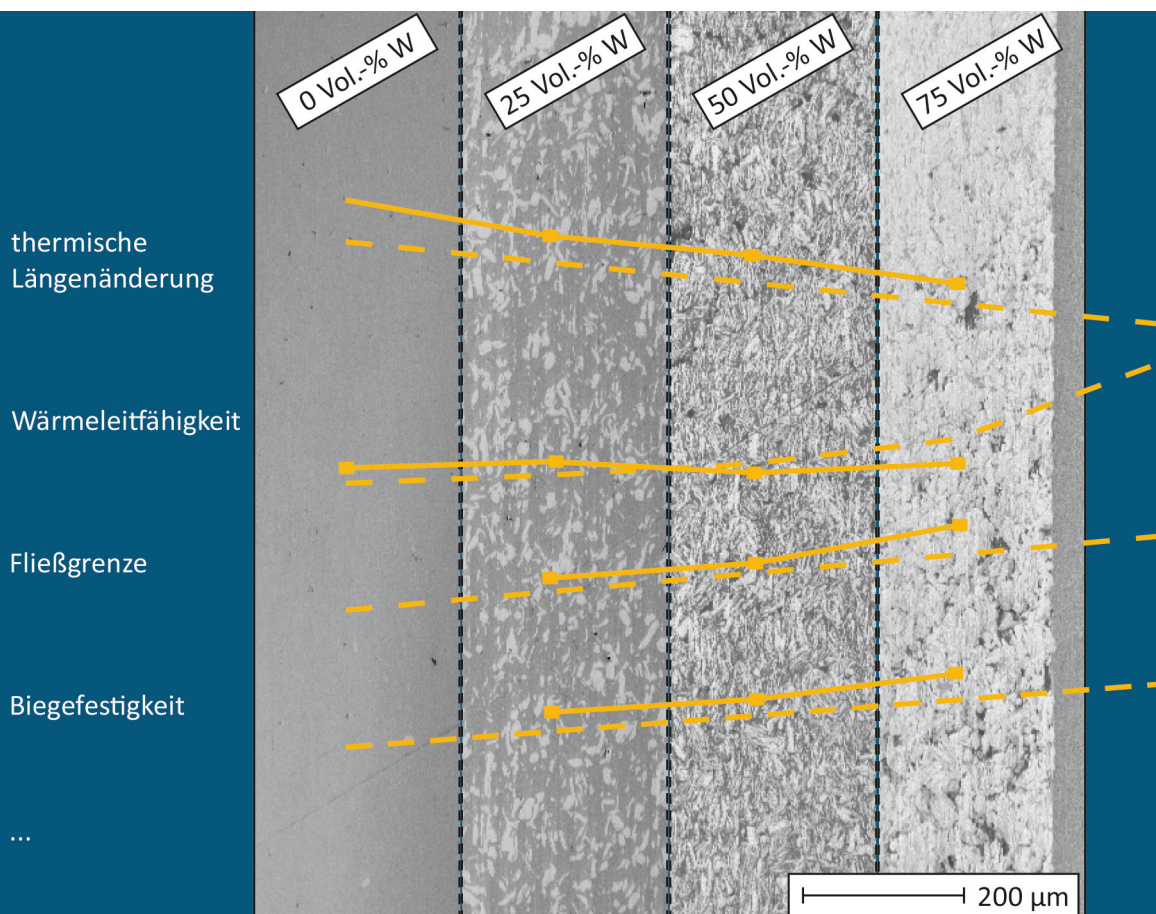


Charakterisierung gradiert Eisen/Wolfram-Schichten für die erste Wand von Fusionsreaktoren

Simon Heuer



Energie & Umwelt /
Energy & Environment
Band / Volume 382
ISBN 978-3-95806-252-8

Forschungszentrum Jülich GmbH
Institut für Energie- und Klimaforschung
Plasmaphysik (IEK-4)

Charakterisierung gradierter Eisen/Wolfram- Schichten für die erste Wand von Fusionsreaktoren

Simon Heuer

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

Band / Volume 382

ISSN 1866-1793

ISBN 978-3-95806-252-8

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

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

Umschlaggestaltung: Grafische Medien, Forschungszentrum Jülich GmbH

Druck: Grafische Medien, Forschungszentrum Jülich GmbH

Copyright: Forschungszentrum Jülich 2017

Schriften des Forschungszentrums Jülich
Reihe Energie & Umwelt / Energy & Environment, Band / Volume 382

D 294 (Diss., Bochum, Univ., 2017)

ISSN 1866-1793
ISBN 978-3-95806-252-8

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



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

Kurzfassung

Die Kernfusion besitzt großes Potenzial eine CO₂-neutrale Energieversorgung zukünftiger Generationen zu ermöglichen. Dabei stellt die technische Nutzbarmachung dieser Energiequelle bislang eine Herausforderung dar. Insbesondere führen hohe thermische Lasten und Neutronen-induzierte Schädigung zu extremen Anforderungen an die Materialauswahl für Plasma-zugewandte Komponenten (PFCs). Diese sind daher nach derzeitigem Verständnis aus einer Wolfram-Schutzschicht, welche an eine Struktur aus niedrig aktivierbarem ferritisch-martensitischen (RAFM) Stahl gefügt wird, zu fertigen. Aufgrund des diskreten Übergangs von Materialeigenschaften an der RAFM-W-Fügezone sowie thermischer Lasten, entstehen hier makroskopische Spannungen und plastische Dehnungen. Ein gangbarer Weg, diese zu reduzieren, stellt die Implementierung einer Zwischenschicht mit gradiertem RAFM/W-Verhältnis, einem s.g. funktional gradiertem Material (FGM), in der Fügezone dar.

In der vorliegenden Arbeit werden Makrospannungen und -dehnungen in der ersten Wand des Fusionsreaktors DEMO mittels einer Finite Elemente Simulation untersucht und bewertet. In diesem Rahmen werden Modell-Komponenten mit und ohne gradiertem Zwischenschicht berücksichtigt und der Vorzug eines FGM herausgestellt. Parameterstudien dienen einer konstruktiven Richtlinie für die strukturelle Umsetzung von FGMs und Komponenten der ersten Wand.

Es wird außerdem die Machbarkeit von vier Methoden (Magnetron Sputtering, Flüssigphaseninfiltration, modifiziertes atmosphärisches Plasmaspritzen und Electro Discharge Sintering) hinsichtlich der Herstellung von FGMs studiert. Die entstehenden Schichten werden mikrostrukturell, thermo-physikalisch und mechanisch detailliert untersucht. Auf Grundlage dieser Charakterisierung und der Finite Elemente Simulation wird ihre Eignung als gradierte Schicht in der ersten Wand von DEMO evaluiert und schließlich mit alternativen Fügesystemen, die derzeit im Forschungsumfeld erprobt werden, verglichen.

Vorwort

Wahl und Abgrenzung der themenspezifischen Begriffe „Komposit“, „FGM“ und „Komponente“

Das Wort „Komposit“ beschreibt für gewöhnlich eine (häufig pulvermetallurgisch hergestellte) Klasse von Materialien, die sich durch die offensichtliche Unterscheidung von zwei oder mehr verschiedenen Phasen auszeichnet [1]. Proben, die mittels Magnetron Sputtering (MS) hergestellt werden, sind aufgrund ihrer atomar homogenen Struktur daher offiziell nicht zu den Kompositen zugehörig. Dies trifft ebenfalls auf Proben zu, die zwar mittels additiver Fertigungsverfahren (hier Electro Discharge Sintering und Atmosphärisches Plasmaspritzen), jedoch lediglich aus einem Material gefertigt wurden (reine Eisen-, reine Stahl- und reine Wolframproben). Im Sinne des Leseflusses werden im Rahmen dieser Arbeit jedoch sowohl MS-Proben, als auch additiv gefertigte Proben eines einzelnen Materials als Komposite beschrieben. Das Wort „Komposit“ bezieht sich in dieser Arbeit weiterhin nur auf Werkstoffe, die eine richtungsunabhängige homogene Verteilung der Konstituenten besitzen. Es soll damit die Abgrenzung verdeutlicht werden von (i) homogenen Proben, die der Charakterisierung von „Komposit“-Eigenschaften dienen, zu (ii) tatsächlich funktional gradierten Materialien („FGMs“), die schichtweise aus homogenen Kompositen zusammengesetzt sind und der späteren Anwendung als Zwischenschicht in W-Eurofer-Fügungen dienen. Der Verbund aus einem Stück Voll-Wolfram, einem FGM und einem Voll-Stahl-Stück wird als „Komponente“ bezeichnet. Um weiterhin alle hergestellten Bestandteile (Komposite, FGMs und Komponenten) zusammenfassen und gegenüber den Ausgangspulvern abgrenzen zu können, werden erstere zusammenfassend als „Vollmaterialien“ bezeichnet.

Vergleichbarkeit von Kompositen unterschiedlicher Herstellungsverfahren

Um sich auf Erfahrungswerte hinsichtlich der in dieser Arbeit durchgeführten Verfahren zur Herstellung von Kompositen aus zwei Konstituenten berufen zu können, sind teilweise verschiedene Eisenbasis-Materialien für die Herstellung verwendet worden. Während der

eine Konstituent aller Komposite reines Wolfram ist, wurde beim Magnetron Sputtern, Electro Discharge Sintering sowie der Flüssigphaseninfiltration als zweiter Konstituent reines Eisen verwendet. Beim Atmosphärischen Plasmaspritzen wurde demgegenüber als zweites Material der martensitische Stahl X12Cr13 verwendet. Die allgemein von RAFM-Stahl-abweichende Wahl der verwendeten Materialien führt auf Seite der Fe-Basis-Anteile der Komposite zu unterschiedlichen Eigenschaften, wodurch das Gesamtverhalten von Kompositen gleicher Wolframgehalte in Abhängigkeit des Herstellungsverfahrens (und der damit verbunden Materialauswahl) divergieren kann und ihre Vergleichbarkeit nicht zu 100 % gegeben ist. Die unterschiedlichen Eigenschaften von reinem Eisen, dem in dieser Arbeit verwendeten X12Cr13 und dem RAFM-Stahl Eurofer97 sind jedoch erheblich geringer, als die Unterschiede aller Fe-Basislegierungen zu Wolfram, weshalb bei allen Kompositen mit gleichem Wolframgehalt ein vergleichbares thermo-physikalisches und mechanisches Verhalten, unabhängig der Fe- bzw. Stahl-Wahl, erwartet wird. Dies ist auch damit zu rechtfertigen, dass thermo-physikalische und mechanische Eigenschaften stark durch das Gefüge eines Materials bestimmt werden und eine thermische Nachbehandlung zur Einstellung eines bestimmten (Stahl-)Gefüges in dieser Arbeit nicht stattfand. Bereits herstellungsbedingt käme es somit auch bei Kompositen identischer stofflicher Zusammensetzung in einem gewissen Umfang zu unterschiedlichen Eigenschaften. Es wurden aufgrund der vorausgehenden Erklärungen die erfahrungsbedingten Vorteile der Komposit-Herstellung mit verschiedenen Fe-Basis-Materialien über die Nachteile der materialbedingten Unterschiede von Kompositen gleicher Wolframanteile gestellt. Im Sinne des Leseflusses werden alle untersuchten Komposite in Abhängigkeit des enthaltenen Wolfram-Gehalts bezeichnet. Dieser reicht von 0 bis 100 Vol.-%. Die jeweilige Differenz zu 100 % machen das Eisen bzw. der Stahl X12Cr13 aus.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	ix
1. Einleitung	1
1.1. Aktueller und prognostizierter Energiemarkt	1
1.2. Erzeugung elektrischer Energie durch Kernfusion	2
1.2.1. Physik der Kernfusion	2
1.2.2. Struktureller Aufbau eines Fusionsreaktors	5
1.3. Stand der Forschung	8
1.3.1. Belastung von Plasma Facing Components und Konstruktion der ersten Wand	8
1.3.2. Fügen von Wolfram und RAFM-Stählen	11
1.3.3. Funktional Gradierte Materialien (FGMs)	16
1.4. Versagen einer PFC-Fügung und Folgerungen für notwendige Entwicklungen	19
1.5. Ziel und Weg	20
2. Grundlagen der Materialien und Herstellungsmethoden	23
2.1. Untersuchtes Materialsystem	23
2.1.1. Reduced Activation Ferritic Martensitic (RAFM)-Stähle	23
2.1.2. Wolfram	26
2.1.3. Thermodynamische Aspekte des Binärsystems Fe-W	28
2.2. Makromechanik und Mikromechanik	30
2.3. Einordnung und Mechanismen der verwendeten Herstellungsverfahren . .	31
2.3.1. Magnetron Sputtering	32
2.3.2. Flüssigphaseninfiltration	34
2.3.3. Plasmaspritzen	35
2.3.4. Elektrisch unterstütztes Sintern	39
3. FE Modellierung der ersten Wand mit gradierten Schichten	41
3.1. Grundlegende Beschreibung des Modells	42
3.2. Berechnung des Temperaturfeldes in gradierten Materialien	45
3.2.1. Wärmeübergangskoeffizient	47
3.2.2. Wärmeleitfähigkeit	48

3.2.3.	Dichte	49
3.2.4.	Spezifische Wärmekapazität	49
3.3.	Berechnung von Dehnungen in gradierten Materialien	50
3.3.1.	Elastische Dehnungen	53
3.3.2.	Thermische Dehnungen	54
3.3.3.	Plastische Dehnungen	56
3.4.	Nicht berücksichtigte Charakteristika des FE Modells	62
4.	Schichtherstellung und Charakterisierung	65
4.1.	Schichtherstellung	65
4.1.1.	Magnetron Sputtering	65
4.1.2.	Flüssigphaseninfiltration	68
4.1.3.	Atmosphärisches Plasmaspritzen	70
4.1.4.	Electro Discharge Sintering	74
4.2.	Charakterisierungsmethoden	78
4.2.1.	Mikrostrukturelle Untersuchungen	79
4.2.2.	Stoffliche Zusammensetzung	82
4.2.3.	Thermo-physikalische Eigenschaften	84
4.2.4.	Mechanische Eigenschaften	87
5.	Ergebnisse und Diskussion	91
5.1.	Ergebnisse der thermo-mechanischen Simulation	91
5.1.1.	Standardmodell	91
5.1.2.	Komponente mit direkter W-RAFM-Stahl-Fügung	102
5.1.3.	Anzahl der Teilschichten eines FGM	106
5.1.4.	Schichtstärke eines FGM	109
5.1.5.	Konvergenz-Studie	111
5.1.6.	Komponentengröße	112
5.1.7.	Zusammenfassung der Ergebnisse der thermo-mechanischen Simulation	115
5.2.	Fe/W-Schichten mittels Magnetron Sputtering	116
5.3.	Fe/W-Komposite mittels Flüssigphaseninfiltration	121
5.4.	X12Cr13/W-Schichten mittels Atmosphärischem Plasmaspritzen	127
5.4.1.	Ausgangspulver	128
5.4.2.	Mikrostrukturelle Charakterisierung der APS-Komposite	129
5.4.3.	Thermo-physikalische Charakterisierung der APS-Komposite	140
5.4.4.	Mechanische Charakterisierung der APS-Schichten	146
5.4.5.	Machbarkeitsstudie zur Herstellung gradierter APS-Schichten	150

5.5. Fe/W-Komposite mittels Electro Discharge Sintering	151
5.5.1. Ausgangspulver und mechanisches Legieren	152
5.5.2. Mikrostrukturelle Charakterisierung der EDS-Komposite	157
5.5.3. Thermo-physikalische Charakterisierung der EDS-Komposite	169
5.5.4. Mechanische Charakterisierung der EDS-Komposite	175
5.5.5. Machbarkeitsstudie zur Herstellung gradierter EDS-Komposite	179
6. Abschließende Gesamtdiskussion	183
6.1. Das FE Modell unter Berücksichtigung wahrer Schicht-Eigenschaften	183
6.2. Evaluierung der Herstellungsmethoden	187
7. Zusammenfassung und Ausblick	195
7.1. Zusammenfassung	195
7.2. Ausblick	197
Anhang	199
A. Diffusionsschweißen	199
A.1. Grundlagen des Diffusionsschweißens	199
A.2. Durchführung der Schweißversuche	201
A.3. Ergebnisse der Schweißversuche	204
Tabellenverzeichnis	207
Abbildungsverzeichnis	209
Literatur	215
Danksagung	233

Abkürzungsverzeichnis

APS	Atmosphärisches Plasmaspritzen
At.-%	Atomprozent
BMWi	Bundesministerium für Wirtschaft und Energie
CAS	Tschechische Akademie der Wissenschaft
CMC	Ceramic Matrix Composites
EDS	Electro Discharge Sintering
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
ELM	Edge Localised Mode
DSC	Dynamische Differenzkalorimetrie
FE	Finite Elemente
FEM	Finite Elemente Methode
FGM	Funktional gradiertes Material
FIB	Focused Ion Beam
fpv	full power years
Gew.-%	Gewichtsprozent
HIP	Heißisostatisches Pressen
ICP-OES	Optische Emissionsspektroskopie
IPP	Institut für Plasmaphysik
kfz	kubisch flächenzentriert
krz	kubisch raumzentriert

LCF	Low Cycle Fatigue
LFA	Laser Flash Analyse
LM	Lichtmikroskopie
MMC	Metal Matrix Composites
MS	Magnetron Sputtering
ODS	Oxide Dispersion Strengthened
OPS	Oxid-Poliersuspension
PFCs	Plasma Facing Components
PVD	Physical Vapor Deposition
QMB	Quarzkristall-Mikrowaage
RAFM	Reduced Activation Ferritic-Martensitic
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RSUHP	Resistance Sintering under Ultra High Pressure
SiC	Siliziumkarbid
SLPS	Supersolidus Liquid Phase Sintering
SPS	Spark Plasma Sintering
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
T_{Liq}	Liquidustemperatur
T_{Sol}	Solidustemperatur
VDE	Vertical Displacement Event
Vol.-%	Volumenprozent
VPS	Vakuumplasmaspritzen
XRD	Röntgendiffraktometrie

1. Einleitung

1.1. Aktueller und prognostizierter Energiemarkt

In dem vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie (BMWi) in Auftrag gegebenen Bericht „Entwicklung der Energiemärkte - Energiereferenzprognose“ [2] wird die aktuelle und zukünftige Gestaltung des nationalen und globalen Energiemarktes charakterisiert und wahrscheinliche energiewirtschaftliche Entwicklungen bis zum Jahr 2050 prognostiziert. Die Ergebnisse des Berichtes fassen zusammen, dass im Jahr 2014 global 50 % mehr Energie verbraucht wurde als im Jahr 1990. Analog zur Zunahme des Gesamtenergieverbrauchs sind die CO₂-Emissionen auf 30 Gigatonnen angestiegen. Für den zukünftigen Energieverbrauch erwartet darüber hinaus eine von der OECD in Auftrag gegebene Studie bis zum Jahr 2050 eine weitere Steigerung um 80 % gegenüber dem aktuellen Bedarf [3]. Ebenfalls bis dahin soll auf Grundlage der Berechnungen des BMWi-Berichts der Preis für die Primärenergieträger Rohöl und Erdgas um 50 % steigen, vorrangig aufgrund des wirtschaftlichen Wachstums der asiatischen Schwellenländer, jedoch auch wegen internationaler Klimaschutzbestrebungen. Trotz des Preisanstiegs sowie der zunehmenden Relevanz erneuerbarer Energieträger stellen auch langfristig fossile Brennstoffe die Versorgungsbasis dar. Während bis ca. 2020 der höchste Endenergieverbrauch in Form von Gas zu verzeichnen ist, wird im weiteren zeitlichen Verlauf Strom der wichtigste Energieträger. Dabei wird der Anteil von Kernenergie an der Gesamtenergieproduktion als kontinuierlich abnehmend beschrieben und spielt ab 2030 keine Rolle mehr.

Unter Berücksichtigung aller Einflussgrößen werden die aktuellen Ziele des Energiekonzepts der deutschen Bundesregierung voraussichtlich nicht erreicht werden [2]. Daher wird vorausgesagt, dass „neue und weiterentwickelte Technologien in der Nutzung und Umwandlung von Energie [...] die Schlüssel zur Steigerung der Energieeffizienz und zum kostengünstigen Ausbau erneuerbarer Energien [sind]. [...] Um die energiepolitischen Ziele zur Reduktion von Treibhausgasemissionen zu erreichen, muss vor allem die Erzeugung aus CO₂-intensiven Kraftwerken weiter reduziert werden.“ [2].

Die vorausgehenden Äußerungen zur aktuellen und zukünftigen Lage der Energiemärkte können insgesamt als das Erfordernis der CO₂-armen Erzeugung elektrischer Energie in

Grundlastkraftwerken interpretiert werden. Eine Möglichkeit diesem Erfordernis nachzukommen stellt die Implementierung von Kraftwerken mit Fusionsreaktoren in den Energiemärkten dar. Als eine Methode der nuklearen Energieerzeugung findet die Kernfusion im Bericht des BMWi keine Berücksichtigung, kommt jedoch den Erfordernissen *elektrischer Energie*, *CO₂-armer Produktion* sowie *Grundlastbedarf* nach und besitzt somit nach technischer Realisierung das Potenzial, langfristige Klimaschutzziele zu ermöglichen. Die Entwicklung von Fusionsreaktoren wird deshalb intensiv vorangetrieben und stellt ebenfalls die Motivation für die vorliegende, materialwissenschaftlich orientierte Arbeit dar.

Im Folgenden wird zunächst die grundlegende Idee der Kernfusion geschildert, gefolgt von einem Überblick über die Forschung zum Fügen von Komponenten, die dem Plasma direkt zugewandt und für diese Arbeit von zentraler Bedeutung sind.

1.2. Erzeugung elektrischer Energie durch Kernfusion

Die Kernfusion ist ein physikalischer Vorgang, bei dem Atomkerne miteinander verschmelzen. Aus der Natur ist dieser bekannt als der Prozess, durch den in Sternen wie unserer Sonne Kernenergie u.a. in thermische Energie umgewandelt wird [4]. Aufgrund der theoretisch möglichen hohen energetischen Effizienz der Umwandlung von Kernenergie in Wärme mittels Fusion, sowie der langfristigen Verfügbarkeit der benötigten Rohstoffe, besteht seit Mitte des 20. Jahrhunderts das Bestreben, den Prozess auf der Erde technisch nutzbar zu machen. Mit der generierten Wärme ließe sich, analog zu derzeitigen thermischen Kraftwerken, eine nachgeschaltete Turbine antreiben und über einen Generator elektrische Energie gewinnen. Für die technische Realisierung dieser Primärenergiequelle ist zunächst ein genaueres Verständnis der physikalischen Grundlagen relevant, die im Folgenden erläutert werden.

1.2.1. Physik der Kernfusion

Während die stellare Kernfusion primär durch die Proton-Proton-Reaktion nach Gleichung 1.1 gekennzeichnet ist, wird für die technische Umsetzung die Fusion eines Deuterium- und eines Tritium-Kerns nach Gleichung 1.2 verfolgt [4, 5].



Zwei Gründe rechtfertigen diesen Ansatz: Zunächst weisen verschiedene Kernreaktionen unterschiedliche Reaktionswahrscheinlichkeiten auf. In der Kernphysik werden diese mit dem *Wirkungsquerschnitt*, der von der Teilchenenergie abhängt, beschrieben. Die Einheit

des Wirkungsquerschnitts ist das *barn*, welches 10^{-28} m^2 entspricht. In Abbildung 1.1 a) sind Energie-abhängige Wirkungsquerschnitte verschiedener Kernreaktionen angegeben. Die D-T-Reaktion zeigt die höchste Reaktionswahrscheinlichkeit, dessen Maximum außerdem bei vergleichsweise niedrigen Energien auftritt. Zur Initiierung einer D-T-Reaktion muss daher weniger Aktivierungsenergie zugeführt werden. Die p-p-Reaktion ist in der Grafik nicht enthalten, weil sie erst bei Energien $>1 \text{ GeV}$ relevant ist, mit einem lokalen, maximalen Wirkungsquerschnitt in Höhe von lediglich 50 mbarn bei 2 GeV [6, 7].

Als zweiter Grund für die Nutzung der D-T-Reaktion ist zu nennen, dass hierbei mehr Energie freigesetzt wird als bspw. bei der p-p-Reaktion, wie Abbildung 1.1 b) zu entnehmen ist. In der Abbildung ist die Bindungsenergie pro Nukleon über der logarithmischen Atommasse von Elementen dargestellt. Die Differenz der Bindungsenergie zwischen dem Fusionsprodukt und der Summe der Reaktanten stellt die partiell nutzbare Energie dar. Da ^4He , das Produkt der D-T-Reaktion, eine außerordentlich hohe Bindungsenergie besitzt, ist die nutzbare Energie bei dieser Reaktion vergleichsweise groß und der D-T-Prozess energetisch effizienter als die p-p-Reaktion in der Sonne. Während bei der stellaren Fusion 0,42 MeV pro Reaktion freigesetzt werden, beträgt die technisch nutzbare Energie einer Deuterium-Tritium-Reaktion 17,6 MeV. Dabei entfallen ca. 14,1 MeV kinetische Energie auf das Neutron und 3,5 MeV auf den ^4He -Kern [4, 5, 8].

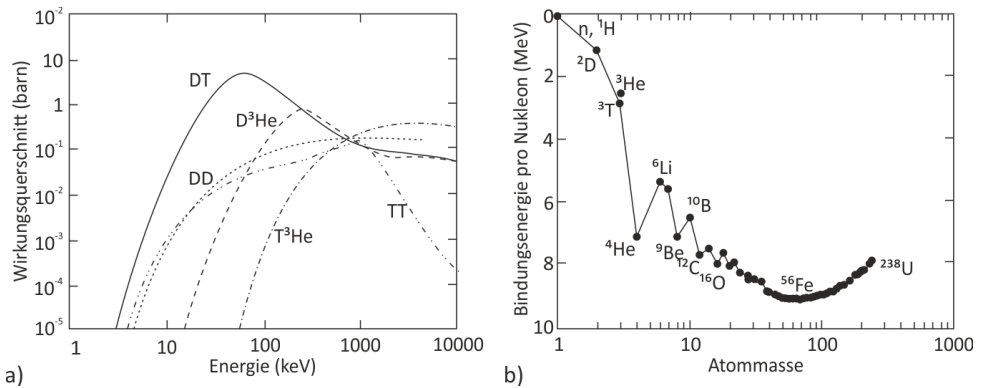


Abbildung 1.1.: Wirkungsquerschnitt verschiedener Kernreaktionen über der Teilchenenergie (a) und Bindungsenergie pro Nukleon als Funktion der atomaren Masse von Elementen (b). Je größer der Wirkungsquerschnitt und der Zuwachs der Bindungsenergie pro Nukleon sind, desto mehr Kernenergie wird durch thermonukleare Reaktionen nutzbar [4, 6, 7].

Die energetischen Vorzüge der Reaktion werden von günstigen Eigenschaften der Reaktanten begleitet. Der Rohstoff Deuterium ist nicht radioaktiv und kann dem Meerwasser entnommen werden. Demgegenüber ist der Tritiumkern zwar instabil und ein β -Strahler, dessen Halbwertszeit beträgt mit ca. 12 Jahren jedoch lediglich einen Bruchteil der Halbwertszeit von ^{239}Pu (ca. 24000 Jahre), einem der kritischen Abfallprodukte der

Kernspaltung [5, 9]. Aus den Halbwertszeiten der instabilen Kerne lässt sich einerseits ableiten, dass Tritium leichter zu kontrollieren ist als der Abfall von Spaltungsreaktoren, weil seine Aktivität in zeitlich für den Menschen relevanten Größenordnungen abklingt; andererseits jedoch auch, dass natürliches Tritium auf der Erde nicht mehr verfügbar ist. Der somit erforderliche Herstellungsprozess, das *Tritium-Brüten*, ist an den Fusionsprozess gekoppelt.

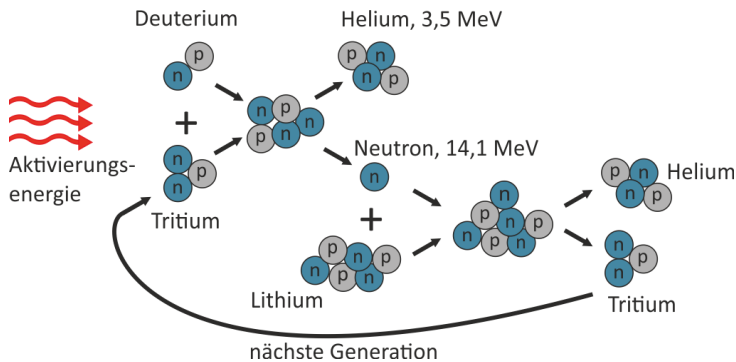


Abbildung 1.2.: Schematische Darstellung der Kernreaktionen der technisch nutzbaren D-T-Reaktion: Aus der Fusion von Deuterium und Tritium entstehen ein Helium-Kern sowie ein energiereiches Neutron. Letzteres wird abgebremst und für die T-Brutreaktion verwendet.

Die allgemeine Abfolge der Kernreaktionen ist in Abbildung 1.2 dargestellt. Zunächst muss einem Deuterium-Tritium-Gasgemisch eine große Menge Aktivierungsenergie zugeführt werden, um es in den Plasma-Zustand, in dem Elektronen und Kerne voneinander getrennt vorliegen, zu überführen. Darin entsteht aus der Verschmelzung eines Deuterium-Kerns mit einem Tritium-Kern ein Helium-4-Kern sowie ein energiereiches Neutron. Das Neutron verlässt das Plasma, wird abgebremst und trifft als thermisches Neutron auf einen Kern umliegenden Lithiums, wodurch der Lithium-Kern instabil wird und zu einem weiteren Helium-4-Kern sowie einem Tritium-Kern zerfällt. Das Tritium kann nun für die nächste Generation der Fusionsreaktion verwendet werden. Während des Prozesses wird die kinetische Energie der Helium-Kerne innerhalb des Plasmas als Aktivierungsenergie für die nächste Reaktionsgeneration genutzt und die der Neutronen zur Gewinnung von Wärme und in der Folge von elektrischer Energie [4, 5, 8].

Um thermonukleare Reaktionen möglich zu machen, muss dem D-T-Gasgemisch zunächst Energie zugeführt werden, da die Kerne die Coulomb-Barriere überwinden müssen, um fusionieren zu können. Die Coulomb-Barriere beschreibt das progressive, abstoßende Potential zwischen zwei sich einander annähernden, gleich geladener Teilchen [8]. Unterhalb eines kritischen Abstands dominieren die anziehenden Kernkräfte über die elektrostatische Abstoßung, sodass eine Verschmelzung der Kerne stattfindet. Für die technische Umset-

zung der Fusion wird die Aktivierungsenergie in Form von Wärme zunächst von außen mittels Induktion, Einspeisung elektromagnetischer Wellen und Neutralteilcheninjektion zugeführt. Im laufenden Betrieb soll die Verlustleistung dann durch die zuvor beschriebene Helium-getragene Fusionsleistung egalisiert werden, um Temperatur und thermonukleare Reaktionen aufrecht zu erhalten. Für den Erfolg dessen ist das Tripel-Produkt aus *Plasmadichte*, *Einschlusszeit der Helium-Kerne* und *Plasmatemperatur* maßgebend. Für eine detaillierte Beschreibung dieses s.g. Lawson-Kriteriums sei auf die Literatur verwiesen [8]. Damit das Plasma erhalten bleibt, darf es nicht mit umliegender Materie in Kontakt kommen. Um es dennoch einschließen und somit das Lawson-Kriterium erfüllen zu können, wird die natürliche Eigenschaft von Plasmen, aus elektrisch getrennten Ladungsträgern zu bestehen, verwendet. Die Orientierungsrichtung der frei beweglichen, geladenen Teilchen kann durch elektro-magnetische Felder mit zeitlich veränderlicher Feldstärke beeinflusst werden, wodurch das Plasma eine durch Magnetfeldlinien definierte Form einnimmt und von umliegender Materie separiert wird [4, 5]. Details hierzu werden im folgenden Kapitel erläutert.

1.2.2. Struktureller Aufbau eines Fusionsreaktors

Im vorausgehenden Kapitel sind relevante physikalische Grundlagen der Kernfusion dargelegt worden. Aus diesen können nach derzeitigem technischen Verständnis diverse Konstruktionen abgeleitet werden, in denen eine kontrollierte Fusion von Deuterium- und Tritium-Kernen stattfindet. Aktuell besitzen Reaktoren, die nach den Prinzipien des *TOKAMAK* und des *Stellarators* gebaut werden, die höchste technische Relevanz [4]. Seit den 1950er Jahren werden diese Konzepte verfolgt und im Zuge dessen realisiert. Derzeit werden weltweit erfolgreiche Experimente an TOKAMAK-Testreaktoren wie JET (England), dem TFTR (USA), dem JT60-U (Japan) und dem EAST (China) sowie an Stellaratoren wie Wendelstein-7X in Deutschland durchgeführt [10]. Der weltweit größte TOKAMAK-Testreaktor, ITER, befindet sich derzeit in Frankreich im Bau. Auf diesen soll DEMO folgen, der als letzter notwendiger Schritt hin zu einem kommerziellen Reaktor gilt [11] und für den die in dieser Arbeit aufgeführten Forschungsergebnisse relevant sind. Derzeit ist das TOKAMAK-Prinzip weiter erforscht als das Stellarator-Prinzip, weshalb künftige Reaktoren wie DEMO nach derzeitigem Wissensstand auf dieser Grundlage gebaut werden. Weitere Details zum strukturellen Aufbau eines Reaktors werden daher auf das TOKAMAK-Prinzip beschränkt.

In Abbildung 1.3 ist das grundlegende Konzept eines TOKAMAK-Reaktors schematisch dargestellt. Magnetfeldspulen halten das Plasma in einer Torus-ähnlichen Form, wodurch über einen langen Zeitraum ein Plasma hoher Dichte aufrecht erhalten werden kann. Die hierfür erforderlichen *Toroidalfeldspulen* erzeugen kreisförmig geschlossene Feldlinien, denen die geladenen Teilchen folgen [8].

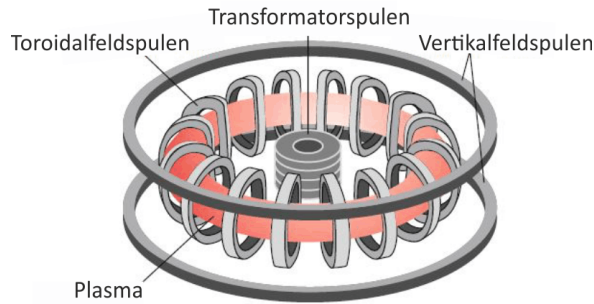


Abbildung 1.3.: Plasmaeinschluss nach dem TOKAMAK-Prinzip: Die spezielle Anordnung der Toroidalfeldspulen zwingt das Plasma in eine Torus-ähnliche Form. Die Transformatorspulen erzeugen einen elektrischen Strom im Plasma, wodurch dieses helikal verdrillt wird. Die Vertikalfeldspulen verhindern globale Vertikalbewegungen des Plasmas [8].

Da bei alleiniger Verwendung von Toroidalfeldspulen die Magnetfeldstärke eines TOKAMAK-Reaktors innerhalb des Torusvolumens mit zunehmendem Radius abnimmt, würden Teilchen ohne weitere Maßnahmen nach außen bewegt werden. Um einen ausreichend guten magnetischen Plasma-Einschluss zu gewährleisten, bedarf es daher einer helikalen Verdrillung der Magnetfeldlinien, sodass außen befindliche Teilchen entlang einer Schraubenbahn wieder zum kleineren Torusradius transportiert werden. Die Verdrillung des Feldes wird in TOKAMAK-Reaktoren durch die vektorielle Überlagerung mit einem zweiten Magnetfeld erreicht. Dieses wird erzeugt, indem das Plasma als Sekundärspule eines Transformators verwendet wird, wodurch ein Teilchenfluss im Plasma angeregt wird. Aufgrund des elektrischen Stroms wird schließlich ein zweites, poloidal um das torusförmige Plasma verlaufendes Magnetfeld generiert [8]. Die Primärspulen des Transformators (auch Transformatorspulen genannt) eines TOKAMAK-Reaktors sind, wie in Abbildung 1.3 zu erkennen, im Zentrum des Torus angeordnet.

Um das Plasma von atmosphärischen Teilchen zu separieren, befindet es sich in einem Vakuumgefäß. Die entsprechende Anordnung ist als rotationssymmetrischer Querschnitt der Reaktorkammer nach dem Vorbild durch MAGNANIA et al. in Abbildung 1.4 skizziert [12]. Das Vakuumgefäß ist auf der Plasma-zugewandten Seite mit *Blanket*-Modulen ausgekleidet, deren zusammengefasste Oberfläche die *erste Wand* (hier orange eingefärbt) darstellt. Die erste Wand dient insbesondere der Wärmeabfuhr sowie dem Schutz dahinter befindlicher Bauteile und wird aufgrund ihrer Relevanz für die vorliegende Arbeit im folgenden Kapitel detailliert betrachtet. Zwischen dem Plasma und dem Blanket liegt ein schmaler evakuierter Bereich. Die Magnetfeldlinien sind so ausgerichtet, dass nur wenige geladene Teilchen hierhin gelangen. Am unteren Rand des Vakuumgefäßes in Abbildung 1.4 ist der *Divertor* zu erkennen, an dem die Magnetfeldlinien kontrolliert auf

thermisch höchst belastbare Komponenten geleitet werden, um entstehende Verunreinigungen wie die Heliumasche aus dem Plasma abzuführen [13]. Aufgrund der besonders hohen Belastung des Divertors wird er separat behandelt und in dieser Arbeit nicht zur ersten Wand gezählt. Zusammengefasst werden Blanket-Module und Divertor unter der Bezeichnung *Plasma Facing Components* (PFCs). In der Abbildung sind des Weiteren die Transformatorspulen, eine Toroidalfeldspule und diverse Zugänge zur Reaktorkammer dargestellt. Letztere dienen vorrangig der Plasmadiagnostik und der ferngesteuerten Wartung [13].

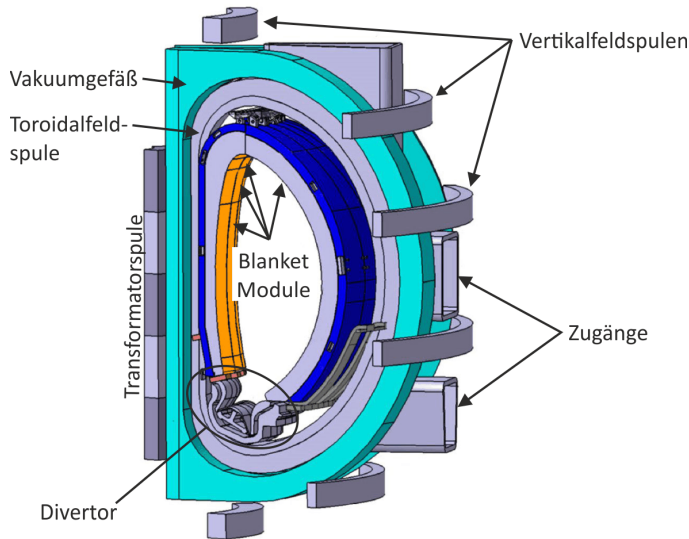


Abbildung 1.4.: Querschnitt eines TOKAMAK-Reaktors nach dem Vorbild durch MAGNANIA et al. [12].

Während das allgemeine Konzept von TOKAMAK-Reaktoren für DEMO geeignet erscheint, sind noch viele technische Details ungeklärt. Insbesondere die Auswahl der Materialien für Blanket- und Divertor-Komponenten stellt derzeit noch eine große Herausforderung dar. Neben einer allgemein hohen Festigkeit und einer angemessenen Zähigkeit der Materialien werden physikalisch orientierte Eigenschaften wie hohe thermische Leitfähigkeit, schwache Aktivierbarkeit und Widerstand gegen Neutronenschädigung gefordert. Materialien, die dem Plasma direkt zugewandt sind, müssen zusätzlich einen hohen Widerstand gegen Erosion besitzen. Während als Plasma-zugewandtes Material daher Wolfram geeignet erscheint (vgl. Kapitel 2.1.2), werden als Strukturwerkstoffe insbesondere schwach aktivierende Stähle (engl. Reduced Activation Ferritic-Martensitic (RAFM) Steels) untersucht [14, 15]. Detaillierte Ausführungen zur allgemeinen Materialauswahl werden im Kapitel 1.3 genannt und für diese Arbeit relevante Materialeigenschaften im Grundlagenkapitel 2.1 behandelt.

1.3. Stand der Forschung

In diesem Kapitel wird zunächst eine Übersicht zu Belastungen, die auf Plasma Facing Components (PFCs) wirken, vorgestellt. Es folgt eine genauere Betrachtung der hieraus hervorgehenden Konstruktion des Plasma-zugewandten Bereichs der ersten Wand sowie schließlich eine Übersicht derzeitig untersuchter Herstellungsverfahren hierfür.

1.3.1. Belastung von Plasma Facing Components und Konstruktion der ersten Wand

Plasma Facing Components (PFCs) sind Bauelemente des Fusionsreaktors, die dem Plasma direkt zugewandt sind. Insbesondere handelt es sich dabei um Blanket-Module, die einen Großteil der Innenauskleidung eines Reaktors repräsentieren und um den Divertor am Boden des Torusvolumens, Abbildung 1.4.

Der Divertor ist das am stärksten belastete Bauteil eines Reaktors, da hier die Feldlinien und somit Plasma gerichtet auftreffen. Im zukünftigen Reaktor DEMO werden daher stationäre thermische Lasten von bis zu 10 MW m^{-2} erwartet [16–18]. Aufgrund dieser hohen Belastung, sowie potentiell starken Plasma- und Neutronen-induzierten Schädigungen werden Divertor-Komponenten voraussichtlich nahezu vollständig aus Wolfram gefertigt [14, 19, 20]. Die Lebensdauer dieser Komponenten soll somit 2 Jahre bei voller Reaktorleistung (s.g. full power years (fpy)) betragen können. In dieser Zeitspanne sind 1000 bis 20000 Start-Abschalt-Zyklen mit entsprechender thermo-zyklischer Belastung zu erwarten [16, 18, 21]. Für die Abfuhr von Wärme sollen die Divertor-Module entweder mit Helium oder mit Wasser gekühlt werden. Dabei sind weder die Wahl des Kühlmediums, noch dessen Konditionen zum derzeitigen Stand geklärt. Für die Wasserkühlung werden beispielsweise Kühlkonditionen des ITER-Divertors (ca. $70\text{--}150^\circ\text{C}$, 4 MPa, 12 m s^{-1}), von Druckwasser-Spaltungsreaktoren (ca. 325°C , 15,5 MPa, 20 m s^{-1} sowie völlig neue Ansätze (bspw. 295°C , 15,5 MPa, 20 m s^{-1} sowie $150\text{--}220^\circ\text{C}$, 3,5 MPa, 16 m s^{-1}) diskutiert [19, 20].

Abgesehen vom Divertor werden Materialien und Bauteile auch an diversen Stellen der ersten Wand stark belastet. Es wird erwartet, dass DEMO mindestens 2 GW thermische Leistung erzeugen und eine innere Torusoberfläche von ca. 1200 m^2 besitzen wird [22, 23]. Somit beträgt die durchschnittliche, stationäre Last an der ersten Wand $1,9 \text{ MW m}^{-2}$. Für die spätere Operationsphase von DEMO wird diese sogar mit $2\text{--}5 \text{ MW m}^{-2}$ beziffert [18]. Allgemein führen diese Lasten zu hohen Temperaturen, woraus das Erfordernis einer hohen Warmfestigkeit der verwendeten Materialien hervorgeht. Genau wie der Divertor erfährt auch die erste Wand eine thermo-zyklische Belastung durch die An- und Abschaltung des Plasmas.

Über die genannten Lasten hinaus ist in Fusionsreaktoren mit weiteren, hochfrequenten

transienten Belastungen durch *Disruptionen*, *Edge Localised Modes* (ELMs) und *Vertical Displacement Events* (VDEs) zu rechnen, bei denen das Plasma für kurze Zeit im direkten Kontakt mit den PFCs ist. Details zum Materialverhalten unter transienten Wärmelasten können der Literatur entnommen werden [24–26]. Es sei hier lediglich erwähnt, dass diese Plasmainstabilitäten kurzzeitige Wärmeeinträge von bis zu mehreren GW insbesondere auf den Divertor, in geringerer Höhe jedoch auch auf die erste Wand ausüben können, was u.a. für das Thermoshock-Verhalten der Plasma-zugewandten Materialien relevant ist. Durch die quasi-stationäre und die überlagerte hochfrequente transiente Belastung ergibt sich insgesamt eine komplexe thermo-zyklische Last, die auf Seite des Plasmas auf die PFC wirkt. Auf der Rückseite werden die Bauelemente gleichzeitig gekühlt, sodass ein instationäres Temperaturfeld entsteht, das zu Materialermüdung führen kann. Weitere mechanische Belastungen entstehen durch starke magnetische Felder.

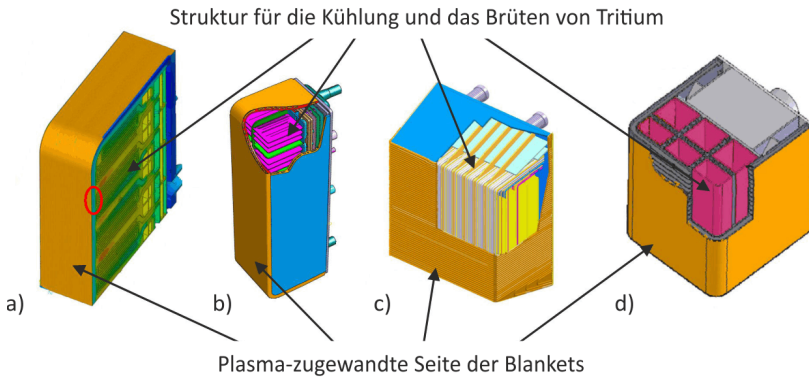


Abbildung 1.5.: Verschiedene vorgeschlagene Modulkonzepte für DEMO. In orange ist jeweils die erste Wand dargestellt, die dem Plasma direkt zugewandt sein wird: a) Helium Cooled Pebble Bed [27], b) Helium Cooled Lithium Lead [28], c) Water Cooled Lithium Lead [29], d) Dual Coolant Lithium Lead [30]. Der beispielhaft rot umkreiste Bereich ist vergrößert in Abbildung 1.6 gezeigt.

Für die konstruktive Realisierung der Blanket-Module, die die genannten Belastungen ertragen können, sind verschiedene Ansätze vorgeschlagen worden [27–30] und in Abbildung 1.5 dargestellt. Bei allen hier gezeigten Optionen ist vorgesehen, mehrere Module nebeneinander zu positionieren. Alle Konzepte vereinen außerdem den Ansatz, die jeweils dargestellte innere Struktur aus schwach aktivierendem Stahl (RAFM-Stahl) zu fertigen und diese an der Plasma-zugewandten Seite durch eine Wolfram-Schicht (orange dargestellt) zu schützen.

Abbildung 1.6 zeigt einen Ausschnitt des Plasma-zugewandten Bereichs der gezeigten Blanket-Module, der in identischer Bauweise in poloidaler und toroidaler Richtung repetitiv an der Oberfläche der Module angeordnet wird. Er ist somit als eine für alle

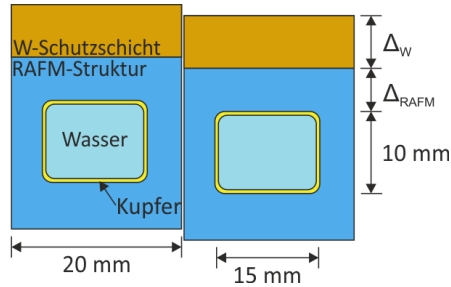


Abbildung 1.6.: Schnittbild zweier nebeneinander platzierter erste Wand-Bauteile nach dem Vorbild durch IGITKHANOV et al. [22]. Die Abbildung zeigt den Plasma-nahen Bereich der Blanket-Module. Die dahinter liegende, erweiterte Stahlstruktur ist nicht dargestellt. Aus mehreren, nebeneinander platzierten Bauteilen der dargestellten Art soll sich der Plasma-nahe Bereich von Blankets zusammensetzen.

Blanket-Konzepte gültige „Einheits-Komponente“ zu betrachten, woraus sich eine kastellierte Oberflächenstruktur der Module ergibt. Die hinter dem dargestellten Ausschnitt liegende Stahlstruktur der Blankets bleibt in der vorliegenden Arbeit unberücksichtigt. Sie ist in allen Modul-Konzepten fusionstechnisch notwendig, weil darin das Brüten von Tritium stattfinden soll, für die hier durchgeführten Untersuchungen jedoch ohne Einfluss. Aufgrund der limitierten thermischen Leitfähigkeit von RAFM-Stählen (vgl. Kapitel 2.1) müssen die Wandstärken Δ_{RAFM} vor den Kühlkanälen, wie in Abbildung 1.6 dargestellt, dünn sein. Sie werden daher voraussichtlich ≤ 2 mm betragen, während die auf der Plasmaseite der Stahlstruktur angebrachte Wolframschutzschicht 2-4 mm stark sein wird [22]. Die Breite der sich zur Seite wiederholenden Einheits-Komponente wird durch die thermisch induzierten Spannungen bestimmt. In der Abbildung beträgt sie nach IGITKHANOV 20 mm [22]. Die Wahl des Kühlmediums, das, wie im Divertor, Wasser oder Helium sein wird, ist bislang offen. Da beide Medien Vorteile bezüglich der Blanket-Kühlung aufweisen, werden derzeit beide Konzepte verfolgt [14, 18]. Obwohl die Entscheidung erheblichen Einfluss auf resultierende Lasten an der ersten Wand hat, wird in der vorliegenden Arbeit lediglich die Wasserkühlung berücksichtigt, weil diese technologisch weiter entwickelt ist als die Heliumkühlung [20]. Über die erste Wand und das Kühlmedium wird die Fusionswärme abtransportiert und mittels einer Turbine und einem Generator elektrifiziert. Für die Effizienz der Wärmeableitung sind vorrangig die Strömungsgeschwindigkeit, die Temperatur, der Druck und die Wärmekapazität des Kühlmediums, sowie der Wärmeübergangskoeffizient der Grenzfläche Blanket-Kühlmedium relevant.

Durch die hohen thermischen Belastungen und die Wahl des Kühlmediums liegt eine große Temperaturdifferenz zwischen der plasmanahen Oberfläche der PFCs und der

Kühlwasser-Seite vor, weshalb Konstruktionswerkstoffe für PFCs zu verwenden sind, die in einem weiten Temperaturfeld agieren können. Neben den genannten RAFM-Stählen werden diverse andere Materialien mit akzeptablen Aktivierungsniveaus, bspw. Vanadium-Legierungen und SiC-Komposite, untersucht. RAFM-Stähle sind jedoch weiter entwickelt, weshalb voraussichtlich sie in DEMO als Wärmesenke und Strukturmaterial der ersten Wand dienen werden [31]. In ITER wird die Kupferbasislegierung CuCrZr als Wärmesenke verwendet [32]. Aufgrund der niedrigen oberen Temperaturgrenze ($T_{\text{liq}}=1080^{\circ}\text{C}$) und der hohen thermischen Lasten in DEMO, ist diese für die erste Wand von DEMO jedoch ungeeignet. Als dem Plasma zugewandte Materialien sind in der Vergangenheit neben Wolfram Kohlefaser-Verbundwerkstoffe und Beryllium vorgeschlagen worden. Beide weisen jedoch einen geringeren Widerstand gegen Plasma-basierte Erosion auf [13, 33, 34]. Außerdem nehmen insbesondere die übrigen günstigen Eigenschaften von Kohlefaser-Verbundwerkstoffen unter Neutronenbestrahlung stark ab [35]. Die PFCs von DEMO werden daher auf der Plasma-zugewandten Seite vollständig aus Wolframbasis-Materialien bestehen. Für erste Wand-Komponenten wird dadurch eine Lebensdauer von 5 fpy angestrebt.

1.3.2. Fügen von Wolfram und RAFM-Stählen

Für einen effizienten Reaktorbetrieb sind möglichst lange Betriebsdauern der verbauten Komponenten erstrebenswert. Jedoch treten neben erosionsbedingten Oberflächenschädigungen strahlungsbedingte Volumenschäden sowie thermo-mechanische Belastungen auf, die allesamt zu einem frühzeitigen Versagen der PFCs führen können. Insbesondere ist der zuletzt genannte Belastungsfall relevant für thermisch belastete, stoffschlüssige Fügungen unterschiedlicher Materialien, weil sich hier Materialeigenschaften wie thermische Leitfähigkeit, thermische Ausdehnung und E-Modul unstetig ändern. Diverse Fügeverfahren sind in den vergangenen Jahren für das System Wolfram-Stahl untersucht worden, deren Übersicht im Folgenden dargestellt werden soll.

In den meisten Fällen wird ein ca. 3 mm starkes W-Vollmaterial mit einem Struktur-Vollmaterial (Cu-Basis-Legierung oder RAFM-Stahl) gefügt. Als Kriterien für die Qualität der stoffschlüssigen Fügung gelten allgemein

- eine kontinuierlich ausgeprägte Fügezone ohne Hohlräume und Risse, sowie
- die Existenz vollständiger Löslichkeit aneinander angrenzender Materialien,

sodass letztlich die thermische Leitfähigkeit über die Fügezone hinweg und ihre Festigkeit ausreichend hoch sind. Das Fügen von Wolfram und RAFM-Stählen kann ohne Zwischenschichten (durch bspw. Diffusionsschweißen, Heißisostatisches Pressen (HIP) und Spark Plasma Sintering (SPS)) oder mit Zwischenschichten (durch Diffusionsschweißen, HIP

und Löten) geschehen. Falls Zwischenschichten verwendet werden, sind als zusätzliche Qualitätskriterien relevant [36]

- ein angepasster thermischer Ausdehnungskoeffizient der Zwischenschicht,
- eine höhere thermische Leitfähigkeit als der Strukturwerkstoff,
- eine geringe Aktivierung unter Bestrahlung und
- ein hoher Widerstand gegen Strahlungsschäden.

Bislang ist kein Material entwickelt worden, das alle Anforderungen erfüllt, weshalb Fügungen mit Zwischenschichten diverser Materialien wie Ti, Ni, Nb, Cu, V, Cr sowie Legierungen und Laminaten dieser Elemente durchgeführt wurden, die jeweils von diversen Vor- und Nachteilen begleitet werden. Verwendet wurden dafür insbesondere die Herstellungsmethoden Heißpressen (Diffusionsschweißen, HIP und in geringem Umfang SPS) und Löten.

Heißpressen

Das Diffusionsschweißen unter uniaxialem Pressdruck wurde beispielsweise in direkter Anbindung von Wolfram und Eurofer97 durch BASUKI et al. bei einer Schweißtemperatur von 1050°C und -zeiten von 1-4 h in einer Vakuumheißpresse bei 60 MPa uniaxialem Druck ausgeführt [37]. Während die zu fügenden Teile eine durchgehende Anbindung aneinander zeigten, sind in detaillierten Gefügeaufnahmen Risse und die Bildung intermetallischer Fe_xW_y -Ausscheidungen an der Grenzfläche zu erkennen. Auch bei Optimierung der Prozessparameter führt eine direkte Fügung von Wolfram ($\alpha_{\text{W}} \approx 4,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) und RAFM-Stählen ($\alpha_{\text{RAFM}} \approx 12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) unweigerlich zu großen, thermisch induzierten Spannungen bei der Herstellung. In diversen Arbeiten sind daher 20 μm starke Vanadiumfolien ($\alpha_{\text{V}} \approx 8,4 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) als Zwischenschichten eingefügt worden, um den Sprung thermischer Dehnung zu reduzieren und das Diffusionsschweißen bei Temperaturen um 700°C ausführen zu können [36, 38–41]. Zwar weisen Vanadium und Wolfram vollständige Löslichkeit in einander auf [42] und die Fügungen zeigen gute Eigenschaften nach der Herstellung, problematisch ist bei dieser Materialkombination jedoch die Bildung der σ -Phase FeV , die NOTO et al. nach einem Altern bei 700°C für 100 bis 1000 h beobachtet haben [36]. Sie haben die Kombination daher um eine Ti-Schicht ergänzt. Titan weist einen ähnlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten auf wie Vanadium ($\alpha_{\text{Ti}} \approx 8,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) und stellt eine günstige Diffusionsbarriere zwischen dem RAFM-Substrat und der V-Folie dar. Nach dem o.g. Altern wurde keine σ -Phase nachgewiesen, wodurch eine Abnahme der Biegefestigkeit verhindert werden konnte. ZHONG et al. sowie ZOU et al. haben ebenfalls Fügungen mit Titan-Zwischenschichten durch Diffusionsschweißen hergestellt. Dafür

verwendeten sie Temperaturen von 800 bis 1000°C und Drücke von 10 bzw. 15 MPa [43, 44]. Im Anschluss wurde zwar die günstige Bildung des W-stabilisierten, krz und duktilen β -Ti beobachtet, jedoch auch die Bildung von spröden Fe_2Ti - und FeTi -Ausscheidungen, die in den vorausgehend genannten Arbeiten unentdeckt blieben.

Da weder Vanadium noch Titan eine geeignete Fügezone zum Stahlsubstrat ausbilden, haben LIU et al. einen alternativen Ansatz verwendet. Obwohl die Verwendung von Nickel aufgrund seiner starken Aktivierung in DEMO nicht gestattet ist, wurde eine 100 μm starke Folie ($\alpha_{\text{Ni}} \approx 13,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) im Schichtsystem W-V-Ni-Stahl implementiert [45]. Aufgrund einer gerichteten Leerstellendiffusion kommt es jedoch zur Bildung von Kirkendall-Poren an der Grenzfläche V-Ni während des Schweißens bei 1050°C für 1 h. Des Weiteren wurden die spröden, intermetallischen Phasen Ni_3V , Ni_2V und NiV_3 sowie Risse nachgewiesen. Bei Ansätzen, bei denen lediglich Wolfram, Nickel und das Substrat bei 850-980°C gefügt wurden [46], bildeten sich die intermetallischen Phasen NiW und Ni_2W aus. CAI et al. haben darüber hinaus eine Diffusionsschweißung der Materialkombination W-V-Cu-0,01C17CrFe bei 1050°C und 10 MPa für 1 h hergestellt [47]. Die Fügezone ist frei von spröden Phasen und weist eine Zugfestigkeit von bis zu 400 MPa auf. Generell zeigen Kupfer-basierte Fügungen jedoch ein frühzeitiges Versagen bei thermozyklischer Belastung. Die großen Sprünge der thermischen Ausdehnungskoeffizienten ($\alpha_{\text{Cu}} \approx 16,5 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) werden nach dem Diffusionsschweißen durch die hohe Plastizität des Kupfers kompensiert. Nach wenigen thermischen Zyklen verfestigt die Kupferschicht jedoch und es kommt zur Delamination des Verbundes. Bei Neutronenbestrahlung schwillt reines Kupfer darüber hinaus stark unter Porenbildung an, sodass mit einer Reduzierung der Festigkeit und thermischen Leitfähigkeit gerechnet werden muss.

