff zu berücksichtigen.

2.2.1. Klassische Lebensdauermodelle

Viele empirische Lebensdauermodelle basieren auf dem Modell von Manson und Coffin [35-37], das für die Beschreibung einer zyklischen Beanspruchung metallischer Werkstoffe entwickelt wurde. Die Übertragung dieses Modells auf den in der Wärmedämmschicht bestehenden Keramik-Metall-Verbund erfolgte in den 80er Jahren durch die NASA [38]. Darin wird das Versagen der Wärmedämmschicht als einstufiger Prozess betrachtet, das bei rein thermozyklischer Beanspruchung aus der Summe der Schädigungen jedes einzelnen Zyklus resultiert. Einige aktuelle Modelle basieren auf Weiterentwicklungen dieser Arbeiten [11, 39], und werden deshalb im Folgenden dargestellt.

Das von der NASA entwickelte Lebensdauermodell berücksichtigt die Wechseldehnung im Schichtverbund bei thermozyklischer Beanspruchung und das Wachstum der Oxidschicht auf der Haftvermittlerschicht und beschreibt das daraus entstehende Delaminationsproblem summarisch [32, 40, 41]. Als Berechnungsbasis dient das für das zyklische Versagen metallischer Werkstoffe entwickelte Modell von Coffin

$$N_A = A \cdot \Delta \varepsilon_p^{-b} \quad (2.1)$$

mit einer von der plastischen Dehnungsschwingbreite $\Delta \varepsilon_p$ abhängigen Anrisswechselzahl N_A sowie Konstanten A und b . Für die lebensdauerrelevante "quasiplastische" Dehnungsschwingbreite $\Delta \varepsilon$ eines Keramik-Metallschichtverbundes wurde folgendes Modell entwickelt [42]:

$$\Delta \varepsilon = (\Delta \varepsilon_{ff} / \Delta \varepsilon_{in}) (1 - \delta / \delta_c)^c + (\delta / \delta_c)^c. \quad (2.2)$$

In dieses Modell geht die inelastische Dehnungsschwingbreite mit $\Delta \varepsilon_{ff}$ ein, bei der die Wärmedämmschicht ohne Vorhandensein einer TGO-Schicht versagt und mit $\Delta \varepsilon_{in}$ die inelastische Dehnungsschwingbreite zwischen Keramikschicht und Substrat, die aus einer inelastischen Finite-Element-Analyse errechenbar ist. Weitere Parameter sind die kritische TGO-Oxidschichtdicke δ_c , bei der die Wärmedämmschicht in einem einzigen Thermozyklus versagt, sowie die fortlaufend zunehmende TGO-Schichtdicke δ , die einem Temperatur-Zeit-Gesetz folgt. Die Gleichungen (2.1) und (2.2) wurden im NASA-Modell zu der Beziehung

$$N_A = [(\Delta \varepsilon_{ff} / \Delta \varepsilon_{in}) (1 - \delta / \delta_c)^c + (\delta / \delta_c)^c]^{-b} \quad (2.3)$$

für die Anzahl der Zyklen N bis zum Schichtversagen kombiniert. In [42] werden in einem Beispiel $\Delta \varepsilon_{ff} = 1,6\%$, $b = 7,64$, $\delta_c = 14\mu\text{m}$ und die Konstante c als empirisch zu ermittelnder Wert angegeben. Die nach Gl. (2.3) vorhergesagten Versagenswechselzahlen wurden in [43] mit experimentellen Werten verglichen, die in Burner-Rig-Versuchen an thermozyklisch geprüften beschichteten Proben ermittelt wurden. Sowohl für APS-Schichten als auch für EB-PVD-Schichten ergab sich eine annehmbare Übereinstimmung zwischen Vorhersage und Experiment (**Bild 2.10a**). Das NASA-Modell geht im Einzelnen nicht auf die Schadensmechanismen ein und seine Anwendung ist auf zyklische Beanspruchung begrenzt.

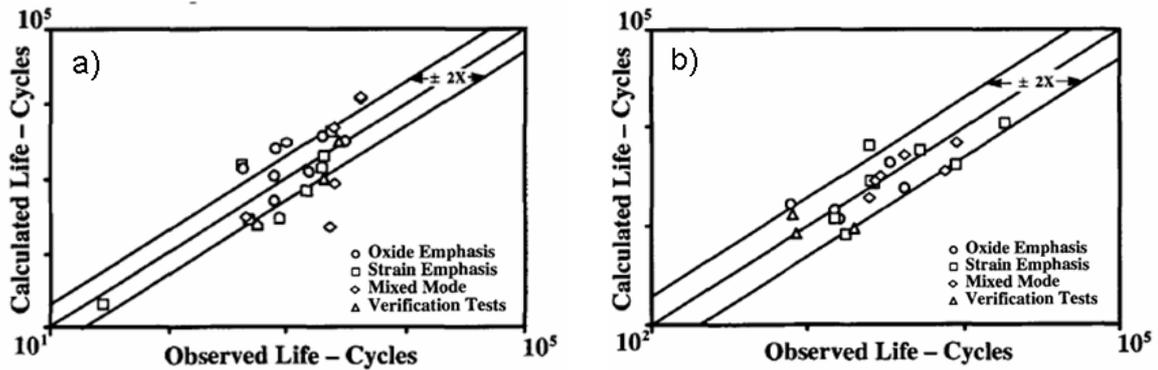


Bild 2.10 Experimentelle Überprüfung des NASA-Modells für APS-Schichten (a) und für EB-PVD-Schichten (b) im Burner-Rig-Versuch [42, 43]

Mechanismenorientierte Versagensmodelle (Bild 2.10b) konzentrieren sich vor allem auf PVD-Schichtsysteme. In [44] wird Schichtversagen unter der Voraussetzung eines Defektes beschrieben, der sich als Riss entlang der Grenzfläche Haftvermittlerschicht/Wärmedämmschicht ausbreiten kann und unter der beim Abkühlen des Verbundes infolge der thermischen Fehlpassung entstehenden Druckbeanspruchung des Verbundsystems zum Versagen der Wärmedämmschicht durch Beulen führt (**Bild 2.11a**).

In einer anderen Betrachtung von [45] wird von Scherrissen ausgegangen, die von der Oberfläche der Wärmedämmschicht bis zur Grenzfläche der Haftvermittlerschicht reichen und unter Druckbeanspruchung des Verbundsystems die Delamination der Haftvermittlerschicht hervorrufen (Bild 2.11b). In [46] wird gezeigt, dass Grenzflächenschäden unter der Wärmedämmschicht zusammenwachsen können, bis eine kritische Rissgröße erreicht wird, die dann zur Delamination der Wärmedämmschicht führt (Bild 2.11c).

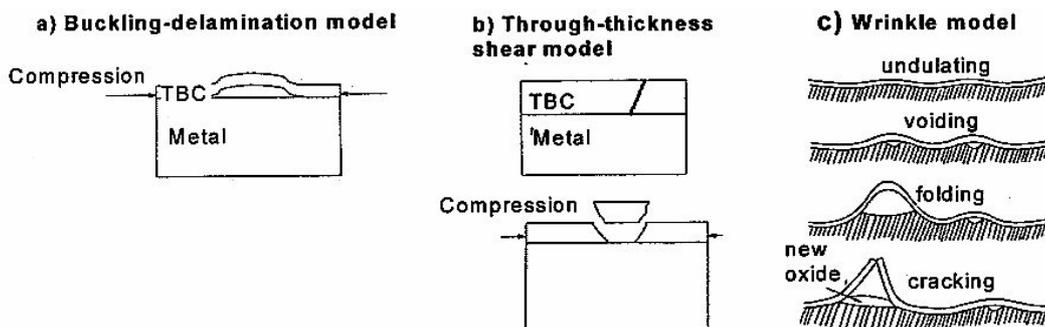


Bild 2.11 Schädigungsmodelle ausgehend von einer Rissbildung infolge thermischer Fehlpassung [45, 46, 47]

Ein vierphasiger Versagensvorgang ist in [47] beschrieben. Danach treten zunächst Defektkeime in oder nahe der TGO-Schicht auf, die zu kleinen Trennungen führen und zusammenwachsen. Hierbei stellen Querspannungen die Energie für das Zusammenwachsen der Risse zur Verfügung. Das Schichtsystem bleibt zunächst an einzelnen Ligamenten angebunden. Die Schichttrennung an den Ligamenten und damit das endgültige Schichtversagen

wird entweder von einer Delamination eingeleitet, die von einer Körperkante ausgeht, oder vom Beulen zwischen den Ligamenten.

2.2.2. Finite-Element-Simulation

Ausgehend von einer rein phänomenologischen Betrachtung bis hin zur Delamination bilden die Betrachtungen der Spannungs- und Dehnungsverteilung mit Hilfe von Finite-Element-Rechnungen ein wichtiges Hilfsmittel zum Verständnis von Schädigungsursachen und Schädigungsverlauf [48-53]. Dort wird das Wärmedämmschichtsystem in einer hinreichend genauen Netzstruktur modelliert und die zeitliche Änderung von Dehnungen und Spannungen unter Variation der äußeren Belastung, also wechselnder Temperatur und überlagerter mechanischer Belastung das Schädigungsverhalten simuliert. Von Interesse sind dabei die sich qualitativ ändernden lokalen Dehnungs- und Spannungsverteilungen. Diese sind abhängig von der Geometrie der Oberfläche der Haftvermittlerschicht, welche in den sich in der Literatur befindlichen Modellierungen meist durch einen sinusförmigen Verlauf abgebildet werden [19, 54, 55].

Bei diesen meist auf 2D-Rechnungen beschränkten Simulationsrechnungen muss das TGO-Schichtwachstum ebenso berücksichtigt werden wie Relaxationsvorgänge in der Haftvermittlerschicht bzw. Kriechen der Schichtverbundpartner [48]. Die eigenen Arbeiten konzentrieren sich auf Finite-Element-Rechnungen mit unterschiedlicher Geometrie (Rauheit) der Haftvermittlerschicht [2], aber noch ohne TGO-Schichtwachstum.

2.2.3. Dehnungsbasiertes Lebensdauermodell

Andere Modelle, die die Mikrostruktur oxidischer Deckschichtsysteme berücksichtigen, behandeln das Versagen als Zweistufenprozess [15, 16, 56-58], in dem zwei grundlegende Mechanismen das Versagen verursachen.

Mechanismus 1 geht von einer starken Haftung der TBC und einer geringen Eigenfestigkeit der Schicht (TBC) aus: Das Versagen beginnt hier in der Beschichtung, die zuerst Rissbildung zeigt. In der zweiten Stufe vollzieht sich Delamination der Schicht entlang der Grenzfläche.

Mechanismus 2 geht vom umgekehrten Fall aus: Eine schwache Grenzfläche und eine widerstandsfähige Keramikschrift führen zuerst zu einer Delamination und nachfolgend zu einem Durchriss in der Schicht.

Die empirischen Modelle besitzen den Vorteil, dass alle auftretenden Schädigungsaspekte Berücksichtigung finden. Die experimentellen Daten werden dabei an möglichst industrienahe ausgelagerten Proben gewonnen und beinhalten demnach alle möglichen Schädigungsaspekte.

Basis für das Lebensdauermodell dieses Vorhabens ist die mechanische Dehnung des Wärmedämmschichtsystems bis zum Versagen. Der kritische Wert der Dehnung, bei dem das Versagen eintritt, und insbesondere die Abhängigkeit der kritischen Dehnung von der

vorangegangenen Beanspruchung (isotherm, thermozyklisch oder thermomechanisch) spielt dabei die zentrale Rolle und wird mittels Schallemissionsmessungen [15, 16] an speziellen Proben im Labor ermittelt.

Grundlage ist ein zweistufiger Schädigungsmechanismus, wie er in **Bild 2.12** dargestellt ist. Im ersten Schritt findet Mikrorisswachstum in der Keramik-Schicht statt („mixed mode cracking“), bis hin zum makroskopischen Delaminationsriss (Bild 2.12a) - gefolgt von Schritt 2, dem Ablösen der Keramik und der Segmentierung („through cracking“) der Wärmedämmschicht (Bild 2.12b). Dieser Ansatz deckt sich mit den in [49] entwickelten Vorstellungen aus Rissuntersuchungen an APS-Wärmedämmschichtsystemen.

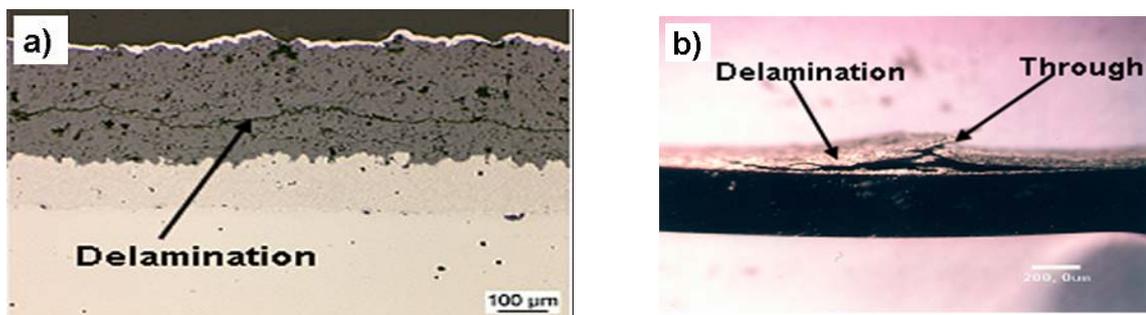


Bild 2.12 Zwei-Schritt-Prozess, (a) Bildung makroskopischer Delaminationsrisse und (b) Segmentierungsrisss (Durchriss) durch die Wärmedämmschicht und Abheben der WDS [15, 16]

Die Evolution dieser Rissinitiierungsphase und ebenso das Versagen der Schicht durch Ausbildung des Segmentierungsrisse können in-situ mit Schallemissionsanalyse beobachtet werden. Es ergibt sich typischerweise ein Verlauf, wie er in **Bild 2.13** anhand der Schallemissionsmessung während eines 4-Punkt-Biege Versuchs dargestellt ist. Der erste Anstieg der akustischen Signale mit zunehmender Dehnung zeigt den Beginn der Schädigung mit Schritt 1, dem Mikrorisswachstum und der Ausbildung des Delaminationsrisse. Ein zweiter Peak im akustischen Signal entsteht bei der Ausbildung des Segmentierungsrisse, der in diesem Fall das Versagen der Schicht bedeutet. In Abhängigkeit von der Vorschädigung der

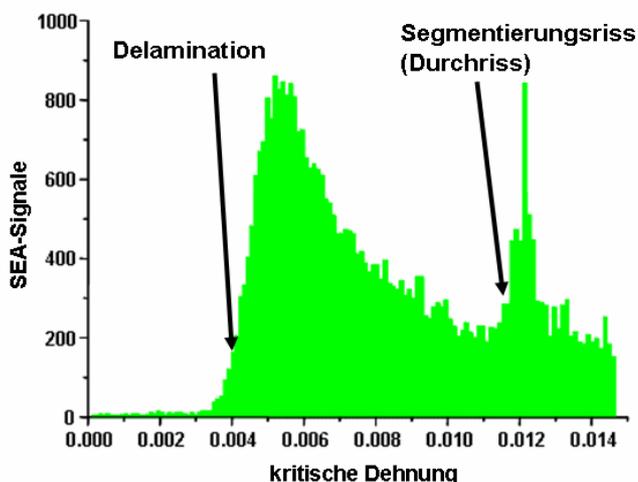


Bild 2.13 Ermittlung der kritischen Dehnungen für makroskopische Delaminationsrisse und für den Beginn der Segmentierung der WDS durch SEA-Messungen am Beispiel von einer mit APS beschichteten Flachprobe als Grundlage zur Erstellung des Lebensdauermodells [15, 16].

Probe ergeben sich unterschiedlich hohe Werte für die kritische Dehnung für Delamination bzw. Segmentierung (Durchriss), die für die Modellierung herangezogen werden können.

Das bisherige Modell [15, 16] beinhaltet die kritische Dehnung, die durch isotherme und zyklische Oxidation beeinflusst wird, jedoch ist für die Anwendung des Modells ein nicht unerheblicher experimenteller Aufwand nötig. Zum Beispiel muss die Schädigungskinetik von zyklischen Auslagerungsversuchen mittels in-situ Schallemissionsmessungen bestimmt werden. Dies ist für thermomechanische Ermüdungsversuche bisher nicht möglich. Ziel des Vorhabens war es daher, das dehnungsbasierte Lebensdauermodell für die Anwendung zu vereinfachen, es um die mechanische Komponente zu erweitern und schließlich mit Daten von TGMF-Versuchen zu verifizieren.

3. Aufgabenstellung

Das Ziel dieses Vorhabens bestand in der Analyse und Modellierung von Delamination und Durchriss von Wärmedämmschichten am Beispiel eines aktuellen APS-Wärmedämmschichtsystems unter thermomechanischer Beanspruchung. Das Wärmedämmschichtsystem besteht aus dem einkristallinen Grundwerkstoff CMSX-4, der Haftvermittlerschicht vom Typ CoNiCrAlY (LCO 22) und der keramischen Deckschicht $ZrO_2+8\%Y_2O_3$ (TBC). Mithilfe einer Vorausschichtung war eine TGO-Schicht einzustellen, die die thermische Wirkung repräsentiert und die weitere Schädigungsentwicklung beeinflusst. Als Grundlage für die Modellierung sollte das dehnungsbasierte Lebensdauermodell des KWI herangezogen werden, das auf thermomechanische Beanspruchung zu erweitern war. Zur Gewinnung einer experimentellen Datenbasis waren thermomechanische (TGMF-) Kriechermüdungsversuche durchzuführen. Die hierzu erforderliche experimentelle Weiterentwicklung einer vorhandenen Prüfapparatur betrifft die kontinuierliche Innenkühlung zur Einstellung eines relevanten Temperaturgradienten durch eine leistungsfähige Erwärmung der Probe von außen. Experimentell untersucht werden sollte das Rissausbreitungsverhalten in APS-Wärmedämmschichtsystemen sowohl für eine In-Phase- (IP) sowie für eine Out-of-Phase-Beanspruchung (OOP), um die lokal unterschiedlichen Beanspruchungsverhältnisse in Schaufeln charakterisieren zu können.

Zur Bewertung der mechanischen Stabilität der Wärmedämmschichten, sowie für die Validierung des Lebensdauermodells sollte mittels mechanischer Experimente die kritische Dehnung bis zur Delamination bzw. Durchriss bestimmt werden. Dazu wurden ausgewählte Proben unmittelbar nach Abschluss der TGMF-Beanspruchung bei Raumtemperatur mit einer niedrigen Verformungsgeschwindigkeit bis zum Durchriss unter Verwendung der Schallemissionsanalyse beansprucht. Insgesamt wurde angestrebt, die Evolution der Schichtschädigung im Wärmedämmschichtsystem gekühlter Gasturbinenschaufeln mithilfe des zu erweiternden Lebensdauermodells nachzubilden und zu beschreiben. In Schliiffuntersuchungen nach der TGMF-Beanspruchung sollten Rissbefunde in den Schichtverbundsystemen einschließlich der Grenzschichten klassifiziert und quantifiziert werden. Aus 4-Punkt-Biegeversuchen nach isothermer und zyklischer Auslagerung an Flachproben waren ergänzende Daten für die Modellierung zu gewinnen.

Die vergleichende Betrachtung der Rissbefunde mit Finte-Element-Rechnungen soll zu einem besseren Verständnis der Schädigungsvorgänge beitragen.

Entsprechende Untersuchungen an einem EB-PVD-Schichtsystem wurden nur in stichprobenartigem Umfang durchgeführt. Unbekannt sind in diesem Zusammenhang die Schichtschädigung und damit auch die kritische Dehnung für beide prinzipiell unterschiedliche Schichtsysteme. Die Datenbasis zur Entwicklung eines Lebensdauermodells reicht aber nicht aus; weshalb im vorliegenden Bericht nicht weiter darauf eingegangen wird.

Die Untersuchung und Beschreibung der Rissbefunde an Bauteilsegmenten sollte wichtige Einblicke in die reale Schichtschädigung liefern. Hierbei war die Frage zu klären, inwieweit die entsprechenden Befunde aus den TGMF-Proben an Bauteilsegmenten zu finden sind.

Weiter war im Zusammenhang mit der Lebensdauermodellierung die Frage der Übertragbarkeit zu klären. Die Bestimmung der kritischen Dehnung sollte durchweg an mit 1000°C vorausgelagerten Proben erfolgen. Daher stellt sich auch die Frage der Anwendbarkeit des Modells auf Temperaturen kleiner 1000°C.

4. Lebensdauermodell

Basis des in dieser Arbeit weiter zu entwickelnden Lebensdauermodells sind kritische Dehnungen in Verbindung mit den bruchmechanischen Eigenschaften der Wärmedämmschichtsysteme. Daher finden in diesem Modell hauptsächlich mechanische Kenngrößen Eingang. Ausgangspunkt ist die klassische Theorie von Griffith [58, 59], nach der die kritische Spannung σ_c (Versagenszeitpunkt) reziprok proportional zur Wurzel aus der (für das Versagen verantwortlichen) physikalischen Defektgröße c ist. Die sich ergebende Proportionalitätskonstante K_c wird als Bruchzähigkeit bezeichnet und ist eine materialabhängige Konstante.

$$\sigma_c = \varepsilon_c \cdot E \propto \frac{K_c}{\sqrt{\pi c}} \quad (4.1)$$

Darin sind ε_c die kritische, elastische Dehnung und E der Elastizitätsmodul. Je nachdem, welcher Rissmodus vorliegt wird für Modus I (Zugmodus) bzw. Modus II (Schubmodus) entsprechend K_{Ic} bzw. K_{IIc} verwendet. Es existieren jedoch keine experimentellen Daten für K_{IIc} , und üblicherweise wird angenommen, dass $K_{Ic} \leq K_{IIc}$ ist [58]. Die Verwendung von K_{Ic} liefert somit zumindest eine konservative Annäherung für die Bruchzähigkeit.

Im Rahmen dieses Vorhabens wurde aus den modifizierten Charalambides-Versuchen (siehe Kap 5.2.4) ein experimenteller Wert für die Bruchzähigkeit der Wärmedämmschichten ermittelt, der einem gemischten Modus entspricht. Im Folgenden wird diese Mixed-Mode-Bruchzähigkeit für die Modellierung verwendet und mit K_c bezeichnet.

Für verschiedene Versagensarten, die in einem dreidimensionalen Körper auftreten können, kann Gleichung (4.1) modifiziert werden. So gilt [58]:

	Zug		Druck
Delamination	$\varepsilon_c^{d+} = \frac{2K_c}{f \cdot E_{Ox} \sqrt{\pi c}} \quad (4.2)$	(4.2)	$\varepsilon_c^d = \frac{K_c}{f \sqrt{\pi c}} \cdot \frac{(1 + r/d)(1 + \nu)}{2E_{TBC}} \quad (4.3)$

Durchriss	$\varepsilon_c^s = \frac{K_c}{f \cdot E_{TBC} \sqrt{\pi c}} \quad (4.4)$	(4.4)	$\varepsilon_c^{sh} = \frac{2K_c}{f \cdot E_{TBC} \sqrt{\pi c}} \quad (4.5)$
------------------	--	-------	--

Darin sind: d die Dicke der TBC, E_{TBC} der Elastizitätsmodul bzw. die Steifigkeit der TBC, r die Grenzflächenrauigkeit zwischen Haftvermittlerschicht und TBC, ν die Querkontraktionszahl und f ein Geometrieparameter, der für verschiedene Defektgeometrien Werte zwischen 0,64 und 1,12 annehmen kann [58]. Der gleiche Satz von Gleichungen lässt sich auch für die TGO verwenden.

Die schädigungsrelevanten Parameter in diesen Gleichungen sind die physikalische Defektgröße c sowie die Steifigkeit der TBC E_{TBC} , während der Geometrieparameter (Defekt-

geometrie) und der K_c -Wert Konstanten darstellen. Ebenso können die Querkontraktionszahl, die TBC-Schichtdicke und die Grenzflächenrauigkeit als konstant für ein Schichtsystem betrachtet werden. Die Veränderungen der wesentlichen Schädigungsparameter c und E während des Verlaufs einer typischen Probenauslagerung sind für die Fälle 1000 Stunden lastfreie isotherme Auslagerung und nachfolgender thermomechanischer Ermüdung in Bild 4.1 dargestellt. Während der isothermen Vorauslagerung findet zunächst ein starkes Versintern der Wärmedämmschicht statt. Dabei reduzieren sich Porosität und Mikrorisse, was zu einem Anstieg des Elastizitätsmoduls führt. Trotz dieser sinterungsbedingten Gefügeveränderungen bleibt die versagensrelevante Rissstruktur in der Keramik nahezu gleich. Die maximale Defektgröße bleibt weitgehend konstant.

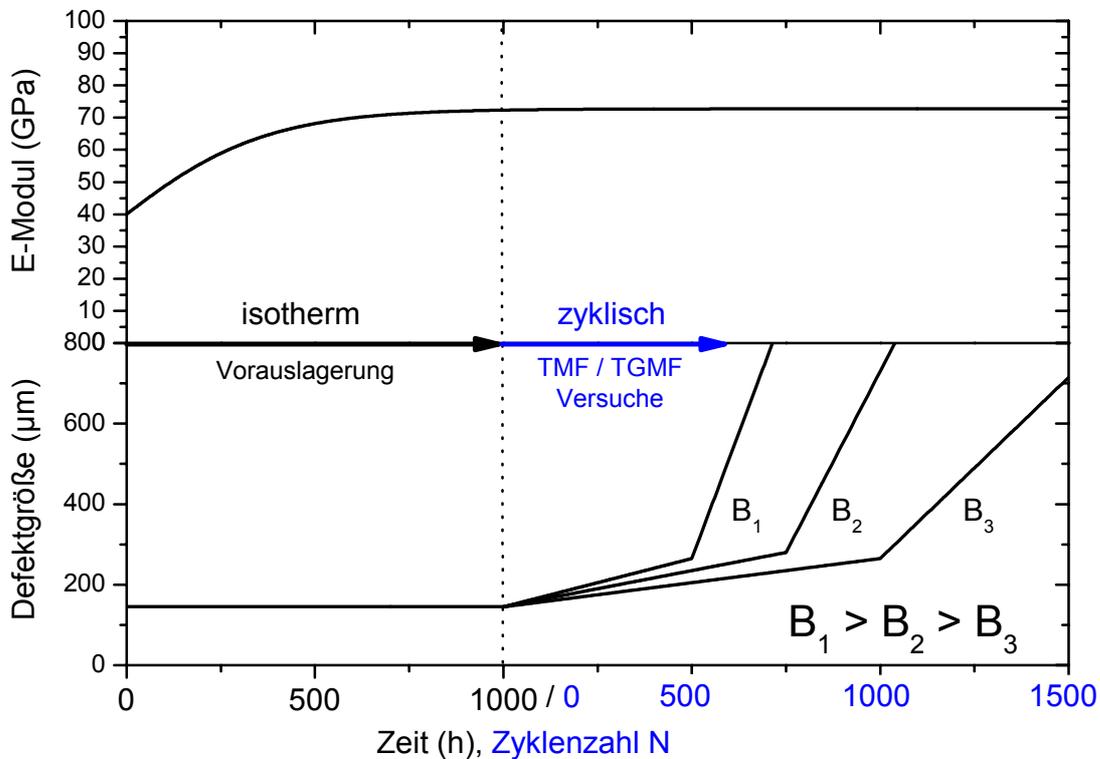


Bild 4.1 Darstellung der wesentlichen Schädigungsparameter im bruchmechanischen Lebensdauermodell.

Nachdem der Versinterungsvorgang während der isothermen Vorauslagerung weitgehend abgeschlossen wird, kommen während der anschließenden thermomechanischen Beanspruchung die Sinterprozesse nahezu zum Erliegen, weshalb auch die Steifigkeit keiner signifikanten Veränderung mehr unterliegt. Jedoch führen hauptsächlich die Abkühlvorgänge der zyklischen Beanspruchung und die mechanische Wechselbeanspruchung in diesem zweiten Teil zu vermehrtem Risswachstum, was zu einem Anstieg der physikalischen Defektgröße führt. Dieser Anstieg ist zudem stark von der Beanspruchungsart B abhängig und führt für höhere Beanspruchung, also z.B. höhere mechanische Belastung, längere Haltezeit, höhere Temperaturdifferenz, zu einem verstärkten Risswachstum pro Zyklus.

4.1. Modellkomponente 1 – Isotherme Vorauslagerung

Der Einfluss einer isothermen Auslagerung auf die kritische Dehnung der Wärmedämmschicht findet in der ersten Teilkomponente des Lebensdauermodells Berücksichtigung. Wie oben beschrieben, führt eine isotherme Beanspruchung hauptsächlich zu einer Veränderung der Steifigkeit E , die durch Versintern der Wärmedämmschicht und durch die damit verbundene Abnahme der Porosität P verursacht wird. Ein Einfluss der wachsenden TGO-Schichtdicke wird hier nicht betrachtet, da er für APS-Schichten unter den hier untersuchten Bedingungen als vernachlässigbar angesehen wird. Zusätzlich könnte auch die Länge des kritischsten Defekts durch eine isotherme Auslagerung verändert werden. Bei den hier betrachteten Proben konnte jedoch keine signifikante Veränderung in den Risslängen für die längsten Risse beobachtet werden.

Die Steifigkeit E kann als eine Funktion der Porosität aufgefasst werden, siehe (4.6) und über den zeitlichen Verlauf des Sinterprozesses eine Modellierung erfolgen. Üblicherweise weisen die verwendeten APS-Wärmedämmschichten im Ausgangszustand eine Flächenporosität von 12% (bestimmt aus metallographischen Schliffbildern) auf, wobei die Porosität durch die verwendeten Spritzparameter in bestimmten Grenzen variiert werden kann. Die Abnahme der Porosität wurde aus experimentellen Daten modelliert [3] und führt zu einem

$$E_{\text{sintering}}^{\text{TBC}}(t) = E_0 \cdot \frac{P(t)}{P_0} \quad (4.6)$$

Anstieg des E-Moduls gemäß Gleichungen (4.6) und (4.7), wobei eine anfängliche Steifigkeit der YSZ-Keramik von $E_0 = 30\text{GPa}$ zugrunde gelegt wurde.

In **Bild 4.2** sind die experimentellen Daten für die Porosität $P(t)$,

$$P(t) = P_0 \cdot \left(0.55 - 0.45 \cdot \exp\left(-\frac{t}{478.95}\right)\right) \quad (4.7)$$

zusammen mit der für die Modellierung verwendeten Kurve, sowie der sich daraus ergebende Verlauf des E-Moduls der Wärmedämmschicht dargestellt.

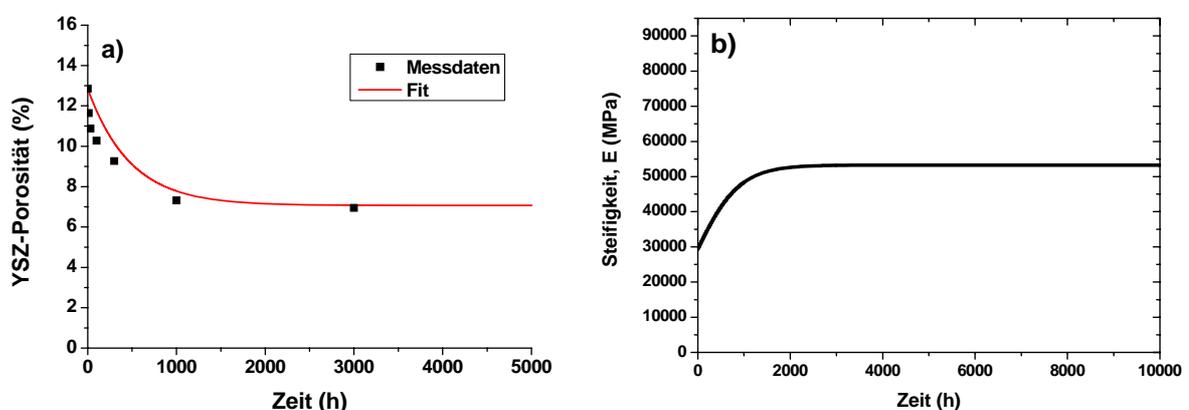


Bild 4.2 Abnahme der Porosität in APS-Wärmedämmschichten und Verlauf der Steifigkeit in Abhängigkeit von der isothermen Auslagerungsdauer bei 1050°C [3].

Wie bereits erwähnt, ist der zweite wichtige schädigungsrelevante Parameter in den Gl. (4.2) bis (4.5) die physikalische Defektgröße c , also die vorliegende Defektstruktur. Dabei ist der größte im Schichtsystem vorliegende Defekt maßgeblich, da er bei mechanischer Beanspruchung zum Versagen führen kann. Eine Analyse der in den Wärmedämmschichten vorhandenen Defekte ist sehr aufwendig und schwer zu bewerten. Üblicherweise erfolgt eine Auswertung durch metallographische Schliffbilder. In Abschnitt 6.3.1 ist die in diesem Vorhaben angewandte Vorgehensweise zur Analyse der Schliffbilder eingehend erläutert. In **Bild 4.3** sind die aus Schliffbildern ermittelten maximalen Risslängen der TBC dargestellt. Die Rissauswertung führt zu dem Ergebnis, dass während isothermer Auslagerung, die Risse in der TBC am Längsten sind und sich nicht wesentlich mit der Auslagerungszeit verändern. Selbst nach 10000h Auslagerung ist keine Verlängerung zu beobachten. Im Modell für die isotherme Vorauslagerung wird daher die Defektgröße c mit $200\mu\text{m}$ als konstant eingesetzt.

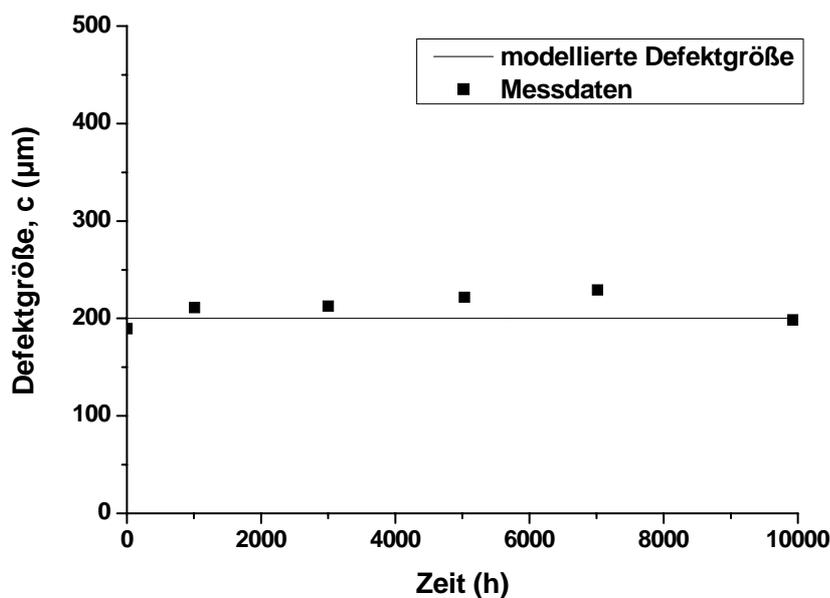


Bild 4.3 Die aus der experimentellen Rissauswertung ermittelten maximalen Risslängen nach isothermer Auslagerung und die im Modell verwendete Risslänge. Die maximalen Risslängen waren jeweils in der TBC zu finden, Daten siehe Tabelle 5.4

Die Bruchzähigkeit K_c ist eine weitere Größe, die wesentlichen Eingang in die Modellgleichungen hat. In der Literatur finden sich Messwerte für die Bruchzähigkeit meist für keramisches Vollmaterial, während für gespritzte TBC-Keramik kaum Messungen zu finden sind. Daher wurde für die Modellierung die Bruchzähigkeit der Wärmedämmschicht K_c aus der kritischen Energiefreisetzungsrate G_c unter Verwendung des in (4.8) dargestellten Zusammenhangs bestimmt, wobei die Energiefreisetzungsrate G_c am IfW mittels Charalambides-Experimenten an isotherm vorausgelagerten Flachproben bestimmt wurde. Die so

ermittelten Werte stellen, wie oben bereits erwähnt, einen Mischwert dar, da im Charalambides-Versuch eine Überlagerung von Mode I und Mode II vorliegt. Es gilt der Zusammenhang

$$K_c^{TBC} = \sqrt{G_c^{TBC} \cdot \frac{E_{\text{sintering}}^{TBC}}{(1-\nu^2)}} \quad (4.8)$$

In **Bild 4.4a** sind die experimentellen Daten für die Energiefreisetzungsrate zusammen mit dem in der Modellierung verwendeten Wert dargestellt. Mit zunehmender Auslagerungsdauer ist kein konstant fallender Verlauf der Energiefreisetzungsrate zu beobachten. Eventuell ist ein anfänglicher Anstieg und bei sehr langen Auslagerungszeiten ein Abfall der Energiefreisetzungsrate zu erkennen (gestrichelte Linie in Bild 4.4a). Für die Modellierung der in diesem Vorhaben durchgeführten Experimente ist der Bereich bis etwa 4000h ausschlaggebend, weshalb die Energiefreisetzungsrate in erster Näherung als konstant angenommen wurde und ein Mittelwert zur Berechnung der Bruchzähigkeit gemäß Gl. 4.8 verwendet wurde. Die aus der Steifigkeit (siehe Bild 4.2) und der mittleren Energiefreisetzungsrate berechnete Bruchzähigkeit ist in Bild 4.4b als gestrichelte Linie dargestellt. Der im Bereich bis etwa 2000h zu beobachtende Anstieg der Bruchzähigkeit ist mathematisch auf den Anstieg der Steifigkeit zurückzuführen. Die Bruchzähigkeit wird jedoch in den Gl. (4.2) bis (4.5) als materialabhängige Konstante aufgefasst. Es wurde daher für die Modellierung der Wert von $3,7 \text{ MPa m}^{1/2}$ verwendet, der sich näherungsweise als Grenzwert einstellt.

Der Geometrieparameter f wurde zu $f = 0,8$ angenommen, was einem Wert zwischen einem innen liegenden Defekt im Volumen ($f = 1$) und einem halbkreisförmigen Oberflächendefekt ($f = 0,64$) entspricht (58).

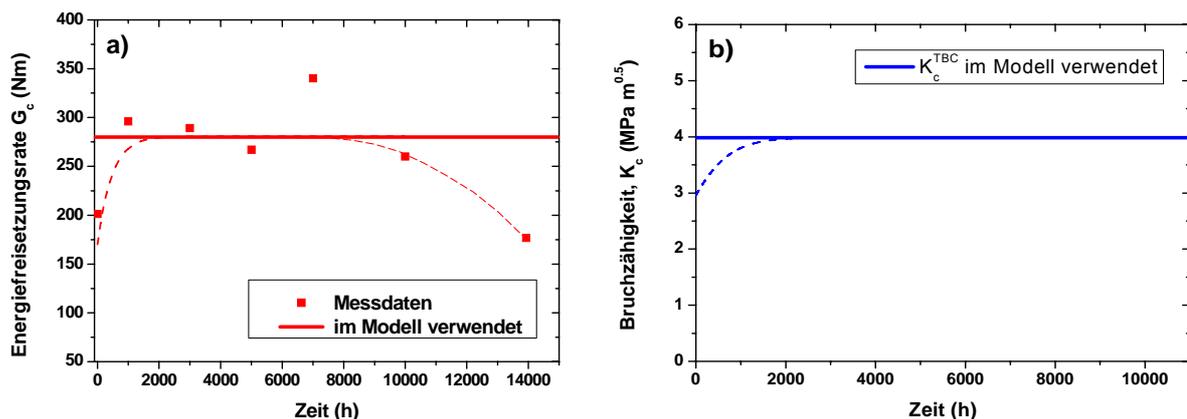


Bild 4.4 Verlauf der aus den Charalambides-Versuchen ermittelten Energiefreisetzungsrate G_c zusammen mit dem im Modell verwendeten Wert (a). Im Modell verwendeter Wert der Bruchzähigkeit für die Wärmedämmschicht (b)

Die sich mit diesen Vorbedingungen ergebenden Verläufe der kritischen Dehnung für die in Gl. (4.2) bis (4.5) dargestellten Versagensmodi sind in **Bild 4.5** dargestellt. Bei Zugbean-

spruchung treten zunächst Segmentierungsrisse (d.h. Durchrisse quer durch die Schicht) auf, und bei weiterer Erhöhung der Dehnung erfolgt schließlich eine Ablösung der Schicht parallel zur Grenzfläche mit der Haftvermittlerschicht. Bei Druckbeanspruchung kommt es zuerst zu Delaminationsrissen und anschließend zum Durchreißen der Wärmedämmschicht.

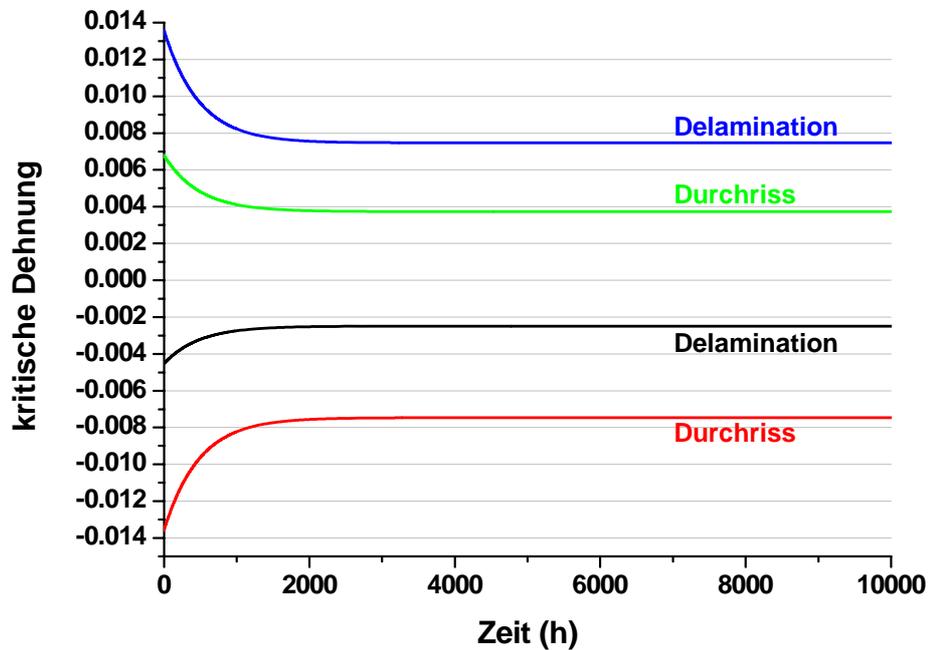


Bild 4.5 Die mit der Modellkomponente 1 berechneten Werte der kritischen Dehnung ε_c bei isothermer Auslagerung (1000°C) für verschiedene Versagensmodi

4.2. Modellkomponenten 2 und 3 – Thermozyklische Auslagerung bzw. TGMF-Beanspruchung

Den in diesem Vorhaben durchgeführten TGMF-Experimenten geht eine 1000-stündige isotherme Vorauslagerung voraus. Diese Vorauslagerung muss daher auch in der thermozyklischen Teilkomponente des Modells berücksichtigt werden. Dem wird genüge getan, indem die Werte für E in den Gl. (4.2) bis (4.5) als Funktion der akkumulierten Haltezeit bei hoher Temperatur mit der isothermen Teilkomponente berechnet werden. Wie in der Teilkomponente 1 geht die Defektgröße c anhand von experimentell ermittelten Risslängen in das Modell ein, weshalb die isotherme Vorauslagerung hier bereits implizit enthalten ist. Darüber hinaus hat die Schädigungsintensität der zyklischen Beanspruchung einen signifikanten Einfluss auf die Defektgröße, wie bereits in Bild 4.1. erläutert wurde. Ist die Risswachstumskinetik bekannt, oder kann sie aus Schlifffbildern bestimmt werden, so lassen sich mit dem hier dargestellten Modell prinzipiell alle zyklischen Beanspruchungsarten (TF, TMF oder TGMF) beschreiben. Als Beispiel soll im Folgenden die Vorgehensweise anhand der Gl. (4.5) erläutert werden. Analog wurde mit den Gl. (4.2) bis (4.4) verfahren. Die notwendigen Modifikationen sind in Gl. (4.9) zusammengefasst

$$\varepsilon_c^{TMF}(N) = \frac{2 \cdot K_c}{f \cdot E(t) \sqrt{\pi c(N)}}, \quad (4.9)$$

wobei sich die Zeit t

$$t = t_{pre-ox} + N \cdot t_{hot_dwell} \quad (4.10)$$

aus der Dauer der Vorauslagerung und der Summe der Haltezeiten bei zyklischer Beanspruchung zusammensetzt. Die Defektgröße c wird, ebenso wie für den isothermen Fall, über die Rissauswertungen aus den Schlifffbildern bestimmt. Für die zyklische Modellkomponente wird die Risswachstumskinetik in Abhängigkeit von der Zyklusanzahl N modelliert. Es wurde dabei zunächst der konstante Wert der isothermen Auslagerung ($c = 200\mu\text{m}$) als Anfangswert übernommen und schließlich ein linearer Anstieg der Defektgröße entsprechend der Messdaten modelliert, siehe **Bild 4.6a**.

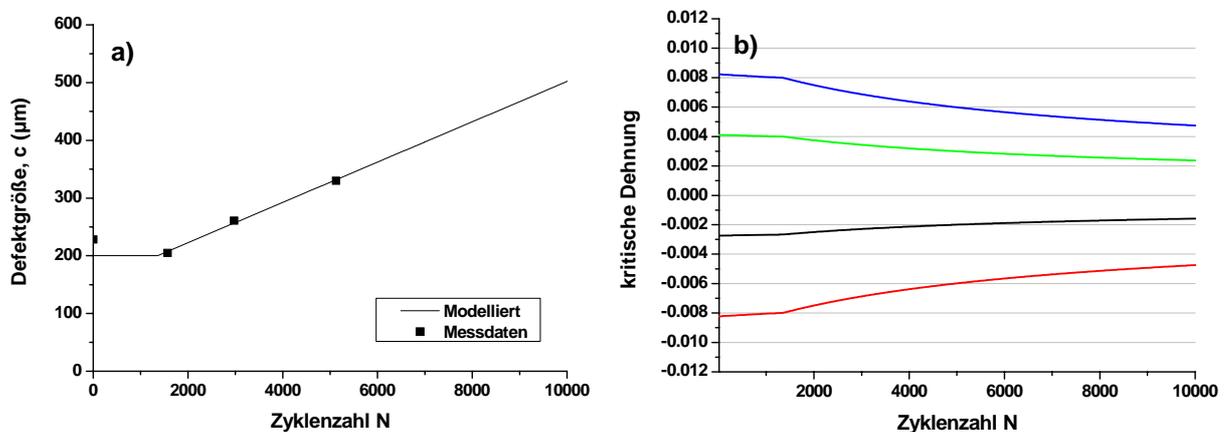


Bild 4.6 Die aus Schlifffbildern ermittelte Defektgröße der TBC (a) und die daraus berechneten Werte der kritischen Dehnung bei zyklischer Auslagerung für verschiedene Versagensmodi (b)

Die in den Experimenten vorangestellte isotherme Vorauslagerung von 1000h schließt sich gedanklich links an die Abbildungen an (vgl. Bild 4.1), d.h. der Startwert für die kritische Dehnung bei zyklischer Beanspruchung (IGZ-Zyklus) bei Zyklus 0 in **Bild 4.6b** entspricht dem Wert des isothermen Modells bei 1000h Auslagerungsdauer. Zunächst fällt die kritische Dehnung moderat ab, gefolgt von einem leichten Knick und einer verstärkten Abnahme bei etwa 1500 Zyklen (Bild 4.6b). Diese verstärkte Abnahme entsteht durch das Einsetzen des Risswachstums, wodurch nach Gl. (4.2) bis (4.5) die kritische Dehnung herabgesetzt wird.

4.3. Modellkomponente 4 – Rissbildung in der Haftvermittlerschicht

Bei einigen Versuchen traten nach TGMF-Beanspruchung Ermüdungsrisse in der Haftvermittlerschicht auf. Daher wurde im Verlauf des Vorhabens eine Modellkomponente entwickelt, die dieses Schadensbild beschreibt. Dieses Untermodell basiert auf den Gleichungen von Manson und Coffin [35, 36]. Da bei den im Vorgängervorhaben durchgeführten Versuchen ausschließlich bei gegenphasigen OOP-Experimenten Risse in der Haftvermittlerschicht

auftraten, wurde die Modellierung ebenfalls nur für die gegenphasigen Versuche durchgeführt (Bild 4.7).

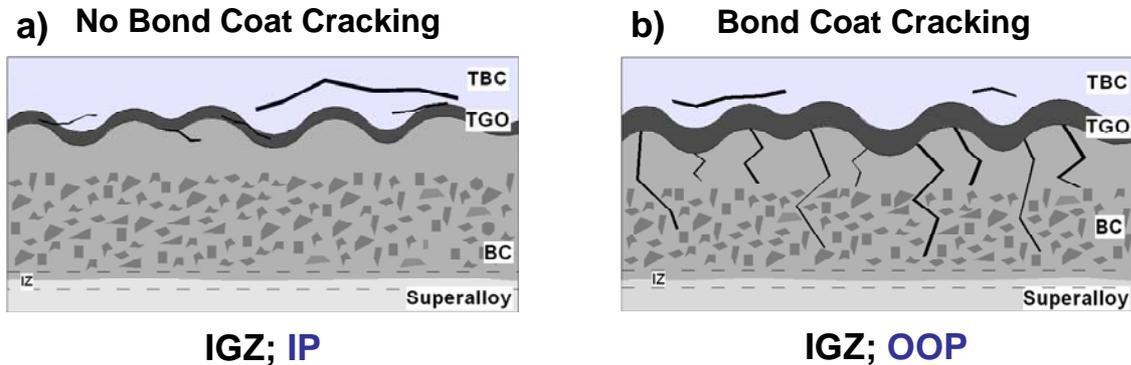


Bild 4.7 Schematische Rissbilder im Industriegasturbinenzyklus unter IP-Beanspruchung (a) und OOP-Beanspruchung (b). Rissbildung in der Haftvermittlerschicht wurde bei den im Vorgängervorhaben durchgeführten Versuchen [2] ausschließlich bei OOP-Belastung im Industriegasturbinenzyklus gefunden

Die Anzahl der Zyklen N_f bis zum Auftreten von Rissen in der Haftvermittlerschicht ergibt sich aus der aufgezwungenen Dehnungsschwingung $\Delta\varepsilon_{applied}$ und der kritischen Dehnschwingbreite $\Delta\varepsilon_c$ im Ausgangszustand zu

$$N_f = \left(\frac{\Delta\varepsilon_c}{\Delta\varepsilon_{applied}} \right)^n \quad (4.11)$$

Die kritische Dehnung ε_c bis zum Auftreten von Rissen in einer CoNiCrAlY Haftvermittlerschicht wurde in einem früheren Vorhaben an der TU Darmstadt für Zugbeanspruchung bei hohen Temperaturen oberhalb des Duktil-Spröd-Übergangs zu etwa $\varepsilon_c^{tension} = 120\%$ bestimmt [60]. Die kritische Dehnschwingbreite

$$\Delta\varepsilon_c = 2\varepsilon_c^{tension} \quad (4.12)$$

entspricht dann in erster Näherung dem doppelten Wert. Zusammen mit dem bei metallischen Systemen üblicherweise eingesetzten Exponenten $n = 1$ und mit der von außen aufgebraachten Dehnung von 0,3% bzw. 0,6% ergibt sich eine Lebensdauer von 107h für 0,3% Dehnung und 53,5h für 0,6% Dehnung.

Das Auftreten von Ermüdungsrissen geht jedoch nicht unmittelbar mit dem Versagen der Wärmedämmschicht einher und in betriebsbeanspruchten Schaufeln ist dieses Schadensbild im Wesentlichen nicht anzutreffen. Da zudem der Hauptaspekt dieses Vorhabens die Entwicklung der Rissstruktur in der Wärmedämmschicht ist, wird im Folgenden nicht näher auf dieses Schadensbild eingegangen.

5. Experimente

Ausgehend von einer experimentellen Basis gewinnen Rechenmodelle zur Nachrechnung der Beanspruchungen im Schichtverbundsystem und darauf basierende Lebensdauermodelle zunehmend an Bedeutung. Die in diesem Kapitel beschriebenen Experimente tragen dazu bei, Daten zur Erweiterung und zur Validierung eines Lebensdauermodells bereit zu stellen. Gerade bei Wärmedämmschichtsystemen mit ihren komplexen Verhalten steht das Experiment an erster Stelle, um die Schädigungsentwicklung und die Lebensdauer beschreiben zu können.

Bevor auf die Experimente im Einzelnen eingegangen wird, soll der Aufbau der Wärmedämmschichtsysteme beschrieben werden.

5.1. Wärmedämmschichtsysteme

Im Rahmen dieser Arbeit wurden drei unterschiedliche Wärmedämmschichtsysteme untersucht (**Tabelle 5.1**), wobei die Hauptuntersuchung auf APS-Wärmedämmschichtsystemen (1) lag. Als Grundwerkstoff für alle Wärmedämmschichtsysteme wurde die einkristalline Nickelbasislegierung CMSX-4 verwendet. Im TGMF-Versuch war die Orientierung <001> die Hauptbelastungsrichtung. Die maximal erlaubte Orientierungsabweichung Θ lag bei 15° , während die erlaubte Abweichung der Kleinwinkelkorngrenzen zwischen $8-12^\circ$ lag. Die typische Legierungszusammensetzung für den Grundwerkstoff findet sich in **Tabelle 5.2**.

Wärmedämmschichtsysteme			
	1 (APS)	2 EB-PVD	3 EB-PVD
TBC	Zr ₂ O ₃ +8%Y ₂ O ₃	Zr ₂ O ₃ +8%Y ₂ O ₃	Zr ₂ O ₃ +8%Y ₂ O ₃
BC	CoNiCrAlY	CoNiCrAlY	PtAl
GW	CMSX-4	CMSX-4	CMSX-4

Tabelle 5.1. Im Vorhaben untersuchte Wärmedämmschichtsysteme

Cr	Al	Ti	Mo	W	Ta	Co	Re	Hf	Ni
6,2 bis 6,6	5,45 bis 5,75	0,9 bis 1,1	0,5 bis 0,7	6,2 bis 6,6	6,3 bis 6,7	9,3 bis 10,0	2,8 bis 3,1	0,07 bis 0,12	Bal.

Tabelle 5.2. Chemische Zusammensetzung des Grundwerkstoffes CMSX-4, Angaben in Gewichtsprozent (Angaben des Herstellers)

Die Rohlinge wurden lösungsgeglüht (4h, 1140°C) angeliefert. Je nach Beschichtungsverfahren wurden weitere Wärmebehandlungen in Kombination mit den Beschichtungsgängen durchgeführt (**Bild 5.1**) [1].

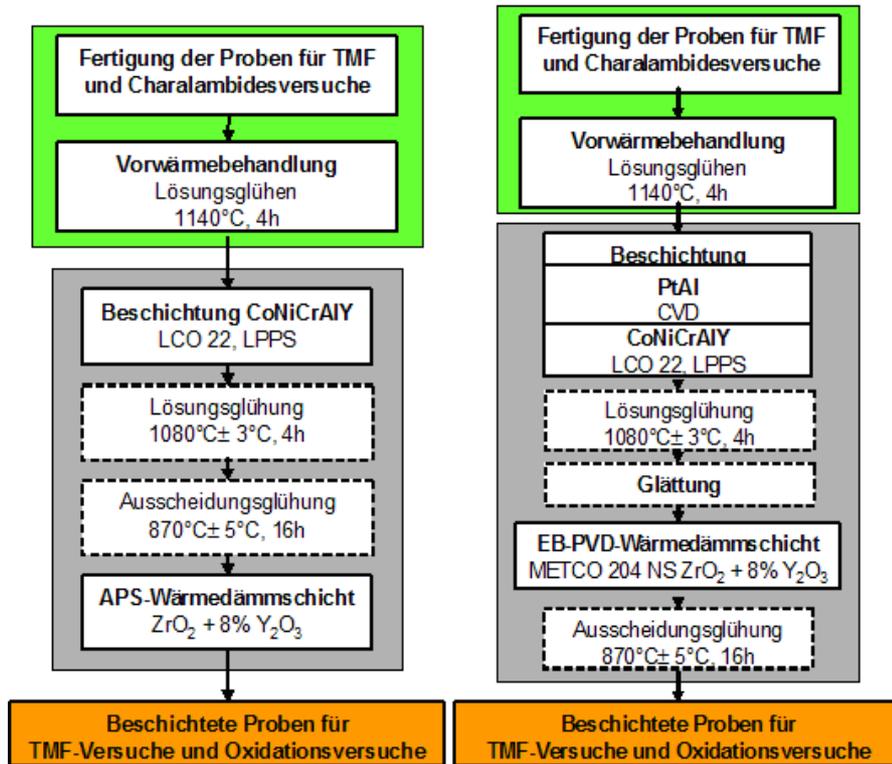


Bild 5.1. Wärmebehandlung der APS- und EB-PVD-Wärmedämmschichtproben

Für die Wärmedämmschichtproben mit APS-Beschichtung wurden CoNiCrAlY-Auflage-
 schutzschichten von COATEC im LPPS-Verfahren mit einer Schichtdicke von 220µm bis
 260µm (Angaben COATEC) aufgetragen. Die untere Lage der Haftvermittlerschicht wurde
 zunächst mit feinem Spritzpulver gespritzt, während für die Fertigstellung grobes Spritzpulver
 verwendet wurde. Dadurch betrug die Rauheit der Proben in der Haftvermittlerschicht von
 $R_a=12,0$ bis $14,7\mu\text{m}$ (Rauheitsklasse N10). Für das Wärmedämmschichtsystem mit EB-PVD-
 Beschichtung wurde die CoNiCrAlY-Haftvermittlerschicht bei TACR geglättet und dann mit
 EB-PVD-Keramik beschichtet. Die Schichtdicke der keramischen Wärmedämmschicht liegt
 bei 300-350µm. Die Herstellung der PtAl-Diffusionsschutzschichten erfolgte durch die MTU
 Aero-Engines im CVD-Verfahren. Dabei wurde eine gemittelte Schichtdicke der Diffusions-
 schutzschicht von rund 80µm ermittelt. Die PtAl-Haftvermittlerschicht weist einen Al-Gehalt
 von ca. 20% und einen Pt-Gehalt von ca. 15% auf. Die Zusammensetzung der MCrAlY- Haft-
 vermittlerschichten ist in **Tabelle 5.3** dargestellt.

CoNiCrAlY	CoNiCrAlY, LPPS-Auftragung
Pulverzusammensetzung	
PtAl	PtAl galvanisch auftragen • Diffusionsglühen • Al mittels CVD • Auslagerung

Tabelle 5.3 Angaben zur Haftvermittlerschicht in Gewichtsprozent (Angaben des Herstellers)

Die keramisch Wärmedämmschicht, bestehend aus mit 8% Yttriumoxid teilstabilisiertem Zirkonoxid, wurden sowohl durch Plasmaspritzen an Luft (APS, Atmospheric Plasma Sprayed) oder durch Aufdampfen im Vakuum mittels Elektronenstrahl (Electron Beam Physical Vapour Deposition, EB-PVD) hergestellt. Die Beschichtung und Wärmebehandlung der APS-Proben erfolgte ebenfalls durch COATEC. Die APS-Wärmedämmschichten wurden durch atmosphärisches Plasmaspritzen mit Dicken zwischen 300 bis 350µm unter Verwendung des Spritzpulvers METCO 204 NS aufgetragen. Die Auftragung der EB-PVD-Wärmedämmschichten erfolgte bei TACR. Dabei ergab sich für die Flachproben eine Schichtdicke von 260µm und für die Hohlproben eine Schichtdicke von 320µm. Eine anschließende Ausscheidungsglühung von 16 Stunden bei 870°C wurde am IfW durchgeführt.

5.1.1. Flachproben

Die APS- und EB-PVD-beschichteten Flachproben aus CMSX-4 mit einer Orientierung von $\langle 001 \rangle$ in Längsrichtung wurden für Vierpunktbiege-Versuche verwendet (**Bild 5.2**).

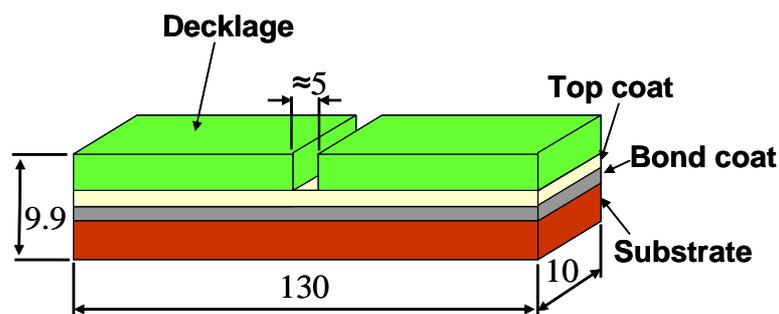


Bild 5.2 Flachprobengeometrie für Charalambides-Versuche mit aufgeklebten Decklage („Stiffener“)

Das Substratmaterial hierfür wurde in Form eines Blockes und 4 Rundstäben von Alstom zur Verfügung gestellt. Die Flachproben mit Abmaßen 130 x 10 x 5mm wurden aus dem gelieferten Material heraserodiert und anschließend geschliffen. Nach der Beschichtung wurde ein Teil der Proben isotherm zwischen 1000h bis ca. 14000h bei 1000°C an Luft ausgelagert. Mit den restlichen Proben wurden nach einer isothermen Voroxidation zyklische Oxidationsversuche durchgeführt (Tabelle 5.4, Tabelle 5.5).

Die beschichteten Flachproben wurden wie schon in [2] mit Versteifungen aus Stahl mit den Maßen 60 x 10 x 4,2mm versehen. Dies soll die Entstehung von vertikalen Rissen in der Wärmedämmschicht vermeiden. Gleichzeitig erhöht die Decklage die gespeicherte Energie des Gesamtsystems und vergrößert somit die treibende Kraft für die Delamination. Die Decklagen wurden mit dem Klebstoff Araldite AT1 auf die Oberfläche der Wärmedämmschicht aufgeklebt. Dieser Klebstoff zeichnet sich aufgrund seines pulverförmigen Ausgangszustands durch gute Handhabbarkeit aus. Das Pulver wird mit einem Streuer gleichmäßig auf die Versteifungen aufgebracht. Jeweils an einem Ende der Versteifung wird zusätzliches Pulver aufgetragen. Beide Versteifungen werden in eine Vorrichtung gelegt. Anschließend

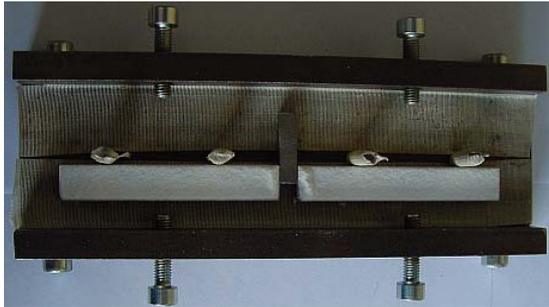
wird die Probe mit der beschichteten Seite auf die Versteifungen positioniert und mit den seitlichen Schrauben fixiert. Die Vorrichtung wird in den Ofen gestellt und mit Gewichten beschwert. Durch leichtes Lösen der Schrauben setzt sich aufgrund der Gewichte die Probenfläche bündig auf die Versteifungen (**Bild 5.3**) [6].



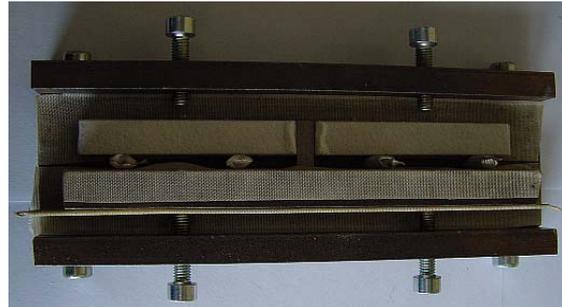
a) Pulver mit einem Streuer aufbringen.



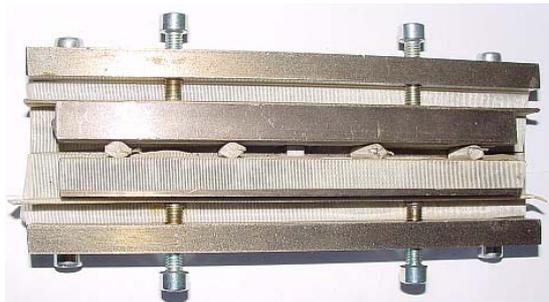
b) Zusätzliches Pulver an einem Ende aufbringen



c) Versteifungen in die Vorrichtung einlegen



d) Erste Probe auf die Versteifung auflegen und Probe mit Schrauben fixieren



e) Zweite Probe genauso präparieren, fixieren und nochmals überprüfen



f) In den Ofen stellen; Gewichte auflegen; Schrauben lösen; Wärmebehandlung

Bild 5.3 Klebverfahren der Decklage auf die Flachproben, Schritte a) bis f)

Das Pulver dazwischen entfaltet seine Klebwirkung mithilfe einer Wärmebehandlung bei 180°C im Warmluftofen (**Bild 5.4**). Nach einer Haltezeit von 2 Stunden ist der Haftungsprozess beendet und während der langsamen Abkühlung im Ofen härtet der Kleber aus.

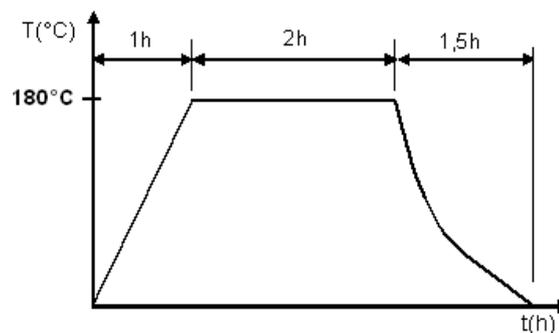


Bild 5.4 Wärmebehandlung zum Aushärten von AT-1

5.1.2. Hohlprobe

Für die thermomechanische Ermüdungsversuche wurden wie schon in den Vorgängervorhaben [1, 2] Hohlproben verwendet. Die in [1] entwickelte Geometrie der Hohlproben und in [2] modifizierte Probe ähneln, Radien und Wandstärke betreffend, der Vorderkante einer Gasturbinenschaufel. Die Probe weist einen Innendurchmesser von 10mm auf. Die zylindrische Prüfzone von 18mm in Verbindung mit einer Wandstärke von 1,8mm ermöglicht eine knicksteife Probe (**Bild 5.5**).

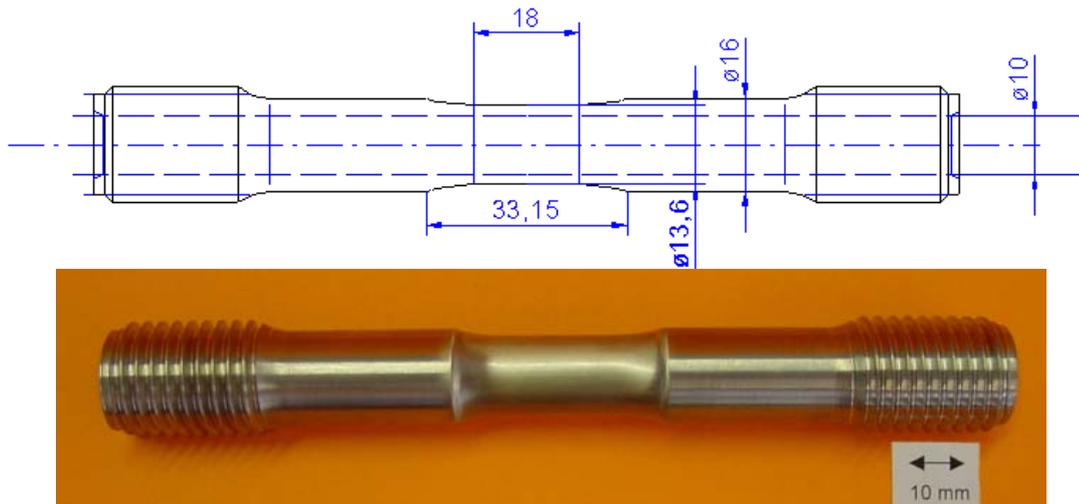


Bild 5.5 Hohlprobe für TGMF-Versuche an Wärmedämmschichtsystemen mit Anschlussgewinde M20 und einer Gesamtlänge von 147mm

Zwei Übergangsradien von der zylindrischen Messlänge zu den Probenschultern [61, 62] führen zu einem Kerbformzahl Übergang zu den Probenschultern $\alpha_k = 1,04$. Für die vorliegende Geometrie wurde als Nachweis eine entsprechende elastische Knickrechnung durchgeführt [1].

Die Rohlinge für die Hohlproben wurden als zylindrische Rundstäbe bei Doncasters mit einer Kristallorientierungsrichtung von $\langle 001 \rangle$ hergestellt. Die Probenlänge von 147mm ist um 15mm im Bereich der Probengewinde kürzer im Vergleich zu dem vorangegangenen Vorhaben. Die Proben gemäß Bild 5.5 wurden bei Henschel gefertigt. Die Innenoberfläche ist gehohnt; die Außenoberfläche ist im Bereich der Prüfzone und der Übergangsradien geschliffen. Zur Wärmebehandlung sei auf Abschnitt 5.1 hingewiesen.

5.2. Versuchstechnik

Wie bereits in Kapitel 2 geschildert, wurde im Rahmen dieser Forschungsrichtung sowohl in den vorangegangenen Vorhaben [1, 2] als auch in dieser Arbeit die thermische Wirkung auf das Wärmedämmschichtsystem durch isotherme Voroxidation unterschiedlicher Dauer eingestellt. Grundlage hierfür stellen die entsprechenden Untersuchungen in [1] dar; siehe Kapitel 2.

5.2.1. Isotherme Oxidation

Zur Einstellung einer TGO-Schichtdicke wurde an Hohlproben und Flachproben eine isotherme Voroxidation durchgeführt. Die TGO-Schichtdicken von 5µm bei APS-Schichten und 3µm bei EB-PVD-Schichten repräsentieren etwa 50% der kritischen TGO-Schichtdicke, wie das aus vorangegangenen Arbeiten [1, 2] sowie Literaturangaben [63] bekannt ist. Die Oxidationsdauer betrug für APS-Wärmedämmschichten ca. 1000h und für EB-PVD-Wärmedämmschichten ca. 300h bei jeweils einer Temperatur von 1000°C. Für die Bestimmung der kritischen Dehnung wurde eine Hohlprobe bis zu einer TGO-Schichtdicke von ca. 10µm isotherm ausgelagert. Wie bereits in Kapitel 2 beschrieben wurde, hat die TGO-Schichtdicke einen erheblichen Einfluss auf den Spannungs-Dehnungszustand im Schichtverbundsystem. Unter thermozyklischer Beanspruchung kann es nur dann zu Risswachstum unter Mode I Beanspruchung kommen, wenn sich der Spannungs-Dehnungszustand im Bereich der Grenzfläche durch Wachstumsspannungen ändert [64].

Weiterhin wurden Flachproben einer isothermen Oxidation mit unterschiedlichen Auslagerungsdauern unterzogen. Die Staffelung der Versuchsdauern mit 3000, 5000, 7000, 10000 und ca. 14000h wurde so gewählt, dass zum einen die bereits aus [15, 16] vorhandenen Kennlinien für isotherme Oxidation überprüft werden und die Kennlinien zu höheren Auslagerungszeiten hin erweitert werden konnten. Die zugehörigen TGO-Schichtdicken wurden aus Schliiffbildern durch Ausmessen und Mittelwertbildung aus 10 Einzelmessungen bestimmt.

Proben-geometrie	Wärmedämm-schicht	Haftvermittler-schicht	Auslagerung bei 1000°C in h	TGO-Schichtdicke 1)	gemittelte TGO-Schichtdicke 2)
Hohlproben	APS	CoNiCrAlY, N10 ³⁾	1000	5	5,3
	APS	CoNiCrAlY, N10	3000	10	kein Schliff
	EB-PVD	CoNiCrAlY, N10	300	3	kein Schliff
	EB-PVD	PtAl	300	3	kein Schliff
Flachproben	APS	CoNiCrAlY, N10	3000	6	6,0
			5000	8	8,0
			7000	9,5	9,4
			10000	11	10,5
			14000	13	12,6
	1000	5	4,6		
	EB-PVD	CoNiCrAlY, N10	300	3	3,3
EB-PVD	PtAl	300	3	2,4	

1) Angaben aus Mittelwertkurve TGO in Abhängigkeit von der Auslagerungsdauer (Bild 2.1-Bild 2.3)

2) An ausgewählten Proben ermittelte tatsächliche TGO-Schichtdicke

3) N10 => R_a = 12,5µm

Tabelle 5.4 Liste der Hohlproben und Flachproben mit Angabe der ermittelten TGO-Schichtdicke

Die isotherme Oxidation wurde in einem Glühofen vorgenommen. In Kalibriermessungen wurde nachgewiesen, dass die Temperatur im Ofeninnern maximal um 5°C von der vorgegebenen Temperatur abweicht [1], so dass sich für alle Proben weitestgehend identische Prüfbedingungen gewährleisten ließen. Um Schichtversagen durch Thermoschocks zu vermeiden, wurden Aufwärm- und Abkühlraten von <1°C pro Minute gefahren. Einen Überblick über die ermittelten TGO-Schichtdicken gibt **Tabelle 5.4**.

5.2.2. Zyklische Oxidation

Das Prüfkonzept für die thermozyklische Oxidation an beschichteten Flachproben wurde im vorangegangenen Vorhaben [2] entwickelt und im Rahmen der vorliegenden Arbeit weiter optimiert. Erneuert wurden am Prüfstand der Probenträger und ein über der Probe positionierte Pressluftkühlung mit 5 Düsen, die für eine schnellere und regulierbare Abkühlung sorgen. Der Probenträger besteht aus einer in Feuerbeton gegossenen Drahtkonstruktion, die in ein halboffenes Keramikrohr eingesetzt wurde. Dadurch ließ sich die Flachprobe frei schwebend lagern. Diese Konstruktion gewährleistete eine sichere und reproduzierbare Positionierung der Probe. Der Probenträger wird über neu konstruierte Führungsschienen in einen waagrecht liegendem 3-Zonen-Konvektionsofen mithilfe eines Pneumatikzylinders hinein- und herausgefahren. Der Zylinder wird über eine SPS (Speicherprogrammierbare Steuerung) gesteuert. Der Ofen wird konstant bei Maximaltemperatur T_{\max} gehalten. Um unnötige Wärmeverluste zu vermeiden, ist die Offenöffnung mit Wärmedämmmaterial verkleidet, die formschlüssig das Keramikrohr umschließt (**Bild 5.6**)

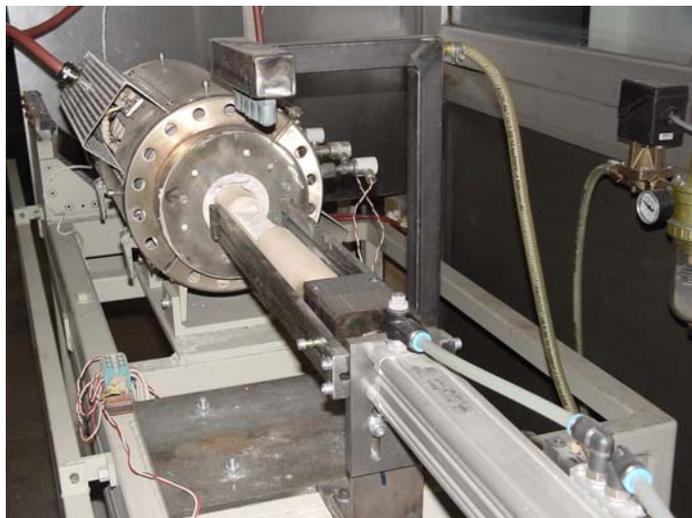
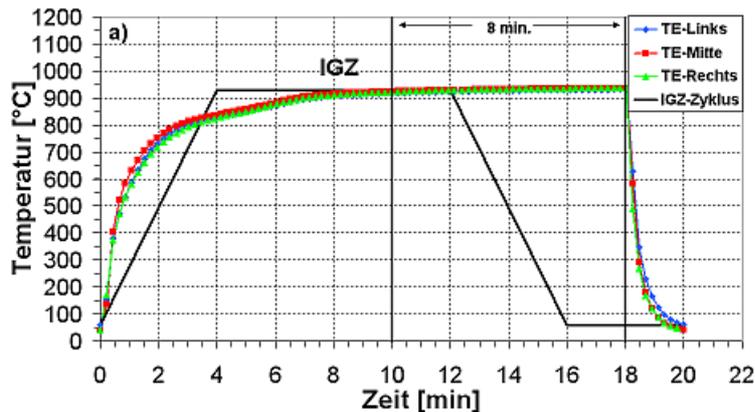
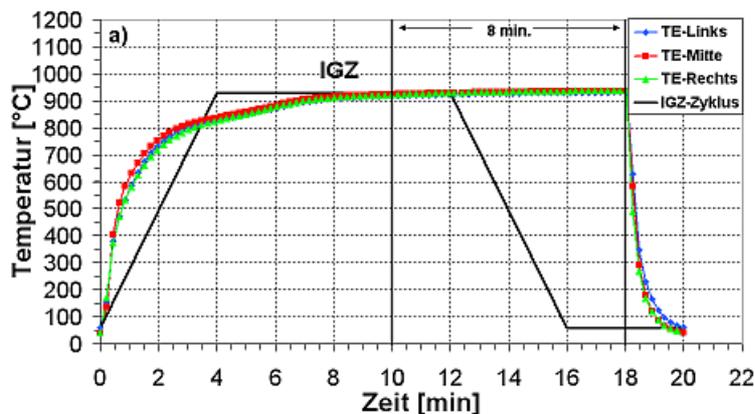


Bild 5.6 Versuchsstand für thermozyklische Experimente an Flachproben (TF-Versuche)

Die Flachproben mit APS-Beschichtung wurden mit dem Temperaturverlauf des Industriegasturbinenzyklusses (IGZ) und die Flachproben mit EB-PVD-Beschichtung mit dem Temperaturverlauf des Flugturbinenzyklus (FTZ) beaufschlagt (**Bild 5.7**).



IGZ-Zyklus (TF)	
Temperatur[°C]	Zeit [min.]
60-930	10,0
930	8,0
930-60	2,0



FTZ-Zyklus (TF)	
Temperatur[°C]	Zeit [min.]
300-1038	9,2
1038	0
1038-300	1,8

Bild 5.7 Temperatur-Zeit-Verlauf für den IGZ- (a) und FTZ-Zyklus (b) bei zyklischer Oxidation, Darstellung des tatsächlichen Verlaufs und Vergleich mit dem gemäß Bild 2.6 vorgesehenen Verlauf

Zur Kontrolle der Temperaturen wurde an einer beschichteten Kalibrierprobe durch Anbindung von Thermoelementen an drei Stellen die axiale Temperaturverteilung optimiert und der jeweilige Temperaturzyklus eingestellt. Die Aufwärmphase konnte aufgrund des trägen Verhaltens beim Durchheizen der Probe nicht nachgebildet werden. Im Fall des Industrieturbinenzyklus wurde die Haltezeit von 8min eingehalten und dafür die Dauer der Abkühlphase von 4min auf 2min verkürzt. Im Fall des Flugturbinenzyklus wurde von MTU eine Vergleichsrechnung zur Einstellung der TGO-Dicke zum gewünschten Zyklus errechnet und dementsprechend die Zyklusdauer und Haltedauer bei T_{max} angepasst. Zur Nachbildung der Abkühlphase wurde eine Pressluftkühlung verwendet, die nach dem Herausfahren des Probenträgers die Probe in der vorgegebenen Abkühldauer abkühlt.

Eine Auflistung der zyklisch oxidierten Flachproben ist in **Tabelle 5.5** zu finden. Die dafür verwendeten Flachproben mit einer APS-Beschichtung wurden mit einer Vorauslagerung von ca. 1000h beaufschlagt; siehe Abschnitt 5.2.1. Aufgrund der Haltezeit bei maximaler Temperatur im zyklischen Versuch kommt es zu einem weiteren Wachstum der TGO-Schichtdicke, die aus Schliffbildern nach zyklischer Beanspruchung ermittelt wurden. Die Gesamtschichtdicke der TGO ist in Tabelle 5.5 angegeben.

Proben- geometrie	Wärme- dämm- schicht	Haftver- mittlerschicht, Rauheit	Auslagerung bei 1000°C in h	TGO-Schicht- dicke in µm 1)	Zyklische Oxidation in h	Zyklus- zahl	Gesamt TGO- Schichtdicke in µm 2)
Flach- proben	APS	CoNiCrAlY, N10 ³⁾ , R _t = 12,5µm	1006	5	300	900	4,6
			1006	5	500	1500	4,6
			1009	5	1000	3000	4,5
	EB-PVD	CoNiCrAlY, N10, R _t = 12,5µm	305	3	500	2727	3,3
			305	3	1000	5454	4,1
	EB-PVD	PtAl	305	3	500	2727	2,4
			305	3	1000	5454	3,0

1) Angaben aus Mittelwertkurve TGO in Abhängigkeit von der Auslagerungsdauer (Bild 2.1-Bild 2.3)
2) An jeweils den Proben ermittelte tatsächliche TGO-Schichtdicke
3) N10 => R_a = 12,5µm

Tabelle 5.5 Übersicht der zyklisch oxidierten Flachproben

5.2.3. Thermomechanische Ermüdungsversuche

In diesem Vorhaben sollten alle TMF-Versuche an Hohlproben mit Innenkühlung durchgeführt werden, mit dem Ziel einen Temperaturgradienten von etwa 100 bis 150 °C zwischen Oberfläche der Keramik und der Innenoberfläche des Grundwerkstoffs einstellen zu können (**Bild 5.8**). Zur Realisierung wurde eine neue Erwärmungseinrichtung mit 26kW elektrischer Leistung und luftgekühlten Hochleistungsstrahlern gebaut. Zehn goldbeschichtete Zwillingsrohrstrahler, die um die Hohlprobe konzentrisch angeordnet sind, ermöglichen eine homogene Temperaturverteilung in axialer Richtung sowie in Umfangsrichtung (Bild 5.8a). Die Infrarotstrahler werden mittels Pressluft auf der Rückseite des Strahlers gekühlt, um ein Schmelzen der Quarzglasummantelung zu verhindern. Da der Ofen hohen Temperaturen im Innenraum ausgesetzt wird, wurde die Temperatur des Ofengehäuses mit Kühlwasser gesenkt.

Die mechanische Beanspruchung erfolgt durch eine servohydraulische Prüfmaschine (Bauart Schenck) mit einer Maximallast von 160 KN. Die Hohlproben werden über die Anschlussgewinde beidseitig in die Spannteile eingeschraubt und unter leichtem Zug ausgerichtet. Um das Gewindenspiel auszuschalten, werden die Gewinde anschließend mittels Druckstangen verspannt. An die Spannteile schließen sich wassergekühlte Platten an, um die zyklische Stabilisierung der Temperaturverteilung in Längsrichtung der Probe zu beschleunigen. Die untere Kühlplatte ist mit dem Kolben der servohydraulischen Prüfmaschine verbunden, während die obere Kühlplatte über eine Kraftmessdose vom Typ Schenck PM100 mit dem Querhaupt der Maschine verbunden ist (Bild 5.8b).

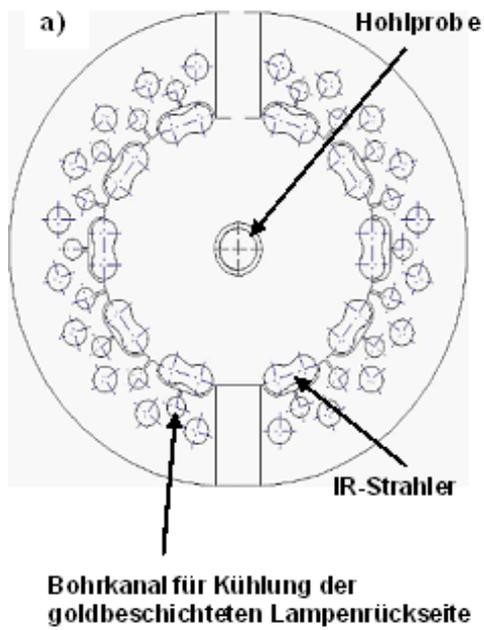


Bild 5.8 Darstellung der Anordnung der Strahler im Ofen (a) in der Draufsicht und (b) Foto der TGMF-Prüfeinrichtung

Im Versuchsstand wird die Probe ähnlich einer Turbinenschaufel von außen erwärmt und von innen durch laminar durchströmende Luft abgekühlt (**Bild 5.9**). Die Luft für die Innenkühlung der Probe wird über das untere Spannteil in die hohlen Druckstangen eingeleitet, strömt entlang der Innenoberfläche der Probe und wird über das obere Spannteil abgeführt. Ein torpedoähnlicher Körper wurde entwickelt, um die Wärmeabfuhr effizienter und gleichmäßiger über der Länge der Prüfzone zu gestalten.

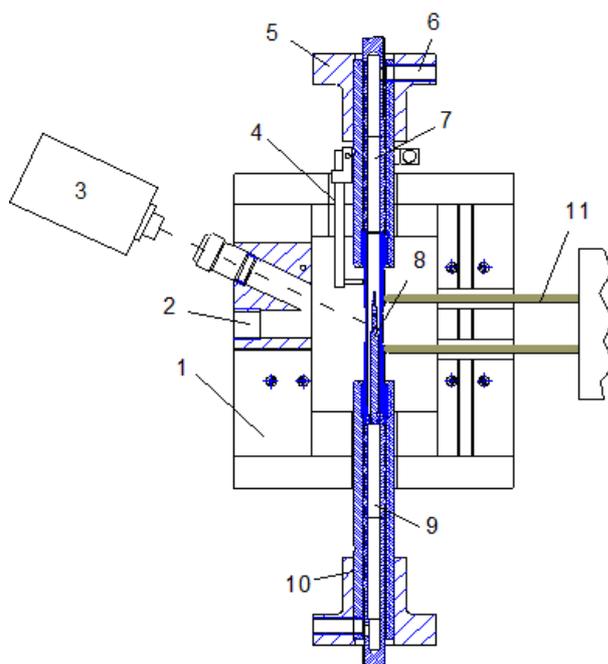


Bild 5.9 schematische Darstellung der Prüfeinrichtung in der Seitenansicht mit folgender Bezeichnung

- 1 : IR-Strahlungsöfen
- 2 : Sichtfenster für CCD-Kamera
- 3 : Pyrometer
- 4 : Thermoelementhalterung
- 5 : oberes Spannteil
- 6 : Bohrung für Innenkühlung
- 7 : obere hohlgebohrte Druckstange für Innenkühlung
- 8 : Torpedo mit Luftlöchern zur Kühlung der Innenseite der Probe
- 9 : obere hohlgebohrte Druckstange für Innenkühlung
- 10: unteres Spannteil
- 11: Extensometer

Die Verlängerung der Probe in Achsrichtung wird mit einem Hochtemperaturrextensometer (Bauart Sandner) mit einer Anfangsmesslänge von 40 mm vorgenommen (Bild 5.9). An den beiden Ansetzpunkten des Extensometers wurden die keramische Deckschicht und die Haftvermittlerschicht mit einem Diamantschleifer entfernt. Aus diesem Grund ließ sich eine Beeinflussung der Wärmedämmschicht in der zylindrischen Messlänge vermeiden. Die Dehnung errechnet sich aus der mit dem Extensometer gemessenen Verlängerung bezogen auf die Bezugsmesslänge. Diese berücksichtigt die unterschiedlichen Querschnitte innerhalb der Anfangsmesslänge. Die Vorgehensweise ist in [1] beschrieben.