Abschließend ist noch der Versuch zu nennen, Niob aufgrund seines passenden thermischen Ausdehnungskoeffizienten ($\alpha_{\text{Nb}} \approx 7,9 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) als alleinige Schicht zwischen Wolfram und einem RAFM-Stahlsubstrat zu verwenden. Durch das Schweißen bei 1050°C und anschließendes Glühen bei 760°C entstehen jedoch Niob-Karbide [48]. Niob wird darüber hinaus stark durch Neutronen aktiviert.

Neben dem Diffusionsschweißen wird in diversen Arbeiten HIP zum Fügen von Wolfram- und RAFM-Bauteilen durchgeführt. Durch den isostatischen Druck wird eine bessere Ausbildung der Fügezonen erwartet, jedoch erfordert das Verfahren ein aufwändiges Verschießen der Bauteile in einer Metallkapsel vor dem Pressen. Während sich JUNG et al. und WANG et al. auf das Fügen durch HIP mit einer Zwischenschicht aus Titan konzentrierten, untersuchte PARK darüber hinaus weitere Materialien. In allen durchgeführten Arbeiten fand das HIP bei 900 bis 930°C und 100 MPa für 1,5-2 h statt, gefolgt von einer prozessintegrierten Wärmebehandlung bei 750°C, 2 h und 70 MPa [49–51]. Alle Grenzflächen wiesen eine homogene, poren- und rissfreie Anbindung auf. Wie schon für

das Diffusionsschweißen mit Ti-Zwischenschichten werden auch bei der Herstellung durch HIP die Fe- und Cr-induzierte Stabilisierung von β -Ti, jedoch auch die Bildung der intermetallischen Phasen FeTi und Fe_2Ti , teilweise auch $\text{Fe}_2\text{Ti}_4\text{O}$, $\text{Fe}_2\text{Ti}+\text{Cr}_2\text{Ti}$, und die Cr-reiche σ -Phase, beobachtet [49, 51]. Die Diffusion von Cr und C in die Ti-Schicht wird außerdem als mögliche Ursache für ein vollständig ferritisches (entfestigtes) Stahlgefüge nahe der Fügezone genannt [49]. Scherfestigkeiten werden mit ca. 115 MPa [50] und ca. 135 MPa [51] beziffert. Die Ergänzung des Materialsystems um eine 2 μm starke Cr-Schicht zwischen dem Wolframstück und der Titanfolie führt zu einem Versagen der Scherprüflinge an der W-Cr-Grenze und der Verringerung der Scherfestigkeit von 115 MPa auf 80 MPa [50].

Vereinzelte wurde über die etablierten Methoden des Diffusionsschweißens und HIP hinaus SPS zum Fügen von Wolfram und RAFM-Stahl durchgeführt. KRUSZEWSKI et al. verwendeten hierfür eine 100 μm starke Fe-Zwischenfolie und führen das Fügen bei 700°C für 0,5 h aus [52]. Ein Pressdruck wird nicht genannt, jedoch kann durch die allgemeine Verwendung von Graphit-Matrizen beim SPS angenommen werden, dass dieser auf 60-100 MPa limitiert war. Die Fügung nach Herstellung zeigte vereinzelt Poren, wies jedoch keine intermetallischen Phasen auf.

Löten

Über das Schweißen hinaus wurden diverse Arbeiten durchgeführt, bei denen ein Wolfram- und ein Stahlstück durch Löten verbunden wurden. Beim Löten wird eine niedrig schmelzende metallische Legierung zwischen die zu fügenden Teile gegeben und der Materialkomplex auf Temperaturen oberhalb der Lot-Solidustemperatur aufgeheizt. Während das Lot flüssig ist, Grundmaterialien jedoch fest bleiben, werden an den Grenzflächen neue Phasen gebildet. Generell stellt das Löten für die Fusionstechnologie eine Herausforderung dar, weil die meisten hochtemperaturbeständigen Lote Silber- und Kupfer-Basislegierungen sind. Silber neigt zu Aktivierung unter Neutronenbestrahlung und Bildung langlebiger Radionuklide, während Cu zu Porenbildung neigt und folglich schwillt. CHEHTOV et al., KALIN et al. und MA et al. haben als Alternative zu Ag-Basisloten Ni-Basislote verwendet [53–55], die grundsätzlich ebenfalls nicht gut für Neutronen-belastete Anwendungen geeignet sind, jedoch etwas stabiler sind als Silber. Der Schmelzpunkt von reinem Nickel beträgt 1455°C und wird durch die Zugabe von 15-20 % Cr, 7,5-10 % Si und <1,5 % B auf < 1150°C reduziert [55]. Das Löten wurde im Vakuumofen bei 1150-1180°C für 12 und 30 Minuten ausgeführt. Aufgrund des hierbei teilweise rekristallisierenden Stahlgefüges schlossen CHEHTOV et al. Wärmebehandlungsschritte bei 980°C für 30 min sowie bei 730°C für 4 h an. Alle gelöteten Fügungen zeigten in Querschliffen unerwünschte Charakteristika wie intermetallische Phasen [53], Risse [53, 54] und Boride [55].

KALIN et al. haben in einem weiteren, aufwändigeren Ansatz ein geschichtetes Materialsystem der Reihenfolge W-Ti Lot-Ta Folie- Fe Lot-Stahl bei 1150°C für 20-60 min verbunden [56]. Während die Wolfram-seitige Fügung homogen ist und keine spröden Phasen aufweist, wurde an der Stahlseite ein komplexes Phasengemisch mit unbekannten Eigenschaften dokumentiert. Die als Spannung-reduzierend vorgesehene Ta-Schicht wurde beidseitig durch verwendeten Lote angelöst, was zu Porenbildung führte [56].

Thermisches Spritzen

Als Alternative zum Fügen von Vollmaterialien aus Wolfram und RAFM-Stahl stellt sich die Methode des thermischen Spritzens eines der beiden Bestandteile auf ein Substrat des jeweils anderen dar. Dabei wurde das Spritzen von Stahl auf Wolfram in der Literatur in geringerem Umfang untersucht, weil die Haftung der Schichten unzureichend ist. Als Gründe hierfür sind zu vermuten, dass ein Wolframsubstrat nur schlecht aufzurauen ist, wodurch die mechanische Verklammerung der Stahlschicht nicht ausreicht, sowie der große Unterschied thermischer Kontraktion von heißen Stahltropfen und dem Wolfram-substrat. Das Spritzen von Wolfram auf Stahlsubstrate hingegen ist in großem Umfang untersucht worden. GREUNER et al. haben Wolfram durch Vakuum Plasmaspritzen (VPS) auf verschiedene wassergekühlte RAFM-Stahlsubstrate aufgebracht [57]. Über die Bildung intermetallischer Ausscheidungen wurde nicht berichtet und eine Delamination der gespritzten Schichten nach der Herstellung fand nicht statt, jedoch lag die Porosität der abgeschiedenen Schichten bei 20 Vol.-%. Diese hohe Porosität ist insbesondere dann inakzeptabel, wenn die gespritzte Schicht als dem Plasma direkt zugewandte Schutzschicht fungieren soll, wie hier der Fall, weil die thermische Leitfähigkeit beeinflusst wird und Gase im Reaktorbetrieb zurück gehalten werden. TOKUNAGA et al. und YAHIRO et al. haben den VPS-Prozess soweit optimiert, dass die Porosität auf 9 bzw. 0,6 Vol.-% reduziert werden konnte, jedoch zeigten sich hier Anbindefehler zum Substrat, was zur frühzeitigen Delamination unter thermischer Belastung führen kann [58, 59]. THOMAS et al. haben daher versucht, die Haftung einer gespritzten Wolframschicht zu erhöhen, indem sie das Stahlsubstrat mittels eines Lasers strukturiert haben [60]. Nur in einer Teilmenge der homogenen Schichten mit 20 Vol.-% Porosität zeigte sich hierdurch ein Unterbinden der Delamination, was außerdem mit der beobachteten und unerwünschten Einleitung von Rissen an der spitzen Oberflächenstruktur des Stahlsubstrats begründet wird [60]. TOKUNAGA et al. haben die Eignung der von ihnen hergestellten Verbunde unter thermisch zyklischer Oberflächenbelastung von 6 MW m^{-2} für jeweils 20 s bei simultaner Kühlung des Substrats untersucht. Nach 16 Zyklen wurden Oberflächenveränderungen der gespritzten Schicht und Risse, die bis zum Substrat vordringen, beobachtet [58]. YAHIRO et al. haben darüber hinaus Thermoshock-Tests bei ähnlichem Versuchsaufbau wie TOKUNAGA et al. mit 190 bis 560 MW m^{-2} Leistungsdichte für 5 ms durchgeführt.

Getestet wurden sowohl W-Schichten, die mittels Vakuumplasmaspritzen (VPS) als auch Atmosphärischem Plasmaspritzen (APS) auf RAFM-Stahl abgeschieden wurden. Alle Proben zeigen oberhalb einer Belastung von 190 MW m^{-2} das Ausbilden von Rissen und oberhalb von 380 MW m^{-2} aufgeschmolzene Bereiche. Allgemein waren die VPS-Schichten etwas resistenter gegen Thermoshock als APS-Schichten [58].

Anhand der geschilderten Ansätze wird offensichtlich, dass komplexe Materialverbünde zum Fügen von Wolfram- und RAFM-Bauteilen nicht erfolgreich waren. Es ist daher kritisch zu untersuchen, ob diese tatsächlich zielführend sind, oder ob die alleinige Verwendung von RAFM-Stahl und Wolfram in einer speziellen Anordnung, dem FGM, sinnvoller ist.

1.3.3. Funktional Gradierte Materialien (FGMs)

Der Begriff „Funktional Gradierte Materialien“ (FGMs) ist erstmals im Jahr 1984 durch japanische Wissenschaftler im Kontext thermischer Schutzschilde mit angepasstem thermischen Ausdehnungskoeffizienten für die Raumfahrt vorgeschlagen worden [61]. Materialwissenschaftlich allgemein charakterisiert ein FGM die monotone, räumliche Abstufung der chemischen Zusammensetzung, der Kristallstruktur, der Mikrostruktur oder einer Kombination dieser [62, 63]. Vor technologischem Hintergrund werden Funktional Gradierte Materialien spezieller als Komposite aus zumeist zwei Konstituenten bezeichnet, deren Volumenanteile monoton über der Schichtdicke des Komposits gradiert sind [61, 64].

Gewöhnlicherweise bestehen Komposite aus einer Matrix, in der ein zweites Material geringeren Anteils homogen verteilt vorliegt. Durch die Kombination werden makroskopische Eigenschaften erlangt, die durch eine getrennte Betrachtung der Konstituenten nicht möglich wären und wodurch der Verbund für eine bestimmte Anwendung optimiert wird [1]. Im speziellen Fall von FGMs ergänzen sich beide Konstituenten inhomogen, um bestimmte, *ortsabhängige* Eigenschaften zu erlangen. Das Konzept ist generell anwendbar auf Metalle, Keramiken und organische Materialien. Bekannte Beispiele, die bereits älter sind als der Begriff des FGMs selbst, zeigen sich im Randschichthärten von Stahl oder dem Fügen von Glas- und Metallstrukturen durch gradierte Schichten [65]. Seit den frühen 1990er Jahren wird die Verwendung von FGMs auch für die Fusionstechnik diskutiert. Bspw. hat GASIK, basierend auf einfachen, analytischen Interpolationsmodellen der Materialeigenschaften eine grundlegende Studie für die Implementierung von gradierten Cu/W-Schichten in den oberen Divertorplatten von ITER durchgeführt [66] und UEDA das Modell um plastische, temperaturabhängige Materialeigenschaften erweitert [67]. Ein elasto-plastisches und viskoplastisches FE Modell für FGM-gefügte Wolfram-Stahl-Komponenten am Beispiel einer Helium-gekühlten Divertor-Komponente wurde bspw. durch WEBER et al. vorgestellt [68]. Unter der Berücksichtigung von Schichtdicke und

-orientierung sowie verschiedener analytisch interpolierter Gradierungsfunktionen wurden Spannungen und Dehnungen bei thermischer Belastung berechnet, die für eine anschließende kriech- und ermüdungsbasierte Lebensdaueranalyse der Komponenten verwendet wurden.

Es konnte mit den vorausgehend genannten Simulationen gezeigt werden, dass durch die Implementierung von FGMs in der Fügezone artfremder Werkstoffe bei thermischer Belastung eine Reduzierung plastischer Dehnungen erreicht werden kann. Diese führt bei thermo-zyklischer Beanspruchung allgemein zu einem frühzeitigen Versagen eines Verbundes, was folglich durch die Implementierung eines FGM (unter Annahme idealer, kontinuierlicher Materialeigenschaften) hinausgezögert werden kann [68].

Im Hinblick auf die Gültigkeit der Modelle sind durch die Fertigung von FGMs diverse Kriterien zu erfüllen. Die Herstellungsmethode muss

- eine ausreichende Schichtdicke
- eine feine Abstufung der Konstituenten
- die Unterdrückung von Oxidation
- die Vermeidung von Bildung unerwünschter Phasen und
- eine großtechnische Umsetzung

ermöglichen. Im Folgenden werden verschiedene Herstellungsmethoden beschrieben, die unter diesen Anforderungen denkbar erscheinen.

Häufig werden Metal Matrix Composites (MMC) durch **druckloses Sintern** aus Pulvern der jeweils vorgesehenen Konstituenten gefertigt. Dieser diffusionsgetriebene Prozess funktioniert jedoch nur bei Materialien ähnlicher Solidustemperaturen. Für die Herstellung von (gradierten) Kompositen aus Wolfram ($T_{\text{sol,W}} \approx 3400^\circ\text{C}$) und RAFM-Stählen ($T_{\text{sol,RAFM}} \approx 1500^\circ\text{C}$) wäre die Diffusion von Wolfram unterhalb der Solidustemperatur von Stahl für eine vollständige Verdichtung zu langsam. Das **Laser Sintering** (auch bezeichnet als Laser Casting, 3D Cladding, Laser Cladding oder Laser Metal Deposition) versucht diese Komplikation zu umgehen, indem kleine Bereiche eines Substrats stark und schnell erhitzt werden. Durch den lokalen Wärmeeintrag schmelzen eine geringe Menge Substrat und darauf gesprühtes Pulver partiell auf und kühlen schnell wieder ab, sodass oberhalb der Solidustemperatur zwar eine Verdichtung stattfindet, die Bildung von Fremdphasen jedoch minimiert wird. Das Verfahren wurde bspw. für Cu/W-FGMs von PINTSUK et al. vorgestellt [69].

Die Herstellung von RAFM/W-FGMs wurde bereits erfolgreich durch das s.g. **Resistance Sintering under Ultra High Pressure** (RSUHP) durchgeführt [39, 70]. Die Widerstandsheizung und der hohe isostatische Druck (bis zu 9 GPa) des Verfahrens

haben eine vollständige Gradierung der Komposite bei vergleichsweise geringen Kosten ermöglicht, jedoch sind vereinzelt Risse an den Grenzflächen W-RAFM-Stahl zu finden. Eine großtechnische Herstellung von Kompositen mit diesem Verfahren ist außerdem nicht möglich [39, 70].

Explosivverdichten von Wolfram- und RAFM-Pulvern wurde für 0-60 Vol.-% W angewendet, jedoch wurden in den Kompositen diverse unerwünschte Charakteristika wie ein inhomogenes Gefüge mit Poren und intermetallischer Ausscheidungen dokumentiert [71]. Das Verfahren ist darüber hinaus aufwändig in der Anwendung, was eine großtechnische Umsetzung erschwert.

Vergleichsweise einfach ist demgegenüber die Herstellung eines gradierten Komposits durch **Flüssigphaseninfiltration**. ITO et al., ZOU et al. und JEDAMZIK et al. haben dazu ein offenporiges Wolframgerüst entweder durch Sintern [72, 73] oder durch elektrochemische Bearbeitung [74] realisiert und dieses anschließend mit Kupfer infiltriert. Das Verfahren funktioniert gut, sofern die Infiltration im Vakuumofen durchgeführt und eine Bildung intermetallischer Phasen (wie im System Cu-W) unterbunden wird.

Des Weiteren können Fe/W-FGMs durch **Elektrodeposition** hergestellt werden, indem Potential- und Spannungsdichte variiert werden und somit variable Mengen der jeweiligen Anoden-Metalle an der Kathode abgeschieden werden [75, 76]. Eine vollständige Gradierung konnte hierdurch jedoch noch nicht realisiert werden. Lediglich eine Variation von 23-30 at.-% W wurde erreicht.

Mittels **Magnetron Sputtering** (Physical Vapor Deposition (PVD)) konnten darüber hinaus gradierte Fe/W-Schichten mit einem Wolframanteil von 33-87 Vol.-% hergestellt werden. Das Verfahren ist technisch etabliert, jedoch konnten bislang nur dünne Schichten im Bereich weniger μm Stärke hergestellt werden [39].

Abschließend ist noch das in Kapitel 1.3.2 genannte **Plasmaspritzen** zu nennen, mit dem neben dem Aufbringen sehr dicker Wolframschichten, die als Plasma-zugewandtes Material vorgesehen waren, auch etwas dünnere, gradierte RAFM/W-Schichten hergestellt werden können. Bspw. haben vor diesem Hintergrund ZHOU et al. das Atmosphärisches Plasmaspritzen (APS) [77] sowie WEBER et al. und PINTSUK et al. das VPS untersucht [39, 78]. Während das VPS vielversprechende Ergebnisse zeigt, stellen beim gewöhnlichen APS hohe Sauerstoffgehalte von bis zu 1 % Schwachstellen hinsichtlich der mechanischen und thermo-physikalischen Eigenschaften der Komposite dar [77].

1.4. Versagen einer PFC-Fügung und Folgerungen für notwendige Entwicklungen

In den vorausgehenden Teilkapiteln sind die Schwierigkeit hoher (thermischer) Belastungen von PFCs genannt worden, sowie eine darauf basierende Konstruktion des Plasma-zugewandten Bereichs von Blanket-Modulen. Es sind weiterhin verschiedene Konzepte dargestellt worden, durch die die RAFM-Stahlstruktur mit der Wolfram-Schutzschicht zur genannten Konstruktion gefügt werden soll. Dies kann entweder durch das Aufspritzen von Wolfram auf ein Substrat geschehen oder durch das Fügen von Vollmaterialien. Das Spritzen von Wolfram auf ein Substrat erweist sich als schwierig, weil dadurch herstellungsbedingte Schwachstellen in der ohnehin höchstbelasteten W-Schutzschicht auftreten. KALIN et al. und BROSSA et al. haben gezeigt, dass Risse in PFCs ohnehin generell in der spröden Wolframseite des Verbundes initiiert werden [54, 79], weshalb die W-Schutzschicht nicht zusätzlich durch herstellungsbedingte Fehlstellen geschwächt werden sollte. Es ist daher das Fügen von Vollmaterialien vorzuziehen, das jedoch nicht durch einen direkten Verbund möglich ist, sondern einer Spannungen relaxierenden Zwischenschicht bedarf. Diese kann wiederum entweder eine homogene Folie, ein Lot oder ein Funktional gradiertes Material (FGM) sein. Bislang ist noch keine Methode dahingehend erfolgreich gewesen, den RAFM-W-Verbund gegen thermo-zyklische Belastung beständig zu fügen. Neben thermodynamischen Ursachen sind unterschiedliche Versagensmechanismen der Fügung hierfür verantwortlich, die im Folgenden erklärt werden.

Grundsätzlich können zwei Extremfälle voneinander unterschieden werden [80]:

Zunächst kann durch starke thermische Lasten ein abruptes Versagen der Fügung auftreten, bei dem sich die Wolfram-Schutzschicht partiell oder vollständig vom Stahlsubstrat ablöst. Dies findet insbesondere bei einer Fügung ohne Anpassung der thermischen Dehnungen (z.B. der direkten RAFM-W-Fügung) statt und bei Fügungen, die das Ausbreiten eines Rissnetzwerkes gestatten, ohne dabei Energie zu dissipieren (z.B. bei Existenz von spröde versagenden Ausscheidungen, intrinsischen Rissen, Poren oder Bindefehlern). Die Wolfram-Schutzschicht delaminiert dann spontan vollständig oder partiell und schmilzt bei der folgenden Belastung auf.

Dem spontanen Versagen steht das thermo-zyklisch induzierte Ermüdungsversagen (engl. Low Cycle Fatigue (LCF)) gegenüber, das vorwiegend bei plastisch deformierbaren Füge-zonen auftritt, z.B. bei Verwendung einer Cu- oder idealen FGM-Zwischenschicht. An einer Schwachstelle des RAFM-W-Verbundes, bspw. vor einem Bindefehler, einem Riss oder einer Pore, tritt verstärkt plastische Dehnung auf, die zunächst zu Verfestigung und mit weiteren Lastzyklen zu Risseinleitung bzw. -fortsetzung führt bis die Fügung vollständig aufgetrennt ist. Je größer die plastische Verformung ist, desto früher setzt das zyklisch induzierte Versagen ein.

Eine realistische Betrachtung des Problems vereinigt beide Extrema, wonach zunächst ein langsam fortschreitendes Risswachstum stattfindet, bis ab einem unbestimmten Punkt die übrige Verbindungsfläche zwischen Wolframschicht und Stahlsubstrat nicht mehr ausreicht, um die Energie einer thermischen Last von der Schutzschicht weg zu transportieren. Letztere überhitzt in der Folge so stark, dass die thermisch induzierten Spannungen an der Fügezone die temperaturbedingt herabgesetzte Festigkeit der Fügung überschreitet, was zum spontanen Versagen der Fügung führt [80].

Die Übersicht über den Forschungsstand des Fügens von RAFM-Stahlsubstraten mit Wolfram-Schutzschichten zeigt, dass verschiedene Ansätze für das Fügen existieren. Es ist in der Vergangenheit jedoch keine Methode, die allen fusionstechnischen Anforderungen nachkommt und die Belastungen von PFCs toleriert, erfolgreich durchgeführt worden. Unter Berücksichtigung der beschriebenen Versagensmechanismen ist es daher weiterhin notwendig, eine Zwischenschicht für die RAFM-W-Fügung zu entwickeln, die sowohl spontanes Versagen, als auch Ermüdungsversagen der Fügung unterbindet. Insbesondere sind außerdem die genauen Eigenschaften von Zwischenschichten zu untersuchen, denn lediglich bei Kenntnis dieser kann der spezielle Versagensmechanismus verstanden und die Fügung weiterentwickelt werden.

1.5. Ziel und Weg

Diese Arbeit widmet sich im weiteren Kontext der Notwendigkeit, Wolfram- und RAFM-Vollmaterialien für die erste Wand des Fusionsreaktors DEMO zu fügen. Das explizite Ziel ist eine Charakterisierung funktional gradierter Fe/W-Materialien, welche durch verschiedene Verfahren hergestellt wurden und als Zwischenschicht in der RAFM-W-Fügung dienen können. Die Ergebnisse der Charakterisierung dienen einer Evaluierung der jeweiligen Herstellungsverfahren und sollen zukünftigen Arbeiten eine Grundlage für das Verständnis der Funktionsmechanismen und Grenzen von FGMs darstellen.

Dafür wird zunächst ein numerisches Modell erstellt, das die thermo-mechanischen Spannungen und Dehnungen eines RAFM-FGM-W-Verbundes für die erste Wand des Fusionsreaktors DEMO anhand einer Einheits-Komponente untersucht. Hierbei werden insbesondere die folgenden Aspekte berücksichtigt:

- Welche Interpolationsmodelle sind für die Zuweisung von FGM-Eigenschaften sinnvoll?
- Welche Spannungen und Dehnungen treten nach dem Fügen der Einheits-Komponente auf?

- Welche Spannungen und Dehnungen treten während des Reaktorbetriebs unter charakteristischen Belastungen auf die ersten Wand auf?
- Welche geometrischen Dimensionen sind für eine Komponente der ersten Wand und das FGM geeignet?

Im experimentellen Teil der vorliegenden Arbeit werden vier Methoden, namentlich

- das Magnetron Sputtering
- das Infiltrieren von porösem Wolfram mit flüssigem Eisen
- das Atmosphärische Plasmaspritzen mit geschütztem Substrat (APS) und
- das Electro Discharge Sintering (EDS)

zur Herstellung von FGMs durchgeführt. Für das Magnetron Sputtering erfolgt eine mikrostrukturelle Charakterisierung anhand eines dreischichtigen FGMs. Die Infiltration wird anhand des Gefüges eines homogenen, 70 Vol.-% Wolfram-haltigen Komposit bewertet. Auf der Charakterisierung der APS- und EDS-FGMs liegt ein Schwerpunkt. Diese erfolgt auf Grundlage mikrostruktureller, thermo-physikalischer sowie mechanischer Eigenschaften anhand einzelner homogener Komposite (Teilschichten der FGMs), um somit das Verhalten des jeweiligen gesamten FGMs besser zu verstehen. Mit den Ergebnissen der EDS-Komposite wird abschließend das FE Modell erneut berechnet. Parameter zum Fügen der gradierten Schichten zu einer vollständigen Komponente mittels uniaxialen Heißpressens (Diffusionsschweißen) werden im Anhang dieser Arbeit betrachtet.

Neben dem Einleitungskapitel, in dem die Idee der Kernfusion und der Stand der Forschung zum Fügen von PFCs geschildert wurde, ist die vorliegende Arbeit wie folgt untergliedert.

Im zweiten Kapitel „Grundlagen der Materialien und Herstellungsmethoden“ werden allgemeine materialwissenschaftliche und produktionstechnische Grundlagen beschrieben, die für das Verständnis der Schicht-Herstellung und -Untersuchung in dieser Arbeit erforderlich sind. Im dritten Kapitel „FE Modellierung der ersten Wand mit gradierten Schichten“ werden aus der Literatur bekannte mathematische Modelle zur Berechnung von thermo-physikalischen und mechanischen Komposit-Eigenschaften eingeführt und auf das gradierte RAFM/W-System angewendet. Auf Grundlage eines Vergleichs werden geeignete Modelle für die Implementierung in die FE Simulation ausgewählt. Das vierte Kapitel „Schichtherstellung und Charakterisierung“ beschreibt das explizite Vorgehen bei der Ausführung eines jeweiligen Verfahrens. Im fünften Kapitel „Ergebnisse und Diskussion“ werden zunächst die Ergebnisse der auf Kapitel 3 basierenden FE Simulation einer Einheits-Komponente für die erste Wand behandelt, gefolgt von Ergebnissen der

in Kapitel 4 beschriebenen Herstellung und Untersuchung homogener Komposite und gradierter Schichten. Es folgt eine „Abschließende Gesamtdiskussion“ unter Berücksichtigung aller Ergebnisse und dem Kontext, in dem die vorliegende Arbeit angefertigt wurde. Zuletzt wird eine kurze Zusammenfassung und ein Ausblick auf zukünftige Tätigkeiten auf dem Feld der RAFM-W-Fügung gegeben.

2. Grundlagen der Materialien und Herstellungsmethoden

2.1. Untersuchtes Materialsystem

Wie in der Einleitung geschildert, werden Blanket-Module von DEMO aus einem RAFM-Stahls substrat und einer darauf aufgetragenen Wolfram-Schutzschicht bestehen. Die Materialien sollen im Folgenden eingeordnet und relevante Eigenschaften dargestellt werden.

2.1.1. Reduced Activation Ferritic Martensitic (RAFM)-Stähle

Ähnlich wie bei Spaltungsreaktoren unterliegt die Wahl der Neutronen-belasteten Strukturwerkstoffe eines Fusionskraftwerks besonderen Anforderungen. Normalerweise werden Eigenschaften von Stählen durch Legierungselemente und spezielle Wärmebehandlungen generiert. Aufgrund der Aktivierung durch die 14 MeV-Neutronen dürfen für Stähle, die im Reaktorgefäß eines Fusionskraftwerks verwendet werden, jedoch nur ausgewählte Legierungselemente genutzt werden. Als Regel für die Selektion gilt ein Absinken der Strahlendosis der Bauteile (und somit der verwendeten Elemente) unter 2 mS h^{-1} innerhalb von 100 Jahren. Abbildung 2.1 zeigt die berechnete Strahlendosis für verschiedene Legierungselemente über der Zeit, ausgehend von einer Bestrahlung mit einem typischen, fusionsrelevanten Neutronenspektrum an der ersten Wand [81]. Gängige Legierungselemente in teils hohen Konzentrationen wie Ni, Mo, Nb oder Co sind demnach in Stählen für Fusionskraftwerke nicht gestattet. WIFFEN und SANTORO haben in einer umfangreichen Studie gezeigt, dass beispielsweise bei einer PFC-Belastung von 9 MW m^{-2} lediglich $<2 \text{ At.-% Ni}$, $<0,36 \text{ At.-% Mo}$, $<0,36 \text{ At.-% N}$, $<0,25 \text{ At.-% Cu}$ und $<0,36 \text{ ppm Nb}$ im Stahl enthalten sein dürfen [82]. Die Warmfestigkeit-steigernde Wirkung von Mo durch Mischkristallhärtung oder Bildung von Sonderkarbiden [83] kann jedoch beispielsweise durch W, Ta, Ti und V substituiert werden [82]. Neben dem bewussten Verzicht der genannten, stark aktivierenden Legierungselemente sind diese auch in geringen Verunreinigungsmengen bei der Stahlerzeugung konsequent zu vermeiden, weshalb die Produktion von Reaktorstählen kostenintensiv ist.

Auf Grundlage der zulässigen Legierungselemente sind Stähle entwickelt worden, die

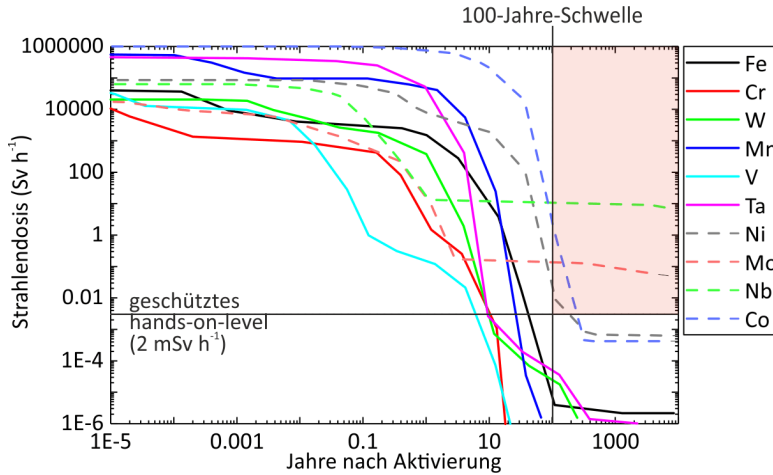


Abbildung 2.1.: Berechnete Strahlendosis über der Zeit für verschiedene Elemente nach Bestrahlung durch ein typisches fusionsrelevantes Neutronenspektrum in der ersten Wand nach GILBERT und SUBLET [81]. Die ausgezogenen Linien sind Legierungselemente von Eurofer. Angenommen wurde ein HCPB-Reaktor 1,6 GW Fusionsleistung, einer Neutronenflussdichte von $5,04 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ und zwei Jahre Reaktorbetrieb. Elemente, deren Linien das rot hinterlegte Rechteck passieren, sind in DEMO nicht gestattet.

neben einer geringen Aktivierbarkeit, eine ausreichend hohe (Warm-)Festigkeit und hohen Widerstand gegen Neutronen-Schädigung (Versprödung und Schwellen) zeigen. Alle Stähle der als RAFM-Stähle zusammengefassten Gruppe weisen ein ferritisch-martensitisches Gefüge und 7-10 Gew.-% Cr sowie ca. 0,1 Gew.-% C auf. Die nominelle Zusammensetzung der in Europa und Japan als Referenzmaterialien eingeführten Stähle Eurofer97 und F82H sind in Tabelle 2.1 aufgeführt. Da die Verfügbarkeit dieser Materialien begrenzt ist, werden häufig Untersuchungen mit Vergleichs-Stählen durchgeführt, deren Zusammensetzung ebenfalls in der Tabelle aufgeführt ist. In den meisten Fällen handelt es sich dabei um die Rohrleitungsstähle P91 und P92 von Dampfkraftanlagen, die mit 9 Gew.-% Cr sowie mit 1 Gew.-% Mo bzw. 2 Gew.-% W legiert sind. In den aufgezeigten Legierungen dienen Cr und W hauptsächlich der Festigkeitsteigerung durch Mischkristallbildung. Cr führt außerdem in Verbindung mit C zu Karbidbildung vom Typ M_{23}C_6 während V und Ta als Karbide vom Typ MC ausgeschieden werden. Mn dient der Stabilisierung der Austenitphase, die durch den Cr-Anteil verengt wird, vor dem Hintergrund eines martensitischen Gefüges jedoch erforderlich ist [83]. Mo wird in P91 und P92 ebenfalls als Mischkristall- und Karbidbildner hinzugegeben, jedoch in Eurofer und F82H durch Ta ersetzt.

Die Gefüge der Stähle F82H [84, 86] und Eurofer [86–89] sind in der Literatur ausgiebig

Tabelle 2.1.: Nominelle, stoffliche Zusammensetzung relevanter Stähle für die Fusions-technik. In allen Stählen stellt Fe den zu 100 % ausgleichenden Anteil dar.

Name	C	Cr	Mn	W	Ta	V	Mo	Ni	S	P	N
Eurofer [84]	0,11	9,0	0,40	1,10	0,06- 0,09	0,15- 0,25	<0,005	<0,005	<0,005	<0,005	0,03
F82H [84]	0,1	7,5	0,16	2,0	0,04	0,2			0,002	0,002	0,006
P91 [85]	0,08- 0,12	8,0- 9,5	0,38	–	–	0,18- 0,25	0,85- 1,05	<0,4	<0,001	<0,02	0,03- 0,07
P92 [85]	0,07- 0,13	8,5- 9,5	0,3- 0,6	1,5- 2,0	–	0,15- 0,25	0,3- 0,6	<0,4	<0,01	<0,02	0,03- 0,07

beschrieben sowie das des in Europa präferiertem Eurofer zur Übersicht in Abbildung 2.2 dargestellt. Es wird eingestellt durch Warmwalzen, anschließendes Normalisierungsglühen bei 980°C für 30 min, Abkühlen an Luft und abschließendes Anlassen bei 760°C für 90 min [90]. Die Charakteristika von Eurofer werden beschrieben mit i) einer feineren ehemaligen Austenitkorngröße gegenüber der von F82H wegen mehr enthaltenen Tantal, ii) einem vollständig martensitischen Gefüge und iii) mehr Sekundärkarbiden gegenüber F82H ebenfalls wegen höherer Ta- und V-Gehalte [84, 86].

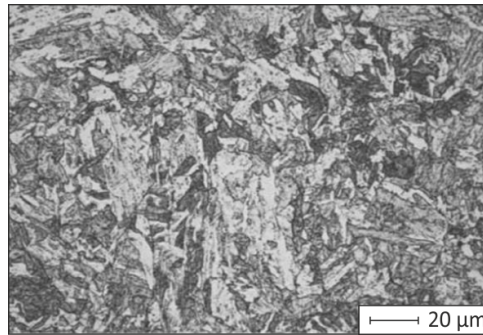


Abbildung 2.2.: Gefüge von Eurofer im Auslieferungszustand. Zur besseren Sichtbarkeit der Körner wurde die Oberfläche poliert und geätzt [90].

Das zulässige Temperaturfenster für die Anwendung von Eurofer ergibt sich zu 350-550°C aus der Neutronen-bedingten Versprödung unterhalb von ca. 350°C sowie aus dem oberhalb von 550°C einsetzenden Kriechen [91–93]. Oxide Dispersion Strengthened (ODS)-Varianten könnten ggf. bis 650°C verwendet werden. Ab ca. 800-820°C findet die α - γ -Umwandlung statt [90, 92], ab ca. 1050°C setzt Kornvergrößerung ein [94] und ab ca. 1500°C erfolgt der Übergang zur Flüssigphase. Bei Raumtemperatur beträgt die

Dichte von Eurofer $\rho_{\text{Eurofer}} = 7,87 \text{ g cm}^{-3}$ [71]. Während der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient im Temperaturbereich 200-400°C mit $\alpha_{\text{th,Eurofer}} = 12,7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ sowie die thermische Leitfähigkeit $\lambda_{\text{Eurofer}} = 30 \pm 5 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ im Temperaturbereich 300-900°C als vergleichsweise konstant angegeben werden [95, 96], können die stark Temperatur-abhängigen mechanischen Parameter E-Modul, Dehngrenze $R_{p0,2}$ und Zugfestigkeit R_m Abbildung 2.3 entnommen werden [71, 90].

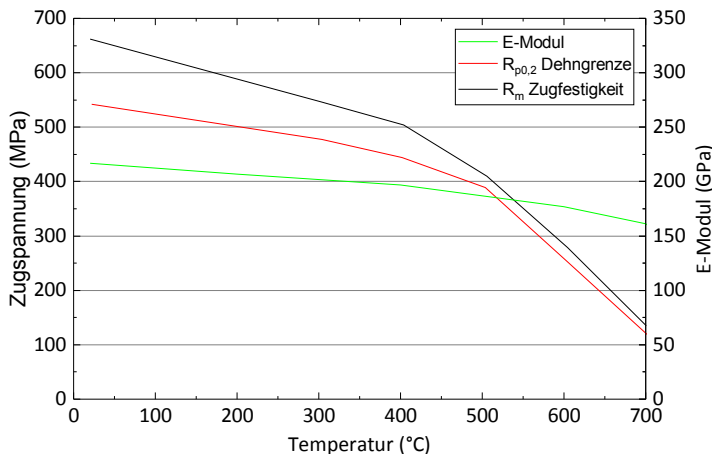


Abbildung 2.3.: Mechanische Eigenschaften von Eurofer über der Temperatur. Dargestellt sind der E-Modul, die 0,2%-Dehngrenze und die Zugfestigkeit [71, 90].

2.1.2. Wolfram

Das Element Wolfram zeichnet sich speziell durch die höchste Liquidustemperatur ($T_{W,liq} = 3400^\circ\text{C}$) aller Metalle sowie eine hohe Atommasse von 183,84 und eine hohe Dichte von $\rho_W = 19,25 \text{ g cm}^{-3}$ aus [97]. In seiner festen, kristallinen Form ist die stabile Struktur das kubisch raumzentrierte (krz) Gitter mit einem Gitterparameter von $3,165 \text{ \AA}$ [97]. In dieser Konstitution ist Wolfram das Element mit der höchsten Bindungsenergie der Atome. Auf diese Bindungsenergie gehen fusionsrelevante Eigenschaften wie thermische Stabilität im Vakuum, eine hohe (Warm-)Festigkeit sowie die Beständigkeit gegen Kriechen und Plasma-induzierte Erosion zurück. Bei der Materialauswahl für die Schutzschicht eines PFCs sind diese Eigenschaften maßgebend, weshalb Wolfram hierfür geeignet erscheint. Abbildung 2.4 zeigt vor dem Hintergrund thermischer Belastungen von PFCs den E-Modul, die 0,2 %-Dehngrenze und die Zugfestigkeit von polykristallinem Wolfram über der Temperatur [71, 97, 98].

Für interstitiell lösliche Elemente (H, N, O, Si, C) besitzt das W-Gitter bei Raumtemperatur eine besonders niedrige Sättigungsgrenze von $<0,1 \text{ ppm}$, die mit zuneh-

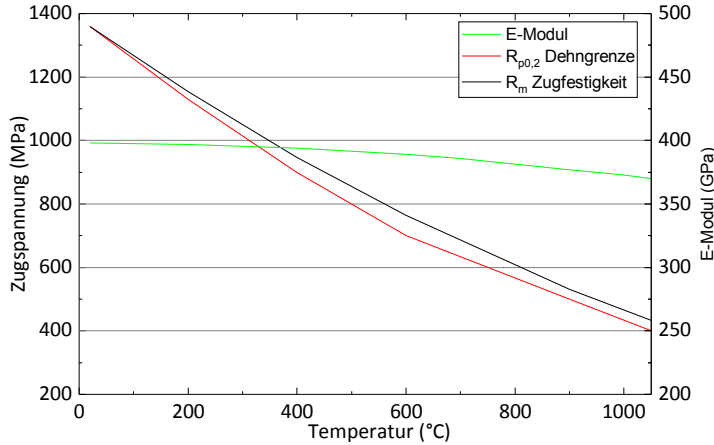


Abbildung 2.4.: Mechanische Eigenschaften von Wolfram über der Temperatur. Dargestellt sind der E-Modul, die 0,2-%-Dehngrenze und die Zugfestigkeit [71].

mender Temperatur deutlich auf bis zu 0,1 % bei $T_{W,liq}$ zunimmt [97]. Während des Abkühlens von Wolfram-Vollmaterial nach einer im Allgemeinen pulvermetallurgischen Herstellung werden diese Elemente somit an die Korngrenzen gedrängt, wodurch die Korngrenzen-Festigkeit herabgesetzt und die häufig beobachtete Versprödung von Wolfram bei Raumtemperatur ausgebildet wird. Die Spröd-Duktil-Übergangstemperatur von reinem Wolfram ist neben der Verunreinigungsichte an den Korngrenzen von Faktoren wie der Kornorientierung, der Versetzungsdichte und der Belastungsgeschwindigkeit abhängig. In kommerziell erhältlichem, polykristallinem Wolfram beträgt sie 370-430°C für gewalztes Material und Belastung coaxial zur anisotropen Kornorientierung [99, 100], wodurch die untere Temperaturgrenze des zulässigen Anwendungsbereiches von Wolfram als PFC-Material festgelegt ist. Während unterhalb dieser Grenze makroskopisch zwar sprödes, interkristallines Materialversagen zu beobachten ist, kann mikroskopisch durchaus lokal Plastizität auftreten. Diese Mikroplastizität ist partiell bereits bei Spannungen weit unterhalb der makroskopischen Fließgrenze zu beobachten und geht auf die Bewegung von Stufenversetzungen zurück. Demgegenüber ist die makroskopische Fließgrenze durch eine zusätzliche Aktivierung von Schraubenversetzungen gekennzeichnet [97]. Aufgrund der hohen Bindungsenergie von Wolframatomen im Gitter ist die Aktivierungsenergie der Schraubenversetzungs-Bewegung sehr hoch, weshalb die Fließgrenze des Materials mit zunehmender Unterkühlung unter die Übergangstemperatur stark ansteigt. Die niedrige Korngrenzfestigkeit führt dann dazu, dass das Material spröde versagt, bevor makroskopische Plastizität eintritt. Häufig wird ein Absenken der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur durch Kornfeinung und eine damit einhergehende Verringerung der Verunreinigungsichte an den Korngrenzen angestrebt. Für die Fusionstechnologie ist die Nutzbringung dieses

Ansatzes jedoch fragwürdig, denn im Temperaturbereich von 1100-1400°C beginnt das Gefüge zu rekristallisieren [98]. Derartige Temperaturen treten im Divertor bereits unter stationären thermischen Belastungen auf und können an der ersten Wand zumindest lokal erreicht werden, wodurch erneute Versprödung eintritt.

Hinsichtlich der thermischen Eigenschaften von Wolfram sind der thermische Ausdehnungskoeffizient $\alpha_{th,W}$ und die thermische Leitfähigkeit λ_W relevant. Erstere beträgt bei Raumtemperatur ca. $4,2 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ und steigt bis ca. 1400°C auf $4,7 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ an. Die thermische Leitfähigkeit λ_W wird in der Literatur mit $174 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ bei Raumtemperatur und $118 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ bei 1100°C beziffert [97]. Während der thermische Ausdehnungskoeffizient von Wolfram somit lediglich einem Drittel dessen von Eurofer beträgt, ist die thermische Leitfähigkeit sechs mal höher.

2.1.3. Thermodynamische Aspekte des Binärsystems Fe-W

Das Fügen von artfremden Werkstoffen wie Wolfram und RAFM-Stahl führt aufgrund der vorausgehend beschriebenen, unterschiedlichen Materialeigenschaften zu Spannungen in der Fügezone. Neben thermo-physikalischen und mechanischen Einflüssen sind für die Qualität einer Fügung außerdem thermodynamische Prozesse zu berücksichtigen. Dies zeigt auch die Literaturübersicht (Kapitel 1.3.2), die für diverse Fügmethoden von Wolfram und RAFM-Stahl die Entstehung unerwünschter Phasen beschreibt.

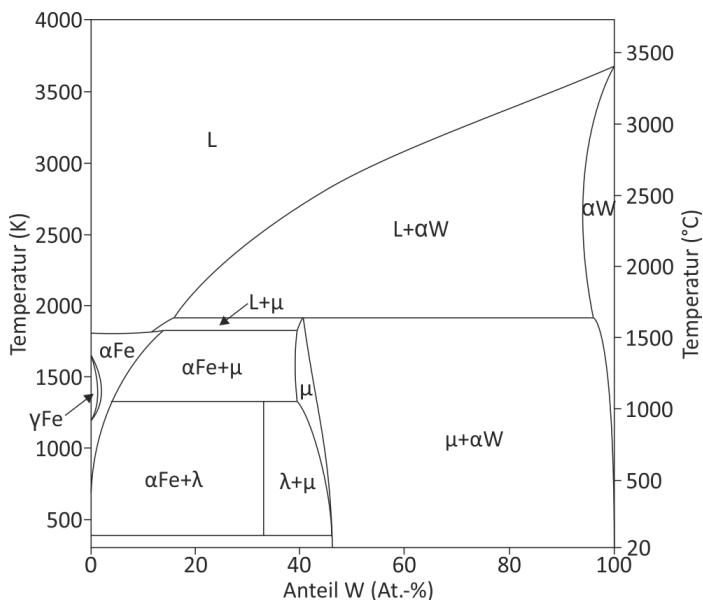


Abbildung 2.5.: Binäres Fe-W-Phasendiagramm [101].

In Abbildung 2.5 ist das binäre Fe-W-Phasendiagramm dargestellt. Es sind hierin die

drei bereits vorgestellten Bereiche α -Fe, γ -Fe und α -W an den Randzonen abzulesen, die durch Mischkristallbildung gewisse Mengen des jeweils anderen Elements lösen können [101]. Die maximale Löslichkeit von W in Fe beträgt ca. 15 At.-% bei 1500°C, die von Fe in W ca. 10 At.-% bei 2400°C. Nach Aussage des Phasendiagramms sinken die Löslichkeiten bei Raumtemperatur auf 0 %, jedoch belegen KOSTAKIS et al. die Existenz eines Fe-W-Mischkristalls, in dem bis zu 5 At.-% W bei Raumtemperatur enthalten sind ($\text{Fe}_{0,95}\text{W}_{0,05}$). Darüber hinaus zeigt das Phasendiagramm die beiden intermetallischen Phasen λ (Fe_2W) und μ (Fe_7W_6). Bei Abkühlung aus der Flüssigphase wird ab 1640°C die μ -Phase in einer peritektischen Reaktion ($\text{L} + \alpha\text{W} \rightarrow \mu$) gebildet [101]. Die Existenz der Fe_2W -Phase wurde lange Zeit diskutiert und vermutet, dass sie als metastabile Phase in FeW zerfalle [102, 103]. Neuere Studien zeigen jedoch, dass Fe_2W tatsächlich stabil ist und bei 1060°C aus der Reaktion $\alpha\text{Fe} + \mu \rightarrow \lambda$ entsteht [104–106]. Die Gitterstrukturen der intermetallischen Phasen sind in Abbildung 2.6 dargestellt [107].

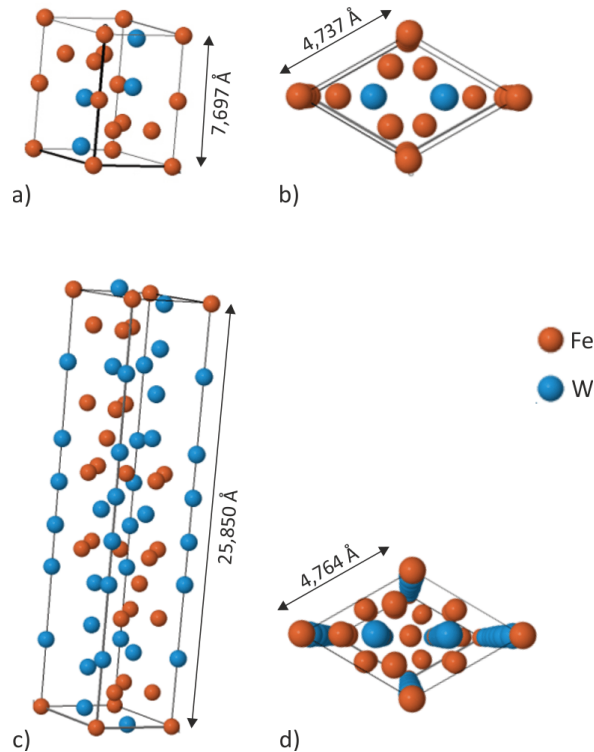


Abbildung 2.6.: Gitterstrukturen der intermetallischen Phasen Fe_2W (a und b) sowie Fe_7W_6 (c und d) [107].

Auf die komplexen Strukturen geht eine geringe plastische Verformbarkeit (wenige Gleitsysteme) und eine niedrige thermische Leitfähigkeit dieser Phasen zurück, weshalb ihre

Existenz für strukturelle Anwendungen von Fe/W-Legierungen und -Kompositen unerwünscht ist. MATEJÍCEK et al. berechneten die Wärmeleitfähigkeit von Fe_7W_6 im Temperaturbereich von 100 bis 400°C zu $25 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, welche somit lediglich 80 % dessen von Eurofer beträgt. Sowohl die mittels instrumentierter Nano-Indentation ermittelte Härte ($H_{\text{IT}}=22340 \text{ MPa}$), als auch der Verfestigungsmodul ($h=0,25$) liegen oberhalb der entsprechenden Werte von Wolfram ($H_{\text{IT}}=9745 \text{ MPa}$ bzw. $h=0,23$) [108], was eine erhöhte Sprödigkeit impliziert und weshalb die Existenz der Phase unerwünscht ist.

2.2. Makromechanik und Mikromechanik

Das Spannungs-Dehnungs-Diagramm gibt in der Werkstoffkunde allgemein Aufschluss über die mechanischen Eigenschaften *Elastizitätsmodul*, *Streckgrenze*, *Festigkeit* und *Plastifizierbarkeit* eines Werkstoffes. In den meisten Fällen werden diese Eigenschaften an makroskopischen Prüflingen durch den Zug-, den Biege- oder den Druckversuch ermittelt, weil für die meisten Anwendungen die s.g. homogenisierten Eigenschaften eines Materials relevant sind. Für genauere Betrachtungen differenziert die Werkstoffmechanik Eigenschaften jedoch. Spannungen werden beispielsweise auf Grundlage der Skalen, auf denen sie wirken, in *Spannungen I.*, *II.* und *III. Art* unterteilt. Zur Verdeutlichung der Einteilung sind sie schematisch in Abbildung 2.7 dargestellt.

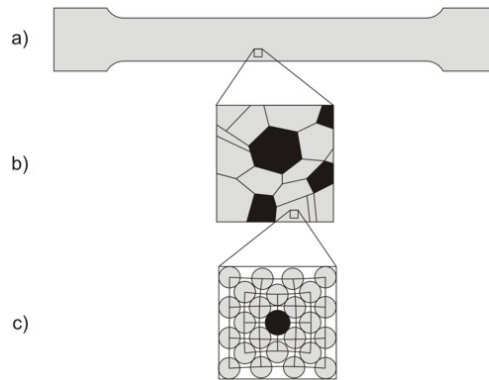


Abbildung 2.7.: Skalen, auf denen die verschiedenen Arten der Spannungen wirken: a) Makrospannungen auf Bauteilgröße (I. Art), b) Mikrospannungen auf Ebene der Gefügebestandteile (II. Art), c) Mikrospannungen auf Ebene des Kristallgitters (III. Art).

Während sich Spannungen erster Art über Dimensionen der gesamten Bauteilgröße erstrecken, wirken Spannungen zweiter Art lediglich über Reichweiten von der Ordnung mehrerer Korngrößen. Hierzu werden beispielsweise Spannungen gezählt, die bei der Erwärmung von Kompositen aufgrund verschiedener thermischer Ausdehnungskoeffizi-

enten der Konstituenten entstehen können [109–111]. Spannungen dritter Art wirken demgegenüber auf Volumina atomarer Größenordnung. Hier können beispielsweise Substitutionselemente in Metallen den kristallinen Aufbau stören, was lokale, elastische Verzerrungen hervorruft [112, 113].

In Anlehnung an diese Einteilung werden Spannungen erster Art als Makrospannungen bezeichnet, Spannungen zweiter und dritter Art als Mikrospannungen. Neben den Ursachen der Entstehung unterscheiden sie sich insbesondere im Wirkungsbereich. Während Mikrospannungen innerhalb kleiner Bereiche (Größenordnung Mikrostruktur) abklingen, sind Makrospannungen auch mehrere Millimeter vom Ursprungsort entfernt messbar. Ein relevantes Beispiel für den Einfluss verschiedener Skalen, auf den Spannungen wirken, wurde vorausgehen bereits bei der Beschreibung des mikro- und makroplastischen Verhaltens von Wolfram geschildert.

Die Implementierung von Funktional Gradierten Materialien in der Fügezone von PFCs basiert auf der vorausgehenden Einteilung von Spannungen. Zwar vermeidet das FGM nicht die Existenz der direkten RAFM-W-Grenzflächen, doch liegen diese, anders als bei der direkten Fügung von Wolfram- und RAFM-Teilen, nicht mehr makroskopisch vor. Während bei der direkten Fügung (Makro-)Spannungen verschiedener Ursprungsorte nach dem Superpositionsprinzip akkumulieren, ist dies bei der FGM-basierten Fügung stark minimiert. Spannungen werden von einer diskreten Grenzfläche weg in ein größeres Volumen umgelagert, sind nicht mehr entlang einer einzelnen Ebene orientiert und klingen aufgrund ihres Charakters Mikrospannungen zu sein, schneller ab. Diese Vorteile gelten sowohl für homogene Komposite, die in die Fügezone eingebracht werden können, als auch für gradierte Werkstoffe. Mit der Verwendung letzterer können die makroskopischen (homogenisierten) Materialeigenschaften der W- und RAFM-Teile einander zusätzlich sukzessive angenähert werden.

2.3. Einordnung und Mechanismen der verwendeten Herstellungsverfahren

Wie in Kapitel 2.2 materialwissenschaftlich und in der Literatur numerisch (bspw. [71, 114]) dargelegt wurde, bietet die Verwendung funktional gradierter Materialien als Verbindungsschicht zwischen der Wolframseite und der Stahlseite von PFCs die Möglichkeit, makroskopisch-diskrete Materialübergänge zu vermeiden und somit thermisch induzierte, makroskopische Spannungen und Dehnungen zu minimieren. Für die vorliegende Arbeit wurden verschiedene Methoden für die Herstellung von PFCs mit einer gradierten Schicht untersucht. Diese sind

- das Magnetron Sputtering

- die Flüssigphaseninfiltration
- das Atmosphärische Plasmaspritzen (APS) und
- das Electro Discharge Sintering (EDS).

Im Folgenden werden die produktionstechnischen Grundlagen für diese Methoden vorgestellt.

2.3.1. Magnetron Sputtering

Das Magnetron Sputtering ist ein Verfahren der physikalischen Gasphasenabscheidung (engl.: PVD) zur Herstellung von Dünnschichten. Abbildung 2.8 zeigt die Einordnung des Magnetron Sputtering in die Familie der PVD-Verfahren [115]. Gemeinsam mit den Verdampfungsverfahren zählen die Verfahren der Kathodenzerstäubung, zu denen das Magnetron Sputtering gezählt wird, zu den geläufigsten physikalischen Abscheideverfahren [115].

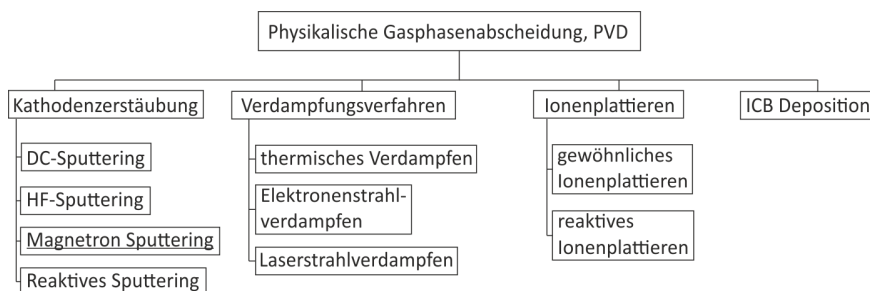


Abbildung 2.8.: Einordnung der Sputterverfahren in die Familie der physikalischen Gasphasenabscheidung [115].

Bei der Kathodenzerstäubung (engl. Sputtering) wird das abzuscheidende Material in fester Form, bezeichnet als Target, in ein Vakuumgefäß eingebracht, in dem sich ebenfalls ein zu beschichtendes Substrat befindet. Das Target wird mit energiereichen Ionen beschossen, wodurch sich einzelne Sekundäratome, Sekundärelektronen, Sekundärionen sowie Atomcluster herauslösen [115–117]. Während diese Erosion in einem Fusionsreaktor an der ersten Wand unerwünscht auftritt, wird er bei industrieller Herstellung dünner, reiner Schichten, beispielsweise für Computer-Chips oder Solarzellen, gezielt ausgeführt. Die Anzahl der aus dem Target herausgelösten Sekundärteilchen hängt, ebenso wie das Schichtwachstum, maßgeblich von der Bindungsenergie der Targetatome, von der Energie der Primärionen sowie von deren Einfallswinkel ab. Da die Energie durch einen Impuls bei Kontakt von Primär- und Sekundärteilchen übertragen wird, sind Primärionen vorzugsweise aus schweren Inertgasen wie Argon oder Helium zu erzeugen. Wenn der

Impuls, einer Stoßkaskade folgend, auf ein oberflächennahes Atom (/einen Atomcluster) übertragen wird, ausreichend groß ist und von der Targetoberfläche in das Vakuum orientiert ist, löst sich das entsprechende Atom aus dem Target [116, 117].

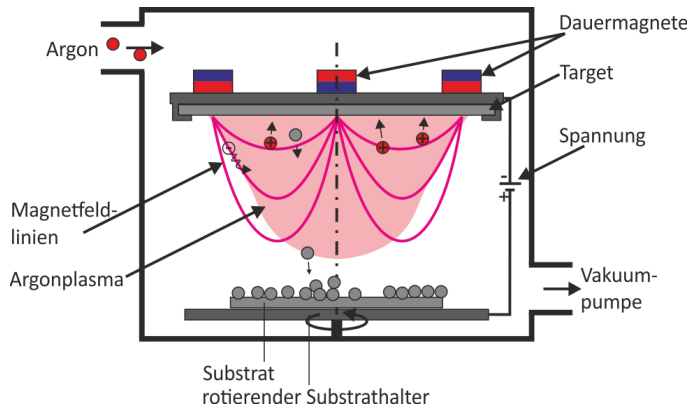


Abbildung 2.9.: Schematischer Aufbau einer Magnetron Sputter-Anlage. Kerne aus dem Ar-Plasma werden auf das Target beschleunigt, von dessen Oberfläche in der Folge neutrale Teilchen auf das rotierende Substrat abgeschieden werden [116, 117].