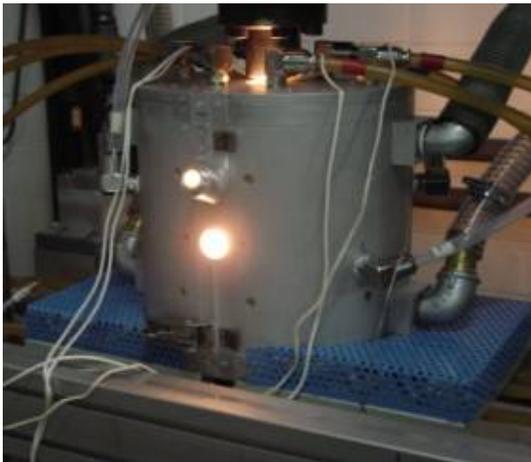


Bild 5.10 Infrarotstrahlungssofen während des Betriebs

Um den Energieeintrag in die Proben zu erhöhen, wurde die Oberfläche der Prüfzone mit einem handelsüblichen Ofenspray besprüht. Dabei handelt es sich im Wesentlichen um Eisen(III)-Oxid, das sich auf der Probenoberfläche ablagert und den Absorptionskoeffizienten der Probe verbessert. Die Dicke der Eisen(III)-Oxidschicht beträgt etwa 10µm. Ergänzende EDX-Analysen an Schlifften zeigten, dass das Eisen(III)-Oxid nicht tief in die Wärmedämmschicht eindringt und somit ein Einfluss auf die Schädigung ausgeschlossen werden kann (Bild 5.11).

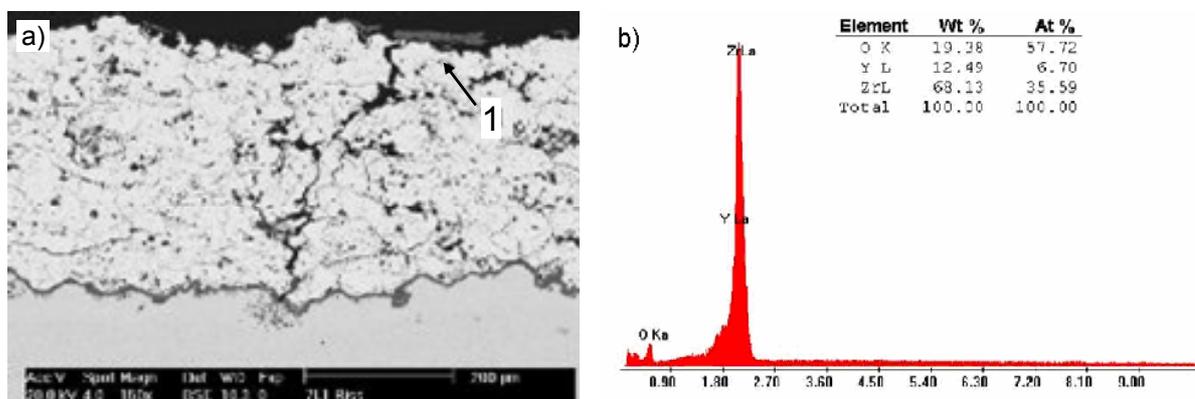


Bild 5.11 Analyse der Wärmedämmschicht an der Position 1 (a) und Ergebnis einer EDX-Analyse (b) nach [2]

Die Proben­temperatur wird an der Probenschulter mittels eines Regelthermo­elementes des Typs S (Pt-PtRh) mit 0,5mm Drahtstärke gemessen. Das Thermo­element wird mit einem speziell entwickeltem Halter (**Bild 5.12**) auf die Oberfläche der Haftvermittlerschicht am Messpunkt im Bereich der frei geschliffenen Fläche am Probenbund angedrückt.

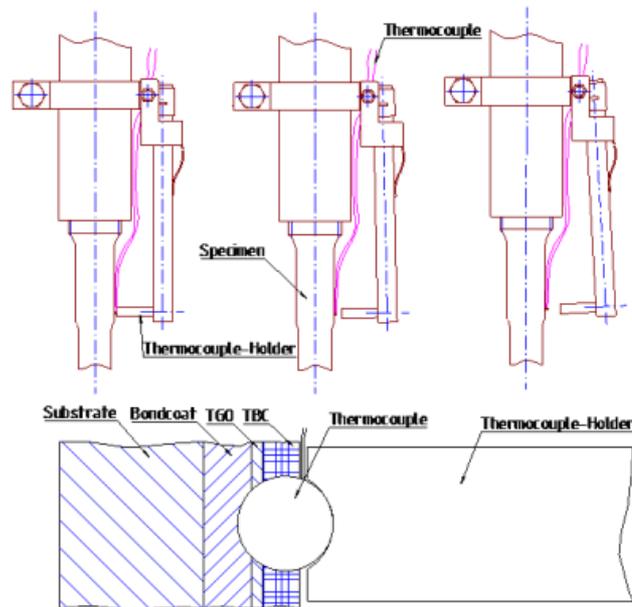


Bild 5.12 Halter für Regelthermo­elemente nach [2] mit verbesserter Ausführung

Da in der Prüfzone kein Thermo­element nach der beschriebenen Methode angebracht werden konnte, wurde die Temperaturregelung am oberen Probenbund durchgeführt. Zur qualitativen Kontrolle wurde mit einem Pyrometer (Maurer Typ KTR 1205-1) während des Versuchs die Temperatur an der Keramikoberfläche in der Mitte der Prüfzone erfasst, da sich der Emissionskoeffizient der Oberfläche während des Versuchs ändert und es somit zu erheblichen Messfehlern kommen kann. Um den Zusammenhang zwischen der Temperatur an den Probenschulter und der Temperatur in der Mitte der Prüfzone zu ermitteln, war eine Kalibriermessung erforderlich. Da bis Vorhabensende noch keine TGMF-Versuche für EB-PVD-Schichtsysteme durchgeführt wurden, wurde auch keine Kalibrierprobe angefertigt. Zu diesem Zweck stand eine APS-Probe zur Verfügung (**Bild 5.13**). Diese Kalibrierprobe war jeweils mit einer Bohrung in Probenmitte und 9mm unter- und oberhalb der Probenmitte versehen. Konzentrisch zu diesen Bohrungen wurden Bohrsenkungen von der Innenwand bis zur halben Haftvermittlerschichtdicke erodiert. In diese Senkungen wurden Mantelthermo­elemente vom Typ N (NiCrSi-NiSi) mit 0,5mm Durchmesser eingeführt (MTE1 bis MTE3). Mit dem Strahlungs­pyrometer wurden die Temperaturen an den gleichen Positionen auf der Probenoberfläche der Prüfzone gemessen. Über die Einstellung der Temperatur von 930°C in der Haftvermittlerschicht am Mantelthermo­element MTE2 in der Probenmitte konnte die Referenztemperatur zum Regelthermo­element am Probenbund ermittelt werden. Da die Beziehung zwischen der Temperatur an der Probenschulter und der Temperatur in der

Probenmitte nicht vor jedem Versuch ermittelt wurde, war es wichtig, dass die Thermoelemente an der Probenschulter immer in der gleichen Entfernung zur Probenmitte angebracht wurden. Um dies sicherzustellen, wurde eine Schablone mit der Probengeometrie erstellt. Durch die Messung der Temperaturen an den weiteren Positionen (Pyr1 bis Pyr3 bzw. MTE1 bis MTE3) wurde die axiale Temperaturverteilung auf der Probenoberfläche und Probeninnenseite ermittelt. Diese Messung wurde zu einem späteren Zeitpunkt mit einer Thermographiekamera wiederholt, da die Temperaturabweichung im Vergleich zum Pyrometer geringer ist.

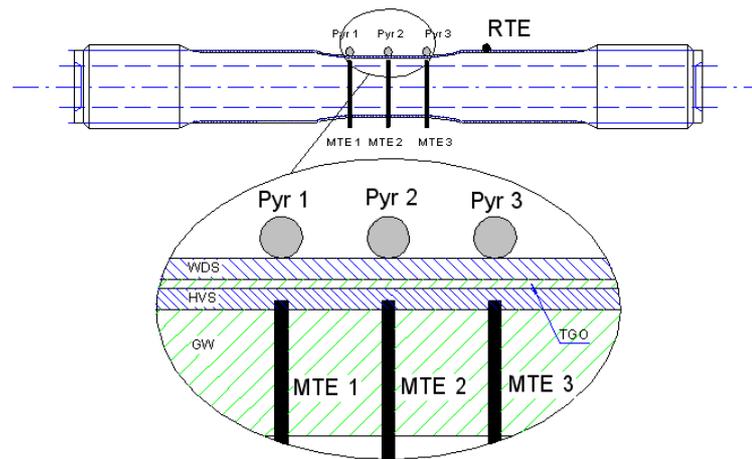


Bild 5.13 Kalibriermessung zur Ermittlung der Referenztemperatur am Regelthermoelement (RTE) im Vergleich zur Temperatur in der Probenmitte

Zur Ermittlung des Temperaturgradienten zwischen Probeninnenoberfläche und Probenoberfläche wurden dynamische Temperaturmessungen mit einer speziell gefertigten Kalibrierprobe durchgeführt (**Bild 5.14**). Bei dieser Kalibrierprobe wurden jeweils im 90°-Winkel zur Probenstirnseite seitliche Bohrungen erodiert, in die die Mantelthermoelemente (MTE1, 2, 3 und 4) geführt wurden. Konzentrisch dazu wurden aus der Probeninnenseite schwalbenschwanzförmige Segmente über die gesamte Probenlänge herauserodiert (Bild 5.14a), die später wieder zur Fixierung und Abdichtung des Mantelthermoelements eingesetzt wurden. Markierungen an den Mantelthermoelementen gewährleisteten die genaue Positionierung zur Probenmitte. Mithilfe einer Thermographiekamera (TK) wurden die Temperaturen in der Probenmitte der Probenoberfläche erfasst. Die Messungen haben ergeben, dass sich am Ende der Haltezeit bei maximaler Temperatur mit Temperaturwerten von 911°C an der Innenoberfläche der Hohlprobe und mit 992°C auf der Keramikoberfläche ein radialer Temperaturgradient von rd. 80°C realisieren lässt. Innerhalb der Prüfzone wurde in axialer Richtung eine Temperaturabweichung von 32°C ermittelt. Durch das Drehen der Kalibrierprobe um jeweils 90° wurde auch die Temperaturverteilung im Probenumfang an der Probeninnenfläche bestimmt. Dabei wurden maximale Temperaturunterschiede in Umfangsrichtung von $\pm 8^\circ\text{C}$ ermittelt (Bild 5.14b).

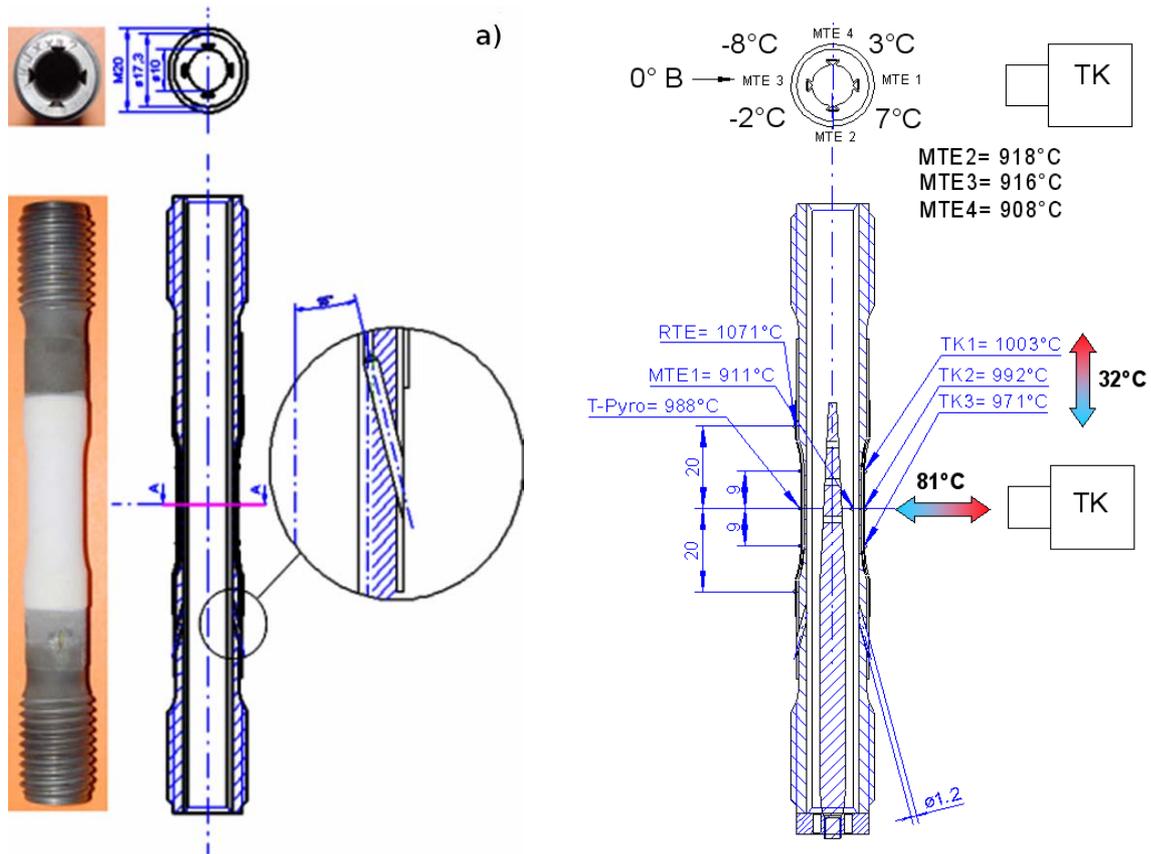


Bild 5.14 Speziell entwickelte APS-Kalibrierprobe (a) zur Messung der axialen Temperaturverteilung des Temperaturgradienten von Probenaußenseite zur Probeninnenseite und Temperaturverteilung im Probenumfang aus dynamischer Kalibrierung

Die Regelung der Probentemperatur erfolgt über eine ABB Steuerungssoftware. Die Sollwerte für den Temperaturzyklus werden als Programm im Speicher eines Prozessrechners abgelegt. Der Istwert wird von dem an der oberen Probenschulter sitzenden Thermoelement an den Regler gegeben.

Die Leistung der Infrarotstrahler wird über die Leistungseinheit des StrahlungsOfens gesteuert. Zusätzlich steuert der Regler über ein Stellventil die Kühlluftmenge für die Probenkühlung. Da der Temperaturregler getrennt von der Steuerung der servohydraulischen Prüfmaschine agiert, muss eine Synchronisation von Temperaturregler und Steuerung der servohydraulischen Prüfmaschine vorgenommen werden. Dies geschieht durch einen Trigger, der zu Beginn jedes Zyklus von der Steuerung der servohydraulischen Prüfmaschine an den Temperaturregler geschickt wird. Dieser Trigger ist das Startsignal für den nächsten Temperaturzyklus. Um mögliche Schäden an Versuchsaufbau und Probe durch den Ausfall von Hydraulik, Luft- oder Wasserzufuhr zu vermeiden, wurden hardwareverschaltete Strömungswächter an Zuleitungen für Kühlwasser und Kühlluft angebracht. Bei einem Ausfall der Hydraulik kann die Steuerung der servohydraulischen Prüfmaschine keinen Trigger mehr an den Temperaturregler senden und die Temperatur bleibt bei T_{\min} stehen.

Das prüftechnische Gesamtkonzept mit dem neu entwickelten und gebauten Ofen sowie allen hier geschilderten speziellen Maßnahmen zur Mess- und Überwachungstechnik stellt eine wichtige experimentelle Grundlage im Rahmen dieser Arbeit dar.

Insgesamt hat sich das Konzept mit diesem kompakten Lampenofen bewährt. Die Lebensdauer der verwendeten Strahler konnte durch die Kühlmaßnahmen gegenüber dem Lampenofen in [2] deutlich verbessert werden. Alternative Erwärmungseinrichtungen auf dem Markt betreffen weitaus aufwendigere technische Lösungen, die wesentlich mehr Bauraum benötigen und demzufolge die Beobachtung von Temperatur und Rissbildung erschweren.

Zur Detektierung von Schichtschäden wurde eine CCD-Kamera mit Infrarotfilter eingesetzt. Der Einblick in den Ofen wird durch ein Schauglas auf einer Seite des Ofens und ein Periskopsystem mit einem 45° Umlenkspiegel ermöglicht. Eine Dokumentation der Schädigungsentwicklung ist mit diesem System jedoch nicht möglich, da die Schädigung des Wärmedämmschichtsystems vornehmlich in der Grenzfläche zwischen Wärmedämmschicht und TGO, also unter der Oberfläche, stattfindet. Lediglich große Segmentierungsrisse und großflächige Delaminationen, wie sie gegen Ende der Lebensdauer des Schichtsystems auftreten, lassen sich mit der Kamera eindeutig detektieren. Mit Hilfe einer entsprechenden Software lassen sich Segmentierungsrisse mit einer Breite von mindestens 0,1 mm detektieren (**Bild 5.15**).

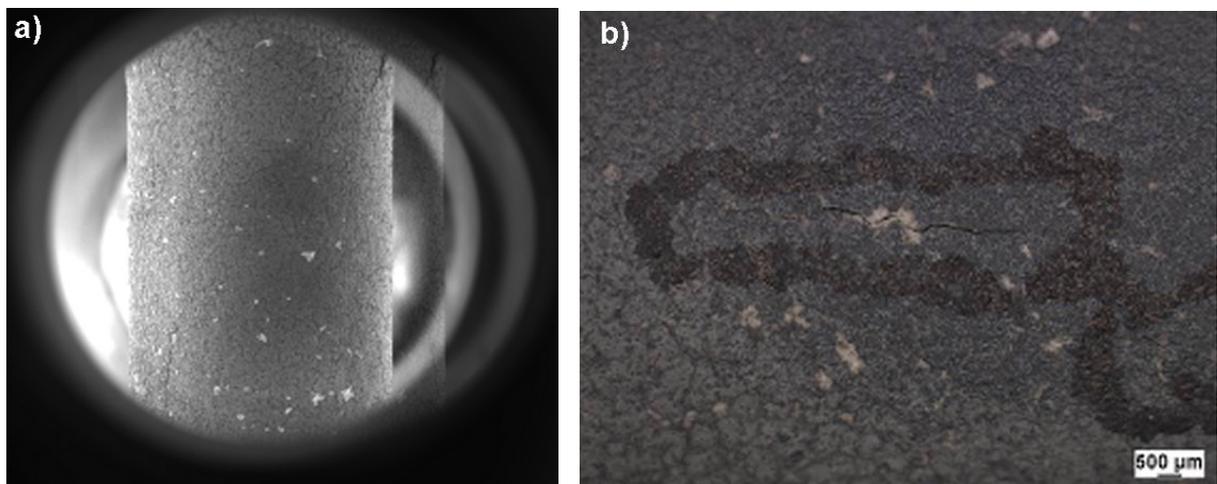


Bild 5.15 Aufnahme der Oberfläche der APS-Hohlprobe (Tabelle 5.8) in der Prüfzone bei 930 °C (a) und Segmentierungsrisse nach Ausbau der Probe mit Proben-Nr. aKA93a12 (b)

Im Folgenden wird die Prozedur für den Start und das Wiederanfahren der TGMF-Versuche beschrieben. Die Optimierung dieser Prozedur ist gemäß den in [1] gewonnenen Erfahrungen sowie den Ergebnissen aus TMF-Ringversuchen [2] vorgenommen worden. Der Start eines dehnungsgeregelten TGMF-Versuchs unterteilt sich in mehrere Schritte: Zunächst werden in Kraftregelung bei $F=0$ mehrere Temperaturzyklen gefahren, um das thermische Ausdehnungsverhalten von Probe und Spannteilen in ein thermisches Gleichgewicht zu

bringen. Die thermische Dehnung beträgt etwa 1,5% im Fall des IGZ (Bild 2.6). Dieser Vorgang lässt sich beschleunigen, indem die Probe auf $T_{\text{mitte}} = (T_{\text{max}} + T_{\text{min}})/2$ erwärmt wird. Bei den TGMF-Versuchen wurden stets drei dieser Vorversuchszyklen (Phase I) gefahren (**Bild 5.16**).

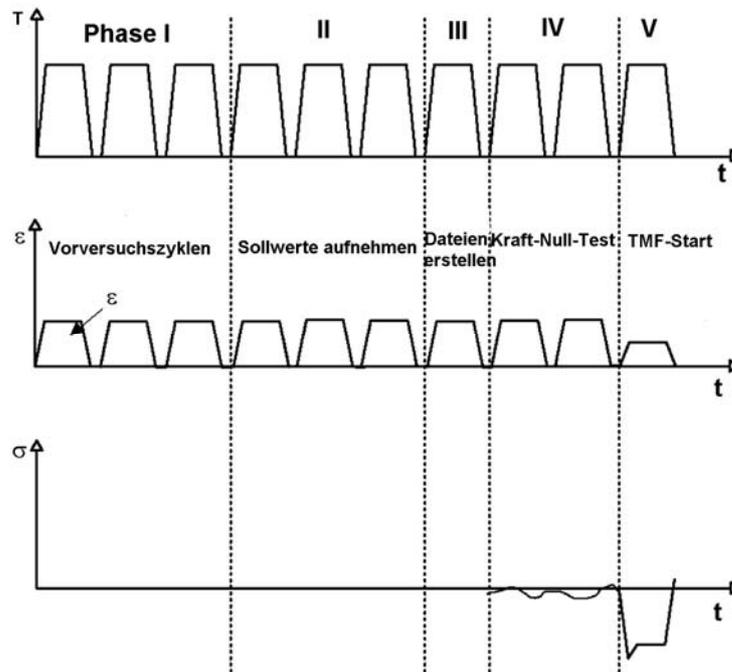


Bild 5.16 Schematische Darstellung der Startprozedur im TGMF-Versuch

Anschließend wurden drei weitere Temperaturzyklen in Kraftregelung mit Datenaufnahme gefahren (Phase II). Die Probenverlängerung über diese Zyklen, die der sogenannten thermisch induzierten Dehnung $\varepsilon_{\text{therm}}$ entspricht, wird gemittelt und in eine Sollwertdatei übernommen (Phase III). Die Berechnung der Mittelwerte für die thermische Dehnung $\varepsilon_{\text{therm}}$ und die Sollwerte der errechneten Gesamtdehnung $\varepsilon_{\text{mech}}$ für den TGMF-Versuch erfolgt getrennt in einer Excel-Datei. Um Zeit für die Bearbeitung der Excel-Datei und die Erstellung der Sollwertdateien zu geben, wird in der Zwischenzeit ein weiterer Temperaturzyklus in Kraftregelung gefahren. Im dehnungsgeregelten TGMF-Versuch wird die thermisch induzierte Dehnung kompensiert [2]. Die Kompensation erfolgt in diesem Fall zeitbasiert. Im Kraft-Null-Test (Phase IV) wird die gemittelte thermische Dehnung (Soll-Dehnung) in Dehnungsregelung der Probe vorgegeben. Entspricht die Ausdehnung der Probe verursacht durch den Temperaturzyklus (Ist-Dehnung) nicht der vorgegebenen gemittelten thermischen Dehnung, so wird dies im Kraftverlauf sichtbar. Stimmen thermische Ist-Dehnung und Soll-Dehnung überein, so muss sich dabei Idealerweise Kraft –Null ergeben. Ein übliches Kriterium besagt, dass die Spannungen ermittelt aus Kraft bezogen auf Querschnitt der Probe in der Prüfzone maximal $\pm 5\%$ der Spannungsamplitude im Versuch betragen dürfen, wie das Beispiel mit Versuchsstart (Phase V) in **Bild 5.17** zeigt. Dargestellt sind die gemessene thermisch induzierte Dehnung in der Messlänge und der entsprechende Kraft-Verlauf in der Probe.

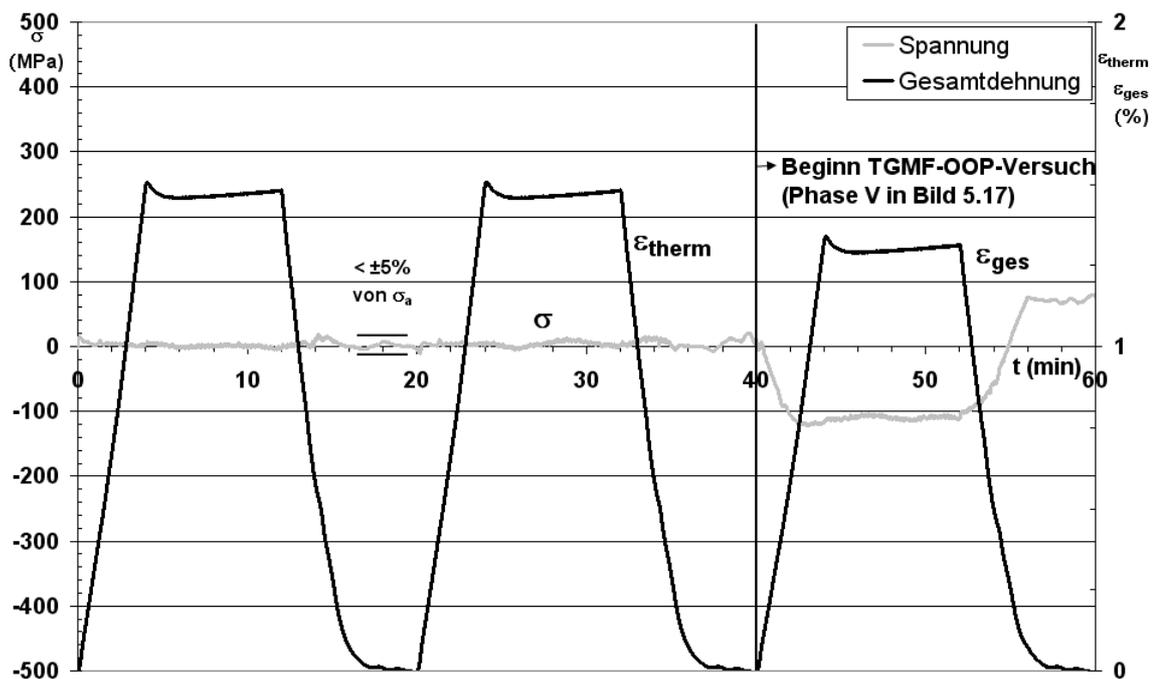


Bild 5.17 Verlauf der Spannung während des Kraft-Null-Test ($t=1$ bis 40 min) und im ersten TGMF-Zyklus ($t=41$ bis 60 min) am Beispiel des Versuches mit der Probe aKA93a11 (Tabelle 5.8)

Der Dehnungsverlauf ist in der Haltezeit bei maximaler Temperatur nicht konstant. Einflussfaktoren wie die schnelle Aufheizrate, sowie die Erwärmung der Kühlluft der Innenkühlung über der Haltezeit bei maximaler Temperatur und die träge Durchwärmung des Probenquerschnittes über die Oberfläche der Probe durch Strahlungseinwirkung sorgen für eine nicht kontinuierlichen radialen Temperaturgradienten, der sich auf den Dehnungsverlauf auf die dargestellte Weise auswirkt. Indiz für die träge Durchwärmung des Probenquerschnittes in radialer Richtung ist der Rückgang der Heizleistung mit fortlaufender Haltezeit bei maximaler Temperatur. Mit Beginn des TGMF-Versuchs in Bild 5.17 wird eine Gesamtdehnung vorgegeben, die in diesem Fall aufgrund einer Out-of-Phase-Beanspruchung die thermische Dehnung um die mechanische Dehnungskomponente verringert.

Der TGMF-Versuch erfolgt dehnungsgeregelt mit der Gesamtdehnung ε_{ges}

$$\varepsilon_{ges} = \varepsilon_{therm} + \varepsilon_{mech} \quad (5.1)$$

durch Addition der thermisch induzierten Dehnung ε_{therm} und der mechanischen Dehnung ε_{mech} .

5.2.4. Charalambides-Versuche

Der Vierpunkbiegeversuch nach Charalambides [4], lässt sich zum einen zur Bestimmung der kritischen Energiefreisetzungsrate G_c eines Wärmedämmschichtsystems [5] sowie zur Bestimmung der kritischen Dehnung ε_c heranziehen.

Die kritische Energiefreisetzungsrate G_c

$$G_c \cdot \frac{\Delta W_s}{\Delta A} = 2\gamma_s \quad (5.2)$$

definiert eine Kenngröße für den Widerstand gegen Rissausbreitung und wird für die Bestimmung der Bruchzähigkeit K_c (Abschnitt 4.1, S.23) benötigt. Hierbei stellt γ_s die spezifische Oberflächenenergie und ΔW_s die für das inkrementelle Risswachstum ΔA benötigte Oberflächenenergie dar. Die kritische Energiefreisetzungsrate G_c für einen Delaminationsriss, mit der Risslänge $A \gg$ der abzulösenden Schichtdicke wird nach einem Vorschlag in [6], der auf einer Veröffentlichung von [5] basiert, wie folgt ermittelt:

$$G_c = \frac{M_b^2}{2} \left\{ \frac{I}{E_{c,3}^* I_{c,3}^*} - \frac{I}{E_{c,5}^* I_{c,5}^*} \right\} \quad (5.3)$$

Hierbei sind:

M_b	Biegemoment bei Schichtversagen
B	Probenbreite, Flachprobe (130mm x 10mm x 5mm)
$E_{c,3}$	E-Modul des Schichtverbundes vor der Delamination
$I_{c,3}$	Flächenträgheitsmoment des Schichtverbunds vor der Delamination
$E_{c,5}$	E-Modul des Schichtverbunds nach der Delamination
$I_{c,5}$	Flächenträgheitsmoment des Schichtverbunds nach der Delamination

In die Ermittlung der Steifigkeit wird die Decklage mit berücksichtigt.

Aus der kritischen Energiefreisetzungsrate kann die kritische Dehnung ε_c nach [19] wie folgt ermittelt werden:

$$G_c = \frac{\sigma_b^2 \cdot h}{2E'} \quad (5.4)$$

Für den ebenen Dehnungszustand gilt dabei:

$$E' = \frac{E}{(1-\nu^2)} \quad (5.5)$$

Dieser Ansatz beschreibt die kritische Energiefreisetzungsrate für einen hinreichend langen Delaminationsriss in einem Schichtsystem. Hierbei wird direkt der Zusammenhang von

Biegespannung σ_b , der Schichtdicke h der keramischen Wärmedämmschicht und der Steifigkeit E' hergestellt. Die Gleichung (5.5) lässt sich nach der Spannung σ_b

$$\sigma_b = \sqrt{\frac{G_c \cdot 2E'}{h}} \quad (5.6)$$

umstellen. Unter Verwendung von Gl. (5.6) und dem Hook'schen Gesetz lässt sich die Beziehung für rein elastische Dehnung ($\varepsilon_{el} = \varepsilon_c$)

$$\varepsilon_c = \frac{\sigma_b(1-\nu)}{E} \quad (5.7)$$

aufstellen, die für den ebenen Dehnungszustand gilt. Die Steifigkeit E bei Raumtemperatur für eine poröse Wärmedämmschicht beträgt als Literaturwert 50GPa (Tabelle 6.1). Die Ergebnisse sind in Tabelle 5.6 aufgelistet.

Mit der Methode nach Charalambides, wie im IfW durchgeführt, wird das Schichtsystem durch die aufgeklebten Versteifungen auf der Wärmedämmschicht und durch die Art der Durchbiegung auf Zug beansprucht. Bei dieser Versuchsmethode kommt es im Schichtsystem zu einem Durchriss in der Wärmedämmschicht, der anschließend in einen Delaminationsriss umgelenkt wird. Das bedeutet, dass in diesem Fall die kritischen Dehnungen für eine Delamination zu ermitteln sind (**Bild 5.18a**).

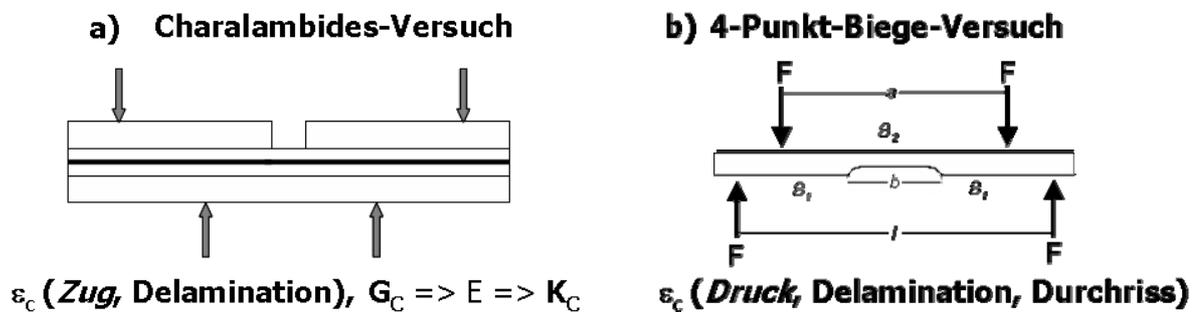


Bild 5.18 Schematische Darstellung der verwendeten Versuchsmethoden zur Bestimmung der kritischen Dehnungswerte; Schichtsystem unter Zugbeanspruchung a) und Druckbeanspruchung (b)

Im 4-Punkt-Biegeversuch ohne Decklage (**Bild 5.18b**) dagegen wirkt auf die Wärmedämmschicht nach geänderter Lagerung gegenüber Bild 5.18a eine Druckbeanspruchung, die zuerst eine Delamination entlang der Grenzschicht zwischen TGO und Keramik bewirkt und mit zunehmendem Druck zu einem Durchriss führt. Bei den 4PB-Versuchen am KWI ließen sich unter Anwendung eines Schallemissionsmessgerät kritische Dehnung für Delamination und Durchriss bestimmen.

Die Vierpunktbiegeversuche nach Charalambides wurden auf einer eigens dafür gebauten Vorrichtung [65] durchgeführt (**Bild 5.19, Tabelle 5.6**).

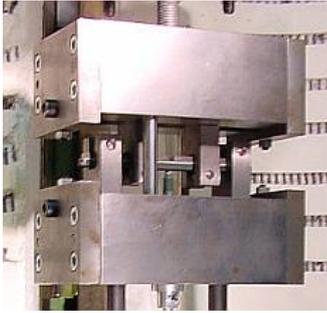


Bild 5.19 Vorrichtung zur Durchführung der Charalambides-Versuche [65]

Es handelt sich um eine Vierpunktbiegevorrichtung mit verstellbaren Lagerabständen. Der innere Lagerabstand beträgt 50mm und der äußere Lagerabstand 100mm. Die Vierpunktbiegevorrichtung wurde auf einer Einprobenprüfmaschine für Kriechversuche (EPM) mit Wegsteuerung verwendet. Hierbei beträgt die konstante Vorschubgeschwindigkeit 7 mm/min. Mittels eines Federpaketes mit 6 parallel geschalteten Zugfedern ließ sich die Federkonstante des Federpaketes so wählen, dass sich in der Phase I gemäß **Bild 5.20** eine Belastungsgeschwindigkeit von 5 N/s einstellt.

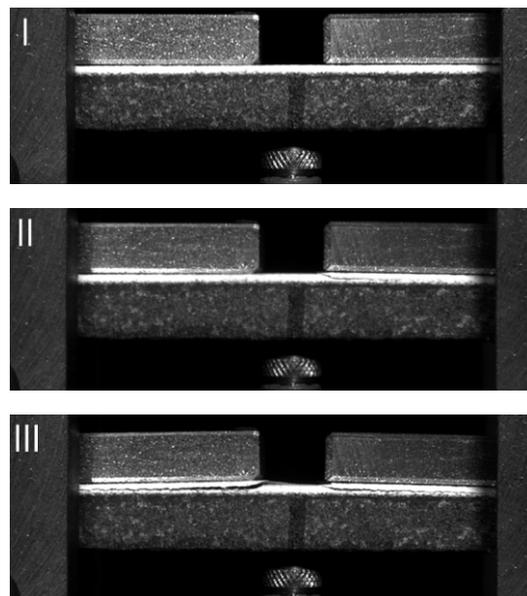
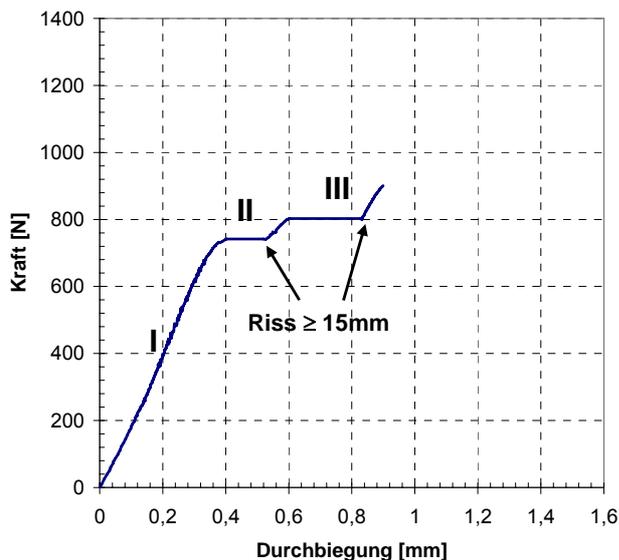


Bild 5.20 Typischer Verlauf der Durchbiegung im Charalambides-Versuch bei einem APS-Wärmedämmschichtsystem mit Angabe des Rissverlaufes in den unterschiedlichen Bereichen des Versuchs, Probe C39 (Tabelle 5.6)

Die Aufnahme der Kraft erfolgt über eine Kraftmessdose und die Durchbiegung der Probe wird mit einem digitalen Messtaster aufgenommen.

In Bild 5.20 ist der Kurvenverlauf der Kraft über der Durchbiegung am Beispiel einer APS-beschichteten Probe, die isotherm bei einer Auslagerungsdauer von 5000h oxidiert wurde, zu sehen. Der Verlauf lässt sich in 3 Bereiche unterteilen:

In der Phase I ist der Verlauf der Durchbiegung über der Last linear. In der Phase II und III bilden sich Plateaus mit horizontalem Verlauf der Durchbiegung über der Last aus. In diesen Phasen verlaufen die Durchrisse parallel zur Probenoberfläche. Kurz vor der Plateaulage

nimmt die Steigung der Kurve mit zunehmender Last ab. Nach [6] korreliert dieser Bereich mit der Bildung senkrecht zur Grenzfläche verlaufenden Segmentierungsrisen in der Wärmedämmschicht. Eine scharfe Abgrenzung zwischen Segmentierungsrisen und etwaigem Delaminationsrisen konnte bei den meisten Proben nicht beobachtet werden. Allerdings muss die Risseinleitung über einen Segmentierungsrisen in die Wärmedämmschicht erfolgen, der dann aufgrund der vorhandenen kompakten TGO-Schicht in einen Delaminationsrisen umgeleitet wird und in der Grenzfläche zwischen TGO und Wärmedämmschicht verlaufen sollte. Inwiefern der Delaminationsrisen auch in der TGO-Schicht entlangläuft, hängt vom Schädigungszustand der Wärmedämmschicht insbesondere von der TGO-Dicke ab. Hierbei nimmt die Porosität der Keramikschicht eine erhebliche Rolle ein. Da die Porosität der gespritzten APS- Wärmedämmschicht bei ca. 10-12% liegt, verlaufen die Durchrisse meistens in der Wärmedämmschicht.

Nachdem sich die Delamination auf beiden Seiten der Probe ausgebildet hat, weist der Verlauf der Durchbiegung über der Last wieder eine konstante Steigung auf, die jedoch kleiner ist als in der Phase I. In diesem Beispiel finden die Risseinleitung und der Rissfortschritt bis zu den inneren Auflagern zuerst auf der rechten Seite und anschließend auf der linken Seite statt. Es ist zu beachten, dass es sowohl Versuche gab, in denen es zuerst auf der rechten Seite wie auch auf der linken Seite zur Delamination kam. Gleichzeitige Rissinitiierung trat ebenfalls auf. Somit lässt sich ein systematischer Fehler bei der Rissinitiierung ausschließen.

Aus den Werten der Last zum jeweiligen Beginn der Plateaubene in den Phasen II und III wurde die kritische Energiefreisetzungsrate G_C für die Delamination nach Gl. (5.3) berechnet. Für jede Biegeprobe konnten zwei Werte der Energiefreisetzungsrate, jeweils ein Wert für die linke und die rechte Seite, ermittelt werden. Als Größe P wurde hierbei die Last P_{II} bzw. P_{III} gemäß Tabelle 5.6 in Gl. (5.3) eingesetzt. Die kritische Dehnung wurde nach Gl. (5.7) berechnet.

Eine Übersicht über die durchgeführten Charalambides-Versuche mit den Ergebnissen der Energiefreisetzungsrate und der kritischen Dehnung findet sich in Tabelle 5.6. Die Streuung der G_C -Werte ist mit wenigen Ausnahmen gering. Teilweise fehlen Einzelwerte. In diesen Fällen ließ sich die Risslänge aus unterschiedlichen Gründen nicht bestimmen. Die weitere Bewertung der Ergebnisse erfolgt im Zusammenhang aller Ergebnisse in Kapitel 6.

WDSS	Bez.	Seite *)	Aus-lagerung [h]	zyklische Oxidation [h]	geschätzte TGO-Dicke **) [μm]	Ergebnisse			
						P _{II} bzw. P _{III} [N]	G _c [N/m]	σ _b [N/m ²]	ε _{c+} [%]
APS/ CoNiCrAlY	C30	rechts	0	-	0	618	171	2,55E+08	0,383
		links				719	232	2,97E+08	0,445
	C31	rechts	1000	-	5	806	289	3,32E+08	0,498
		links				-	-	-	-
	C35	rechts	3000	-	7	826	302	3,39E+08	0,509
		links				818	296	3,36E+08	0,504
	C38	rechts	5000	-	9	780	269	3,20E+08	0,480
		links				810	290	3,32E+08	0,499
	C36	rechts	7000	-	10	771	262	3,16E+08	0,474
		links				796	279	3,26E+08	0,489
	C39	rechts	10000	-	11	742	243	3,04E+08	0,456
		links				803	284	3,29E+08	0,494
	C37	rechts	13928	-	13	906	363	3,72E+08	0,558
		links				851	320	3,49E+08	0,524
	C40	rechts	1000	0	5	503	112	2,07E+08	0,310
		links				-	-	-	-
	C42	rechts	1000	300	5	760	255	3,12E+08	0,468
		links				778	267	3,19E+08	0,478
	C43	rechts	1000	500	5	625	172	2,56E+08	0,383
		links				644	182	2,63E+08	0,395
C41	rechts	1000	1000	5	805	288	3,31E+08	0,497	
	links				837	312	3,45E+08	0,517	
C32	rechts	1000	300	5	865	346	3,63E+08	0,544	
	links				899	373	3,77E+08	0,566	
C33	rechts	1000	500	5	863	341	3,60E+08	0,540	
	links				863	341	3,60E+08	0,540	
C34	rechts	1000	1000	5	-	-	-	-	
	links				717	229	3,42E+08	0,514	
EB-PVD/ CoNiCrAlY	C51	rechts	0	0	3	1678	1170	7,75E+08	1,162
		links				-	-	-	-
	C50	rechts	305	0	3	1695	1188	7,81E+08	1,171
		links				-	-	-	-
	C52	rechts	305	500	3	1595	1052	7,34E+08	1,102
		links				-	-	-	-
C53	rechts	305	1000	3	1254	650	5,77E+08	0,866	
	links				1407	819	6,48E+08	0,972	
EB-PVD/ PtAl	C55	rechts	0	0	3	1430	1065	7,39E+08	1,109
		links				1454	1102	7,52E+08	1,128
	C54	rechts	305	0	3	1315	897	6,78E+08	1,017
		links				-	-	-	-
	C56	rechts	305	500	3	1260	823	6,50E+08	0,974
		links				1052	574	5,43E+08	0,814
	C57	rechts	305	1000	3	676	237	3,49E+08	0,523
		links				-	-	-	-

*) links = Last P_{II}, rechts = Last P_{III},
 **) TGO-Schichtdicke ermittelt aus Bild 2.1- Bild 2.3 und vorgegebener Auslagerungsdauer
 +) mit σ_b und G_c nach Gl. 5.7 ermittelt

Tabelle 5.6 Charalambides-Versuche, Probenübersicht und Ergebnisse

Bei EB-PVD-Wärmedämmschichtsystemen zeigt sich im Charalambides-Versuch typischerweise der in **Bild 5.21** dargestellte Zusammenhang von Kraft und Durchbiegung. Insgesamt zeigt sich, dass die aufgebrachte Kraft hier deutlich höher ist im Vergleich zum APS-Wärmedämmschichtsystem. Auch hier zeigen die Versuche aufeinander folgend zwei Plateaus, die den Rissfortschritt links und rechts in der Flachprobe darstellen.

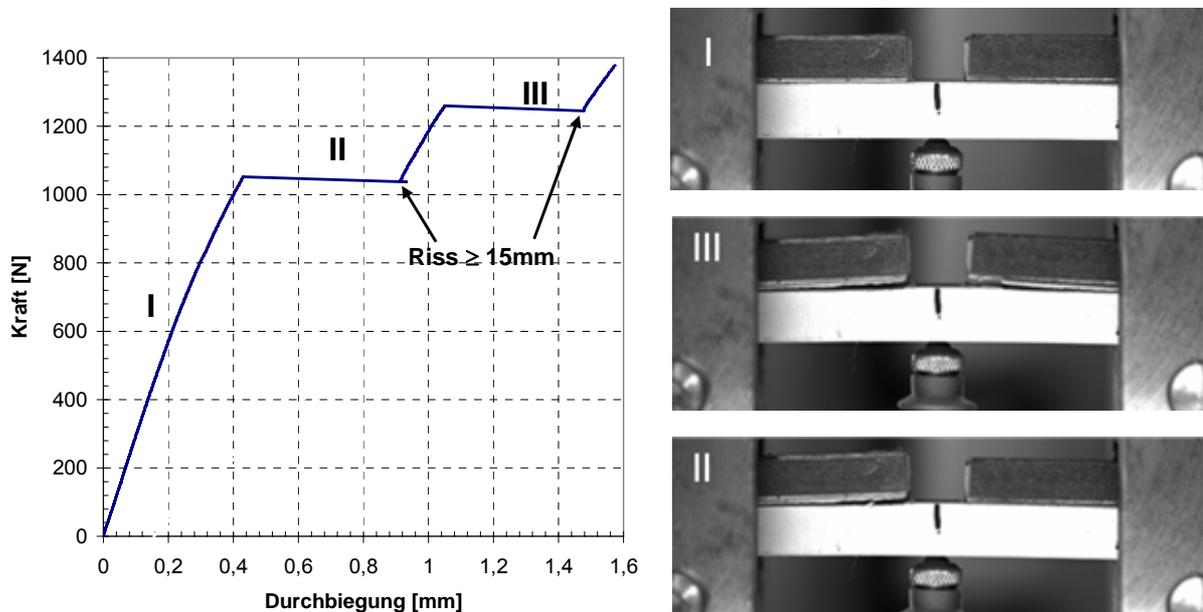


Bild 5.21 Typischer Verlauf der Durchbiegung im Charalambides-Versuch bei einem EB-PVD-Wärmedämmschichtsystem mit Angabe des Rissverlaufes in den unterschiedlichen Bereichen des Versuchs, Probe C39 (Tabelle 5.6)

5.2.5. Druckversuch mit SEA-Analyse und CCD-Kamera

An einigen Hohlproben wurden jeweils nach dem TGMF-Versuch Druckversuche zur Bestimmung der kritischen Dehnung ε_c für Delamination und zum Zeitpunkt der vollständigen Abplatzung in der Wärmedämmschicht unter Hinzunahme eines Schallemissionsgerätes und einer CCD-Kamera durchgeführt (**Bild 5.22** und **Bild 5.23**). Die Druckbeanspruchung an der Hohlprobe erfolgte bei Raumtemperatur durch eine zweite servohydraulische Prüfmaschine (Bauart Schenk), die eine Maximallast von 250kN aufbringen kann. Zur Messung der Schallemission wurden 2 Pico-Sensoren mit einem Frequenzbereich von 300 - 800 MHz verwendet. Das 2-Kanalsystem Schallemissionsmessgerät (Physical Acoustic) registriert die Signale der Pico-Sensoren in Form von Hits. Über externe Eingänge am SEA-Gerät lässt sich auch die Kraft und die axiale Verlängerung der Probe aufzeichnen, sodass zur selben Zeit eine Auftragung der SEA-Signale und die kritische Dehnung ermittelt werden kann.

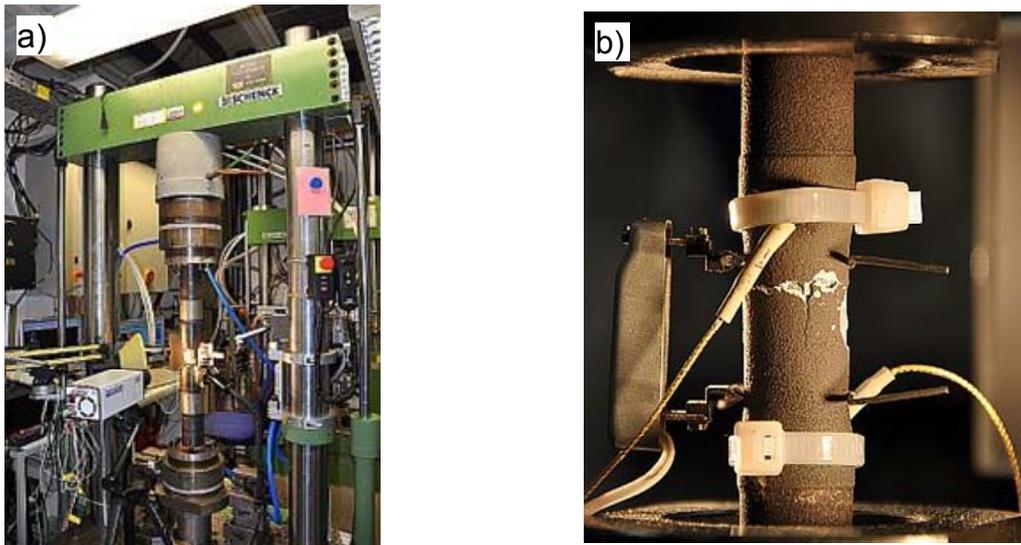
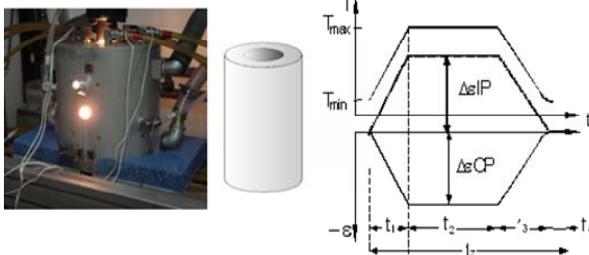


Bild 5.22 Versuchsaufbau für Druckversuch (a) und Ankopplung der Sensoren, sowie des lokalen axialen Dehnungsaufnehmers (b)

Vorbeanspruchung

TGMF (IGZ) nach isothermer Voroxidation



a)

Druckversuch

b)

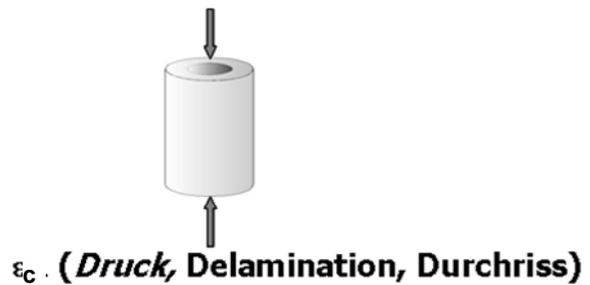


Bild 5.23 Zur Vorgehensweise der Vorbeanspruchung im TGMF-Versuch und anschließenden Bestimmung der kritischen Dehnung bei Raumtemperatur im Druckversuch

Eine Übersicht über die durchgeführten Druckversuche an Hohlproben nach verschiedenen Beanspruchungszuständen vermittelt **Tabelle 5.7**.

Probe	Voroxidation [h]	TGO-Dicke	TGMF-Prüfzyklus	Mech. Dehnung %	TGMF-Zyklen	TGMF-Versuch [h]	Summe $t_{ox} + t_{TGMF}$ [h]	ϵ_c , (Durchriss) [%]	ϵ_c , (Delamination) [%]
PG4	-	-	-	-	-	-	-	1,20	0,23
aKA93a15	1001	5,5	IP	0,3	724	241	1098	0,84	0,22
aKA93a16	1001	5,5	IP	0,3	1509	503	1202	0,77	0,20
aKA93a5	3000	7	(1)	0,3	-	-	3000	0,83	0,21
aKA93a1	1009	5,5	OOP	-0,3	1506	502	1210	0,88	0,23
aKA93a3	1001	5,5	OOP	-0,3	2990	996	1400	0,77	0,20

(1) isotherm, $T_{max} = 1000^\circ\text{C}$, TGO-Schichtdicke ermittelt aus Bild 2.1 und vorgegebener Auslagerungsdauer

Tabelle 5.7 Übersicht der durchgeführten Druckversuche nach unterschiedlicher Vorbeanspruchung, APS-Wärmedämmschichtsystem

Aus der Tabelle geht hervor, dass Druckversuche an einer Hohlprobe im Ausgangszustand und eine weitere nach einer langzeitigen isothermen Auslagerung von 3000h bei 1000°C durchgeführt wurden. Weitere vier Hohlproben wurden nach einer isothermen Voroxidation von ca. 1000h bei 1000°C und nach unterschiedlich langer thermomechanischer Beanspruchung im Industriegasturbinenzyklus jeweils für In-Phase und Out-of-Phase einem Druckversuch unterzogen. Mit aufgetragen ist die Summe der Zeiten unter der Wirkung der maximalen Temperatur während der Voroxidation (1000°C) und der Haltezeit bei maximaler Zyklustemperatur im TGMF-Versuch.

Zur Detektierung des visuellen Durchriss und zur Betrachtung des Rissverlaufes in der Probe kam während des Druckversuches eine CCD-Kamera zum Einsatz. Unter Verwendung einer Spiegelkonstruktion lies sich die Vorder- und Rückseite der Probe beobachten.

Die Ergebnisse der Schallemissionsmessungen, die im Rahmen dieses Vorhabens erstmalig in diesem Zusammenhang eingesetzt wurde, sind zusammen mit den Spannungs-Dehnungs-Daten aus der Druckbelastung der Probe in Kap. 6 beschrieben.

5.2.6. Vorgehensweise Rissbewertung

Zur Klassifizierung der Rissbefunde wurden aus bereits präparierten Längsschliffen aus dem vorigen Vorhaben und auf gleicher Weise präparierten Schliffen aus diesem Vorhaben Schlibfbilder an Hohlproben nach folgendem Vorgehen durchgeführt (**Bild 5.24**).

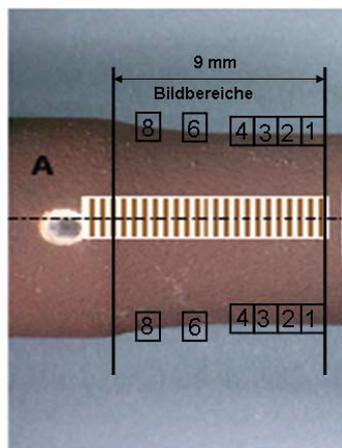


Bild 5.24 schematische Darstellung für das Vorgehen der Schliffaufnahmen zur Bewertung der Risse

Ausgehend vom Abknickpunkt des Übergangsbereichs bis in die Prüfzone wurden 9mm bis in die Probenmitte abgemessen. Anschließend wurden Schliffaufnahmen von 100-facher Vergrößerung zurückführend bis zum Abknickpunkt gemacht und damit in gleich große Bildbereiche unterteilt. Ausgewertet wurden letztendlich nur die Risse in jeder Schicht im Bildbereich 1 bis 4, da eine Untersuchung unter Hinzunahme der Bildbereiche 6 und 8 im Übergangsbereich Untersuchung keine wesentlichen Unterschiede ergab. Aus den Bildbereichen 1-4 wurden weitere Aufnahmen in 200-facher und 500-facher Vergrößerung gemacht. Bei diesen Vergrößerungen wurden Risse um die TGO-Schicht sichtbar. Die Risse wurden sowohl oberhalb wie auch unterhalb des Längsschliffs aus den erwähnten Bildbereichen gezählt.

Ebenso wurden nach dem Charalambides-Versuch sowohl aus dem Bereich der Risspitze als auch aus dem Endstück der jeweiligen Flachprobe gemäß **Bild 5.25** Schliffaufnahmen erstellt. Mit der Schliffpräparation am Endstück der Flachprobe konnte sichergestellt werden, dass kein Einfluss des bereits aus dem Charalambides-Versuchs vorhandenen Risses auf die Rissbewertung besteht.

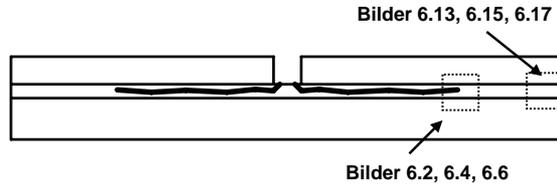


Bild 5.25 Dokumentation der Schädigung im Bereich der Risspitze und im Bereich ohne Einfluss der Risspitze

Für die Rissbewertung wurden sowohl die maximale Risslänge als auch die Summe aller Risse in jedem jeweiligen Schichtsystem ermittelt. Ebenso wurde versucht eine „mittlere Risslänge“ nach [9] zu ermitteln. Hierbei wird die durchschnittliche Risslänge über eine Gauß-Verteilung ermittelt. Nach dieser Methode wurden auch die Ermüdungsrisse in der Haftvermittlerschicht und im Grundwerkstoff erfasst. Alle ermittelten Risslängen konnten über die TMF/TGMF-Versuchsdauer und gesamte Schädigungsdauer (Oxidationsdauer und Haltezeit bei maximaler Temperatur im TMF/TGMF-Versuch) aufgetragen und über den Vergleich mit unterschiedlich beanspruchten TMF/TGMF-Proben bewertet werden. Im Blickpunkt der Rissbewertung stand der Einfluss der Rauheit, der Dehnungsschwingbreite, der TGO-Schichtdicke nach thermomechanischer und nach thermozyklischer Beanspruchung, sowie der Einfluss vom Zyklustyp. Ausschließlich Schliffe aus dem vorigen Vorhaben wurden dahingehend untersucht. Rissbefunde aus diesem Vorhaben sollten das Schädigungsverhalten nach der Beanspruchungsart klären. Die folgende **Tabelle 5.8** zeigt die verwendeten und neu erstellten Schliffe mit sämtlichen Parametern.

	Probe	WDS	HVS	Rauheit in µm	Voroxidation in h	TGO-Dicke in µm	Prüfzyklus	Phasenverschiebung	Dehnungsschwingbreite in %	Zykluszahl	TMF/TGMF-Dauer in h
	Hohlproben										
	930301	APS	LCO22	12,5	500	4,2 (3)	IGZ	OOP	0,3	3143	1048
	930302	APS	LCO22	12,5	2000	6,1 (7)	IGZ	OOP	0,3	1417	472
	930304	APS	LCO22	12,5	2000	6,4 (7)	IGZ	OOP	0,3	1366	455
	930305	APS	LCO22	12,5	5000	8,6 (10)	IGZ	OOP	0,3	884	295
	930306	APS	LCO22	12,5	6211	7,9 (10)	IGZ	IP	0,3	646	215
1	930307	APS	LCO22	6,3	6211	8,5 (10)	IGZ	IP	0,3	334	111
	930308	APS	LCO22	6,3	500	4,0 (3)	TF	-	-	693	231
	930309	APS	LCO22	6,3	2012	6,2 (7)	TF	-	-	1060	353
	93C3	APS	LCO22	6,3	281	3,9 (3)	IGZ	OOP	0,3	3346	1115
	93N5	APS	LCO22	6,3	1000	5,6 (7)	IGZ	OOP	0,6	5125	1708
	93M3	APS	PWA286	6,3	300	4,5 (3)	IGZ	IP	0,3	1444	481
	105H5	APS	LCO22	6,3	300	6,3 (3)	FTZ	135°	0,3	2445	367
	aKA93a11	APS	LCO22	12,5	1006	-	IGZ	OOP	0,3	1509	503
	aKA93a6	APS	LCO22	12,5	1006	-	IGZ	OOP	0,3	2551	850
	aKA93a13	APS	LCO22	12,5	1006	5,2(6)	IGZ	IP	0,3	550	165
	aKA93a14	APS	LCO22	12,5	1009	5,2(6)	IGZ	IP	0,3	1571	523
	aKA93a12	APS	LCO22	12,5	1006	5,4 (6)	IGZ	IP	0,3	2974	992
	aKA93a1	APS	LCO22	12,5	1009	5,4 (6)	IGZ	-	-	-	-
	1) Hohlproben aus vorangegangenem Vorhaben [2], Werte in Klammern aus [2] übernommen und aus Bild 2.1 ermittelt										

Tabelle 5.8 Übersicht der durchgeführten TMF- bzw. TGMF-Versuche

6. Lebensdauer kennwerte

6.1. Ergebnisse der Energiefreisetzungsrate

Mit den Charalambides-Experimente wurde am IfW an unterschiedlich isotherm ausgelagerten und an zyklisch oxidierten Flachproben mit jeweils einer Vorauslagerung von ca. 1000h die Energiefreisetzungsrate bestimmt. Über die Beziehung nach Gl. (4.8) wurde die Energiefreisetzungsrate und damit die kritische Bruchzähigkeit K_c ermittelt, die mit in das Lebensdauermodell eingeht.

In **Bild 6.1** ist die mittlere Energiefreisetzungsrate über der isothermen Auslagerung dargestellt. Im Ausgangszustand liegt der G_c -Wert bei 200N/m, steigt bis zu einer Auslagerungsdauer von 7000h bis maximal 300N/m an und fällt mit zunehmender Oxidation unter den Ausgangswert.

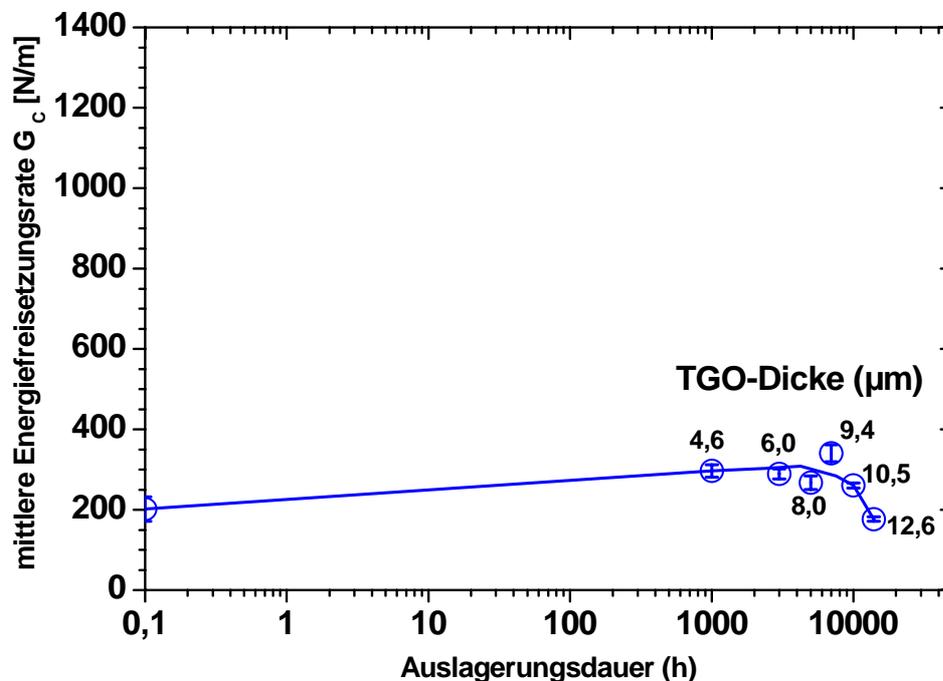


Bild 6.1 Darstellung der Energiefreisetzungsrate über der Auslagerungsdauer ermittelt aus Charalambides-Versuchen an Flachproben (Tabelle 5.6), Angaben zur TGO-Dicke aus Tabelle 5.4

Vergleicht man anhand von Schliffbildern den Rissverlauf zwischen Ausgangszustand, nach isothermer Oxidation von 10000h und ca.14000h bei einer Temperatur von 1000°C, so ist zu bemerken, dass alle Rissverläufe innerhalb der TBC verlaufen (**Bild 6.2**). Der Grund für diesen Rissverlauf ist durch den geringen Risswiderstand der TBC in diesem Bereich zu erklären der TBC. Die Flächenporosität liegt bei diesem APS-Schichtsystem bei etwa 10%, wobei lokal auch höhere Werte vorstellbar sind. Mit zunehmender Auslagerungsdauer nimmt die TGO-Schichtdicke zu, gleichzeitig zeigen sich Risse in der Wärmedämmschicht und der TGO-Schicht. Der Rissverlauf verlagert sich mit zunehmender Auslagerungsdauer in Richtung TGO. Vereinzelt sind im Fall nach Auslagerung von 14000h auch Risse in der TGO zu beobachten.

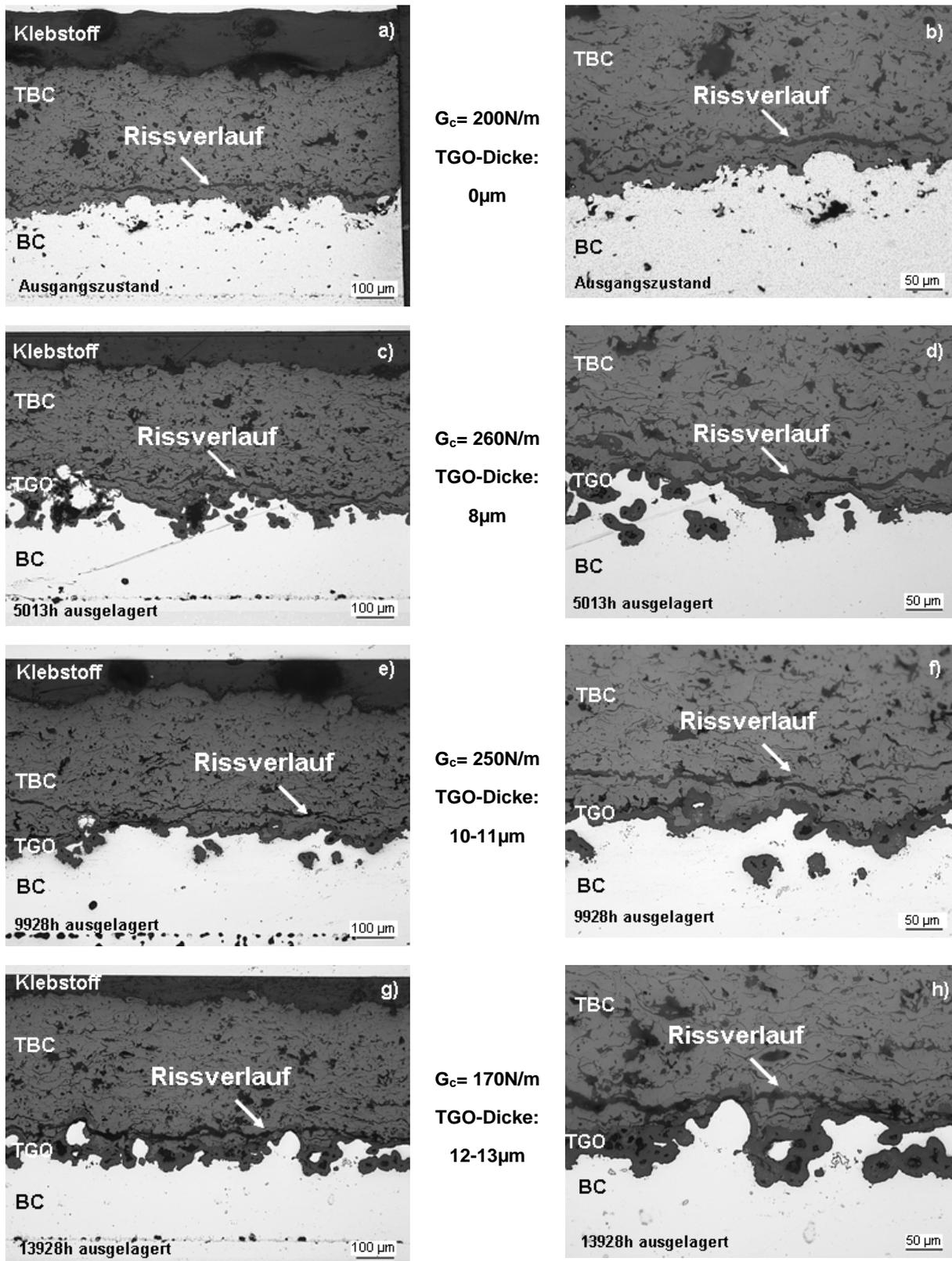


Bild 6.2 Im Charalambides-Versuch nach unterschiedlicher Vorauslagerungsdauer beobachtete Rissverläufe: Ausgangszustand (a, b), nach ca. 5000h (c, d), 10000h (e, f) und 14000h (g, h). Aufnahmen im Bereich vom Rissauslauf mit 10-facher (linke Spalte) und 20-facher (rechte Spalte) Vergrößerung, Lage der Aufnahmen siehe Bild 5.25

Die TGO-Schichtdicke weist bei der höchsten Auslagerungsdauer Werte um $12\mu\text{m}$ (Bild 6.1) auf. Im Fall zyklischer Oxidation (Tabelle 5.5) wurden Werte der Energiefreisetzungsrate für APS-Schichtsysteme nach einer Vorauslagerung von $1000\text{h}/1000^\circ\text{C}$ und anschließender zyklischer Auslagerung 300h (900 Zyklen), 500 (1500 Zyklen) und 1000h (3000 Zyklen) bei einer Temperatur von 930°C ermittelt.

Entsprechend wurden Energiefreisetzungsraten an EB-PVD-Schichtsystemen nach einer Vorauslagerung von $300\text{h}/1000^\circ\text{C}$ mit nachfolgender zyklischer Auslagerung von 500h (2727 Zyklen) und 1000h (5454 Zyklen) bei einer Temperatur von 1050°C für zwei Haftvermittlerschichten (CoNiCrAlY, PtAl) bestimmt (Bild 6.3).

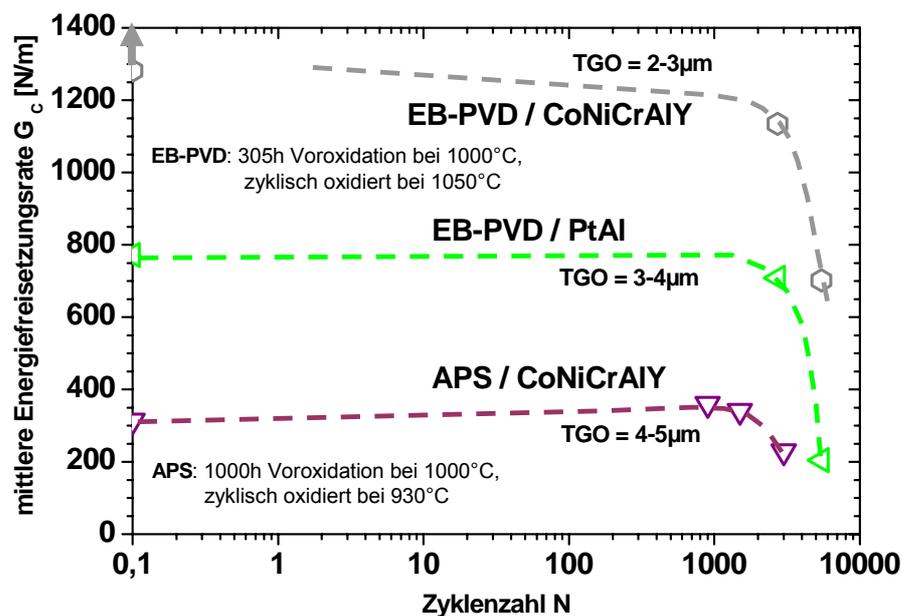


Bild 6.3 Darstellung der Energiefreisetzungsrate über der Zyklenzahl aus Charalambides-Versuchen an Flachproben nach zyklischer Oxidation, EB-PVD und APS-Schichtsysteme, Angaben zur TGO-Schichtdicke aus Tabelle 5.5

Die Ergebnisse für das APS-Schichtsystem liefern Werte der Energiefreisetzungsrate von ca. 300N/m , der nach $1000\text{h}/3000$ Zyklen unter den Wert vom Auslagerungszustand auf ca. 200N/m abfällt. Der Vergleich mit den G_c -Werten bei isothermer Oxidation (Bild 6.1) zeigt jedoch, dass zyklische Oxidation im Bereich von Zykluszahlen $N > 1000$ schneller zur Schädigung führt.

Die Betrachtung der Ergebnisse für die EB-PVD-Schichtsysteme liefern im Vergleich zum APS-Schichtsystem deutlich höhere G_c -Werte. Der Grund dafür ist der Bindungsmechanismus der Wärmedämmschicht. Bei einem APS-Schichtsystem ist der wichtigste Haftungsmechanismus die mechanische Verklammerung der Wärmedämmschicht auf der Haftvermittlerschichtoberfläche, während die Haftung bei EB-PVD-Schichtsystemen maßgeblich auf chemischer Haftung beruht. Eine weitere Erkenntnis ist auch, dass eine EB-PVD-Beschichtung auf einer Haftvermittlerschicht mit CoNiCrAlY widerstandsfähiger gegen Verformung zu sein scheint als auf einer Haftvermittlerschicht mit PtAl.

Die Rissverläufe nach unterschiedlichen Zyklierungsdauern für das APS-Schichtsystem sind im **Bild 6.4** veranschaulicht. Der durch den Charalambides-Versuch erzwungene Riss entsteht sowohl nach 1000h isothermer Auslagerung wie auch nach einer anschließenden zyklischen Oxidation in der TBC. Es wird deutlich, dass mit zunehmender zyklischer Beanspruchungsdauer der Riss sich nicht wie bei zunehmender isothermer Beanspruchungsdauer in die TGO verlagert. Diese Beobachtung stimmt auch mit dem in Bild 2.7 ermittelten Zusammenhang zwischen der Beanspruchungsart und der Schadenskonfiguration gut überein. Eine zyklische Beanspruchung führt zu Rissen in der keramischen Wärmedämmschicht und nicht in der TGO. Da die TGO-Schichtdicke bei zyklischer Beanspruchung nur minimal zunimmt, ist dies auch zu erwarten.

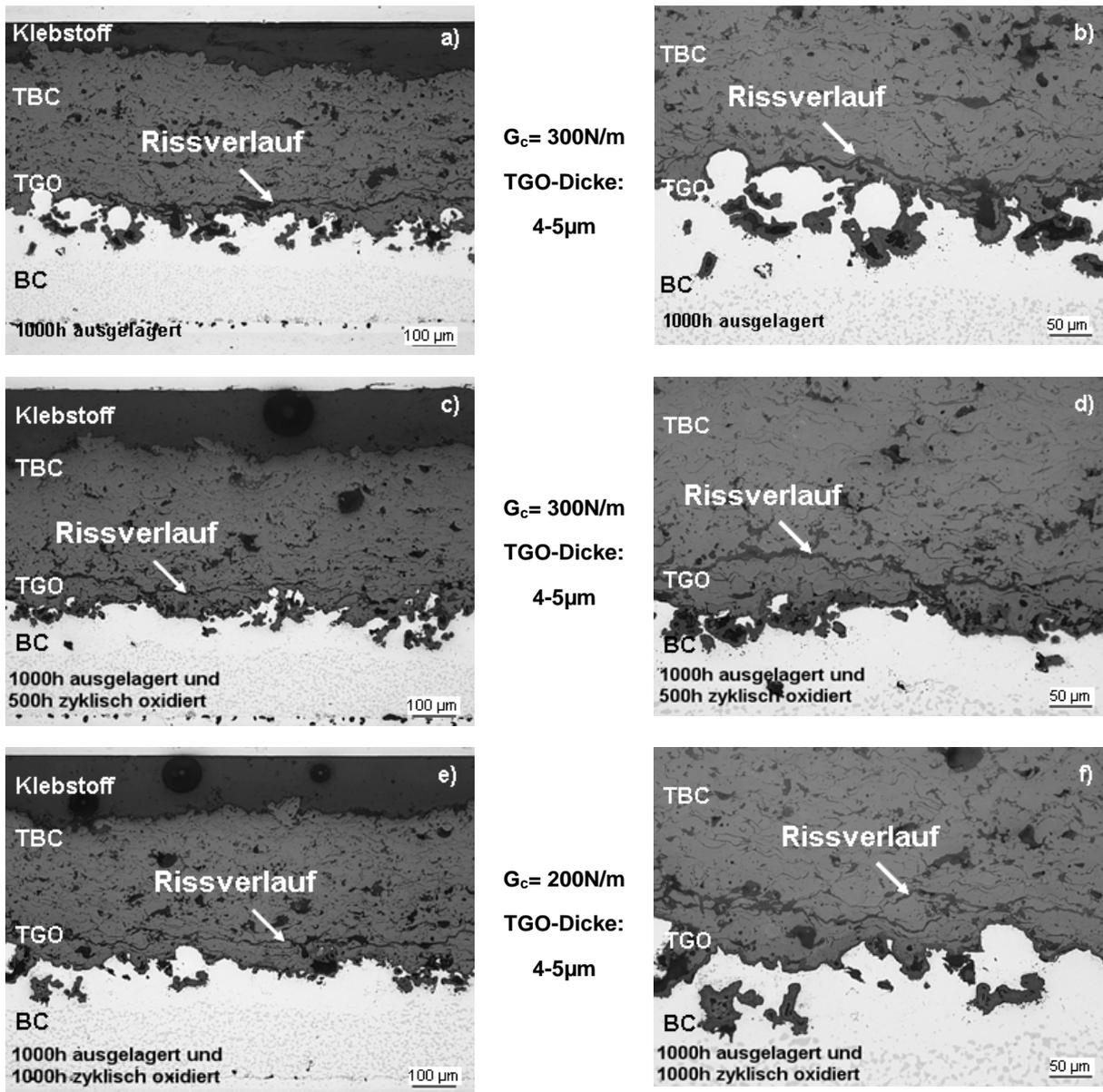


Bild 6.4 Darstellung des Rissverlauf im APS-Schichtsystem nach 1000h isothermer Auslagerung (a), nach gleicher Auslagerungsdauer und 500h zyklischer Oxidation(b), sowie 1000h zyklischer Oxidation anhand von lichtmikroskopischen Aufnahmen mit 10-facher und 20-facher Vergrößerung, Proben gemäß Tabelle 5.6, Lage der Aufnahmen siehe Bild 5.25

Die Betrachtung der Rissverläufe bei EB-PVD-Schichtsystemen (**Bild 6.5** und **Bild 6.6**) zeigt, dass die Risse immer in die TGO geleitet werden. Bei der Probe mit reiner Voroxidation zeigte sich jedoch Delamination zwischen Decklage und Oberfläche der keramischen Wärmedämmschicht. Aus diesem Grund ist der Ergebnispunkt in Bild 6.3 mit einem Pfeil versehen. Es ist hierbei anzunehmen, dass der wahre Wert höher liegt.

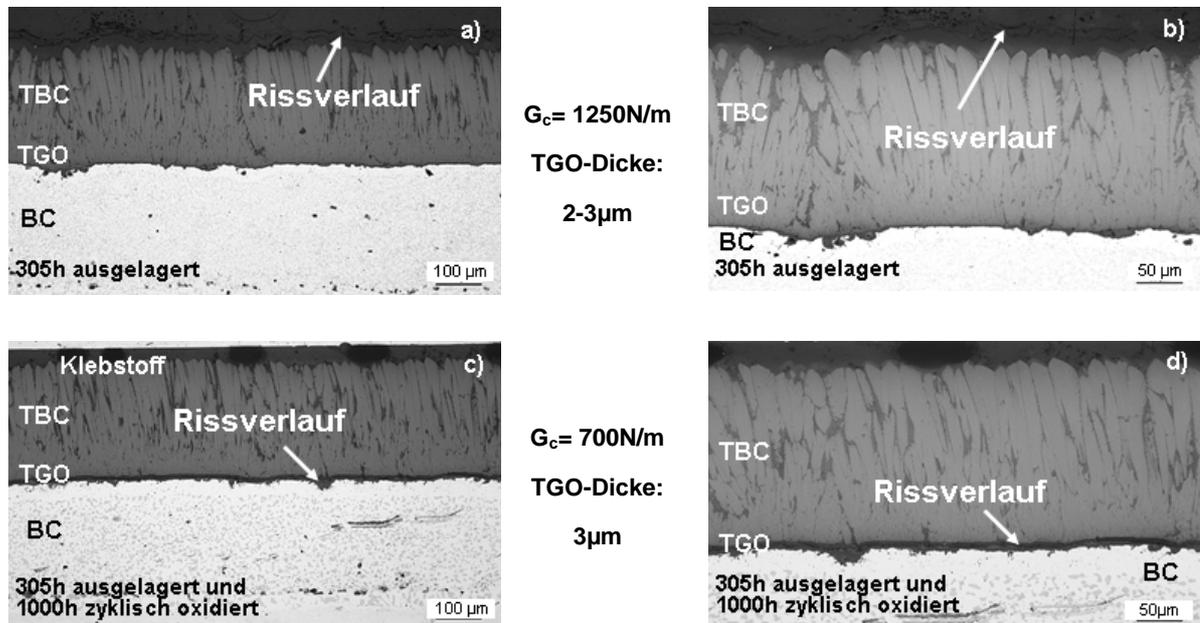


Bild 6.5 Darstellung des Rissverlauf im EB-PVD/CoNiCrAlY-Schichtsystem nach 305h isothermer Auslagerung (a, b) und nach gleicher Auslagerungsdauer und 1000h zyklischer Oxidation(c, d) mit 10-facher und 20-facher Vergrößerung, Lage der Aufnahmen siehe Bild 5.25

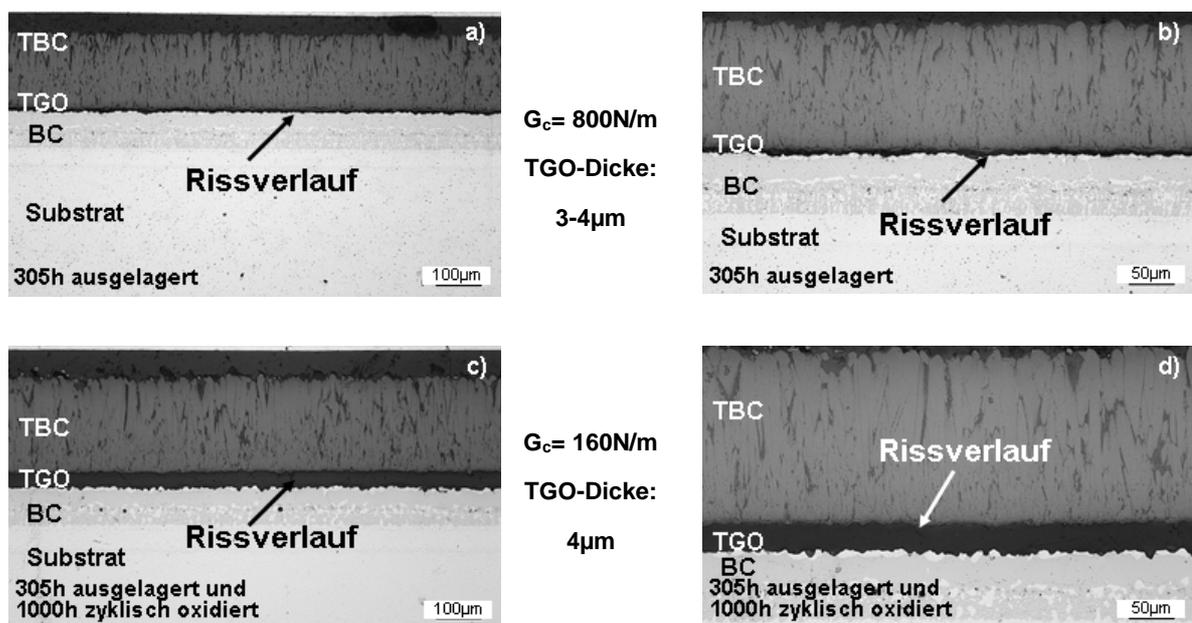


Bild 6.6 Darstellung des Rissverlauf im EB-PVD/PtAl-Schichtsystem nach 305h isothermer Auslagerung (a) und nach gleicher Auslagerungsdauer und 1000h zyklischer Oxidation(b), Lage der Aufnahmen siehe Bild 5.25

Die stengelartige Struktur der EB-PVD-Schicht lässt den Rissfortschritt nur in der TGO-Schicht zu. Durch die viel bessere Haftung im EB-PVD-Schichtsystem aufgrund der chemischen Bindung im Vergleich zur Haftung eines APS-Schichtsystems ist der Widerstand gegen die Verformung bei Schichtsystemen mit EB-PVD wesentlich höher gegenüber dem APS-Schichtsystem. Im Fall der ausgelagerten Probe ist der Verformungswiderstand so hoch gewesen, dass der Riss entlang der Klebeschicht lief.

6.2. Ergebnisse der kritischen Dehnung

6.2.1. Kritische Dehnung (Delamination) anhand von Charalambides-Versuchen

Aus den durch die Charalambides-Versuche ermittelten kritischen Energiefreisetzungsraten wurden nach der Gl. (5.7) die kritischen Dehnungen ermittelt, um eine Datenbasis für das Lebensdauermodell für den Delaminationsriss in Zugbeanspruchung zu erhalten.

Die Ergebnisse der isotherm beanspruchten Flachproben für das APS-Schichtsystem und der zyklisch beanspruchten Flachproben für jedes in diesem Vorhaben verwendete Schichtsystem ist im **Bild 6.7** dargestellt. Die kritischen Dehnungen sind jeweils über der Summe aller Haltezeiten unter maximaler Temperatur und über der Zyklenzahl aufgetragen. Es ist zu erkennen, dass die kritischen Dehnungswerte für das APS-Schichtsystem bei 0,0044 (0,44%) für den Ausgangszustand beginnen und zunächst leicht ansteigen, bevor sie ab einer Auslagerungsdauer von 7000h bis auf 0,0031 (0,31%) abfallen. Zyklisch oxidierte Proben verhalten sich tendenziell entsprechend, wobei nur bis ca. 1000 Stunden akkumulierter Haltezeit ausgelagert wurde.

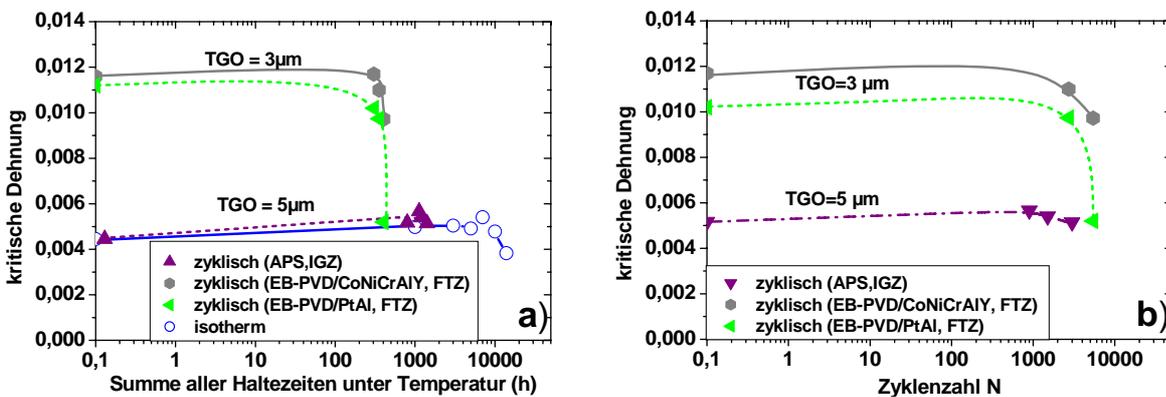


Bild 6.7 Darstellung der kritischen Dehnung für Delamination über der Summe der Haltezeiten bei max. Temperatur (a) sowie über der Zyklenzahl (b), Flachproben, Charalambides-Versuche gemäß Tabelle 5.6

Die kritischen Dehnungswerte für beide EB-PVD-Wärmedämmschichtsysteme liegen mit 0,011 (1.1%) höher als für das APS-Schichtsystem. Obwohl die TGO-Schichtdicke mit 3 μm im Vergleich zum APS-Schichtsystem geringer ist und auch die Auslagerungsdauer mit 305h kürzer ist, fallen die Werte der kritischen Dehnung für die EB-PVD-Wärmedämmschichtsysteme nach kürzeren Zeiten ab. Eine weitere Beobachtung ist, dass die Werte für das EB-PVD-Schichtsystem mit einer PtAl-Haftvermittlerschicht unter den Werten des EB-PVD-

Wärmedämmschichtsystems mit einer CoNiCrAlY-Haftvermittlerschicht liegt. Dieser Unterschied ist in der Auftragung über der Zyklenzahl noch deutlicher zu sehen.