Gegenüber den übrigen Formen der Kathodenzerstäubung aus Abbildung 2.8 zeichnet sich das Magnetron Sputtering dadurch aus, dass hinter dem Target ein Dauermagnet angebracht ist. Abbildung 2.9 skizziert den Aufbau einer Magnetron Sputter-Anlage. Die Verwendung des Dauermagneten bietet die Möglichkeit, höhere Abscheideraten gegenüber der gewöhnlichen Kathodenzerstäubung zu erreichen. Darüber hinaus weisen die mittels Magnetron Sputtering abgeschiedenen Schichten hervorragende Haftungen am Substrat auf [115, 116].

Der gängige Arbeitsmodus des Magnetron Sputtering ist der DC-Modus. Wie beim gewöhnlichen DC-Sputtern ohne Dauermagnet wird dabei eine elektrische Gleichspannung zwischen negativ geschaltetem Target und positiv geschaltetem Substrat erzeugt. Dazwischen wird durch Ionisationsstöße von Teilchen eines zugeführten Inertgases ein kaltes Plasma (10^2 - 10^4 eV) generiert. Die Ionen des Plasmas werden aufgrund des angelegten, elektrischen Feldes auf das Target beschleunigt, wodurch ein kontinuierlicher Strom entsteht und der DC-Modus letztlich seinen Namen erhält. Wie vorausgehend beschrieben kommt es am Target zum Impulsübertrag, in dessen Folge neutrale Teilchen herausgelöst werden können, die unbeeinflusst durch das elektrische Feld auf das gegenüber dem Target befindliche Substrat deponiert werden. Zwar ermöglicht der DC-Modus ein Schichtwachstum auch ohne die Verwendung eines Dauermagneten (gewöhnliches DC-Sputtering), doch intensiviert dieser das Sputtern. Durch die Überlagerung des elektrischen und des magnetischen Feldes wird eine helikale Flugbahn der beim DC-Sputtern lediglich linear

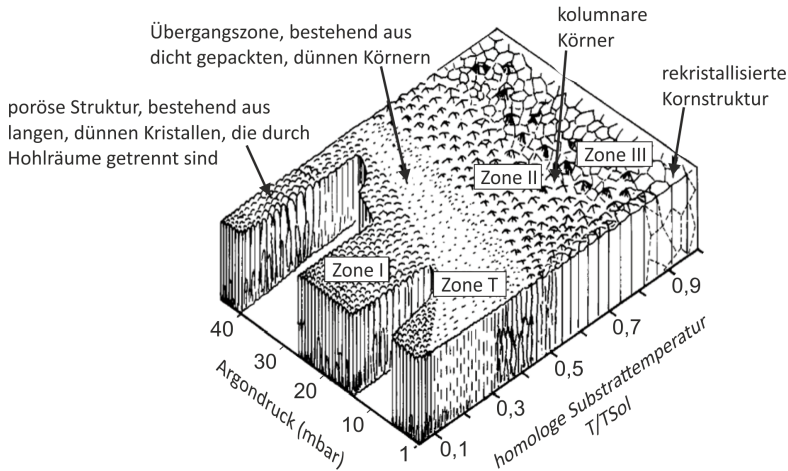


Abbildung 2.10.: Vier-Zonen-Modell der Gefügeausbildung von Magnetron Sputter-Schichten nach THORNTON et al. [118]. In Abhängigkeit des Plasmadrucks und der homologen Substrattemperatur entsteht ein Gefüge entsprechend der gezeigten vier Zonen.

bewegten Teilchen (insb. Elektronen) erzeugt. Hierdurch verlängert sich ihre Flugbahn, sodass die Anzahl der Kollisionen von Elektronen und Ionen gesteigert wird. Als Folge erreichen die Ionen einen höheren Ionisationsgrad und sie werden stärker auf das Target beschleunigt. Die Zunahme der Elektron-Ion-Kollisionen erlaubt die Reduzierung des Prozessgasdrucks bei gleichbleibender Sekundärteilchenemission, in dessen Folge weniger Neutralteilchen gestreut werden und die Wachstumsrate der abgeschiedenen Schicht ansteigt [115, 116]. Gleichzeitig kann eine dichtere Dünnschicht erzeugt werden, was insbesondere für die vorliegende Arbeit interessant ist.

In Abhängigkeit von der homologen Tempertur T/T_{sol}^{-1} der abgeschiedenen Schicht sowie dem Druck des Plasmas bildet sich die Mikrostruktur unterschiedlich aus. Diese von THORNTON et al. vorgestellte Abhängigkeit ist als Vier-Zonen-Modell in Abbildung 2.10 zu sehen [118].

2.3.2. Flüssigphaseninfiltration

Als Infiltration wird allgemein der Prozess des Füllens von Poren eines Feststoffes durch die Reaktion mit einem Fluid oder die Abscheidung dessen bezeichnet [119]. Klassifizierend für diesen Prozess ist demnach das Vorliegen zweier Materialien in anfänglich voneinander verschiedenen Aggregatzuständen, die zuletzt jedoch beide fest sind. In der technischen Anwendung findet die Infiltration beispielsweise Gebrauch für die Herstellung von Metall- oder Keramik-Matrix-Verbundwerkstoffen (MMC bzw. CMC). Hierbei wird ein Material zumeist flüssiger Phase beispielsweise mittels Druckguss in ein Skelett mit

offener Porosität geführt, worin die Flüssigkeit erstarrt [74, 120, 121]. Neuere Anwendungen streben darüber hinaus die Infiltration eines Skeletts durch ein Gas an, basierend auf der chemischen Gasphasenabscheidung [122].

Für die Flüssigphaseninfiltration von Materialien unterschiedlicher Liquidustemperatur werden beide Materialien in einem Vakuumofen auf Temperaturen oberhalb der Liquidustemperatur des Infiltrats erhitzt. Die Triebkraft der Infiltration ist dann die Reduzierung der freien Oberflächenenergie. Im einfachsten Fall dringt das Fluid daher bereits gravitationsbedingt sowie durch Kapillarkräfte in das starre Skelett ein. Kleinere Karpillare, eine niedrigere Viskosität des Infiltrats und eine bessere Benetzbarkeit des Skelett-Materials mit dem Infiltrat erleichtern die Infiltration [119]. Nach vollständiger Infiltration wird die Temperatur des Rezipienten gesenkt, sodass ab Unterschreiten der Solidustemperatur des Infiltrats ein dichtes Komposit entsteht. Maßgeblich entscheidend für den Erfolg dieses Herstellungsprozesses sind neben den bereits genannten Faktoren der Infiltrationsdynamik die Existenz einer Mischungslücke der verwendeten Materialien sowie die Ähnlichkeit der thermischen Ausdehnungskoeffizienten.

2.3.3. Plasmaspritzen

Das Plasmaspritzen wird den Oberflächenbeschichtungsverfahren des thermischen Spritzens zugeordnet. Abbildung 2.11 zeigt die Gliederung dieser Familie nach DIN EN 657 [123].

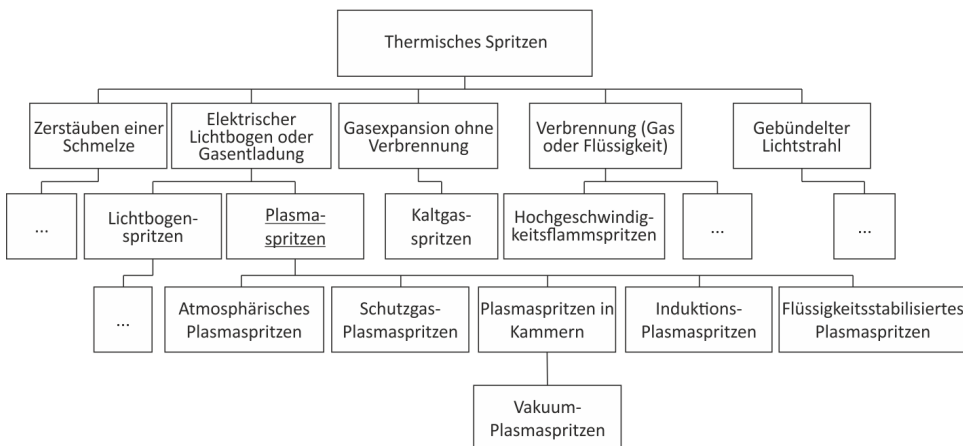


Abbildung 2.11.: Einordnung des Plasmaspritzens in die Familie der thermischen Spritzverfahren nach DIN EN 657 [123].

Das zugrunde liegende, allgemeine Prinzip aller Plasmaspritzverfahren, skizziert in Abbildung 2.12, beruht auf der Zündung eines Lichtbogens zwischen einer Kathode und

einer zumeist ringförmigen, wassergekühlten Anode aus Kupfer oder Wolfram. Plasma-erzeugende Gase (H, Ar oder He), welche an der Kathode in den Lichtbogen eingeleitet werden, ionisieren und erzeugen eine bis zu 15000 K heiße und mit $500\text{--}2500\text{ m s}^{-1}$ expandierende Plasmaflamme. Über einen Speiser werden metallische oder keramische Pulverpartikel hinzu geführt, die mit dem Plasma in Richtung eines Substrats beschleunigt werden und dabei verflüssigen. Bei Auftreffen auf dem Substrat breiten sich die flüssigen Partikel flächig aus und erstarren in Scheiben-ähnlicher Form. Durch eine oft mäanderformige Relativbewegung des Plasmastroms gegenüber dem Substrat wird sukzessive die Abscheidung einer Schicht realisiert, deren Dicke mehrere Millimeter betragen kann [124–126].

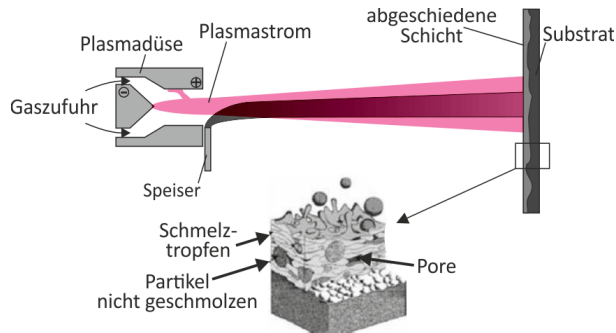


Abbildung 2.12.: Schematische Darstellung des Plasmaspritzens nach FAUCHAIS et al. [126]. In die Plasmadüse eingelassenes Gas wird ionisiert und mit Pulverpartikeln vermischt. Durch die Expansion des Plasmas werden die aufgeschmolzenen Partikel auf ein Substrat beschleunigt, auf dem mit Abkühlung der Partikel eine Schicht erzeugt wird.

Für die verschiedenen Methoden des Plasmaspritzens ist das beschriebene, allgemeine Prinzip zu differenzieren. Neben dem Spritzen in atmosphärischer Umgebung (*Atmosphärisches Plasmaspritzen, APS*) sind hier insbesondere die Besonderheiten des *Schutzgasspritzens*, des *Plasmaspritzens in Kammern* sowie des *Flüssigkeitsstabilisierten Plasmaspritzens* zu nennen. Während das Atmosphärische Plasmaspritzen allein auf den beschriebenen Vorgängen beruht, wird beim Schutzgasspritzen eine Oxidation des Spritzgutes mit der umliegenden Atmosphäre minimiert, indem Sauerstoff durch das Schutzgas verdrängt wird. Das Plasmaspritzen in Kammern optimiert diesen Ansatz, indem ein abgeschlossener Raum geschaffen wird, in dem der Sauerstoff-ausschluss durch Schutzgas oder ein Vakuum besser realisiert werden kann, als im Freien. Das Flüssigkeitsstabilisierte Plasmaspritzen bietet dahingegen den Vorteil einer deutlich erhöhten Energiedichte des Plasmas, wodurch der Pulverdurchsatz gesteigert und somit schnelleres Schichtwachstums erreicht wird. Genannt werden sollen die jeweiligen Besonderheiten an dieser Stelle, weil in der vorliegenden Arbeit ein hybrides Verfahren aus den erwähnten Untermethoden angewen-

det wird, um X12Cr13/W-Komposite herzustellen. Es kombiniert die wasserstabilisierte Erzeugung eines Plasmastroms sowie das Zuführen des Metallpulvers an Atmosphäre im offenen Raum mit einer Schutzgas-durchströmten Kammer um das Substrat, in die das Metall-Plasma-Gemisch durch eine kleine Öffnung eintritt. Für Details bzgl. des Aufbaus sei auf Kapitel 4.1.3 verwiesen.

Allgemein kann der Prozess Plasmaspritzen in fünf Schritte der Schichtherstellung unterteilt werden. Dabei handelt es sich um [126]

1. die Substratvorbereitung: Reinigen und Aufräumen des Substrats sowie ggf. Vorheizen, um Adsorbate und Kondensate zu entfernen oder Spannungen zu relaxieren.
2. das Herstellen eines Gas-/Plasmastroms: Zünden und Expansion des Plasmas
3. die Pulverzufuhr: Die maximale Geschwindigkeit mit der Pulver nachgeführt werden kann hängt von der Zeit ab, die im folgenden Schritt benötigt wird, um das Pulver aufzuschmelzen und wegzubefördern.
4. Plasma/Pulver-Interaktion: Beschleunigen, Aufheizen, Schmelzen der Pulver, sowie bei einigen Methoden des Plasmaspritzens partielle Oxidation. Das Aufschmelzen ist abhängig von der Pulvermorphologie, -masse, -größenverteilung, den Trajektorien und der Energiedichte des Plasmas.
5. Schichtwachstum: Auftreffen der Schmelzpartikel auf dem Substrat, Ausbreitung zu Scheiben, Abkühlung und weitere Aufschichtung.

Eine abgeschiedene Schicht wird anhand der beiden Kriterien „Schichteigenschaften“ und „Adhäsion am Substrat“ beurteilt. Die Schichteigenschaften werden vorrangig durch die in Abbildung 2.13 dargestellten Faktoren beeinflusst [126]. Aufgrund der hohen Anzahl der Faktoren ist das Plasmaspritzen einerseits vielfältig einsetzbar, andererseits jedoch auch anspruchsvoll hinsichtlich der Schicht-Reproduzierbarkeit. Beispielsweise wird die Porosität der abgeschiedenen Schicht durch das Ausbreiten, Kühlen und die Erstarrung der Schmelzpartikel beeinflusst, was wiederum stark von der Rauheit des Substrats, ggf. vorhandenen Adsorbaten auf dessen Oberfläche und den vielfältigen Parametern des Auftreffens abhängt. Zu den Parametern des Auftreffens zählen beispielsweise die Temperatur, die Viskosität und die Geschwindigkeit (bzw. der Impuls) der Partikel. Entspricht einer dieser Parameter nicht dem Optimum, kann die Porosität der Schicht stark ansteigen [126].

Die neben den Schichteigenschaften ebenfalls wichtige Qualität der Schichtadhäsion am Substrat wird durch „mechanisches Verklammern“, „Ausbilden einer gemeinsamen Grenzschicht“ (z.B. intermetallische Phasen bei voneinander verschiedenen Metallen), „Diffusion“ und „Übereinstimmung der kristallographischen Struktur von Schicht und Substrat“ beeinflusst. Der primäre Mechanismus ist dabei das mechanische Verklammern abkühlender

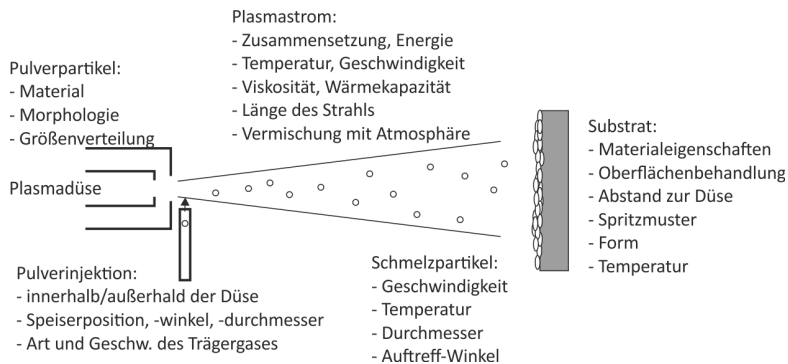


Abbildung 2.13.: Schichteigenschaft-bestimmende Parameter des Plasmaspritzens nach FAUCHAIS et al. [126]. Aufgrund der hohen Anzahl ist das Verfahren schwer zu kontrollieren.

Partikel an der darunterliegenden Struktur, weshalb vor dem Spritzen ein Aufräuen des Substrats (i.d.R. durch Sandstrahlen) durchgeführt wird.

Als Plasmagas wird häufig ein Gemisch aus nacheinander zugeführtem Argon und Wasserstoff eingesetzt. Dabei dient Argon als Primärgas, weil es aufgrund einer geringen Energiedichte wenig Erosion am Plasmabrenner hervorruft, und der später zugeführte Wasserstoff als Sekundärgas, um die Energiedichte des Plasmas nach dessen Austritt aus dem Brenner zu erhöhen. Die thermische Energie wird während des Fluges an im Plasma befindliche Pulver-Partikel übertragen. Dabei bestimmen insbesondere die Energiedichte des Plasmas, das Oberflächen/Volumen-Verhältnis der Partikel, ihre Momentantemperatur und ihre Emissivität den Wärmeübertrag. Die Partikel-Temperatur hängt neben dem Wärmeübertrag weiterhin von Faktoren wie der Dauer der Flugphase, der Wärmekapazität und der Dichte ab [126]. Homogen aufgeschmolzene Partikel sind erforderlich, um eine Poren-freie Schicht abzuschneiden, weshalb für Plasmaspritzverfahren Pulverschüttungen mit enger Größenvariation eingesetzt werden. Dies hat darüber hinaus den Vorteil einer schmalen Partikeltrajektorie.

Während der Schichtherstellung findet bei einigen Plasmaspritzmethoden Oxidation metallischer Pulver statt. Diese kann aufgeteilt werden in Oxidation der flüssigen Partikel während des Fluges und in Oxidation des heißen, erstarrten Partikels [127, 128]. In beiden Stufen führt eine höhere Temperatur zu einer schnelleren Reaktion. Insbesondere ist eine oxidierende Atmosphäre um die im Flug befindlichen, vollständig aufgeschmolzenen Partikel ungünstig, weil bei diesen fortwährend neues Material an die Oberfläche gelangen kann. Die Oxidation am Substrat ist nachteilig, weil generell ein positiver Effekt erhöhter Substrat-Temperaturen auf die Schichtadhäsion nachgewiesen werden konnte [126, 129]. Neben der Reduzierung thermisch induzierter Eigenspannungen begünstigt ein Vorheizen des Substrats kolumnares Kornwachstum über Grenzflächen hinweg. Dieser

Vorzug kann speziell beim Spritzen in Kammern und beim VPS ausgenutzt werden. Beim gewöhnlichen APS wird er durch einen erhöhten Sauerstoff-Anteil in der abgeschiedenen Schicht annihiliert [128].

2.3.4. Elektrisch unterstütztes Sintern

Neben den konventionellen Sinterverfahren (Heißpressen, Lasersintern, Metal Injection Moulding, u.A.) haben sich in der Forschung diverse Kurzzeit-Sinterverfahren etabliert. In Abhängigkeit der Wärmeerzeugung werden diese unterteilt in die stromlose Verdichtung einer Pulverschüttung (bspw. Explosionssintern) sowie in die stromunterstützte Verdichtung. Bei der Verwendung eines elektrischen Stroms kann die Heizung entweder indirekt (Mikrowellensintern, Induktionssintern) oder direkt erfolgen (Spark-Plasma-Sintering (SPS), Electro Discharge Sintering (EDS)) [130]. Insbesondere das elektrisch unterstützte Sintern hat seit Beginn der 1990er Jahre eine rasche Entwicklung durchlebt, wie anhand der Anzahl seitdem eingereichter Patente zu erkennen ist [131]. Aufgrund dieser Entwicklung hat sich neben dem Begriff „Spark Plasma Sintering (SPS)“ eine Vielzahl von Namen wie „Field Assisted Sintering Technology (FAST)“ oder „Pulsed Electric Current Sintering (PECS)“ für technisch ähnliche Methoden etabliert.

Alle Verfahren des elektrisch unterstützten Sinterns vereint auf dem Prozess des uniaxialen Heißpressens aufzubauen, durch das eine lose Pulverschüttung eines Materials verdichtet wird. Die Pressstempel, die beim Heißpressen lediglich dem Aufbringen eines Drucks dienen, werden bei den stromunterstützten Verfahren darüber hinaus als Elektroden genutzt. Über diese wird ein elektrischer Strom erzeugt, der durch das Pulver oder den Tiegel, in dem sich das Pulver befindet, geleitet wird. Aufgrund des Ohm'schen Widerstandes wird hierin Joule'sche Wärme dissipiert und das Pulver deutlich schneller aufgeheizt, als bspw. durch die indirekte Heizung mit Heizwendeln beim gewöhnlichen Heißpressen [132, 133]. Aufgrund der somit kurzen Prozesszeit spielt die Atmosphäre eine untergeordnetere Rolle als bei den konventionellen Sinterverfahren. Die Heizrate, die Temperatur und somit die Dauer des Sinterns wird durch Manipulation des Stromflusses reguliert. So kann beispielsweise beim SPS ein Wechselstrom oder ein gepulster Gleichstrom variabler Frequenz verwendet werden, um optimale Sinterparameter zu generieren [130].

Bei den gängigen stromunterstützten Sinterverfahren wird ein Graphittiegel verwendet, der den Pressdruck auf 60-100 MPa limitiert. Ein höherer Druck ist allgemein anzustreben, da hierdurch die Sinteraktivität erhöht wird, indem Agglomerate aufbrechen, Partikel neu angeordnet werden, der Massetransport erhöht wird, und Kriechen sowie Plastifizierung begünstigt werden [134].

Gegenüber dem mechanischen Druck ist der Einfluss des elektrischen Stroms auf die Ausbildung des Gefüges bislang nur teilweise verstanden. Allgemein verläuft ein elektrischer Strom immer entlang des Pfades geringsten Ohm'schen Widerstandes. Wird ein

elektrisch leitfähiges Pulver und ein nicht-leitendes Material für den Tiegel verwendet, wie es für das Electro Discharge Sintering (EDS) der Fall ist, liegt dieser Weg entlang der Kontaktflächen der Pulverpartikel. Aufgrund der hier verringerten Querschnittsfläche gegenüber der Äquatorialebene der Partikel, liegt eine hohe Stromdichte vor. Weiterhin wird aufgrund von generell vorhandenen Oberflächendefekten (bspw. oxidische Beläge) mehr Strom dissipiert, weshalb an den Partikel-Kontaktflächen eine starke, lokale Erwärmung eintritt [135], die durch eine erhöhte Diffusionsgeschwindigkeit und eine herabgesetzte Fließgrenze begleitet wird. Im Sinne einer Minimierung der freien Oberflächenenergie führen die klassischen Stofftransporte des Sinterns, dargestellt in Abbildung 2.14, letztlich zum Verschließen von Poren [136]. Bei überhöhter Stromstärke tritt ebenfalls die Bildung flüssiger Phase auf [137].

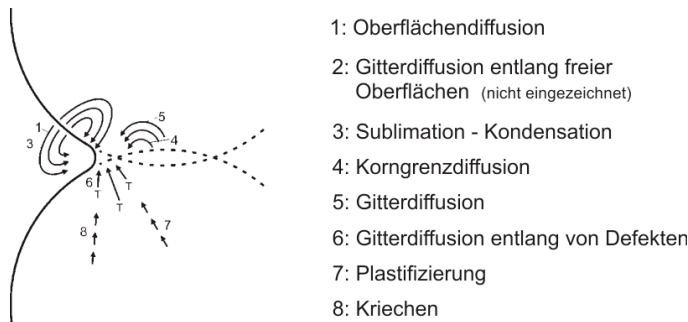


Abbildung 2.14.: Mechanismen des Stofftransports beim Sintern, dargestellt am Beispiel des Zwei-Kugel-Modells [134].

Darüber hinaus sind weitere Mechanismen des elektrisch unterstützten Verdichtens, die jedoch nicht vollständig verstanden sind, beobachtet worden. Bspw. wurde durch das elektrische Feld beim Sintern eine höhere Löslichkeit in den verdichteten Metallen beobachtet [138], sowie eine geringere Leerstellendichte [139]. Vergleichsweise kleine Körner werden neben der kurzen Prozesszeit auf eine E-Feld-bedingte verringerte Ionenmobilität zurückgeführt [130]. Höhere elektrische Leitfähigkeiten von SPS-Kompositen gegenüber Kompositen, die durch konventionelles Heißpressen verdichtet wurden, führen weiterhin zu der Annahme, dass oxidische Beläge im Bereich der Partikel-Kontaktflächen aufbrechen und eingeformt werden [140–142].

Alle vorausgehend genannten Druck- und Strom-bedingten Mechanismen führen zu einem allgemein günstigen Gefüge niedriger Restporosität, hoher Grenzflächenfestigkeit und niedriger Korngröße.

3. FE Modellierung der ersten Wand mit gradierten Schichten

Die Finite Elemente Methode (FEM) hat in den vergangenen Jahrzehnten in diversen Gebieten des Ingenieurwesens Einzug gehalten. Es handelt sich dabei um ein numerisches Verfahren mit dem Verformungen, Spannungen, Temperaturfelder und weitere physikalische Größen an nahezu beliebig komplizierten Bauteilen unter diversen Belastungen berechnet werden können [143]. Für die vorliegende Arbeit wird die FE Methode verwendet, um thermo-mechanische Belastungen an Blanket-Modulen des Fusionsreaktors DEMO nachvollziehen zu können. Die Ergänzung von Experimenten um mathematische Modelle ist wichtig, weil eine zeitliche Auflösung der Belastung, insbesondere im Inneren der ersten Wand, der Messtechnik unzugänglich bleibt. Es wird daher eine Einheits-Komponente modelliert, die vereinfacht den plasmannahen Bereich eines Blanket-Moduls in Anlehnung an Abbildung 1.6 aus Kapitel 1.3 repräsentiert.

Das allgemeine Vorgehen der FE Methode erfordert in einem ersten Teilschritt die Abstrahierung eines Problems indem mit einem CAD Programm eine Geometrie erstellt wird. Diese wird in diskrete Elemente endlicher Anzahl unterteilt. Im vorliegenden Fall wird die Geometrie durch ein Netz unterschiedlich großer Vierecke beschrieben, dessen Knotenpunkten bestimmte Eigenschaften zugeordnet werden. Beispielsweise erhalten alle Knoten materialspezifische Kennwerte, wie mechanische, thermo-physikalische oder elektro-magnetische Eigenschaften. Darüber hinaus wird einer Teilmenge der Knoten Problem-relevante Randbedingungen aufgeprägt, sowie allen übrigen Knoten entsprechende Freiheitsgrade. Ausgehend von den im ersten Teilschritt aufgeprägten Randbedingungen und Freiheitsgraden löst in einem zweiten Schritt ein Gleichungslöser die Zustände der mit Freiheitsgraden versehenen Knoten mittels eines Differentialgleichungssystems. Im abschließenden, dritten Schritt wird das Ergebnis (bspw. ein Temperaturfeld oder ein Spannungsfeld) grafisch dargestellt. Mit Hilfe dieses Vorgehens können Parameter wie Temperaturen, Spannungen, elektromagnetische Felder oder Strömungen an unzugänglichen Stellen eines Bauteils näherungsweise erfasst werden und somit beispielsweise Versagen von Bauteilen vorhergesagt oder erklärt werden.

Für die Berechnung fachspezifischer Probleme sind individuelle, kommerziell erhältliche Programme wie ANSYS, ABAQUS und DANTE entwickelt worden. Da diese in der

Regel lediglich auf standardisierte Materialparameter zurückgreifen können, erfordert die Berechnung von FE Modellen im Rahmen der Materialforschung eine benutzerdefinierte Programmierung der Eigenschaften (in dieser Arbeit aufgrund der gradierten Schicht), auf die im Folgenden detailliert eingegangen wird. Ebenso wird die rechnerische Beschreibung makroskopischer thermo-physikalischer und mechanischer Einflussgrößen, die für die durchgeführten Simulationen verwendet werden, behandelt. Für weiterführende Informationen zur Funktionsweise der FEM und zu den Grundlagen der numerischen Lösung partieller Differentialgleichungen soll an dieser Stelle auf weiterführende Literatur [143–147] verwiesen werden.

3.1. Grundlegende Beschreibung des Modells

Programme zur Berechnung von FE Simulationen bieten die Möglichkeit, Bauteile aus mehreren Einzelteilen zusammenzufügen. Dies bietet sich insbesondere dann an, wenn Fügungen untersucht werden oder die als Kontinua definierten Einzelteile verschiedene Eigenschaften haben sollen. Ein Beispiel ist die Simulation eines Stücks Bi-Metall, das sich aus zwei fest aneinander gebundenen Streifen unterschiedlicher Metalle zusammensetzt. Das Stück Bi-Metall würde im einfachsten Fall durch zwei aneinander gebundene, rechteckige Einzelteile unterschiedlicher Materialeigenschaften simuliert werden.

In der vorliegenden Arbeit soll jedoch der kompliziertere Fall des Einflusses einer funktional gradierten Schichten, die sich durch eine ortsabhängige Inhomogenität auszeichnet, untersucht werden. Mathematisch kann die Gradierungsrichtung als coaxial zum Normalenvektor der Hauptausdehnungsrichtung der FGM-Schicht beschrieben werden. Im Folgenden wird angenommen, dass die Hauptausdehnungsrichtung der Schicht horizontal, also entlang der Abszisse eines kartesischen Koordinatensystems, verläuft. Die Gradierung der Materialeigenschaften verläuft folglich vertikal, entlang der Ordinatenachse. Analog zum Eingangsbeispiel kann die Gradierung klassisch durch das Aufschichten flacher, rechteckiger Einzelteile mit jeweils leichtgradig unterschiedlichen Materialeigenschaften realisiert werden, bis das Spektrum von reinen Stahl-Eigenschaften an der FGM-Unterseite bis hin zu reinen Wolfram-Eigenschaften an der FGM-Oberseite abgebildet ist. Da dieser Weg für eine Parameterstudie bezüglich der Schichtdicke und den -eigenschaften jedoch umständlich ist, wird hier ein alternativer Ansatz für das Implementieren des FGMs gewählt:

Grundlegend wurde eine zweidimensionale Geometrie für die Simulation des Plasmahen Bereichs eines Blanket-Moduls, dargestellt in Abbildung 3.1, gewählt. Wie in Kapitel 1.3 dargelegt, wäre diese Einheits-Komponente im Realfall repetitiv in toroidaler und poloidaler Richtung des Moduls anzuordnen. Das hier simulierte Bauteil setzt sich aus fünf Einzelteilen „A“ bis „E“ zusammen, die unzertrennbar miteinander verbunden

sind. Das Stück „A“ repräsentiert die RAFM-Struktur des Blankets mit eingelassenem Kühlkanal. Der Bereich „B“ stellt die Plasma-zugewandte Wolfram-Schutzschicht dar und der Bereich „C“ das FGM. Die beiden flachen Rechtecke „D“ und „E“ haben keine besonderen Eigenschaften. Auf mittlerer Höhe dieser Stücke wird später die Fügezone des FGM zum Stahl- bzw. zum Wolframstück realisiert. Obwohl sich somit nur drei Bereiche physikalisch voneinander unterscheiden, werden fünf Einzelteile erstellt, um die Größe der einzuführenden Elemente besser definieren und Ergebnisse an der Fügezone leichter auslesen zu können.

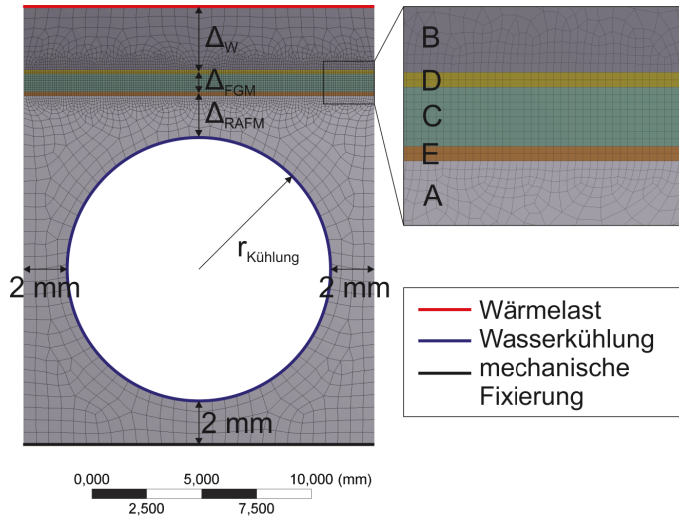


Abbildung 3.1.: Im Rahmen der FE Simulation verwendete Geometrie mit Randbedingungen und beispielhaftem Gitter der Seitenlänge 0,05 mm im Bereich des FGM. A: RAFM-Basis, B: Wolfram-Schutzschicht, C: FGM, D und E: Bereiche um die Fügezonen.

Für die Implementierung des Modells in die Software ANSYS wurde die Geometrie im Rahmen einer transient-strukturellen Analyse mit multi-physikalischen Elementen (Typ PLANE223) dargestellt. Diese bieten die Möglichkeit, eine direkt-gekoppelte thermisch-strukturelle Analyse unter Berücksichtigung transienter Lasten durchzuführen. Das entstehende Gitter über der Geometrie ist ebenfalls in Abbildung 3.1 dargestellt. In den Stücken besonderer Bedeutung, „C“ bis „E“, werden lediglich sehr kleine quadratische Elemente mit identischer Seitenlänge verwendet. Im Rahmen einer Elementstudie wird die Seitenlänge dieser Elemente von 0,01 bis 0,1 mm variiert.

Die verwendete Software für die Ausführung der Simulationen bietet eine Schnittstelle, in der individuelle Programmierungen vorgenommen werden können. Mit dessen Hilfe können die Eigenschaften aller Elemente einzeln ausgelesen und überschrieben werden.

Für die Erstellung einer materiellen Gradierung ist zunächst die vertikale Position y jedes Elements relevant. Befinden sich Elemente zwischen zwei parametrisch veränderbaren Grenzwerten, die die obere Seite des reinen Stahlstücks y_{lb} und die untere Seite des reinen Wolframstücks y_{ub} darstellen, werden diesen Elementen positionsabhängige, virtuelle Materialeigenschaften $P(V_W)$ zugewiesen. In dieser Notation steht P für „Property“ in Abhängigkeit der Volumenkonzentration des Wolframs, V_W . Während die Berechnung der Materialeigenschaften von Kompositen generell auf Grundlage ihrer volumetrischen, Masse-basierten, molaren oder atomaren Zusammensetzung möglich ist, hat sich die volumenbasierte Interpolation $P(V)$ durchgesetzt. Für die Implementierung des FGM in der vorliegenden Arbeit wird daher ebenfalls eine Gradierung der RAFM/W-Eigenschaften über der FGM-Höhe auf Grundlage der Volumina gewählt. Des Weiteren wird lediglich der Einfluss linear gradierten FGMs auf das thermo-mechanische Verhalten des Plasma-nahen Bereichs von Blanket-Modulen untersucht. Viele Eigenschaften können somit nach der linearen Mischungsregel aus Gleichung 3.1 interpoliert werden.

$$P(V_W) = V_W \cdot P_W + (1 - V_W) \cdot P_{\text{RAFM}} \quad (3.1)$$

Darin beschreibt V_W den volumetrischen Anteil des Wolframs an der Zusammensetzung eines Elements mit $V_W = \{V_W \in \mathbb{Q} \mid 0 \leq V_W \leq 1\}$ und wird berechnet zu Gleichung 3.2.

$$V_W = \frac{1}{\eta + 1} \left\lceil \frac{y - y_{lb}}{y_{ub} - y_{lb}} \eta \right\rceil \quad (3.2)$$

Es sind hierin y_{ub} und y_{lb} die zuvor genannte obere bzw. untere Grenze des FGM und η die Anzahl der Teilschichten, aus der sich das FGM zusammensetzen soll. Die Gauß'sche Aufrundungsfunktion $\lceil \cdot \rceil$ definiert die kleinste ganze Zahl, die größer oder gleich dem Element der Funktion ist. Im Fall der geringsten, betrachteten Seitenlänge der Elemente von 0,01 mm in den Bereichen „C“ bis „E“, kann somit ein beispielsweise 1 mm starkes FGM aus maximal $\eta = 100$ Teilschichten modelliert werden, was in der vorliegenden Arbeit als *linear-kontinuierliche* Gradierung betrachtet wird. Mit $1 \leq \eta \ll 100$ kann außerdem untersucht werden, ob ein kontinuierlich gradiertes FGM Vorteile gegenüber einem FGM besitzt, das aus wenigen, diskret abgrenzbaren Teilschichten besteht.

Als Randbedingungen für das FE Modell wurden eine mechanische Lagerung und thermische Lasten gewählt. Die mechanische Randbedingung äußert sich in einer reibungsfreien Lagerung der in Abbildung 3.1 schwarz dargestellten Unterkante der Geometrie. Dieser Lagerungstyp erlaubt horizontales Verschieben, jedoch keine Biegung dieser Kante. Damit wird der hier nicht simulierten, weiteren Struktur des Blanket-Moduls zum Tritium-Brüten Rechnung getragen, die ein Durchbiegen weitestgehend verhindert, thermische Ausdehnungen jedoch zulässt. Als thermische Randbedingungen wurden, wie in Abbildung 3.2 durch den Minimal- und Maximaltemperaturverlauf des Modells skizziert, das homogene

Abkühlen der gesamten, spannungsfreien Geometrie von 700°C (nach BASUKI et al. eine geeignete Diffusionsschweißtemperatur [41]) auf Raumtemperatur und drei anschließende DEMO-relevante Lastzyklen simuliert. Für die Lastzyklen wird eine zyklische Wärmelast von max. 4 MW m^{-2} auf die in Abbildung 3.1 rot dargestellte Oberkante der Geometrie aufgebracht, wodurch die Einheits-Komponente erwärmt wird. Über den simulierten Kühlkanal wird fortwährend Wärme an 200°C heißes Kühlwasser mittels der Definition eines Wärmeübergangskoeffizienten abgegeben. Nach dem Erreichen einer stationären Temperaturverteilung in der Geometrie wird die oben aufgebrachte Wärmelast abgeschaltet, wodurch das gesamte Modell auf 200°C abkühlt, bevor ein zweiter Lastzyklus der gleichen Art folgt.

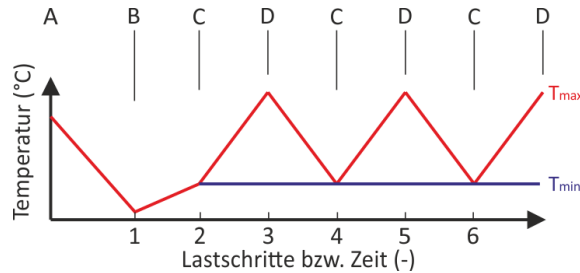


Abbildung 3.2.: Thermischer Lastverlauf im Rahmen der FE Simulation. A: Abkühlen von Diffusionsschweißen auf Raumtemperatur, B: Kühlwasser (200°C) einlassen, C: Wärmebelastung einschalten, D: Wärmebelastung ausschalten.

Während die Gradierung der FGM-Zusammensetzung über der FGM-Höhe linear verläuft, ist dies für die assoziierten Eigenschaften P nicht zwangsläufig der Fall. Die Eigenschaften einer virtuellen RAFM/W-Gradierung werden zwar ebenfalls auf Grundlage der Volumina berechnet, die Wolfram- und die Stahl-Konzentrationen fließen hierbei jedoch nicht allgemein linear in die Interpolation ein, sodass der Verlauf von P über der FGM-Höhe je nach gewähltem Modell der Interpolation nichtlinear sein kann. Entsprechende Interpolationsmodelle werden in den nachfolgenden Kapiteln zur mathematischen Behandlung von Materialeigenschaften und -antworten dargestellt. Die temperaturabhängigen Eigenschaften der Reinmaterialien Wolfram und RAFM-Stahl, die für die Interpolationen verwendet werden, sind in Tabellen 3.1 und 3.2 aufgelistet.

3.2. Berechnung des Temperaturfeldes in gradierten Materialien

Wie in Kapitel 1.3 beschrieben wurde, werden Blanket-Module von DEMO mit bis zu 5 MW m^{-2} belastet. Gleichmaßen werden die Komponenten durch überhitztes Wasser

Tabelle 3.1.: Für die FE Simulation verwendete, temperaturabhängige Eigenschaften von Wolfram [84, 148].

Temp- eratur	E-Modul	Quer- kontrakt- ionszahl	Fließ- spannung	th. Aus- dehnungs- koeffizient	th. Leit- fähig- keit	Wärme- kapazität	Dichte
°C	GPa	-	MPa	10^{-6} K^{-1}	W (mK)^{-1}	J (kgK)^{-1}	g cm^{-3}
20	397,9	0,3	1360,46	4,4	161,53	131,45	19,3
200	397,3	0,3	1154,17	4,4	149,34	135,2	19,3
400	394,5	0,3	947,47	4,4	137,79	139,36	19,3
600	389,5	0,3	746,79	4,4	128,14	143,29	19,3
700	386,2	0,3	681,67	4,4	123,96	145,28	19,3
900	378,0	0,3	531,74	4,4	116,76	149,39	19,3
950	375,6	0,3	497,57	4,4			19,3
1000	373,1	0,3	464,69	4,4	113,7	151,56	19,3
1050	370,4	0,3	433,09	4,4	109,2	152,6	19,3

Tabelle 3.2.: Für die FE Simulation verwendete, temperaturabhängige Eigenschaften des RAFM-Stahls [84, 148].

Temp- eratur	E-Modul	Quer- kontrakt- ionszahl	Fließ- spannung	th. Aus- dehnungs- koeffizient	th. Leit- fähig- keit	Wärme- kapazität	Dichte
°C	GPa	-	MPa	10^{-6} K^{-1}	W (mK)^{-1}	J (kgK)^{-1}	g cm^{-3}
20	217,3	0,3	545,67	12,0	28	472	7,8
200	207,3	0,3	483,62	12,0	30	522	7,8
400	197,1	0,3	446,99	12,0	29	541	7,8
600	177,6	0,3	298,32	12,0	29,7	546	7,8
700	161,0	0,3	134,79	12,0	29,7	549	7,8
900	55,8	0,3	50	12,0	29,7	552	7,8
950	43,9	0,3	36,7	12,0	29,7		7,8
1000	33,8	0,3	29,0	12,0	29,7	553	7,8
1050	30,0	0,3	23,0	12	29,7		7,8

(180-210°C [149]) oder Helium (300°C [150]), das durch Rohrleitungen in den Modulen fließt, gekühlt. Aufgrund dieser Wärmelast-Kühl-Kombination entsteht im Inneren der PFCs ein Temperaturgradient, aus dem ein Wärmetransport hervorgeht, der sich für den stationären Fall mit der Fourier'schen Wärmeleitungsgleichung, Gleichung 3.3, abbilden lässt.

$$\dot{q} = -\lambda \nabla T \quad (3.3)$$

Gleichung 3.3 zufolge ist die Wärmestromdichte $\dot{q}$ dem Temperaturgradienten ∇T entgegen gerichtet und mit der Wärmeleitfähigkeit λ des betrachteten Materials proportional. Für die Untersuchung der Temperaturveränderung bei transienten Lasten ohne interne Wärmequellen (wie bspw. bei gepulst belasteten Blanket-Modulen) kann der vorausgehende Ausdruck um die Materialdichte ρ und die spezifische isobare Wärmekapazität c_p erweitert werden:

$$\dot{T} = \frac{\lambda}{\rho c_p} [\nabla^2 T] \quad (3.4)$$

Mit der Kenntnis entsprechender Temperatur-abhängiger Materialparameter $\rho(T)$, $c_p(T)$ und $\lambda(T)$, deren Berechnung in den folgenden Unterkapiteln beschrieben wird, sowie Anfangs- und Randbedingungen ist das transiente Temperaturfeld über der simulierten Geometrie berechenbar. Als Anfangsbedingung wird die Bauteiltemperatur zu Simulationsbeginn definiert und als Randbedingung die zeitlich veränderliche Wärmelast sowie die konstante, konvektive Kühlung. Die Wärmeabfuhr durch konvektive Kühlung $\dot{q}$ ist nach Newton mit dem Wärmeübergangskoeffizienten k proportional zur Temperaturdifferenz zwischen Bauteilwand T_{Wand} und Fluid T_∞ (Gleichung 3.5).

$$\dot{q} = k(T_W - T_\infty) \quad (3.5)$$

3.2.1. Wärmeübergangskoeffizient

Der Wärmeübergangskoeffizient k ist allgemein abhängig von der Temperatur des Fluids, der Strömungsgeschwindigkeit, der Bauteilgeometrie und dessen Oberfläche. Im vorliegenden Fall wird lediglich die Kühlung mit Wasser betrachtet und dessen Temperatur vereinfacht als konstant 200°C angenommen, was für den zulässigen Temperaturbereich des Kühlwassers (180-210°C [149]) eine hinreichend genaue Näherung ist. Für diese konstante Temperatur, eine Strömungsgeschwindigkeit von 20 m s⁻¹, einen Innendruck von 3,5 MPa und einen variablen Rohrdurchmesser wird mit dem EUPITER Code [151] ein Wärmeübergangskoeffizient berechnet. Die Eingangsparameter für das Kühlmedium wurden hier in Anlehnung an Vorschläge für die Kühlung von Divertor-Komponenten

nach YOU et al. [149] gewählt. Während der Durchmesser des Kühlkanals darüber hinaus für die Berechnung des Wärmeübergangskoeffizienten in Abhängigkeit der simulierten Komponenten-Geometrie angepasst wird, spielen Wasserverwirbelungen und die Rauheit der Oberfläche an dieser Stelle keine Rolle. Letztere wird daher zu konstant 5 μm angenommen. Der somit berechnete Wärmeübergangskoeffizient ergibt sich bei den genannten Parametern und einem Kühlkanal mit bspw. 12 mm Durchmesser zu $128 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$.

3.2.2. Wärmeleitfähigkeit

Aufgrund der volumenbasierten linearen Gradierung der FGM- Zusammensetzung sind die Materialparameter für die Temperaturfeld-Berechnung im Bereich des FGM zu interpolieren. Für die Berechnung der Wärmeleitfähigkeit werden in der Literatur verschiedene Modelle mit unterschiedlicher Komplexität vorgeschlagen, die detailliert von PROGELHOF et al. verglichen wurden [152]. Die geläufigsten Modelle sind demnach das *Serienmodell*, das *Parallelmodell* und das *Modell des geometrischen Mittels*, deren Ergebnisse für die Interpolation der Temperatur-abhängigen thermischen Leitfähigkeit von Wolfram und Stahl bei Raumtemperatur in Abbildung 3.3 dargestellt sind. Das Serienmodell entspricht der linearen Interpolation nach Gleichung 3.1, das Parallelmodell wird nach Gleichung 3.6 berechnet und das Modell des geometrischen Mittels nach Gleichung 3.7.

$$\text{Parallelmodell:} \quad \lambda(V_W, T) = \left(\frac{1 - V_W}{\lambda_{\text{RAFM}}(T)} + \frac{V_W}{\lambda_W(T)} \right)^{-1} \quad (3.6)$$

$$\text{Geometrisches Mittel:} \quad \lambda(V_W, T) = \lambda_W(T)^{V_W} \cdot \lambda_{\text{RAFM}}(T)^{(1-V_W)} \quad (3.7)$$

Zwar sind die hier dargestellten Modelle nicht auf ein explizites Gefüge abgestimmt, das in anderen Modellen durchaus berücksichtigt wird, ein universell eindeutiges Gefüge für RAFM/W-FGMs kann aber ohnehin nicht definiert werden, da dies in hohem Maße von der Herstellungsmethode beeinflusst wird. Des Weiteren unterscheiden sich die Ergebnisse der detaillierteren Modelle von den hier dargestellten zumeist nur leichtgradig, weshalb für die detaillierte Betrachtung dieser auf die Literatur [152] verwiesen sei.

Anhand von Abbildung 3.3 ist zu erkennen, dass die Modelle am stärksten bei einer Wolfram-Konzentration von ca. 65 Vol.-% divergieren. Das Parallelmodell führt in diesem Bereich auf die niedrigste Wärmeleitfähigkeit und wird im Sinne einer konservativen Auslegung für die FE Simulation verwendet.

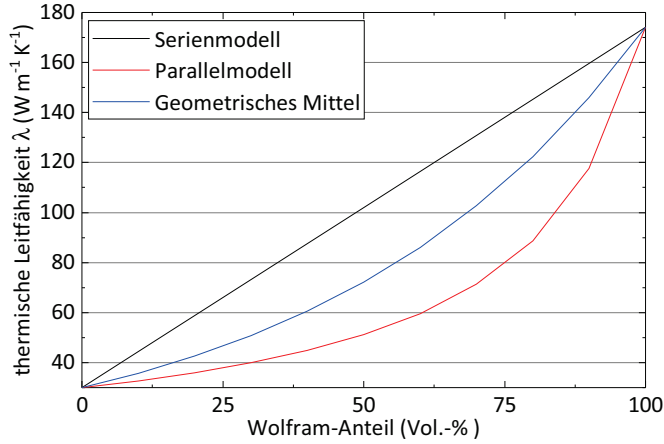


Abbildung 3.3.: Rechnerische Interpolation der thermischen Leitfähigkeit eines FGMs über dem Wolfram-Anteil für Werte bei Raumtemperatur. Gegenübergestellt sind das Serienmodell (Gl. 3.1), das Parallelmodell (Gl. 3.6) sowie das Modell des Geometrischen Mittels (Gl. 3.7).

3.2.3. Dichte

Allgemein ist die Dichte definiert als eine Masse, bezogen auf ein Einheitsvolumen. Für den Fall der Interpolation über der FGM-Höhe ergibt sie sich zu $\rho(V_W) = m(V_W) V^{-1}$. Sie ist somit lediglich vom Verlauf der Masse abhängig, denn bei volumetrisch linearer Gradierung setzt sich das FGM aus beliebig vielen Teilschichten identischer Volumina zusammen, sodass $V \equiv 1$ ist. Damit folgt für den Dichte-Verlauf über der FGM-Höhe

$$\begin{aligned} \rho(V_W) &= \frac{\rho_W \cdot V_W + \rho_{\text{RAFM}} \cdot (1 - V_W)}{V_W + (1 - V_W)} \\ &= V_W \cdot \rho_W + (1 - V_W) \cdot \rho_{\text{RAFM}} . \end{aligned} \quad (3.8)$$

Die Dichte verhält sich also analog zur volumetrischen Gradierung. Ihre Temperaturabhängigkeit wird aufgrund des geringen Einflusses vernachlässigt. Der entsprechende Funktionsgraph ist in Abbildung 3.4 dargestellt.

3.2.4. Spezifische Wärmekapazität

Die isobare, spezifische Wärmekapazität c_p ist definiert als die benötigte Wärmemenge (Energie) $\Delta Q(T)$, die einer bestimmten Masse m eines Stoffes zugeführt werden muss, um dessen Temperatur um den Betrag ΔT zu erhöhen (Gleichung 3.9).

$$c_p(T) = \frac{\Delta Q(T)}{m \cdot \Delta T} \quad (3.9)$$

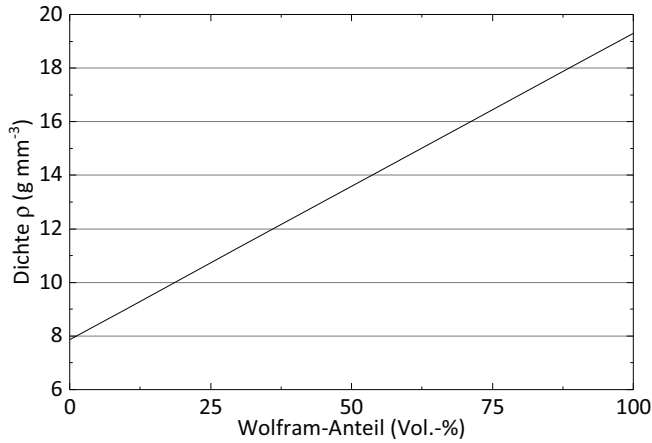


Abbildung 3.4.: Rechnerische Interpolation der Dichte eines FGM über dem Wolfram-Anteil nach Gleichung 3.8. Die Temperaturabhängigkeit der Dichte wird vernachlässigt.

Für ein Komposit, bestehend aus den zwei Konstituenten Wolfram und RAFM-Stahl, kann die Temperatur-abhängige, spezifische Wärmekapazität $c_p(V_W, T)$ unter der Annahme berechnet werden, dass die Gesamtwärme für das Erwärmen des Komposits mit der Masse $m(V_W)$ um den Betrag ΔT der Wärmemenge entspricht, die für das Erwärmen jedes einzelnen Konstituenten um den selben Betrag benötigt wird. Mit dieser Annahme folgt für die spezifische Wärmekapazität des volumetrisch linear gradierten FGM $c_p(V_W, T)$ unter Berücksichtigung von Gleichung 3.9 sowie der Definition der Dichte

$$c_p(V_W, T) = \frac{c_{p,W}(T) \cdot m(V_W) \cdot \Delta T + c_{p,RAFM}(T) \cdot m(V_{RAFM}) \cdot \Delta T}{\Delta T \cdot (m(V_W) + m(V_{RAFM}))} \quad (3.10)$$

$$= \frac{c_{p,W}(T) \cdot \rho_W \cdot V_W + c_{p,RAFM}(T) \cdot \rho_{RAFM} \cdot (1 - V_W)}{\rho_W \cdot V_W + \rho_{RAFM} \cdot (1 - V_W)} \quad (3.11)$$

Der sich hieraus ergebende Verlauf der spezifischen Wärmekapazität ist beispielhaft für Werte bei Raumtemperatur in Abbildung 3.5 dargestellt.

3.3. Berechnung von Dehnungen in gradierten Materialien

Neben den vorausgehenden Beschreibungen der Berechnung von Temperaturfeldern, müssen für die in dieser Arbeit durchgeführten thermo-mechanischen Simulationen die Berechnungen von Spannungen und insbesondere Deformationen erläutert werden.

Allgemein werden Deformationen von kontinuierlichen Körpern durch die Verschiebung

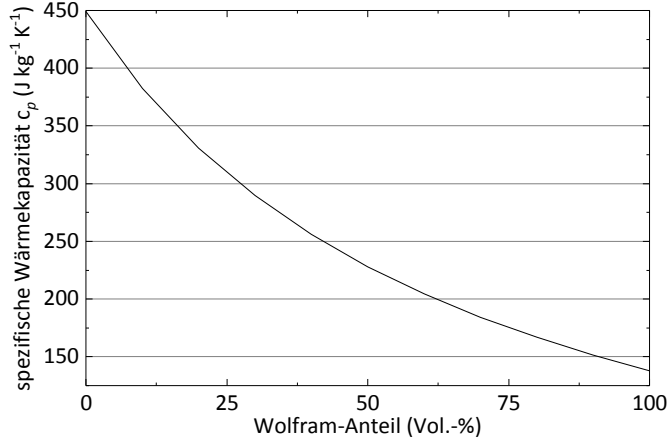


Abbildung 3.5.: Rechnerische Interpolation der spezifischen, isobaren Wärmekapazität eines FGM über dem Wolfram-Anteil für Werte bei Raumtemperatur nach Gleichung 3.11.

materieller Punkte beschrieben. Die Ableitung der Verschiebung nach den Koordinaten führt auf den Verschiebungsgradienten, welcher per Definition das Verhältnis der Momentankonfiguration zur Ausgangskonfiguration abbildet und für kleine Verschiebungen dem Verzerrungstensor ϵ_{ij} (d.h. der Dehnung) entspricht. In FE Simulationen wird eine Gesamtdehnung bzw. -verschiebung immer additiv in kleine Verschiebungen zerlegt und die Gesamtdehnung anhand dieser kleinen Verschiebungen berechnet [153]. Die Ursache für dieses Vorgehen ist, dass der Dehnungen-beschreibende Verzerrungstensor lediglich für kleine Verschiebungen entsprechend Gleichung 3.12 in die zugrundeliegenden Ursachen der Gesamtdehnung additiv aufgegliedert werden darf. Bei den Summanden handelt es sich um die *elastische* ϵ_{ij}^{el} , die *plastische* ϵ_{ij}^{pl} , die *thermische* ϵ_{ij}^{th} und die *Kriechdehnung* ϵ_{cr}^{el} [154].

$$\epsilon_{ij} = \epsilon_{ij}^{el} + \epsilon_{ij}^{pl} + \delta_{ij}\epsilon_{ij}^{th} + \epsilon_{ij}^{cr} \quad (3.12)$$

Das in der Formel enthaltene Kronecker-Delta δ_{ij} ist allgemein $\delta_{ij} = 1$ für $i=j$ und $\delta_{ij} = 0$ für $i \neq j$. Seine Zweckmäßigkeit wird im Abschnitt zur Beschreibung der thermischen Dehnungen erklärt. Da die lineare Beziehung 3.12 lediglich lineares Materialverhalten beschreiben kann, muss ihre differenzielle Formulierung gewählt werden, um reales, nichtlineares Material zu modellieren. Durch diese Formulierung werden lediglich kleine Inkremente der Dehnung beschrieben, die jeweils durch einen schrittweisen Zuwachs der Lasten hervorgerufen werden. Nichtlineare Effekte wie bspw. die Spannungshistorie plastischer Dehnungen und Temperaturabhängigkeiten von Werkstoffparametern können dadurch berücksichtigt werden.

Die Verknüpfung der Dehnung mit der Spannung erfolgt allgemein über das Hook'sche

Gesetz nach Gleichung 3.13. Darin sind σ_{ij} und ϵ_{kl} die Spannungs- bzw. Dehnungstensoren zweiter Stufe und C_{ijkl} der Elastizitätstensor (auch „Steifigkeitstensor“) vierter Stufe.