6.2.2. Kritische Dehnung beim Druckversuch

Aus Druckversuchen an Hohlproben des APS-Wärmedämmschichtsystems, die vorher im TGMF-Versuch mit unterschiedlichen Beanspruchungsdauern belastet wurden, ließen sich auch Werte der kritischen Dehnung ermitteln. Damit konnte eine Datenbasis für das Lebensdauermodell für den Fall Druckbeanspruchung geschaffen werden. Anhand der gemessenen Spannungs-Dehnungsverläufe ließen sich wichtige Hinweise zur Bestimmung der kritischen Dehnung für die Ablösung der keramischen Wärmedämmschicht gewinnen. Aus der Schallemissionsmessung konnten die einzelnen Stadien für Delamination und Durchriss ermittelt werden.

Die Spannungs-Dehnungs-Verläufe für In-Phase- Beanspruchung bzw. Out-of-Phase-Beanspruchung, sowie nach einer isothermen Auslagerung von 3000h bei 1000°C sind im **Bild 6.8** abgebildet. Die Kolbenweggeschwindigkeit lag konstant bei 41µm/min. Aus der Messung mit einem Extensometer (20mm) ergaben sich Dehnraten im elastischen Bereich zwischen 1,5%/h und 2%/h.

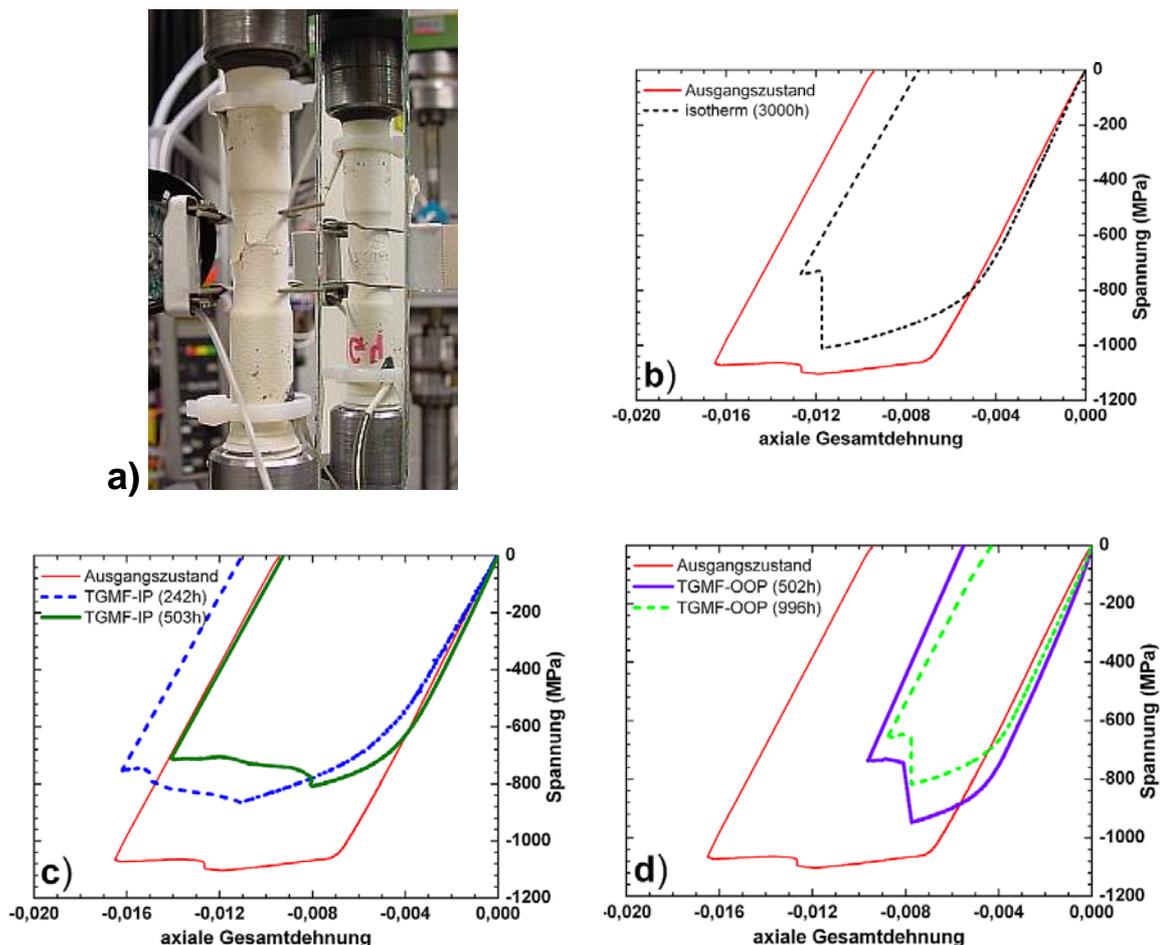


Bild 6.8 Durchriss im Druckversuch (a) und Spannungs-Dehnungsverläufe von unterschiedlich beanspruchten Hohlproben während des Druckversuchs (b-d), APS-Wärmedämmschichtsystem

In den Darstellungen der Spannungs-Dehnungs-Diagramme ist jeweils der Verlauf des Ausgangszustandes zu sehen. Alle Kurven zeigen zunächst den typischen Verlauf für einen Druckversuch mit dem elastischen Bereich und anschließendem Verformungsbereich. Mit zunehmender Druckbeanspruchung ist in jedem Kurvenverlauf bei plastischer Verformung eine plötzliche Spannungsabnahme zu erkennen. An dieser Stelle ist die Druckbelastung auf die Wärmedämmschicht so groß, dass es zu einem Durchriss kommt (Bild 6.8a). Daher sind diese Stellen jeweils ein wichtiger Indiz für den möglichen Durchriss. Im Ausgangszustand liefert der Spannungsabnahme einen axialen Dehnungswert von ca. 0,012 (1,2%). Der ermittelte Dehnungswert nach einer isothermen Auslagerung von 3000h ist mit etwa 0,011 (1,1%) etwas niedriger (Bild 6.8b).

Für die Probe aus dem TGMF-Versuch unter In-Phase-Beanspruchung fällt der Dehnungswert von 0,011 (1.1%) nach einer TGMF-Versuchsdauer von 242h auf einen Dehnungswert von 0,008 (0,8%) nach einer Versuchsdauer von 503h (Bild 6.8c) ab. Nach gleicher TGMF-Versuchsdauer von 502h liegt der Dehnungswert für den Fall Out-of-Phase-Beanspruchung bei ebenfalls 0,008 (0,8%). Auch mit zunehmender Beanspruchungsdauer von 996h bleibt der Dehnungswert gleich (Bild 6.8d).

Durch die Korrelation der Spannungs-Dehnungskurven mit der Schallemissionsmessung und durch den zeitlichen Abgleich der Kameraaufnahmen konnte der kritische Dehnungswert für den visuellen Durchriss genau bestimmt werden.

Mit der Schallemissionsmessung ließen sich aber nicht die Werte der kritischen Dehnung für den Durchriss, sondern auch für die Delamination ermitteln. Zur Veranschaulichung wird die Bestimmung der kritischen Dehnung anhand der Schallemissionsmessung am Beispiel der Hohlprobe (aKA93a16, siehe Tabelle 5.7) gezeigt. Die Ergebnisse der kritischen Dehnung für Delamination und Abplatzung der Wärmedämmschicht wurden jeweils aus der Aufnahme der Energien und der SEA-Signale jeweils über der Zeit (**Bild 6.9**) bzw. der Dehnung (**Bild 6.10**) bestimmt und sind in Tabelle 5.7 aufgelistet. Die Energie ist ein Maß für die in einem Rissbildungsvorgang freigesetzte Schwingungsintensität. Die SEA-Signale entsprechen der Anzahl an Schallereignissen pro Zeitintervall.

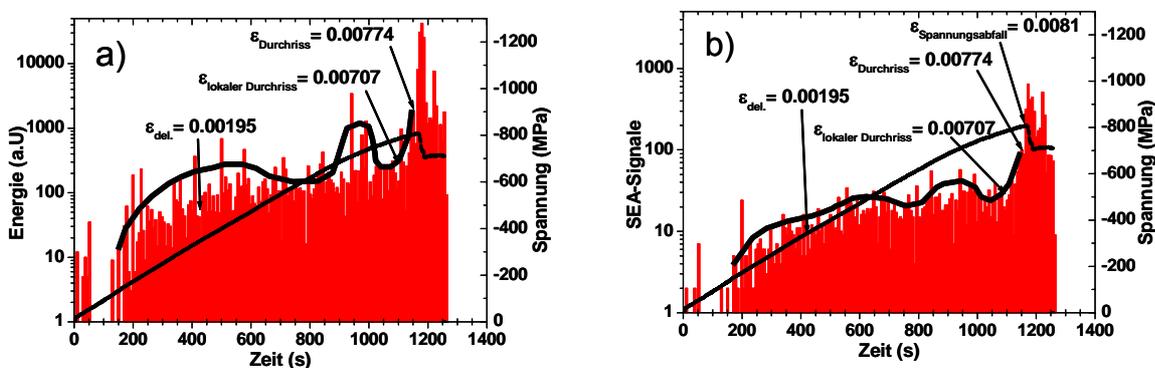


Bild 6.9 Beispiel für Energie (a) und entsprechende SEA-Signale (b) in Abhängigkeit von der Zeit mit Angabe der Spannungs-Zeitverlaufs zur Bestimmung der kritischen Dehnung für Delamination und Durchriss, TGMF-Hohlprobe (aKA93a16), Tabelle 5.7

Im dargestellten Beispiel ergibt sich für die Delamination ein kritischer Dehnungswert von $\epsilon_c = 0,00195$ (0,195%) bei etwa 420s und für den Durchriss eine kritische Dehnung von $\epsilon_c = 0,00707$ (0,707%) bei etwa 1100s. Im Druckversuch findet zuerst Delamination und nachfolgend lokaler Durchriss statt. Die zahlreichen aufeinanderfolgenden Energie-Peaks und SEA- Peaks für Delamination deuten darauf hin, dass sich in der Hohlprobe viele kleine Delaminationsrisse an verschiedenen Stellen der Hohlprobe bilden. Allerdings kann es auch daran liegen, dass Rissfortschritt aufgrund von Hindernissen (z.B. Querriss) in der Gefügestruktur gestoppt wird und nach dem Erreichen des lokalen Spannungswiderstands wieder weiterlaufen.

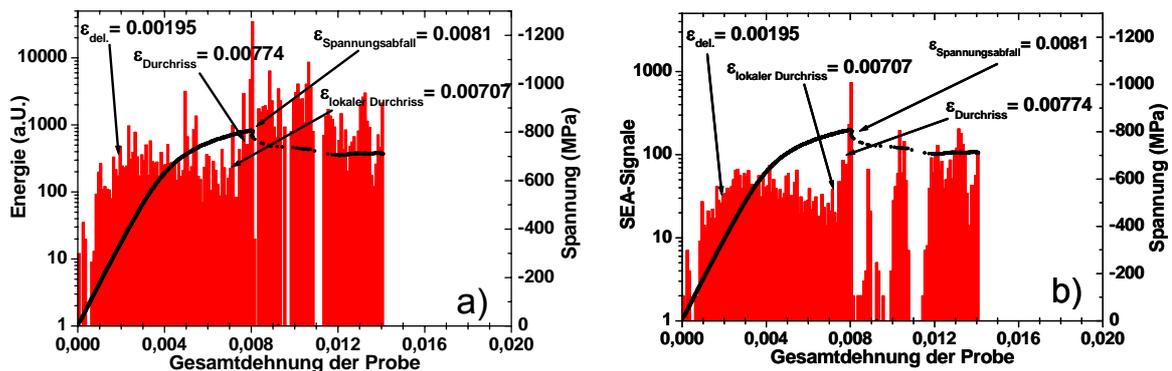


Bild 6.10 Darstellung der Energie (a) und der SEA-Signale (b) über der Gesamtdehnung der Probe und kritische Dehnungen für Delamination und Durchriss, TGMF-Hohlprobe (aKA93a16), Tabelle 5.7

Insgesamt ließ sich die kritische Dehnung für Delamination aus dem Anstieg zum ersten Maximum der SEA-Signale bestimmen. Bei der Bestimmung der kritische Dehnung für Durchriss wurde das zweite Maximum der SEA-Signale herangezogen. Das absolute Maximum der SEA-Signale fällt mit dem Abfall der Spannung in der Probe zusammen und kennzeichnet das vollständige Abplatzen der keramischen Wärmedämmschicht.

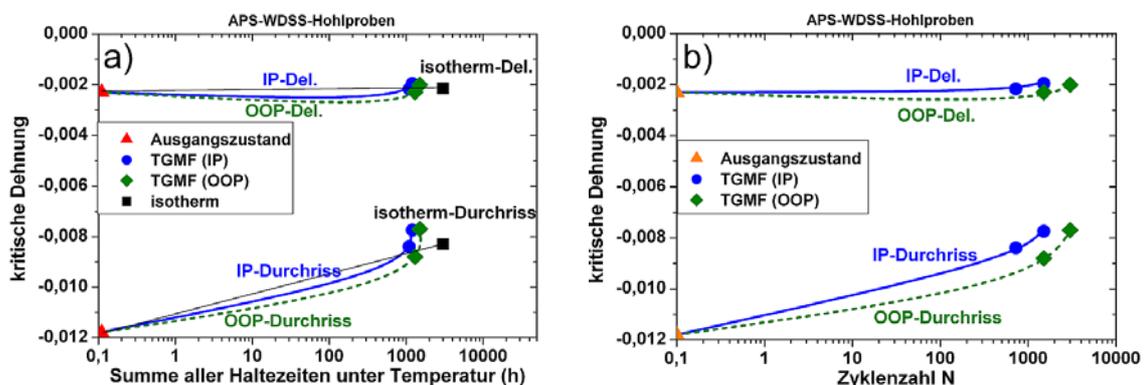


Bild 6.11 Darstellung der kritischen Dehnung über der Summe der Haltezeiten bei maximaler Temperatur (a) sowie über der Zykluszahl (b), Hohlproben unter In-Phase- bzw. Out-of-Phase-Bearbeitung

Die Ergebnisse der ermittelten kritischen Dehnungen aus der Schallemissionsmessung sind in **Bild 6.11** graphisch dargestellt.

Man erkennt in der Auftragung über der Summe aller Haltezeiten sowie über der Zykluszahl Delamination im Bereich von etwa 0,002 (0,2%) und darunter und Durchriss im Bereich um 0,01 (1%). Auf Basis erster Ergebnisse ergeben sich bei Out-of-Phase-Beanspruchung leicht höhere Werte der kritischen Dehnung im Vergleich zu In-Phase-Beanspruchung. Dies stimmt mit Beobachtungen im Vorgängervorhaben [2] überein, wonach In-Phase-Beanspruchung zu kürzeren Lebensdauern führt. Untersuchungen nach isothermer Auslagerung zeigen die höchsten Werte in der kritischen Dehnung.

6.3. Rissbewertung

Dieser Abschnitt beschreibt sämtliche Versuchsergebnisse der Rissauswertung dieses Vorhabens. Die Ergebnisse werden entsprechend ihrer Beanspruchungsart gegliedert. Die Rissbewertung der Versuche mit isothermer und zyklischer Oxidation erfolgte anhand von Flachproben. Bei den Versuchen mit thermomechanischer Beanspruchung wurden die Risse anhand von Längsschliffen an Hohlproben ermittelt. Für die Rissbetrachtung wurden zwei verschiedene Verfahren angewandt. Zunächst wird die Größe des zu betrachtenden Bereichs in der zu untersuchenden Schicht definiert. In diesem Bereich werden sämtliche gemessenen Risslängen aufsummiert. Diese Gesamtrisslänge wird schließlich durch die Anzahl der ausgemessenen Risse in diesem Bereich geteilt.

Diese Art der Rissbewertung ist ähnlich der Vorgehensweise in [9]. Über eine Gauß-Normalverteilung gemäß **Bild 6.12** lassen sich beispielhaft an einer Hohlprobe (aKA93a6) für jeden Schichtverbundpartner die Häufigkeit der Risse und die entsprechende Risslänge angeben. Die Anzahl der Risse wurde dabei über eine Klassenbreite von 5µm ermittelt.

Eine weitere Möglichkeit besteht in Ermittlung der maximalen Risslänge in dem zuvor definierten Bereich. Mit der akkumulierten Variante soll mehr der Gesamtschädigungszustand in der jeweiligen Schicht gezeigt werden. Dagegen beschreibt der Riss mit maximaler Länge eher einen lokalen Schädigungszustand. Allerdings bedeutet die Ermittlung der maximalen Risslänge auch die Bestimmung des größten Defektes, welcher zuerst zum Versagen führt.

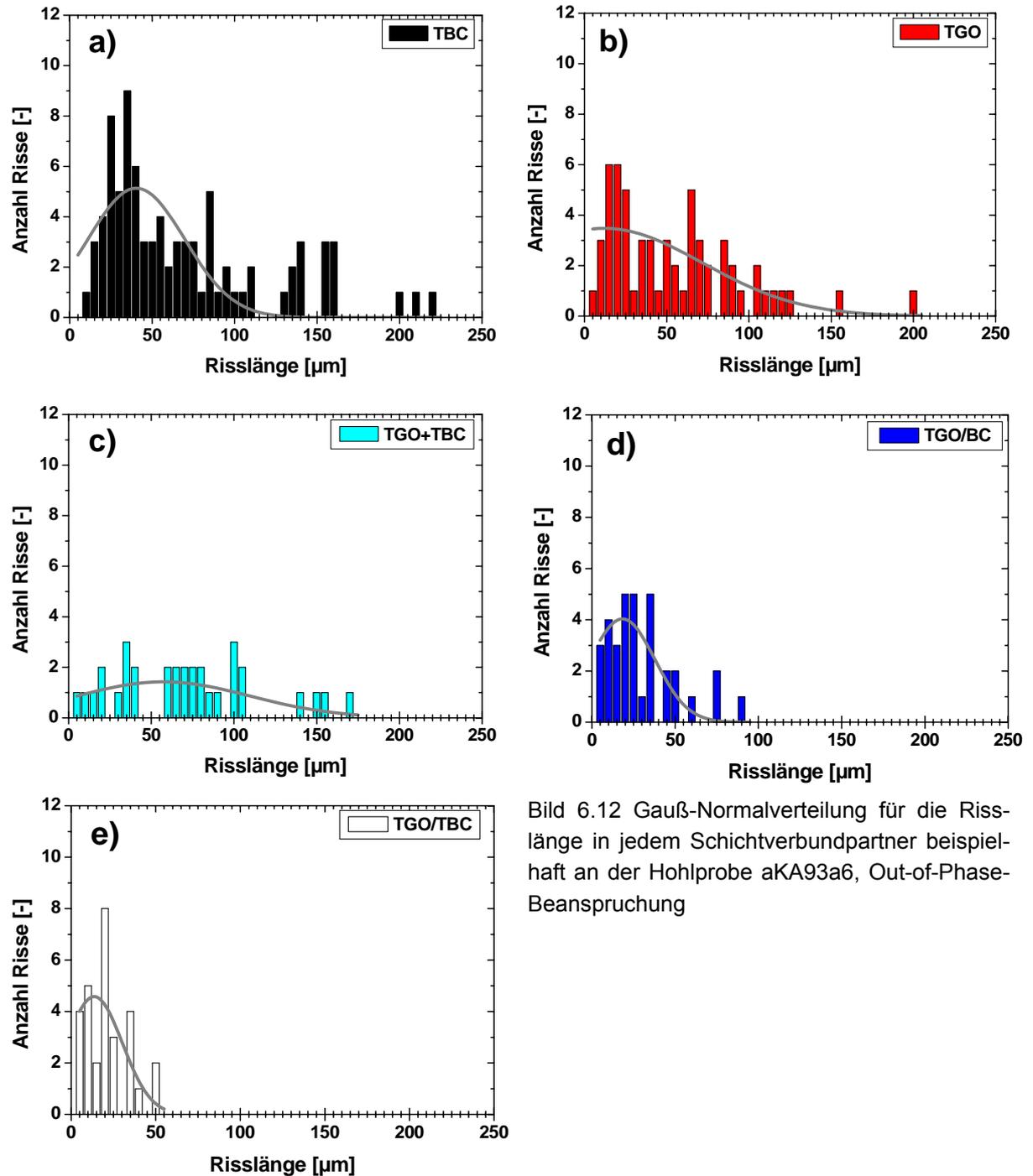


Bild 6.12 Gauß-Normalverteilung für die Risslänge in jedem Schichtverbundpartner beispielhaft an der Hohlprobe aKA93a6, Out-of-Phase-Belastung

6.3.1. Rissanalyse nach isothermer Oxidation

Die Auslagerung erfolgt bis maximal ca. 14000h bei einer Temperatur von 1000°C. In **Bild 6.13a** lässt sich anhand des Ausgangszustandes erkennen, dass, bedingt durch den Spritzprozess, bereits maximale TBC-Risse von ca. 180μm vorhanden sind. Mit zunehmender Auslagerungsdauer erhöhen sich die maximalen Risslängen in der TBC-Schicht von 200μm auf 250μm. Im Fall der Akkumulation (hier auf die Anzahl der Risse im Beobachtungsabschnitt bezogen) der Risse (**Bild 6.13b**), zeigt sich ein Anstieg der Risslänge der

TBC-Risse um 20µm auf 80µm, während sich bei ca.14000h diese mittlere Risslänge auf 75µm erhöht, tatsächlich jedoch in erster Näherung sich nicht ändert.

Mit steigender Auslagerungsdauer nimmt auch die mittlere Risslänge in der TGO/TBC-Grenzschicht zu (Bild 6.13b), bleibt aber oberhalb 5000h in etwa konstant.

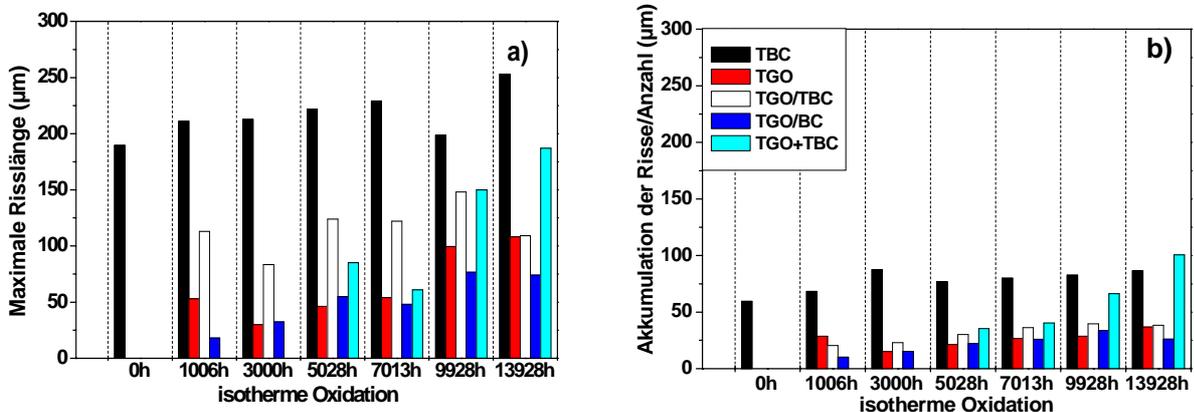


Bild 6.13 Rissbewertung der jeweiligen Schichten mit zunehmender isothermen Oxidation für Methode der maximalen Risslänge(a) und akkumulierte Risslänge (b), Legende von (b) gilt auch für (a)

Deutlicher lässt sich diese Tendenz durch Auftragung der maximalen Risslängen als Funktion der Auslagerungsdauer erkennen (Bild 6.13b). Die stetige Zunahme der Risslängen in der „TGO+TBC“-Schicht ist ein Indiz für das Zusammenwachsen von Rissen aus der TGO- und TBC-Schicht. Zur Veranschaulichung des Grenzschichtbereichs ist in **Bild 6.14** einerseits die ermittelte TGO-Schichtdicke dargestellt und andererseits sind Aufnahmen für jede Auslagerungsdauer gezeigt. Erwartungsgemäß nimmt die TGO-Schichtdicke mit längeren Auslagerungszeiten zu. Dadurch wird das Rauheitsprofil verändert, was zu Änderungen der lokalen Spannungen führt. Die Aufnahmen zeigen zunächst, dass die Rissbildung und -ausbreitung bis zu einer Auslagerungsdauer von 3000h hauptsächlich in der Grenzfläche TGO/TBC stattfindet. Bei längeren Auslagerungszeiten verlaufen die Risse sowohl in der Grenzschicht TGO/TBC als auch in der TGO-Schicht. Ab einer kritischen TGO-Schichtdicke, etwa 7000h entsprechend 10µm, breiten sich die Risse in der TGO-Schicht weiter aus und laufen in die porösere TBC-Schicht hinein, wobei sie sich mit Rissen aus der TBC-Schicht verbinden.

Im Vergleich zu Bild 2.7 in Kapitel 2 ergibt sich eine Übereinstimmung mit der Risslage in Wärmedämmschichtsystemen nach isothermer Beanspruchung.

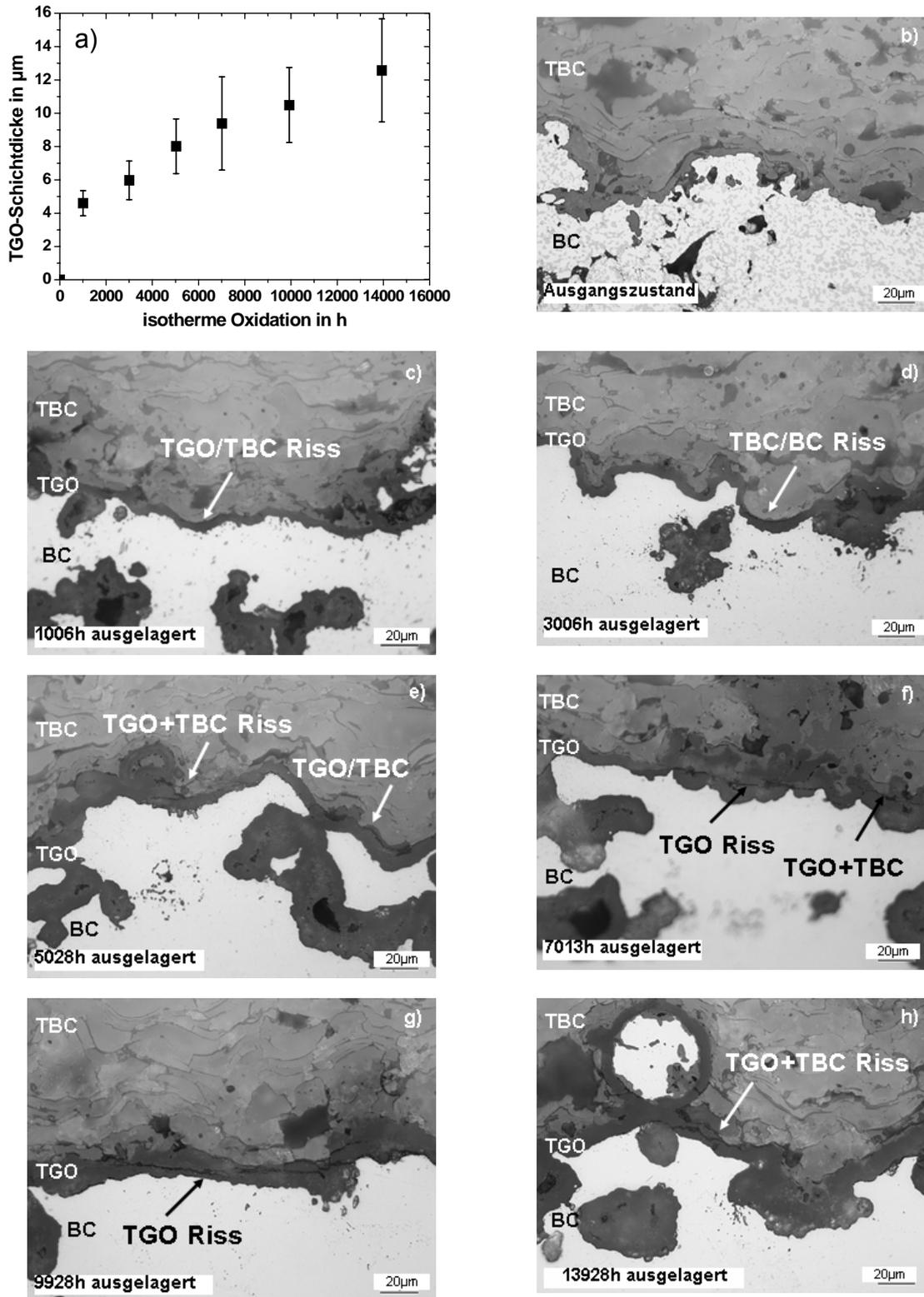


Bild 6.14 Darstellung des TGO-Wachstums und der Schädigungsentwicklung an APS-Wärmedämmschichtsystemen mit zunehmender Auslagerungsdauer, Flachproben C30 (0h), C41 (1006h), C35 (3006h), C36 (5028h), C37 (7013h), C42 (9928h) und C43 (13928) bei 1000°C isotherme Oxidation, Lage der Aufnahmen siehe Bild 5.25

6.3.2. Rissanalyse nach zyklischer Oxidation

Im Betrieb werden Gasturbinenschaufeln nicht nur durch die Oxidation im Schichtsystem geschädigt, sondern zusätzlich aufgrund von An- und Abfahrvorgänge zyklisch beansprucht, was zu thermisch induzierten Dehnungen im Schichtsystem führt.

Für einen Vergleich zur isothermen Oxidation sind die maximalen und akkumulierten Risslängen in **Bild 6.15** hier über die Summe der Haltezeit bei maximaler Temperatur aufgetragen. Folglich wird vom eingestellten Industrieturbinenzyklus im zyklischen Oxidationsversuch nur das Zeitintervall bei maximaler Temperatur berücksichtigt. Die Vorauslagerung von ca. 1000h wird jeweils dazugerechnet.

Aus Bild 6.15a geht hervor, dass bei zyklischer Oxidation die dominierenden maximalen Risslängen von rd. 200µm wie auch bei isothermer Oxidation in der TBC vorliegen. Auch die Risslängen in der Grenzschicht TGO/TBC liegen im Bereich entsprechend isothermer Oxidation.

Aus Bild 6.15b ist ersichtlich, dass die Risslängen in der TBC-Schicht sowohl im vorausgelagertem als auch im zyklisch oxidierten Zustand weitestgehend unverändert bleiben. Die Risslängen in der TGO-Schicht und in den Grenzschichten nehmen mit steigender Oxidationsdauer leicht zu, jedoch auf niedrigem Niveau. Weiter wird beobachtet, dass sich TGO- und TBC-Risse bei zyklischer Beanspruchung verbinden.

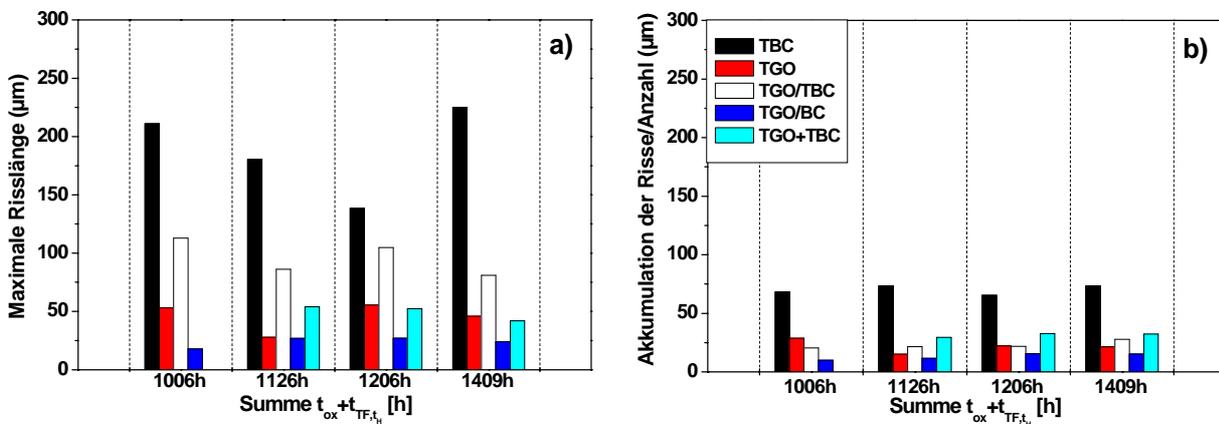


Bild 6.15 Rissbewertung der jeweiligen Schichten mit zunehmender zyklischer Oxidation für die Methode der maximalen Risslänge (a) und akkumulierte Risslänge (b), Legende von (b) gilt auch für (a)

Die Schliffaufnahmen in **Bild 6.16** zeigen den grenzflächennahen Bereich nach unterschiedlichen Haltezeiten bei T_{max} . Festgestellt wird, dass nach allen zyklischen Beanspruchungsdauern die Risse in der Grenzschicht TGO/TBC entlang laufen. Die beobachteten Ergebnisse zeigen eine Übereinstimmung mit Bild 2.7.

Beim Vergleich von isothermer Oxidation (Bild 6.13) mit zyklischer Oxidation (Bild 6.15) bei vergleichbaren Laufzeiten um 1000h zeigt die Rissanalyse Risse in der TBC, jedoch nur im Fall zyklischer Oxidation auch Risslängen, die von der TGO in die TBC laufen.

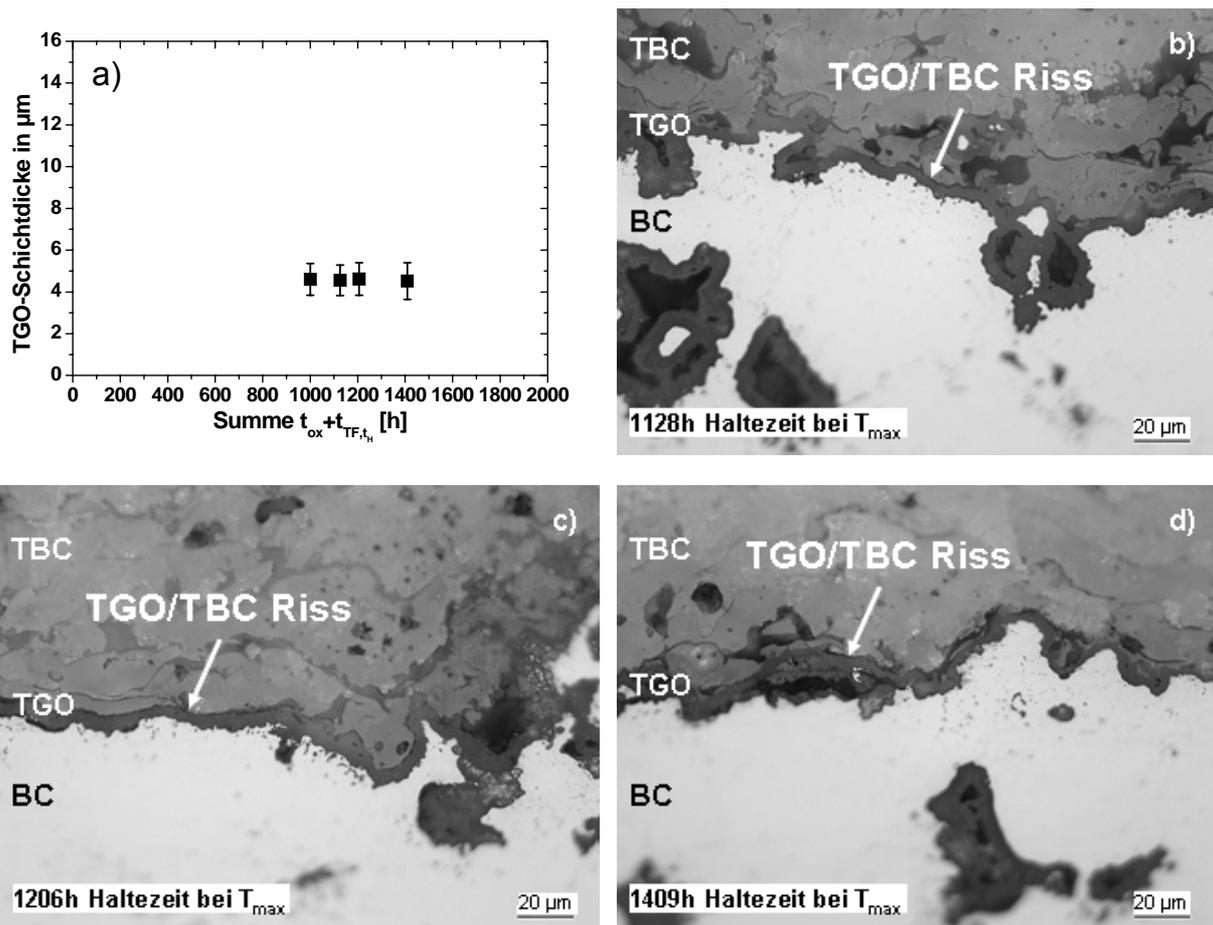


Bild 6.16 TGO-Schichtdicken mit zunehmender zyklischer Oxidationsdauer (a), sowie Schliffaufnahmen von Flachproben nach unterschiedlich langer Zyklisierung (b-d)

6.3.3. Rissanalyse nach TGMF-Beanspruchung

Mit einer thermomechanischen Beanspruchung mit radialem Temperaturgradient wird eine ähnliche Abbildung versucht. Um den Einfluss des Prüfzyklus bei thermomechanischer Beanspruchung auf das Schädigungsverhalten im Schichtsystem zu beschreiben, wurden Rissauswertungen für die Fälle In-Phase- und Out-Of-Phase-Beanspruchung durchgeführt. Die mechanische Dehnungsschwingbreite betrug für beide Fälle $\varepsilon_m = 0,3\%$. Zur Einstellung der TGO-Schichtdicke von $5\mu\text{m}$ wurden die Hohlproben rund 1000h bei einer Temperatur von 1000°C vorausgelagert. Zu Vergleichszwecken wurden für beide oben genannten Fälle ähnliche TGMF-Versuchsdauern (Tabelle 5.8) angesetzt. Die längeren Laufzeiten sind nur bedingt vergleichbar, da im Fall OOP-Beanspruchung die Laufzeit im TGMF-Versuch nur 850h betrug im Vergleich zu In-Phase-Beanspruchung mit 1000h.

In den Balkendiagrammen in **Bild 6.16** sind wie im vorherigen Abschnitt die maximalen und akkumulierten Risslängen über der Summe der Haltezeiten bei maximaler Temperatur dargestellt.

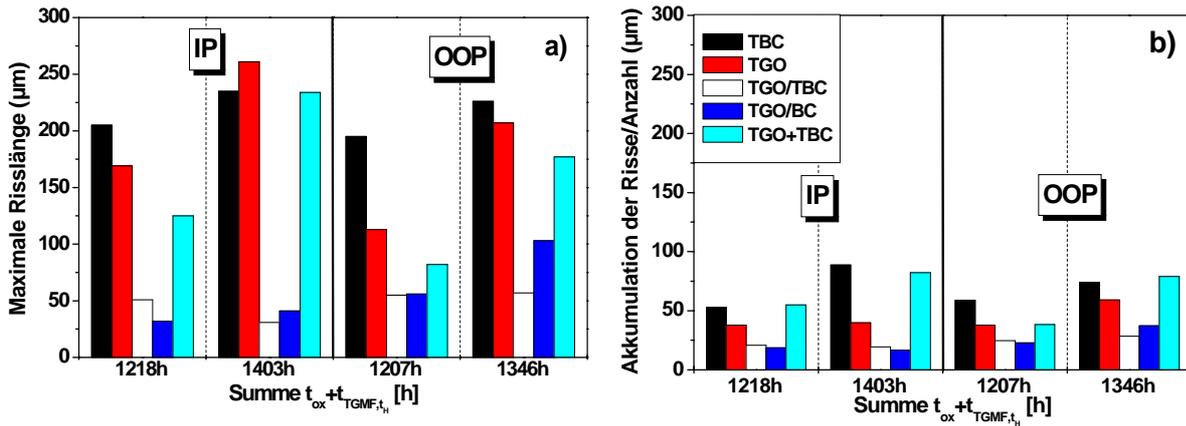


Bild 6.17 Rissbewertung in jeder Schicht nach TGMF-Beanspruchung unter In-Phase- und Out-of-Phase-Beanspruchung, maximale Risslänge (a) und akkumulierte Risslänge (b), Versuche gemäß Tabelle 5.8, Legende von (b) gilt auch für (a)

Für den Fall In-Phase-Beanspruchung nehmen die TBC-Risse und „TGO+TBC“-Risse im akkumulierten Balkendiagramm mit zunehmender TGMF-Versuchsdauer zu. Die Risslängen in der TGO-Schicht und in der Grenzschicht zwischen TGO/BC und TGO/TBC sind gleich. Die maximale Risslänge in der TGO-Schicht nimmt dagegen bei doppelt so langer TGMF-Versuchsdauer deutlich zu. Das dazugehörige Schliffbild in **Bild 6.18** zeigt eine großflächige Delamination in der TBC-Schicht. Da damit bereits Schichtversagen vorliegt, sind die ermittelten maximalen Risslängen in der TGO-Schicht und der „TGO+TBC“-Schicht durch die Delamination mit beeinflusst. Bei Betrachtung der kürzeren Laufzeit ist festzustellen, dass in der aufsummierten Darstellung akkumulierte Risslängen die TBC- und „TGO+TBC“-Risse dominieren. Die maximal gemessenen Risslängen von 200µm in der TBC und 170µm in der TGO liegen über dem Maximalwert von 125µm für „TGO+TBC“. Der Blick auf die Schliffaufnahme zeigt deutlich erkennbare TBC-Risse (Bild 6.18). Die Ergebnisse zeigen somit, dass bei TGMF-Beanspruchung unter In-Phase-Beanspruchung das Schichtversagen in der TBC-Schicht eintritt.

Für den Fall Out-of-Phase-Beanspruchung wird der Rissfortschritt mit zunehmender TGMF-Versuchsdauer gefördert. Auch hier zeigen sich die längsten Risse in der TBC-Schicht. Obwohl die maximale Risslänge in der TBC bei vergleichsweise kürzerer Versuchsdauer zu der bei In-Phase-Beanspruchung nicht merklich kürzer ist, liegt keine Delamination vor. Die kritische Risslänge für Schichtversagen liegt offensichtlich bei höheren Werten. Im Fall Out-of-Phase wird eine starke Schädigung durch zahlreiche Ermüdungsrissse in der Haftvermittlerschicht beobachtet.

Die ermittelten TGO-Schichtdicken liegen bei In-Phase- und Out-of-Phase-Beanspruchung in der gleichen Größenordnung. Bei TGMF-Belastung unter In-Phase-Beanspruchung delaminiert die Schicht in der TBC nach 3000 Zyklen bei einer TGO-Schichtdicke von 5µm. In diesem Fall wäre die „kritische Schichtdicke“ erreicht. Bei TGMF-Belastung unter In-Phase-Beanspruchung wurde in [2] für die gleiche Rauheit $R_a=13\mu\text{m}$ ein kritisches Risswachstum

bei einer TGO-Schichtdicke von $7\mu\text{m}$ bestimmt. Insgesamt ist daher bei Bewertung der TGO-Schichtdicken der Schluss zu ziehen, dass TGMF-Belastung zu kürzeren Lebensdauern führt.