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \cdot \epsilon_{kl}^{el} \quad (3.13)$$

Für die Verknüpfung von Spannung und Dehnung bei Betrachtung nichtlinearen Materialverhaltens wird die differenzielle Darstellung von Gleichung 3.12 nach der elastischen Dehnungsrate $d\epsilon_{ij}^{el}$ umgestellt und in die ebenfalls differenzielle Form von Gleichung 3.13 überführt. Ausdruck 3.14 stellt den dadurch erlangten allgemeinen, inkrementellen Zusammenhang von Spannung und Dehnung dar [155, 156]. Der hinzugekommene Term $d\epsilon_{kl}^{eT}$ berücksichtigt die Temperaturabhängigkeit von E-Modul und Querkontraktionszahl.

$$d\sigma_{ij} = C_{ijkl} \cdot (d\epsilon_{kl} - d\epsilon_{kl}^{pl} - \delta_{kl} \cdot d\epsilon_{kl}^{th} - d\epsilon_{kl}^{cr} - d\epsilon_{kl}^{eT}) \quad (3.14)$$

Eine an dieser Stelle einzuführende Beschränkung auf die Betrachtung isotroper Materialien vereinfacht die vorausgegangene Beschreibung, weil die 21 unabhängigen Konstanten des Steifigkeitstensors C_{ijkl} somit auf lediglich zwei reduziert werden können [157]. Unter Zuhilfenahme der Lamé-Konstanten $\bar{\lambda}$ und $\bar{\mu}$ sowie des Kronecker-Deltas δ_{ij} wird der Steifigkeitstensor in diesem Fall nach Gleichung 3.15 ausgedrückt.

$$C_{ijkl} = \bar{\lambda} \cdot \delta_{ij} \cdot \delta_{kl} + \bar{\mu} \cdot \delta_{ik} \cdot \delta_{jl} + \bar{\mu} \cdot \delta_{il} \cdot \delta_{jk} \quad (3.15)$$

Mit der weiteren Definition der Lamé-Konstanten durch den E-Modul E und die Querkontraktionszahl ν nach Gln. 3.16 und 3.17 kann der Zusammenhang von Spannung und Dehnung in einem Bauteil auf Grundlage der Ratengleichung 3.14 in einer FE Simulation letztlich allgemein durch die Kenntnis der Randbedingungen sowie der zwei Materialparameter E-Modul E und Querkontraktionszahl ν beschrieben werden. Die Akkumulation aller inkrementeller Dehnungen entspricht der Gesamtdehnung.

$$\bar{\lambda} = \frac{E\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)} \quad (3.16)$$

$$\bar{\mu} = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (3.17)$$

Bei den vorausgehend genannten Randbedingungen kann es sich um Einflüsse verschiedener Ursachen handeln, beispielsweise um thermische oder mechanische Größen. Diesem Umstand kommt Gleichung 3.14 durch die Berücksichtigung verschiedener Glieder des Dehnungstensors nach. Das vorausgehend beschriebene, prinzipielle Vorgehen der Beschreibung von Spannung-Dehnung-Beziehungen im Rahmen von FE Simulationen erfordert daher im Weiteren die Definition der genannten Glieder.

3.3.1. Elastische Dehnungen

Die elastische Dehnungskomponente ϵ_{ij}^{el} steht nach HOOKE entsprechend Gleichung 3.13 direkt mit der Spannung σ_{ij}^{el} in Zusammenhang. Das Gesetz kann in diesem Fall unter Berücksichtigung von Gln. 3.15 - 3.17 umgeschrieben werden zu Gleichung 3.18.

$$\epsilon_{ij}^{el} = \frac{(1 + \nu)\sigma_{ij} - \delta_{ij}\nu\sigma_{kk}}{E} \quad (3.18)$$

Wie bereits zuvor erwähnt, beschreibt ein linearer Zusammenhang wie Gleichung 3.18 ein nichtlineares Materialverhalten unzureichend genau, weshalb mit Gleichung 3.19 die differentielle Form des Ausdrucks betrachtet wird.

$$d\epsilon_{ij}^{el} = \frac{(1 + \nu)d\sigma_{ij} - \delta_{ij}\nu d\sigma_{kk}}{E} - \frac{dE[(1 + \nu)\sigma_{ij} - \delta_{ij}\nu\sigma_{kk}]}{E^2} + \frac{d\nu(\sigma_{ij} - \delta_{ij}\sigma_{kk})}{E} \quad (3.19)$$

Hierin sind lediglich bereits eingeführte Elemente enthalten, die sich direkt aus den äußeren mechanischen Randbedingungen berechnen lassen.

Neben der Berechnung elastischer Dehnungen ist an dieser Stelle der in Gleichung 3.14 eingeführte Subtrahend $-d\epsilon_{kl}^{eT}$ zu beschreiben. In differenzieller Schreibweise wird die temperaturabhängige Nichtlinearität der elastischen Materialparameter E-Modul E und Querkontraktionszahl ν ausgedrückt zu

$$d\epsilon_{ij}^{eT} = \frac{d\nu(\sigma_{ij} - \delta_{ij}\sigma_{kk})}{E} - \frac{dE[(1 + \nu)\sigma_{ij} - \delta_{ij}\nu\sigma_{kk}]}{E^2}. \quad (3.20)$$

Die beiden vorausgehend genannten finalen Gleichungen können für volumetrisch linear gradierte Schichten mit Kenntnis der entsprechend interpolierten Materialparameter E-Modul E und Querkontraktionszahl ν berechnet werden. Während die Querkontraktionszahlen von Wolfram und dem verwendeten Stahl bei Raumtemperatur nur leichtgradig von $\nu = 0,3$ divergieren und deshalb $\nu = 0,3$ über der Gradierung als konstant betrachtet wird, sind für die Interpolation des E-Moduls diverse Modelle, bspw. durch VOIGT, REUSS sowie HALPIN und TSAI, entwickelt worden [158–161]. Wie bereits bei der Interpolation der Wärmeleitfähigkeit λ stellen hierbei das Serienmodell [158] und das Parallelmodell [159] die oberen, bzw. unteren Grenzwerte dar. Die Ergebnisse der auf den E-Modul E angewendeten entsprechenden Gleichungen (Serienmodell: Gl. 3.1, Parallelmodell: Gl. 3.6) sowie das Ergebnis des hier nicht genauer erläuterten Modells nach HALPIN und TSAI [160] sind beispielhaft für Raumtemperatur-Werte in Abbildung 3.6 illustriert. Im Sinne einer konservativen Auslegung der FE Simulation ist das Interpolationsmodell zu wählen, dessen Ergebnis ein steiferes Verhalten der simulierten Materialien erzeugt,

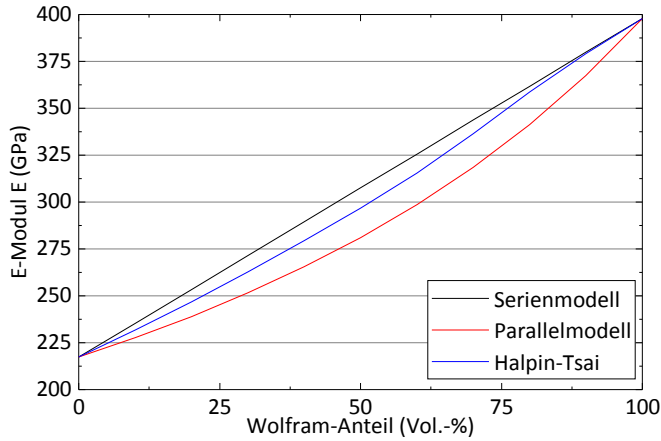


Abbildung 3.6.: Rechnerische Interpolation des E-Moduls eines FGM über dem Wolfram-Anteil für Werte bei Raumtemperatur. Dargestellt sind das Serienmodell (Gl. 3.1), das Parallelmodell (Gl. 3.6) und das Modell nach HALPIN-TSAI (nicht explizit aufgeführt).

weil somit bei gleicher Fließgrenze weniger thermo-mechanische Dehnungen elastisch aufgenommen werden können. Darüber hinaus geht ein höherer E-Modul häufig mit einer geringeren Zähigkeit einher, was ebenfalls einer konservativen Rechnung entspricht. Für die Gradierung des E-Moduls über der FGM-Höhe wird daher das Serienmodell nach Voigt verwendet.

3.3.2. Thermische Dehnungen

Bei einer Temperaturänderung um ΔT treten temperaturinduzierte Dehnungen auf. Da die Schwingungsamplitude von Atomen mit steigender Temperatur richtungsunabhängig zunimmt, dehnen sich isotrope Materialien in alle Richtungen gleichmäßig aus. Scherung, beschrieben durch die deviatorischen Elemente des Spannungstensors, ist daher ausgeschlossen, weshalb für die mathematische Beschreibung thermischer Dehnung das Kronecker-Delta δ_{ij} in der Spannung-Dehnung-Beziehung (Gleichung 3.15) implementiert ist. Die Änderung der thermischen Dehnung ϵ_{ij}^{th} wird mittels des thermischen Ausdehnungskoeffizienten $\alpha(T)$ berechnet, der die erste Temperaturableitung der thermischen Dehnung ϵ^{th} darstellt (Gleichung 3.21).

$$\epsilon_{ij}^{th} = \delta_{ij} \int_{T_{ref}}^T \alpha(T) dT \quad (3.21)$$

Darin sind T die Momentantemperatur und T_{ref} die Referenztemperatur, bei der das System spannungsfrei ist [162]. Es folgt für die Ratengleichung der vorausgehenden Beziehung

$$d\epsilon_{ij}^{th} = \delta_{ij} \alpha(T) dT . \quad (3.22)$$

Wie die Berechnungen in den vorausgehenden Teilkapiteln, erfordert auch die Modellierung der thermischen Dehnungen über dem Gradienten des FGM eine Interpolation der Materialparameter. Nach vorausgehender Gleichung ist dafür lediglich die Kenntnis des thermischen Ausdehnungskoeffizienten α nötig. Für dessen Interpolation existieren neben dem Serienmodell (basierend auf Gleichung 3.1) diverse mathematische Modelle. Die Interpolationen nach TURNER (Gleichung 3.23) und KERNER (Gleichung 3.24) sind nachfolgend aufgeführt, sowie zusammen mit dem Serienmodell in Abbildung 3.7 für Ausdehnungen zwischen Raumtemperatur und 400°C dargestellt.

$$\text{TURNER-Modell: } \alpha(V_W, T) = \frac{\alpha_W(T)V_W K_W(T) + \alpha_{\text{RAFM}}(T)(1 - V_W)K_{\text{RAFM}}(T)}{V_W K_W(T) + (1 - V_W)K_{\text{RAFM}}(T)} \quad (3.23)$$

$$\text{KERNER-Modell: } \alpha(V_W, T) = \frac{\frac{\alpha_W(T)V_W K_W(T)}{3K_W(T) + 4\mu_W} + \frac{\alpha_{\text{RAFM}}(T)(1 - V_W)K_{\text{RAFM}}(T)}{3K_{\text{RAFM}}(T) + 4\mu_W}}{\frac{V_W K_W(T)}{3K_W(T) + 4\mu_W} + \frac{(1 - V_W)K_{\text{RAFM}}(T)}{3K_{\text{RAFM}}(T) + 4\mu_W}} \quad (3.24)$$

In den Gleichungen 3.23 und 3.24 sind $\alpha_{\text{RAFM}}(T)$ und $\alpha_W(T)$ die Temperatur-abhängigen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des RAFM-Stahls und von Wolfram, V_W ist die Volumenfraktion des Wolframs, $K_{\text{RAFM}}(T)$ und $K_W(T)$ die Temperatur-abhängigen Kompressionsmoduli von Stahl und Wolfram, die näherungsweise den E-Moduli $E_{\text{RAFM}}(T)$ und $E_W(T)$ entsprechen, sowie μ_W der Schubmodul von Wolfram, der mithilfe der Querkontraktionszahl ν nach Gleichung 3.17 zu berechnen ist.

Für eine konservative Auslegung der FE Simulation ist das Modell zu wählen, dessen zweites Differenzial nach der Volumenfraktion Vol.-% Wolfram bei einem beliebigen Wert besonders groß wird, weil dies auf eine spontane Änderung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten über der Gradierung hinweist. Dies würde zu thermisch lokalisierten Dehnungen und möglichen Schädigungen über der FGM-Höhe führen, welche mit der Verwendung des FGM explizit vermieden werden sollen. Da eine starke Änderung des

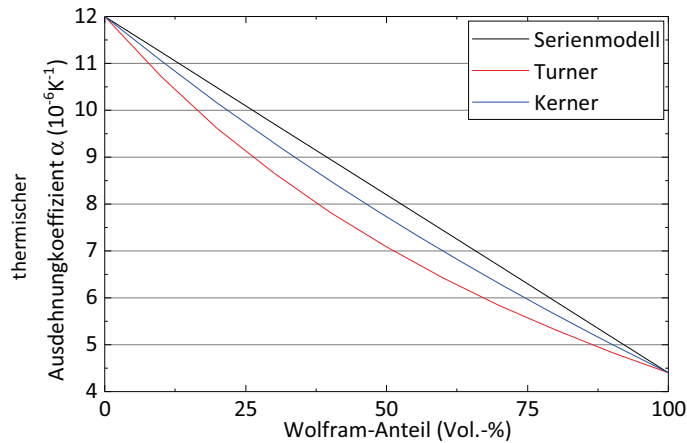


Abbildung 3.7.: Rechnerische Interpolation des thermischen Ausdehnungskoeffizienten eines FGM über dem Wolfram-Anteil für Werte bei Raumtemperatur. Dargestellt sind das Serienmodell (Gl. 3.1), das Modell nach TURNER (Gl. 3.23) und das Modell nach KERNER (Gl. 3.24).

thermischen Ausdehnungskoeffizienten α für keines der aufgezeigten Modelle eintritt, wird näherungsweise das Serienmodell für die Durchführung der FE Simulationen verwendet.

3.3.3. Plastische Dehnungen

In realen Materialien ist die Dehnung bis zu einer bestimmten Grenze elastischer Natur. Nach dem Überschreiten einer kritischen Spannung tritt in duktilen Materialien plastisches Fließen hinzu, das durch eine irreversible Deformation des Materials gekennzeichnet ist. Mathematisch wird das zeitunabhängige, plastische Materialverhalten durch Kombination einer *Fließbedingung*, einer *Fließregel* und eines *Verfestigungsgesetzes* beschrieben, die im Folgenden definiert werden.

Fließbedingung

Die Fließbedingung bestimmt die Spannung, ab der die elastische Dehnung gesättigt ist und plastisches Fließen einsetzt. Bedingungen für das Überschreiten der elastischen Dehngrenze wurden für verschiedenes Materialverhalten in diversen Arbeiten hergeleitet [163–165]. Ihnen allen ist gemein, für die Bemessung der elastischen Dehngrenze eine virtuelle, einachsige Vergleichsspannung σ_v einzuführen, die einer realen multiaxialen Belastung gleichwertig ist. Überschreitet diese einen materialspezifischen Grenzwert, fließt das Material oder es bricht spröde.

Häufig wird für die Berechnung des Einsetzens von plastischem Fließen die Fließbedingung nach VON MISES verwendet, weil diese für einen weiten Bereich duktilen bis spröden

Materialverhaltens angemessen ist. Die Materialien sind dafür als isotrop zu betrachten. Für sehr duktile Medien wird das TRESCAsche Fließgesetz (Schubspannung-induziertes Plastifizieren [164]) verwendet, für spröde Medien das RANKINESche Versagensmodell (Normalspannung-induzierter Spröddruch [165]). Die in dieser Arbeit durchgeführten FE-Simulationen basieren aufgrund des angenommenen, weitgefächerten Materialverhaltens von FGMs auf der Fließbedingung nach VON MISES. Es setzt demnach Plastifizierung ein, wenn die Fließfunktion Φ nach Gleichung 3.25 erfüllt ist, d.h. wenn die fiktive Vergleichsspannung σ_v die materialspezifische Fließspannung σ_F erreicht.

$$\Phi(\sigma_{ij}, V_W, T, \epsilon_{eq}^{pl}) = 0 = \sigma_v - \sigma_F(V_W, T, \epsilon_{eq}^{pl}) \quad (3.25)$$

Die Fließbedingung Φ steht in Abhängigkeit von der Spannung σ_{ij} , der Temperatur T , dem Volumenanteil von Wolfram im FGM V_W und von möglichen vorausgegangenen plastischen Verformungen ϵ_{eq}^{pl} . Die in Gleichung 3.25 enthaltene Fließgrenze σ_F ist nicht konstant, sondern wird mittels der Betrachtung von Verfestigungsmodellen dargestellt, insbesondere weil auch sie von der Plastifizierungs-Verhangenheit ϵ_{eq}^{pl} abhängt (s.u.). Die Vergleichsspannung σ_v wird nach VON MISES durch den Deviatoranteil s_{ij} des Spannungstensors σ_{ij} entsprechend Ausdruck 3.26 berechnet. Der Deviatoranteil wiederum entspricht der Spur des Spannungstensors und berechnet sich nach Gleichung 3.27. Der hydrostatische Anteil des Spannungstensors bleibt also unberücksichtigt.

$$\sigma_v = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij} s_{ji}} \text{ , mit} \quad (3.26)$$

$$s_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3} \sigma_{kk} \delta_{ij} \quad (3.27)$$

Abbildung 3.8 stellt die Fließbedingung bei konstanter Temperatur, Zusammensetzung und ohne vorausgehende plastische Verformungen in Abhängigkeit von der Spannung σ_{ij} grafisch dar. Für alle Spannungs-kombinationen innerhalb des Zylinders liegt elastische Verformung vor und es gilt $\Phi < 0$. Alle Punkte auf der Oberfläche des Zylinders führen zu plastischem Fließen ($\Phi = 0$), weshalb die Oberfläche in der Literatur auch Fließfläche genannt wird. Kombinationen außerhalb des Zylinders sind entsprechend der Plastizitätstheorie unzulässig.

Verfestigung

Ist die Fließbedingung nach Gleichung 3.25 erfüllt, führt die plastische Dehnung zu einer *Verfestigung* des Materials, sodass dessen Fließspannung $\sigma_F(V_W, T, \epsilon_{eq}^{pl})$ ansteigt. Dies ist im klassischen Spannung-Dehnung-Verlauf des einachsigen Zugversuchs durch eine Steigung der Kurve zu beobachten. Um diesen Effekt mathematisch zu erfassen, sind in der Vergangenheit verschiedene Verfestigungsmodelle vorgeschlagen worden, die zwei

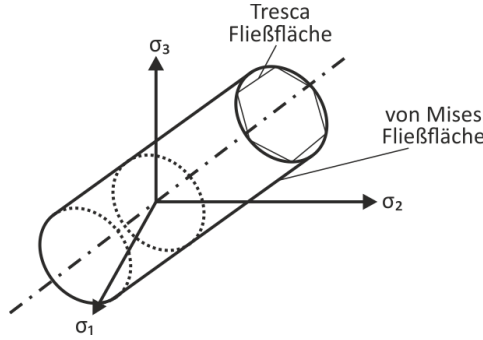


Abbildung 3.8.: Graphische Darstellung der Fließbedingung nach VON MISES. Alle Spannungscombinationen innerhalb des Zylinders führen zu elastischer Dehnung, alle Combinationen, die auf die Zylinderoberfläche führen, zu Plastifizierung. Combinationen, die über die Fließfläche hinausgehen sind nicht gestattet und werden durch eine Vergrößerung des Zylinders berücksichtigt.

grundlegenden Ansätzen zuzuordnen sind: Die *isotrope Verfestigung* nimmt eine richtungsunabhängige Verfestigung an, die mit Bezug auf Abbildung 3.8 eine Vergrößerung des Zylinderradius zur Folge hat. Allgemein wird dieses Modell für große Verformungen verwendet. Die *kinematische Verfestigung* hingegen berücksichtigt eine Richtungsabhängigkeit der Verformung und ist für kleine, insbesondere zyklische Belastungen angemessen. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wird das Modell der isotropen Verfestigung verwendet, weil die Berechnung nicht auf lediglich kleine Verformungen reduziert sein soll. Richtungsabhängige Einflüsse, wie der BAUSCHINGER-Effekt werden daher nicht erfasst. Verschiedene Ausarbeitungen für die Veränderung der Fließspannung σ_F aufgrund von isotroper Verfestigung sind bspw. durch ODQVIST, HOLLOMON, LUDWIK sowie VOCE vorgeschlagen worden, die sich hinsichtlich Komplexität und Genauigkeit unterscheiden [166, 167]. Das einfachste Modell, das über idealplastisches Verhalten hinaus geht, wurde durch ODQVIST eingeführt. Während dieses Verfestigung als lineare Zunahme der Spannung-Dehnung-Beziehung beschreibt, Gleichung 3.28, interpretieren HOLLOMON, LUDWIK und VOCE die Verfestigung mit Hilfe von Potenzansätzen [166, 167].

$$\sigma_F(T, V_W, \epsilon_{eq}^{pl}) = \sigma_Y(T, V_W) + h(T, V_W) \cdot \epsilon_{eq}^{pl} \quad (3.28)$$

Nach vorausgehender linearer Gleichung ist die Fließspannung σ_F zu berechnen als Summe der initialen Fließspannung σ_Y des unverformten Materials und dem Produkt $h\epsilon_{eq}^{pl}$. Das Produkt setzt sich zusammen aus dem *Verfestigungsmodul* h , der die Verfestigung eines Materials und somit die Geradensteigung des gewählten linearen Modells beschreibt, und der *äquivalenten plastischen Dehnung* ϵ_{eq}^{pl} .

Die äquivalente plastische Dehnung entspricht der über die Zeit integrierten äquivalenten plastischen Dehnrate nach VON MISES. Im eindimensionalen Zugversuch ist sie gleich der totalen plastischen Dehnung ϵ^{pl} , im komplexeren dreidimensionalen Fall wird sie aus Gleichung 3.29 berechnet.

$$\epsilon_{eq}^{pl} = \int d\epsilon^{pl} dt = \int \sqrt{\frac{2}{3}} \cdot d\epsilon_{ij}^{pl} \cdot d\epsilon_{ij}^{pl} dt \quad (3.29)$$

Mit der äquivalenten plastischen Dehnung kann ein eindimensionaler Wert ermittelt werden, der einer mehrdimensionalen plastischen Dehnung entspricht, was sinngemäß der zuvor eingeführten Vergleichsspannung für mehrdimensionale elastische Spannungen gleicht [155]. Der Verfestigungsmodul $h(V_W, T)$ korreliert mit der Steigung der Spannung-Dehnung-Kurve oberhalb des elastischen Bereichs. Lediglich im gewählten, einfachen Modell nach ODQVIST entspricht h direkt der Steigung. Für die Berechnung von FE Modellen unter Berücksichtigung von Verfestigung ist neben den elastischen Konstanten die initiale Fließspannung σ_Y und der Verfestigungsmodul $h(V_W, T)$ als Parameter einzugeben.

Für die Modellierung des linear gradierten FGM sind die vorausgehend genannten Parameter σ_Y und h über dem FGM zu interpolieren. Hinsichtlich der Fließgrenze σ_Y ist wie bei mehrphasigen Stählen anzunehmen, dass bei einer unbestimmten RAFM/W-Zusammensetzung lokal Mikroplastizität in der weicheren Phase (hier: RAFM-Stahl) auftritt während die linear interpolierte Fließgrenze des Komposits noch nicht erreicht ist (vgl. Kapitel 2.2). Um dieser Nichtlinearität nachzukommen, sind diverse angepasste Interpolationen vorgeschlagen worden [168–170]. Zwar wurden diese für ferritisch-martensitische Dualphasen-Stähle entwickelt, aufgrund der theoretischen Herleitung kann jedoch ebenfalls eine Anwendbarkeit für den vorliegenden Fall eines um Wolfram erweiterten Komposits sinnvoll erscheinen [168]. Nach PETIT-GROSTABUSSAT kann die Gesamt-Fließgrenze eines Komposits damit entsprechend Gleichung 3.30 berechnet werden. Darin beschreibt $\sigma_Y(V_W)$ die Gesamt-Fließgrenze eines Komposits in Abhängigkeit vom Wolfram-Anteil V_W sowie σ_y die Fließgrenzen der Materialien Wolfram und RAFM-Stahl. Das entsprechende Ergebnis für die Interpolation von Raumtemperatur-Werten ist gemeinsam mit dem linearen Modell in Abbildung 3.9 illustriert. Hieran ist gut zu erkennen, dass die Interpolation nach PETIT-GROSTABUSSAT zu einer Herabsetzung der Fließgrenze unterhalb die des reinen RAFM-Stahls für Wolfram-Gehalte <40 Vol.-% W führt. Es ist nicht auszuschließen, dass die Kerbwirkung des festeren Wolfram zu einer lokalen Spannungsüberhöhung im Stahl führt, wodurch letzterer bei makroskopischer Betrachtung der Spannungen unterhalb seiner eigentlichen Fließgrenze plastifiziert. Andererseits ist der exakte Verlauf der Kurve mit einem globalen Minimum der Fließspannung bei 20 Vol.-% W nicht verifizierbar. Allgemein werden MMCs außerdem vor dem Hinter-

grund einer Festigkeits-Steigerung entwickelt, dem das Modell widerspricht. Es scheint daher für den vorliegenden Fall nicht geeignet zu sein, weshalb die Berechnungen mittels der linearen Interpolation durchgeführt werden.

$$\sigma_Y(V_W) = \sigma_{Y,RAFM}(T, \epsilon_{eq}^{pl}) \cdot (1 - V_W) + \sigma_{Y,W}(T, \epsilon_{eq}^{pl}) \cdot V_W^2 \quad (3.30)$$

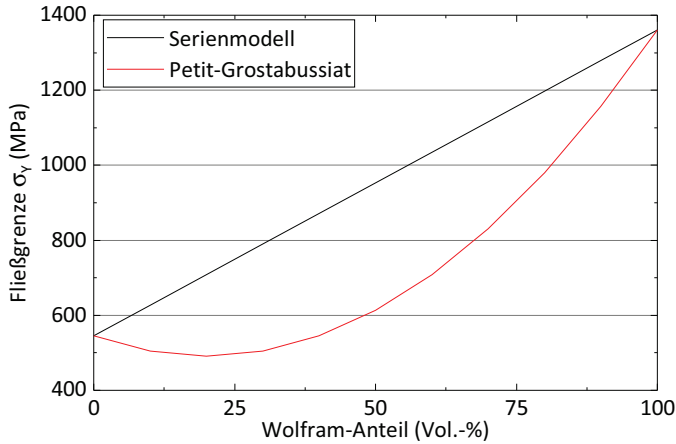


Abbildung 3.9.: Rechnerische Interpolation der Fließgrenze eines FGM über dem Wolfram-Anteil für Werte bei Raumtemperatur. Dargestellt sind das Serienmodell (Gl. 3.1) und das Modell nach PETIT-GROSTABUSSIAT (Gl. 3.30).

Hinsichtlich der Interpolation des Verfestigungsmoduls h ist zunächst das verwendete Modell nach ODQVIST zu betrachten. Wegen dessen linearer Natur existieren keine Grenzen für die Verfestigung, d.h. bei steigender Spannung nimmt die plastische Deformation innerhalb der modellierten Kachel stetig zu, jedoch ohne dabei Schädigung hervorzurufen. Wie den Spannung-Dehnung-Kurven von Wolfram und Stahl aus dem einachsigen Zugversuch zu entnehmen ist, entspricht dieses Modell nicht der Realität, nach der ein Versagen speziell von Wolfram bei bereits geringer plastischer Dehnung zu erwarten ist. Des Weiteren ist der Verfestigungsmodul von Wolfram h_W deutlich größer als der des Stahls h_{RAFM} , was bei einer linearen Interpolation für die Beschreibung der Komposit-Verfestigung $h(V_W, T)$ zu einer starken Verfestigung bis hin zu großen Dehnungen führt und somit die tatsächlich ertragbare Spannung (Stahl-seitig) und Dehnung (Wolfram-seitig) überschätzt. Aufgrund dieser Unsicherheit wird eine Verfestigung im Rahmen der in dieser Arbeit durchgeführten Simulationen nicht berücksichtigt. Somit ist $h(V_W) \equiv 1$ konstant über der Gradierung des FGM, was dem ideal-plastischen Materialverhalten entspricht. Die sich hiermit ergebenden, plastischen Vergleichsdehnungen werden zur Bewertung der Schädigung der simulierten Einheits-Komponente herangezogen. Es wird

daher im Folgenden die allgemeine Berechnung dieser Größe beschrieben.

Fließregel

Der Zusammenhang von Spannung und inkrementellen, plastischen Dehnungszuwächsen wird unter Zuhilfenahme der Fließregel beschrieben. Diese besagt, dass die plastischen Dehnungsinkremente $d\epsilon_{ij}^{pl}$ durch Bildung der Gradienten der skalaren Fließbedingung Φ berechnet werden können (Gleichung 3.31) [155].

$$d\epsilon_{ij}^{pl} = d\lambda \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} \quad (3.31)$$

Während der darin enthaltene *plastische Multiplikator* $d\lambda$ den Umfang plastischer Dehnung pro Zeit- bzw. Lastinkrement beschreibt (und von der Last abhängt), indiziert der Gradient der Fließbedingung Φ die Richtung der plastischen Dehnung bzgl. der Fließfläche. Für den hier dargestellten Fall wird eine *asoziierte Fließregel* angenommen, d.h. der Gradient der Fließbedingung $\partial \Phi \cdot \sigma_{ij}^{-1}$ steht senkrecht auf der Fließfläche. Für den expliziten Zusammenhang von Spannung und plastischem Dehnungszuwachs müssen der plastische Multiplikator sowie der Gradient der Fließbedingung bestimmt werden, was im Rahmen dieser Arbeit wie folgt beschrieben geschieht.

Unter Berücksichtigung von Gleichung 3.29 ergibt sich der äquivalente plastische Dehnungszuwachs $d\epsilon_{eq}^{pl}$ mit Gleichung 3.31 zu

$$d\epsilon_{eq}^{pl} = d\lambda \sqrt{\frac{2}{3} \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}}} \quad (3.32)$$

Da die Fließbedingung inkrementell zu allen Zeitpunkten erfüllt sein soll, muss die Konsistenzbedingung erfüllt sein, d.h. außer der Fließbedingung $\Phi = 0$ (Gleichung 3.25) muss ebenfalls $d\Phi = 0$ gelten (Gleichung 3.33).

$$d\Phi(\sigma_{ij}, V_W, T, \epsilon^{pl}) = \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} d\sigma_{ij} + \frac{\partial \Phi}{\partial T} dT + \frac{\partial \Phi}{\partial V_W} dV_W + \frac{\partial \Phi}{\partial \epsilon_{eq}^{pl}} d\epsilon_{eq}^{pl} = 0 \quad (3.33)$$

Unter Berücksichtigung der Gleichung 3.14 ergibt sich daraus

$$\begin{aligned} \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} C_{ijkl} \cdot (d\epsilon_{kl} - d\epsilon_{kl}^{pl} - \delta_{kl} \cdot d\epsilon_{kl}^{th} - d\epsilon_{kl}^{cr} - d\epsilon_{kl}^{eT}) \\ + \frac{\partial \Phi}{\partial T} dT + \frac{\partial \Phi}{\partial V_W} dV_W + h(V_W, T) \epsilon_{eq}^{pl} = 0 \end{aligned} \quad (3.34)$$

Ausgehend von der Konsistenzbedingung in der vorausgehenden Form 3.34 kann nun unter Berücksichtigung der Gleichungen 3.32 und 3.31 der plastische Multiplikator $d\lambda$

ermittelt werden:

$$d\lambda = \frac{\frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} C_{ijkl} (d\epsilon_{kl} - \delta_{kl} \cdot d\epsilon_{kl}^{th} - d\epsilon_{kl}^{cr} - d\epsilon_{kl}^{eT}) + \frac{\partial \Phi}{\partial T} dT + \frac{\partial \Phi}{\partial V_W} dV_W}{\frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} C_{ijkl} \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{kl}} + h(V_W, T) \sqrt{\frac{2}{3} \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}}}} \quad (3.35)$$

Mit diesem Ausdruck und der Fließregel nach Gleichung 3.31 berechnet sich das plastische Dehnungsinkrement $d\epsilon_{ij}^{pl}$ in Abhängigkeit aller Spannungskomponenten $d\epsilon_{kl}$, der von Mises-Fließregel Φ , des Volumenanteils Wolfram V_W und des Verfestigungsmoduls h im Rahmen der FE Simulation schließlich zu

$$d\epsilon_{ij}^{pl} = \frac{\frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} C_{ijkl} (d\epsilon_{kl} - \delta_{kl} \cdot d\epsilon_{kl}^{th} - d\epsilon_{kl}^{cr} - d\epsilon_{kl}^{eT}) + \frac{\partial \Phi}{\partial T} dT + \frac{\partial \Phi}{\partial V_W} dV_W}{\frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} C_{ijkl} \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{kl}} + h(V_W, T) \sqrt{\frac{2}{3} \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}}}} \frac{\partial \Phi}{\partial \sigma_{ij}} \quad (3.36)$$

Bei bekannten Randbedingungen in Form thermo-mechanischer Belastung des Modells über die entsprechenden Knoten ist die plastische Dehnung nach vorausgehender Gleichung vollständig durch elastische und plastische Materialparameter unter Berücksichtigung der Temperaturabhängigkeit beschreibbar. Die mathematische Behandlung des Kriechens wird ebenso wie der variable Verfestigungsmodul h der Vollständigkeit halber mit aufgeführt, jedoch für die Berechnungen in dieser Arbeit nicht einbezogen.

3.4. Nicht berücksichtigte Charakteristika des FE Modells

Die in dieser Arbeit durchgeführten FE Simulationen sollen trotz konservativer Betrachtung ein möglichst reales Verhalten der FGMs abbilden. Dennoch kann es sich dabei lediglich um eine erste Näherung handeln, weil wichtige Charakteristika nicht berücksichtigt werden können. Die Implementierung der Effekte

1. Plastizitätsbedingte Verfestigung
2. α - γ -Umwandlung des RAFM-Stahls bei ca. 910°C,
3. Kriechdehnung,
4. Verlust plastischer Dehnung durch Erholung oder Rekristallisation
5. Neutronenschädigung und
6. Thermoshock-Belastung durch Plasmainstabilitäten

ist insbesondere bei gradierten Kompositen kompliziert und wurde in dieser Arbeit nicht durchgeführt. Darüber hinaus können die aufgezeigten Modelle für die Interpolation der

Kompositeigenschaften über der Gradierung lediglich näherungsweise als korrekt betrachtet werden, weil die Mikrostruktur des FGMs unbestimmt ist und somit unberücksichtigt bleiben muss.

4. Schichtherstellung und Charakterisierung

4.1. Schichtherstellung

In der vorliegenden Arbeit soll die Eignung von FGMs als thermo-mechanisch vorteilhafte Zwischenschicht in PFCs untersucht werden. Um dies umfassend ermöglichen zu können, wurden Composite und FGMs mit verschiedenen Verfahren hergestellt. Während die Grundlagen hierzu in Kapitel 2.3 genannt werden, wird im Folgenden die jeweilige explizite Durchführung beschrieben.

4.1.1. Magnetron Sputtering

Das Magnetron Sputtering wurde an einem UHV Magnetron Sputtering System der Firma PREVAC durchgeführt, das speziell für eine reproduzierbare Dünnschichtherstellung im Labormaßstab konzipiert wurde. Das System besitzt vier Magnetrons, die mit unterschiedlichen Targets ($\varnothing = 7,5$ cm) ausgestattet werden können. Für die vorliegenden Untersuchungen wurden lediglich zwei Magnetrons verwendet, die mit einem Eisen-Target (Reinheit >99,95 %, Dicke 1 mm) bzw. mit einem Wolfram-Target (Reinheit >99,95 %, Dicke 6,4 mm) bestückt wurden. Jedes Target wird von einem ca. 6 cm in die Vakuumkammer reichenden Rohrstück (engl. „chimney“) umgeben, das eine gegenseitige Verunreinigung der Targets minimieren soll. Der mit $60^\circ \text{ min}^{-1}$ rotierende Substratträger ($\varnothing = 20$ cm) befindet sich in der verwendeten Konfiguration in einem Abstand von ca. 30 cm unter den Targets. Die ca. 115 l große Vakuumkammer kann auf $< 2 \cdot 10^{-9}$ mbar evakuiert werden, wurde im Rahmen der durchgeführten Experimente erfahrungsbedingt jedoch lediglich auf $< 1 \cdot 10^{-5}$ mbar evakuiert, mit Argon auf $< 1 \cdot 10^{-3}$ mbar geflutet und erneut auf $< 1 \cdot 10^{-5}$ mbar evakuiert, bevor das Argonplasma gezündet wurde. Die Möglichkeit, den Substrathalter aktiv zu heizen, ist nicht verwendet worden.

Bei den zu beschichtenden Substraten handelte es sich um $16 \times 16 \times 3$ mm³ große Wolframproben, von denen jeweils eine flache Oberseite mit Schleifpapier der Körnung P360 bis P2500 geschliffen und anschließend über vier Stufen, abschließend mit OPS, poliert wurde. Die präparierten Proben wurden im Ethanol-Ultraschallbad gereinigt und abschließend

mit Isopropanol abgespült bevor sie kreisförmig auf dem Substrathalter des Magnetron Sputter Systems angeordneten wurden. Nach der beschriebenen Evakuierungsprozedur sind die Oberflächen der Substrate durch ein-minütigen Plasmabeschuss gereinigt worden, indem am Substrathalter ein negatives elektrisches Potenzial angelegt und eine Leistung von 100 W eingestellt wurde.

Für die Beschichtung der Substrate wurde der Substrathalter neutral geschaltet und das negative Potenzial an den Magnetrons angelegt. Zunächst wurde eine Parameterstudie hinsichtlich der Depositionsraten R beider Materialien über der an den Magnetrons angelegten Leistung P durchgeführt. Dafür wurden beide Materialien getrennt von einander bei verschiedenen Leistungen für jeweils eine Stunde auf SiO_2 -Glassubstrate abgeschieden. Die Depositionsraten R_{W} und R_{Fe} wurden sowohl mittels der integrierten Quarzkristall-Mikrowaage als auch durch Messen der Schichtdicke mit einem Profilometer ermittelt. Die Ergebnisse dieser Vorversuche sind in Tabelle 4.1 aufgelistet und die sich ergebenden Zusammenhänge zwischen Depositionsrate R und Magnetron-Leistung P in Tabelle 4.2.

Tabelle 4.1.: Depositionsraten des Magnetron Sputtering für Wolfram und Eisen bei unterschiedlichen Magnetron-Leistungen. Die Raten R wurden mittels Quarzkristall-Mikrowaage (QMB) und Profilometrie ermittelt.

Leistung (W)		50	100	150	200	250	300	350	400	450	500
R_{W} ($\mu\text{m}/\text{h}$)	QMB	0,11	0,18	0,29	0,36	0,47	0,54	0,65	0,72	0,83	0,90
	Profilo		0,34				1,00				1,44
R_{Fe} ($\mu\text{m}/\text{h}$)	QMB	0,14	0,32	0,50	0,72	0,94	1,19				
	Profilo		0,15		0,51		0,82				

Tabelle 4.2.: Mathematischer Zusammenhang der Depositionsraten R und Magnetron-Leistung P für Eisen und Wolfram in $\mu\text{m h}^{-1}$ auf Grundlage der unterschiedlichen Messmethoden.

Messmethode	QMB	Profilometer
Wolfram	$R_{\text{W,QMB}} = 0,0018 \cdot P_{\text{W}}$	$R_{\text{W,Profilo}} = 0,003 \cdot P_{\text{W}}$
Eisen	$R_{\text{Fe,QMB}} = 0,0037 \cdot P_{\text{Fe}}$	$R_{\text{Fe,Profilo}} = 0,0026 \cdot P_{\text{Fe}}$

Mit den mathematischen Zusammenhängen von Depositionsrate und Leistung aus Tabelle 4.2 sowie dem folgenden Gleichungssatz ist es generell möglich, die benötigte Leistung der jeweiligen Magnetrons für eine gewünschte, stöchiometrische Materialkombination

und Schichtdicke zu berechnen.

$$\text{Masseanteil } X_{\text{Fe}}: \quad X_{\text{Fe}} = \frac{m_{\text{Fe}}}{m_{\text{W}} + m_{\text{Fe}}} \quad (4.1)$$

$$\text{Masseanteil } X_{\text{W}}: \quad X_{\text{W}} = 1 - X_{\text{Fe}} = \frac{m_{\text{W}}}{m_{\text{W}} + m_{\text{Fe}}} \quad (4.2)$$

$$\text{Gesamtdicke } d: \quad d = d_{\text{Fe}} + d_{\text{W}} \quad (4.3)$$

$$\text{Masse Fe:} \quad m_{\text{Fe}} = \rho_{\text{Fe}} V_{\text{Fe}} = \rho_{\text{Fe}} \cdot A \cdot d_{\text{Fe}} \quad (4.4)$$

$$\text{Masse W:} \quad m_{\text{W}} = \rho_{\text{W}} V_{\text{W}} = \rho_{\text{W}} \cdot A \cdot d_{\text{W}} \quad (4.5)$$

jeweils benötigte,

relative Depositionsraten r :

$$\longrightarrow \text{W:} \quad r_{\text{W}} = \frac{X_{\text{W}} \rho_{\text{Fe}}}{X_{\text{Fe}} \rho_{\text{W}} + X_{\text{W}} \rho_{\text{Fe}}} R \quad (4.6)$$

$$\longrightarrow \text{Fe:} \quad r_{\text{Fe}} = \frac{X_{\text{Fe}} \rho_{\text{W}}}{X_{\text{Fe}} \rho_{\text{W}} + X_{\text{W}} \rho_{\text{Fe}}} R \quad (4.7)$$

Für ein Komposit, das zu 50 At.-% Fe und 50 At.-% W bestehen soll, ergibt sich mit den jeweiligen Atommassen $A_{\text{u,Fe}} = 55,85 \text{ u}$ und $A_{\text{u,W}} = 183,84 \text{ u}$ eine Masse-bezogene Zusammensetzung von 23,3 Gew.-% Fe und 76,7 Gew.-% W. Hiermit, sowie mit den Dichten $\rho_{\text{Fe}} = 7,87 \text{ g cm}^{-3}$ und $\rho_{\text{W}} = 19,25 \text{ g cm}^{-3}$ können die Gleichungen 4.6 und 4.7 vereinfacht werden zu

$$r_{\text{W}} = 0,574 R \quad (4.8)$$

$$r_{\text{Fe}} = 0,426 R . \quad (4.9)$$

Durch jeweiliges Gleichsetzen der benötigten, relativen Depositionsraten r_{W} und r_{Fe} mit den tatsächlichen, leistungsabhängigen Depositionsraten R_{W} und R_{Fe} aus Tabelle 4.2 und Einsetzen einer gewünschten Gesamtdepositionsrate R ergeben sich schließlich die an den Magnetrons anzulegenden Leistungen. Beispielsweise werden für eine Gesamtdepositionsrate von $R = 1 \text{ } \mu\text{m h}^{-1}$ auf Grundlage von Profilometrie-Messungen Leistungen von $P_{\text{W,Profilo}} = 190,6 \text{ W}$ bzw. $P_{\text{Fe,Profilo}} = 164,6 \text{ W}$ benötigt. Die mittels Quarzkristall-Mikrowaage ermittelten Depositionsraten führen zu benötigten Leistungen von $P_{\text{W,QMB}} = 315,2 \text{ W}$ und $P_{\text{Fe,QMB}} = 114,36 \text{ W}$.

Die auf Grundlage der beiden Methoden zur Depositionsraten-Bestimmung berechneten Leistungen divergieren offensichtlich stark. In der Praxis führt lt. energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) keiner der beiden Parametersätze zur Deposition einer Schicht, die zu gleichen atomaren Anteilen aus Wolfram und aus Eisen besteht. Ursache hierfür könnte die Plasmadynamik sein. Ist lediglich ein Magnetron aktiv, wie bei der Bestimmung der Depositionsraten von reinem Eisen bzw. Wolfram, verhalten sich Ionen und Neutralteilchen möglicherweise anders, als beim simultanen Betrieb von zwei

Magnetrons für die Herstellung von Kompositen. Für die Abscheidung von Kompositen mit exakten Zusammensetzungen wurden Leistungs-Parametersätze deshalb durch iteratives Anpassen der Leistungen und Messen der Schichtzusammensetzung ermittelt. Die entsprechenden finalen Parameter sind Tabelle 4.3 zu entnehmen.

Tabelle 4.3.: Gewählte Leistungen für die Herstellung von Kompositen mittels Magnetron Sputtering.

Bezeichnung	Zusammensetzung (At.-%)		Magnetronleistung (W)		Gesamtabscheiderate ($\mu\text{m h}^{-1}$)
	Fe	W	Fe	W	
MS-0W	100	0	365	0	1,0
MS-25W	75	25	450	50	1,0
MS-50W	50	50	320	100	1,1
MS-75W	25	75	210	180	1,1
MS-100W	0	100	0	300	1,0

4.1.2. Flüssigphaseninfiltration

Die Herstellung von Kompositen im Rahmen der Flüssigphaseninfiltration wird generell in zwei Schritten durchgeführt. Zunächst wird ein offenporiges Gerüst eines Materials hoher Liquidustemperatur hergestellt, das anschließend in einem Vakuumofen mit einem Material niedrigerer Liquidustemperatur infiltriert wird. Zwar ist im hier gewählten Materialsystem Wolfram-Eisen aus dem binären Phasendiagramm (Abb 2.5) die Entstehung intermetallischer Phase nach Abkühlung aus der Flüssigphase bekannt, jedoch soll eine kurze Infiltrationsdauer die Menge der nachteiligen Phase begrenzen.

Tabelle 4.4.: Parameter für die Herstellung poröser Wolframgerüste mittels SPS für die Infiltration.

Bezeichnung	Fraktionierung (μm)	SPS Parameter			Restporosität Gerüste (Vol.-%)
		Temperatur ($^{\circ}\text{C}$)	Druck (MPa)	Dauer (min)	
W ₁₂	ca. 12	1400	60	2	33,5
W ₄₀₋₆₀	40-60	1400	60	2	29,0
W ₆₀₋₈₀	60-80	1400	60	2	27,5
W ₈₀₋₁₀₀	80-100	1400	60	2	29,3

Die in dieser Arbeit mit Eisen infiltrierten, offenporigen Wolframgerüste wurden durch das Institut für Plasmaphysik (IPP) der Tschechischen Akademie der Wissenschaft (CAS) zur Verfügung gestellt. Vier verschiedene Gerüst-Typen wurden aus Wolframpulver unterschiedlicher Fraktionierungen mittels Spark Plasma Sintering (SPS) zu zylindrischen Proben (Höhe ca. 5 mm, $\varnothing$ 18 mm) hergestellt. Die entsprechenden Pulver- und Sinterparameter sind gemeinsam mit der jeweils resultierenden Porosität in Tabelle 4.4 aufgeführt

und die entsprechenden Gefügeaufnahmen exemplarisch in Abbildung 4.1 dargestellt.

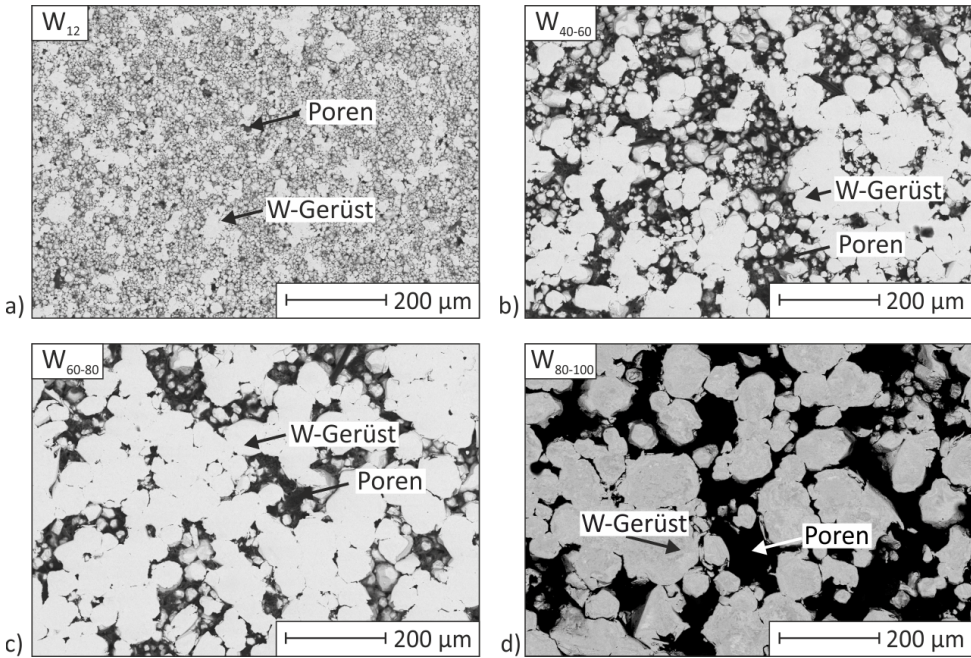


Abbildung 4.1.: Gefüge der nach Tabelle 4.4 mittels SPS hergestellten Wolframgerüste für die Infiltration mit Eisen. Die verwendeten Pulver waren a) W_{12} , b) W_{40-60} , c) W_{60-80} , d) W_{80-100} .

Die Gefüge der verwendeten Gerüst-Typen weisen alle eine vergleichbare Restporosität von ca. 30 Vol.-% auf (vgl. Tabelle 4.4). Während darüber hinaus bei allen Gerüsten zumindest mehrheitlich offene Porosität zu erkennen ist, unterscheiden sich die zu Verfügung gestellten Typen stark hinsichtlich der Poren-Morphologie. Es ist zu erwarten, dass kleinere Kapillare zu einer besseren Infiltration führen, jedoch die damit verbundene größere, freie Oberfläche eine höhere Menge intermetallischer Phase hervorruft.

Die Infiltration der vier Gerüst-Typen mit Eisen geschah jeweils mit einem Viertel der zylindrischen Proben in einem Vakuumofen mit Strahlungsheizquelle bei einem Druck von $<10^{-5}$ mbar. Hierfür wurden zunächst die Randzonen der Gerüste mit einer Feintrennmaschine und grobem Schleifpapier der Körnung P320 entfernt. Die präparierten Gerüste wurden anschließend in Tiegeln aus Aluminiumoxid platziert und diese mit Eisenpulver der Fraktion $<60\text{ }\mu\text{m}$ (Reinheit $>99,0\%$) befüllt. Nachdem ein Tiegel im Vakuumofen platziert und dieser evakuiert worden ist, wurde der Heizzyklus, dessen Temperatur-Zeit-Verlauf in Abbildung 4.2 skizziert ist, gestartet. Diesem ist eine Heizrate von 15 K min^{-1} und eine isotherme, 30-minütige Stufe bei 700°C zu entnehmen. Während diese Stufe der Desorption von Oberflächenverunreinigungen dient, führt eine zweite,

fünf-minütige Stufe bei 1400°C zu einer Homogenisierung der Temperaturverteilung in der Probe. Das Infiltrieren wurde bei 1550°C, 14 K über Liquidustemperatur des Eisens, durchgeführt. Im Rahmen einer Parameterstudie sind drei Infiltrationsdauern (1, 5 und 15 min) für jeden Gerüst-Typ angewendet worden. Das Abkühlen der Proben geschah ohne aktive Kühlung im Vakuum. Zur Analyse wurden die infiltrierten Proben aus dem Tiegel entnommen und mit einer Feintrennmaschine mittig zerteilt.

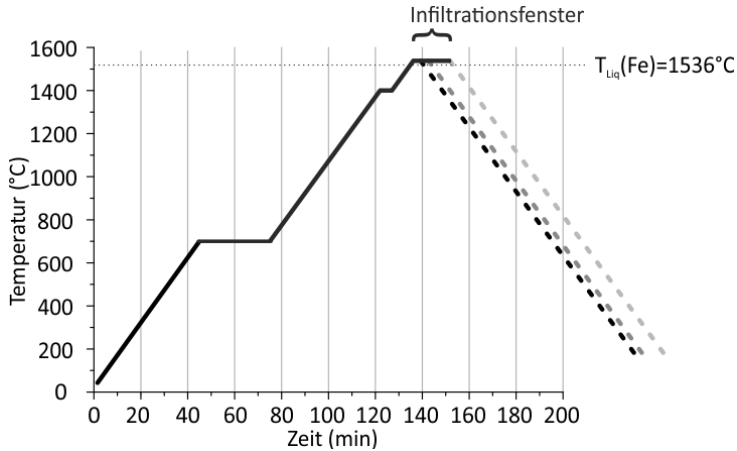


Abbildung 4.2.: Zeit-Temperatur-Verlauf des Infiltrationsprozesses. Jeder der vier Wolframgerüst-Typen aus Abbildung 4.1 wurde bei 1550°C für eine Dauer von 1, 5 und 15 min infiltriert. Da der Verlauf der Abkühlkurven nicht bekannt ist, sind diese gestrichelt dargestellt.

4.1.3. Atmosphärisches Plasmaspritzen (APS)

Das in dieser Arbeit als atmosphärisches Plasmaspritzen (APS) bezeichnete Verfahren kombiniert Komponenten der Spritzmethoden *Atmosphärisches Plasmaspritzen*, *Plasmaspritzen in Kammern* sowie *Flüssigkeitsstabilisiertes Plasmaspritzen*. Um diese Kombination zu verdeutlichen ist der Aufbau der gegenständlichen Anlage in Abbildung 4.3 skizziert. Das Gerät befindet sich am Institut für Plasmaphysik (IPP) der Tschechischen Akademie der Wissenschaft (CAS).

Die Anlage besitzt eine elektrische Leistung von 150 kW und erzeugt eine 15000 K heiße Ar/H-Plasmaflamme, die die hinzu geführten Pulverpartikel beschleunigt und aufheizt. Insgesamt sind zwei Speiser vorhanden, wodurch verschiedene Pulver in unterschiedlichem Abstand zur Plasmadüse zugeführt und somit unterschiedlich stark aufgeheizt werden können. Es besteht damit die Möglichkeit, die Überhitzung über Liquidustemperatur, die Viskosität sowie die Oxidationsneigung Pulver-spezifisch zu berücksichtigen. Der Winkel zwischen den Speisern und dem Plasmastrom betrug in allen Versuchen 110°.

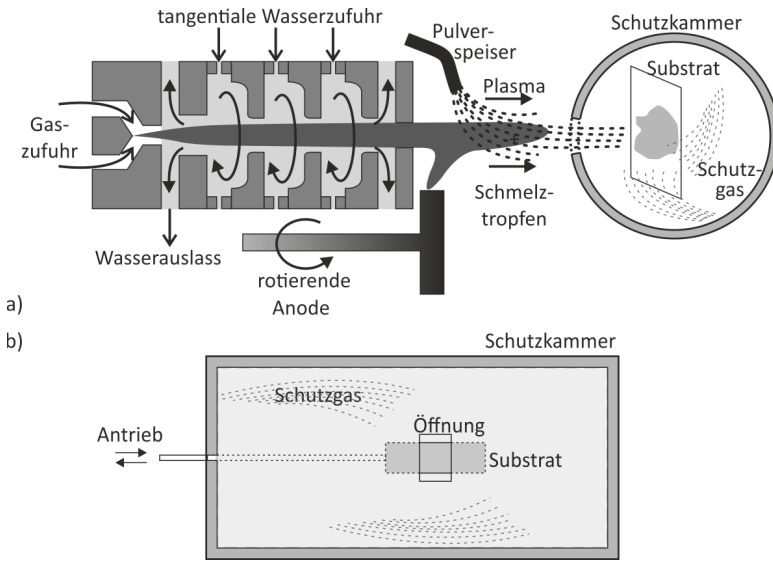


Abbildung 4.3.: Schematische Darstellung der verwendeten Anlage für das Atmosphärische Plasmaspritzen. a) Seitenansicht von Spritzdüse, Substrat und Schutzkammer, b) Frontansicht der Schutzkammer und des Substrats.

Verwendete Pulver

Als Ausgangspulver für das APS wurden der martensitische Stahl X12Cr13 der Partikelgröße 90-140 μm sowie ein Wolframpulvergemisch der Partikelgröße 60-80 μm verwendet. Die nominelle Zusammensetzung des Stahlpulvers ist in Tabelle 4.5 angegeben und weist ähnliche C und Cr-Konzentrationen auf, wie der RAFM-Stahl Eurofer. Das Wolfram-

Tabelle 4.5.: Nominelle Zusammensetzung des für das Plasmaspritzen verwendeten Stahlpulvers X12Cr13.

Element	C	Cr	Si	Mn	Ni	P	S	Fe
Anteil (Gew.-%)	0,08-0,15	11,5-13,5	<1	<1,5	<0,75	<0,04	<0,015	Rest

pulvergemisch bestand zu 80 Gew.-% aus reinem Wolframpulver und zu 20 Gew.-% aus Wolframkarbidpulver. Letzteres wurde hinzu gemischt, weil der Kohlenstoff mit den Sauerstoffresten des Plasmas reagiert und somit eine exzessive Oxidation der Schmelzpartikel unterbindet.

Substrate

Für die angestrebte Erzeugung freistehender, homogener Komposite wurden Schichten auf Substraten aus kommerziell erhältlichem, austenitischem X5CrNi18-10 abgeschieden.

Die spätere Komponenten-Herstellung sieht zwar vor, FGMs auf Wolframsubstraten zu realisieren, jedoch stellt das Spritzen auf Wolfram zum Zeitraum der Durchführung dieser Arbeit noch eine technische Schwierigkeit dar. Bereits während des Spritzens delaminieren die Schichten von den W-Substraten. Für die Herstellung erster, freistehender Modellschichten ist die Wahl des Substrats jedoch nachrangig, weshalb eine Substitution durch Stahl-Substrate sinnvoll erscheint. Die Erzeugung von FGMs wurde ebenfalls auf Stahlsubstraten realisiert.

Die Präparation aller 70x25x2 mm³ großen Substrate bestand aus dem Sandstrahlen einer der beiden Grundflächen jedes Substrats mit Al₂O₃-Strahlgut der Partikelgröße <1,23 µm für eine Minute, was zu einer Oberflächenrauigkeit von $R_a = 9 \mu\text{m}$ führt. Nach dem Sandstrahlen wurden die Substrate fünf Minuten lang im Ethanol-Ultraschallbad gereinigt. Eine weitergehende Beurteilung der Oberflächenrauigkeit und -qualität fand nicht statt, da nicht die Grenzfläche Substrat-Komposit, sondern die Eigenschaften der Komposite im Fokus der vorliegenden Arbeit stehen.

Schichtherstellung

Für die Herstellung von Schichten wurden die Substrate so in der Schutzkammer montiert, dass sie mit der bearbeiteten Seite der Plasmadüse zugewandt hinter einer Öffnung der Schutzkammer positioniert waren (vgl. Abbildung 4.3 b)). Während das Substrat beim Spritzvorgang horizontal hinter der Öffnung verfährt, wird die Spritzdüse durch einen Schweißroboter vertikal davor bewegt, woraus insgesamt eine mäanderförmige Abrasterung des Substrats durch den Plasmastrahl bei minimaler Öffnungsgeometrie resultiert.

Hergestellt wurden X12Cr13/W-Komposite mit nominellen, volumetrischen Wolfram-Anteilen von 0, 25, 50, 75 und 100 Vol.-% bei Substrat-Solltemperaturen von 500, 700 und 900°C. Eine Übersicht über die verwendeten Prozessparameter ist in Tabelle 4.6 aufgeführt. Die Ausgangspulver wurden in zwei separate Pulverförderer gefüllt, durch die sie mit gleichbleibender Geschwindigkeit während des Spritzvorgangs über die Speiser in den Plasmastrahl befördert wurden. Die Speiseraten variierten in Abhängigkeit der nominellen Zusammensetzung der Komposite und sind in Tabelle 4.6 aufgeführt. Während die Strömungsgeschwindigkeit des Schutzgases (93 % Ar + 7 % H₂) zwischen 120 und 150 l min⁻¹ variierte, betrug die Argonzufuhr für die Erzeugung des Plasmastrahls in allen Versuchen 15 l min⁻¹. Die chemische Zusammensetzung des Plasmas ist nicht bekannt, da das zugeführte Wasser nur partiell ionisiert wird und eine fortwährende chemische Analyse nicht möglich war. Die jeweilige Substrat-Solltemperatur wurde eingestellt, indem die Plasmaflamme auf das Substrat ausgerichtet wurde, bevor das eigentliche Spritzen startete. In mehreren Vorversuchen wurden Thermoelemente des Typ K an verschiedenen Stellen von Test-Substraten befestigt und die Temperatur während des Vorheizens sowie während

Tabelle 4.6.: Parametersätze für das Herstellen von plasmagespritzten Kompositen.

Bezeichnung	Zusammen- setzung (Vol.-%)		Substrat- temperatur (°C)	Speiserate (kg h ⁻¹)		Spritz- distanz ¹ (mm)	Speise- distanz ² (mm)	
	Stahl	W		Stahl	W		Stahl	W
APS-0W	100	0	500, 700, 900	13,7	0	330	105	–
APS-25W	75	25		8,7	10,5	300	105	30
APS-50W	50	50		5	18	260	105	30
APS-75W	25	75		2,2	24	230	105	30
APS-100W	0	100		0	30	200	–	30
APS-FGM	75	25	500	alle wie oben				
	50	50						
	25	75						

¹ Abstand Anode-Substrat² Abstand Speiser-Anode

des Spritzens gemessen und mit einer Infrarotkamera abgeglichen. Für die tatsächliche Schichtherstellung wurde jeweils lediglich ein Thermoelement an einer geschützten Stelle des Substrats befestigt (außerhalb des direkten Plasmastroms) sowie die Temperatur des Plasmastrahls mittels Thermographie kontrolliert. Durch die Vorversuche konnte trotz der Befestigung des Thermoelements an der geschützten Position die gewünschte Substrat-Solltemperatur im eigentlichen Beschichtungsbereich eingestellt werden. Um die Substrate weitgehend isotherm halten zu können, sind die Spritzvorgänge zyklierend durchgeführt worden. Je nach Komposit wurden fünf bis acht Zyklen mit jeweils 10 Vertikalbewegungen der Plasmadüse ausgeführt. Ziel war es, eine vergleichbare Endschichtdicke aller Komposite von 2-3 mm zu gewährleisten.

Die Abfolge der Vorgänge beim Spritzprozess stellt sich im Detail wie folgt dar:

1. Abscheideraten der Reinmaterialien bestimmen

- Förderraten der Pulverförderer in Abhängigkeit der eingestellten Leistung ermitteln
- Substrat in Schutzkammer positionieren
- Abstand der Pulverdüse zu Plasmadüse einstellen
- Abstand der Plasmadüse zu Substrat einstellen
- Leistung der Pulverförderer auf Grundlage der Messung in a) einstellen
- Erzeugen und Fokussieren der Plasmaflamme, die zu diesem Zeitpunkt in den freien Raum gerichtet ist, Messen der Plasmatemperatur mittels Thermographie

- g) Einschalten der Pulverzufuhr und Ausrichten der Speiser auf eine gemeinsame Achse
- h) Zufuhr des Schutzgases aktivieren
- i) Plasma und Pulverzufuhr deaktivieren
- j) Heranführen der Plasmadüse an die Öffnung der Schutzkammer
- k) Plasmaflamme erzeugen und Substrat vorheizen
- l) Pulver zuführen, Spritzzyklen durchführen
- m) Pulverzufuhr abschalten
- n) Plasmazufuhr abschalten, Kühlen der Proben im Schutzgasstrom
- o) Schutzgas abschalten
- p) Schichtdicke messen

2. Komposite herstellen

- a) Substrat in Schutzkammer positionieren
- b) Abstände der Pulverdüsen zu Plasmadüse einstellen
- c) Abstand der Plasmadüse zu Substrat einstellen
- d) Pulverzufuhr für nominellen Zusammensetzung entsprechend der Abscheideraten der Reinmaterialien einstellen
- e) - o) weiteres Vorgehen analog zu den Reinmaterialien

Abschließend sind die abgeschiedenen Schichten mit einer Feintrennmaschine zerteilt und die Substrate durch Schleifen entfernt worden.

4.1.4. Electro Discharge Sintering (EDS)

Electro Discharge Sintering (EDS) bezeichnet ein neuartiges Sinterverfahren, mit dem Pulverschüttungen durch vertikales Verpressen und stromunterstütztes Erhitzen nach der Entladung von Kondensatoren verdichtet werden. Es kombiniert somit Ansätze des regulären stromunterstützten Sinterns (SPS) und des Kondensatorentladung-Schweißens. Die grundlegenden Mechanismen sind in Kapitel 2.3.4 aufgeführt. Die gegenständliche Anlage, die sich am Lehrstuhl Werkstofftechnik der Ruhr-Universität Bochum befindet, ist in Abbildung 4.4 dargestellt, anhand dessen das Verdichtungsprinzip verdeutlicht werden soll.

Wie in Kapitel 2.3.4 geschildert, basiert die Anlagenstruktur auf der von SPS-Anlagen. Während beim SPS jedoch eine Graphit-Pressform, in der sich das Pulver befindet, verwendet wird und das Pulver direkt oder indirekt durch gepulsten Starkstrom über

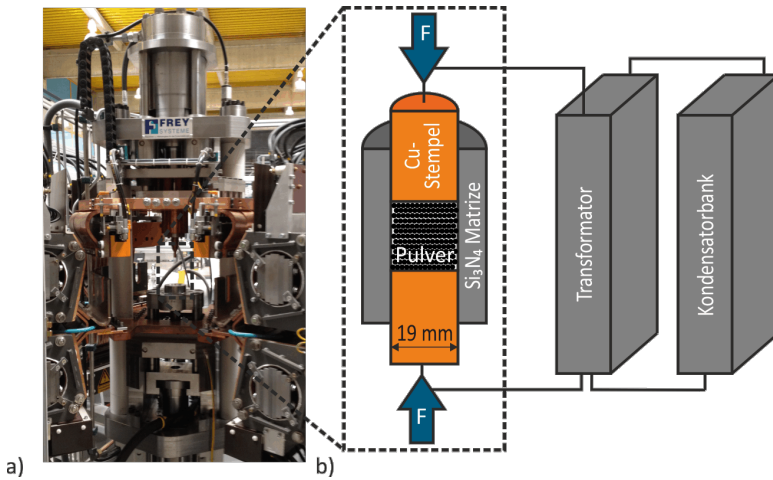


Abbildung 4.4.: Darstellung der verwendeten EDS-Anlage. a) Fotografie der Verdichtungseinheit, b) Schematische Darstellung des Anlagenkonzeptes.

einen Graphitstempel erhitzt wird, verwendet das EDS-Verfahren eine elektrisch nicht-leitende Siliziumnitrid-Pressform sowie als Energiequelle eine Kondensatorbank. Hierdurch wird beim EDS nur ein einziger Strompuls von der Dauer weniger Millisekunden mit jedoch deutlich höherer Energiedichte als die Strompulse des SPS generiert. In der vorliegenden Arbeit wurden als Si_3N_4 -Matrizen Hohlzylinder mit einem Innendurchmesser von 19 mm verwendet, in die von unten ein Stempel aus einer Kupferlegierung eingeführt wird. Auf den unteren Stempel wird das Pulver gefüllt, das oben aufliegend durch einen zweiten Kupferlegierungsstempel mit bis 110 kN hydraulisch belastet wird. Dies entspricht bei der gegebenen Geometrie einem maximalen Pressdruck von 388 MPa. Das technische Limit der Presskraft beträgt 500 kN, wird aufgrund der Festigkeit der Kupferbasis-Stempel jedoch nicht erreicht. Die Materialwahl der Stempel geht auf eine spezielle Kombination von Leitfähigkeit und Festigkeit zurück, da die gesamte in der Kondensatorbank gespeicherte Energie direkt durch die Stempel und das Pulver geleitet wird.

Die Kondensatorbank der EDS-Anlage besteht aus 12 Kondensatoren, durch die eine Gesamtkapazität von 15 mF erreicht wird. Die Entladung dieser Kapazität führt zu dem erwähnten, wenige Millisekunden andauernden, elektrischen Strom in Höhe von <80 kJ Energie. Indem der Strompuls über einen Transformator mit dem Windungsverhältnis 50:1 geleitet wird, kann schließlich ein bis zu 400 kA starker Strom bei einer Spannung von 50 V generiert werden. Durch das Messen der Stromstärke und der Spannung an den Pressstempeln ist es möglich, den Wirkungsgrad der Anlage zu berechnen. Auf dieser Grundlage werden nach SCHÜTTE bei 64 kJ Entladungsenergie ($\cong$ 300 kA Stromstärke) und Verwendung eines Blocks ($\varnothing$ 120 mm) aus Elektrolytkupfer als Dummyprobe 48 % der Entladungsenergie (ca. 31 kJ) in der Probe dissipiert. Bei Verwendung von 10 g

Stahlpulver der Partikelgröße $>63\text{ }\mu\text{m}$ als Probenmaterial (daraus entsteht eine verdichtete Probe der Höhe $h=5\text{ mm}$ und $\varnothing=19\text{ mm}$) reduziert sich der Anlagenwirkungsgrad auf ca. 20 % [130]. Der komplexe Aufbau der Pilotanlage verhindert sowohl das Messen der tatsächlichen Pulver-Temperatur als auch das Erzeugen einer Schutzatmosphäre.

Verwendete Pulver

Für die Herstellung von Kompositen und FGMs mit dem EDS-Verfahren wurden Pulver der Firmen GOODFELLOW CAMBRIDGE LTD. und EUROTUNGSTÈNE POUDRE verwendet. Eine Übersicht ist in Tabelle 4.7 aufgeführt. Die angegebene durchschnittliche

Tabelle 4.7.: Übersicht der verwendeten Fe- und W-Reinpulver für das Herstellen von Pulvermischungen für EDS-Komposite.

Bezeichnung	Anbieter	Partikelgröße (μm)	Durchschnittliche Partikelgröße (μm)
Fe_{6-8}	Goodfellow	6-8	7,0 ¹
$\text{Fe}_{<60}$	Goodfellow	<60	40,2 ¹
$\text{W}_{<25}$	Goodfellow	<25	9,5 ¹
W_{11-13}	Eurotungstène	11-13	12 ²

¹ gemessen durch das Zentralinstitut für Analyse des FZJ

² Eurotungstène Datenblatt AW3105

Partikelgröße der Reinpulver wurde am Zentralinstitut für Engineering und Analytik des Forschungszentrum Jülich mittels Laserdiffraktometrie gemessen. Für eine exaktere Klassierung wurde vom Eisenpulver $<60\text{ }\mu\text{m}$ eine Fraktion der Partikelgrößen $20\text{--}40\text{ }\mu\text{m}$ abgesiebt (Fe_{20-40}), die für Sinterversuche verwendet wurde. Die jeweils größeren Fe- und W-Pulver Fe_{20-40} und $\text{W}_{<25}$ wurden manuell gemischt und dann zu Kompositen verdichtet. Die jeweils feineren Pulver Fe_{6-8} und W_{11-13} wurden vor dem EDS durch mechanisches Legieren gemischt.

Im Rahmen einer Parameterstudie sind Komposite verschiedener Fe/W-Zusammensetzungen aus unterschiedlichen Pulvern und mit unterschiedlichen Energien hergestellt worden. Im Sinne der Vergleichbarkeit mit den Kompositen der anderen Herstellungsmethoden enthielten die Komposite Wolfram-Anteile in Höhe von 0, 25, 50 und 75 Vol.-%. Reines Wolfram-Pulver verdichtete nicht und wurde nicht weiter untersucht. Um den Einfluss unterschiedlich feiner Verteilungen von Fe und W zu untersuchen, sind die genannten Volumenverhältnisse sowohl aus den Pulvern Fe_{20-40} und $\text{W}_{<25}$ manuell gemischt, als auch aus den Pulvern Fe_{6-8} und W_{11-13} mechanisch legiert worden. Obwohl der Prozess des mechanischen Legierens, exakt interpretiert, das Erzeugen eines Mischkristalls, einer intermetallischen, oder einer amorphen Phase erfordert [171], wird er im vorliegenden Fall für die Herstellung von Pulvern mit feiner Mischung der Konstituenten innerhalb der Partikel verwendet. Für das manuelle Mischen sind die entsprechenden Volumenfraktionen

der Pulver Fe_{20-40} und $\text{W}_{<25}$ mit einer Feinwaage abgewogen und anschließend durch fünf-minütiges Rühren vermischt worden. Das mechanische Legieren geschah in einer Planetenmühle PM400 der Firma RETSCH. Sowohl das Einfüllen der Pulver in den 125 ml großen, mit Wolframkarbid ausgekleideten Mahlbehälter, als auch das Legieren fanden unter Ar-Schutzgasatmosphäre statt. Für jeden Mahlvorgang wurden 40 g Pulver und 200 g WC-Kugeln ($\varnothing$ 5 mm) in den Mahlbehälter gefüllt. Die eingebrachte Energie und die Dauer des Legierens wurden variiert, indem Rotationsgeschwindigkeiten in Höhe von 100 rpm und 200 rpm eingestellt und Mahldauern von 0,5 bis 8 h ausgewählt wurden. Eine Übersicht aller für EDS-Komposite verwendete Pulvermischungen mit entsprechenden Mischparametern ist in Tabelle 4.8 gegeben. Da Rotationsgeschwindigkeiten <200 rpm und Mahldauern <2 h keine ausreichende Vermischung der Konstituenten erlauben, sind diese Parameter nicht in der Tabelle aufgeführt. Eine Verwendung der feinen Reinpulver Fe_{6-8} und W_{11-13} für das Verdichten ohne vorheriges mechanisches Legieren war anlagenbedingt nicht möglich.

Tabelle 4.8.: Pulvermischungen und Parametersätze für das Herstellen von EDS-Kompositen.

Bezeichnung	Pulver		Mischen	Zusammen- setzung (Vol.-%)		Pressdruck (MPa)	Energie (kJ)
	Fe	W		Fe	W		
EDS-0W _{man}				100	0	388	72; 80
EDS-25W _{man}				75	25	388	72; 80
EDS-50W _{man}	20-40	<25	manuell	50	50	388	72; 80
EDS-75W _{man}				25	75	388	72; 80
EDS-100W _{man}				0	100	388	72; 80
EDS-25W _{PM2h}			Planetenmühle 200 rpm, 2 h	75	25	–	–
EDS-50W _{PM2h}				50	50	–	–
EDS-75W _{PM2h}				25	75	–	–
EDS-25W _{PM4h}			Planetenmühle 200 rpm, 4 h	75	25	–	–
EDS-50W _{PM4h}	6-8	11-13		50	50	–	–
EDS-75W _{PM4h}				25	75	282; 388	72; 80
EDS-25W _{PM8h}			Planetenmühle 200 rpm, 8 h	75	25	282; 388	80
EDS-50W _{PM8h}				50	50	282; 388	80
EDS-75W _{PM8h}				25	75	282; 388	80
EDS-FGM	6-8	11-13	Planetenmühle 200 rpm, 8 h	75	25		
				50	50	282	80
				25	75		

Relevant, insbesondere beim Sintern, ist die Oberflächengüte der verwendeten Ausgangspulver. Sie wurde daher sowohl für die Reinpulver, als auch für die mechanisch Legierten mikroskopisch und durch Heißgasextraktion (vgl. Kapitel 4.2.2) hinsichtlich

(oxidischer) Beläge untersucht.

Verdichtungsprozess

Die Herstellung von EDS-Kompositen wurde mit den vorausgehend erwähnten manuell gemischten und mechanisch legierten Pulvern durchgeführt. Ziel war dabei das Erzeugen von dichten Proben mit identischen Volumina (Durchmesser 19 mm, Höhe 3 mm). Variiert wurden vor diesem Hintergrund neben der Fe/W-Zusammensetzung der Pressdruck und die Entladeenergie der Anlage. Verwendete Werte beider Parameter sind gemeinsam mit den entsprechenden Pulvern in Tabelle 4.8 aufgeführt.

Die Pulvermenge, die für eine Probe in die Matrize zu füllen ist, wird generell mit einer Feinwaage abgewogen, weshalb für identische Probenvolumina die jeweilige Zusammensetzung (und Pulvermasse) der Komposite zu berücksichtigen war. Der Prozessablauf zum Herstellen von EDS-Kompositen kann allgemein in die nachfolgenden Schritte untergliedert werden.

1. Abwiegen der Pulver und Einfüllen in die Matrize
2. Absenken des oberen Stempels auf das Pulver
3. Langsames Aufbringen der Presskraft bis das eingestellte Maximum erreicht ist
4. Entladen der Kondensatoren und Verdichten der Pulver
5. Zurückfahren des oberen Stempels in die Ausgangsposition
6. Probe für wenige Minuten in der Anlage auskühlen lassen
7. Probe entnehmen

Die Herstellung der FGMs verlief analog. Auch für diese wurde eine Gesamthöhe von 3 mm angestrebt, die in Schichten verschieden zusammengesetzter Pulver und identischer stärke aufgeteilt wurde. Jedes Pulver wurde eingefüllt, mit einem Stopfen manuell eingeebnet und mit der nächsten Schicht belegt, bevor der eigentliche Verdichtungsprozess startete.

4.2. Charakterisierungsmethoden

Komposite und FGMs, die nach den Beschreibungen des vorausgehenden Kapitels 4.1 hergestellt wurden, sind für eine möglichst vollständige Charakterisierung mikrostrukturell, chemisch, thermo-physikalisch und mechanisch untersucht worden. Die entsprechenden Durchführungen der Analysen werden in den folgenden Unterkapiteln beschrieben.

4.2.1. Mikrostrukturelle Untersuchungen

Hinsichtlich der Gefügecharakterisierung wurden die Verfahren Röntgendiffraktometrie (XRD), Lichtmikroskopie (LM), Rasterelektronenmikroskopie (REM), Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) sowie Porositätsmessung durchgeführt.

Probenpräparation

Die Probenpräparation für Gefügeuntersuchungen sah zunächst ein Zerteilen der Proben vor, sodass ein möglichst zentraler, durch Randeffekte weitgehend unbeeinflusster Bereich freigelegt werden konnte. Für die Magnetron-gesputterten Proben wurde dies mittels eines Ionenstrahls (FIB) realisiert. Alle übrigen Proben wurden zunächst mit einer Feintrennmaschine unter Wasserkühlung zerteilt und anschließend unter Vakuum in flüssiges, nichtleitendes Epoxydharz, das bei Raumtemperatur aushärtet, eingebettet. Die eingebetteten Proben wurden auf SiC Papier der Größen P320 bis P2500 geschliffen und dann sukzessive mittels Diamantsuspensionen mit Partikeln der Durchmesser 6, 3 und 1 μm wenige Minuten poliert. In einem letzten Schritt wurde eine Oxidpoliersuspension mit 0,25 μm großen Partikeln als Feinpolitur für eine Minute verwendet.

Für rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen wurden die präparierten Proben mit einem ca. 2 nm dicken Iridiumfilm beschichtet und zusätzlich mit Silberleitlack kontaktiert, um elektrostatische Aufladungen zu verhindern.

Röntgendiffraktometrie (XRD)

Kristallografische Strukturen wurden mittels Röntgendiffraktometrie (XRD) untersucht. Verwendet wurde hierfür ein BRUKER DISCOVER D8 im Bragg-Brentano Aufbau. Bei diesem wird in einer Kupferröhre Röntgenstrahlung erzeugt, dessen Strahlenverläufe nach Passieren eines Kollimators parallelisiert auf eine Probenoberfläche geleitet werden. An dieser wird die Röntgenstrahlung gebeugt und schließlich in einem Silizium-Halbleiterdetektor nachgewiesen. Mittels der variablen Positionseinstellung von Cu-Sonde und Detektor kann ein Diffraktogramm erstellt werden, das die Intensität der gebeugten Röntgenstrahlung über dessen doppeltem Einfallswinkel, 2θ , zwischen Strahlung und Probenoberfläche abbildet. Grundlagen- und anwendungsorientierte Beschreibungen des Verfahrens sind in der einschlägigen Literatur zu finden [172, 173].

Untersucht wurden sowohl die hergestellten Vollmaterialien, als auch hierfür verwendete Ausgangspulver. Während die Vollmaterialien in Epoxydmasse eingebettet und poliert waren, wurden die entsprechenden Pulver mit hoch reiner Vaseline vermischt und als ca. 0,5 mm dicke Schicht auf einem Glas-Substrathalter aufgetragen. Für die Messungen wurde ein Bereich von $30^\circ \leq 2\theta \leq 120^\circ$ ausgewählt. Die Schrittweite betrug ca. $0,03^\circ$ und die Schrittgeschwindigkeit 3 s je Schritt.

Lichtmikroskopie (LM)

Lichtmikroskopische Aufnahmen dienten als Übersichtsaufnahmen von Gefügen sowie optischen Dichtemessungen beruhend auf quantitativer Bildauswertung. Verwendet wurde ein OBSERVER.Z1M Lichtmikroskop von ZEISS mit einer AXIOCAM MRC Kamera, das die Betriebsmodi Hellfeldaufnahme und Polarisationskontrast bietet. Die maximal verwendete optischen Vergrößerung betrug 500x. Untersucht wurden damit polierte Proben.

Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen wurden aufgrund der hohen Auflösung bei gleichzeitig guter Tiefenschärfe mit den Geräten ZEISS DSM 982 GEMINI und ZEISS CROSSBEAM 540 SEM/FIB erstellt. Als Standardbetriebsmodus wurde bei beiden Mikroskopen der Sekundärelektronendetektor eingestellt, der neben einer hervorragenden Topografieabbildung in gewissem Umfang einen Stoff-abhängigen Graustufenkontrast ermöglicht. Die Beschleunigungsspannung für den Primärelektronenstrahl betrug zumeist 5 kV. Informationen zu den verwendeten Mikroskopen können durch die Hersteller bezogen werden [174]. Detaillierte stoff-spezifische Untersuchungen wurden mittels der in beiden Mikroskopen integrierten energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) vorgenommen, deren Durchführung in Kapitel 4.2.2 beschrieben wird.

Für die Aufnahmen wurden eingebettete, polierte Proben der Ausgangspulver und Vollmaterialien nach vorausgehend beschriebener Präparation verwendet, sowie auf Graphitfolie aufgeklebte Partikel der Ausgangspulver. Gefügeanalysen von Proben, die nicht konventionell metallografisch präpariert werden konnten (bspw. Magnetron-gesputterte Proben), sind als vollständige, nicht eingebettete Stücke in das Mikroskop eingebaut worden. Die Erzeugung von Querschnitten erfolgte durch Materialabtrag mittels Ionenstrahl (FIB) und die Betrachtung der jeweiligen Flächen durch Neigung der Probe um bis zu 60° relativ zur Optik.

Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Mit dem Ziel, Phasengrenzen detailliert zu untersuchen, wurden von ausgewählten Proben Aufnahmen mittels eines Transmissionselektronenmikroskops des Typs PHILIPPS CM20 bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV gemacht. Neben der Möglichkeit, Hellfeldaufnahmen zu erzeugen, die einen ausgeprägten Phasenkontrast indizieren, wurde die Funktion ausgenutzt, Elektronenbeugungsmuster aufzunehmen. Dies gestattet eine lokale Analyse der Korngröße, der Kornorientierung und möglicher Kohärenz.

Die Untersuchungen wurden an ca. 8 µm langen Lamellen durchgeführt, die aus polierten Proben für REM-Untersuchungen mittels FIB heraus getrennt und anschließend keilförmig gedünnt worden sind.

Porositätsmessung

Porositätsmessungen wurden in der vorliegenden Arbeit sowohl durch die quantitative Auswertung von Gefügeaufnahmen, als auch durch die Bestimmung nach dem Prinzip von Archimedes durchgeführt.

Für die Porositätsmessung mittels quantitativer Bildauswertung wurde der Effekt verwendet, dass Hohlräume von Gefügen bei mikroskopischer Betrachtung nahezu kein Licht reflektieren, weshalb sie in Hellfeldaufnahmen als tiefgraue oder schwarze Bereiche erscheinen. In dieser Arbeit wurden Hellfeldaufnahmen analysiert, die durch lichtmikroskopische Gefügeaufnahmen von 200-fach optisch vergrößerten, polierten Probenquerschliffen entstanden sind. Mindestens zehn Aufnahmen einer Probe wurden als Graustufenbilder in einer Datenbank abgespeichert. Mithilfe der Software COREL PHOTOPAINT X7 konnten die Gefügebestandteile der Proben anschließend quantifiziert werden, indem manuell Schwellwerte für Grautöne eingestellt und somit alle Bereiche bestimmter Grautöne eines Bildes simultan ausgewählt wurden (Binarisierung). Softwareseitig wurde automatisch der flächenbezogene Anteil der ausgewählten Bereiche am Gesamtbild berechnet. Für die Berechnung der Porosität wurden alle Bereiche eines Bildes tiefster Graufärbung selektiert, sowie eine isotrope Verteilung der Porosität angenommen, woraus sich eine volumetrische, prozentuale Porosität ergibt [175]. Es sei zu erwähnen, dass mit dieser Methode trotz der Auswertung von Gefügeaufnahmen keine Aussage über die Morphologie der Poren getroffen wird.

Die Bestimmung der Porosität nach dem Prinzip von ARCHIMEDES basiert auf der Auftrieb-bedingten Massedifferenz einer Probe, die sich beim Messen in Luft m_{Luft} gegenüber dem in einer Flüssigkeit (hier 99,999 % reines Ethanol) m_{Ethanol} ergibt. Diese Differenz folgt, da ein Körper, der vollständig in eine Flüssigkeit geringerer Dichte eingetaucht wird, allgemein eine Auftriebskraft erfährt, die der Masse verdrängter Flüssigkeit proportional ist. Bei bekannter Dichte der Flüssigkeit ρ_{Ethanol} lässt sich mittels Gleichung 4.10 die Dichte einer Probe ρ_{Probe} Geometrie-unabhängig bestimmen [176]. Wird diese Dichte bezogen auf die theoretische Dichte der selben Probe unter Berücksichtigung ihrer tatsächlichen, Masse-basierten Zusammensetzung, ergibt sich der Anteil enthaltener Porosität. Voraussetzung für dieses Messverfahren ist eine geschlossene Porosität, sodass in der Probe enthaltene Luft nicht entweichen kann.

$$\rho = \frac{m_{\text{Luft}} \cdot (\rho_{\text{Ethanol}}(T) - 0,0012)}{0,99983 \cdot (m_{\text{Luft}} - m_{\text{Ethanol}})} + 0,0012 \quad (4.10)$$

In der vorausgehenden Gleichung ist der Wert 0,0012 ein Korrekturfaktor, der den Einfluss verdrängter Luft beim Messen in Ethanol berücksichtigt. Die Variable T beschreibt die Temperaturabhängigkeit der Dichte von Ethanol.

Porositätsmessungen nach dem archimedischen Prinzip wurden lediglich an homogenen

Kompositen, nicht an FGMs durchgeführt, weil nur hier homogene Verteilungen der Porosität und Dichte angenommen werden können. Die Messungen wurden zumeist an quaderförmigen Proben ($5 \times 4 \times 2 \text{ mm}^3$) ausgeführt, die mit einer Feintrennmaschine mittig aus einem größeren Stück heraus getrennt und später für Dilatometriemessungen verwendet wurden. Die Kanten der Proben wurden vor der Messung angefasst sowie ihre Oberflächen mit SiC-Papier der Körnung P320 bis P600 geschliffen, um möglichst wenig Haftpunkte für Luftblasen zu bieten. Jede Probe wurde mindestens drei mal in Ethanol gemessen und abgetrocknet, um einen Messfehler durch die möglicherweise anhaftenden Luftbläschen zu minimieren. Die Mittelwerte aller drei Messungen stellen die in dieser Arbeit angegebenen Resultate dar. Die jeweiligen Massen wurden mittels einer Feinwaage der Firma SATORIUS gemessen, die nach jeder Messung tariert wurde (Messbereich 0-200 mg, Teilung 0,01 mg); die Temperatur des Ethanolbads mit einem Thermoelement des Typs K. Die Dichte des Ethanols konnte mit der gemessenen Temperatur auf Grundlage der Dortmunder Datenbank für thermo-physikalische Eigenschaften von Reinstoffen und Gemischen, DDB, [177] berechnet werden.

4.2.2. Stoffliche Zusammensetzung

Vor dem Hintergrund, die tatsächliche Zusammensetzung von APS-Schichten mit der nominalen abzugleichen, sowie um Fremdstoffe (insb. O, C, N) in Kompositen zu identifizieren und eine Phasen-indizierende Übersicht der Elemente-Verteilung im Gefüge zu erhalten, sind diverse Stoff-sensitive Untersuchungen durchgeführt worden. Die Durchführungen werden in den folgenden Unterkapiteln beschrieben.

Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX)

Die zuvor genannten, verwendeten Rasterelektronenmikroskope sind jeweils mit einer Röntgenanalyseeinheit ausgestattet. Trifft der Primärelektronenstrahl eines REM auf eine Probenoberfläche, werden von dieser Röntgenquanten emittiert, die eine Stoff-abhängige, charakteristische Wellenlänge besitzen und von einem EDX-Detektor erfasst werden. Ortsaufgelöst kann somit qualitativ und näherungsweise quantitativ die elementare Zusammensetzung von Gefügen untersucht werden und damit auf unterschiedliche Phasen geschlossen werden. Die röntgenografische Analyse von Stoffen ist für alle Elemente mit einer Kernladungszahlen $Z \geq 5$ möglich. Aufgrund der außerordentlich hohen Bindungsenergie von Elektronen an Wolfram-Kerne ist die Analyse von Wolfram-Gehalten anhand der L_α -Linie durchgeführt worden. Die Beschleunigungsspannung des Primärelektronenstrahls für die energiedispersive Röntgenspektroskopie betrug allgemein 15 kV.

Optische Emissionsspektroskopie (ICP-OES)

Die optische Emissionsspektroskopie (ICP-OES) wurde durchgeführt, um den globalen stofflichen Anteil metallischer Elemente in APS-Kompositen zu messen und somit den tatsächlichen Wolfram-Anteil mit dem nominellen zu vergleichen. Dies ist speziell für APS-Schichten relevant, weil der Abscheidungsprozess durch viele Faktoren beeinflusst wird und die tatsächliche Schichtzusammensetzung somit schnell von der nominellen abweicht. Für die ICP-OES wurden je hergestellter Schicht 200 mg Material in einer Säure aus 2,5 ml HCl, 5 ml HNO₃ und 2,5 ml HF aufgeschlossen. Während reine X12Cr13-Proben sowie reine Wolframproben unter atmosphärischem Druck gelöst werden konnten, zeigten sich die X12Cr13/W-Komposite als äußerst säurebeständig, weshalb diese im Berghof-Hochdruckaufschlussystem aufgeschlossen wurden. Allgemein wird dabei eine Probe mit der Säure in ein Teflon-Inlet gegeben, welches in einer Stahlbombe druckfest geschlossen wird. Die gesamte Stahlbombe wird dann in einen Edelstahl-Heizblock überführt, worin die Proben aufgeschlossen werden. In der vorliegenden Arbeit mussten die Proben 16 h lang bei 180°C unter Druck erhitzt werden, bis sie vollständig aufgeschlossen waren. Die Lösung wurde anschließend unter Nachspülen in ein Einweg-Probenröhrchen überführt und auf ein Volumen von 50 mL aufgefüllt.

Je zwei Aliquote der Probenlösungen wurden weiter verdünnt und anschließend in einem iCAP 7600 ICP-OES Analysator der Firma THERMOFISCHER SCIENTIFIC analysiert. Darin wird die flüssige Probe zerstäubt und als Aerosol einem Argon-Plasma zugeführt. Bei einer Anregungstemperatur von ca. 6000 K emittierte, stoff-spezifische Photonen werden durch einen Polychromator an einen CCD-Sensor geleitet und die Intensität der jeweiligen Wellenlänge gemessen. Durch einen Vergleich mit Messwerten von Kalibrationsmessungen kann rückwirkend auf die spezifische, Masse-basierte Zusammensetzung einer Probe geschlossen werden. Mit Kenntnis der Dichte der enthaltenen Stoffe ist es schließlich möglich, die volumetrische Zusammensetzung der metallischen Bestandteile einer Probe (d.h. ohne Berücksichtigung enthaltener Poren) zu berechnen.

Hier angegebene Messwerte sind der Mittelwert von zwei unabhängigen Messungen.

Helium-Trärgas-Heißextraktion

Die Trärgas-Heißextraktion wurde durchgeführt, um global an Proben den Sauerstoff- und den Stickstoffgehalt zu ermitteln. Verwendet wurde ein Gerät des Typs LECO-TCH 600. In diesem werden Proben in einem Graphittiegel mittels Widerstandsheizung im Heliumstrom erhitzt. Die aus der Probe freigesetzten und mit dem Graphittiegel reagierten Gase (CO, CO₂, H₂ und N₂) werden durch eine CO₂- und eine CO-Infrarotmesszelle geleitet. Danach wird in einem Ofen mit CuO das im Probengas enthaltene Kohlenstoffmonoxid zu CO₂ und H₂ zu H₂O oxidiert und durch jeweils eine weitere CO₂- und eine

H₂O-Infrarotmesszelle geleitet. Abschließend werden CO₂ und H₂O aus dem Probengas entfernt und N₂ mit einer Wärmeleitfähigkeitsmesszelle gemessen. Der O-Gehalt resultiert aus den Messungen der beiden CO₂-Infrarotmesszellen und der CO-Infrarotmesszelle.

Die benötigte Menge der untersuchten Probe ist abhängig von der Empfindlichkeit des Messgerätes, von der vor jeder Messung durchzuführenden Eichkurve und dem zu erwartenden O- und N-Gehalt. Die Proben werden vor der Messung mit einer Feinwaage eingewogen und anschließend in einen Nickelkorb gegeben, der in einer Proben-Zufuhrkammer positioniert wird. In den eigentlichen Analyserraum wird ein Graphittiegel geschleust, der bei Analysetemperatur geglüht wird. In diesen heißen Tiegel fällt schließlich die Probe und die Messung startet.

Die angegebenen Ergebnisse wurden aus jeweils mindestens vier Einzelmessungen gemittelt.

4.2.3. Thermo-physikalische Eigenschaften

Im Rahmen der Charakterisierung thermo-physikalischer Eigenschaften, die für die Qualifizierung von PFCs ausschlaggebend sind, wurden für APS- und EDS-Komposite die spezifische Wärmeleitfähigkeit λ und die thermisch induzierte, relative Längenänderung $\Delta L(T) L_0^{-1}$ untersucht. Während die thermisch induzierte Längenänderung direkt durch die Dilatometrie gemessen werden kann, wird der Wärmeleitfähigkeitskoeffizient λ als das Produkt von Materialdichte ρ , Temperaturleitfähigkeit a und spezifischer, isobarer Wärmekapazität c_p berechnet (Gleichung 4.11).

$$\lambda = \rho \alpha c_p \quad (4.11)$$

In den folgenden Unterkapiteln wird das Vorgehen bei der Messung der spezifischen Wärmekapazität, der Temperaturleitfähigkeit und der thermischen Ausdehnung beschrieben. Die Dichte wurde im Rahmen der bereits beschriebenen Dichtemessung nach dem archimedischen Prinzip bestimmt.

Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Die Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) wurde durchgeführt, um die spezifische, isobare Wärmekapazität c_p der Komposite zu untersuchen. Das Verfahren sieht vor, an zwei Platintiegeln, die nebeneinander in einem mit Ar-Schutzgas gefüllten Ofen positioniert und abgedeckt sind, mit zwei Thermoelementen hochsensitiv eine temperaturabhängige, elektrische Spannungen U zu messen. Während der Referenztiegel leer bleibt, wird in den Zweiten eine Probe gelegt und schließlich die Temperatur im Rezipienten erhöht. Da die zu untersuchende Probe während der Erwärmung Energie aufnimmt oder abgibt, ist die Temperatur hier ungleich der am Referenztiegel, sodass beide Messsignale voneinander

divergieren. Die resultierende Differenz weist nach Gleichung 4.12 schließlich auf die spezifische, isobare Wärmekapazität c_p der Probe hin.

$$c_p = \frac{U_{\text{Probe}} - U_{\text{Leer}}}{m_{\text{Probe}} \cdot \dot{T} \cdot S} \quad (4.12)$$

Darin sind U_{Probe} und U_{Leer} die Messsignale der Probe bzw. der Leermessung, m_{Probe} die Probenmasse, $\dot{T}$ die Heizrate und S die Systemempfindlichkeit.

Für die Untersuchungen wurde ein Gerät des Typs NETZSCH DSC 404 F3 verwendet. Die damit charakterisierten, quaderförmigen Proben ($5 \times 5 \times 1 \text{ mm}^3$) wurden mit einer Feintrennmaschine mittig aus einem größeren Stück heraus getrennt und anschließend mit SiC-Papier der Körnung P600 plan geschliffen. Für alle Messungen wurden die selben zwei Pt-Tiegel verwendet, deren kalorimetrisches Verhalten über der Temperatur durch eine Leermessung und die daraus entstehende Basislinie beschrieben wird. Die Empfindlichkeit des Systems wurde in einem Vorversuch mit einer genormten Saphir-Probe ermittelt. Für alle Messungen waren die Atmosphäre in der Messzelle (Ar), die Durchflussrate des Inertgases (50 ml min^{-1}), die Starttemperatur (40°C), die Heizrate (20 K min^{-1}) sowie das Abtastintervall und die Probenposition identisch. Die Probenmasse variierte bei identischen Volumina und wurde vor jeder Messung mit einer Feinwaage der Firma SATORIUS (Messbereich 0-200 mg, Teilung 0,01 mg) bestimmt. Mit den vorausgehenden Parametern und Gleichung 4.12 konnte schließlich die Wärmekapazität der Komposite bestimmt werden.

Laser Flash Analyse (LFA)

Die Laser Flash Analyse (LFA) wurde in der vorliegenden Arbeit durchgeführt, um die Temperaturleitfähigkeit der Vollmaterialien zu messen. Das Messverfahren sieht vor, die Unterseite einer Probe mit einem kurzen Laserpuls zu erwärmen. Die induzierte Wärme wird durch die Probe geleitet und führt zu einer geringen Temperaturerhöhung an der Probenoberseite. Mit einem Infrarot-Detektor wird diese Temperaturerhöhung über der Zeit gemessen, womit letztlich die Temperaturleitfähigkeit a berechnet werden kann. Für eine hohe Genauigkeit ist die Planparallelität der beiden Seiten von Bedeutung.

Die Messungen wurden an einer NETZSCH LFA 427 Laserflash durchgeführt, dessen Laser bis zu 20 J je Puls in eine Probe einkoppeln kann. Die Präparation der quaderförmigen Proben ($10 \times 10 \times 1,5 \text{ mm}^3$) verlief analog zur Herstellung der DSC-Proben. Ergänzend wurden die Proben in einer Halterung fixiert und sukzessive beidseitig geschliffen, um möglichst genaue Planparallelität der relevanten Seiten zu gewährleisten. Abschließend wurden die Proben Sand-gestrahlt, um mit der Erhöhung der Oberflächenrauigkeit die korrekte Einspeisung des Laserpulses zu ermöglichen. Nachdem die Probe auf einer Graphit-Auflagefläche in der Ofenkammer positioniert wurde, ist der Rezipient des

Messgeräts geschlossen und ein langsamer He-Durchfluss (250 ml min^{-1}) darin eingestellt worden. Die Temperaturleitfähigkeit wurde während des Aufheizens bei den Temperaturen 25, 200, 400, 600, 800 und 1000°C sowie bei Raumtemperatur nach dem Abkühlen gemessen. Die Heizrate des Ofens zwischen den Messstufen betrug 3 K min^{-1} und jede Messtemperatur wurde für 10 min gehalten, bevor die Messung mit einem durch 430 V Spannung ausgelösten, 0,8 ms kurzen Laserpuls initiiert wurde. Bei jeder Messtemperatur wurden mindestens drei Einzelmessungen durchgeführt, deren Mittelwert das jeweils angegebene Messergebnis darstellt.

Dilatometrie

Die Dilatometrie dient allgemein der Messung von thermisch induzierten Längenänderungen $\Delta L(T)$ und wurde in der vorliegenden Arbeit für die Charakterisierung von APS- und EDS-Kompositen durchgeführt. Für die Messungen wurde ein vertikales Doppelproben-Dilatometer LV75 der Firma LINSEIS verwendet. Zwei Proben können hier zeitgleich auf jeweils einen vertikal orientierten Al_2O_3 -Rundstab gestellt werden. Durch jeweils eine darunter befindliche Feder werden die Rundstäbe und Proben schwach gegen die innere Deckseite eines vertikalen Al_2O_3 -Hohlzylinder, in dem sich die Proben und Rundstäbe befinden, gedrückt. Diese Apparatur wird durch einen umliegenden Ofen eingefasst, dessen Wärmezufuhr schließlich zu Längenänderungen der Proben führt, welche durch eine Messeinheit am Fuß des Rundstabs aufgezeichnet wird.

Die Herstellung der untersuchten, quaderförmigen Proben ($5 \times 4 \times 2 \text{ mm}^3$), die vor der Dilatometrie zur Bestimmung der Probenporosität verwendet wurden, ist in Kapitel 4.2.1 beschrieben. Besondere Aufmerksamkeit wurde bei der Präparation auf die Planparallelität aller einander gegenüberliegende Seiten gelegt. Da die Probenlänge (5 mm) aufgrund der Limitierung des zur Verfügung stehenden Ausgangsmaterials deutlich von der Normlänge (25 mm) abwich, wurde vor Beginn der Messreihen eine Referenzmessung mit einer 5 mm langen, reinen W-Probe ausgeführt. Genau wie die Proben der tatsächlichen Messungen wurde die Referenzprobe vom Standardaufbau leichtgradig abweichend in das Gerät eingesetzt: Sowohl über, als auch unter der Probe wurden 10 mm hohe, ausgeheizte Al_2O_3 -Zylinder positioniert, um die thermische Genauigkeit des Systems zu erhalten. Die Gültigkeit des Aufbaus konnte durch einen Vergleich der gemessenen Dehnung von Wolfram (korrigiert um die Ausdehnung des Gestänges) mit Literaturwerten von Wolfram-Dehnungen verifiziert werden. Alle Messungen wurden in Ar-Atmosphäre bei leichtem Überdruck mit einer Heizrate von 3 K min^{-1} ausgeführt. Die Maximaltemperatur jeder Messung betrug 1060°C und wurde für 15 min gehalten bevor der Ofenraum abkühlte. Längenänderungen verschiedener Proben werden verglichen, indem die temperaturabhängigen Messwerte $\Delta L(T)$ auf die Ausgangslänge der jeweiligen Probe L_0 bezogen und somit normiert werden.

4.2.4. Mechanische Eigenschaften

Mit dem Ziel, RAFM/W-Komposite als gradierte Zwischenschicht in PFCs zu verwenden, müssen diese neben den funktionell bedingten thermo-physikalischen Ansprüchen, konstruktionsbedingten, mechanischen Anforderungen gerecht werden. Insbesondere bedeutet dies, dass eine ausreichend hohe Steifigkeit (E-Modul), sowie eine möglichst hohe Fließgrenze σ_F , Festigkeit R_m und Zähigkeit erreicht werden sollten. Die Zähigkeit beschreibt dabei den Widerstand gegen Bruch und wird mittels der Festigkeit R_m , der Bruchverformung, der Arbeitsaufnahme und dem Vermögen, Rissfortschritt aufzuhalten, beurteilt [178]. Verschiedene Prüfungen bieten die Möglichkeit, all diese Materialeigenschaften zu bestimmen. Aufgrund der limitierten Menge zur Verfügung stehenden Materials sowie der komplizierten Bearbeitung von Wolfram mittels Drahterosion, ist bei der Prüfauswahl besonderes Augenmerk auf eine geringe Probengröße und einfache Probengeometrie gelegt worden. Auf Grundlage dieser Voraussetzungen wird für die Charakterisierung von Wolframbasis-Materialien häufig die instrumentierte Härteeindringprüfung durchgeführt. Da diese jedoch eine Druckbeanspruchung ausübt, führt sie zu einer deutlichen Überschätzung der Bruchfestigkeit spröder Materialien. In der vorliegenden Arbeit sind mechanische Kennwerte daher mit dem Biegeversuch ermittelt worden. Für dessen Durchführung existieren verschiedene Ansätze und Normen (bspw. Drei- bzw. Vier-Punkt-Biegeversuche, Unterschiede hinsichtlich der Geometrie und der Ausführung) [179–184]. Da in der Literatur keine Einigkeit über die Biegeprüfung kleiner Proben aus voraussichtlich spröden versagenden Materialien vorliegt, basieren die vorliegenden Vier-Punkt-Biegeversuche auf einem Prüfverfahren, das bereits erfolgreich an kleinen, gesinterten Wolframproben durchgeführt wurde [181]. Das Verfahren wurde, wie im Folgenden beschrieben, in Form von zwei Prüf-Vorschriften ausgeführt.

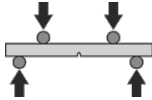
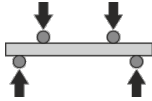
Vier-Punkt-Biegung

Für die mechanische Charakterisierung der Komposite wurde der Vier-Punkt-Biegeversuch ausgewählt. Allgemein wird hierbei eine balkenförmige Probe mit rechteckigem Querschnitt entlang der Längsachse auf zwei Auflagern positioniert und über zwei weitere Lager an der gegenüberliegenden Seite durch eine Kraft belastet. Während dieser Belastung werden die Gegenkraft, die von der Probe auf die Last wirkt, und der Verfahrweg der Last gemessen.

In der vorliegenden Arbeit wurden Komposite untersucht, die mittels APS und EDS hergestellt wurden. Alle $12 \times 1 \times 1 \text{ mm}^3$ großen Proben wurden zentral aus einem größeren Stück mittels Drahterosion heraus getrennt, ihre ehemalige Orientierung markiert und die Oberflächen metallografisch nachbearbeitet. Die relative Orientierung der Proben zur ursprünglichen Lage im Komposit wurde notiert, weil die Gefüge der Proben isotrop sind. Die

Biegeproben sind daher so zu entnehmen und in der Prüfmaschine zu positionieren, dass die Hauptnormalspannung des Biegeversuchs der späteren Hauptbelastungsrichtung im PFC entspricht. Da letztere durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Wolfram und RAFM-Stahl definiert wird, liegt die größte Zug-/Drucknormalbeanspruchung voraussichtlich in der Ebene der Hauptaushdehnungsrichtung der hergestellten Komposite. Im Rahmen der metallographischen Nachbearbeitung wurden die erodierten Biegebalken über die Schleifstufen P600 bis P2500 allseitig auf Maß geschliffen und anschließend in vier Stufen, abschließend mit Oxid-Poliersuspension (OPS), poliert. Dabei kam der Planparallelität gegenüberliegender Seiten besondere Aufmerksamkeit zu. Die Proben wurden am Ende jeder Schleif- und Polierstufe so orientiert, dass mögliche Schleif- und Polierrillen longitudinal über die Oberfläche der Balken verliefen. Insgesamt wurden zwei verschiedene Prüfvorschriften, A und B, durchgeführt, deren Unterschiede und Anwendung in Tabelle 4.9 gegenübergestellt sind. Für APS-Komposite sind die Biegebalken demnach mittig gekerbt worden, weil sie in Vorversuchen teilweise außerhalb der inneren Lager gebrochen sind, wodurch eine Berechnung der Festigkeit unmöglich wird. Für EDS-Komposite war dies nicht zu beobachten, weshalb sie ungekerbt getestet werden konnten.

Tabelle 4.9.: Angewendete Vorschriften für die Durchführung der Vier-Punkt-Biegeprüfung.

Bezeichnung	Besonderheit	verwendete Substrate	Probenorientierung
A	In die Mitte der Probenunterseiten wurde nach der Politur ein 150 µm tiefer, 120 µm breiter Kerb erodiert	APS-Komposite	
B	homogener Probenquerschnitt (1x1 mm²)	EDS-Komposite mechanisch legierter Pulver	

Die vorliegenden Untersuchungen wurden an einer Universalprüfmaschine der Firma ZWICK/ROELL durchgeführt, die im Druckprüfmodus eingerichtet wurde. Die verwendete Probenhalterung, die am Institut für Angewandte Werkstoffphysik des Karlsruher Institut für Technologie entwickelt wurde und eine Vier-Punkt-Last auf darin positionierte Proben ausübt, ist in Abbildung 4.5 dargestellt.

Durch die ebene Bodenfläche des Probenaufnehmers, exakte Passungen und eine Kugel

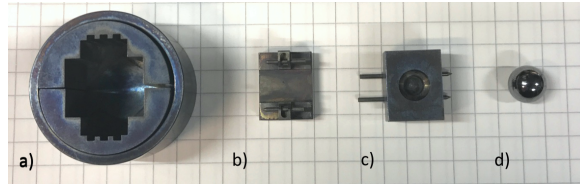


Abbildung 4.5.: Verwendete Probenhalterung für das Belasten der Vier-Punkt-Biegeproben in einer Universalprüfmaschine. a) äußerer Aufnehmer, b) Auflager, c) Lastlager, d) Kugel zur exakten Übertragung der Presskraft auf die Lager.

am Kopf der Halterung können sich dessen Bestandteile bei Belastung exakt aneinander ausrichten, sodass möglichst wenig multiaxiale Spannungen in die Probe eingebracht werden. Die Messungen wurden in einem Ofen an Umgebungsatmosphäre bei Temperaturen von 25°C bis 300°C ausgeführt. Nach dem Einbau einer Probe in die Halterung und dem Aufheizen der Klimakammer auf Versuchstemperatur wurde eine isotherme Haltestufe für 60 min eingehalten, um Temperaturinhomogenitäten auszugleichen, bevor die Belastung aufgebracht wurde.

Die Umrechnung der Kraft-Verfahrweg-Messschriebe in Spannungs-Dehnungs-Kurven basiert auf der klassischen Elastizitätstheorie nach ASTM D7264 [184]. Da das Biegemoment zwischen den inneren Auflagern beim Vier-Punkt-Biegeversuch konstant ist, gilt dies ebenfalls für die Spannungsverteilung entlang der Balkenlängsachse. Die maximale Biegespannung σ_B über dem konstanten, rechteckigen Balkenquerschnitt wird bei isotropem Gefüge an den äußeren Randfasern der Proben erreicht. Sie wird mit der angewendeten Kraft F_B , der Auflager-Spannlänge l_{Spann} sowie der Probenbreite b und -höhe h nach Gleichung 4.13 berechnet.

$$\sigma_B = \frac{3 F_B l_{\text{Spann}}}{4 b h^2} \quad (4.13)$$

Für die Beurteilung der gekerbten Proben (Vorschrift A) sei außerdem auf die Spannungsüberhöhung vor dem Kerbgrund hingewiesen. Durch die Kerbe ist das Biegemoment entlang der Probenlängsachse zwischen den Auflagern nicht mehr konstant, jedoch können die vorliegenden maximalen Spannungen wegen der bekannten Geometrie berechnet und ein Kerb-bedingter Spannungsintensitätsfaktor bestimmt werden. Im vorliegenden Fall ist letzterer sowohl mittels Vergleichsmessungen als auch eines FE Modells berechnet worden. Für das FE Modell wurde die verwendete Geometrie eines 12 mm langen Biegebalkens aus Wolfram, der einen quadratischen, 1x1 mm² großen Querschnitt besitzt simuliert. Dieser Balken wird an der Unterseite durch zwei Auflager im Abstand von 10 mm gestützt und oben aufliegend durch zwei Lastlager im Abstand von 5 mm belastet. Die Lastlager werden mit einer Geschwindigkeit von 0,033 mm s⁻¹ vertikal nach unten bewegt. Somit

sind alle relevanten Parameter identisch zur durchgeführten Prüfung. Im Rahmen einer zweiten Simulation wurde der selbe Biegebalken, jedoch mit der erwähnten Kerbe an der Mitte der Unterseite, simuliert. In beiden Fällen sind die maximalen Vergleichsspannungen nach von Mises über der Durchbiegung der Balkenmitte untersucht worden. Das Ergebnis ist in Abbildung 4.6 a) dargestellt. Die Abbildung enthält darüber hinaus den Spannungsintensitätsfaktor über der Auslenkung, der sich als Quotient der höheren durch die niedrigere maximale Spannung ergibt. Bis zum Erreichen der Streckgrenze ist dieser nahezu konstant und beträgt ca. 2,8.

Die Ergebnisse von Vergleichs-Biegeprüfungen, die bei Raumtemperatur an Prüflingen aus Wolfram-Vollmaterial mit und ohne Kerbe unter den relevanten Versuchsbedingungen durchgeführt wurden, werden in Abbildung 4.6 b) gezeigt. Der hier ebenfalls aufgeführte Spannungsintensitätsfaktor beträgt nach experimenteller Bestimmung ca. 2,1. Auf Grundlage der beiden Ermittlungsverfahren für den Intensitätsfaktor werden Spannungen, die nach der geschilderten Prüfmethode nach ASTM D7264 berechnet werden können [184], für Prüfvorschrift A mit dem Mittelwert beider Ergebnisse, dem Faktor 2,5, multipliziert.

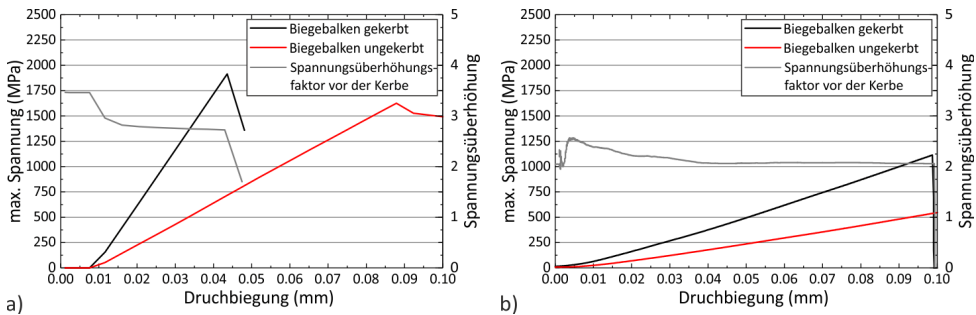


Abbildung 4.6.: Spannungsverlauf über der Durchbiegung bei 4-Punkt-Biegeversuchen mit und ohne Kerb sowie der resultierende Spannungsintensitätsfaktor.
a) Ergebnis der FE Modellierung, b) Experimentelle Bestimmung.

Die Berechnung der Randfaserdehnung ϵ_B wird nach Gleichung 4.14 durchgeführt.

$$\epsilon_B = \frac{4,36 \delta h}{l_{\text{Spann}}^2} \quad (4.14)$$

Der darin enthaltene Wert δ entspricht der Auslenkung der neutralen Faser an der Balkenmitte. Die Auslenkung wurde zwar nicht direkt an dieser Stelle, sondern lediglich über die Verschiebung des Maschinen-Querhauptes an den oberen Auflagerpunkten des Vier-Punkt-Biegung gemessen, kann jedoch nach GORNY auf Grundlage einer analytischen Berechnung der Biegelinie für den elastischen Bereich als das ca. 1,3-fache der Auslenkung unter den Auflagern angenähert werden [185].

5. Ergebnisse und Diskussion

In Anlehnung an die vorausgehende Strukturierung dieser Arbeit erfolgt die Darstellung der Ergebnisse im vorliegenden Kapitel zweigeteilt. Es werden zunächst die Ergebnisse der thermo-mechanischen FE Simulation der ersten Wand mit gradierten Schichten geschildert und diskutiert. Anschließend werden die Ergebnisse des experimentellen Teils dieser Arbeit behandelt.

5.1. Ergebnisse der thermo-mechanischen Simulation

Um den Einfluss von FGMs auf die erste Wand des Fusionsreaktors DEMO voraussagen und optimieren zu können, ist eine Modell-Komponente der ersten Wand mit der FE Software ANSYS simuliert worden. In Anlehnung an die Beschreibung von Kristallen durch Elementar- bzw. Einheits-Zellen kann die simulierte Geometrie als „Einheits-Komponente“ betrachtet werden, aus der sich die erste Wand von DEMO zusammensetzt. Als variable Parameter, die im Rahmen der Simulationen untersucht werden können, wurden die Folgenden identifiziert:

- Anzahl der Teilschichten, aus denen ein FGM besteht
- Stärke der FGM-Schicht
- Größe der Einheits-Komponente, die in toroidaler und poloidaler Richtung repetitiv an der Ersten Wand angeordnet wird
- Thermische Belastung der ersten Wand

Dabei werden die ersten drei Punkte separat behandelt und die thermische Belastung in Kombination mit der Stärke des FGMs und der Komponenten-Größe.

5.1.1. Standardmodell

Grundsätzlich gehen sämtliche hier untersuchten Variationen von einem als „Standardmodell“ bezeichneten Parametersatz aus. Dieser bezieht sich auf die in Abbildung 3.1 gezeigte Geometrie einer 16 mm breiten Komponente mit einer 3 mm starken Wolfram-Schutzschicht, einem 1 mm starken FGM und einer 2 mm starken RAFM-Stahl-Struktur

an der dünnsten Stelle zwischen Kühlung und FGM. Der Kühlkanal besitzt im Standardmodell einen Durchmesser von 12 mm und die Seitenlänge der rechteckigen Elemente im Bereich des FGM beträgt 0,01 mm. Die somit erreichbare Anzahl von Teilschichten, aus denen sich das FGM zusammensetzen kann, beträgt 100 Stück und wird in dieser Form für das Standardmodell angewendet. Aufgrund der somit kleinen Abstufungen der Teilschichten wird diese Gradierung im Folgenden als „linear-kontinuierliche Gradierung“ bezeichnet. Die thermische Belastung, die auf die Oberseite der Wolfram-Schutzschicht wirkt, ist nicht festgelegt, wohingegen die Kühlwasser-Temperatur mit 200°C sowie der thermische Übergangskoeffizient vom Kühlrohr zum Kühlwasser mit $128 \text{ W m}^{-2} \text{ K}^{-1}$ fixiert sind.

Die Teilschichten des FGM wurden als Kontinua mit interpolierten Materialeigenschaften entsprechend der jeweils gewünschten RAFM/Wolfram-Zusammensetzung modelliert, wie in Kapitel 3 beschrieben. Die Berücksichtigung einer speziellen Mikrostruktur der Materialien, insbesondere einer Konstituenten-Verteilung, fand folglich nicht statt. Bei den berechneten Spannungen handelt es sich somit definitionsgemäß um Makrospannungen.

Um die Parameter-Variationen der FE Studie einordnen zu können, sollen im Folgenden zunächst die Ergebnisse der Temperatur-, Spannungs- und Dehnungsberechnungen für das Standardmodell, das in der Lastphase mit einer Vollast von 4 MW m^{-2} belastet wird, analysiert werden.