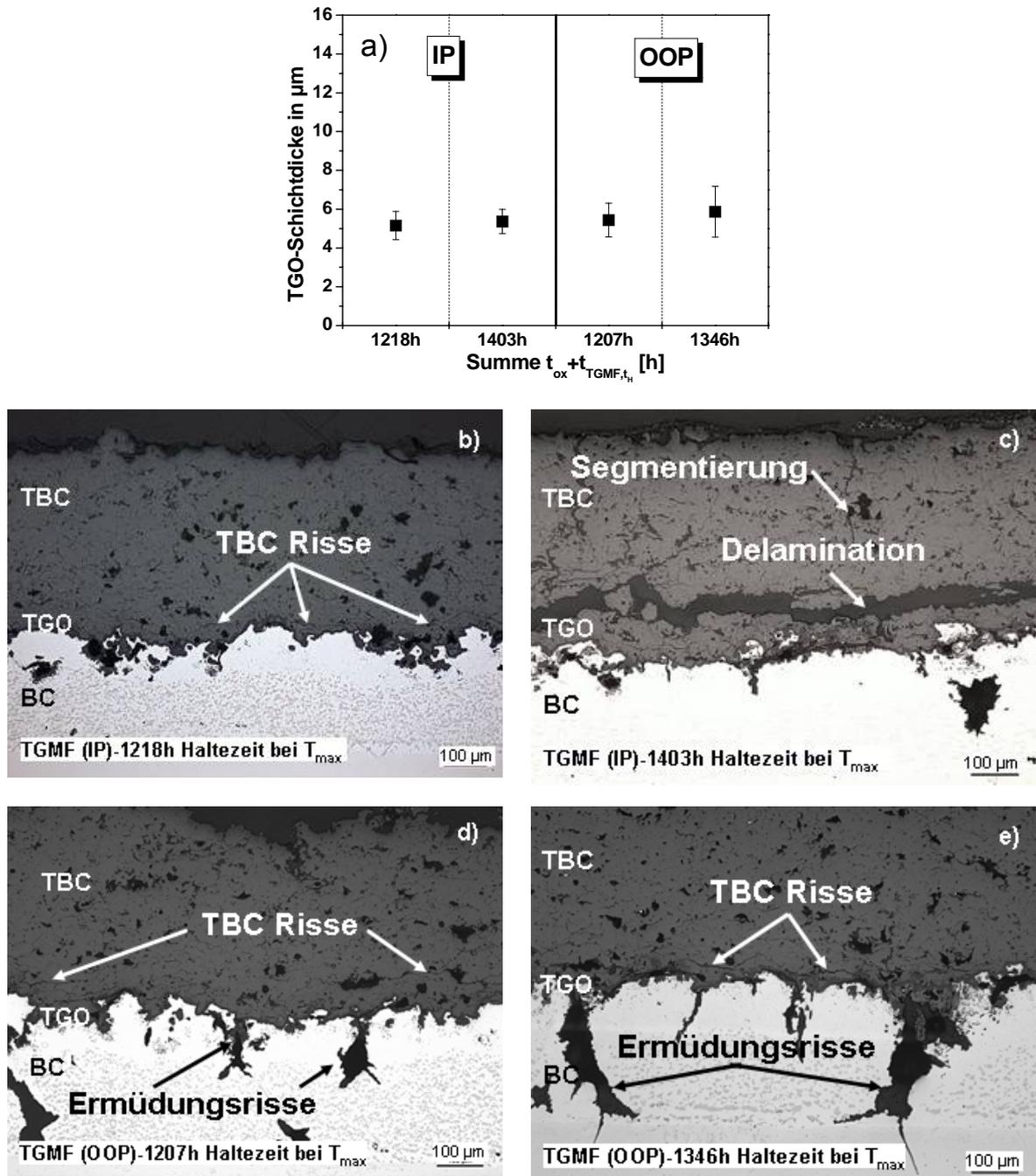


Bild 6.18 Ermittelte TGO-Dicken nach TGMF-Versuchen an Hohlproben unter In-Phase- und Out-of-Phase-Belastung

6.3.4. Rissanalyse am Bauteil

Zur Vervollständigung der Rissbetrachtungen und zum Vergleich des Schädigungsverhaltens im Betrieb und unter Laborbedingungen, werden in diesem Abschnitt die Ergebnisse der Rissanalyse von einer betriebs- und laborbeanspruchten Gasturbinenschaufeln präsentiert.

Die mit einer APS-Beschichtung (Bondcoat SICOAT+ YSZ APS) gespritzten betriebs- und laborbeanspruchte Schaufeln weisen unterschiedliche Grundwerkstoffe auf. Die betriebsbeanspruchte Schaufel wurde aus Rene 80 und die laborbeanspruchte Schaufel aus IN738LC hergestellt. Die im Betrieb gelaufene Schaufel mit einer Laufzeit von ca. 30000h bei einer maximalen Bondcoat-Temperatur von 900°C wurde unter Verbrennungsatmosphäre beansprucht. Die mechanische Belastung variiert lokal über die Bauteilgeometrie und war für die Analyse des Schädigungsverhaltens nicht zugänglich. Die laborbeanspruchte Schaufel lief an Luft 30000h bei einer Temperatur von 950°C. Bis zu einer Laufzeit von 20000h betrug nach jeder Heizphase von 500h die Abkühldauer 8h. Darüber hinaus wurde nach jeder Heizphase wiederum von 500h die Abkühldauer auf 3Tage verlängert. Eine zusätzliche mechanische Beanspruchung lag im vorliegenden Fall nicht vor.

Insgesamt lassen sich die Beanspruchungen und die im Folgenden beschriebenen Befunde nicht direkt mit den Experimenten, auch nicht mit den TGMF-Versuchen vergleichen.

Die Wärmedämmschicht auf der laborbeanspruchten Schaufel ist auf der gesamten Fläche vorhanden, während sie auf der betriebsbeanspruchten Schaufel großflächig abgetragen ist. Für Schliffforschungen wurden bei beiden Schaufeln die Schnitte bei 50% und 75% der Schaufel gelegt (Bild 6.19).

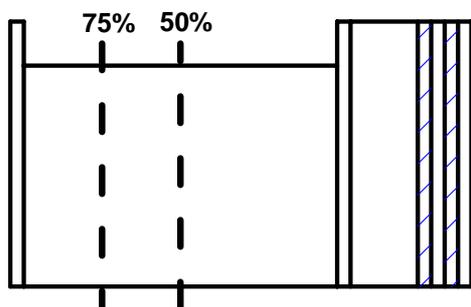


Bild 6.19 Schematische Darstellung einer Schaufel mit Angabe der Schnitte bei 50% und 75% zur Betrachtung der Schädigung im Querschliff

Im Folgenden wird exemplarisch die Rissauswertung bei der 50% Schnittfläche der beiden Schaufeln gegenübergestellt. Da die APS-Beschichtung der Gasturbinschaufel aufgrund der Bauteilgeometrie an jeder Stelle der Schichtoberfläche unterschiedlichen Temperaturen ausgesetzt ist, variiert auch das Schadensbild. Daher wurden drei vordefinierte markante Bereiche ausgewählt, die Schaufelvorderkante (Stelle 1), die konvexe Schaufelseite (Stelle 2) und die konkave Schaufelseite (Stelle 3) (Bild 6.20).

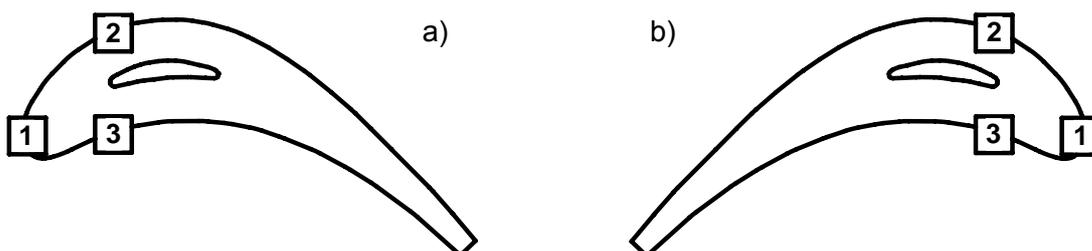


Bild 6.20 Schematische Darstellung der betriebs- (a) und laborbeanspruchten (b) Schaufel mit Einteilung von 3 Bereichen für die Rissbewertung

Aus den jeweiligen Bereichen wurden die Risse gezählt, ausgewertet und die entsprechenden Bereiche miteinander verglichen. Die Rissbewertungen sind in **Bild 6.21** einmal als Akkumulation der Risslängen und einmal als maximale Risslängen über der Summe der Haltezeiten aufgetragen.

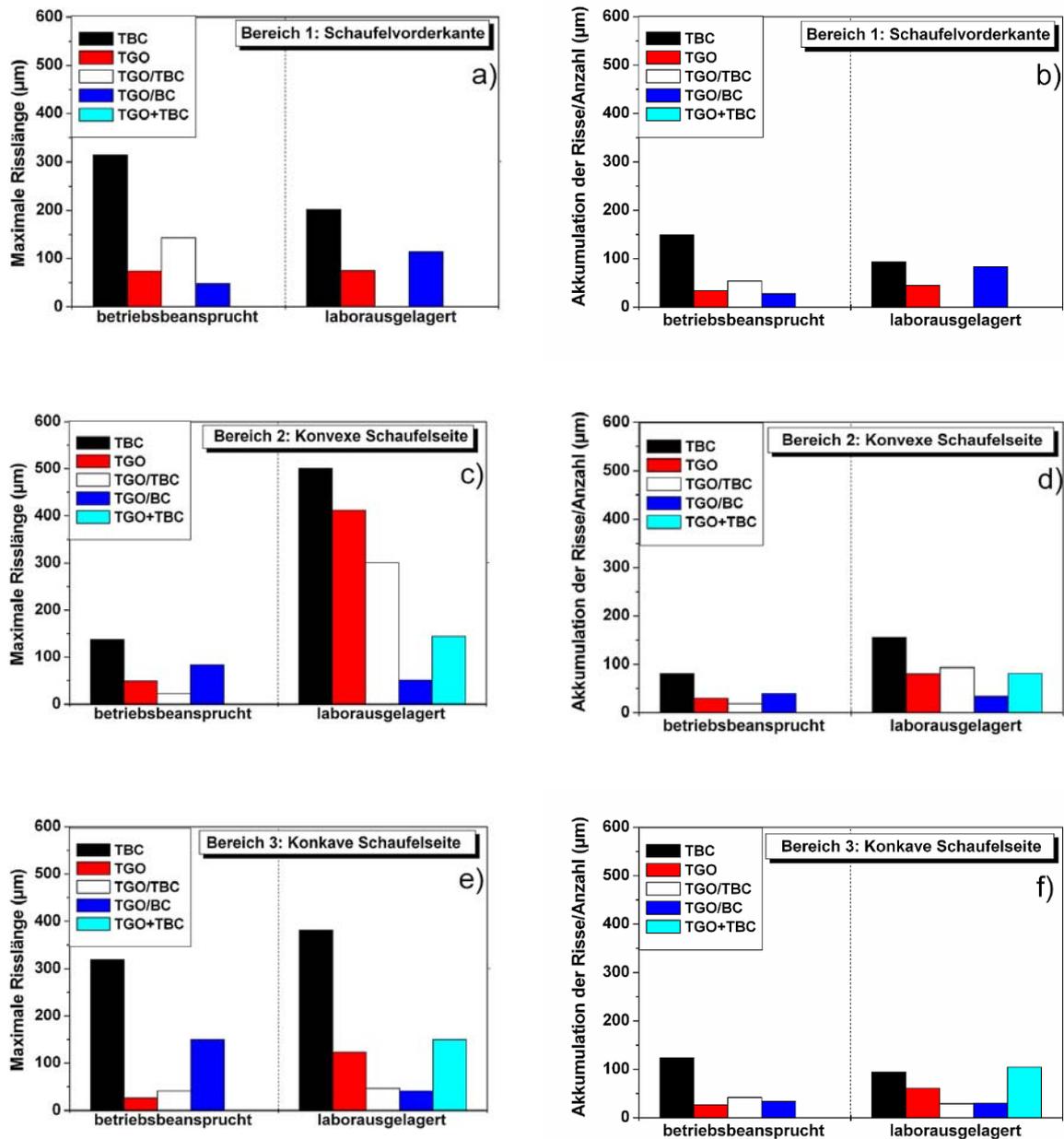


Bild 6.21 Untersuchung einer betriebsbeanspruchten und laborbeanspruchten Gasturbinschaufel zur Charakterisierung der Schädigungsmechanismen, max. Risslänge (a, c, e) und Akkumulation der Risse (b, d, f)

Die betriebsbeanspruchte Schaufelvorderkante zeigt in der TBC-Schicht die längsten Risse, gefolgt von Rissen in der Grenzschicht TGO/TBC-Schicht. Diese Risse kommen in der laborbeanspruchten Schaufel nicht vor. Stattdessen sind die Risslängen in der Grenzschicht TGO/BC größer. Die Risslängen in der TGO-Schicht sind im Betrieb und im Labor gleich

(Bild 6.21a, b). Allerdings zeigt der Vergleich der Aufnahmen (Bild 6.22a, b), dass die laborbeanspruchte Schaufel bereits eine großflächige Delamination in der TBC-Schicht aufweist. Dieser Befund zeigte sich auch bei den TGMF-Versuchen, was im Fall der betriebsbeanspruchten Schaufel nicht beobachtet wird. Weiterhin ist beim Vergleich der Aufnahmen zu erkennen, dass sich bei der laborbeanspruchten Schaufel eine dickere TGO-Schicht von 11,5µm gebildet hat. Nach [2] ist damit eine kritische TGO-Schichtdicke bereits überschritten, was eine Erklärung für das Schädigungsverhalten darstellt. Die betriebsbeanspruchte Schaufel weist nach derselben Beanspruchungsdauer eine TGO-Schichtdicke von 4,3 µm auf.

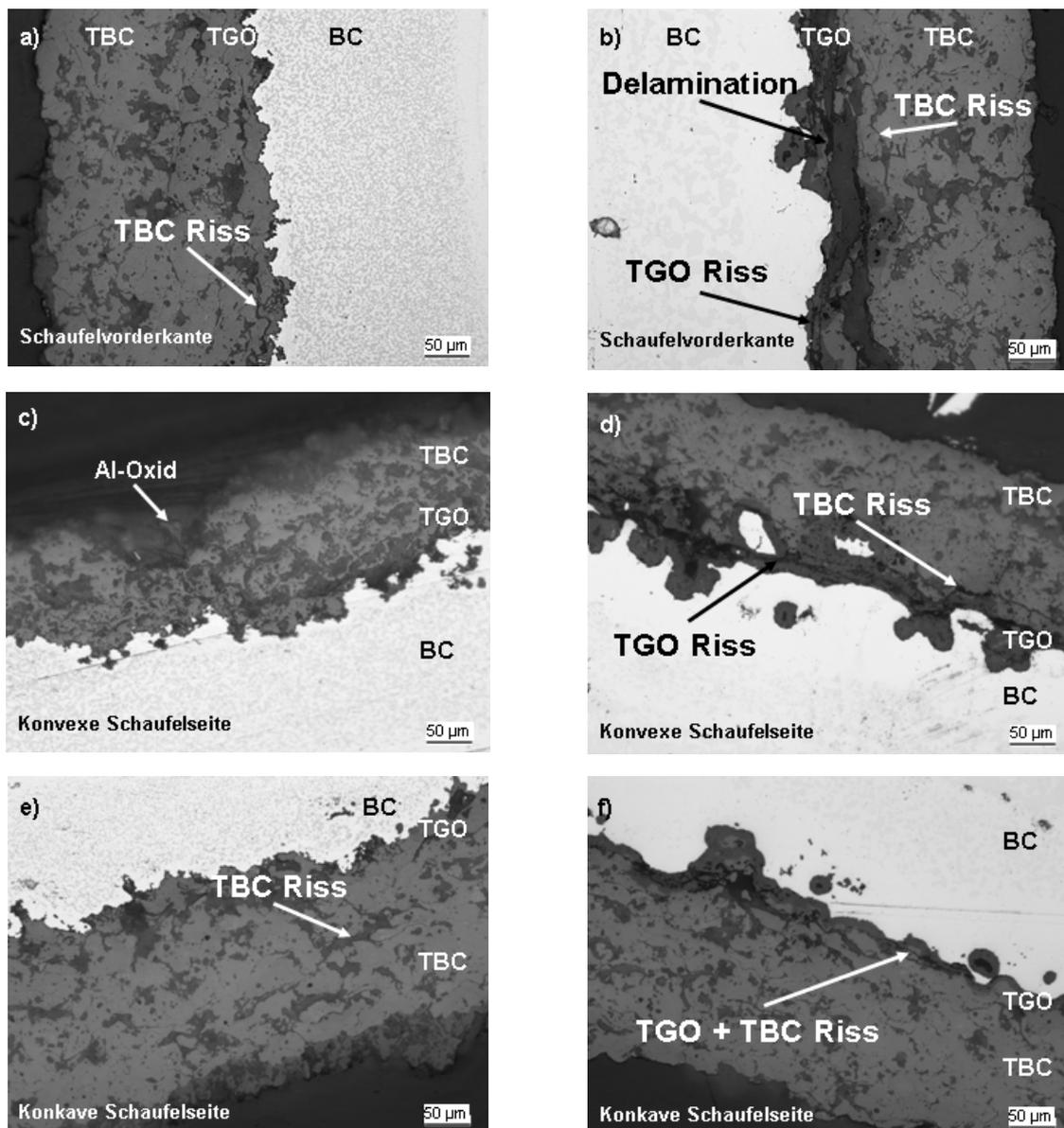


Bild 6.22 Schliffaufnahmen der betriebsbeanspruchten (a, c, e) und der laborbeanspruchten Schaufel (b, d, f) aus drei Bereichen der Gasturbinenschaufel in 20-facher Vergrößerung

Der Vergleich der Risslängen zwischen betriebs- und laborbeanspruchten Schaufeln sowohl an der konvexen als auch auf der konkaven Schaufelseite ergibt, dass im Fall der Laboraus-

lagerung längere TBC-Risse als unter Betriebsbedingungen auftreten. Zusätzlich sind „TGO+TBC“-Risse sowohl an der Schaufelinnenseite als auch auf der Schaufelaußenseite zu finden, die von der TGO-Schicht ausgehend mit den zahlreichen TBC-Rissen zusammenwachsen. Für die betriebsbeanspruchte Schaufel konnten solche Risse nicht ermittelt werden (Bild 6.21c-f).

Die Betrachtung der Bereiche 1-3 untereinander anhand der Risslängendiagramme führt im Fall bei der betriebsbeanspruchten Schaufel zu dem Ergebnis, dass die konvexe Schaufel-seite offensichtlich nicht so stark beansprucht wird wie die konkave Schaufelseite und die Schaufelvorderkante (Bild 6.21b, d, f). Dort sind nämlich die maximalen Risslängen in jeder Schicht am geringsten. Die laborbeanspruchte Schaufel dagegen hat offensichtlich bei Betrachtung der maximalen Risslängen die größte Schädigung auf der konvexen Schaufelseite. Dort liegt eine maximale TBC-Risslänge von über 500µm und vor allen eine maximale TGO-Risslänge von über 400µm vor. In diesem Bereich werden die höchsten Bauteiltemperaturen vermutet. Wie bereits erwähnt, tritt auf der Schaufelvorderkante eine großflächige Delamination in der TBC-Schicht auf. Dies wurde bei der Rissauswertung nicht mit berücksichtigt, sondern die Risse unterhalb der Delamination erfasst. Dabei handelt es sich jedoch nur um die Risse, die nicht zur Delamination mit beigetragen haben. Tatsächlich sieht die Schaufelvorderkante die größte Beanspruchung, gefolgt von der konvexen Schaufelkante und anschließend der konkaven Schaufelseite, wie die Schliffaufnahmen zeigen (Bild 6.22).

Zusammenfassend sei festgehalten, dass die Befunde der beiden Schaufeln und der TGMF-Proben nicht direkt vergleichbar sind. Dennoch zeigen sich ähnliche Schädigungsbilder, nämlich stets Versagen durch Delaminationsriss in der Wärmedämmschicht.

6.4. Finite-Element-Simulation

Im Hinblick auf die Gesamtbetrachtung der Schichtschädigung wurde neben einer Rissbewertung an Schliffuntersuchungen auch Finite-Element-Berechnungen durchgeführt.

Bevor die Ergebnisse der Finite-Element-Berechnungen vorgestellt werden, wird zuerst im folgenden Kapitel die Modellierung des Wärmedämmschichtsystems beschrieben. Die Modellierung des Wärmedämmschichtsystems mit der Finite-Element-Analyse [66-70] umfasst neben einer Netzgenerierung die Beschreibung der thermomechanischen Eigenschaften und des Verformungsverhaltens der Schichtverbundpartner sowie die Modellierung der oxidativen und thermomechanischen Beanspruchung des Wärmedämmschichtsystems.

6.4.1. Modellierung des Wärmedämmschichtsystems

Die Netzgenerierung des Schichtsystems (**Bild 6.23**) wurde aus [2] übernommen. Die Rauheit der Haftvermittlerschichtoberfläche wurde ebenfalls entsprechend [2] in grober Näherung als sinusförmiger Verlauf abgebildet. Die beschichteten Schichtdicken der einzelnen Schichten wurden den Lieferangaben der Beschichter angepasst.

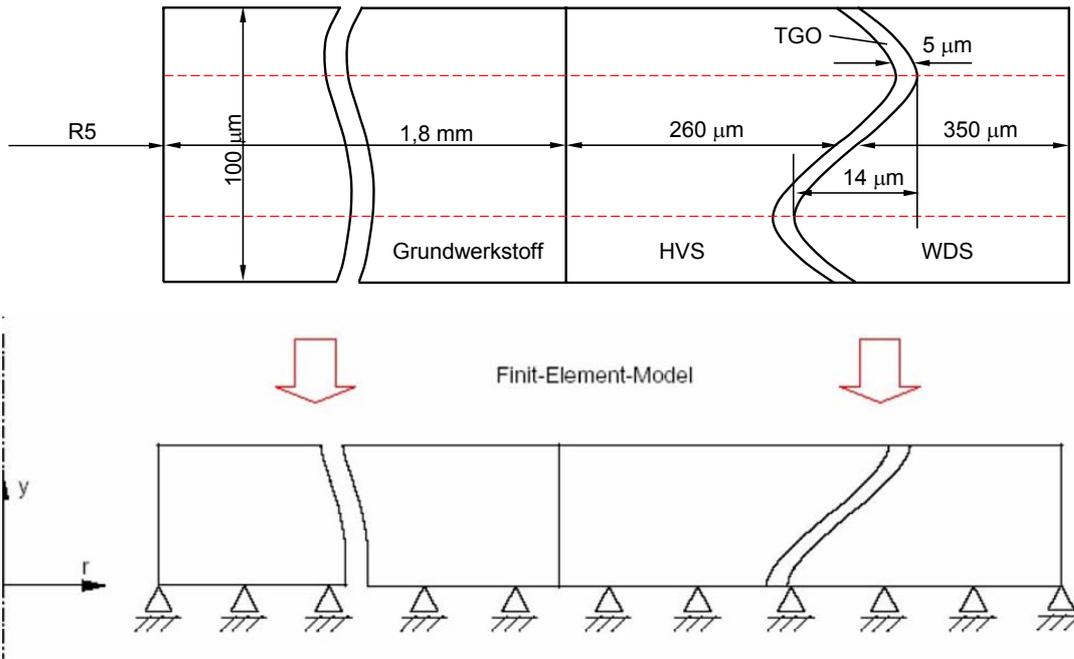


Bild 6.23 Generierung des FE-Modells unter Ausnutzung der Symmetrien

Modelliert wurde eine halbe Periode mit Elementen auf den Spitzen, den „Tälern“ und in der Mitte des Rauheitsprofils; im Folgenden Berg, Tal und Mittenposition genannt. Von besonderem Interesse waren dabei die Elemente in der TGO, in der Wärmedämmschicht und in der Haftvermittlerschicht in unmittelbarer Nähe der TGO (**Bild 6.24**).

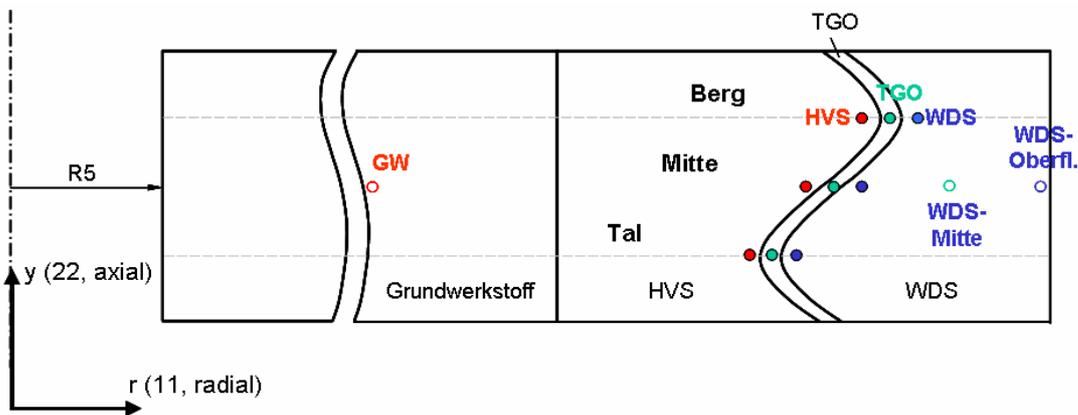


Bild 6.24 Zur Finite-Element-Rechnung des APS-Wärmedämmschichtsystems (halbe Wellenlänge des Sinus: Länge zwischen „Berg“ und „Tal“: 100μm)

Neben der Morphologie der Grenzfläche, waren die physikalischen Eigenschaften und das Verformungsverhalten der jeweiligen Schichtverbundpartner zu beschreiben. Hierbei wurden E-Modul, Wärmeleitfähigkeit, Dichte und der thermische Ausdehnungskoeffizient in Abhängigkeit von der Temperatur benötigt. Die Stoffdaten wurden zum Teil in einem früheren Vorhaben am IfW ermittelt [1], und zum Teil aus der Literatur entnommen [61, 62]. Die

verwendeten Daten sind in **Tabelle 6.1** aufgeführt. Zwischenwerte wurden, sofern nicht bekannt, interpoliert.

physikalische Größe	GWS: CMSX-4	BC: NiCoCrAlY	TGO	TBC: ZrO ₂ -8%Y ₂ O ₃
Wärmeleitfähigkeit (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	10,4 (RT)	20,5 (RT)	4 (RT)	0,605 (RT)
	23,0 (1000°C)	34,2 (1000°C)	4 (1000°C)	0,713 (1000°C)
Wärmekapazität (Jkg ⁻¹ K ⁻¹)	390 (RT)	538 (RT)	1050 (RT)	550 (RT)
	650 (1000°C)	1149 (1000°C)	1050 (1000°C)	630 (1000°C)
Dichte (kg/m ³)	8720	10000	3960	5600
Thermischer Ausdehnungskoeffizient (10 ⁶ K ⁻¹)	10,4 (RT)	12,2 (RT)	5,1 (RT)	9,68 (RT)
	15,6	17,4	9,8	10,34
E-Modul (MPa)	135300 (RT)	183000 (RT)	310000 (RT)	50000 (RT)
	80000 (1000°C)	14400 (1000°C)	270000 (1000°C)	18800 (1000°C)

Tabelle 6.1 Verwendete Werkstoffkennwerte

Für alle Schichtverbundpartner wurde viskoplastisches Werkstoffverhalten (im Fall der Keramik, elastisches Werkstoffverhalten mit Kriechen), also ein elastisch-plastisches Werkstoffverhalten mit Kriechen, zu Grunde gelegt. Die Berücksichtigung von Kriechen und Relaxation ist aufgrund der Temperatur- und Zeitabhängigkeit der Eigenschaften von Bedeutung, da der Spannungs-Dehnungszustand bei der Annahme von rein elastischem oder rein elastisch-plastischem Werkstoffverhalten nur unzureichend beschrieben werden kann [48]. Für das elastisch-plastische Werkstoffverhalten standen zyklische Fließkurven zur Verfügung, während das Kriechverhalten mit einem einfachen Norton-Ansatz beschrieben wurde:

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n, \quad \text{Gl. 6.1}$$

der den Zusammenhang von Kriechgeschwindigkeit und Spannung repräsentiert. Die verwendeten Parameter A und n für die Haftvermittlerschicht, die TGO und die Wärmedämmschicht sind in **Tabelle 6.2** aufgeführt.

	HVS	TGO	WDS
Kriechexponent n	3	1	1,3
Faktor A	1,39E-07	1,50E-07	2,57E-08

Tabelle 6.2 Verwendete Parameter für den Norton-Ansatz

Die Modellierung der mechanischen Beanspruchung erfolgte mithilfe der Dehnungsvorgaben für ϵ_m aus den TGMF-Zyklen. Dabei wird davon ausgegangen, dass der gesamte Schichtverbund (Bild 6.23) dem Dehnungszyklus unterliegt. Bedingt durch die unterschiedlichen

Temperaturausdehnungskoeffizienten stellen sich bei T_{max} Zugspannungen in der Wärmedämmschicht und Druckspannungen im Grundwerkstoff ein [64, 66, 71]. Für die Mitte der Haftvermittlerschicht wurde davon ausgegangen, dass dort die jeweils vorgegebene Solltemperatur vorliegt. Die Temperaturen in den anderen Schichtverbundpartnern wurden entsprechend der Kalibriermessungen (siehe Abschnitt 5.2.3) angenommen. Für das Ende der Haltezeit bei T_{max} und für die gesamte Haltezeit bei T_{min} wurde eine annähernd isotherme Temperaturverteilung angenommen. Der Ausgangszustand des Schichtverbundes, bei Raumtemperatur vor der isothermen Auslagerung, wurde als spannungsfrei angenommen. Die Implementierung des TGO-Wachstums erfolgte mittels der „Swelling“-Funktion in ABAQUS (**Bild 6.25**).

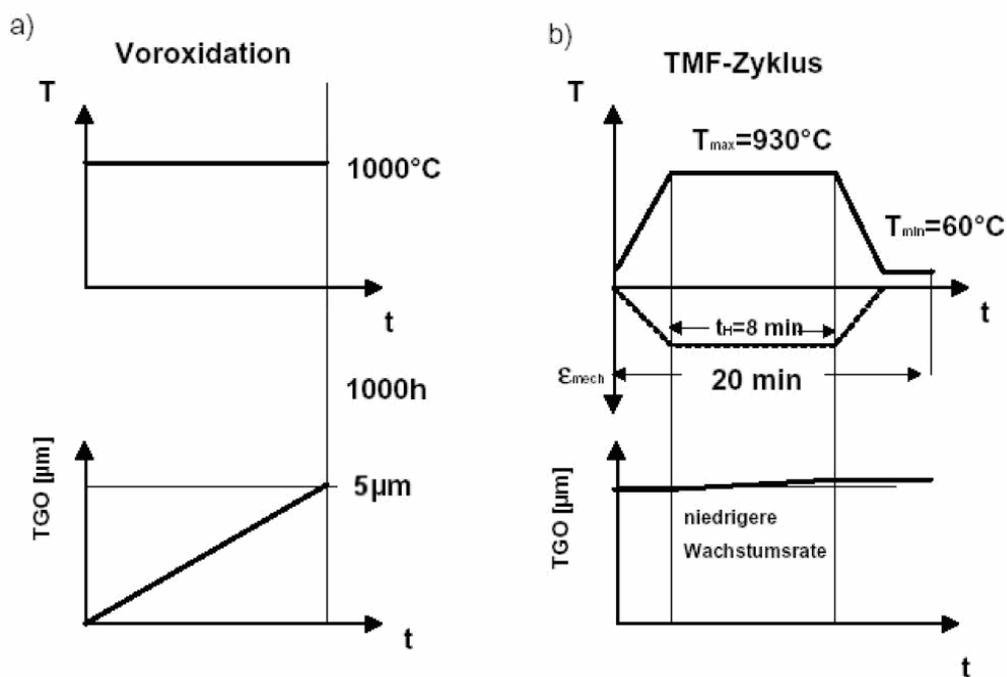


Bild 6.25 Implementierung des TGO-Wachstums mithilfe der Swelling-Funktion in ABAQUS

Dabei wurde vereinfacht von einem linearen TGO-Wachstum ausgegangen. Als Startwert wurden $0\mu\text{m}$ angenommen und als Endwert die aus den Oxidationskurven von [2] ermittelte TGO-Schichtdicke. Dieser erste Schritt entspricht der isothermen Vorauslagerung vor Versuchsbeginn. Dabei wurde ohne mechanische Last gerechnet und von einer isothermen Temperaturverteilung ausgegangen. Der Spannungs-Dehnungszustand aus der Voroxidation wurde für die Nachrechnung der TMF-Beanspruchung übernommen. Während des Versuches wird TGO-Wachstum mit einer um den Faktor zehn niedrigeren Wachstumsrate während der Haltezeit bei T_{max} angenommen.

6.4.2. Ergebnisse

Bei der Analyse der Schichtschädigung wird von einer 3D-Betrachtungsweise ausgegangen. Die Überlagerung von thermischer Dehnung und mechanischer Dehnung führt für axiale und tangentiale Beanspruchung zu unterschiedlichen Gesamtdehnungen, wie **Bild 6.26** zeigt, wobei im Fall In-Phase und Out-of-Phase die axiale Gesamtdehnung überwiegt.

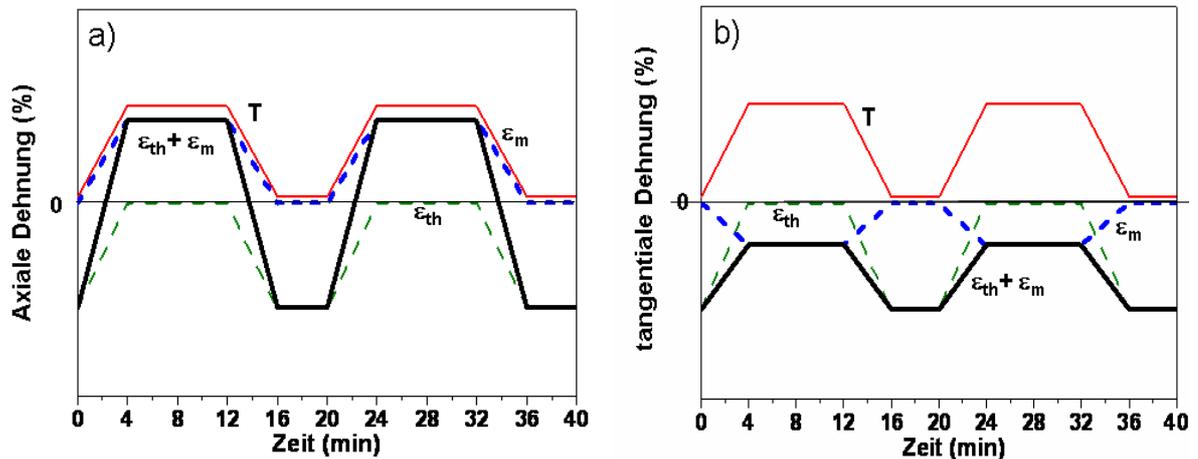


Bild 6.26 Zur Bestimmung der wirkenden Gesamtdehnung aus der Überlagerung von thermischer Dehnung und mechanischer Dehnung bei axialer (a) und tangentialer (b) Beanspruchung, In-Phase

Die Parameter der Werkstoffe des APS-Schichtsystems bilden die Grundlage für die Finite-Element-Rechnungen [1, 2, 72]. Dabei handelt es sich um inelastische Rechnungen für den Grundwerkstoff und die metallische Haftvermittlerschicht sowie elastische Rechnungen mit Kriechen in der TGO-Schicht und der keramischen Wärmedämmschicht.

Im Folgenden werden für den Fall **In-Phase** die Ergebnisse einer „globalen“ Betrachtungsweise der Spannungen und Dehnungen im Schichtsystem vorgestellt (**Bild 6.27**), wie sie für die Lebensdauer maßgebend sind. Eine „lokale“ Betrachtungsweise trägt zu einer Erklärung der im Bereich der TGO und der angrenzenden Schichten wirkenden Spannungen und Dehnungen bei (**Bild 6.28**). Weiterhin werden die Ergebnisse für In-Phase-Beanspruchung mit den Ergebnissen für Out-of-Phase-Beanspruchung verglichen.

Die Axial-Dehnungen sind im Fall In-Phase-Beanspruchung positiv. Die entsprechenden Axial-Spannungen im Grundwerkstoff sowie der keramischen Deckschicht (hier die Oberfläche) zeigen eine deutliche Relaxation innerhalb der ersten etwa 20 Zyklen (Bild 6.27). Der Grundwerkstoff erfährt beim Anfahren aufgrund der In-P-Beanspruchung Zugspannung sowie beim Abfahren und in der Haltezeit bei unterer Temperatur T_{\min} leichte Druckspannungen. Die Spannungen in der Wärmedämmschicht sind durchweg negativ. Zusätzlich zeigt Bild 6.28 die zeitliche Entwicklung der Axialspannungen im Schichtsystem im Bereich der TGO sowie den angrenzenden Bereichen in der Haftvermittlerschicht als auch der keramischen Wärmedämmschicht. Die Tangential-Spannungen, hier nicht dargestellt, sind durchweg niedriger als die entsprechenden axialen Werte. Bei der Betrachtung der lokalen

Spannungen fällt auf, dass für die TGO-Schicht in der Haltephase bei unterer Zyklustemperatur besonders hohe Druckspannungen berechnet werden. In der Haltephase bei der oberen Zyklustemperatur relaxieren alle Spannungen in der Haftvermittlerschicht, der TGO-Schicht und der Wärmedämmschicht auf Werte um Null.

Die hohen Druckspannungen in der TGO resultieren aus der Annahme der Volumenvergrößerung in der TGO-Schicht aufgrund deren zeitlicher Entwicklung im vorliegenden Fall bei 1000°C/1000h von Null auf etwa 5µm. Die nachfolgende TGMF-Beanspruchung führt im vorliegenden Fall zu einem Anwachsen der TGO-Schicht um rd. 1µm.

Die Verläufe der axialen Dehnungen (Bild 6.28) weisen im Fall „Berg-Position“ deutlich höhere Zugspannungen auf als in der „Tal-Position“. Diese Dehnungen sind überwiegend positiv, was die Initiierung von Rissen in der TGO-Schicht beginnend in der „Berg-Position“ sowie in der keramischen Wärmedämmschicht begünstigt.

Im Fall **Out-of-Phase-Beanspruchung (Bild 6.29)** sind die Axial-Dehnungen auch positiv. Jedoch ist sie in der Haltezeit mit einer Dehnung von etwa 1,2% geringer als bei In-Phase-Beanspruchung mit einer Dehnung von ca. 1,8% (Bild 6.28).

Die Axial-Spannungen im Grundwerkstoff sowie die keramische Deckschicht (hier die Oberfläche) zeigt eine deutliche Relaxation innerhalb der ersten etwa 10 Zyklen. Der Grundwerkstoff erfährt durchweg aufgrund der Out-of-Phase-Beanspruchung Druckspannungen, wobei bei unterer Temperatur T_{\min} die Druckspannungen auf Werte um Null sind. Die Spannungen in der Wärmedämmschicht sind auch negativ, aber den Spannungen im Grundwerkstoff gegenläufig. Die zeitliche Entwicklung der Axialspannungen im Schichtsystem im Bereich der TGO sowie den angrenzenden Bereichen in der Haftvermittlerschicht als auch der keramischen Wärmedämmschicht zeigt **Bild 6.30**. Bei der Betrachtung der lokalen Spannungen sind diesmal für die TGO-Schicht in der Haltephase bei unterer Zyklustemperatur die Druckspannungen um ein Drittel geringer. Die Haftvermittlerschicht dagegen zeigt Zugspannungen, während in der Wärmedämmschicht keine Spannungen vorliegen. In der Haltephase bei der oberen Zyklustemperatur relaxieren alle Spannungen wie bei In-Phase-Beanspruchung auf Werte um Null.