Abbildung 5.1 zeigt einen vergrößerten Ausschnitt der simulierten Komponente. In Teilbild a) ist die Vernetzung dargestellt, woraus sich die quadratischen Elemente mit einer Seitenlänge von 0,01 mm im Bereich des FGM ergeben, in Teilbild b) der näherungsweise kontinuierliche Übergang der Materialeigenschaften im FGM von reinem RAFM-Stahl an der Unterseite hin zu reinem Wolfram an der Oberseite. Durch die Aufteilung des FGM in 100 Teilschichten ist keine diskrete Materialgrenze erkennbar, woraus ein theoretisch ideales FGM hervorgeht.

Die so definierte Komponente wird im Rahmen der Simulation über mehrere Lastschritte belastet. Zunächst wird das Ende des Herstellungsprozesses eines PFCs simuliert, indem das Diffusionsschweißen bei 700°C als spannungsfreier Zustand definiert und die Komponente auf 20°C homogen abgekühlt wird (Lastschritt 1). In einem zweiten Lastschritt erfolgt der Übergang von der Herstellung zur Anwendung, indem die Komponente homogen auf die Kühlwasser-bedingte Basistemperatur von 200°C erwärmt wird. Lastschritt 3 beschreibt die sukzessive Zunahme einer thermischen Belastung der Wolfram-Schutzschicht bei gleichzeitiger Kühlung der RAFM-Stahl-Struktur und Lastschritt 4 die äquivalente Reduktion der Wärmelast. In den folgenden Lastschritten wird die thermische Belastung der Anwendungsphase in identischer Weise zyklisch wiederholt.

Aus den beschriebenen Belastungen entsteht ein instationäres Temperaturfeld, das auf-

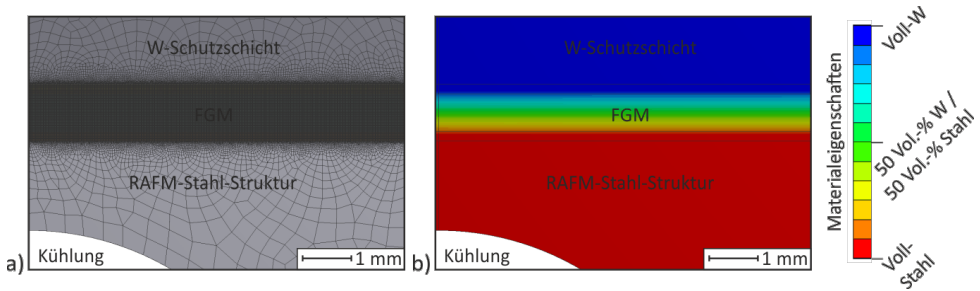


Abbildung 5.1.: Vergrößerte Darstellung des FGM-Bereiches im Standardmodell. a) Ver-netzung und daraus hervorgehende Elemente der Seitenlänge 0,01 mm im Bereich des FGM, b) näherungsweise kontinuierlicher Übergang der Materialien zwischen Stahl-Struktur und W-Schutzschicht.

grund unterschiedlicher Materialeigenschaften Spannungen und Dehnungen hervorruft. Der Verlauf dieser entlang der Lastschritte wird im Folgenden kollektiv für jeden Lastschritt untersucht. Abbildung 5.2 zeigt hierfür die Verläufe a) der Temperatur-Minima und -Maxima in der gesamten Komponente sowie speziell im FGM, b) die Minima und Maxima der Vergleichsspannungen nach von Mises, c) die Maxima der plastischen Vergleichsdehnungen, d) die Maxima der Zug- und Drucknormalspannungen parallel zur Füge-Ebene (σ_{xx}), e) die Maxima der Zug- und Drucknormalspannungen orthogonal zur Füge-Ebene (σ_{yy}), f) die maximalen Beträge der Scherspannungen. Die Betrachtungen erfolgen nicht entlang einer Zeitachse, da keine Zeit-abhängigen Materialeigenschaften berücksichtigt wurden. Die Temperatur- und Spannungsverläufe entlang der Lastschritte entsprechen sinngemäß jedoch einem zeitlichen Verlauf.

Lastschritt 1 - Abkühlen von Diffusionsschweiß-Temperatur

Abbildung 5.2 a) ist zu entnehmen, dass die Temperatur innerhalb des ersten Lastschrittes gleichmäßig über die gesamte Komponente mit konstanter Kühlrate abnimmt. Temperaturminimum und -maximum verlaufen fortwährend deckungsgleich bis die gesamte Komponente am Ende des Lastschritts eine Temperatur von 20°C aufweist. Reale Abkühlkurven entsprechen zwar einer Exponentialfunktion, die tatsächlichen Kühl- und Heizraten spielen für die vorliegende Analyse jedoch keine Rolle, da kein visko-plastisches Materialverhalten berücksichtigt wurde. Relevant ist hingegen das näherungsweise gleichmäßige Abkühlen der gesamten Komponente. Bei größeren Bauteilen, kann die Temperaturabnahme ungleichmäßig über den Querschnitt erfolgen, wodurch Eigenspannungen ausgebildet werden. Im vorliegenden Fall gleichmäßiger Abkühlung werden diese lediglich durch unterschiedliche Materialeigenschaften an der Fügezone verursacht.

Entsprechend Kapitel 3.3.2 wachsen thermisch induzierte Spannungen mit zunehmender Abweichung von der spannungsfreien Temperatur an. Da nach dem Diffusionsschweißen

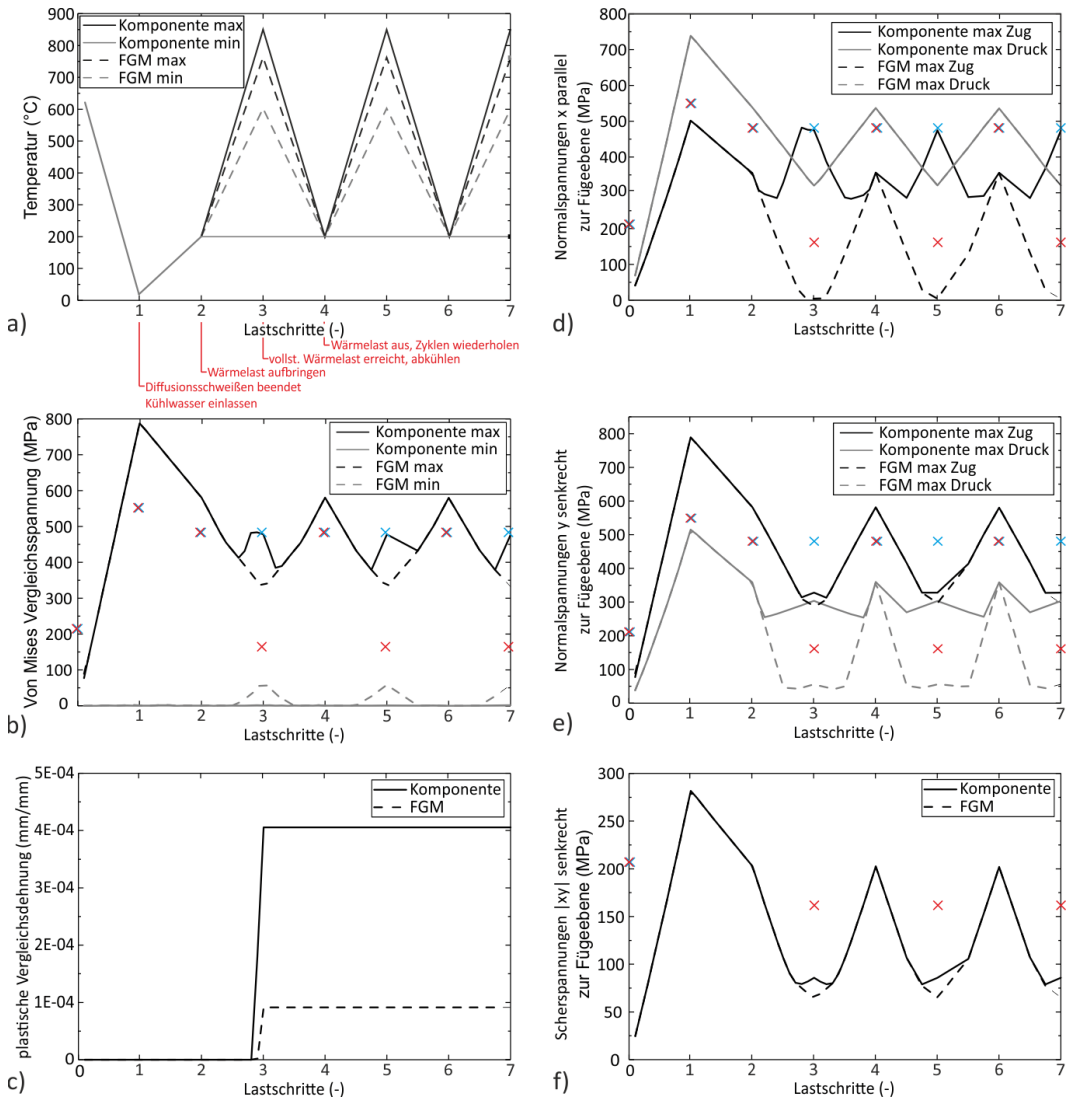


Abbildung 5.2.: Verläufe der Temperatur, Spannungen und plastischen Dehnungen im Standardmodell entlang der Lastschritte. a) Temperatur-Minima und -Maxima in der gesamten Komponente sowie speziell im FGM, b) Minima und Maxima der Vergleichsspannungen nach von Mises, c) Maxima der plastischen Vergleichsdehnungen, d) Maxima der Zug- und Drucknormalspannungen parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} , e) Maxima der Zug- und Drucknormalspannungen orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} , f) maximale Beträge der Scherspannungen σ_{xy} . In den Verläufen der Spannungen ist zusätzlich die temperaturabhängige Fließspannung des simulierten RAFM-Stahls bei der jeweils kältesten Temperatur in der Komponente zu jedem Lastschritt (blaue Kreuze) und bei der höchsten im FGM auftretenden (rote Kreuze) eingezeichnet.

die größte Temperaturdifferenz vorliegt, sind auch dann alle Spannungskomponenten über den Lastschritten maximal, wie in den Abbildungen 5.2 d) bis f) abzulesen ist. Ein entsprechendes Maximum ist dementsprechend auch für die Mises Vergleichsspannungen in Teilbild b) vorzufinden. Für alle Spannungskomponenten entsprechen die Zug- und Druckspannungsmaxima im FGM denen in der gesamten Komponente, womit die jeweilige Position der Maxima innerhalb des FGM liegen muss. Die Höhe der maximalen Drucknormalspannung parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} (Abb. 5.2 d)) beträgt 739 MPa und liegt somit fast 200 MPa über der Raumtemperatur-Fließgrenze des simulieren RAFM-Stahls. Da dennoch keine plastische Verformung auftritt, wie in Teilbild c) abzulesen ist, muss dieses Maximum in einem Bereich des FGM liegen, der einen hohen Wolfram-Anteil aufweist. Die Zugnormalspannungen in die selbe Richtung erreichen 501 MPa und müssen im Sinne eines global eigenspannungsfreien Körpers im Bereich geringer Wolfram-Anteile liegen. Für die Zug- und Druckspannungsmaxima orthogonal zur Füge-Ebene ist eine inverse Charakteristik vorzufinden. Hohe Zugspannungen von bis zu 789 MPa liegen im Bereich hoher Wolfram-Anteile, während das Druckspannungsmaximum in Höhe von 515 MPa im Stahl-reichen Bereich liegt. Das Scherspannungs-Maximum liegt mit 282 MPa unterhalb der Fließgrenze des verwendeten Stahls und kann lediglich anhand eines Kontur-Diagramms lokalisiert werden. Dieses ist für alle Spannungskomponenten sowie die von Mises Vergleichsspannung in Abbildung 5.3 dargestellt.

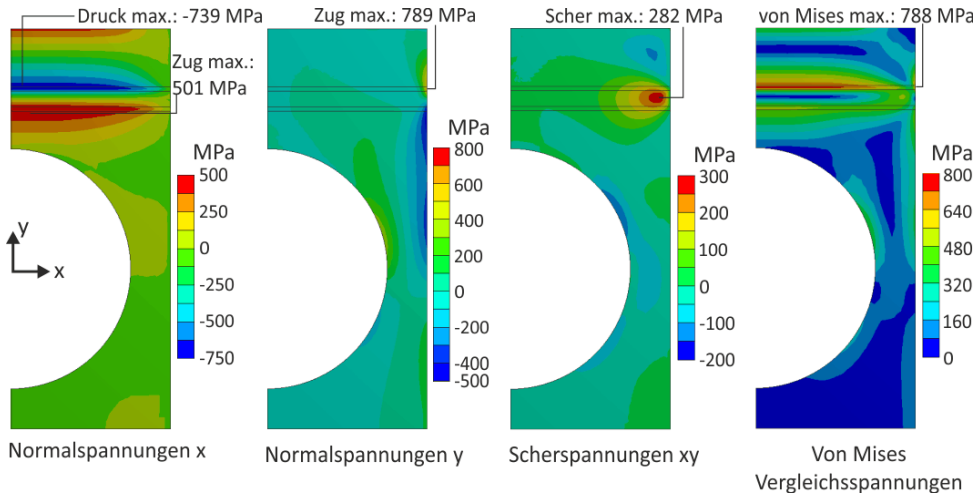


Abbildung 5.3.: Kontur-Diagramme der Spannungskomponenten innerhalb des Standardmodells nach dem Diffusionsschweißen. Dargestellt ist jeweils nur die rechte Hälfte der achsensymmetrischen Komponente.

Aus dem Kontur-Diagramm für Normalspannungen parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} ist ersichtlich, dass das Drucknormalspannungsmaximum tatsächlich im Bereich hoher Wolfram-

Anteile liegt, wie bereits aus dem Verlauf der Spannungsmaxima abgeleitet wurde. Es befindet sich an der Grenze des FGM zur Wolfram-Schutzschicht nahe der vertikalen Symmetrieachse der Komponente. Das umgebende Druckspannungsfeld reicht ca. einen Millimeter in die Wolfram-Schutzschicht und wenige Mikrometer in das FGM, sodass Letzteres größtenteils druckspannungsfrei ist. Das Zugspannungsmaximum σ_{xx} liegt an der Grenzfläche des FGM zur RAFM-Stahlstruktur. Während es, wie das Druckspannungsfeld, innerhalb weniger Mikrometer im FGM abklingt, reicht es ebenfalls ca. einen Millimeter in die Stahlstruktur hinein. Ein zweites lokal erhöhtes Zugspannungsfeld befindet sich an der Oberfläche der Wolfram-Schutzschicht. Zwar ist dessen lokales Maximum (ca. 400 MPa) geringer als das an der FGM-Stahl-Grenzfläche, jedoch kann es zu einer Induzierung von Rissen an realen, nicht ideal-ebenen Oberflächen führen und ist für den Bau einer Komponente nicht zu vernachlässigen.

Dem Kontur-Diagramm für Normalspannungen orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} ist ein Zugspannungsmaximum an der äußeren Ecke der Grenzfläche FGM-W-Schutzschicht zu entnehmen. Dieses Maximum bedarf einer besonderen Berücksichtigung, da es, wie die zuvor beschriebenen Zugspannungen an der Wolfram-Oberfläche, Risse öffnet. Es ist jedoch doppelt so groß (789 MPa) und befindet sich zusätzlich an der Diffusionsschweißnaht, die eine empfindlichen Stelle der Komponente darstellt. Speziell an den Grenzflächen der einzelnen Bestandteile können Fügefehler zu einer reduzierten Festigkeit führen. Das Druckspannungsmaximum der Normalspannungen orthogonal zur Füge-Ebene liegt an der Grenzfläche des FGM zum RAFM-Stahl und besitzt kein Schädigungspotenzial.

Das zuvor nicht zu lokalisierende Scherspannungsmaximum liegt auf halber Höhe des FGM ca. 1 cm von der Außenkante des FGM entfernt. Ein vergleichsweise fokussiertes, sphärisches Spannungsfeld reicht nur geringfügig über das FGM hinaus.

Aus der Kombination der vorausgehend beschriebenen Spannungen kann die von Mises Vergleichsspannung berechnet werden. Ihr Verlauf über der Komponente ist ebenfalls in Abbildung 5.3 aufgeführt. Entsprechend der zuvor beschriebenen hohen Druckspannung parallel zur Fügeebene σ_{xx} und Zugspannung orthogonal dazu σ_{yy} liegen die lokalen Maxima der Vergleichsspannung an den entsprechenden Positionen. Die Vergleichsspannung erscheint daher als kompakte Möglichkeit geeignet, den komplexen Spannungszustandes innerhalb der Komponente zu beschreiben.

Lastschritt 2 - Übergang von der Herstellung zur Anwendung

Der zweite Lastschritt beschreibt den Übergang des Herstellungsprozesses hin zur Anwendung, indem die Komponente homogen auf 200°C aufgeheizt wird. Hierbei werden keine weiteren Spannungen eingebracht und das Spannungsfeld bleibt gegenüber dem bei Raumtemperatur qualitativ unverändert. Die Spannungsmaxima sinken durch Annäherung der Temperatur an die spannungsfreie Diffusionsschweiß-Temperatur etwas ab,

wie anhand der Abbildungen 5.2 b) und d) - f) zu sehen ist. Der zweite Lastschritt wird daher nicht detailliert untersucht.

Lastschritt 3 - Aufbringung der ersten Volllast

Während des Aufbringens der Wärmelast auf die Wolfram-Oberfläche steigen sowohl das globale Temperaturmaximum im gesamten PFC, als auch das Maximum speziell im FGM linear an. Die Wolfram-Oberfläche erreicht dabei eine Spitzentemperatur in Höhe von 850°C und das FGM 763°C . Letzteres wird somit bis geringfügig unter die α - γ -Umwandlungstemperatur des RAFM-Stahls (ca. 800°C) erhitzt, die die obere zulässige Temperaturgrenze des FGM darstellt. Die geringste Temperatur bei Volllast beträgt im FGM 602°C . Global für die ganze Komponente betrachtet liegt sie auf Höhe der Kühlwassertemperatur (200°C). Abbildung 5.4 zeigt ein Kontur-Diagramm der Temperaturverteilung bei der simulierten Volllast von 4 MW m^{-2} . Die dargestellten Isothermen folgen darin qualitativ der Kontur des Kühlkanals, weshalb die jeweiligen Temperaturmaxima an der Außenseite der Einheits-Komponente lokalisiert werden können. Eine optimierte Geometrie des Kühlkanals kann sich somit vorteilhaft auf ein niedrigeres Temperaturmaximum innerhalb des FGM auswirken, was insbesondere wegen der beinahe erreichten zulässigen Temperaturgrenze relevant ist.

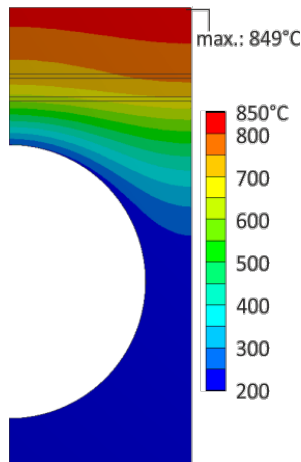


Abbildung 5.4.: Kontur-Diagramm des Temperaturfeldes bei Belastung des Standardmodells mit 4 MW m^{-2} . Dargestellt ist lediglich die rechte Hälfte der achsensymmetrischen Komponente.

Die Spannungsverteilung während des Aufbringens der Last gestaltet sich als komplex. Abbildung 5.2 d) ist zu entnehmen, dass das globale Drucknormalspannungsmaximum parallel zur Fügeebene σ_{xx} weiterhin innerhalb des FGMs liegt, da das lokale und globale Maximum deckungsgleich verlaufen. Mit steigender Temperatur nimmt das Maximum

bis zum Erreichen der Volllast auf 320 MPa ab. Analog dazu sinkt das Zugnormalspannungsmaximum σ_{xx} innerhalb des FGM, sodass die gradierte Schicht nahezu frei von Zugspannungen parallel zur Füge-Ebene ist. Global zeigt sich kurz nach Aufbringen der thermischen Belastung eine Abweichung vom lokalen Verhalten des FGM. Die Zugnormalspannungen parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} sinken dann global mit reduzierter Geschwindigkeit gegenüber den Spannungen im FGM und steigen daraufhin sogar an, bis sie die temperaturabhängige Fließgrenze des RAFM-Stahls erreichen. Infolge dessen sind die Zugspannungen bis zum Aufbringen der vollständigen Last nahezu konstant. Das Erreichen der Fließgrenze ist auch anhand des Teilbildes 5.2 c) zu sehen, in dem der Verlauf der plastischen Vergleichsdehnung dargestellt ist. Dieser steigt mit dem Einsetzen der Phase konstanter Zugnormalspannungen σ_{xx} sprunghaft auf ca. $4 \cdot 10^{-4} \text{ mm mm}^{-1}$ an. Innerhalb des FGM findet im selben Moment eine Zunahme der plastischen Vergleichsdehnung, jedoch auf lediglich $1 \cdot 10^{-4} \text{ mm mm}^{-1}$, statt.

Die Zug- und Drucknormalspannungsmaxima orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} verhalten sich ähnlich den zuvor beschriebenen Zugnormalspannungen σ_{xx} . Im FGM sinkt das jeweilige Maximum auf 300 MPa bzw. auf 50 MPa ab. Während die Zug- und Druckspannungsmaxima global zunächst ebenfalls abfallen, steigt der Verlauf der maximalen Drucknormalspannung mit dem Einsetzen des abweichenden Verlaufs der Zugnormalspannungsmaxima σ_{xx} erneut linear an und erreicht 303 MPa. Der Verlauf des Zugnormalspannungsmaximums folgt diesem Verhalten kurz vor dem Erreichen der Volllast, sodass das Maximum am Ende des Lastschrittes 328 MPa beträgt.

Das globale Scherspannungsmaximum sinkt, genau wie die zuvor beschriebenen globalen Normalspannungen, zunächst ab und steigt ab dem halben Lastschritt leichtgradig an. In Folge dessen beträgt es bei Volllast 173 MPa. Das lokale Scherspannungsmaximum innerhalb des FGM sinkt demgegenüber konstant bis zum Ende des Lastschrittes auf 80 MPa.

Während der in Abbildung 5.2 b) dargestellte Verlauf der globalen, maximalen von Mises Vergleichsspannungen im ersten Lastschritt noch durch das Zugnormalspannungsmaximum orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} dominiert wurde, ist im dritten Lastschritt das Zugnormalspannungsmaximum σ_{xx} parallel zur Füge-Ebene für das Ausbilden des zu sehenden Peaks verantwortlich. Das Verhalten der im FGM lokalisierten Vergleichsspannungen entspricht den Verläufen der einzelnen Spannungskomponenten und erreicht ein Minimum.

Speziell für die Analyse des Einflusses eines FGMs in der Fügezone der Einheits-Komponente sind die voneinander abweichenden Verläufe der Spannungsmaxima im gesamten Bauteil bzw. im FGM detailliert zu untersuchen. Abbildung 5.5 zeigt daher die Kontur-Diagramme der Spannungskomponenten bei Volllast.

Gegenüber dem Kontur-Diagramm bei Raumtemperatur sinkt das Druckspannungsmaxi-

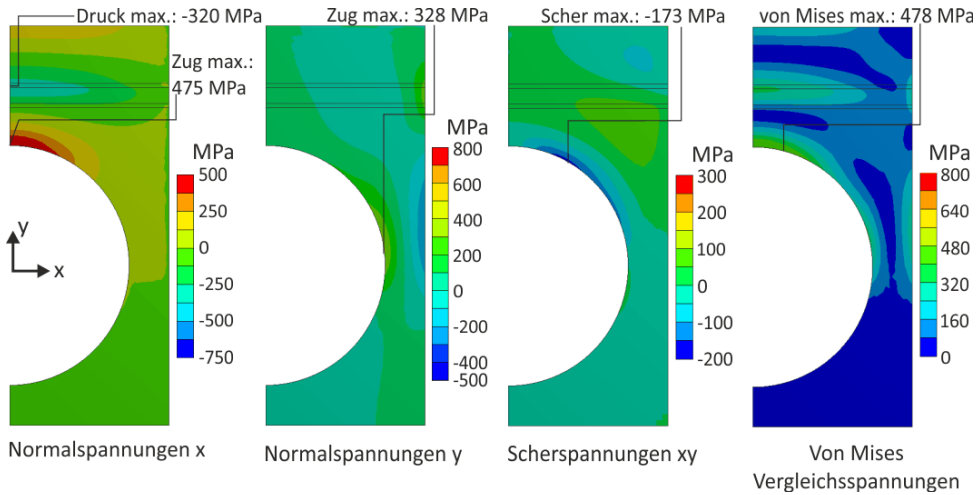


Abbildung 5.5.: Kontur-Diagramme der Spannungscomponenten innerhalb des Standardmodells bei vollständiger thermischer Belastung der Wolfram-Oberfläche mit 4 MW m^{-2} . Dargestellt ist jeweils nur die rechte Hälfte der achsensymmetrischen Komponente.

zum der Normalspannungen parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} an der FGM-Wolfram-Grenze deutlich um 420 MPa auf 320 MPa ab, was bereits anhand des Lastschrittverlaufs ersichtlich war. Auch die Zugspannungen in der selben Orientierung, die bei Raumtemperatur an der Grenzfläche FGM-RAFM-Stahl am höchsten sind, fallen um den nahezu gleichen Betrag. Spannungen parallel zur Fügeebene belasten das FGM unter Vollast somit lediglich durch die günstigeren Druckbelastungen und zwar im Bereich hoher Wolfram-Anteile. Von dieser Art und Höhe der Belastung ist bei der vorliegenden Temperatur keine Schädigung des FGM zu erwarten. Zugspannungen treten im Sinne eines globalen Eigenspannungsausgleichs weiterhin auf, sind jedoch an anderer Stelle als bei Raumtemperatur maximal. Anhand des Kontur-Diagramms für Normalspannungen σ_{xx} ist zu erkennen, dass es bei vollständiger Last in Folge der thermo-elastischen Ausdehnung von Wolfram-Schutzschicht und FGM an den oberen Rand des Kühlkanals verschoben ist. Hier überschreiten die Zugspannungen die 200°C -Fließgrenze des RAFM-Stahls, wodurch der Bereich plastifiziert. Mit der Verschiebung der Spannungsmaxima kann auch der komplexe Lastschrittverlauf der globalen Zugspannungsmaxima σ_{xx} aus Abbildung 5.2 d) erklärt werden, der innerhalb des dritten Lastschrittes zunächst sinkt und ab der Hälfte des Schrittes wieder ansteigt: Die bei Raumtemperatur an der Grenzfläche FGM-RAFM-Stahl global maximalen Zugspannungen sinken mit zunehmender Last (und Temperatur) fortwährend ab, während die Zugspannungen am Kühlkanal stetig ansteigen. Ab dem halben Lastschritt wechselt das Zugspannungsmaximum die Position, sodass global ein Anstieg zu verzeichnen ist. Wie bereits bei der Beschreibung des Temperatur-Kontur-Diagramms

bei Volllast (Abb. 5.4) beschrieben, kann eine Anpassung der Kühlkanal-Geometrie zu einer Optimierung der Belastung beitragen. Ein runder Kühlkanal führt zu einer lokalen Spannungsüberhöhung an der dünnsten Stelle der RAFM-Struktur zum FGM. Somit kann die Substitution des runden Kühlkanals durch beispielsweise einen rechteckigen zu einer Umverteilung von Spannungen und letztlich zur Reduzierung des Maximums führen.

Das ebenfalls in Abbildung 5.5 gezeigte Kontur-Diagramm für Normalspannungen orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} zeigt auch eine Positionsveränderung des Zugspannungsmaximums bei Volllast gegenüber dem bei Raumtemperatur. Während das Maximum nach dem Diffusionsschweißen an der kritischen Grenzfläche von FGM und Wolfram-Schutzschicht liegt, wird es bei Volllast aufgrund der thermo-elastischen Ausdehnung der oberen Komponententeile gleichmäßig links und rechts neben dem Kühlkanal im RAFM-Stahl aufgeteilt. Genau wie bei den Zugnormalspannungen parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} führt der Positionswechsel des globalen Maximums zur komplexen Charakteristik des Lastschrittverlaufs der Zugnormalspannungen σ_{yy} , der innerhalb des dritten Lastschrittes zunächst sinkt und später wieder ansteigt.

Scherspannungen spielen für die Belastung der Komponente aufgrund der geringen Höhe bei Volllast nahezu keine Rolle. Abbildung 5.5 ist zu entnehmen, dass diese ebenfalls am Kühlkanal maximal sind, hier jedoch lediglich 173 MPa betragen. Sie sind die Folge der zuvor beschriebenen Normalspannungsverteilungen.

Das Ausmaß der aus den hohen Zugnormalspannungen σ_{xx} resultierenden plastischen Vergleichsdehnung an der Oberseite des Kühlkanals kann Abbildung 5.6 a) entnommen werden. Die Ausprägung des Verformungsfeldes entspricht der Form der Zugnormalspannungen parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} . Für die Anwendung der simulierten Geometrie als PFC ist zu diskutieren, ob diese plastische Verformung zu einer Schädigung der Komponente führt. Zumindest für die hier simulierten ersten drei Lastzyklen kann mithilfe von Abbildung 5.2 c) geschlossen werden, dass eine Schädigung nicht stattfindet, denn das plastische Vergleichsdehnungsmaximum nimmt mit weiteren Lastzyklen vorerst nicht zu und das Dehnungsfeld wächst nicht an. Ob diese Regel auch für die folgenden Zyklen erhalten bleibt, muss in weiterführenden Studien untersucht werden, die insbesondere richtungsabhängige Verfestigung und viskoplastisches Materialverhalten berücksichtigen. Neben dem globalen plastischen Vergleichsdehnungsmaximum während des ersten Lastschrittes ist anhand von Abbildung 5.6 b)-d) ein zweites, weniger stark ausgeprägtes lokales Maximum an der FGM-RAFM-Stahl-Grenzfläche abzulesen. Während es sich bei der ersten Volllast als Punktverformung darstellt (Teilbild b)), nimmt das Ausmaß der Verformung durch den zweiten Lastzyklus zu (Teilbild c)), bleibt danach jedoch konstant (Teilbild d)). Das Maximum ändert sich gegenüber dem ersten Lastzyklus für das simulierte Materialverhalten nie. Eine mögliche Erklärung für das Anwachsen des

Dehnungsfeldes bei der zweiten Volllast findet sich reziprok durch die weitere Analyse des Lastschritt-Verlaufs der Spannungskomponenten für die zweite und dritte Volllast im Rahmen des folgenden Unterkapitels.

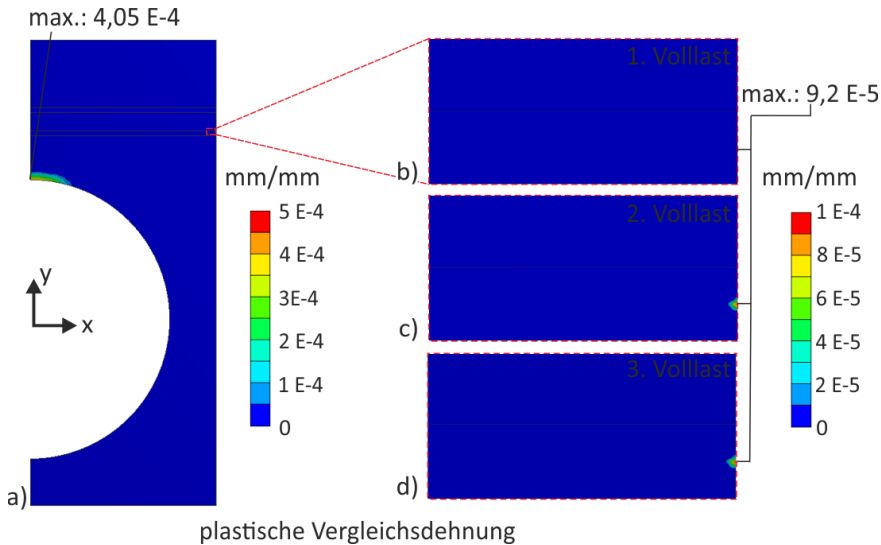


Abbildung 5.6.: Kontur-Diagramme der plastischen Vergleichsdehnung innerhalb des Standardmodells bei vollständiger thermischer Belastung der Wolfram-Oberfläche mit 4 MW m^{-2} für die ersten drei Lastzyklen. Dargestellt ist lediglich die rechte Hälfte der achsensymmetrischen Komponente.

Lastschritte 4 bis 7 - Zweite und dritte Volllast

Anhand von Abbildung 5.2 zeigt sich mit dem Ende der ersten Volllast für den weiteren Lastverlauf ein insgesamt reproduzierbares, zyklisches Verhalten der Temperatur und der Spannungskomponenten. Lediglich während einer kurzen Phase um das Ende des zweiten Lastzyklus, wenn auch das plastische Dehnungsfeld an der FGM-RAFM-Stahl-Grenze anwächst, sind Unregelmäßigkeiten gegenüber dem ersten Lastzyklus zu verzeichnen. Sie gehen auf die Plastifizierung an der Oberseite des Kühlkanals zurück. Da diese bei erhöhten Temperaturen durch hohe Zugnormalspannungen σ_{xx} verursacht werden, entstehen an der selben Stelle bei Abkühlung von der ersten Volllast im Rahmen von Lastschritt 4 Drucknormalspannungen σ_{xx} mit einem geringen lokalen Maximum von ca. 45 MPa am Ende des Lastschrittes. Aufgrund dieses, gegenüber dem Ende des zweiten Lastschrittes neu hinzugekommenen Druckspannungsfeldes, sind die globalen Zug- und Druckspannungsmaxima parallel zur Füge-Ebene an den Grenzflächen FGM-RAFM-Stahl und FGM-Wolfram-Schutzschicht minimal gegenüber dem Ende des zweiten Lastschrittes reduziert. Wird die Komponente nun im Rahmen des zweiten Lastzyklus erwärmt, wech-

seln die globalen Maxima aller Spannungskomponenten ein wenig früher die Position, als für das Aufheizen im Rahmen des ersten Lastzyklus beschrieben. Dies ist insbesondere an den Lastschrittverläufen der maximalen Zugormalspannung σ_{yy} (Abb. 5.2 e)) und der maximalen Scherspannung (Abb. 5.2 f)) gut zu erkennen. Da die am Ende der zweiten Lastphase höchst-belastete Stelle (die Oberseite des Kühlrohrs) bereits plastifiziert ist und keine richtungsabhängige Verfestigung berücksichtigt wird, plastifiziert diese Stelle nicht erneut und der Verlauf der maximalen Zugspannungen σ_{xx} (Abb. 5.2 d)) weist kein erneutes Plateau auf. Die maximale Zugspannung orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} und das Scherspannungs-Maximum fallen derweil nicht so stark ab, wie beim Aufheizen im Rahmen des ersten Lastzyklus, weil der plastifizierte Bereich an der Oberseite des Kühlkanals früher zu hohen Zugspannungen σ_{xx} führt, als beim ersten Zyklus und im Sinne der globalen Spannungsfreiheit somit auch früher ausgleichende Zugspannungen in orthogonaler Orientierung σ_{yy} sowie Scherspannungen anwachsen. Durch diese Änderung gegenüber dem ersten Lastzyklus wächst auch das plastische Dehnungsfeld an der FGM-RAFM-Stahl-Grenze. Die weiteren Lastschritt-Verläufe der Temperatur, den Spannungskomponenten und der plastischen Vergleichsdehnung entsprechen auf identische Weise dem zweiten Lastzyklus und werden daher nicht gesondert beschrieben.

Für das Standardmodell ist festzuhalten, dass bei Implementierung des FGMs und einer maximalen Belastung von 4 MW m^{-2} keine für den RAFM-Stahl unzulässigen Temperaturen $> 800^\circ\text{C}$ verursacht und plastische Dehnungen im Bereich der Fügezone FGM-RAFM-Stahl stark begrenzt werden. Das Ziel der Spannungsrelaxation und insbesondere der Reduzierung thermo-mechanisch induzierter Plastifizierung wird demnach erreicht, wenn ein ideales FGM für die vorgeschlagene Geometrie im PFC implementiert wird. Um den Vorteil gegenüber der direkten Fügung herauszustellen, wird diese im folgenden Unterkapitel beschrieben.

5.1.2. Komponente mit direkter RAFM-W-Fügung

Die Simulation der Implementierung eines FGM in die RAFM-W-Fügezone einer Einheits-Komponente zeigt, dass lediglich geringe plastische Dehnungen in der Fügezone auftreten. Im Folgenden sollen die Ergebnisse mit der Simulation einer direkten RAFM-W-Fügung verglichen werden, um zu untersuchen, ob ein FGM tatsächlich positiv auf die Spannungs- und Dehnungsverteilung Einfluss nimmt. Dafür wird eine Komponente simuliert, die die gleichen Belastungen erfährt, wie das vorausgehend beschriebene Standardmodell. Sie unterscheidet sich davon lediglich dahingehend, kein FGM zu besitzen, wodurch der Bereich oberhalb des Kühlkanals einen Millimeter dünner ist als im Standardmodell. Abbildung 5.7 zeigt vergleichend die Lastschrittverläufe von Temperatur, Spannungskomponenten und plastischer Vergleichsdehnung innerhalb der Fügezone für die direkt gefügte Komponente und das FGM-gefügte Standardmodell. Darin entsprechen die gestrichelten

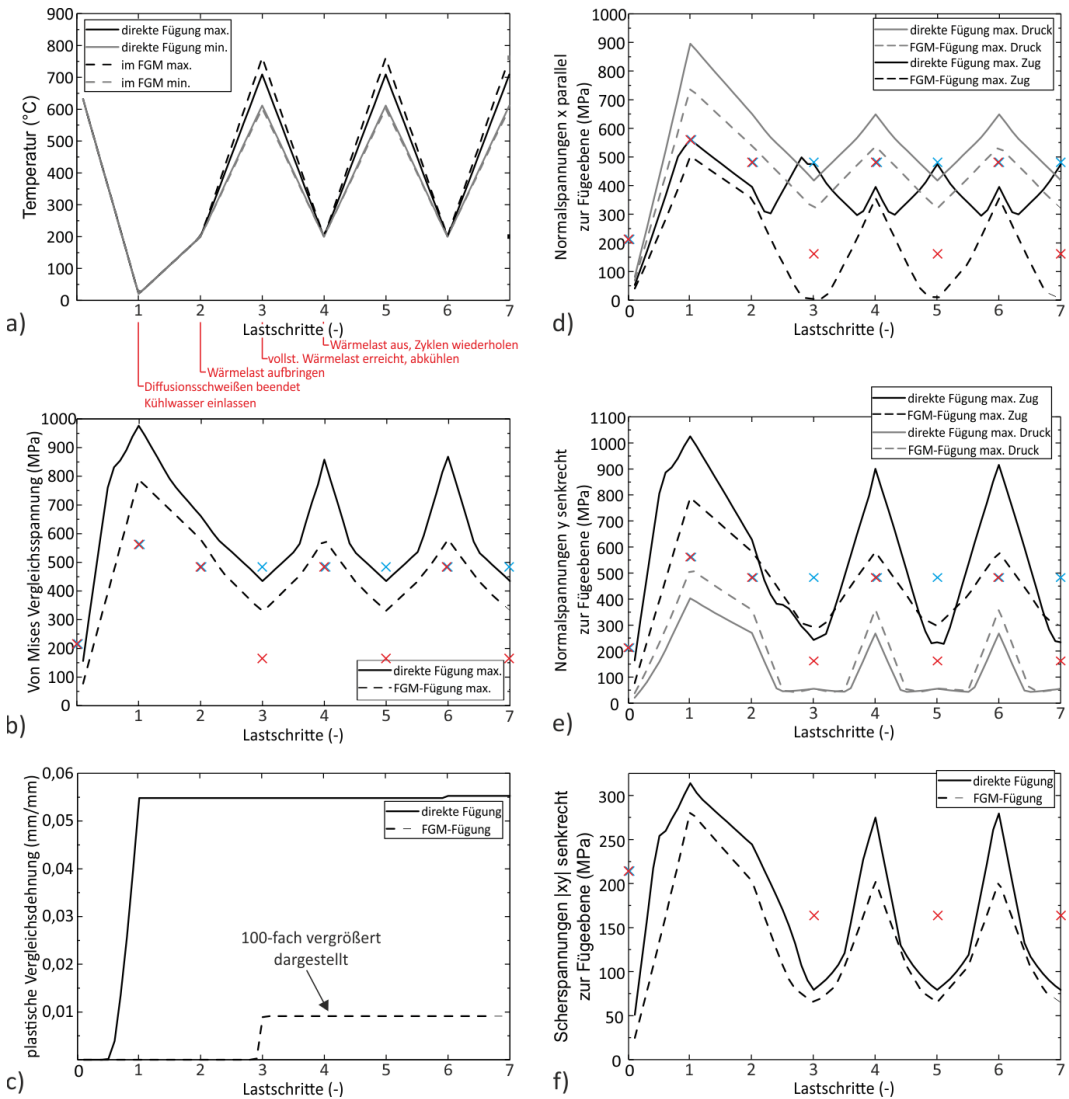


Abbildung 5.7.: Vergleichende Verläufe über den Lastschritten von Temperatur, Spannungen und plastischen Vergleichsdehnungen im Bereich der Fügezone für das Standardmodell und eine direkt gefügte Einheits-Komponente. a) Temperatur-Minima und -Maxima, b) Minima und Maxima der Vergleichsspannungen nach von Mises, c) Maxima der plastischen Vergleichsdehnungen, d) Maxima der Zug- und Drucknormalspannungen parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} , e) Maxima der Zug- und Drucknormalspannungen orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} , f) maximale Beträge der Scherspannungen σ_{xy} . In den Verläufen der Spannungen ist zusätzlich die temperaturabhängige Fließspannung des simulierten RAFM-Stahls bei der jeweils kältesten Temperatur in der Komponente zu jedem Lastschritt (blaue Kreuze) und bei der höchsten im FGM auftretenden (rote Kreuze) eingezeichnet

Linien dem Verhalten des bereits beschriebenen FGM-Bereichs des Standardmodells und die ausgezogenen dem der Fügezone der direkt gefügten Komponente.

Anhand des Teilbildes a) von Abbildung 5.7 zeigt sich, dass das Abkühlverhalten von der Diffusionsschweiß-Temperatur und der Übergang hin zu Anwendungsbedingungen (Lastschritte 1 und 2) für beide Modelle identisch ist. Während der folgenden Lastzyklen liegt die Maximaltemperatur in der Fügezone der direkt gefügten Komponente bis zu 50 K unter der des FGM, was zunächst gegen die Implementierung eines FGM spricht. Die Verläufe der Spannungskomponenten bestätigen diesen Eindruck jedoch nicht: Mit dem Beginn des Abkühlens von Diffusionsschweiß-Temperatur überragen alle Spannungskomponenten in der direkten Fügung die im FGM des Standardmodells zum Teil deutlich. Bereits ab der Hälfte des ersten Lastschrittes, wenn die homogene Temperatur in der Komponente noch ca. 360°C beträgt, wird die Fließgrenze des RAFM-Stahls aufgrund hoher Normalspannungen orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} und hoher Scherspannungen σ_{xy} überschritten. Dies zeigt sich sowohl an der Zunahme des Verlaufs maximaler plastischer Vergleichsdehnungen (Abb. 5.7 c)), als auch an der Abweichung vom linearen Verlauf der entsprechenden Spannungskomponenten (Abb. 5.7 e) und f)). Die plastischen Dehnungen, die aufgrund der hohen Spannungen eingebracht werden, betragen ca. 0,055 mm mm⁻¹ und sind damit um das 600-fache größer als das Maximum der plastischen Vergleichsdehnung im FGM des Standardmodells. Während Letztere darüber hinaus nach dem ersten Lastzyklus aufgrund der FGM-bedingten, günstigen Umverteilung von Spannungen unverändert bleiben, nimmt das plastische Vergleichsdehnungsmaximum in einer direkt gefügten Komponente mit weiteren Lastzyklen leichtgradig zu, wie anhand der schwach ausgeprägten Stufe bei Lastschritt 6 im entsprechenden Verlauf von Abbildung 5.7 c) zu sehen ist. Die Position des Dehnungsmaximums sowie das umliegende Dehnungsfeld sind für den Zustand nach dem Diffusionsschweißen sowie für die ersten drei Lastzyklen in Abbildung 5.8 dargestellt. Wie im FGM-gefügten Standardmodell befindet sich das lokale Maximum an der Außenseite der Fügung, reicht jedoch deutlich weiter im RAFM-Stahl-Bereich entlang der Diffusionsschweißnaht in die Komponente hinein und führt somit zu einer größeren Schädigung als die plastischen Dehnungen im FGM-gefügten Standardmodell. Entsprechend der vergleichsweise geringen Zunahme der maximalen plastischen Dehnungen verändert sich auch das plastische Dehnungsfeld mit weiteren Lastzyklen nur geringfügig, wie der Vergleich der Teilbilder c) - e) zeigt.

Aufgrund der frühen, starken plastischen Verformung divergieren im weiteren Lastverlauf speziell die Zugnormalspannungen parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} der direkt gefügten und der FGM-gefügten Komponente stark (Abb. 5.7 d)). Während das Zugnormalspannungsmaximum in dieser Orientierung im FGM mit steigender Temperatur monoton fällt (Lastschritt 3), beschreibt der entsprechende Verlauf in der direkten Fügung nach einem zunächst abnehmenden Spannungsmaximum ab der Hälfte des Lastschrittes 3

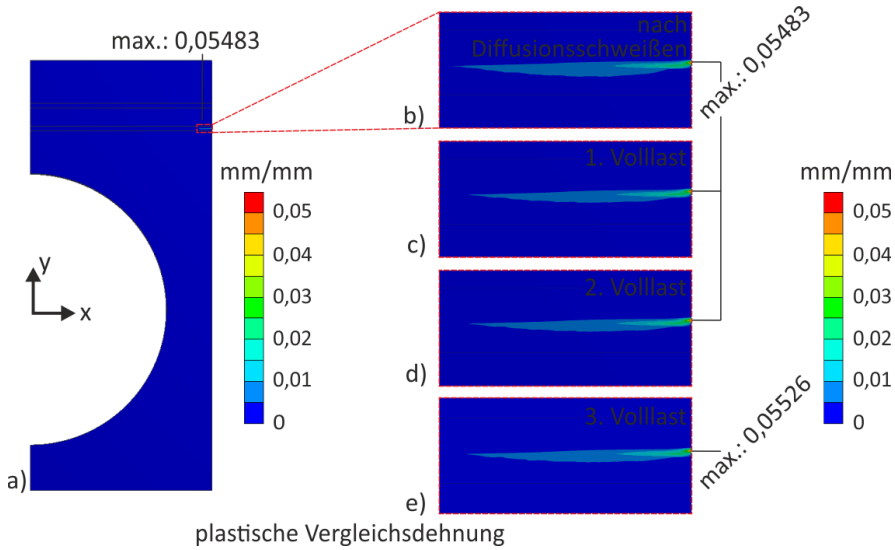


Abbildung 5.8.: Kontur-Diagramme der plastischen Vergleichsdehnung innerhalb eines PFC mit direkter Wolfram-RAFM-Stahl-Fügung nach dem Diffusionschweißen und bei vollständiger thermischer Belastung der Wolfram-Oberfläche mit 4 MW m^{-2} . Dargestellt ist lediglich die rechte Hälfte der achsensymmetrischen Komponente.

eine Wende. Somit werden nicht nur bei relativ niedrigen Temperaturen, sondern auch bei Volllast, wenn der RAFM-Stahl entfestigt ist, hohe Zugspannungen (475 MPa) erreicht. Wie anhand des Plateaus des maximalen Zugspannungsverlaufs zu entnehmen ist, führt diese Spannung zu weiterer plastischer Verformung im Bereich der Fügezone. Plastische Dehnungen oberhalb des Kühlkanals sind, anders als bei der FGM-gefügten Komponente, nicht zu verzeichnen. Als Folge dieses Verhaltens nehmen die Maxima aller Spannungskomponenten nach dem Abkühlen von Volllast auf Kühlwassertemperatur leichtgradig zu, wie der Vergleich der Verlaufsspitzen bei Lastschritt 4 und 6 zeigt. Ob eine Vielzahl weiterer Lastzyklen aufgrund von Materialverfestigung letztlich zu einem stationären plastischen Dehnungsfeld und somit einem Stopp des Spannungszuwachses führt, ist in zukünftigen Simulationen zu prüfen. An dieser Stelle kann jedoch bereits zusammengefasst werden, dass die Implementierung eines FGM in der RAFM-W-Fügezone einer Einheits-Komponente zu einer deutlichen Reduzierung plastischer Dehnungen führt und somit vorteilhaft gegenüber der direkten Fügung ist. Nachdem die grundsätzliche Nutzbringung eines FGM in der Füge-Ebene einer Einheits-Komponente gezeigt werden konnte, ist weiterhin die optimale Ausprägung des FGM zu bestimmen. Mit diesem Thema befassen sich daher die folgenden Kapitel.

5.1.3. Anzahl der Teilschichten eines FGM

In den beiden vorangehenden Kapiteln wurde der Vorteil der FGM-Fügung von Komponenten der ersten Wand gegenüber solchen mit direkter RAFM-W-Fügung herausgestellt. Dabei wurde das FGM als theoretisch ideale, linear-kontinuierlich gradierte Schicht simuliert. Mit Hinblick auf die technische Realisierung eines FGM ist zu prüfen, ob tatsächlich eine kontinuierliche Gradierung für die Nutzbringung eines FGM erforderlich ist, oder ob eine weniger feine Abstufung der Teilschichten zu den selben Vorteilen führt. Es ist daher eine Parameterstudie durchgeführt worden, für die die Anzahl der Teilschichten des FGMs sukzessive reduziert wurde. Alle weiteren variablen Parameter des Standardmodells blieben dabei unverändert.

Die Lastschrittverläufe der Temperatur, Spannungskomponenten und plastischen Vergleichsdehnung bleiben mit einer Variation der Teilschicht-Anzahl zu den Verläufen des Standardmodells qualitativ unverändert. Sie werden daher an dieser Stelle nicht erneut behandelt, sondern lediglich relevante Zustände vergleichend herausgegriffen. Hierbei handelt es sich um die Gegenüberstellung

1. der von Mises Vergleichsspannungsmaxima und der plastischen Vergleichsdehnungsmaxima zum Ende des ersten Lastschrittes, denn nach dem Abkühlen von Diffusionsschweiß-Temperatur sind die maximalen Spannungen über dem Lastschrittverlauf am größten und bei der Fügung ohne FGM werden hier erstmals plastische Vergleichsdehnungen hervorgerufen
2. der maximalen Temperatur innerhalb des FGM bei Volllast, denn die enthaltene RAFM-Stahl-Phase sollte nicht über die α - γ -Umwandlungstemperatur aufgeheizt werden
3. der Maxima plastischer Vergleichsdehnungen bei Volllast, denn bei Verwendung eines idealen FGMs treten hier erstmalig plastische Dehnungen auf.

Für die Bewertung der Teilschicht-Anzahl eines FGM ist letztlich die Kombination der drei Kriterien relevant. Die jeweiligen Berechnungsergebnisse für Modelle mit variierte Teilschicht-Anzahl im FGM sind in Abbildung 5.9 aufgeführt. Darin stellt Teilbild a) die Abhängigkeit der von Mises Vergleichsspannungsmaxima und plastischen Vergleichsdehnungsmaxima von der Anzahl der Teilschichten dar. Teilbild b) behandelt die Abhängigkeit der maximalen Temperatur im simulierten FGM und Teilbild c) die Abhängigkeit der maximalen plastischen Vergleichsdehnung von der Teilschicht-Anzahl bei Volllast.

Abbildung 5.9 a) zeigt mit reduzierter Anzahl der Teilschichten des FGM ein zunächst nahezu unverändertes Verhalten der von Mises Vergleichsspannungsmaxima nach dem Diffusionsschweißen. Im Sinne der Spannungsreduzierung scheint es unerheblich zu sein, ob das FGM aus 100 oder 10 Teilschichten besteht. Auch eine weitere Reduzierung der

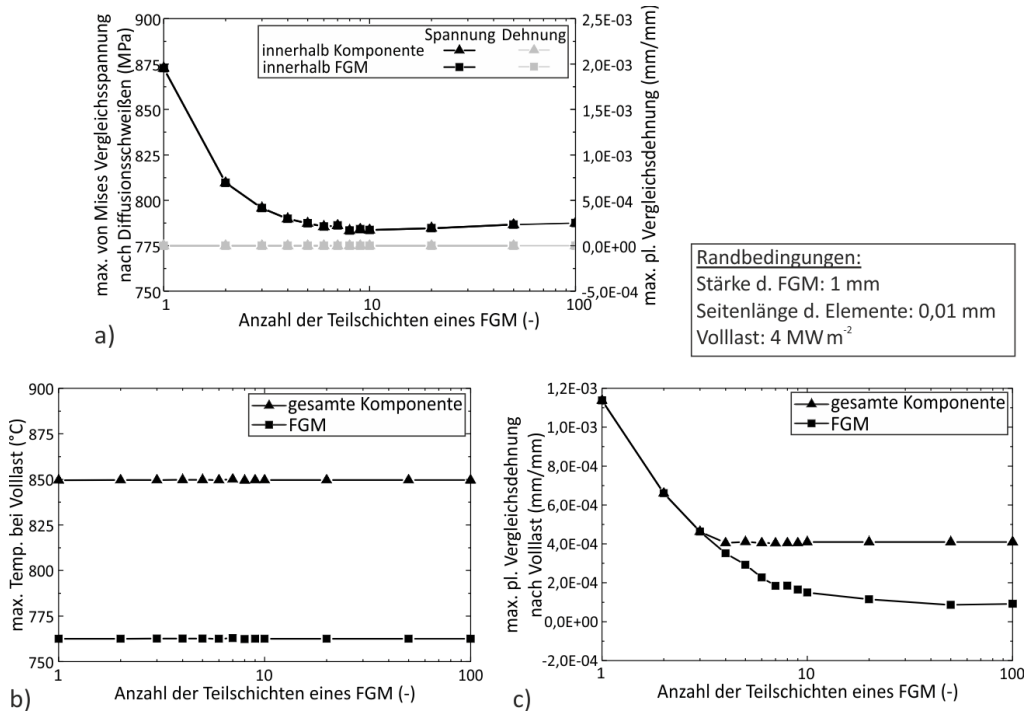


Abbildung 5.9.: Abhängigkeit der von Mises Vergleichsspannung nach dem Diffusionschweißen (a), sowie der Temperatur (b) und den plastischen Vergleichsdehnungen (c) bei Vollast von der Anzahl der Teilschichten des FGM. Als Randbedingungen für die Simulationen dienen die Parameter des Standardmodells.

Teilschicht-Anzahl auf drei Stück wird lediglich von einem Spannungszuwachs um 1 % von 788 MPa auf 796 MPa begleitet. Die Zunahme der Spannungsmaxima wird durch ein weniger homogen verteiltes Spannungsfeld begleitet, wie durch die Kontur-Diagramme in Abbildung 5.10 gezeigt wird. Anders als bei einem kontinuierlich gradierten FGM, sind diskrete Spannungsübergänge an den Grenzen der Teilschichten zu sehen.

Plastische Dehnungen werden trotz der Spannungsakkumulation weiterhin nicht verursacht, wie der assoziierte Kurvenverlauf in Abbildung 5.9 a) zeigt. Sie spielen auch keine Rolle wenn lediglich ein 1 mm starkes Komposit, dessen theoretische Eigenschaften zu je 50 Vol.-% aus denen von RAFM-Stahl und Wolfram bestehen, in die Fügezone eingebracht wird. Zugleich nimmt jedoch das von Mises Vergleichsspannungsmaximum stark zu, wenn das FGM aus maximal zwei Teilschichten besteht. Dieses Maximum wird einerseits durch weniger kritische Druckspannungen σ_{xx} in der Wolfram-Schutzschicht hervorgerufen, wie anhand der Kontur-Diagramme der vorausgehenden Kapitel gezeigt werden konnte. Andererseits wirken jedoch auch Zugeigenspannungen orthogonal zur

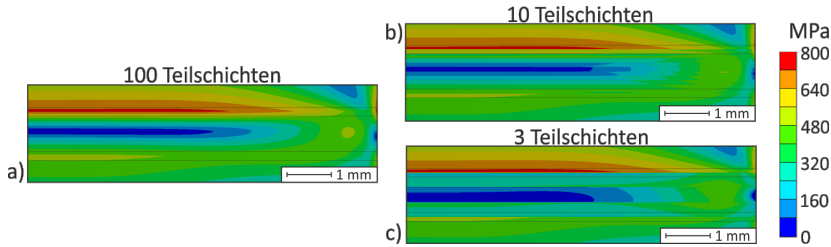


Abbildung 5.10.: Gegenüberstellung der Kontur-Diagramme der von Mises Vergleichsspannung im FGM nach dem Abkühlen von Diffusionsschweiß-Temperatur für verschiedene Teilschicht-Anzahlen eines FGM. a) 100 Teilschichten (theoretisch ideale, kontinuierliche Gradierung), b) 10 Teilschichten, c) 3 Teilschichten.

Füge-Ebene σ_{yy} darauf. Aufgrund dieser als kritisch zu bewertenden Spannungskomponente sollten die Vergleichsspannungen möglichst gering sein. Hinsichtlich Bewertung eines FGM auf Grundlage von Spannungen, die nach dem Abkühlen von der Diffusionsschweiß-Temperatur entstehen, sollten wenigstens drei Teilschichten implementiert werden.

Eine Betrachtung der maximalen Temperatur im FGM bei Volllast (hier 4 MW m^{-2}) zeigt eine vollständige Unabhängigkeit von der Teilschicht-Anzahl. Die Spitzentemperatur beträgt gleichbleibend 763°C und liegt somit ca. 40 K unter der α - γ -Umwandlungstemperatur des RAFM-Stahls.

Zuletzt sind noch die wichtigen plastischen Dehnungen zu bewerten. Auch diese zeigen im Bereich von 100 bis 10 Teilschichten sowohl global für das gesamte PFC, als auch speziell für das FGM, eine Konstanz. Besteht ein FGM aus weniger als zehn Teilschichten, steigt das lokale Dehnungsmaximum innerhalb des FGM progressiv an. Mit der Verwendung von lediglich drei Teilschichten oder weniger liegen die Verläufe des plastischen Vergleichsdehnungsmaximums innerhalb des FGM und des globalen bereits deckungsgleich aufeinander. Entsprechend dieser Charakteristik wechselt die Position des globalen Dehnungsmaximums von der Oberseite des Kühlkanals in das FGM. Bei Implementierung von lediglich einem 1 mm-starken, homogenen Komposit nimmt das plastische Vergleichsdehnungsmaximum hier weiter auf ca. 0,12 % zu.

Mit Hinblick auf eine technische Realisierung von FGMs, die mit weniger Teilschichten einfacher wird, und unter Berücksichtigung der vorausgehend untersuchten Kriterien ist es nicht erforderlich ein FGM für die Erste Wand von DEMO kontinuierlich zu gradieren. Bei der untersuchten Geometrie und Belastung genügen drei Teilschichten, um das Maximum plastischer Dehnungen aus der Fügezone zu entfernen. Bis zu zehn Teilschichten können das geringe, im FGM verbleibende Feld plastischer Dehnungen weiter reduzieren. Mehr als zehn Teilschichten eines FGM führen zu keiner weiteren Nutzbringung.

5.1.4. Schichtstärke eines FGM

Neben der Anzahl der Teilschichten, aus denen ein FGM aufgebaut ist, ist die Stärke ein weiterer Parameter, der im Rahmen der Komponenten-Herstellung variiert werden kann und die Eigenschaften der Komponente beeinflusst. Die erforderliche Stärke bestimmt außerdem die Fertigungsmethoden, durch die ein FGM herzustellen ist. Es ist daher eine Simulationsstudie durchgeführt worden, bei der die Stärke des FGM von der im Standardmodell abweicht. In der selben Darstellungsweise wie zuvor für die Teilschichten-Anzahl sind die Ergebnisse in Abbildung 5.11 aufgeführt. Untersucht wurden FGM-Stärken (Summe aller Teilschichten) von 0,3 mm bis 3 mm. Die Graphen enthalten für eine umfassende Vergleichbarkeit außerdem die Ergebnisse der bereits beschriebenen direkt gefügten Komponente. Mit Berücksichtigung der analysierten Ergebnisse der Teilschicht-Studie weichen die Randbedingungen dieser Studie leicht vom Standardmodell ab: Die Wärmelast wurde neben 4 MW m^{-2} zu 2 MW m^{-2} simuliert, um mehr Belastungsszenarien abbilden zu können. Außerdem besteht das FGM lediglich aus drei Schichten, anstatt kontinuierlich gradiert zu sein, da hierdurch der technisch realistische und allgemein konservativere Fall höherer plastischer Dehnungen in der Fügezone betrachtet wird. Alle übrigen Parameter entsprechen dem Standardmodell. Eine detaillierte Analyse der Kontur-Diagramme wird nicht durchgeführt, weil diese keine qualitativen Veränderungen gegenüber den bereits beschriebenen enthalten. Das Spannungs- und Dehnungsfeld ist lediglich in vertikaler Richtung gestaucht bzw. gestreckt.

Mit Abbildung 5.11 a) ist ein monoton sinkendes Vergleichsspannungsmaximum nach dem Diffusionsschweißen mit zunehmender FGM-Stärke zu verzeichnen. Das höchste Vergleichsspannungsmaximum wird im 0,3 mm starken FGM erreicht und beträgt ca. 1000 MPa. Demgegenüber können die Spannungen durch ein 3 mm starkes FGM um 40 % reduziert werden. Die direkt gefügte Komponente weist ebenfalls moderatere Spannungen auf, weil diese durch die Plastifizierung des RAFM-Stahls begrenzt sind. Allgemein treten plastische Dehnungen beim Abkühlen von der Diffusionsschweiß-Temperatur auf, wenn das FGM dünner als 0,7 mm ist. Das entsprechende Maximum nimmt mit sinkender FGM-Stärke zu und erreicht den höchsten Wert für die direkte RAFM-W-Fügung. Unter Berücksichtigung der Vermeidung plastischer Dehnungen nach dem Diffusionsschweißen sollte ein FGM folglich mindestens 0,7 mm stark sein. Werden außerdem die kritischen Spannungen mitberücksichtigt, ist ein deutlich stärkeres FGM nach dem Diffusionsschweißen generell vorteilhaft.

Die gewonnenen Erkenntnisse bezüglich der Spannungs- und Dehnungsmaxima, die durch den Herstellungsprozess der Einheits-Komponente entstehen, sind weiterhin für den Belastungsfall zu qualifizieren. Abbildung 5.11 b) zeigt eine sukzessive Zunahme der Maximaltemperatur in der Komponente, sowie speziell im FGM, mit zunehmender FGM-Stärke sowohl für 4 MW m^{-2} , als auch für 2 MW m^{-2} thermischer Last. Während die

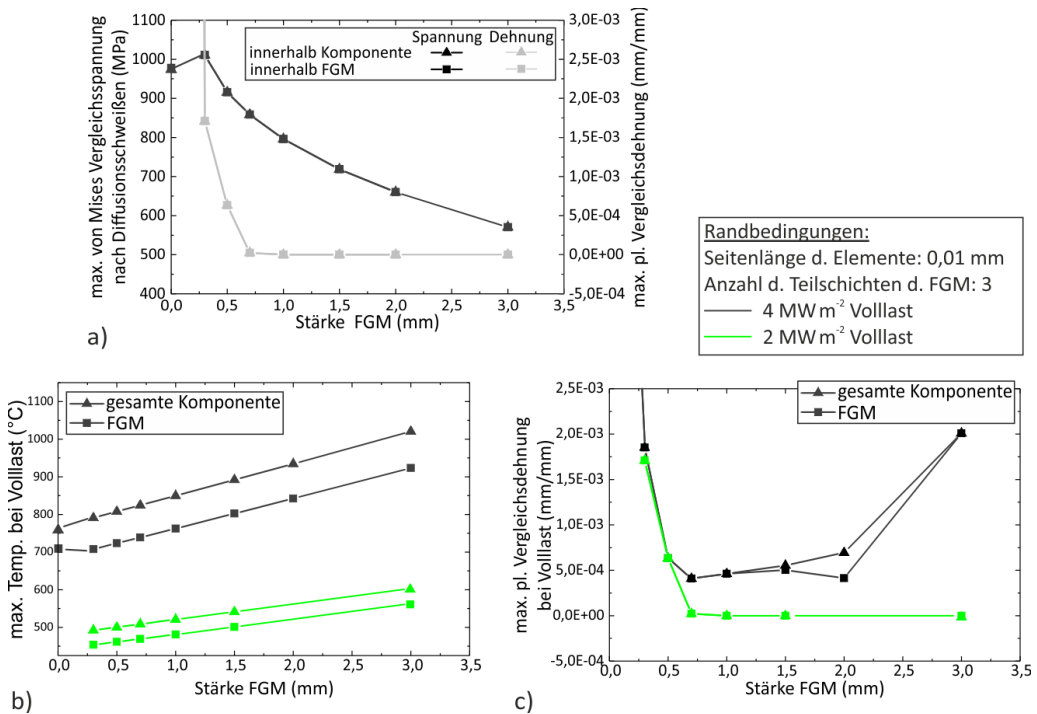


Abbildung 5.11.: Abhängigkeit der von Mises Vergleichsspannung nach dem Diffusionsschweißen (a), sowie der Temperatur (b) und den plastischen Vergleichsdehnungen (c) bei Vollast von der Stärke des FGM. Als Randbedingungen für die Simulationen dienen ein dreischichtiges FGM und Wärmelasten von 4 sowie 2 MW m⁻². Die übrigen Parameter entsprechen dem Standardmodell.

direkte RAFM-Wolfram-Fügung zu den geringsten Temperaturen führt, werden bei einer thermischen Last in Höhe von 4 MW m⁻² oberhalb einer FGM-Stärke von 1,5 mm Temperaturen > 800°C im FGM erreicht, wodurch das martensitische Gefüge des RAFM-Stahls austenitisiert. Für diese Belastung ist die Stärke folglich auf 1,5 mm begrenzt. Beträgt die thermische Last lediglich 2 MW m⁻² besteht nach Aussage von keiner der durchgeführten Simulationen die Gefahr der α - γ -Umwandlung, womit eine höhere FGM-Stärke generell vorteilhaft ist.

Hohe Temperaturen führen in Folge von Materialentfestigung und thermisch induzierten Spannungen zu Plastifizierung des Materials in der Fügezone. Während die in Abbildung 5.11 c) gezeigten plastischen Dehnungen für FGM-Stärken <0,7 mm auf das Abkühlen von der Diffusionsschweiß-Temperatur zurückgehen, führen in der Belastungsphase mit 4 MW m⁻² FGM-Stärken >1,5 mm ebenfalls zu unerwünschten plastischen Dehnungen. Wird die thermische Last hingegen auf 2 MW m⁻² begrenzt, wird die Aussage

der Spannungs- und der Temperaturanalyse bestätigt, dass ein stärkeres FGM generell vorteilhaft ist.

Die numerische Studie zur optimalen Stärke eines FGM führt auf Grundlage der vorausgehenden Äußerungen zu dem Ergebnis, dass die FGM-Dicke der jeweiligen thermischen Last und somit dem Einsatzort im Reaktor anzupassen ist. Es kann an dieser Stelle festgehalten werden, dass ein 16 mm breites Teilstück eines Erste Wand-Moduls ein mindestens 0,7 mm starkes FGM in der Wolfram-RAFM-Stahl-Fügezone enthalten sollte, damit produktionsbedingte plastische Dehnungen vermieden werden können. Weiterhin sollten FGMs in Blanket-Modulen, die mit 4 MW m^{-2} belastet werden, nicht stärker als 1,5 mm sein. Eine Obergrenze für durch 2 MW m^{-2} belastete Komponenten existiert nicht.

5.1.5. Konvergenz-Studie

Vorausgehend wurde gezeigt, dass 10 Teilschichten eines FGM den gleichen Spannungs- und Dehnungs-reduzierenden Nutzen erbringen, wie 100 Teilschichten, und dass eine Variation der FGM-Stärke dessen Effektivität maßgeblich beeinflusst. Ein geeignetes FGM könnte beispielsweise 1 mm stark sein und aus 10 Teilschichten bestehen. Es ist daher nun zu untersuchen, ob das FE Modell ebenfalls durch Elemente der Seitenlänge 0,05 oder 0,1 mm erstellt werden kann. Für eine Unterteilung des FGM in 10 Teilschichten wäre diese Seitenlänge ausreichen. Im Sinne der Rechenleistung ist eine gröbere Vernetzung allgemein vorzuziehen, sie führt jedoch möglicherweise zum Informationsverlust. Im Rahmen einer Parameterstudie sind daher Modelle mit unterschiedlich starken FGMs mit 4 MW m^{-2} belastet worden und das Ergebnis unter Berücksichtigung der jeweils gewählten Elementgröße analysiert worden. Abbildung 5.12 zeigt die Ergebnisse der maximalen von Mises Vergleichsspannungen nach dem Abkühlen von Diffusionsschweiß-Temperatur, sowie die der Temperatur und der plastischen Vergleichsdehnung bei Vollast, jeweils im FGM.

Für alle gewählten Modelle konvergieren die Berechnungen. Darüber hinaus zeigt sich hinsichtlich der Spannungen und der Temperatur eine lediglich geringe bzw. keine Veränderung der Ergebnisse bei Variation der Elementgröße. Ein Informationsverlust ist hier nicht zu beobachten, was größere Elemente rechtfertigen würde. Dem widerspricht jedoch das Ergebnis der plastischen Vergleichsdehnungen bei Vollast. Insbesondere bei der Vergrößerung der Elemente von $0,01 \times 0,01$ auf $0,05 \times 0,05 \text{ mm}^2$ wird die berechnete Dehnung für dünne Schichten stark unterschätzt. Dieser Informationsverlust hat die Notwendigkeit einer maximalen Elementgröße von $0,01 \times 0,01 \text{ mm}^2$ zur Folge, auch wenn für die Darstellung des zehnschichtigen FGMs $0,1 \times 0,1 \text{ mm}^2$ große Elemente genügen würden. Alle Berechnungen dieser Arbeit werden daher mit der geringen Elementgröße ausgeführt.

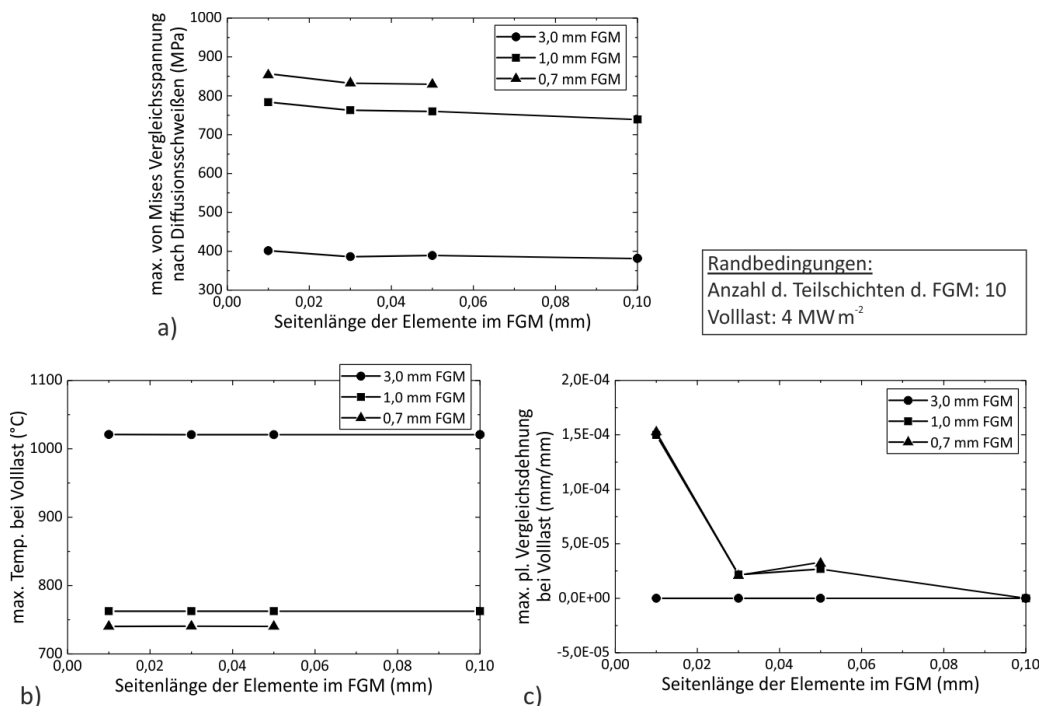


Abbildung 5.12.: Abhängigkeit der von Mises Vergleichsspannung nach dem Diffusionsschweißen (a), sowie die der Temperatur (b) und der plastischen Vergleichsdehnungen (c) bei Volllast von der Elementgröße des FGM, jeweils im FGM. Nicht spezifizierte Randbedingungen der Simulationen entsprechen denen des Standardmodells.

5.1.6. Komponentengröße

Nach den Variationen der Teilschicht-Anzahl und der Stärke des simulierten FGM ist zuletzt die Größe der Einheits-Komponente und somit die Breite der gradierten Schicht zu analysieren. Im Rahmen der durchgeführten Simulationen wurde dieses Thema behandelt, indem die Breite und Höhe der quadratischen RAFM-Stahlstruktur von 12 mm bis 24 mm variiert wurde. Die Breite der Wolfram-Schutzschicht und des FGMs verhielten sich analog dazu, während die Stärken unverändert blieben. Der Durchmesser des Kühlkanals ist so an die äußere Geometrie der RAFM-Stahl-Struktur angepasst worden, dass dessen Randstärke an den dünnsten Stellen in allen Simulationen 2 mm betrug. Generell sinkt mit einem größeren Durchmesser des Kühlkanals der Wärmeübergangskoeffizient an der Kühlwasser-Stahlstruktur-Grenze, was durch entsprechende Neuberechnungen des Koeffizienten mit dem Code EUPITER berücksichtigt wurde. Die Ergebnisse der Simulationen sind analog zu den bisherigen Darstellungen für ein 1 mm starkes FGM, das aus drei Teilschichten besteht, in Abbildung 5.13 aufgeführt.

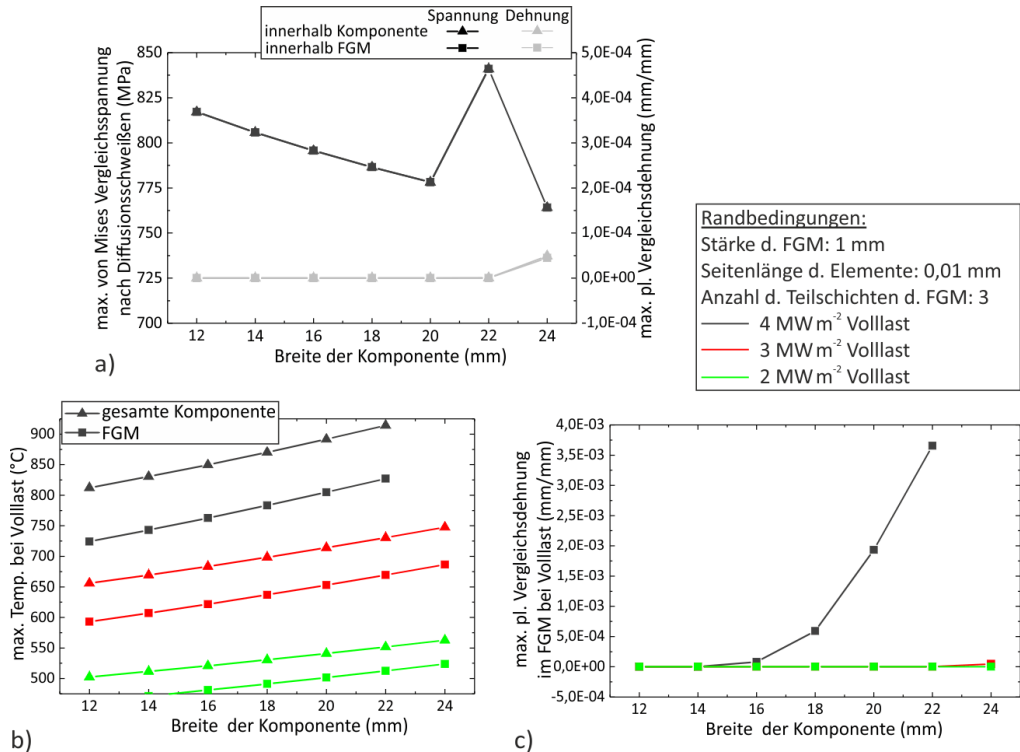


Abbildung 5.13.: Abhängigkeit der von Mises Vergleichsspannung nach dem Diffusionschweißen (a), sowie der Temperatur (b) und den plastischen Vergleichsdehnungen (c) bei Vollast von der Komponentengröße. Als Randbedingungen für die Simulationen dienen ein 1 mm starkes, dreischichtiges FGM und Wärmelasten in Höhe von 4, 3 und 2 MW m⁻². Die übrigen Parameter entsprechen dem Standardmodell.

Die maximalen von Mises Vergleichsspannungen nach dem Abkühlen von der Diffusionsschweiß-Temperatur, dargestellt in Abbildung 5.13 a), zeigen mit zunehmender Größe der simulierten Komponente zunächst einen abnehmenden Verlauf. Das größte Vergleichsspannungsmaximum wird somit in einer 12 mm breiten Komponente mit 817 MPa erreicht. Komponenten, die bis zu 4 mm kleiner oder größer als das Standardmodell sind (12-20 mm Breite), weisen keine plastischen Dehnungen nach dem Abkühlen von Diffusionsschweiß-Temperatur auf. Für eine Komponente mit 22 mm Breite steigt die maximale Vergleichsspannung spontan an, fällt für eine 24 mm breite Komponente jedoch in ähnlichem Umfang wieder ab, wird dabei allerdings von Plastifizierung begleitet. Das Verhalten des Verlaufs maximaler Vergleichsspannungen ist mit den verursachenden Spannungskomponenten zu erklären. Wie in den Ausführungen zum Standardmodell beschrieben wurde, wird das von Mises Vergleichsspannungsmaximum maßgeblich durch das

Druckspannungsmaximum parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} in der Wolfram-Schutzschicht sowie durch das Zugnormalspannungsmaximum orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} am äußeren Rand der FGM-Wolfram-Grenze bestimmt. Dabei dominiert der Einfluss des Zugnormalspannungsmaximums den des Druckspannungsmaximums leichtgradig. Mit zunehmender Komponentengröße sinkt das Verhältnis von Wandstärke der RAFM-Stahl-Struktur zu Breite der Einheits-Komponente, in dessen Folge das Zugnormalspannungsmaximum orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} leicht abfällt. Simultan steigen das Zug- und das Drucknormalspannungsmaximum parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} mittig unterhalb und oberhalb des FGM an. Mit einer zunehmenden Komponenten-Breite bis 20 mm bildet sich dieses Verhalten in einer sinkenden Vergleichsspannung ab. Für größere Komponenten wird die Vergleichsspannung schließlich durch das Drucknormalspannungsmaximum parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} dominiert, weshalb der Verlauf in Abbildung 5.13 a) sprunghaft ansteigt. Die Spannungen sind dabei weiterhin rein elastisch. Durch eine weitere Vergrößerung der Komponente um 2 mm wachsen die genannten Zug- und Druckspannungsmaxima parallel zur Füge-Ebene so weit an, dass eine Plastifizierung der RAFM-Stahl-Struktur oberhalb des Kühlkanals in der Mitte der Einheits-Komponente erfolgt (vgl. das globale Zugnormalspannungsmaximum σ_{xx} und das Vergleichsspannungsmaximum für die Einheits-Komponente, Abb. 5.5). Das berechnete Vergleichsspannungsmaximum ist in der Folge geringer als für die nicht plastifizierte, 22 mm breite Komponente. Mit den vorausgehenden Erklärungen kann festgehalten werden, dass eine Einheits-Komponente, aus dem ein Modul der ersten Wand aufgebaut ist, bei rechteckigem Querschnitt nicht breiter als 20 mm sein sollte.

Wird neben den herstellungsbedingten Einflüssen die maximale Temperatur der Komponente bei Volllast untersucht, kann das genannte Ergebnis vorerst bestätigt werden. Das globale Temperaturmaximum tritt an der Außenseite der Wolfram-Oberfläche auf, wie im Rahmen der Ausführungen zum Standardmodell gezeigt wurde. Mit zunehmender Komponenten-Größe wächst der Abstand dieses Punktes zum Kühlkanal, was eine Zunahme des globalen Temperaturmaximums zur Folge hat. Für das lokale Temperaturmaximum im FGM gilt entsprechendes. Abbildung 5.13 b) bestätigt dieses Verhalten für alle simulierten Lastfälle in Höhe von 4, 3 und 2 MW m⁻². Dabei wird die α - γ -Umwandlungstemperatur des RAFM-Stahls (ca. 800°C) im FGM erst für Komponenten einer Breite >22 mm überschritten. Bei geringerer Belastung wären auch größere Komponenten geeignet, diese sind jedoch bereits aufgrund der plastischen Dehnungen während des Abkühlens von Diffusionsschweiß-Temperatur unzulässig.

Eine Analyse der maximalen plastischen Vergleichsdehnung bei Volllast unter Berücksichtigung der Komponenten-Größe (Teilbild c)), führt, wie die Analyse der FGM-Stärke, zu keinem eindeutigen Ergebnis. Für thermische Lasten ≤ 3 MW m⁻² treten bis zu einer Komponenten-Breite in Höhe von 22 mm keine plastischen Dehnungen im FGM auf.

Somit ist die zuvor genannte maximale Komponenten-Größe von $20 \times 20 \text{ mm}^2$ weiterhin zulässig. Sind jedoch thermische Lasten in Höhe von 4 MW m^{-2} zu berücksichtigen, steigt das Last-induzierte plastische Dehnungsmaximum für Komponenten, die breiter als 16 mm sind, progressiv an. Die maximale Komponentengröße ist bei dieser Last für das gewählte 1 mm starke, dreischichtige FGM auf $16 \times 16 \text{ mm}^2$ begrenzt.

5.1.7. Zusammenfassung der Ergebnisse der thermo-mechanischen Simulation

In den vorausgehenden Teilkapiteln ist das Verhalten einer Einheits-Komponente, die sowohl mit, als auch ohne die Implementierung eines FGM simuliert wurde, charakterisiert worden. Parameterstudien wurden bezüglich der Anzahl der Teilschichten eines FGM, dessen Stärke und der Komponenten-Größe durchgeführt. Zusammenfassend ist anhand dessen festzuhalten:

1. Ein FGM sollte idealerweise aus zehn Teilschichten bestehen, um plastische Dehnungen in der Fügezone zu vermeiden. Mehr Teilschichten führen zu keinem verbesserten Verhalten. Eine Reduzierung der Teilschicht-Anzahl, die beispielsweise aufgrund von produktionstechnischen Schwierigkeiten bei der FGM-Herstellung notwendig sein kann, ist möglich, sofern die Teilschicht-Anzahl weiterhin mindestens drei beträgt. Hierdurch ist nur ein geringer Zuwachs makroskopischer plastischer Dehnungen im FGM zu verzeichnen während das globale Dehnungsmaximum weiterhin außerhalb des FGM liegt und die technische Realisierung erleichtert werden kann.
2. Die optimale Stärke eines FGM kann nicht generalisiert werden. Sie hängt stark von der zu erwartenden thermischen Last ab. Für die hier untersuchte $16 \times 16 \text{ mm}^2$ große Einheits-Komponente eines erste Wand-Moduls sollte ein FGM bei einer maximalen Belastung durch 4 MW m^{-2} zwischen 0,7 und 1,5 mm stark sein. Ist die Belastung auf 2 MW m^{-2} limitiert, kann das FGM auch stärker sein. Ein Reduzierung plastischer Dehnungen wird hierdurch zwar nicht erreicht (es liegen auch bei einem 1,5 mm starken FGM keine plastischen Dehnungen vor), jedoch sind herstellungsbedingte Spannungen vermindert.
3. Die Größe einer Einheits-Komponente der ersten Wand, die repetitiv in toroidaler und poloidaler Richtung angeordnet wird, sollte im Sinne einer einfachen technischen Realisierung möglichst groß sein. Die numerische Simulation zeigt für eine thermische Belastung in Höhe von 4 MW m^{-2} und ein 1 mm starkes FGM eine zulässige Komponenten-Breite von 16 mm. Bei geringerer thermischer Belastung kann die Geometrie bis zu 20 mm breit sein.

5.2. Fe/W-Schichten mittels Magnetron Sputtering

Die Herstellung von gradierten RAFM/Wolfram-Schichten auf einem Substrat kann für verschiedene Stärken des FGM mit unterschiedlichen Verfahren realisiert werden. Um den Einfluss dünner Schichten auf eine Einheits-Komponente untersuchen zu können, wurde die technische Machbarkeit des Abscheidens von Fe/W-FGMs mittels Magnetron Sputtering (MS) auf Wolfram-Substraten analysiert. Die Ergebnisse der Herstellungsmethoden für dickere FGMs werden in den folgenden Kapiteln dargestellt. Allgemein sollen die hergestellten, gradierten Schichten künftig in einen RAFM-Wolfram-Verbund eingefügt und anschließend thermo-zyklisch belastet werden. Für das Abscheiden der gradierten Schichten mittels MS wurden lediglich Wolfram- und Eisen-Targets verwendet. Die Legierungselemente C und Cr, die die Eigenschaften des RAFM-Stahls maßgeblich mitbestimmen, wurden nicht berücksichtigt. Da das MS jedoch ohnehin zu einer Mikrostruktur führt, die stark vom wärmebehandelten Gefüge eines RAFM-Stahls abweicht, ist der hierdurch eingebrachte Unterschied von sekundärer Bedeutung. Verwendete Herstellungsparameter sind im Durchführungs-Kapitel 4.1.1 in Tabelle 4.3 aufgelistet.

Schichten nach der Abscheidung

Abbildung 5.14 a) zeigt eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Oberfläche eines durch MS abgeschiedenen FGM im SE-Kontrast. Die oberste Lage des dreischichtigen, 3 μm starken FGM besteht nominell aus 25 At.-% Wolfram und 75 At.-% Eisen. Teilbild b) zeigt außerdem eine Querschnittsansicht des FGM.

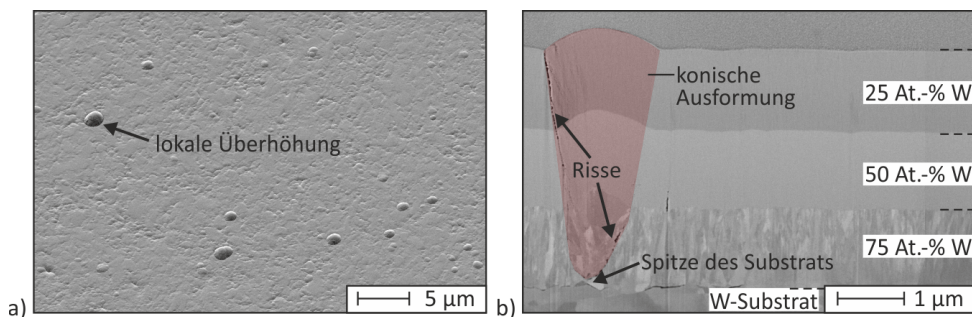


Abbildung 5.14.: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines FGM, das durch Magnetron Sputtering hergestellt wurde. a) Oberfläche der zuletzt abgeschiedenen, 25 At.-% W enthaltenen Schicht, b) Querschnittsansicht des dreischichtigen FGM auf einem Wolfram-Substrat.

Die Oberfläche des in Abbildung 5.14 a) gezeigten FGM ist gleichmäßig eben und weist keine Risse auf. Lediglich lokal sind kompakte, sphärische Erhöhungen von maximal 1 μm Durchmesser zu erkennen. Anhand der höheren Vergrößerung einer Querschnittsansicht

des FGM (Teilbild b)) zeigt sich exemplarisch, dass die Erhöhungen nicht auf Hohlräume oder Ausscheidungen zurückzuführen sind, sondern das gleiche Gefüge aufweisen, wie umliegendes Material. Auch in den tiefer liegenden Schichten des FGM ist die Erhöhung zu erkennen, wobei dessen Durchmesser abnimmt. Vom Rand der sphärischen Erhöhung sowie vom Wolframsubstrat darunter, für das an entsprechender Stelle eine mikroskopische Spitze zu erkennen ist, erstrecken sich vertikal verlaufende Risse in das FGM, die der lokalen Unregelmäßigkeit den Eindruck einer konischen Form verleihen (rot eingefärbt). Aufgrund der somit entstehenden Morphologie ist zu schlussfolgern, dass die Unregelmäßigkeit nicht auf einem fehlgesteuerten Abscheidungsprozess beruht, sondern auf der Unebenheit des Wolfram-Substrats. Diese führt zu einer lokal erhöhten Abscheidungsrate, denn durch die progressiv wachsende Überhöhung gegenüber der umliegenden Oberfläche, kondensieren hier zunehmend mehr Teilchen während der Abscheidung. In der Literatur wird dieser Effekt „Abschattung“ genannt [115, 116]. Aufgrund der Kerbwirkung, die von der Spitze des Wolfram-Substrats und dem Rand der sphärischen Überhöhung ausgehen, können letztlich leichter Risse in die allgemein mit Eigenspannungen aufgeladene Schicht induziert werden, wodurch die betrachtete Charakteristik seine Form erhält. Bei weiterer, detaillierter Betrachtung des FGM-Querschnittes anhand von Abbildung 5.14 b) sind über dem Wolframsubstrat insgesamt vier deutlich von einander zu unterscheidende Schichten erkennbar. Während es sich bei der obersten um Platin handelt, das für die Herstellung der Querschnittsansicht aufgebracht wird, sind die übrigen drei Schichten Bestandteile des über 3 h abgeschiedenen FGM. Dessen Gesamtstärke beträgt 3 μm , die Stärken der Teilschichten jeweils ca. 1 μm . Die angestrebten Abscheideraten in Höhe von 1 $\mu\text{m h}^{-1}$ sind demnach für alle Kompositionen eingehalten worden. Dabei wurden in keiner der drei Teilschichten Poren oder Bindefehler zwischen den einzelnen Teilschichten erzeugt, wie der Abbildung zu entnehmen ist. Stellenweise sind jedoch Anbindefehler der untersten Teilschicht an das Substrat zu erkennen. Entsprechend der unterschiedlichen nominellen Wolfram-Anteile von 25, 50 und 75 At.-% zeigen die Teilschichten von einander verschiedene Graustufen und Strukturen. Sowohl allgemein, als auch in der gezeigten Aufnahme erscheinen Fe/W-Legierungen mit zunehmendem Fe-Anteil dunkler. Das Gefüge der untersten, 75 At.-% Wolfram-enthaltenden Schicht besteht grundsätzlich aus kolumnaren Körnern vertikaler Orientierung. Das Längen-Breiten-Verhältnis der Kristallite variiert dabei jedoch stark. In den beiden darauf liegenden Teilschichten mit geringerem Wolfram-Anteil sind bei gegebener optischer Vergrößerung keine Körner zu erkennen; das Gefüge ist nanokristallin oder amorph.

Diese Gefüge-Ausbildungen können ansatzweise mit dem im Grundlagenkapitel 2.3 eingeführten Modell nach THORNTON erklärt werden (vgl. Abb. 2.10) [118]. Nach dessen Aussage entsteht bei einer hohen homologen Temperatur während des Abscheidens $T T_{\text{Sol}}^{-1}$ ein globulares Gefüge und bei einer niedrigen ein nanokristallines bzw. amorphes. Bei

homologen Temperaturen in Höhe von 0,3 bis 0,7 werden kolumnare, vertikal orientierte Körner erzeugt. Unter Berücksichtigung des Fe-W-Phasendiagramms (Abb. 2.5) erscheinen das THORNTON-Modell und die hier zu sehenden Gefüge zunächst widersprüchlich, da sowohl die pyrometrisch gemessene Abscheidetemperatur (420-520 K), als auch die Solidustemperatur für die jeweilige Wolframkonzentration (ca. 1900 K) nur wenig variieren. Die homologe Temperatur $T T_{\text{Sol}}^{-1}$ beträgt somit nahezu konstant 0,22 bis 0,27 T_{Sol} und die Gefüge aller drei Schichten müssten eigentlich gleichartig sein. Jedoch geht die tatsächliche Ursache der im THORNTON-Modell aufgeführten Gefüge nicht auf die homologe Temperatur, sondern vielmehr auf die Mobilität der Atome zurück. Lediglich für reine Metalle korreliert sie über die Bindungsenergie mit der Liquidustemperatur [115]. Bei geringer Bindungsenergie ist eine entsprechend niedrige Abscheidetemperatur ausreichend, damit Atome diffundieren können und Kornvergrößerung stattfinden kann. Obwohl die Bindungsenergie im vorliegenden System mit steigendem Eisen-Anteil nicht zunimmt, sind sichtbare (größere) Körner nur in der Schicht mit dem höchsten Wolfram-Anteil zu beobachten. Im Fall der 50 At.-% Wolfram-haltigen Schicht ist die geringe (Nano-)Korngröße auf den gegenüber der 75 At.-% W-Schicht gesteigerten Fe-Anteil zurückzuführen. Kristallografisch existieren hierdurch mehr Fehlstellen in Form von Substitutions-Atomen, Leerstellen und Stapelfehlern. Allgemein begünstigen Verunreinigungen und Fehlstellen die Ausbildung neuer Körner (niedrige Keimbildungsarbeit) und behindern somit ein Anwachsen von bereits existierenden Körnern [186, 187], sodass in der 50 At.-% Wolfram-haltigen Schicht mehr und kleinere (Nano-)Körner vorliegen, als in der 75 Vol.-% W-haltigen Schicht. Zwar findet auch in letzterer kein klassisches Kornwachstum durch Aufzehren kleiner Körner statt, aufgrund weniger enthaltenen Störstellen werden jedoch sukzessive kondensierende Atome leichter an das bestehende Gitter eines Korns angefügt, wodurch es insgesamt größer wird. Auch aufgrund der relativ niedrigen homologen Abscheidetemperatur kann das klassische Kornwachstum ausgeschlossen werden. Die geringe Korngröße der obersten, 25 At.-% Wolfram-haltigen Schicht kann mit einem Blick auf das in Abbildung 5.15 gezeigte Ergebnis einer EDX-Linienanalyse über der FGM-Höhe ebenfalls durch den Effekt von Verunreinigungen und Fehlstellen begründet werden.

Zu sehen sind in der Abbildung vier scharf von einander getrennte Stufen, die den drei Teilschichten des FGM ($x > 0$) und dem Wolfram-Substrat ($x < 0$) entsprechen. Für die zuerst abgeschiedene Schicht ist die nominelle Zusammensetzung gut eingehalten worden. Es zeigt sich jedoch mit höherem Eisen-Anteil eine zunehmende Diskrepanz, die dazu führt, dass in der letzten Schicht lediglich 60-65 At.-% Eisen, anstatt 75 At.-% enthalten sind. Komplementär hierzu zeigt das Wolfram mit ca. 30 At.-% einen um 5 At.-% zu hohen Anteil und insbesondere der Sauerstoffgehalt nimmt gegenüber den ersten Schichten von ca. 3 auf 7-10 At.-% deutlich zu. Der Grund hierfür ist unklar. Da jedoch für die zuvor abgeschiedene Schicht keine Sauerstoffzunahme zu beobachten ist, ist diese

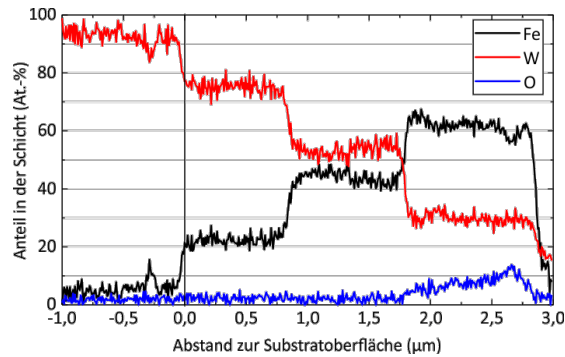


Abbildung 5.15.: EDX-Linienscan eines mittels Magnetron Sputtering abgeschiedenen FGM. $x < 0$ beschreibt das Wolfram-Substrat.

wahrscheinlich nicht auf einen metallurgische Ursache, sondern eine prozesstechnische zurückzuführen. Unabhängig von der Ursache der höheren Sauerstoff-Verunreinigung wird die Keimbildungsrate so weit begünstigt, dass die Ausbildung eines kolumnaren Gefüges der obersten Teilschicht unterbunden wird.

Wärmebehandelte Schichten

Die vorausgehend beschriebenen FGMs sollen zukünftig mittels Diffusionsschweißen an ein RAFM-Stahl-Gegenstück angebunden werden. Dieser Prozessschritt geschieht bei 700 bis 800°C in einem Vakuumofen. Die isotherme Haltezeit beträgt dabei mindestens 2 h. Da Dünnschichten durch MS allgemein sehr gleichgewichtsferne Gefüge besitzen, ist speziell für diese eine Simulation des Diffusionsschweißens zu simulieren. Mittels MS hergestellte FGMs wurden deshalb bei 800°C für zwei Stunden in einem Vakuumofen wärmebehandelt und anschließend erneut rasterelektronenmikroskopisch untersucht. Eine exemplarische Aufnahme der Oberfläche sowie des Querschnitts ist in Abbildung 5.16 zu sehen.

Anhand von Teilbild a) ist eine Zunahme der Oberflächenrauheit, bedingt durch die Wärmebehandlung, zu erkennen. Sphärische Unebenheiten mit Durchmessern bis zu 1 µm sind zwar nicht mehr offensichtlich, werden jedoch lediglich durch die hinzugekommene hohe Anzahl kleinerer Unebenheiten der Größenordnung 100 nm überlagert. Der Eindruck wird durch die Betrachtung der Querschnittsansicht in Teilbild b) bestätigt. Auch hier kann gegenüber Abbildung 5.14 b) eine deutliche Zunahme der Rauheit festgestellt werden. Darüber hinaus sind in der obersten, 25 At.-% Wolfram-enthaltenden Schicht dunkle Bezirke irregulärer Form zu erkennen. Die orts aufgelöste, stoffliche Analyse mittels EDX, deren Ergebnis in Abbildung 5.17 aufgeführt ist, ordnet diese Eisen-reichen Ausscheidungen zu. Zwar wurde vor der Wärmebehandlung eine hohe Sauerstoffkonzentration in der obersten Schicht nachgewiesen, weshalb die Vermutung nahe liegt, dass es sich

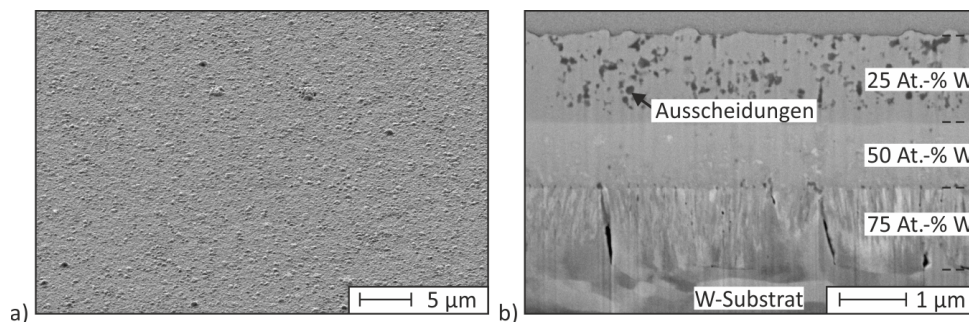


Abbildung 5.16.: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines FGM, das durch Magnetron Sputtering hergestellt und anschließend für 2 h bei 800°C wärmebehandelt wurde. a) Oberfläche der zuletzt abgeschiedenen, 25 At.-% W enthaltenen Schicht, b) Querschnittsansicht des dreischichtigen FGM auf einem Wolfram-Substrat.

bei den Ausscheidungen um Eisenoxide handelt. Anhand der Sauerstoff-Verteilung nach dem EDX-Mapping kann diese Vermutung jedoch nicht bestätigt werden. Auf Grundlage des offensichtlich höheren Eisen-Anteils als in der umgebenden Matrix (in der vor der Wärmebehandlung ca. 60 At.-% Eisen enthalten waren), der Abwesenheit von Wolfram und unter Zuhilfenahme des binären Fe-W-Phasendiagramms (vgl. Abb. 2.5), sind die Ausscheidungen als reines Eisen zu identifizieren.

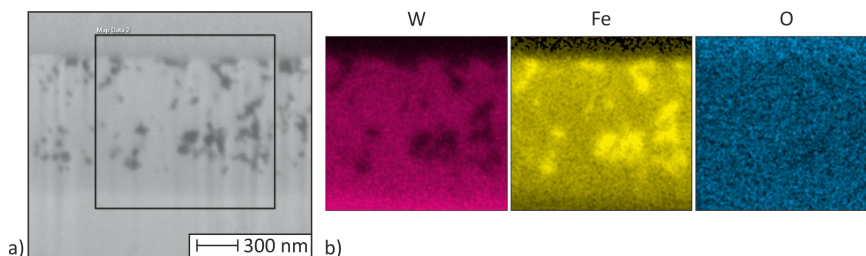


Abbildung 5.17.: EDX-Mapping der 25 At.-% Wolfram-enthaltenden Teilschicht eines FGM, das mittels Magnetron Sputtering abgeschiedenen und anschließend für 2 h bei 800°C wärmebehandelt wurde.

Die bei erhöhten Temperaturen beschleunigte Diffusion führt weiterhin zu einer Auflösung der diskreten Teilschichtgrenzen. Während diese vor der Wärmebehandlung deutlich zu erkennen waren, diffundieren die Elemente bei 800°C-Wärmebehandlung entlang des Konzentrationsgradienten, sodass die Teilschichten in Abbildung 5.16 b) weniger scharf getrennt erscheinen.

Zusammenfassend ist festzuhalten, dass das Magnetron Sputtering generell ein geeignetes Verfahren darstellt, um großflächig homogene Schichten abzuscheiden. Unter Berücksich-

tigung der vorausgehenden Erläuterungen kann dies für gradierte Schichten des Systems Fe-W bestätigt werden. Die Schichten weisen nach der Herstellung wenig Artefakte (Poren, Risse) auf, die eine Eignung als FGM beschränken. Sie sind jedoch sehr dünn und thermodynamisch instabil, weshalb bei Erwärmung eine Entmischung der Elemente Fe und W stattfindet.

5.3. Fe/W-Komposite mittels Flüssigphaseninfiltration

Dicke Schichten gradierter Materialien können beispielsweise durch die Flüssigphaseninfiltration hergestellt werden. Die Machbarkeit des Verfahrens wurde in diversen Studien für die Materialkombination Cu-W bewiesen, wie im Kapitel zum Stand der Forschung aufgeführt wurde. In der vorliegenden Arbeit soll die Machbarkeit nun komplementär für das System Fe-W studiert werden. Dazu wurden offenporige Wolframgerüste verschiedener Morphologien bei einer Temperatur von 1550°C unter Vakuum für 1, 5 und 15 Minuten mit flüssigem Eisen infiltriert. Die mittels SPS hergestellten, zylindrischen Wolfram-Gerüste (Höhe 5 mm, Ø 18 mm) wurden durch das IPP Prag zu Verfügung gestellt und vor der Infiltration in vier gleiche Teile zerteilt. Die Gefüge sind im Durchführungs-Kapitel in Abbildung 4.1 beschrieben. Trotz unterschiedlicher, bei der Gerüst-Herstellung verwendeter Wolframpulver-Partikel der Fraktionen 12 µm, 40-60 µm, 60-80 µm und 80-100 µm weisen alle Gerüste ca. 30 Vol.-% Poren auf. Es können somit keine tatsächlich gradierten Materialien produziert werden, sondern die Machbarkeit der Infiltration lediglich selektiv für 70 Vol.-% Wolfram-enthaltende Komposite untersucht werden. Die Analyse der Infiltration mit verschiedenen Gerüsten erscheint aufgrund der unterschiedlichen Morphologie dennoch sinnvoll.

Ein-minütige Infiltration

Die Gefüge der Fe/W-Komposite unterschiedlicher Wolfram-Gerüste mit jeweils rechteckigem Querschnitt nach ein-minütiger Infiltration sind einander in Abbildung 5.18 gegenüber gestellt. Gezeigt wird jeweils das rechte untere Viertel eines Querschliffs der Komposite durch eine lichtmikroskopische Aufnahme.

Die Wolfram-Gerüste sind gegenüber der ursprünglichen Form unverändert. Der hellgraue Bereich unterhalb und rechts neben allen Kompositen ist reines, wiedererstartetes Eisen. Die Komposite selber zeigen dunklere, graue Bereiche in Form von Netzwerken (Teilbilder a) und b)) oder Inseln, die in einer hellgrauen Matrix liegen (Teilbilder c) und d)), sowie schwarze Bereiche. Die dunkelgrauen Bereiche weisen dabei auf das ehemalige Wolframgerüst hin, während die hellere Matrix dem Infiltrat zugeordnet werden kann. Schwarze Bereiche sind Löcher in den Kompositen. Es kann anhand der beschriebenen Gefügeausbildung eine Infiltration der Wolframgerüste nach bereits ein-minütiger Halte-

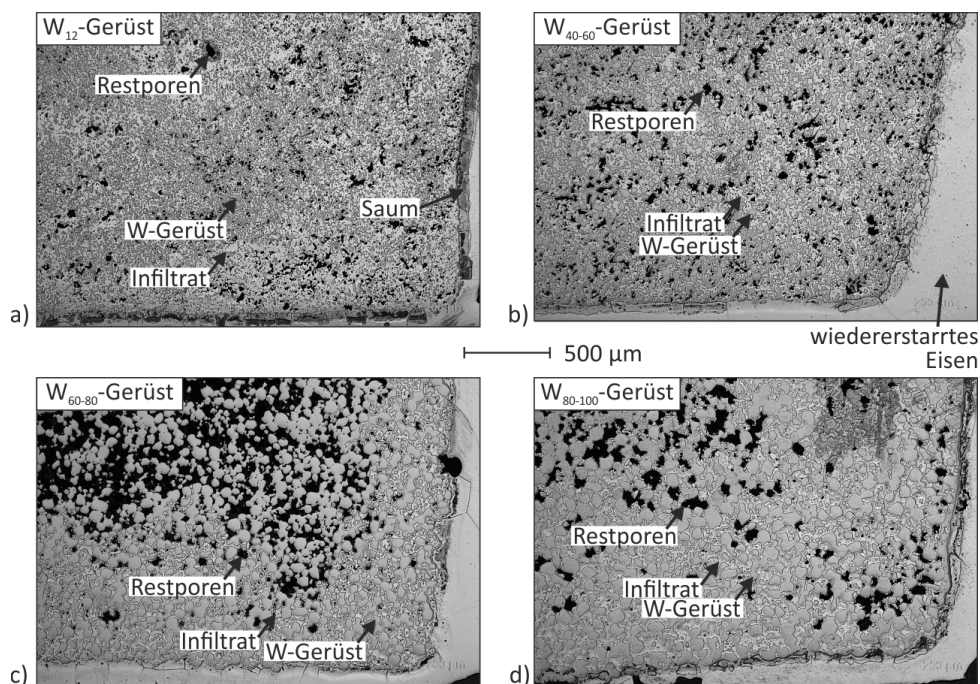


Abbildung 5.18.: Gefüge der Fe/W-Komposite unterschiedlicher Wolfram-Gerüste nach ein-minütiger Flüssigphaseninfiltration mit Eisen. a) Infiltriertes W_{12} -Gerüst, b) infiltriertes W_{40-60} -Gerüst, c) infiltriertes W_{60-80} -Gerüst, d) infiltriertes W_{80-100} -Gerüst.

stufe bestätigt werden. Jedoch ist diese unvollständig, wie anhand der hohen Präsenz von Löchern zu sehen ist. Die Löcher sind dabei nicht allein auf Restporen zurückzuführen. Speziell bei den infiltrierten W_{60-80} - und W_{80-100} -Gerüsten der Teilbilder c) und d) sind die großflächigen schwarzen Bereiche auf Ausbrüche von schwach angebundenen Wolfram-Partikeln während der metallographischen Präparation zurückzuführen. Diese Ausbrüche sind bei den identisch präparierten Proben kleiner Wolfram-Partikel (Teilbilder a) und b)) nicht zu sehen. Hier ist das Infiltrat bis zum Kern der Proben eingedrungen und hat zu einer Stabilisierung des Gerüsts geführt. Obwohl dennoch eine hohe Porosität zu verzeichnen ist, entspricht dieses Ergebnis der Theorie, die besagt, dass feinere Kapillare (wie in Gerüsten feinerer W-Partikel vorzufinden) zu einer besseren Infiltration führen. Die Dauer der Infiltration in Höhe von einer Minute reicht offenbar dennoch nicht aus, um ein vollständig dichtes Gefüge zu erzeugen.

Neben den beiden genannten Grautönen der Komposite zeichnen die Randbereiche aller Proben dunkle Säume aus. Für das infiltrierte W_{12} -Gerüst ist dieser exemplarisch mittels einer EDX-Punktanalyse untersucht worden, sowie das Ergebnis in Abbildung 5.19 aufgeführt.

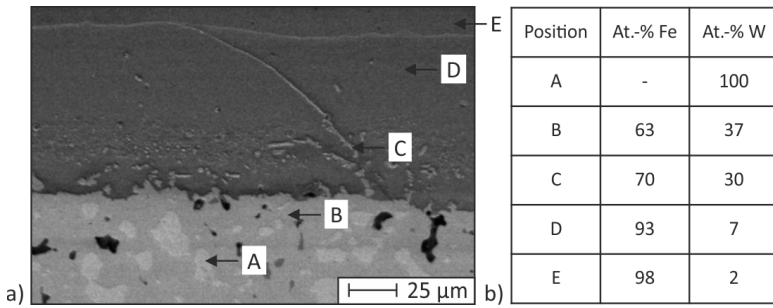


Abbildung 5.19.: Detail-Aufnahme und EDX-Punktanalyse des Randbereiches des W_{12} -Gerüsts nach ein-minütiger Infiltration mit Eisen. a) REM-Aufnahme des untersuchten Bereichs sowie Positionen A-E, die mittels EDX untersucht wurden, b) stoffliche Zusammensetzung der analysierten Positionen A-E.

Die Detailaufnahme der Komposit-Randzone zeigt im unteren Drittel das hergestellte Komposit im SE-Kontrast mit helleren, isolierten, $<12\text{ }\mu\text{m}$ großen Wolfram-Partikeln. Die elementare Zusammensetzung der hellen Bereiche wird durch die EDX-Analyse des Punktes A zu 100 At.-% Wolfram bestätigt. Um die Wolfram-Partikel liegt eine etwas dunklere Matrix, die im Rahmen der lichtmikroskopischen Übersichts-Aufnahmen als Infiltrat bezeichnet wurde. Hierbei handelt es sich nach Aussage der EDX-Analyse nicht um reines Eisen, sondern um eine Fe-Basis-Matrix mit einem Wolfram-Anteil in Höhe von 37 At.-%. Die Ursache für diese Zusammensetzung kann erneut unter Zuhilfenahme des Phasendiagramms (vgl. Abb. 2.5) erklärt werden. Für Wolfram-Mengen $<42\text{ At.-%}$ zeigt es eine Solidustemperatur, die ungefähr der Liquidustemperatur reinen Eisens ($T_{\text{Liq}}(\text{Fe})=1536^\circ\text{C}$) entspricht. An der Grenzfläche von flüssigem Eisen und festem Wolfram findet bei der angewendeten Infiltrationstemperatur (1550°C) daher ein partielles Anschmelzen des festen Wolframs statt. Es entsteht eine Fe/W-Flüssigphase, die bis zu 15 At.-% Wolfram enthält und bei weiterem Anschmelzen von Wolfram Fe_7W_6 -Ausscheidungen bildet. Spätestens bei Erstarrung des $L+\mu$ -Phasengemischs werden im Rahmen einer peritektischen Reaktion feine Fe_7W_6 Ausscheidungen gebildet. Es ist deshalb abzuleiten, dass die Matrix aus einem Eisen-reichen Netzwerk besteht (das max. 5 At.-% Wolfram lösen kann), in dem fein verteilte Ausscheidungen der genannten intermetallischen Phase enthalten sind. Der Bereich um die Punkte C und D der Abbildung 5.19 umfasst den dunklen Saum, der in den Übersichts-aufnahmen zu beobachten ist. Nach Aussage der EDX-Punktanalyse von Position D besteht dieser ebenfalls aus einer Eisen-reichen Matrix (93 At.-% Fe), in der 7 At.-% W enthalten sind. Tatsächlich ist die Löslichkeit von W in Fe jedoch auf 5 At.-% beschränkt. Im Saum sind außerdem Ausscheidungen zu sehen, deren Größe und Häufigkeit mit zunehmendem Abstand vom Komposit abnimmt. Die EDX-Punktanalyse an Position C weist auf eine ähnliche Zusammensetzung hin, wie in der Matrix des

Komposits, weshalb an der Stelle ebenfalls ein Gemisch aus Fe_7W_6 und Eisen zu vermuten ist. Die Entstehungsdynamik entspricht folglich der innerhalb des Komposits. Die Ausscheidungen sind im Saum gröber als diejenigen, die in der Komposit-Matrix vermutet werden, da die freien Wege außerhalb des Komposits deutlich länger sind und somit konvektive und diffusive Bewegungen der Schmelze eine größere Rolle spielen. Somit ist auch die Abnahme der Häufigkeit von Ausscheidungen mit größerem Abstand vom Komposit zu erklären.

Oberhalb einer in Abbildung 5.19 horizontal verlaufenden, scharfen Grenze ist anhand der EDX-Analyse in Punkt E ein deutlich geringerer Wolfram-Anteil zu messen, als im Saum. Hierbei handelt es sich um das weitgehend unbeeinflusste, wiedererstartete Eisen.

5- und 15-minütige Infiltration

Da die ein-minütige Infiltration der Wolfram-Gerüste nicht zum vollständigen Auffüllen aller Poren führt, ist zu untersuchen, ob längere Infiltrationsdauern dichtere Gefüge erzeugen. Analog zur vorausgehenden Darstellung der infiltrierten Wolframgerüste zeigt Abbildung 5.20 in diesem Rahmen Proben, die aus einer 5-minütigen Infiltration der verwendeten Wolfram-Gerüste hervorgehen.

Obwohl auch hier das rechte, untere Viertel der Proben dargestellt ist, weisen die Komposite eine teilweise stark veränderte Form gegenüber den Gerüsten im Ausgangszustand auf. Speziell zeigt sich dies anhand der Komposite, für die Gerüste aus W_{12} - und W_{60-80} -Pulver verwendet wurde (Abb. 5.20 a) und c)), denn hier ist eine diagonal verlaufende Grenze zum umliegenden, wiedererstarteten Eisen zu beobachten. An den unteren Bildrändern neben allen Kompositen ist ein Bereich zu erkennen, der gegenüber den Aufnahmen der ein-minütigen Infiltration neu hinzugekommen ist. Die Größe dieses Bereichs korreliert mit dem Ausmaß der Formänderung der Wolfram-Gerüste. Vor diesem Hintergrund erscheint das Komposit mit den größten Wolfram-Partikeln (W_{80-100} , Teilbild d)) am stabilsten, was auf das größte Volumen-Oberflächen-Verhältnis zurückgeführt werden kann.

Mit den Ergebnissen der ein-minütigen Infiltration ist abzuleiten, dass die Auflösung der Wolfram-Gerüste für eine längere Infiltrationsdauer stärker ausgeprägt ist. Die vermehrt gebildete, Wolfram-reiche Flüssigphase ist wegen seiner hohen Dichte an den Grund des flüssigen Eisens abgesunken und dort während der Abkühlung erstarrt. Während der längeren Infiltrationsphase konnte die Porosität aller Wolfram-Gerüste gegenüber der ein-minütigen Infiltration zwar umfassender gefüllt werden, was zu einem Unterbinden des Materialausbruchs bei metallographischer Präparation führt, dennoch sind auch weiterhin signifikante Mengen Restporosität zu beobachten.

Im Rahmen einer 15-minütigen Infiltration erzeugte Mikrostrukturen werden in Abbildung 5.21 gezeigt. Die beschriebene Tendenz einer fortschreitenden Auflösung des Wolfram-Gitters mit längerer isothermer Temperaturstufe spiegelt sich an den abgebil-

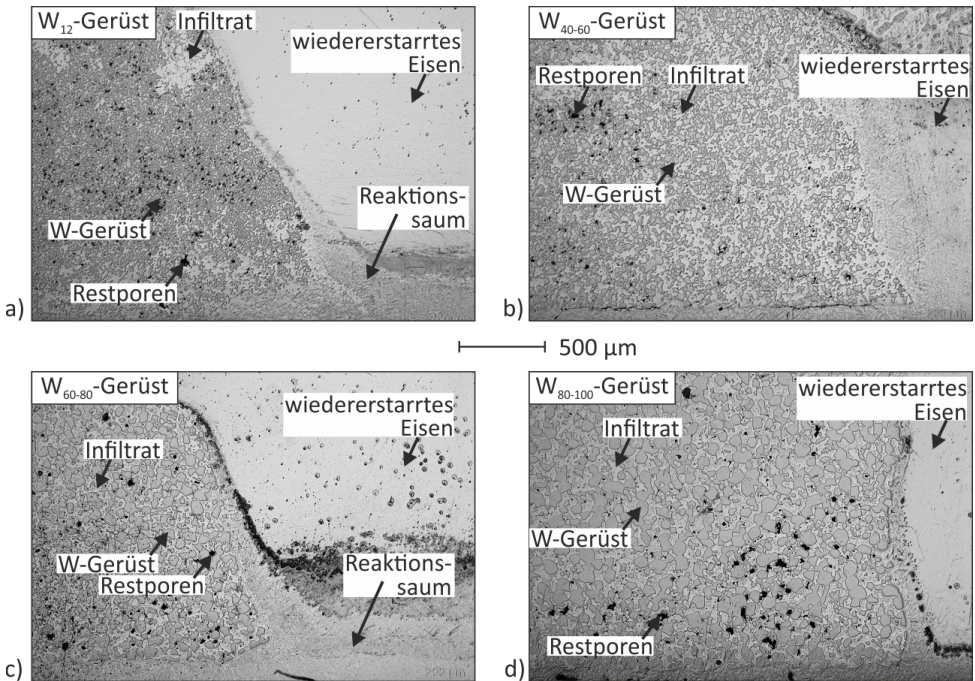


Abbildung 5.20.: Gefüge der Fe/W-Komposite unterschiedlicher Wolfram-Gerüste nach 5-minütiger Flüssigphaseninfiltration mit Eisen. a) Infiltriertes W₁₂-Gerüst, b) infiltriertes W₄₀₋₆₀-Gerüst, c) infiltriertes W₆₀₋₈₀-Gerüst, d) infiltriertes W₈₀₋₁₀₀-Gerüst.

deten Gefügen wider. Die vormals rechteckige Struktur der Gerüste ist nicht mehr zu erkennen. Während sich das W₁₂-Gerüst vollständig aufgelöst hat (Teilbild a)), sind von den übrigen Gerüsten noch kleine Mengen vorhanden. Das W₈₀₋₁₀₀-Gerüst erscheint auch bei 15-minütiger Infiltration am stabilsten. Trotz der nahezu vollständigen Entfernung von Poren in allen Gerüsten kann die Infiltration aufgrund der starken Auflösung des Wolfram-Gitters nicht als erfolgreich bewertet werden. Zur Verifizierung der vorausgehenden Ableitungen wurde im Rahmen von XRD-Untersuchungen analysiert, welche kristallographischen Strukturen die Komposite enthalten.