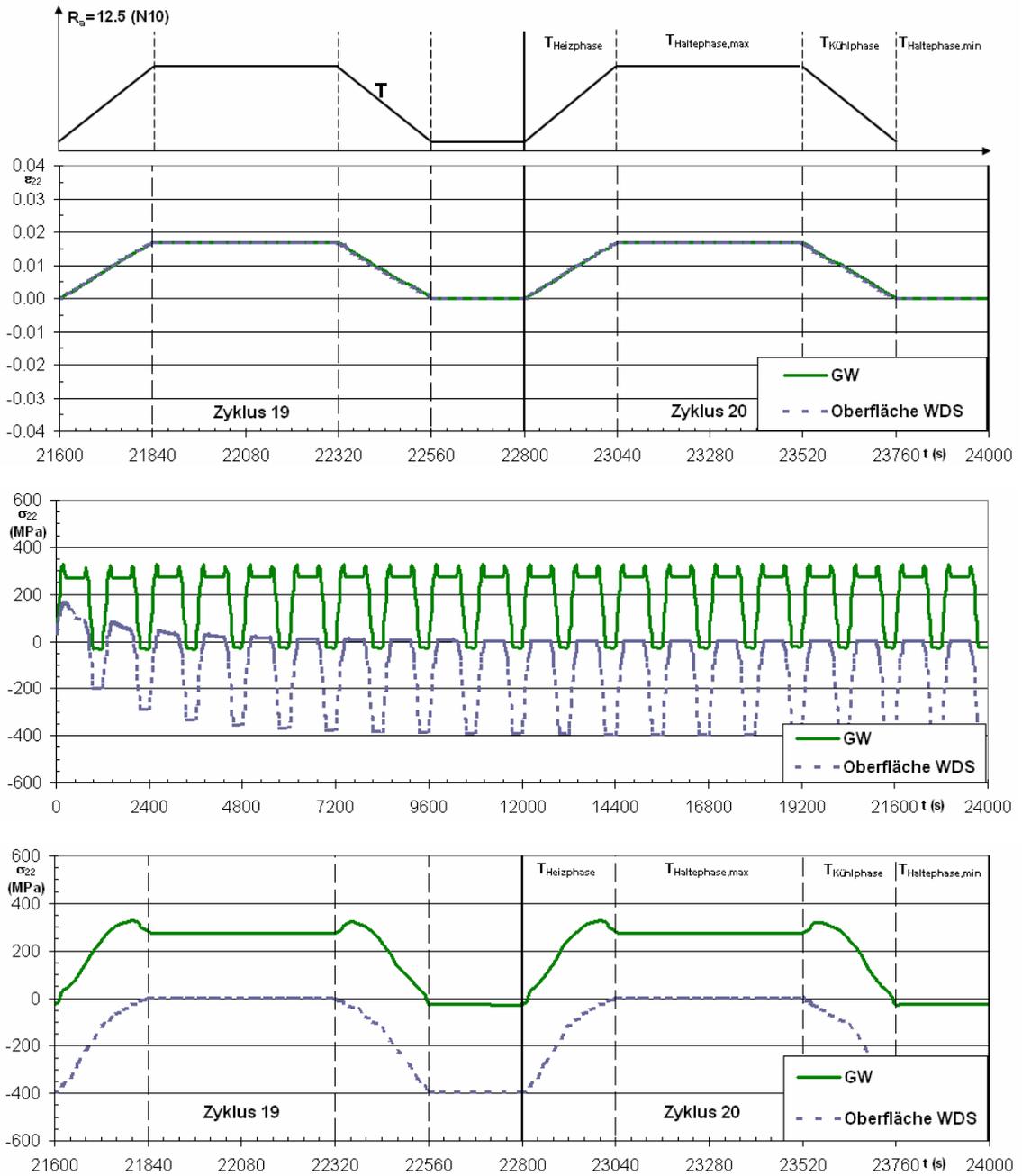


Bild 6.27 Errechnete Axialspannungen σ_{22} im Grundwerkstoff und in der keramischen Wärmedämmschicht, Temperaturzyklus und axiale Dehnung ϵ_{22} , Schichtsystem gemäß Bild 6.18, In-Phase-Belastung

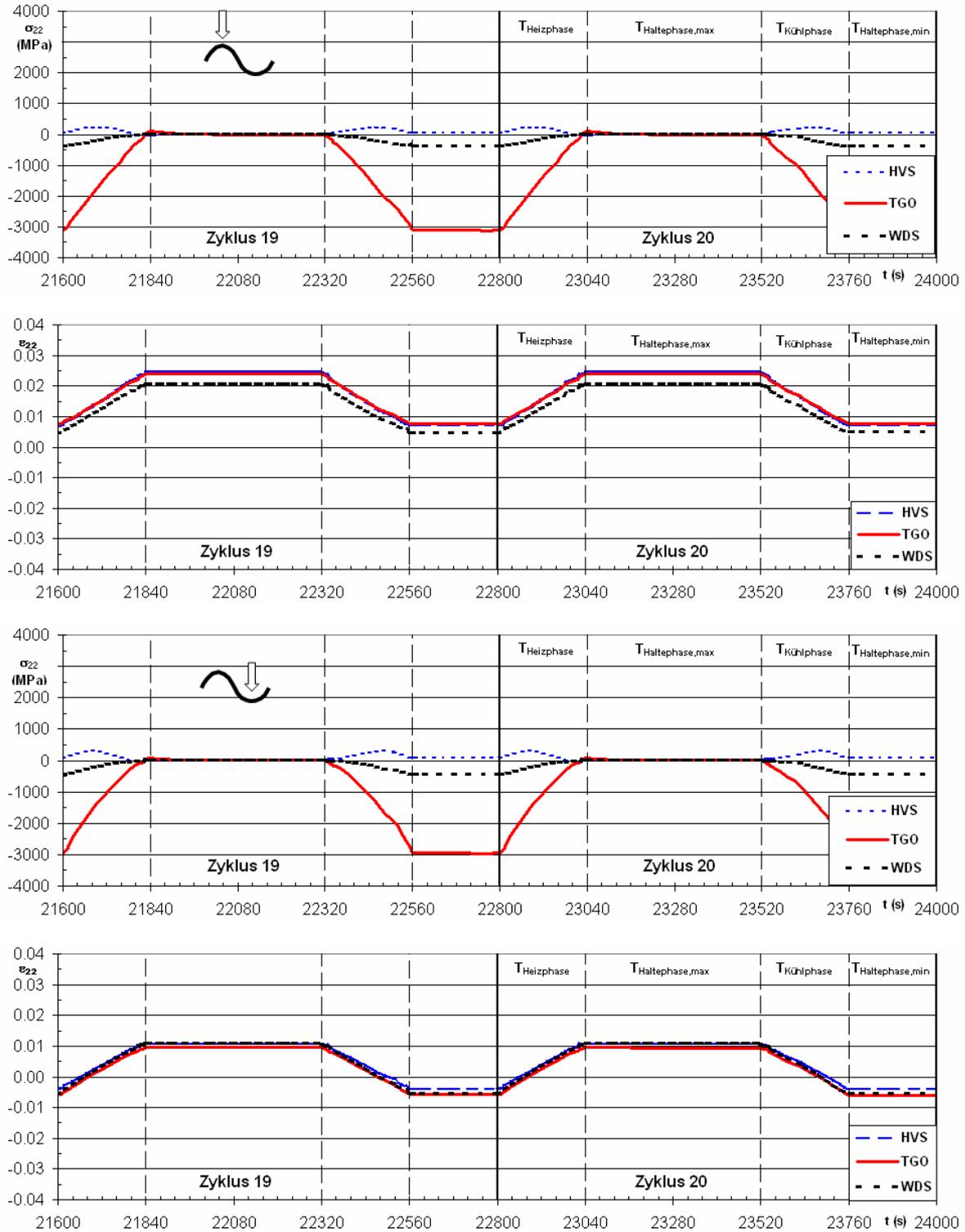


Bild 6.28 Errechnete axiale Dehnungen und Spannungen, Schichtsystem gemäß Bild 6.18, jeweils für „Berg“- und „Tal“-Position, In-Phase-Bbeanspruchung

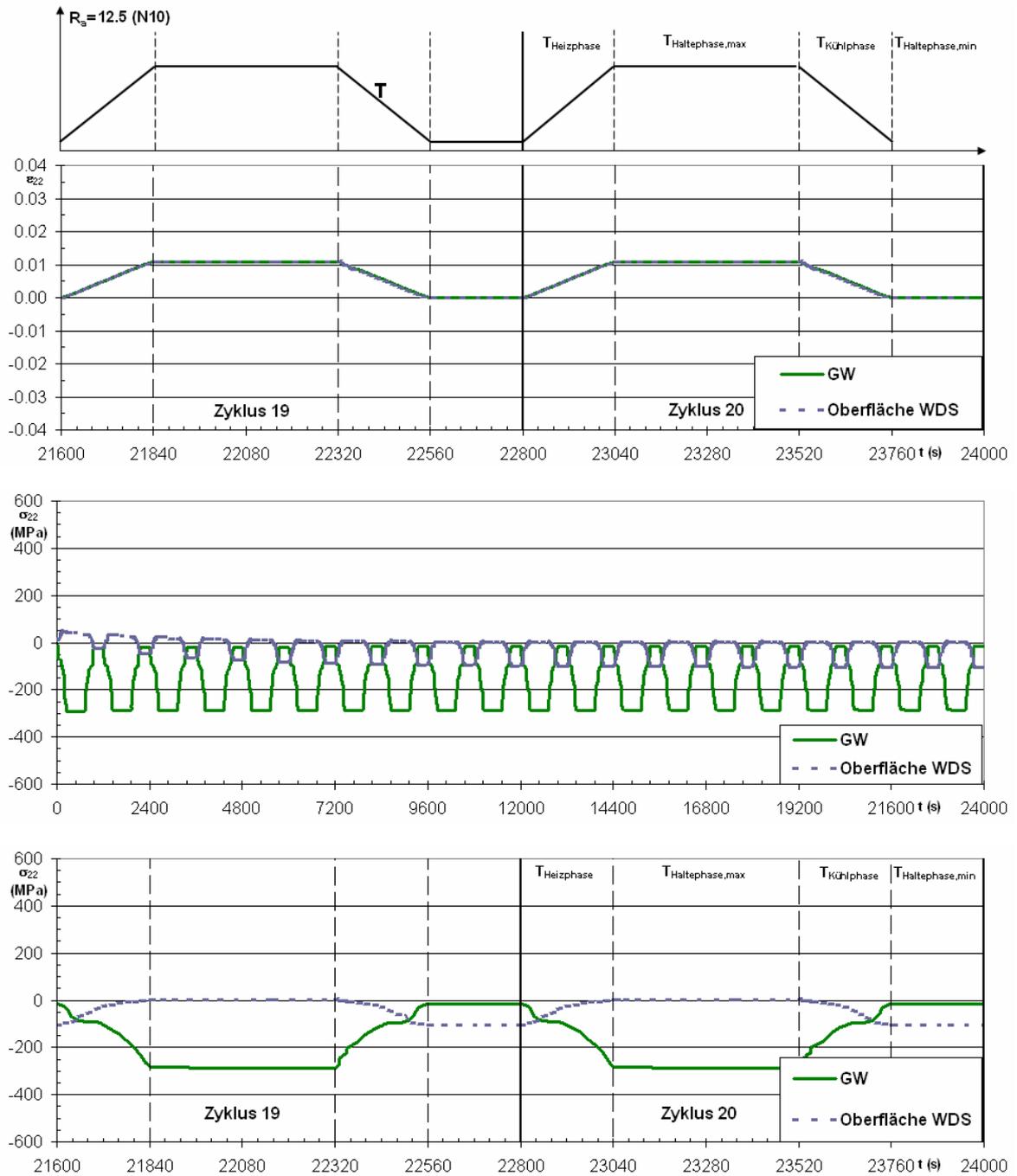


Bild 6.29 Errechnete Axialspannungen σ_{22} im Grundwerkstoff in der keramischen Wärmedämmschicht, Temperaturzyklus und axiale Dehnung ϵ_{22} , Schichtsystem gemäß Bild 6.18, Out-of-Phase-Bbeanspruchung

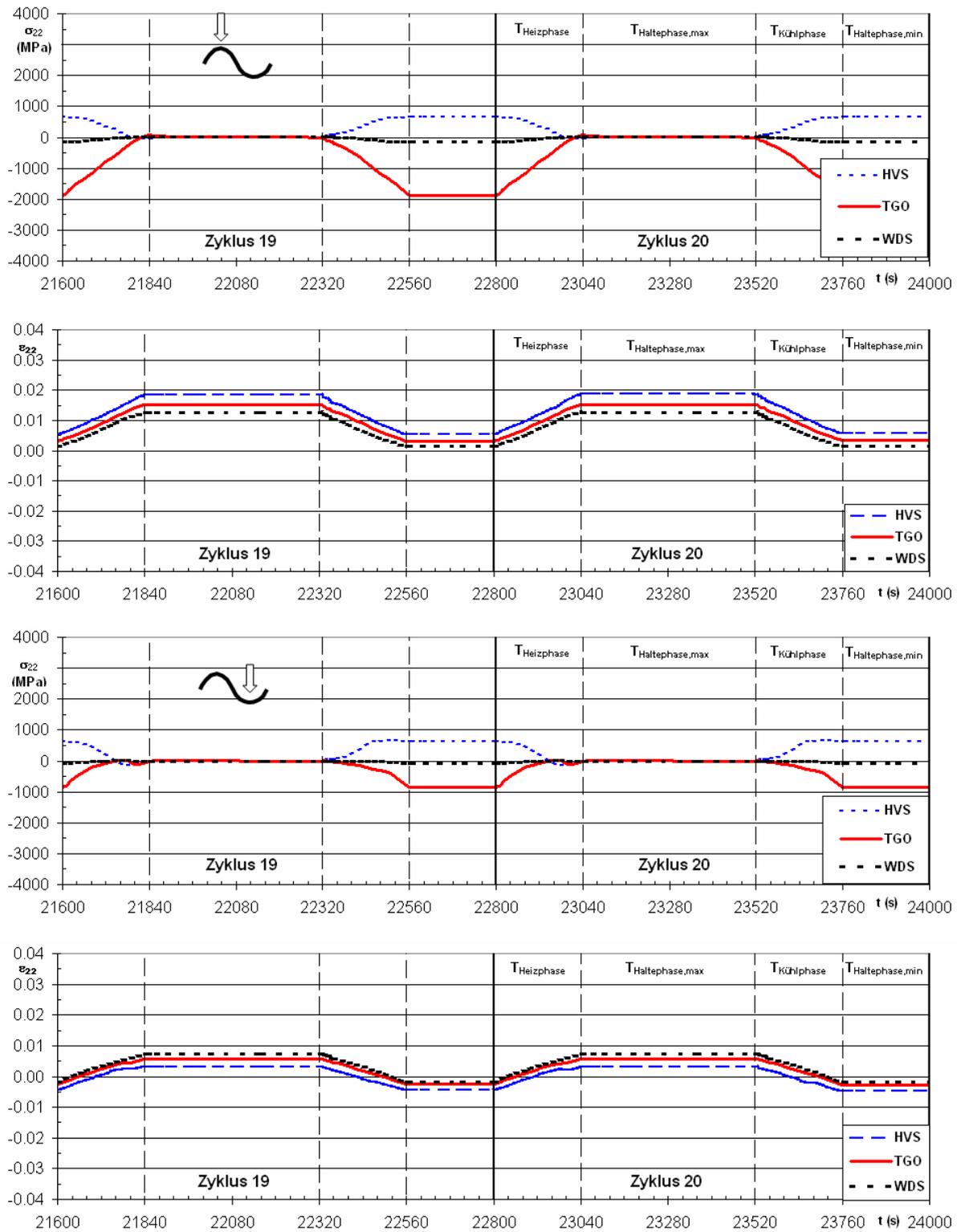


Bild 6.30 Errechnete axiale Dehnungen und Spannungen, Schichtsystem gemäß Bild 6.18, jeweils für „Berg“- und „Tal“-Position, Out-of-Phase-Bbeanspruchung

7. Gesamtbewertung Schädigung und Lebensdauermodellierung

7.1. Schädigung

Die bisher vorgestellten Ergebnisse liefern einen wichtigen Beitrag zur Modellierung der Lebensdauer und zum Verständnis der Schädigungsentwicklung. Daher sollen in diesem Kapitel die Ergebnisse zusammengefasst und diskutiert werden.

Aus den mittels Charalambides-Versuchen ermittelten kritischen Energiefreisetzungsraten für den Delaminationsriss ließen sich Werte der kritischen Dehnung für Delamination bei Zugbeanspruchung am APS-Schichtsystem dieses Vorhabens ermitteln (**Bild 7.1**). Der Durchriss unter Zugbeanspruchung lies sich im vorliegenden Fall nicht bestimmen, weil die Messung ohne Schallemissionsanalyse erfolgte und somit der kritische Dehnungswert für die Segmentierung der Schicht nicht ermittelt werden konnte.

Die kritischen Dehnungen für die Delamination und den Durchriss unter Druckbeanspruchung wurden in einem früheren Vorhaben am KWI an einem untersuchten Schichtsystem auf Basis des Grundwerkstoffs IN 738 LC mit Hilfe der Schallemission ermittelt und sind ebenso in (**Bild 7.1**). aufgetragen. Ein Vergleich der kritischen Dehnungen für die Delamination unter Zug- und unter Druckspannung zeigt, dass für eine Delamination unter Druck etwas geringere Dehnungen erforderlich sind. Die kritische Dehnung für den Durchriss unter Druck liegt mit Werten zwischen -0.012 und -0.007 bei höheren Druckdehnungen im Vergleich zur Delamination unter Druck.

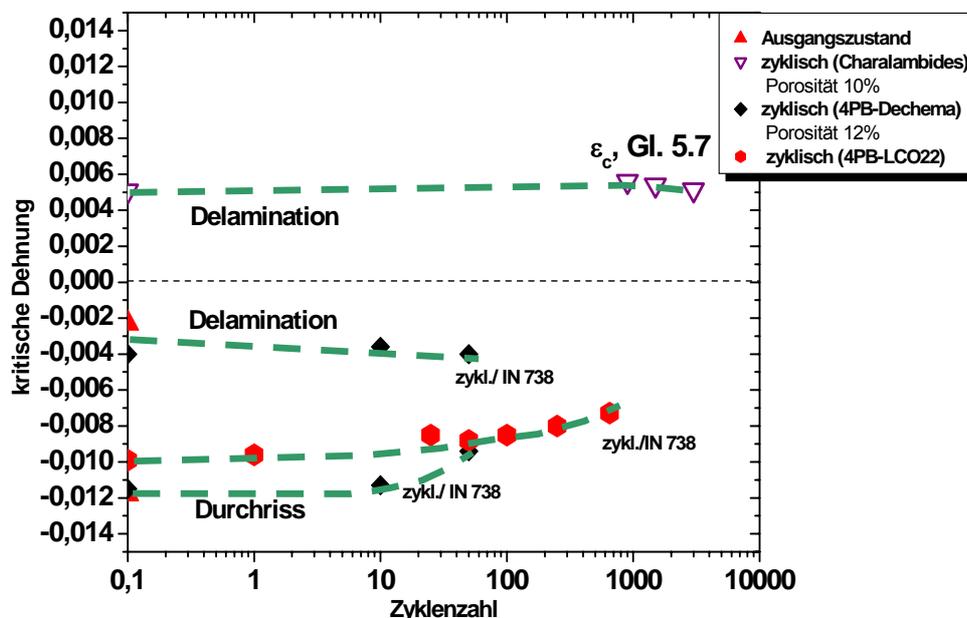


Bild 7.1 Ergebnisse der kritischen Dehnung über der Zyklenzahl aller Versuche an Fachproben nach Charalambides (APS/CMSX-4-Schichtsystem) sowie Daten aus früheren Arbeiten des KWI aus 4-Punkt-Biegeversuchen an einem Schichtsystem auf Basis IN 738 LC

Es wurde nun versucht, alle Ergebnisse an dem APS/CMSX-4-Schichtsystem in ihrer Gesamtheit zu bewerten (**Bild 7.2**). Für den Fall Druckbeanspruchung ergeben sich bei der Betrachtung der Delamination und nach isothermer Oxidation die niedrigsten Werte der kritischen Dehnung, gefolgt von TGMF und isothermer Oxidation an Hohlproben.

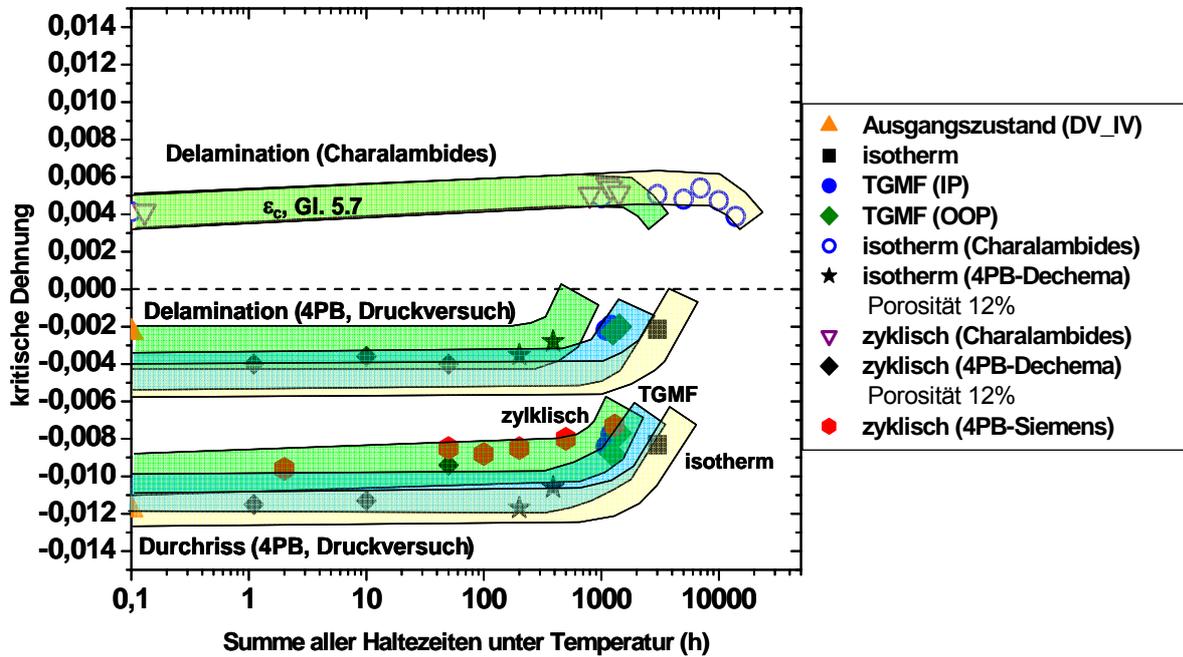


Bild 7.2 Streubänder der kritischen Dehnung für Delamination und Durchriss über der Summe der Haltezeiten bei max. Temperatur aller Versuche gemäß Bild 6.7 und Bild 6.11

Im Fall Durchriss (Druck) liegen alle Daten für kurze Haltezeiten in einem gemeinsamen Streuband, während zu längeren Haltezeiten hin zyklische Oxidation konservative Ergebnisse liefert. TGMF-Beanspruchung, also zyklische Beanspruchung mit mechanischer In-Phase- und Out-of-Phase-Beanspruchung, führt zu höheren Werten der kritischen Dehnung, während reine isotherme Oxidation vergleichsweise erst bei langen Zeiten Durchriss zeigt. Unter Zugbeanspruchung liegen die Werte der kritischen Dehnung beschränkt auf den Fall Durchriss für Ergebnisse aus Charalambides-Versuchen nach isothermer und zyklischer Oxidation um eine Zehnerpotenz niedriger als bei Druckbeanspruchung. Hier liegen alle Ergebnispunkte in einem schmalen Streuband.

Als Fazit sei an dieser Stelle angemerkt, dass zyklische Oxidationsversuche sich eher für die Qualifizierung von Schichtsystemen eignen, während komplexe TGMF-Versuche zur Validierung von Simulationsmethoden empfohlen werden. Isotherme Oxidationsversuche liefern längere Lebensdauern und sind daher weder für Qualifizierung noch für Simulation besonders zu empfehlen.

Im Hinblick auf eine Gesamtbetrachtung der Schichtschädigung wurden metallographische Untersuchungen sowie auch Finite-Element-Berechnungen durchgeführt (Abschnitt 6.3 und 6.4). Zur Darstellung der Schädigungsvorgänge werden im Folgenden In-Phase-Beanspruchung (**Bild 7.3** und **Bild 7.5**) und Out-of-Phase-Beanspruchungen (**Bild 7.4** und

Bild 7.6) gegenübergestellt und mit den Ergebnissen aus den Finite-Element-Ergebnissen verglichen.

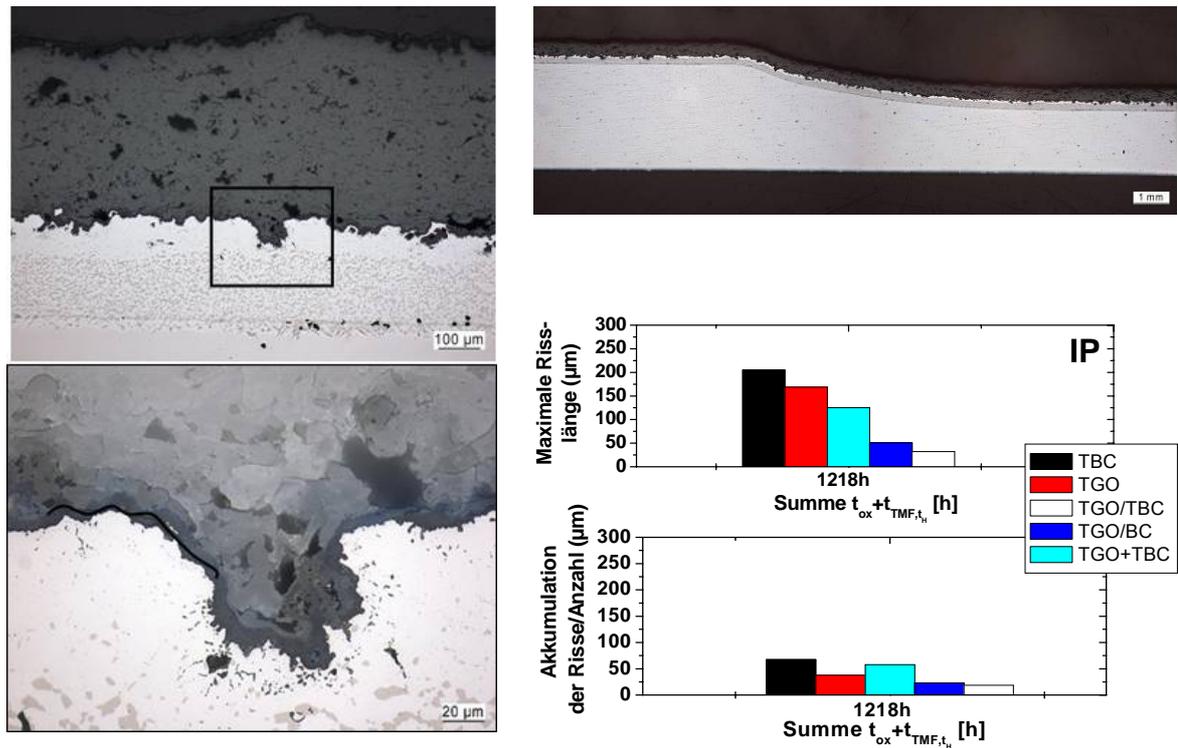


Bild 7.3 APS-Wärmedämmschichtsystem (Längsschliff) nach In-Phase-TGMF-Beanspruchung (1571 Zyklen), mechanische Dehnung 0,3%, Probe aKA93a14 gemäß Tabelle 5.8

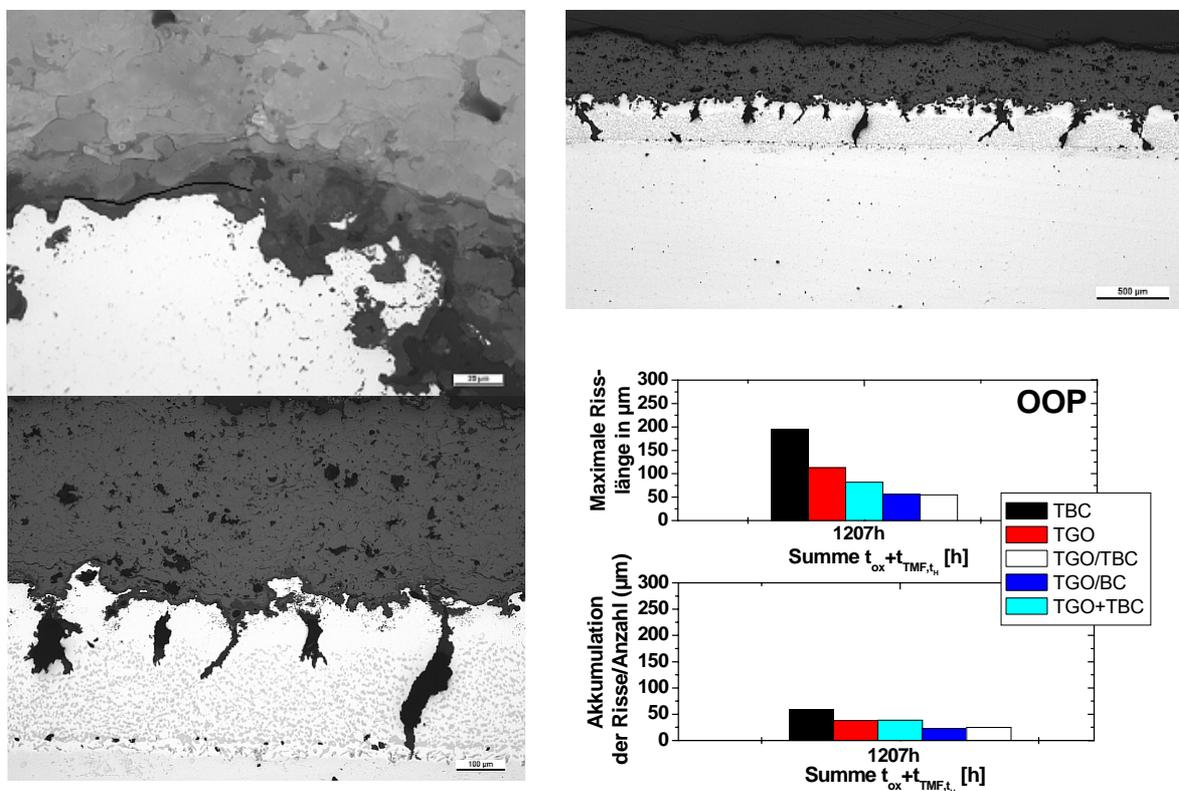


Bild 7.4 APS-Wärmedämmschichtsystem (Längsschliff) nach Out-of-Phase-TGMF-Beanspruchung (1507 Zyklen), mechanische Dehnung 0,3%, Probe aKA93a11 gemäß Tabelle 5.8

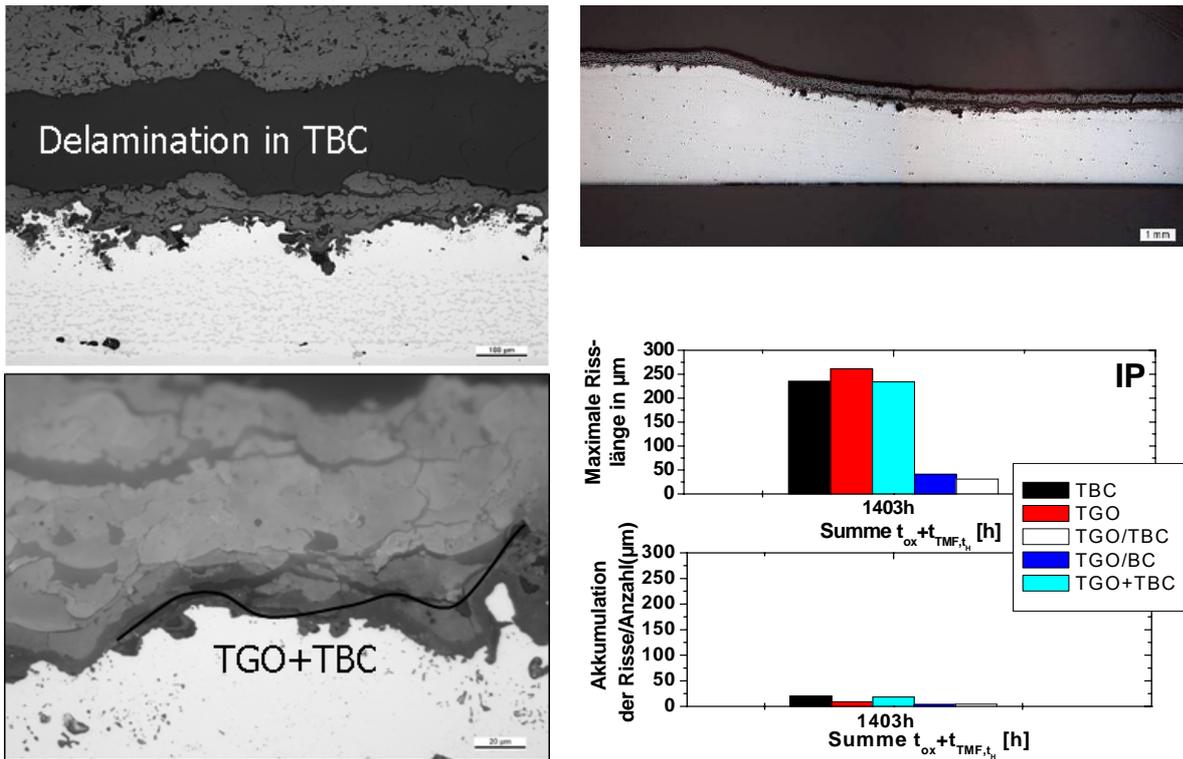


Bild 7.5 APS-Wärmedämmschichtsystem (Längsschliff) nach In-Phase-TGMF-Beanspruchung (3000 Zyklen), mechanische Dehnung 0,3%, Probe aKA93a12 gemäß Tabelle 5.8

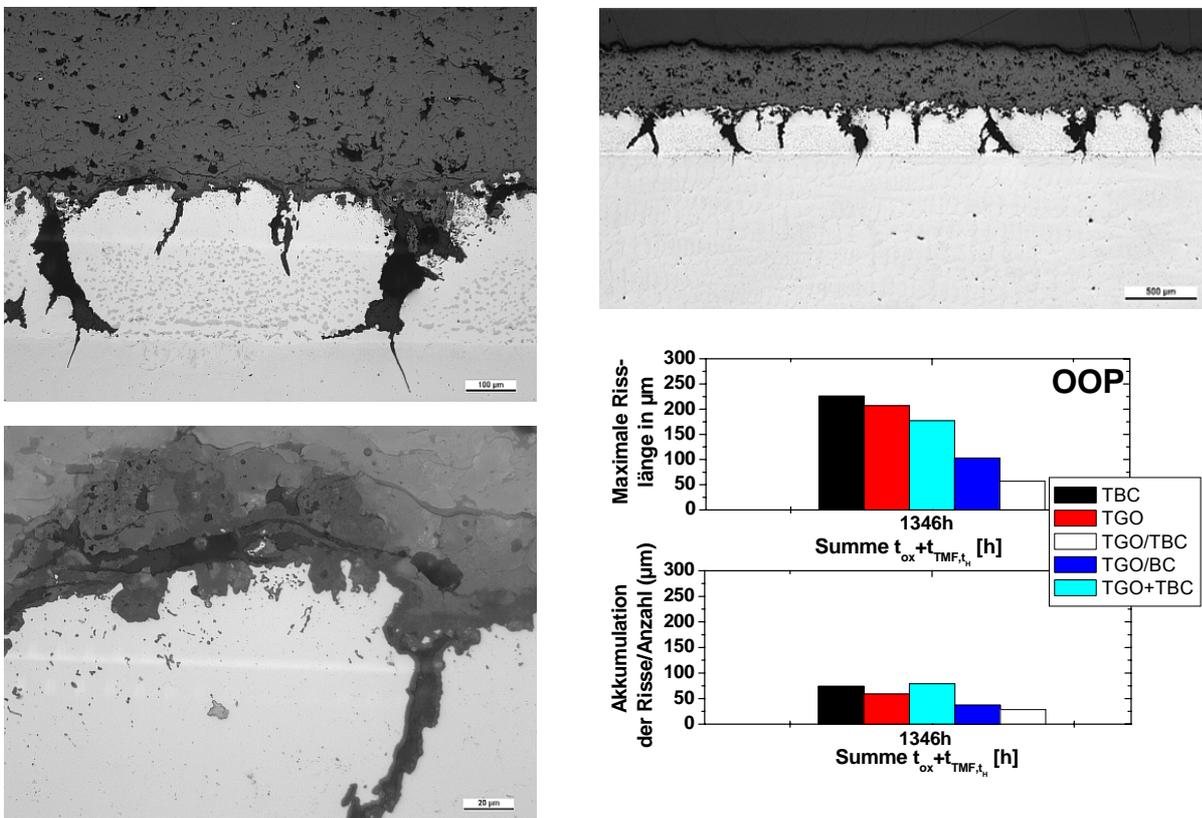


Bild 7.6 APS-Wärmedämmschichtsystem (Längsschliff) nach Out-of-Phase-TGMF-Beanspruchung (2551 Zyklen), mechanische Dehnung 0,3%, Probe aKA93a6 gemäß Tabelle 5.8

In dem Wärmedämmschichtsystem unter In-Phase-Beanspruchung (Bild 7.3) gemäß dem o.g. Beispiel zeigen sich nach einer zyklischen Beanspruchung nach 1500 Zyklen im Bereich der keramischen Wärmedämmschicht Risse in der Größenordnung von 200µm maximaler Risslänge und fast ebenso langen Rissen in der TGO-Schicht sowie Risse ausgehend von der TGO mit einer Fortsetzung in der keramischen Deckschicht. Etwas kürzere Risslängen zeigen sich bei entsprechender Out-of-Phase-Beanspruchung (Bild 7.4). Hierbei wurden aber auch Risse in der Haftvermittlerschicht festgestellt, die jedoch nur teilweise bis zum Grundwerkstoff reichen.

Wird die Zykluszahl auf das Zweifache (rd. 3000 Zyklen) erhöht, zeigen sich im Fall In-Phase längere Risse und durchgehend Delamination in der Wärmedämmschicht sowie vereinzelt Segmentierungsrisse (Bild 7.5). Anders bei Out-of-Phase-Beanspruchung (Bild 7.6). Hier führt die längere Laufzeit der Probe wieder zu einer Anhebung der Risslängen. Besonders in der Haftvermittlerschicht zeigen sich hier systematische Risse, die teilweise verzweigt sind und jetzt ausgeprägter mit Oxiden gefüllt sind. Eine Delamination ist hier nicht festzustellen.

7.2. Lebensdauermodellierung

Wie bereits in Kapitel 4 beschrieben sind für das entwickelte Lebensdauermodell die im Schichtsystem vorliegenden Defekte von großer Wichtigkeit. Denn die Rissstruktur bestimmt entscheidend, welche Belastungen ein Wärmedämmschichtsystem noch ertragen kann, ohne dass es zu einem Versagen der Schicht kommt. Daher war eine intensive Auswertung der metallographischen Schliffe mit Rissbewertung ein fundamentaler Bestandteil dieses Vorhabens und sie haben einen signifikanten Beitrag zum entwickelten Lebensdauermodell geliefert. An dieser Stelle soll zusammenführend auf die Ergebnisse der Lebensdauermodellierung anhand der experimentell bestimmten Werte der kritischen Dehnung eingegangen werden.

Bild 7.7 zeigt die mit dem im Vorhaben entwickelten Modell berechneten kritischen Dehnungen bei isothermer Beanspruchung im Vergleich mit experimentellen Daten. Die experimentellen Daten stammen zum Teil aus bereits abgeschlossenen Vorhaben am KWI der Dechema (Quadrate: 4-Punkt-Biegeversuche an Flachproben, Substrat Haynes 214, HVS 250µm NiCoCrAlY, 300µm APS-TBC, isotherme Oxidation bei 1050°C). Weitere Datenpunkte stammen von den in diesem Vorhaben am IfW der TU Darmstadt durchgeführten Charalambides Experimenten (Kreise: siehe Abschnitt 6.2.1) und schließlich von den in diesem Vorhaben durchgeführten Druckversuchen an den Hohlproben (offene Kreise mit Punkt, siehe Abschnitt 6.2.2). Dies ist durch die zwei unterschiedlichen Auswertungsmethoden bedingt.

Es zeigt sich eine zufrieden stellende Übereinstimmung zwischen modellierter Kurve und experimentellen Daten für die Versagensarten Delamination und Durchriss bei Druckbeanspruchung. Dies ist sowohl für die Druckversuche an den Hohlproben, wie auch für die 4-Punkt Biegeversuche der Fall. Dagegen zeigen die in den Charalambides Versuchen er-

mittelten kritischen Dehnungen durchweg niedrigere Werte als vom Modell berechnet. Dies könnte darin begründet sein, dass die Defektstruktur nach Beginn des Biegeversuchs aber noch vor dem Versagen durch die mechanische Beanspruchung während des Versuchs vergrößert wird (unterkritisches Risswachstum) und für diesen Modus die im Modell angenommene Defektgröße von $200\mu\text{m}$ zu gering ist. Für den Versagensmodus Durchriss bei Zugbeanspruchung liegen keine experimentellen Daten für einen Vergleich vor.

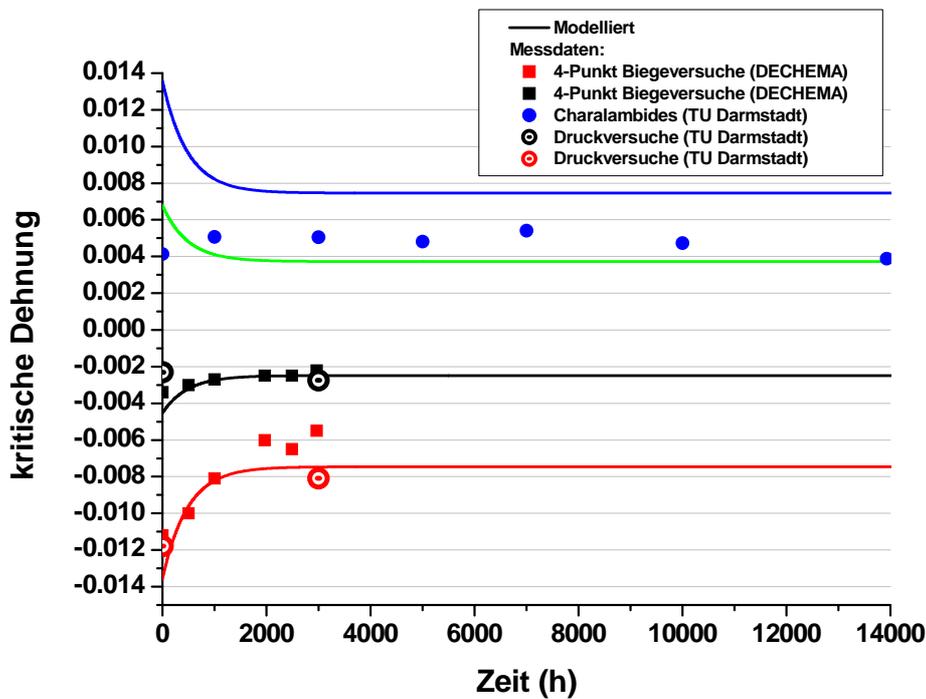


Bild 7.7 Die modellierte kritische Dehnung nach isothermer Auslagerung für verschiedene Versagensarten im Vergleich mit experimentellen Daten aus 4-Punkt Biegeversuchen, Charalambides-Experimenten und Druckversuchen an Hohlproben; Beschriftung der Kurven siehe Bild 7.8

In gleicher Weise wurde das auf die thermomechanische Beanspruchung erweiterte Modell mit experimentellen Daten verifiziert, wie in **Bild 7.8** dargestellt ist. Eingetragen sind die in Druckversuchen an den Hohlproben ermittelten kritischen Dehnungen (siehe Abschnitt 6.2.2) nach OOP 0.3%-Beanspruchung wie auch nach IP 0.3%-Beanspruchung. Da den thermozyklischen Versuchen eine isotherme Vorauslagerung (1000h, 1000°C) vorgeschaltet war, sind zusätzlich die Datenpunkte einer 3000h isotherm ausgelagerten Probe näherungsweise als Ausgangspunkt aufgetragen.

Hier zeigt sich auch hier eine gute Übereinstimmung der modellierten Kurven mit den experimentellen Daten, wobei die experimentellen Dehnungen beim Durchriss insgesamt etwas höher liegen als vom Modell berechnet. Dies entspricht einer konservativen Einschätzung der kritischen Dehnung durch das Modell. Die experimentell ermittelte kritische Dehnung bis zur Delamination stimmt dagegen sehr gut mit der modellierten Kurve überein.

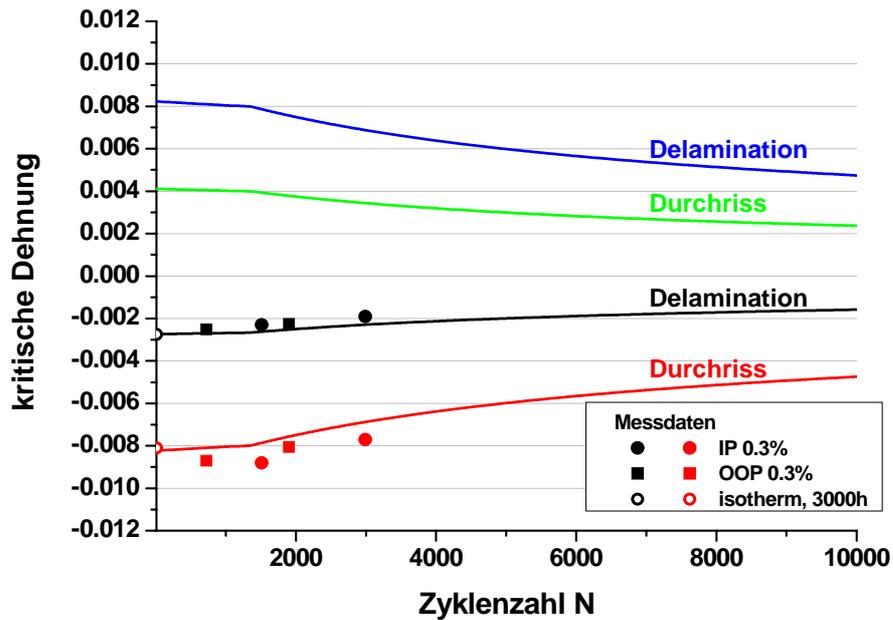


Bild 7.8 Die modellierte kritische Dehnung nach thermomechanischer Beanspruchung (TGMF) für verschiedene Versagensarten im Vergleich mit experimentellen Daten aus Druckversuchen an Hohlproben.

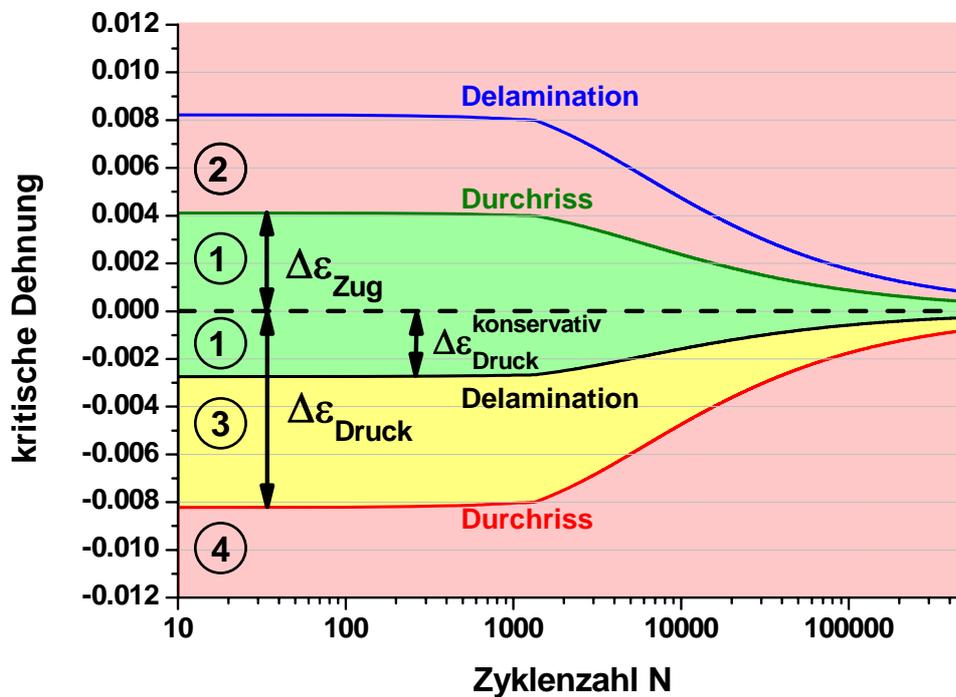


Bild 7.9 Das aus dem Modell entwickelte Versagensdiagramm für Wärmedämmschichten. Keine Schädigung tritt auf, solange die Dehnungswerte in Bereich 1 verbleiben. Erst wenn die Druckdehnung in den Bereich 3 erhöht wird, können Delaminationsrisse auftreten. Bei Überschreiten der Grenze zu Bereich 3 treten Durchrisse auf, die Schicht hat dann versagt.

Bild 7.9 beschreibt die Vorgehensweise zur Lebensdauerabschätzung anhand des Diagramms der kritischen Dehnung. Dabei muss zwischen Zugdehnung und Druckdehnung unterschieden werden. Um eine Schädigung des Bauteils in jedem Fall auszuschließen, sollte die Dehnung der TBC über den kompletten Zyklus im (grün hinterlegten) Bereich 1 bleiben. Sobald die Dehnung im Zugbereich über die Durchriss-Linie hinausgeht, bilden sich Segmentierungsrisse (Bereich 2). Im Druckbereich liegt der Wert der kritischen Dehnung bis zur Delamination niedriger. Bereich 3 kennzeichnet den Fall, dass Delaminationsrisse vorhanden sind. Dies kann jedoch zu einer Überhitzung der Keramik führen. Erst wenn die Druckdehnung die Durchriss-Linie überschreitet, tritt auch hier ein Durchriss bzw. Versagen (Bereich 4) ein. Mit zunehmender Zyklenanzahl nimmt erwartungsgemäß die Dehnungstoleranz des Bauteils ab.

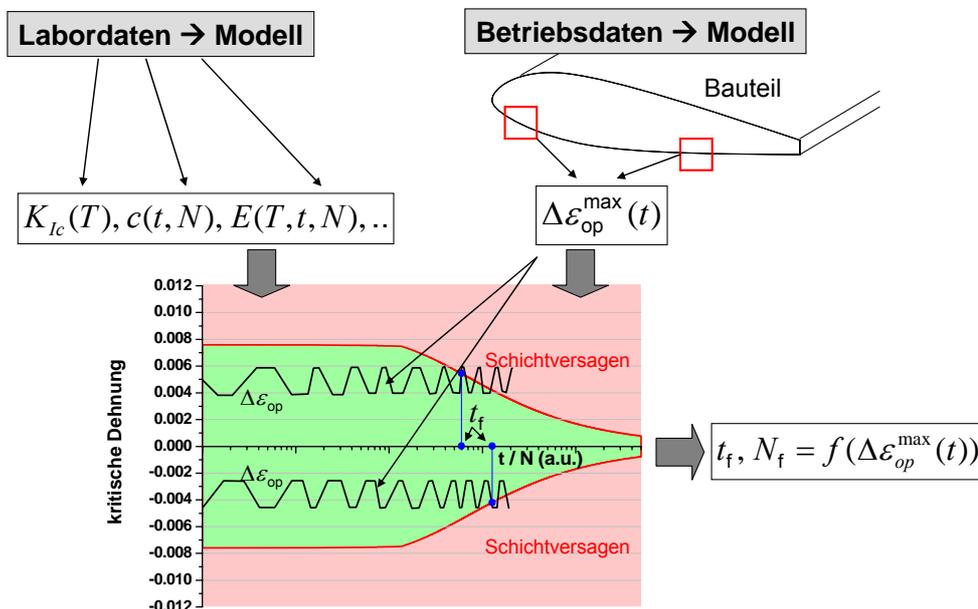


Bild 7.10 Darstellung der im Modell eingehenden Labordaten und Betriebsdaten und die Vorgehensweise zur Bestimmung der Lebensdauer eines Bauteils.

Für einen konservativen Ansatz zur Lebensdauerabschätzung kann eine Vorgehensweise wie bei der Verwendung von Wöhler-Kurven angewendet werden. Dies ist in **Bild 7.10** illustriert. Dabei wird die am Bauteil auftretende Dehnung (unterschieden nach Druckdehnung und Zugdehnung) verwendet und die Lebensdauer am Schnittpunkt mit der entsprechenden Versagenskurve abgelesen. Für die in diesem Vorhaben durchgeführten thermomechanischen Versuche mit 0,3% sowie 0,6% extern aufgezwungener Dehnung bei In-Phase- bzw. Out-of-Phase-Beanspruchung ist eine Abschätzung der Lebensdauer nach dieser Vorgehensweise eingezeichnet. Dabei wurde das Auftreten eines quer durch die TBC verlaufenden Durchrisses bereits als Versagen definiert.

In Bild 7.10 ist zusammenfassend die Anwendung des Lebensdauermodells erklärt. In Laborversuchen werden die bruchmechanischen Kenndaten des Schichtsystems in

Abhängigkeit von der Auslagerungsdauer bzw. Zyklenanzahl ermittelt. Dazu zählen insbesondere die Bruchzähigkeit, K_c , der Elastizitätsmodul, E , und die maximale Defektgröße in der Wärmedämmschicht, c . Mit diesen Daten können die Versagenskurven für die verschiedenen Versagensarten berechnet werden. In Bild 7.10 ist zur Vereinfachung nur jeweils eine Versagenslinie im Zug- bzw. Druckbereich eingezeichnet. Die maximalen Dehnungsschwingungen, die im realen Bauteil auftreten ($\Delta\varepsilon_{op}$), können zum Ablesen der Lebensdauer verwendet werden. In Bild 7.10 ist schematisch für zwei Positionen an einem Bauteil ein möglicher Verlauf der Dehnungsschwingung $\Delta\varepsilon_{op}$ eingezeichnet. Der Schnittpunkt mit der Versagenskurve liefert den Versagenszeitpunkt.

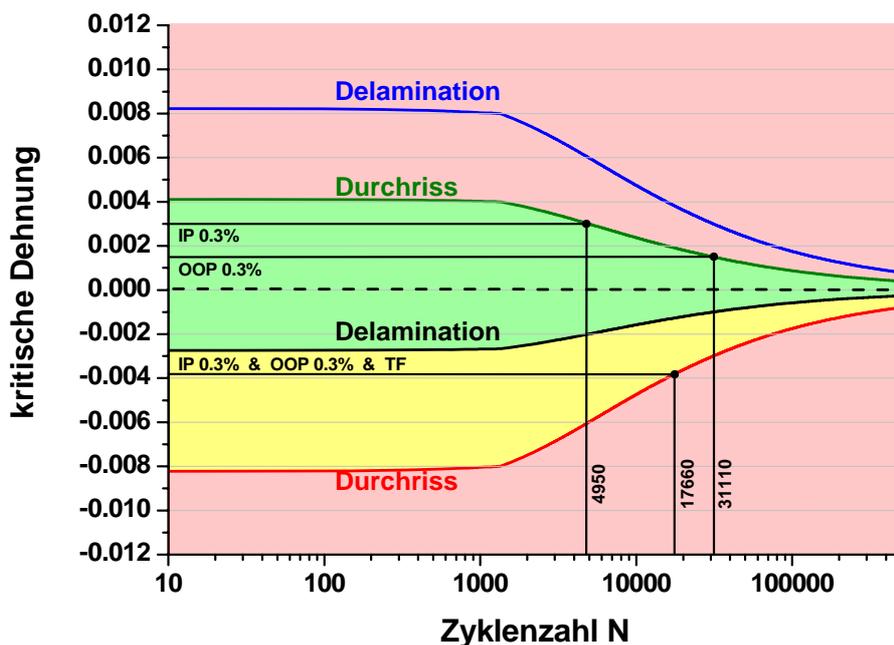


Bild 7.11 Lebensdauerabschätzung mittels des Versagensdiagramms für die in diesem Vorhaben durchgeführten thermomechanischen Experimente.

Für die in diesem Vorhaben durchgeführten thermomechanischen Versuche mit 0,3% sowie 0,6% extern aufgezwungener Dehnung bei In-Phase- bzw. Out-of-Phase-Beanspruchung ist eine Abschätzung der Lebensdauer nach dieser Vorgehensweise in **Bild 7.11** eingezeichnet. Hierbei wurde die in der TBC der Hohlprobe auftretende axiale und tangentielle Dehnung gemäß der Vorgehensweise in Bild 6.26 aus der Überlagerung von thermisch induzierter Dehnung und mechanisch aufgezwungener Dehnung abgeschätzt. Die sich dabei als maximale Gesamtdehnung ergebenden Werte wurden getrennt für Zugbeanspruchung und Druckbeanspruchung in Bild 7.11 eingetragen. Als Versagen wurde das Auftreten eines quer durch die Schicht laufenden Durchrisses definiert, weshalb entsprechend die Schnittpunkte mit den Durchriss-Versagenslinien gekennzeichnet sind. Die kürzeste Zyklenanzahl, die sich für eine Zyklusart aus den Schnittpunkten ergibt, wird die Lebensdauer limitieren. Für eine OOP-0.3%-Beanspruchung ergibt sich auf diese Weise eine modellierte Lebensdauer von 17660 Zyklen.

8. Schlussfolgerung und Ausblick

Im Rahmen dieses Vorhabens bestand die Aufgabe, die Entwicklung von Rissinitiation und Risswachstum bis hin zur Delamination von Wärmedämmschichtsystemen in Wechselwirkung mit Beanspruchung und Bauteil zu untersuchen und zu modellieren. Die Rissinitiation kann unterschiedliche Ursachen haben. Hierbei sind sowohl die zeitabhängige Entwicklung der TGO (thermisch gewachsene Oxideckschicht) als auch die aus dem Schichtverbundsystem herrührenden Fehlpassungen in dem Verbundsystem von Bedeutung. Insgesamt wurde angestrebt, die Entwicklung der Schichtschädigung im Wärmedämmschichtsystem gekühlter Gasturbinenschaufeln mithilfe eines Lebensdauermodells nachzubilden und zu beschreiben.

Ein deutlicher Schädigungskennwert ist die kritische Dehnung bis zum Ablösen (Delamination) der Wärmedämmschicht. Jedoch kann das Einreißen der Wärmedämmschicht auch als Schädigung angesehen werden, wobei dieser Fall für das Versagen des Schichtsystems als gering zu bewerten ist. Die kritische Dehnung wurde daher als zentrale Größe des in diesem Vorhaben entwickelten Lebensdauermodells gewählt.

Grundlage für das dehnungsbasierte Lebensdauermodell bildet die Betrachtung der kritischen Dehnung in einem weiten Anwendungsbereich von isothermer Oxidation bis hin zu zyklischer Oxidation. Speziell die Erweiterung der Untersuchungen auf thermomechanische Beanspruchung mit radialem Temperaturgradienten stellt eine wichtige Herausforderung dieser Arbeit dar. Wenngleich der mit der neu entwickelten Prüfapparatur ermöglichte radiale Temperaturgradient zwischen Oberfläche Keramik und Innenoberfläche nur bei rd. 80K liegt, und damit nicht an die bauteiltypischen Werte herankommt, lassen sich repräsentative Kennwerte zur kritischen Dehnung ermitteln.

Das Lebensdauermodell geht vom Versagen des Wärmedämmschichtsystems unter Druck in einem Zwei-Schritt-Prozess aus. Danach umfasst Schritt 1 Mikrorisswachstum ("mixed mode cracking") bis zum makroskopischen Delaminationsriss, gefolgt von Schritt 2 der Segmentierung (i.e. Durchriss, "Through Cracking") und dem Ablösen der Wärmedämmschicht.

Das Lebensdauermodell basiert auf bruchmechanischen Zusammenhängen und beschreibt die kritische Dehnung als Funktion der wesentlichen Schädigungsparameter. Diese sind die maximale physikalische Defektgröße sowie die effektive Steifigkeit (E-Modul) der Wärmedämmschicht und wurden in Experimenten als Funktion der Auslagerungsdauer bzw. Zyklanzahl bestimmt. Weitere Einflussgrößen wie die Bruchzähigkeit und die Grenzflächenrauigkeit stellen im Modell Konstanten dar, die für das untersuchte Schichtsystem ermittelt wurden. Der wesentliche Vorteil des bruchmechanischen Ansatzes ist, dass alle relevanten Schädigungsmechanismen über die Veränderung von maximaler Defektgröße und Steifigkeit erfasst werden. Darüber hinaus kann zwischen den verschiedenen Versagensarten Delamination und Durchriss unterschieden werden.

Die Übertragbarkeit der Versagenskurven aus dem Lebensdauermodell auf betriebsbeanspruchte Bauteile ist grundsätzlich gegeben, allerdings ist dabei zu berücksichtigen, dass die Datenbasis bisher auf laborbeanspruchten Wärmedämmschichten beruht. Damit verbunden sind die Veränderung der Steifigkeit und die Risswachstumskinetik nicht direkt auf z.B. eine Turbinenschaufel übertragbar, da dort insbesondere andere Temperaturen und Haltezeiten auftreten werden. Die in diesem Vorhaben durchgeführten Versuche waren jedoch so ausgelegt, dass die Vorhersagen mit dem Modell und der erarbeiteten Datenbasis zu einem eher konservativen Ergebnis führen werden, also die Lebensdauer eher zu gering vorhergesagt wird. Um die Qualität einer Lebensdauerabschätzung für betriebsbeanspruchte Bauteile zu verbessern, sollte daher angestrebt werden, auch eine Datenbasis für betriebsbeanspruchte Bauteile zu erstellen, dabei sind die wesentlichen Parameter zu erstellen. Dabei sind die Steifigkeit der keramischen Wärmedämmschicht, sowie die Risswachstumskinetik (des längsten Risses) die wesentlichen Parameter.

Die für das Modell benötigten kritischen Dehnungen wurden aus Vierpunktbiegeversuchen mit Schallemissionsmessungen ermittelt. Neu ist die Ermittlung kritischer Dehnungen an Hohlproben nach TGMF-Beanspruchung. Die Beanspruchungsdauer im TGMF-Versuch von maximal 1000h stellt eine verwertbare Beanspruchungsdauer dar.

Während im vorangegangenen Vorhaben insbesondere der Einfluss der Rauheit der Oberfläche der Haftvermittlerschicht in unterschiedlichen Wärmedämmschichtsystemen untersucht und dabei auch die TGO-Schichtdicke von 3 bis 10 μm variiert wurde, beschränkten sich die Untersuchungen in dieser Arbeit auf eine mittlere TGO-Schichtdicke von 5 μm . Bauteiltypische Werte für die Schichtdicken liegen bei einigen Mikrometern bis teilweise deutlich über 10 μm [73].

Es sei angemerkt, dass Sintervorgänge, die oberhalb etwa 900°C bei langer Auslagerungsdauer auftreten und mit zunehmender Temperatur ab etwa 1100°C bei APS-Schichten und 1150 °C bei EB-PVD-Schichten aus Y_2O_3 -stabilisiertem Zirkonoxid von größerer Bedeutung sind, bei den hier durchgeführten Experimenten – bedingt durch die kurze Haltezeit – nur stark vermindert stattfinden. Im Lebensdauermodell wurde dennoch ein Versintern auf Grundlage von experimentellen Messungen der Flächenporosität berücksichtigt. Durch Sintervorgänge kommt es zu einer Verdichtung des Gefüges durch Abbau von Poren und zum Ausheilen von Mikrorissen und somit zu einer Veränderung der Schichteigenschaften (z.B. erhöhter E-Modul, geringere Dehnungstoleranz wegen des Wegfalls von Mikro- und Segmentierungsrissen). Als weitergehende Einschränkung ist anzumerken, dass die Untersuchungen in Umgebungsatmosphäre erfolgten.

Ausgehend von einer rein phänomenologischen Betrachtung bis hin zur Delamination bilden die Betrachtungen der Spannungs- und Dehnungsverteilung mithilfe von Finite-Element-Rechnungen ein wichtiges Hilfsmittel zum Verständnis von Schädigungsursachen und Schädigungsverlauf. Das Wärmedämmschichtsystem wurde in einer hinreichend genauen Netzstruktur modelliert und die zeitliche Änderung von Dehnungen und Spannungen unter

Variation der äußeren Belastung, also wechselnder Temperatur und überlagerter mechanischer Belastung das Schädigungsverhalten simuliert. Von Interesse sind dabei die sich qualitativ ändernden lokalen Dehnungs- und Spannungsverteilungen. Diese sind abhängig von der Geometrie der Oberfläche der Haftvermittlerschicht, welche sich durch einen sinusförmigen Verlauf abbilden lässt. Einschränkend ist anzumerken, dass es sich bei der Finite-Element-Simulation um eine Näherung handelt, weil die Beschreibung der Oberfläche mit einem Sinusverlauf nicht die sich zeitabhängig ändernden Rauheiten der Haftvermittlerschichtoberfläche, die Änderung des Verformungszustands der Haftvermittlerschicht bzw. das Relaxationsverhalten der TGO-Schicht berücksichtigt. Das Wachstum der TGO-Schicht wurde ebenso berücksichtigt wie Relaxations- bzw. Kriechvorgänge der Schichtverbundpartner.

Aus den Finite-Element-Rechnungen ergeben sich im Vergleich In-Phase mit Out-of-Phase folgende Ergebnisse:

- ⇒ im Fall In-Phase sind die axialen Zugdehnungen im Schichtsystem um 30% höher als im Fall Out-of-Phase-Beanspruchung.
- ⇒ Im Fall Out-of-Phase wird der Grundwerkstoff durchweg mit Druckspannungen beaufschlagt, während im Fall In-Phase typischerweise Zugspannungen auftreten.
- ⇒ Die Spannungen in der Oberfläche der Wärmedämmschicht sind sowohl bei In-Phase als auch bei Out-of-Phase-Beanspruchung anfänglich positiv und relaxieren innerhalb der ersten Zyklen. Beide Beanspruchungsarten weisen im weiteren Verlauf durchweg Druckspannungen auf.
- ⇒ In der TGO-Schicht sowie der angrenzenden Wärmedämmschicht zeigen sich bei der Betrachtung „Berg“-Position im Fall In-Phase höhere axiale Spannungen und Dehnungen als in der „Tal“-Position im Fall Out-of-Phase. Im Fall Out-of-Phase sind die axialen Dehnungen und Spannungen durchweg niedriger.

Insgesamt bestätigen die FE-Rechnungen die Befunde, wonach Rissinitiierung von der „Berg“-Position ausgeht.

Die Finite-Element-Rechnungen basierend auf der Modellierung des Schichtsystems und den entsprechenden Befunden zur Schädigung lassen den Schluss zu, dass sich Spannungen und Dehnungen dickerer Wärmedämmschichten errechnen lassen. Jedoch muss der vorhandene Datensatz der physikalischen Datenparameter deutlich verbessert werden. Eine wenigstens stichprobenartige Validierung wird jedoch für zweckmäßig gehalten.

Der Zusammenhang Rissbildung in Wechselwirkung mit Spannungskonzentration im Bereich Kühlluftbohrungen wurde in dieser Arbeit nicht untersucht. Es ist jedoch aufgrund der Spannungskonzentration im Bereich „Berg“-Position in jedem Fall zu erwarten, dass Rissinitiierung im Bereich Kühlluftbohrungen stattfinden wird und daher eine entsprechende Untersuchung erforderlich ist.

Die Forschungsergebnisse wurden in anwendungsgünstiger Form in Tabellen und Diagrammen für die direkte Anwendung beschrieben. Dadurch werden sowohl für Auslegung als auch für Service der direkte Zugang zu den Ergebnissen und ein entsprechender Ergebnistransfer ermöglicht.

9. Zusammenfassung

Im Rahmen dieses Vorhabens wurde am Beispiel eines modernen APS-Wärmedämmschichtsystems bestehend aus dem einkristallinen Grundwerkstoff CMSX-4, der Haftvermittlerschicht vom Typ CoNiCrAlY und der keramischen Deckschicht $ZrO_2+8\%Y_2O_3$ eine Analyse und Modellierung von Delamination und Durchriss vorgenommen. Gegenüber vorangegangenen Arbeiten war die Erweiterung der Modellierung der Lebensdauer auf thermomechanische Beanspruchung anzugehen. Grundlage für die Modellierung bildete ein dehnungsbasiertes Lebensdauermodell des KWI, das den Einfluss von isothermer und zyklischer Oxidation auf die kritische Dehnung beschreibt. Ausgehend von diesem Modell wurde in diesem Vorhaben ein Lebensdauermodell für Wärmedämmschichten entwickelt, das auf einem bruchmechanischen Ansatz basiert und für isotherme oder thermomechanische Beanspruchung die kritische Dehnung bis zum Auftreten von verschiedenen Versagensarten beschreibt. Einhergehend mit der Modellbildung wurde erstmals eine experimentelle Datenbasis für die kritische Dehnung nach thermomechanischer Beanspruchung geschaffen. Des Weiteren wurde das Rissausbreitungsverhalten in APS-Wärmedämmschichtsystemen sowohl für In-Phase- sowie für Out-of-Phase-Beanspruchung experimentell untersucht, um die lokal unterschiedlichen Beanspruchungsverhältnisse in Schaufeln charakterisieren zu können.

Basis des Lebensdauermodells sind kritische Dehnungen in Verbindung mit bruchmechanischen Eigenschaften der Wärmedämmschichtsysteme. Daher finden in diesem Modell hauptsächlich mechanische Kenngrößen Eingang. Das Lebensdauermodell gliedert sich in vier Teilmodelle. Die Modellkomponente 1 befasst sich mit dem Einfluss der isothermen Auslagerung. Es basiert auf der Bruchmechanik-Theorie von Griffith und beschreibt die kritische Dehnung, die nach einer isothermen Beanspruchung nötig ist, um ein Versagen der TBC-Schicht herbeizuführen. Die Modellkomponenten 2 und 3 erweitern die Komponente 1 auf thermozyklische Oxidation und auf die thermomechanische Beanspruchung. Bei der Beschreibung der thermomechanischen Beanspruchung wird ausgehend von einer isothermen Vorauslagerung mit anschließender thermomechanischer TGMF-Beanspruchung die kritische Dehnung für Delamination und Durchriss in Druckversuchen bestimmt. In einer vierten Modellkomponente auf Basis der Manson-Coffin-Beziehung findet die Rissbildung in der Haftvermittlerschicht Berücksichtigung, wie sie bei thermomechanischer Beanspruchung beobachtet wurde.

Zur Bewertung der mechanisch-thermischen Stabilität der Wärmedämmschichtsysteme, sowie für die Validierung des Lebensdauermodells wurde mithilfe unterschiedlicher Experimente die kritische Dehnung bis zur Delamination bzw. Durchriss bestimmt. Für die Erzeugung bauteiltypischer Schichtschäden wurden an Hohlproben aber überwiegend auch an Flachproben mit Laufzeiten bis zu 3000h bzw. 14000h einerseits isotherme Auslagerungsversuche und andererseits thermozyklische Versuche, um den Einfluss von Temperaturwechseln auf das Schädigungsverhalten zu analysieren, durchgeführt. Eine

besonders bauteilnahe Abbildung der Beanspruchung stellen thermomechanische Versuche dar. Hierbei lassen sich unter Variation eines gegenläufigen Verlaufs von Temperatur und mechanischer Dehnung (Out-of-Phase) bzw. gleichsinnigen Verlaufs (In-Phase) sowie davon abweichende Phasenverschiebungen, die für Schaufeln lokal unterschiedliche Beanspruchungen in Industriegasturbinen bzw. Fluggasturbinen nachbilden.

Zur Gewinnung einer experimentellen Datenbasis wurden thermomechanische (TGMF-) Versuche an Hohlproben mit einer Haltezeit bei oberer Zyklustemperatur bis zu Laufzeiten von rd. 1000h durchgeführt. Hierzu wurde eine experimentelle Weiterentwicklung einer vorhandenen Prüfapparatur vorgenommen, welche die Entwicklung eines leistungsfähigen Strahlungsofen zur Erwärmung der Proben von außen verbunden mit einer kontinuierlichen Innenkühlung zur Einstellung eines relevanten Temperaturgradienten von rd. 80 K zwischen Temperatur an der Oberfläche der Wärmedämmschicht und Innenoberfläche der Hohlprobe betrifft.

Allen Proben gemeinsam war eine Vorauslagerung mit einer TGO-Schicht mittlerer Schichtdicke, die die thermische Wirkung repräsentiert und die Schädigungsentwicklung beeinflusst. Mit einem neu entwickelten Verfahren wurde an ausgewählten Hohlproben die kritische Dehnung für Delamination und Durchriss in Druckversuchen unmittelbar nach Abschluss der TGMF-Beanspruchung bestimmt. Die Druckversuche wurden bei Raumtemperatur mit einer niedrigen Verformungsgeschwindigkeit unter Verwendung der Schallemissionsanalyse sowie axialer Verformungsmessungen durchgeführt.

Mithilfe von Schliiffuntersuchungen an unterschiedlich beanspruchten Proben ließen sich Rissbefunde in den Schichtverbundsystemen einschließlich der Grenzschichten klassifizieren und quantifizieren. Weiter ließen sich aus den Charalambides-Versuchen nach isothermer und zyklischer Auslagerung an Flachproben ergänzende Daten für die Modellierung und Angaben zur kritischen Dehnung gewinnen. Auf der Basis von aus den Experimenten ermittelten Defektgrößen und der Bruchzähigkeit ließen sich mit dem dehnungsbasierten Modell Werte der kritischen Dehnung berechnen, die eine akzeptable Übereinstimmung mit den experimentellen Daten, bestimmt an Flachproben sowie thermo-mechanisch beanspruchten Hohlproben, zeigen.

Insgesamt führt hinsichtlich der kritischen Dehnung die zyklische Beanspruchung an Flachproben zu einem konservativen Ergebnis. Unter TGMF-Beanspruchung, also zyklischer Beanspruchung mit mechanischer In-Phase- und Out-of-Phase-Belastung an bauteilnahen Hohlproben, wird eine höhere kritische Dehnung im Druckversuch beobachtet. Durch metallographische Analysen, Rissauswertungen sowie Finite-Element-Rechnungen unter Berücksichtigung relaxierender Spannungen ließen sich die in den TGMF-Versuchen beobachteten Schichtschäden beschreiben. Danach führt In-Phase-Beanspruchung zu kürzeren Lebensdauern im Vergleich zu Out-of-Phase-Beanspruchung aufgrund der signifikant höheren Dehnungen und Spannungen. Im Bereich der „Berg“-Position der

sinusartigen Grenzschicht von TGO und keramischer Wärmedämmschicht. Schließlich ergab die Charakterisierung der Schichtschädigungen an Bauteilsegmenten wichtige Hinweise zu den Befunden an den Hohlproben, die einen vergleichbaren Delaminationsriss aufwiesen.

Entsprechende Untersuchungen zur Bestimmung der kritischen Dehnung an einem EB-PVD-Wärmedämmschichtsystem wurden nur in stichprobenartigem Umfang durchgeführt. Hierbei ergaben sich signifikant höhere Werte der kritischen Dehnung, was mit der anderen Morphologie dieser Schichtsysteme im Vergleich zu APS- Schichtsystemen zu begründen ist. Die Datenbasis für EB-PVD-Wärmedämmschichtsysteme in Form von Rissauswertungen in Abhängigkeit von isothermer und thermomechanischer Beanspruchung reicht jedoch für die Modellierung der Lebensdauer noch nicht aus.

10. Literatur

- 1 Heinecke, B.: Schädigung von Wärmedämmschichtsystemen mit unterschiedlichen Haftvermittlerschichten unter zyklischer Beanspruchung, Dissertation TU Darmstadt, Shaker-Verlag, 2004, D17
- 2 Schmidt, A.: Haltbarkeit thermomechanisch beanspruchter Wärmedämmschichtsysteme, Dissertation TU Darmstadt, VDI-Verlag, 2007, D17
- 3 Echsler, H.: Oxidationsverhalten und mechanische Eigenschaften von Wärmedämmschichten und deren Einfluss auf eine Lebensdauervorhersage", Dissertation, (2003), ISBN 3-8322-1985-5, Shaker Verlag, Aachen.
- 4 Charalambides P.G., J. Lund, A. G. Evans and R. M. Mc Meeking: A Test Specimen for Determining the Fracture Resistance of Bimaterial Interface, J. of Applied Mechanics, Vol. 56/57, March (1989), pp. 77-82
- 5 Hofinger, I., M. Oechsner, H.A. Bahr and M. V. Swain: Modified Four-Point Bending Specimen for Determining the Interface Fracture Energy for Thin, Brittle Layers, International Journal of Fracture, Vol. 92 (1998) pp. 213-220
- 6 Yamazaki Y., A. Schmidt, A. Scholz: The Determination of the Delamination Resistance in Thermal Barrier Coating Systems by Four-Point Bending tests, Surface Coating & Technology Vol. 201 (2006), pp. 744-754
- 7 Begley M.R., D.R. Mumm, A.G. Evans and J.W. Hutchinson: Analysis of a Wedge Impression Test For Measuring the Interface Toughness between Films/Coatings and Ductile Substrates, Acta Materialia 48 (2000), pp. 3211-3220
- 8 Vaßen R. et al: Recent Activities in the Field of Thermal Barrier Coatings including Burner Rig Testings in the European Union, Advanced Engineering Materials, Vol.10/ 10, 2008, pp 907-921
- 9 Trunova, O.: Effect of Thermal and Mechanical Loadings on the Degradation and Failure Modes of APS TBCs, Berichte des Forschungszentrums Jülich, Dissertation RWTH Aachen, (2006)
- 10 He, M.Y., D.R. Mumm,, A.G. Evans: Criteria for the Delamination of Thermal Barrier Coatings: with Application to Thermal Gradients, Surface & Coatings Technology 185 (2004), pp. 184-193
- 11 Singheiser L., R. Steinbrech,, W. J. Quadackers,,and R. Herzog: Failure Aspects of Thermal Barrier Coatings, Materials at High Temperatures 18 (4), 2001, pp. 249-259
- 12 Bartsch M., B. Baufeld, S. Dalkiliç, L. Mircea: Testing and Characterisation of Ceramic Thermal Barrier Coatings, Materials Science Forum, Vol. 493-493 (2005), pp. 3-8
- 13 Bartsch M., B. Baufeld, S. Dalkiliç, et al: Time-Economic Lifetime-Assessment for high Performance Thermal Barrier Coating Systems, Key Engineering Materials, Vol. 333 (2007), pp 147-154

- 14 Bartsch M., B. Baufeld, M. Heinzelmann, et al: Multiaxial thermo-mechanical fatigue on material systems for gas turbines, Mat-wiss u. Werkstofftech., Vol 38, No. 7, 2007, pp 712-719
- 15 Renusch, D., H. Echsler und M. Schütze: Progress in Life Time Modelling of APS-TBC Part I: Residual, Thermal and Growth Stresses Including the Role of Thermal Fatigue, Karl-Winnacker-Institut der DECHEMA e. V., Materials At High Temperature 21(2) (2004) pp. 65–76
- 16 Renusch, D., H. Echsler und M. Schütze: Progress in Time Modelling of APS-TBC Part II: Critical Strains, Macro-cracking and Thermal Fatigue, Karl-Winnacker-Institut der DECHEMA e.V., Materials At High Temperature 21(2) (2004) pp. 77–86
- 17 Ziebs, J., H. Klingelhöffer, J. Meersmann, H. Frenz: Gesetzmäßigkeiten für die werkstoffmechanische Beschreibung der einkristallinen Nickelbasislegierung SC 16 unter ein- und mehrachsiger Beanspruchung. Forschungsbericht 222. Berlin: Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung (BAM), 1998
- 18 Kerkhoff, G.: Vergleich zwischen experimentell beobachteten Versagensmustern und berechneten Spannungsverteilungen in thermisch belasteten ebenen und gekrümmten 8YSZ Wärmedämmschichten, Berichte des Forschungszentrums Jülich, 3784 und Dissertation Universität Bochum, 2000
- 19 Oechsner M.: Ein Beitrag zur Lebensdauervorhersage von keramischen Wärmedämmschichten, Dissertation, VDI-Verlag, Vol18, No.263, 2001
- 20 Final version of the Validated Code of Practice for Strain-Controlled THERMO-MECHANICAL FATIGUE TESTING, TMF-Standard Project, Project No. GRD-2000-30014
- 21 Berger, C., A. Scholz, J. Granacher, B. Heinecke: Zyklische Schädigung von Wärmedämmschichtsystemen mit unterschiedliche Haftvermittlerschichten, FVV-Schlussbericht Heft Nr. 740 (2002)
- 22 Berger, C., A. Scholz, A. Schmidt: Haltbarkeit thermomechanisch beanspruchter Wärmedämmschichtsysteme, AiF/FVV-Forschungsvorhaben Nr. 13276 N/1, IfW, TU Darmstadt (2002 bis 2005)
- 23 Bouhanek, K., O. A. Adesanya, F.H. Stott, P. Skeldon, D.G. Lees and G.C. Wood: Isothermal and Thermal Cyclic Oxidation Behaviour of Thermal Barrier Coatings: Pt Aluminide Bond Coats, Materials at High Temperatures 17(2) 185-196 (2000)
- 24 Renusch, D., H. Echsler and M. Schütze: The Role That Interacting Failure Mechanisms Have on The Lifetime of APS-TBC under Oxidizing Conditions, Karl-Winnacker-Institut der DECHEMA e.V., Materials Science Forum, Vol. 461-464 (2004), pp. 729-736
- 25 Wright, P. K., A. G. Evans: Mechanisms governing the performance of thermal barrier coatings, (1999), PMI-99-11, Princeton Materials Institute
- 26 Miller, R.A., C. T. Lowell: Failure mechanisms of thermal barrier coatings exposed to elevated temperature, Thin solid films, 95 (1982) P. 165/273.

- 27 Barlett, A.H., R. Dal Maschio: Failure mechanisms of a zirconia-8 wt% Ytria thermal barrier coating, *Journal of American Ceramic Society*, Vol. 78, No 4, P. 1018/1023.
- 28 Miller, R.A.: Oxidation-based model for thermal barrier coating life, *Journal of the American Ceramic Society*, Volume 67, No. 8 (1984) P. 517/521.
- 29 Wu, B.C. und E. Chang: The oxide pegging spalling mechanism and spalling modes of ZrO₂-8wt% Y₂O₃/Ni-22Cr-10Al-1Y thermal barrier coatings under various operating conditions, *Journal of Material Science* 25 (1990) P. 1112/1119.
- 30 Sun, J. H. et al.: The spalling modes and degradation mechanism of ZrO₂-8wt% Y₂O₃/CVD-Al₂O₃/Ni-22Cr-10Al-1Y thermal barrier coatings, *Oxidation of metals*, Vol 40, No 5/6 (1993) P. 465/481.
- 31 Newaz, G.M., S. Q. Nusier and Z. A. Chaudhury: Damage Accumulation Mechanisms in Thermal Barrier Coatings, *Journal of Engineering Materials and Technology*, Vol. 120 (1998), pp. 149-153
- 32 Nissley, D.M.: Thermal Barrier coating life modeling in aircraft gas turbine engines, *Journal of thermal spray technology*, Volume 6 (1) (March 1997) P. 91/97.
- 33 Thurn, G.: Hochtemperatureigenschaften und Schädigungsverhalten plasmagespritzter ZrO₂-Wärmebarrieren, *Dissertation Universität Stuttgart* 1997.
- 34 Beele, W.: Zuverlässigkeitsforderungen an Wärmedämmschichten in stationären Gasturbinen, Zuverlässigkeit, Qualitätssicherung und Lebensdauer keramischer Bauteile, *DGM Symposium* (1996).
- 35 Manson, S.S.: „Thermal Stress and Low-Cycle Fatigue“, McGraw-Hill, New York, 1966
- 36 Coffin, L.F.: Jr., *Met. Eng. Q.*, Vol. 3 (1963), pp 15-24
- 37 Dieter, G.E.: *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill Kogakusha Ltd, Tokyo, 1976
- 38 Hillery R.V., B.H. Pilsner, R.L. McKnight, T.S. Cook, and M.S. Hartle: Thermal Barrier Coating Life Prediction Model Development Final Report, *NASA Contractor Report 180807*; (1988)
- 39 Herzog, R., Majerus, P., Heckmann, S., Steinbrech, R., Quadackers, W.J., Schubert, F., Singheiser, L., Echsler, H., M. Schütze: *Proc. Mat. Week 2001*, 1-4. October 2001, Munich, DGM, Oberursel (2001)
- 40 DeMasi, J., T. Ortiz M., K. D. Sheffler: Thermal Barrier Coating life prediction model Development, Phase I Final Report, *Contract NASA 23944, NASA Cr-182230* (1998).
- 41 Meier, S.M., D.M. Nissley, K. D. Sheffler: Thermal Barrier Coating Life Prediction Model Development, *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, Vol. 114, (1992), pp. 258-263
- 42 Nissley D., M. Meyer, K. Walker: Life prediction and constitutive models for engine hot section, *Final Report, NASA Contractor Report 189883* (1992)

- 43 Meier, S.M., D.M. Nissley and D.M. Sheffler: Thermal Barrier Coating Life Prediction Model Development, Phase II-Final Report, NASA CR-189111, National Aeronautics and Space Administration, (1991)
- 44 Evans, A.G., G. B. Crumley, R. E. Demaray: On the Mechanical Behavior of Brittle Coatings and Layers, *Oxidations of Metals*, Vol. 20, No. 5/6 (1983), pp. 455-466
- 45 Evans, H.E.: Cracking and Spalling of Protective Oxide Layers, *Journal of Materials Science and Engineering A*, Vol. 120-121 (1992), pp. 139-146
- 46 Sou, Z.: Wrinkling of the Oxide Scale on an Aluminum-Containing Alloy at High Temperatures, *Journal of Mechanics of Physics and Solids*, Vol. 43, No. 6 (1995), pp. 829-846
- 47 Suresh, S.: *Fatigue of Materials*, 2nd ed, Cambridge University Press, 1998
- 48 Rösler, J., M. Bäker, M. Volgmann: Stress State and Failure Mechanisms of Thermal Barrier Coatings, Technical University of Braunschweig, Langerkamp 8, 38106 Braunschweig, Germany, *Acta Materialia* No. 49, 2001. S. 3659-3670
- 49 Singheiser, L.: Sonderforschungsbereich 370, RWTH Aachen, Integrative Werkstoffmodellierung, Teilprojekt: Verformung und Schädigungsinitiierung einer beschichteten Gasturbinschaufel, DFG-Vorhaben 2003-2005
- 50 Kundas, S., T. Kashko, V. Hureich, E. G. Lugscheider, G. von Hay: 3D-simulation of residual stresses in TBC plasma sprayed coating, *Proceedings 15 th International Plansee Seminar 2001, Powder Metallurgical High Performance Materials, Volume 3: General Topics*, Plansee Holding AG, Reutte, Österreich 2001, pp. 360-374
- 51 Sfar, K., J. Aktaa, and D. Munz: Numerical Investigation of Residual Stress Fields and Crack Behavior in TBC Systems, *Material Science and Engineering*, A334 (2002), pp. 351-360
- 52 Bartsch, M., B. Baufeld: *Thermomechanical Fatigue of Thermal Barrier Coatings*, DLR
- 53 He, M.Y., J. W. Hutchinson and A. G. Evans: Simulation of Stresses and Delamination in a Plasma-Sprayed Thermal Barrier System upon Thermal Cycling. *Materials Science and Engineering A345* (2003), pp. 172-178
- 54 Karlsson, A.M., J. W. Hutchinson, A. G. Evans: The Displacement of the Thermally Grown Oxide in Thermal Barrier Systems upon Thermal Cycling, *Materials Science and Engineering A351* (2003), pp. 244-25
- 55 Brindley, W.J. und Miller, R.A.: Thermal Barrier Coating Life and Isothermal Oxidation of Low-Pressure Plasma-Sprayed Bond Coat Alloys, *Surface and Coating Technology*, 43/44 (1990), pp. 446-457
- 56 Evans, H.E., Mitchell, G.P., Lobb, R.C., D.R.L. Owen: *Proc. R. Soc. Lond.*, Vol. A440 (1993) 1
- 57 Renusch, D., Echsler, H. and M. Schütze: New Approaches to the Understanding of Failure and Lifetime Prediction of Thermal Barrier Coating Systems, *34 (23)* (2001), pp. 324-336

- 58 Schütze M: Protective Oxide Scales and their Breakdown, John Wiley, Chichester, UK, (1997), ISBN 0-471-95904 9
- 59 Griffith, A.A.: The Phenomena of Rupture and Flow in Solids, Philosophical Transactions of the Royal Society of London, Series A, Vol. 221 (1921), pp.163-198
- 60 Berger, C., Granacher, J., P. Hortig: "Experimentelle und rechnerische Untersuchung des zyklischen Langzeitverhaltens des Grundwerkstoff-Schutzschicht-Verbundes von Gasturbinenschaufeln", Schlussbericht zum Forschungsvorhaben AiF-Nr. 9171, FVV-Nr. 605 700, Darmstadt (1996), sh. auch Dr.-Ing. Diss. P. Hortig, TH Darmstadt D17 (1996)
- 61 Kirchner, H.: Mechanisches Verhalten des Schutzschicht-Grundwerkstoff-Verbundes von Gasturbinenschaufeln unter zyklischer Beanspruchung. Dissertation TU-Darmstadt D17, 1995
- 62 Hortig, P.: Zyklisches Langzeitverhalten von Schutzschichten auf Gasturbinenschaufelwerkstoffen unter betriebsnaher Kriechermüdigungsbeanspruchung, Dissertation D17, Technische Universität Darmstadt, 1996
- 63 Cruse, T.A., R.C. Dommarco, P.C. Bastias: Shear Strength of a Thermal Barrier Coating Parallel to the Bond Coat, Transaction of the ASME (1998), Vol. 120, pp. 26-32
- 64 Ahrens, M., R. Vaßen and D. Stöver: Stress Distributions in Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings as a Function of Interface Roughness and Scale Thickness, Surface and Coatings, Technology Vol. 161 (2002), pp. 26-35
- 65 Michel S.: Inbetriebnahme einer neuen Kühleinrichtung und ergänzende Konstruktionen an einem TMF-Versuchsstand für Wärmedämmschichtproben, Studienarbeit, TU Darmstadt, 2004
- 66 Rösler, J.: Mechanical Integrity of Thermal Barrier Coated Material Systems, Advanced Engineering Materials, Volume 7, No. 1-2 (2005), pp. 50-54
- 67 Chang, G.C., W. Phucharoen and M. Miller: Behaviour of Thermal Barrier Coatings for Advanced Gas Turbine Blades, Surface Coating and Technology, Vol. 30 (1987), pp. 13-28
- 68 Freborg A. M., B.L. Ferguson, W.J. Brindley, G.J. Petrus: Modelling Oxidation induced Stresses in Thermal Barrier Coatings, Material Science & Engineering A245 (1998), pp. 182-190
- 69 Sfar K., J. Aktaa and D. Munz: Analysing the Failure Behaviour of Thermal Barrier Coatings using the Finite Element Method, Ceramic Engineering and Science Proceeding 200, Vol. 21, No. 3, pp. 203-212
- 70 Schütze, M., H. Echsler, E. Berghof-Hasselbächer: 4. Untersuchungsbericht des Karl-Winnacker-Instituts zum Vorhaben WDSS, AF105/7226/he, 2002
- 71 Bennett, A.: Properties of Thermal Barrier Coatings, Materials Science and Technology, Vol. 2 (1986), pp. 257-261

- 72 Schmidt, A., H. Aleksanoglu, A. Scholz, T.S. Mao, A. and C. Berger, W. Stamm: Influence of Bond Coat Roughness on Life Time of APS Thermal Barrier Coating Systems under Thermo-Mechanical Loading, Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering (JSME), Vol. 4 (2010), No.2
- 73 Trunova O., T. Beck, R. Herzog: Damage mechanisms and lifetime behavior of plasma sprayed thermal barrier coating systems for gas turbines-Part I: Experiments, Surface and Coating Technology, Vol.202 (2008), pp 5027-5032