Abbildung 5.22 enthält die Diffraktogramme der 1, 5 und 15 Minuten lang infiltrierten W₄₀₋₆₀-Gerüste. Die hinterlegten, vertikalen Linien indizieren verschiedene zu erwartende Phasen im Fe/W-Binärsystem. Für alle untersuchten Proben ist zunächst eine hohe Intensität der gebeugten Röntgenstrahlung bei $2\theta \approx 40,5^\circ$ auffällig. Dieser in allen Proben ausgeprägte Peak indiziert den Reflex des krz Wolfram und korreliert qualitativ mit dem W-Anteil im Messbereich. Weitere Wolfram-Reflexe liegen bei ca. $2\theta \approx 49^\circ, 73^\circ, 87^\circ, 100,5^\circ$ und 115° . Allgemein sind diese gut sichtbar ausgeprägt. Reflexe des reinen Eisens sind in den Diffraktogrammen bei $2\theta \approx 44,5^\circ$ und 65° zu erwarten. Jeweils um $0,5^\circ$ zu

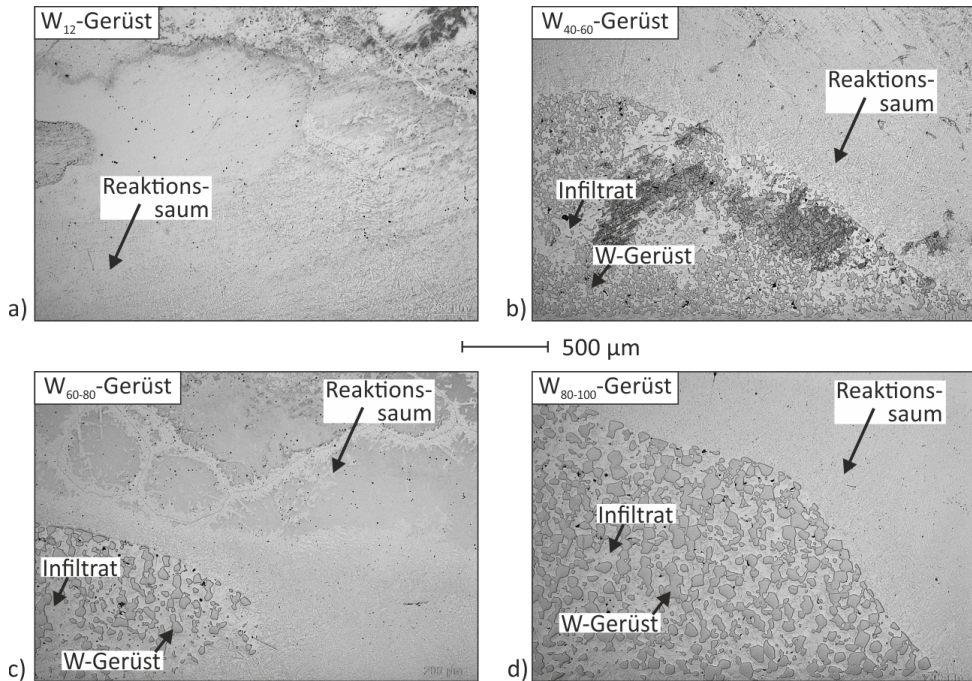


Abbildung 5.21.: Gefüge der Fe/W-Komposite unterschiedlicher Wolfram-Gerüste nach 15-minütiger Flüssigphaseninfiltration mit Eisen. a) Infiltriertes W₁₂-Gerüst, b) infiltriertes W₄₀₋₆₀-Gerüst, c) infiltriertes W₆₀₋₈₀-Gerüst, d) infiltriertes W₈₀₋₁₀₀-Gerüst.

geringeren Werten verschoben finden sich die Reflexe des Eisen-Wolfram-Mischkristalls, in dem bis zu 5 At.-% Wolfram gelöst sind. Während die Existenz reinen Eisens lediglich für die eine Minute lang infiltrierte Probe nachgewiesen werden kann, zeigen die beiden übrigen Komposite eine Übereinstimmung mit dem Reflex des Mischkristalls bei 44° . Diese Stöchiometrie stimmt mit der durch EDX nachgewiesenen, stofflichen Zusammensetzung der Eisenmatrix überein, die die Komposite als Saum umgibt. Es werden darüber hinaus für alle untersuchten Komposite ausgeprägte Reflexe bei $2\theta \approx 38^\circ, 41^\circ, 43^\circ, 68^\circ$ und $80,5^\circ$ nachgewiesen. Diese entstehen aufgrund von Beugung der Röntgenstrahlung am Gitter der intermetallischen Fe_7W_6 -Phase. Da die entsprechende Intensität für alle Komposite ähnlich hoch ist, ist auf eine vergleichbare Menge dieser Phase zu schließen, deren Ausscheidung anhand der Gefügebildungen und EDX-Messungen bereits abgeleitet wurde. Unter Berücksichtigung der elementaren Zusammensetzung der Komposit-Matrix (ca. 63 At.-% Fe, 37 At.-% W) ist zu schlussfolgern, dass es sich dabei um eine Art perlitisches Gefüge, bestehend aus dem Mischkristall $\text{Fe}_{0,95}\text{W}_{0,05}$ und der intermetallischen Phase Fe_7W_6 in einem Verhältnis von ca. 25 zu 75 %, handeln muss. Die durch EDX gemessene Stöchiometrie könnte zwar ebenfalls mit der Existenz der intermetallischen

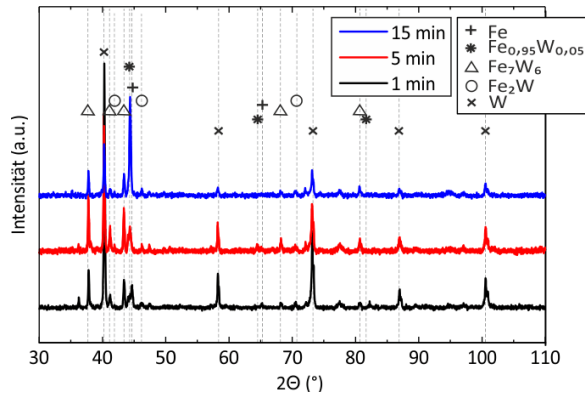


Abbildung 5.22.: Diffraktogramme der 1, 5 und 15 Minuten lang infiltrierten W_{40-60} -Gerüste.

Phase Fe_2W erklärt werden, diese ist jedoch nach Aussage der XRD-Untersuchung nur in sehr geringen Mengen vorhanden, weshalb die Zusammensetzung der Komposit-Matrix hierauf nicht zurückgehen kann.

Mit den Erkenntnissen der Infiltrationsversuche ist zu resümieren, dass bei einer kurzen Infiltrationsdauer von einer Minute keine vollständige Infiltration erreicht wird; diese Problematik kann durch eine längere Infiltrationsdauer umgangen werden, jedoch findet dann eine umfassende Auflösung des Wolframgerüsts statt. Außerdem wird bei der Infiltration grundsätzlich die Intermetallische Phase Fe_7W_6 gebildet, die unerwünscht ist.

5.4. X12Cr13/W-Schichten mittels Atmosphärischem Plasmaspritzen

Eine Alternative zur Herstellung von RAFM/W-Kompositen stellt das Plasmaspritzen dar. Gegenüber den anderen in dieser Arbeit untersuchten Herstellungsverfahren bietet es allgemein den Vorzug, dicke Schichten auf großen Flächen abscheiden zu können. In der vorliegenden Arbeit wurde eine abgewandelte Version des atmosphärischen Plasmaspritzens angewendet, die in Kapitel 4.1.3 detailliert beschrieben wird. Durch eine mit reduzierendem Gas (93 % Ar, 7 % H_2) durchströmte Schutzkammer, die das Substrat umgibt, wird die Oxidation der abgeschiedenen Schicht minimiert. Dies ermöglicht die Verwendung höherer Substrat-Temperaturen, wodurch herstellungsbedingte, thermo-mechanisch induzierte Spannungen minimiert werden. Vor diesem Hintergrund wurden Schichten bei 500, 700 und 900°C-Substrat-Temperatur abgeschieden. Anstatt eines RAFM-Stahls wurde für die Komposit-Herstellung ein kommerziell erhältlicher

X12Cr13-Stahl verwendet, dessen Legierungselemente C und Cr in ähnlichen Mengen wie in RAFM-Stählen enthalten sind.

Im Folgenden werden zunächst die verwendeten Pulver vorgestellt, gefolgt von Ergebnissen mikrostruktureller Untersuchungen der abgeschiedenen Schichten. Abschließend werden die Ergebnisse thermo-physikalischer und mechanischer Untersuchungen von ausgewählten Schichten aufgeführt.

5.4.1. Ausgangspulver

Als Ausgangsmaterial für das APS wurden ein kommerziell erhältliches, gasverdüstes X12Cr13-Pulver sowie ein Wolfram-Pulvergemisch aus elektrolytisch abgeschiedenem Wolframpulver und Wolframkarbid (Gewichtsverhältnis 5:1) verwendet. Da beim Plasmaspritzen eine enge Partikel-Größenverteilung für ein homogenes Aufheizen der Partikel notwendig ist, wurde das Wolframpulver zu einer Fraktion der Größe 60-80 μm und das X12Cr13-Pulver von 90-140 μm gesiebt. Eine Übersichtsaufnahme des jeweiligen Materials ist in Abbildung 5.23 zu sehen. Entsprechend der Herstellung besitzen die Wolfram-Partikel eine polyedrische Form, während die X12Cr13-Partikel sphärisch sind.

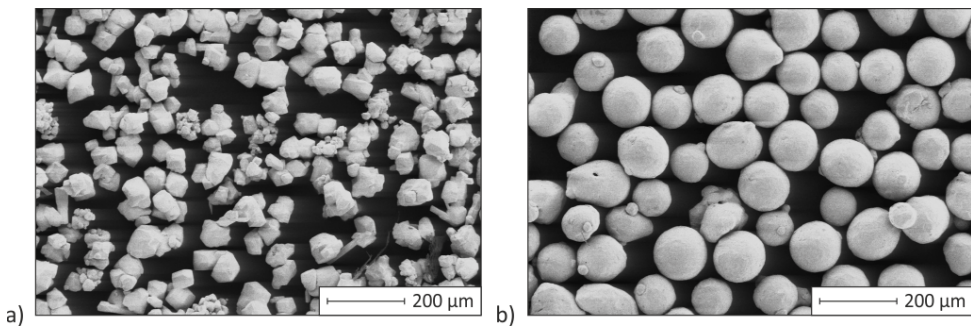


Abbildung 5.23.: REM-Aufnahme des für das atmosphärische Plasmaspritzen verwendete Pulver im SE-Kontrast. a) Wolfram-Pulver, b) X12Cr13-Pulver.

In Tabelle 5.1 ist der Wolfram-, Eisen-, Chrom-Gehalt der Pulver in Gewichtsprozent nach Messung mittels ICP-OES angegeben. Zusätzlich sind die Ergebnisse der mittels Trägergas-Heißextraktion gemessenen Sauerstoff- und Kohlenstoffkonzentrationen aufgeführt. Im Pulver des Wolfram-Gemischs sind geringe Mengen Kohlenstoff enthalten, die beim Spritzen mit dem umliegenden Sauerstoff reagieren und somit das Pulver vor exzessiver Oxidation schützen sollen. Im X12Cr13 stimmt der Chrom-Gehalt gut mit der nominellen Zusammensetzung überein. Der Kohlenstoffgehalt liegt jedoch deutlich unter der Minimalgrenze von 0,08 Gew.-% [188]. Die Sauerstoffkonzentration ist für beide Pulver moderat.

Tabelle 5.1.: W-, Fe-, Cr-, C- und O-Gehalt der für das Atmosphärische Plasmaspritzen verwendeten Pulver.

Pulver	Zusammensetzung (Gew.-%)				
	W	Fe	Cr	C	O
W+WC (5:1)	96,3	0,03	0	0,72	0,016
X12Cr13	0	83,63	11,99	0,005	0,034

5.4.2. Mikrostrukturelle Charakterisierung der APS-Schichten

Die mikrostrukturelle Charakterisierung der APS-Schichten wird mittels einer makroskopischen Bewertung der unbehandelten Proben eingeleitet. Es folgt die eigentliche Gefügeanalyse, für die ein besonderes Augenmerk auf Poren, Oxide und intermetallische Phasen gelegt wird.

Makroskopische Untersuchung

Unter Berücksichtigung der unterschiedlichen Dichten und Abscheideraten von X12Cr13 und Wolfram, wurden die in Tabelle 4.6 aufgeführten Masse-basierten Förderraten der Reinmaterialien für Schichten verschiedener Wolfram-Anteile ermittelt, um möglichst identische Schichtdicken aller Proben bei gewünschter, volumetrischer Zusammensetzung zu erhalten. Exemplarische, makroskopische Aufnahmen einer reinen Wolfram- und einer reinen X12Cr13-Schicht, die bei 700°C abgeschieden wurden, sind in Abbildung 5.24 zu sehen. Daran ist zu erkennen, dass die Substrate vollständig mit einer Schicht weitgehend

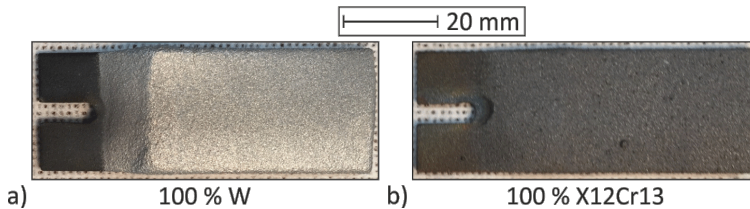


Abbildung 5.24.: Makroskopische Aufnahmen der APS-Schichten auf Stahl-Substraten. a) Schicht aus 100 Vol.-% W, b) Schicht aus 100 Vol.-% X12Cr13.

gleichbleibender Stärke beschichtet worden sind. Lediglich der linke Rand beider Schichten weist eine vertikal verlaufende Überhöhung auf. Wie im Durchführungskapitel erwähnt, werden die Substrate während der Beschichtung horizontal zyklierend bewegt. Infolge der Richtungswechsel der Bewegung ist der Plasmastrahl länger auf die äußeren Ränder der Substrate gerichtet, als auf den dazwischen liegenden Bereich, weshalb an den Rändern mehr Material abgeschieden wird. Es ist jeweils nur eine Überhöhung in beiden Teilbildern zu erkennen, weil die Substrate so positioniert wurden, dass sie sich beim zweiten Richtungswechsel außerhalb des Plasmastrahls befanden. Die übrige Oberfläche

der Schichten weist keine Unregelmäßigkeiten in Form nicht eingebundener Partikel oder Verfärbungen durch lokale Oxidation auf.

Tatsächlicher Wolfram-Anteil der Schichten

Aufgrund des allgemein komplexen Herstellungsprozesses des Plasmaspritzens ist zunächst zu prüfen, ob die nominelle und die tatsächliche Zusammensetzung der Komposite übereinstimmt. Die Schichten sind daher mittels ICP-OES untersucht worden. Das Ergebnis des gemessenen Wolfram-Anteils ist über dem nominellen Anteil in Abbildung 5.25 aufgeführt. Die Auftragung erfolgt in Analogie an die übrigen Darstellungen in Volumenprozent, die sich hier lediglich auf metallische Bestandteile der Proben bezieht und Poren somit bewusst nicht berücksichtigt.

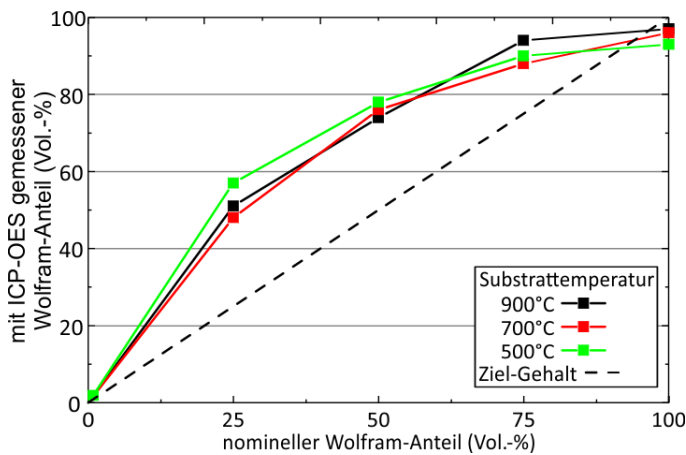


Abbildung 5.25.: Gegenüberstellung der mit ICP-OES gemessenen und der nominellen Wolfram-Gehalte für APS-Schichten, die bei verschiedenen Substrat-Temperaturen abgeschieden wurden. Die angegebenen Volumenprozent beziehen sich auf vollständig dichte Proben.

Nach Aussage der Abbildung weisen Schichten, die sowohl Wolfram als auch X12Cr13 beinhalten, für alle Substrat-Temperaturen einen generell überhöhten Wolfram-Gehalt auf. Die nominell 25 Vol.-% W-haltigen Komposite beinhalten im Durchschnitt 25 Vol.-% mehr Wolfram, als die Soll-Zusammensetzung vorgibt; die nominell 50 und 75 Vol.-% W-haltigen Komposite enthalten 22 bzw. 15 Vol.-% mehr. Allgemein ist die Wolfram-Abscheiderate demnach um den empirisch ermittelten Faktor

$$x = 2,4 - 0,6 \cdot \text{Vol.}\% W_{\text{nominell}}$$

unterschätzt worden, sodass die Förderrate für zukünftige Experimente um diesen Faktor zu reduzieren ist. Repräsentative Gefüge von Schichten, die bei einer Substrat-Temperatur

in Höhe von 700°C abgeschieden worden sind, werden in Abbildung 5.26 aufgeführt. Darin entsprechen hellgraue Bereiche Wolfram und dunkelgraue Bereiche Stahl. Eine genaue Analyse der Mikrostruktur erfolgt im späteren Verlauf dieses Kapitels. An dieser Stelle soll lediglich darauf hingewiesen werden, dass ein überhöhter Wolfram-Gehalt insbesondere anhand der nominell 75 Vol.-% W-haltigen Probe ersichtlich ist. Weitere Ergebnisse werden wegen der Abweichung von nomineller und tatsächlicher Zusammensetzung im Folgenden über den gemessenen Wolfram-Anteil der metallischen Bereiche der Schichten aufgetragen.

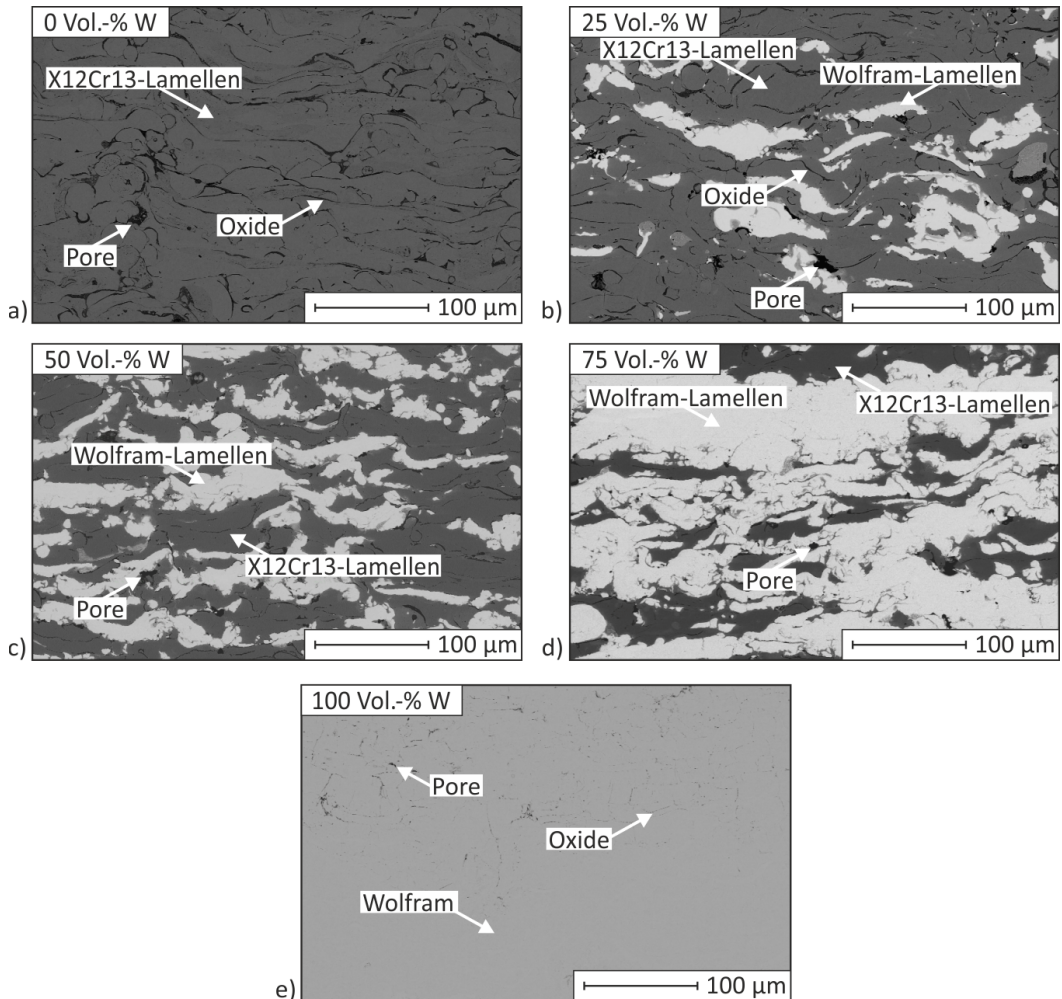


Abbildung 5.26.: REM-Aufnahmen mittlerer optischer Vergrößerung von APS-Schichten mit verschiedenen Wolfram-Gehalten, die bei 700°C Substrat-Temperatur abgeschieden wurden. Die Proben enthalten a) 0 Vol.-% W, b) 25 Vol.-% W, c) 50 Vol.-% W, d) 75 Vol.-% W, e) 100 Vol.-% W.

Einfluss des Wolfram-Anteils und der Spritzdistanz auf die Porosität

Eine erforderliche Eigenschaft von Kompositen für FGMs der ersten Wand ist die hohe thermische Leitfähigkeit. Neben der Existenz von Oxiden wird diese insbesondere durch Poren reduziert, weshalb diese beiden Phänomene bei der mikrostrukturellen Charakterisierung besonders beachtet werden. Dabei haben Poren einen größeren, nachteiligen Einfluss auf die Wärmeleitfähigkeit, als Oxide [128]. Im Folgenden werden zunächst die Ergebnisse der Porositätsmessungen aller Komposite, die nach dem archimedischen Prinzip und nach quantitativer Bildauswertung ermittelt wurden, geschildert. Sie sind in Abbildung 5.27 über dem gemessenen Wolfram-Gehalt dargestellt.

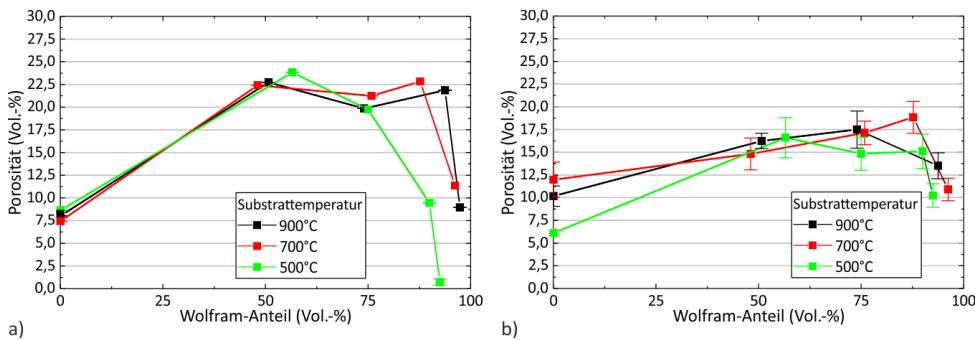


Abbildung 5.27.: Ergebnisse der Porositätsmessungen von APS-Schichten verschiedener Wolfram-Anteile nach dem Archimedischen Prinzip (a) und quantitativer Bildauswertung (b).

Während die Porositätsmessung nach dem archimedischen Prinzip speziell für Schichten, die sowohl aus X12Cr13 als auch aus Wolfram bestehen, eine deutlich höhere Porosität ergibt als die Bestimmung nach quantitativer Bildauswertung, sind die qualitativen Verläufe ähnlich. Dieses Verhalten ist auch in der Literatur beobachtet worden [189]. Beide Messverfahren belegen für die Gesamtheit der Komposite eine generell sehr hohe Porosität. Schichten, die nur aus Wolfram oder nur aus X12Cr13 bestehen, weisen signifikant weniger Poren auf (max. 12 Vol.-%), als Komposite, die Wolfram und X12Cr13 beinhalten (9-24 Vol.-%). Als Ursache der erhöhten Porosität ist weniger der Wolfram-Gehalt selber, sondern vielmehr der damit verbundene, gewählte Abstand zwischen Substrat und Spritzdüse zu identifizieren. Wie im Grundlagenkapitel zum Plasmaspritzen erwähnt, stellt dieser einen Parameter dar, der die Qualität der abgeschiedenen Schicht beeinflusst und materialspezifisch einzustellen ist. Für Schichten, die nur aus Wolfram oder nur aus X12Cr13 bestehen, konnte er auf Grundlage von Erfahrungswerten sinnvoll gewählt werden (W: 200 mm, X12Cr13: 330 mm, vgl. Tab. 4.6) [128]. Bei der Herstellung von Kompositen, die aus zwei Materialien bestehen und dennoch mit lediglich einer Plasmadüse abgeschieden werden, ist ein Kompromiss bei der Spritzdistanz einzugehen.

In der vorliegenden Arbeit ist sie in Relation zu den nominellen Materialanteilen eines Komposits zwischen dem idealen Abstand für das Spritzen von reinem Wolfram und dem für reinen X12Cr13 variiert worden. Dies führt offensichtlich letztlich dazu, dass keins der beiden Materialien ideale Spritz-Parameter erfährt. Für das X12Cr13-Pulver der gemischten Composite ist die Zeit im Plasmastrom gegenüber dem Optimum verkürzt, für das W-Pulver verlängert. Für die X12Cr13-Partikel sinkt der Temperatureintrag somit und die Viskosität steigt, während die Partikel-Geschwindigkeit aufgrund weniger Kollisionen mit atmosphärischen Teilchen beim Auftreffen auf dem Substrat höher ist, als für die optimale Spritzdistanz in Höhe von 330 mm [190, 191]. Für das Wolfram gilt entsprechend inverses. Die Kombination der nicht angepassten Parameter führt letztlich zu einer erhöhten Porosität, die nach Aussage der archimedischen Messung maximal wird, wenn die Wolfram-Partikel die unpassendste Spritzdistanz erfahren (hier für die 50 Vol.-% W-haltigen Proben (nominell 25 Vol.-% W)). Die quantitative Bildauswertung bescheinigt demgegenüber unabhängig für alle gemischten Composite und somit Spritzdistanzen eine nahezu konstant hohe Porosität. Allgemein wird ein starker Einfluss der Spritz-Distanz auch in der Literatur beim APS von reinem Wolfram beobachtet [128]. Hier zeigte sich beim Spritzen aus 300 mm Entfernung eine deutlich höhere Porosität als beim Spritzen aus 200 mm Entfernung bei sonst identischen Bedingungen wie in der vorliegenden Arbeit. Der Einfluss des Abstands hat vermutlich ebenfalls zur hier beschriebenen, überhöhten Abscheiderate des Wolframs gegenüber der des X12Cr13 geführt.

Einfluss der Substrat-Temperatur auf das Gefüge

In der Literatur wird für reine Wolfram-Schichten eine abnehmende Porosität bei höherer Substrat-Temperatur im Bereich 150 bis 500°C beschrieben [128]. Der positive Effekt sollte im Rahmen der vorliegenden Arbeit weiterhin für Substrat-Temperaturen >500°C untersucht werden, die auch im Sinne einer Reduzierung von Eigenspannungen sinnvoll sind. Ein Einfluss höherer Substrat-Temperaturen auf die Porosität ist nach Aussage der quantitativen Bildauswertung (Teilbild b)) nicht zu erkennen. Die durch unterschiedlich gefärbte Kurven dargestellten Temperaturen zeigen ein identisches Verhalten und verlaufen im Bereich von 50-87 Vol.-% W (nominell 25-75 Vol.-% W) alle nahezu konstant. Wie zuvor erwähnt, belegt demgegenüber die Porositätsmessung nach dem archimedischen Prinzip, dass bei ca. 50 Vol.-% W (nominell 25 Vol.-% W) Temperatur-unabhängig die höchste Porosität vorliegt. Mit zunehmendem Wolfram-Gehalt sinkt diese für Schichten, die bei 900 sowie 700°C Substrat-Temperatur abgeschieden wurden, leichtgradig und deutlich für Schichten, die bei 500°C abgeschieden wurden. Um die Unterschiede der mittels verschiedener Verfahren gemessenen Porosität erklären zu können, und um den durch die archimedischen Messungen aufgezeigten Einfluss der Substrat-Temperatur

zu untersuchen, findet im Folgenden eine tiefergehende Analyse der Gefüge statt. Sie wird exemplarisch anhand der 75 Vol.-% W-haltigen (nominell 50 Vol.-% W) Schichten durchgeführt, die in Abbildung 5.28 aufgeführt sind.

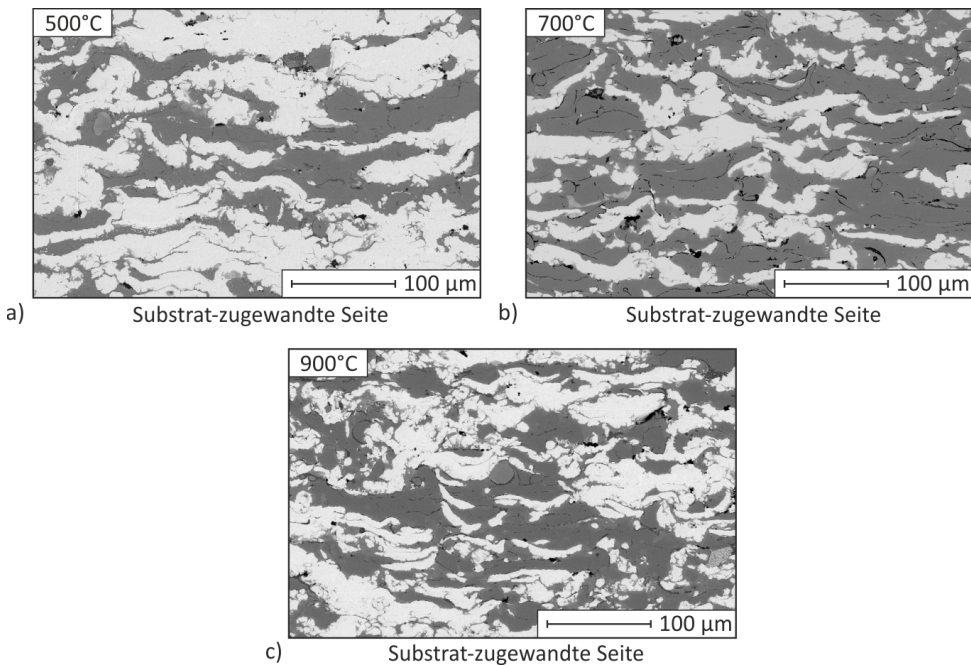


Abbildung 5.28.: REM-Aufnahmen mittlerer optischer Vergrößerung von 50 Vol.-% Wolfram-haltigen APS-Schichten, die bei verschiedenen Substrat-Temperaturen abgeschieden wurden. Die Substrat-Temperaturen betragen a) 500°C, b) 700°C, c) 900°C.

Wie zuvor entsprechen darin hellgraue Bereiche Wolfram und dunkelgraue X12Cr13. Die Bildanteile der jeweiligen Konstituenten variieren für die gezeigten Aufnahmen, sind jedoch global für alle Substrat-Temperaturen gleicher Spritz-Parameter durchschnittlich vergleichbar, wie anhand der ICP-OES-Ergebnisse gezeigt wurde. Allgemein sind die für das Plasmaspritzen typischen Strukturen flacher, wiedererstarrender Schmelztropfen zu erkennen. Die Materialien sind mit Ausnahme weniger Partikel durchgreifend im Plasmastrom aufgeschmolzen, obwohl der Abstand zwischen Substrat und Spritzdüse nicht optimiert war, und haben sich für alle Substrat-Temperaturen beim Aufprall flächig ausgebreitet. Morphologische Unterschiede aufgrund verschiedener Substrat-Temperaturen zeigen die Gefüge bei der gewählten optischen Vergrößerung nicht, was den Ergebnisse der Porositätsmessung nach quantitativer Bildanalyse entspricht. In den gezeigten Gefügen sind Poren als kompakte, irregulär geformte, schwarze Bereiche zu erkennen. Diese sind <10 µm in der größten Ausdehnungsrichtung und homogen über die Bildaus-

schnitte verteilt. Es fällt auf, dass Poren primär an der Substrat-zugewandten Seite von Wolfram-Partikeln auftreten. Dies weist auf ein schnelles Wiedererstarren der Wolfram-Schmelzpartikel hin, ohne dass diese die darunterliegende Struktur ausreichend benetzen konnten. Eine mögliche Ursache hierfür könnte die beschriebene stärkere Überhitzung und niedrigere Viskosität der entsprechenden Partikel bei größerer Spritzdistanz gegenüber dem Optimum sein, was zu allgemein zu einem stärkeren Zerspritzen beim Auftreffen führt [128]. Neben kompakten, schwarzen Poren sind weiterhin elongierte, dunkelgraue bis schwarze Bereiche in allen Gefügen unabhängig von der Substrat-Temperatur zu erkennen, die speziell an Grenzflächen der X12Cr13-Partikel lokalisiert sind. Eine EDX-Analyse der 50 Vol.-% W, 700°C-Probe zeigt anhand von Abbildung 5.29, dass es sich bei diesen Bereichen nicht um Poren, sondern um Oxide handelt.

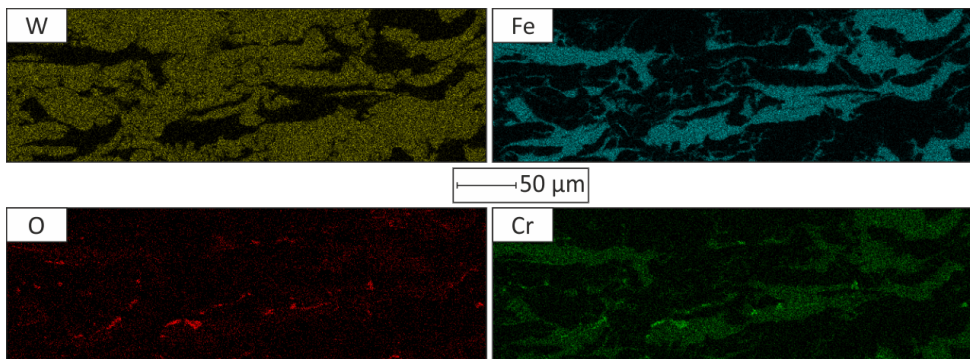


Abbildung 5.29.: Verteilung der Elemente W, Fe, O und Cr in einer 50 Vol.-% Wolframhaltigen APS-Schicht, die bei 700°C Substrat-Temperatur abgeschieden wurde.

Aufgrund der Orientierung dieser Cr- und Fe-reichen Oxide parallel zum Substrat ist die Wärmeleitfähigkeit orthogonal hierzu (relevant speziell für FGMs in der ersten Wand) reduziert. Darüber hinaus kann die homogene Verteilung von Poren gemeinsam mit den oxidischen Ausscheidungen zu einem spröden Versagen der Komposite unter mechanischer Last führen.

Mit Kenntnis der qualitativen Verteilung vorhandener Oxide ist der quantitative Sauerstoffanteil der Komposite zu bewerten. Die Ergebnisse der Sauerstoff- und der Stickstoffgehalte, die mittels Trägergas-Heißextraktion ermittelt wurden, sind unter Berücksichtigung der Substrat-Temperatur und des Wolfram-Anteils der Proben in Abbildung 5.30 aufgeführt.

Gegenüber dem verwendeten X12Cr13-Pulver nimmt der Stickstoff-Anteil der abgeschiedenen X12Cr13-Schichten demnach von 0,06 auf ca. 0,12 Gew.-% zu. Der Sauerstoff-Anteil steigt von 0,03 auf ca. 2,1 Gew.-%. Für reine Wolfram-Schichten ist keine Veränderung der Stickstoffkonzentration und nur eine geringe Veränderung des Sauerstoff-Anteils durch

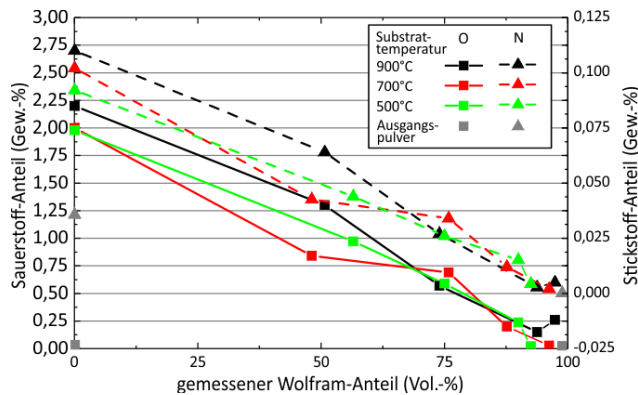


Abbildung 5.30.: Sauerstoff- und Stickstoff-Gehalte von APS-Schichten verschiedener Wolfram-Anteile, die bei unterschiedlichen Substrat-Temperaturen abgeschieden wurden.

das Spritzen festzustellen. Letzterer steigt im Vergleich zum Pulver von 0,01 auf ca. 0,025 Gew.-%.

Anhand der graphischen Darstellung der Messergebnisse ist weiterhin eine lineare Abnahme der Sauerstoff- und Stickstoff-Gehalte über dem Wolfram-Anteil mit identischem Gefälle der Verläufe zu erkennen, was auf einen gemeinsamen Ursprung hinweist. Bei diesem kann es sich allgemein entweder um Gas-gefüllte Poren oder die Eisen-Chrom-Oxide handeln. Da keine Korrelation zwischen der Porosität (Abb. 5.27) und dem Sauerstoff- bzw. Stickstoff-Anteil zu erkennen ist, sind als Ursprung tatsächlich Oxide zu identifizieren. Die in Abbildung 5.28 gezeigten, elongierten dunkelgrauen Oxide haben folglich einen global hohen Anteil am Gefüge. Mit zunehmendem Wolfram-Anteil nimmt der Anteil dieser und somit der Sauerstoffkonzentration ab, weil nach Aussage der Gefügeaufnahmen primär der X12Cr13 oxidiert.

Ein Einfluss der Substrat-Temperatur auf den Sauerstoffgehalt der Schichten ist nicht erkennbar. Die Verläufe der Messergebnisse für verschiedene Temperaturen über dem Wolfram-Gehalt sind nahezu identisch, was für eine effektive Oxidationsunterbindung der erstarrten Partikel durch die Schutzkammer sowie für die Verwendung höherer Substrat-Temperaturen bei der Abscheidung spricht. Allgemein ist die enthaltene Sauerstoffkonzentration dennoch sehr hoch und gegenüber Schichten, die durch herkömmliches APS ohne Schutzkammer hergestellt wurden [77], nicht reduziert. Der Großteil der Oxidation findet folglich während der Flug-Phase statt. Nichtsdestotrotz ist das Unterbinden der Oxidation erstarrter Partikel ein Gewinn, weil sich eine höhere Substrat-Temperatur unter Berücksichtigung von Prozess-induzierten Eigenspannungen positiv auf mechanische Eigenschaften auswirken kann, denen in der Literatur [77] keine besondere Aufmerksamkeit zukam. Gegen hohe Substrat-Temperaturen spricht demgegenüber die eingangs durch

Porositätsmessungen nach dem archimedischen Prinzip gemessene erhöhte Porosität von hoch-Wolfram-haltigen Schichten hoher Substrat-Temperaturen. Da bisher nicht erklärt werden konnte, worauf diese beruht, soll der Ursprung im Folgenden anhand von Gefügeaufnahmen bei höherer optischer Vergrößerung geklärt werden.

Exemplarische Aufnahmen für 75 Vol.-% W-enthaltende Komposite (nominell 50 Vol.-% W) sind in Abbildung 5.31 aufgeführt. Teilbild a) stellt das Gefüge eines Komposits

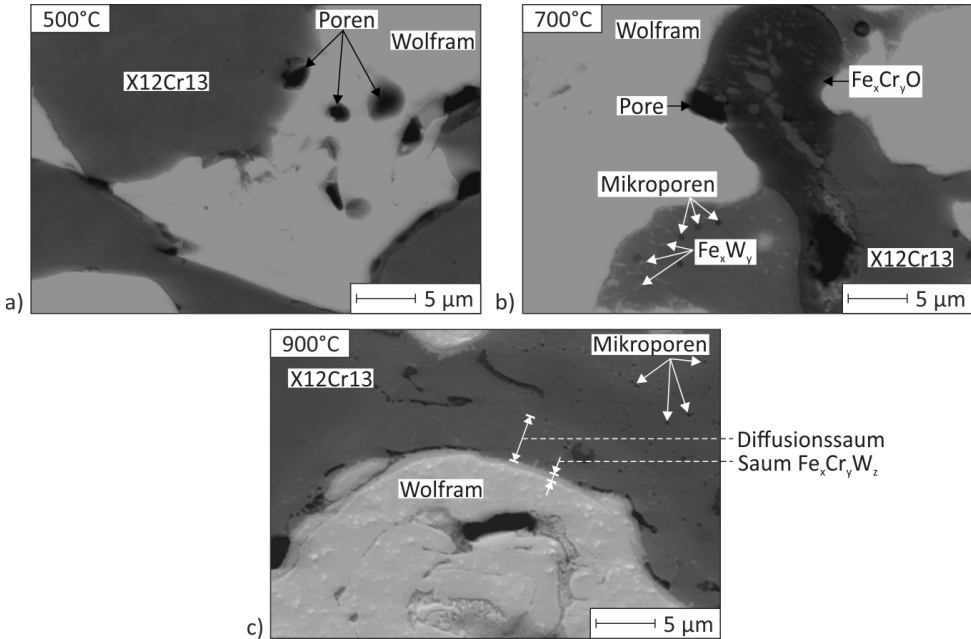


Abbildung 5.31.: REM-Aufnahmen hoher optischer Vergrößerung von 50 Vol.-% Wolframhaltigen APS-Schichten, die bei verschiedenen Substrat-Temperaturen abgeschieden wurden. Die Substrat-Temperaturen betragen a) 500°C, b) 700°C, c) 900°C.

dar, das bei 500°C Substrat-Temperatur abgeschieden wurde. Es sind daran die bereits erwähnten Stahl- und Wolfram-Bereiche, sowie Poren und Oxide an den Grenzflächen von Partikeln zu sehen. In Teilbild b), das das Gefüge eines bei 700°C Substrat-Temperatur abgeschiedenen Komposits zeigt, sind die selben Charakteristika zu erkennen. Darüber hinaus zeigt das Bild im unteren Bereich kleine, helle Ausscheidungen im Stahl, die von einer Anhäufung von Mikroporen begleitet werden. Aufgrund der geringen Größe der Ausscheidungen kann ihre spezifische, elementare Zusammensetzung nicht genau bestimmt werden, jedoch ist anhand von EDX-Untersuchungen sowohl ein hoher Eisen- als auch ein hoher Wolfram-Anteil ersichtlich. Die Form und Anordnung der Ausscheidungen erinnert an die der intermetallischen Phase in den Kompositen der Flüssigphaseninfiltration (vgl. Abb. 5.19 Punkt C), weshalb es sich vermutlich ebenfalls um Fe₇W₆

handelt, das aus dem übersättigten Fe-W-Mischkristall ausgeschieden wird. Für weiter erhöhte Substrat-Temperaturen (Teilbild c)) wird die Bildung der intermetallischen Phase bestätigt. Aufgrund der beschleunigten Diffusion bei 900°C bilden sich jedoch keine Ausscheidungs-Satelliten, sondern ein zweilagiger Saum konstanter Stärke an der Wolfram-X12Cr13-Grenzfläche. Innerhalb der ersten 300-500 nm besteht dieser an der Wolfram-Seite aus einer Fe-, Cr- und W-enthaltenden intermetallischen Phase. Darüber hinaus ist ein ca. 3 µm starker Diffusionssaum erhöhten Wolfram-Gehalts im Stahlbereich zu erkennen. Während die Größe der auch hier zu beobachtenden Mikroporen gegenüber denen der 500°C-Probe reduziert ist, sind sowohl die Anzahl, als auch die Größe des Bereichs, in dem sie auftreten, erhöht.

Die Existenz der Mikroporen kann durch verschiedene Mechanismen hervorgerufen worden sein. In Korrelation mit den Ausscheidungen könnten sie beispielsweise durch eine gerichtete Leerstellendiffusion verursacht worden sein. Es könnte sich darüber hinaus jedoch auch um Gasblasen handeln, die durch Einschluss des Schutzgases (Ar+H) verursacht wurden. Atmosphärische Einschlüsse können als Ursache ausgeschlossen werden, weil diese zu einem höheren Sauerstoff- und Stickstoff-Anteil in den 700°C-Proben gegenüber den 500°C-Proben geführt hätten, der nicht gemessen wurde. Die Beobachtung eines höheren Anteils von Mikroporen mit steigender Substrat-Temperatur und das Ausbleiben eines höheren Sauerstoff-Gehalts spricht für die Entstehung aufgrund von gerichteter Leerstellen-Diffusion, dem s.g. Kirkendall-Effekt. Allgemein sind sowohl die stärkere Ausscheidung von intermetallischer Phase, als auch die stärkere Porenbildung mit höherer Temperatur unerwünscht.

Abschließende Charakterisierung der Gefüge unter kombinierter Berücksichtigung von W-Gehalt und Temperatur

Die vorausgehend belegten Mikroporen stellen letztlich die Ursache für die unterschiedlichen Verläufe der Porositätsmessungen nach archimedischem Prinzip bzw. Bildauswertung dar. Aufgrund ihrer geringen Größe werden Mikroporen bei der quantitativen Bildanalyse nicht berücksichtigt, weshalb an dieser Stelle geschlussfolgert werden kann, dass das Verfahren die Porosität von X12Cr13/W-APS-Schichten unterschätzt und ungeeignet ist. Speziell können die Mikroporen als Ursache für die mittels archimedischem Prinzip gemessene hohe Porosität für 75 und 90 Vol.-% W-haltige (nominell 50 und 75 Vol.-% W) Komposite bei hohen Substrat-Temperaturen identifiziert werden: Allgemein wird bei 50 Vol.-% Wolfram (nominell 25 Vol.-% W) die höchste Porosität gemessen, weil hier die Spritzdistanz für Wolfram am weitesten vom Optimum entfernt ist. Dessen Partikel sind folglich stark überhitzt, was zu Makroporen führt. Dies korreliert mit der Beobachtung, dass Makroporen häufig an der Substrat-zugewandten Seite von Wolfram-Partikeln zu finden sind. Mit höherem W-Anteil ist die Spritzdistanz für Wolfram besser eingestellt.

Der X12Cr13 zeigt sich unempfindlicher für eine nicht optimale Spritzdistanz, weshalb die Porosität allgemein abnimmt. Für hohe Substrat-Temperaturen werden jedoch nachfolgend mehr Mikroporen ausgebildet, wodurch die Gesamtporosität wieder steigt und sie somit nahezu auf dem Niveau der 50 Vol.-% W-haltigen Schicht liegt.

In Abbildung 5.32 a) sind ergänzend Diffraktogramme von APS-Schichten verschiedener Substrat-Temperaturen (Teilbild a)) und Wolfram-Anteile (Teilbild b)) aufgeführt. Für unterschiedliche Substrat-Temperaturen wird die Existenz der beschriebenen intermetallischen Ausscheidungen nicht bestätigt. Abgesehen von den im Rahmen der Flüssigphaseninfiltration eingeführten W- und Fe-Peaks sind keine weiteren zu erkennen. Während dies die Aussage der REM-Aufnahmen zwar nicht stützt, widerlegt es sie gleichermaßen auch nicht, da die Ausscheidungen sehr klein sind und einen geringen Anteil des Gefüges ausmachen. Ein anderes Verhalten zeigen die Diffraktogramme von Proben konstanter Substrat-Temperatur (700°C) und variierendem Wolfram-Anteil. Hier ist eine Verschiebung des Peaks, der für die nominell 25 Vol.-% W-haltige Probe mit dem Eisen-Reflex bei ca. 44,5° übereinstimmt, mit zunehmendem Wolfram-Anteil zu kleineren Winkeln sichtbar. Dies lässt auf eine stärkere Reaktion der Phasenbildung durch mehr Wolfram schließen, die allgemein entweder auf eine größere X12Cr13-W-Grenzfläche, oder auf eine erhöhte Temperatur zurückgeführt werden kann. Für die gegenwärtige Betrachtung ist letzteres wahrscheinlicher. Eine Zunahme der Grenzfläche ist nicht zu erwarten, dafür jedoch ein erhöhter Energieeintrag durch die heißeren Wolfram-Schmelzpartikel. Der Temperatur-Einfluss ist prinzipiell auch auf die Substrat-Temperatur übertragbar und korreliert in diesem Zusammenhang mit den vermehrt beobachteten Ausscheidungen, auch wenn diese nicht im entsprechenden Röntgendiffraktogramm nachzuweisen sind.

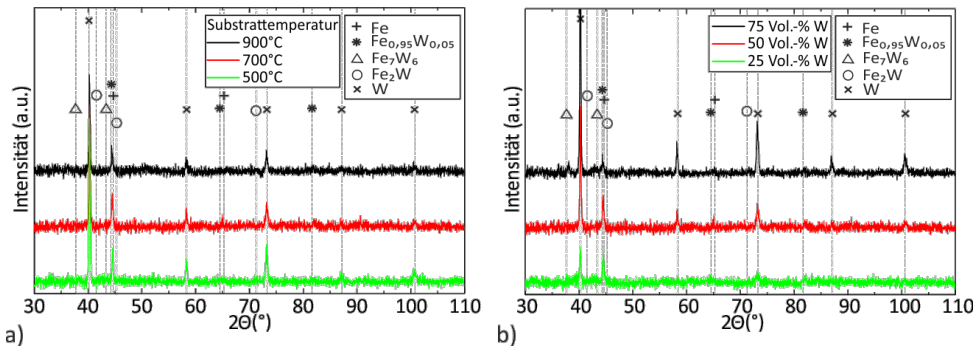


Abbildung 5.32.: Diffraktogramme der hergestellten APS-Schichten. a) für 50 Vol.-% Wolfram-haltige Proben und verschiedene Substrat-Temperaturen, b) für bei 700°C abgeschiedene Schichten verschiedener Wolfram-Anteile.

Allein auf Grundlage der mikrostrukturellen Charakterisierung kann geschlossen werden,

dass die bei 500°C abgeschiedenen Substrate die besten Eigenschaften als FGM aufweisen. Sie besitzen für hoch Wolfram-haltige Schichten die geringste Porosität und zeigen keine intermetallischen Ausscheidungen. Für weitere Untersuchungen werden dennoch die APS-Schichten ausgewählt, die bei 700°C Substrat-Temperatur abgeschieden wurden, denn sie stellen einen Kompromiss verschiedener Vorteile dar:

- Aufgrund der erhöhten Temperatur neigen sie voraussichtlich zu geringeren, produktionsbedingten Eigenspannungen als die bei 500°C abgeschiedenen Schichten.
- Sie zeigen keine Zunahme des Sauerstoff-Gehalts gegenüber einer niedrigeren Substrat-Temperatur.
- Sie weisen weniger Mikroporen und eine geringe Menge lediglich vereinzelt ausgeschiedener intermetallischer Phase auf, als die bei 900°C abgeschiedenen Schichten.

5.4.3. Thermo-physikalische Charakterisierung der APS-Schichten

Um die gespritzten Schichten tiefgreifender zu charakterisieren, wurden relevante thermo-physikalische Eigenschaften untersucht, deren Ergebnisse im Folgenden vorgestellt werden.

Thermische Ausdehnung von APS-Schichten

Die funktionale Aufgabe der untersuchten gradierten Materialien ist die Umverteilung von thermisch induzierten, makroskopischen Spannungen und somit die Vermeidung von plastischen Dehnungen. Um dies zu ermöglichen, müssen die einzelnen Teilschichten eines FGMs angepasste thermische Ausdehnungskoeffizienten besitzen. Es ist für die hergestellten Komposite somit zu analysieren, ob die thermischen Ausdehnungskoeffizienten entsprechend der volumetrischen Zusammensetzung zwischen dem von reinem Wolfram und dem von reinem RAFM-Stahl variieren. Abbildung 5.33 zeigt in diesem Rahmen die Ergebnisse von Dilatometrie-Messungen. Teilbild a) umfasst die relative Längenänderung über der Temperatur für Komposite verschiedener Wolfram-Gehalte, die alle bei 700°C Substrat-Temperatur abgeschieden wurden. Teilbild b) enthält ergänzend relative Ausdehnungs-Messschriebe für ausgewählte Proben, die bei unterschiedlichen Substrat-Temperaturen gefertigt wurden.

Allgemein zeigen alle Messschriebe eine positive Steigung und weisen somit auf die erwartete thermische Ausdehnung der Komposite hin. Nach Erreichen der maximalen Prüftemperatur von 1060°C kontrahieren die Proben beim Abkühlen im selben Umfang, in dem sie zuvor expandierten. Eine irreversible, umwandlungsinduzierte Ausdehnung ist bei den untersuchten Kompositen somit nicht festzustellen. Dies ist wichtig, da diese Art der Dehnung auf die Bildung von intermetallischer Phase hinweisen würde. Gegenüber dieser irreversiblen, umwandlungsinduzierten Dehnung zeigen die Messschriebe der

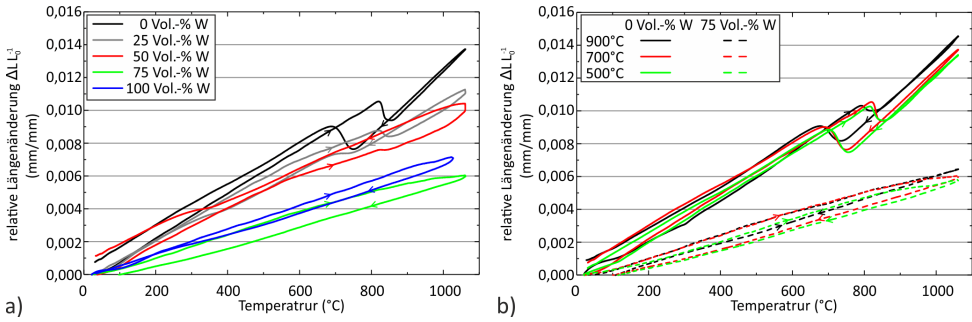


Abbildung 5.33.: Relative Längenänderungen der abgeschiedenen Komposite. a) für Schichten verschiedener Wolfram-Gehalte, die bei 700°C abgeschieden wurden, b) für Schichten verschiedener Substrat-Temperaturen. Die Kurvenbezeichnung orientiert sich an der nominellen Zusammensetzung der Proben.

Proben, die weniger als 75 Vol.-% W (nominell 50 Vol.-% W) beinhalten, während der Aufheizphase bei ca. 815°C eine spontane Längenänderung. Im Rahmen der Abkühlung tritt diese ebenfalls auf, jedoch invertiert und zu etwas geringeren Temperaturen verschoben. Entsprechend des Fe-C-Cr Phasendiagramms handelt es sich bei diesen Stufen um die reversible α - γ -Phasenumwandlung [192]. Sie ist mit zunehmendem W-Anteil in den Kompositen schwächer ausgeprägt und ab einem Anteil von 90 Vol.-% W (nominell 75 Vol.-% W) nicht mehr zu verzeichnen. Diese Beobachtung geht mit einer allgemein geringeren thermischen Ausdehnung von Kompositen mit zunehmendem Wolfram-Gehalt einher. Ein Einfluss der Substrat-Temperatur auf die thermisch induzierte Ausdehnung kann anhand von Teilbild b) nicht identifiziert werden. Dies entspricht den Erwartungen, da die Substrat-Temperatur-bedingten Unterschiede der Komposit-Gefüge lediglich auf sehr kleinen Skalen und in geringem Umfang beobachtet wurden.

Wird der thermische Ausdehnungskoeffizient der Messschriebe im Bereich 200-800°C ermittelt und über den gemessenen Wolfram-Anteil der Proben aufgetragen, zeigen die Komposite ein makroskopisch nahezu lineares Ausdehnungsverhalten, wie Abbildung 5.34 zu entnehmen ist. Darin spiegelt die gestrichelte Linie die im FE Modell verwendete mathematisch-lineare Interpolation zwischen Literaturdaten der Ausdehnung von reinem RAFM-Stahl und reinem Wolfram wieder. Die tatsächlich gemessene Ausdehnung liegt nahezu konstant um ca. $3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ über den modellierten Beträgen, was auf den Ursprung der Daten zurückzuführen ist. Die Literaturwerte beziehen sich auf eine Ausdehnung im Temperaturbereich von 20-400°C und sind aufgrund der geringeren Längenänderung bei niedrigen Temperaturen kleiner. Da für die vorliegenden Untersuchungen jedoch insbesondere das Temperaturfenster 200-800°C relevant ist, wurde der Ausdehnungskoeffizient in diesem Bereich bestimmt und aufgetragen.

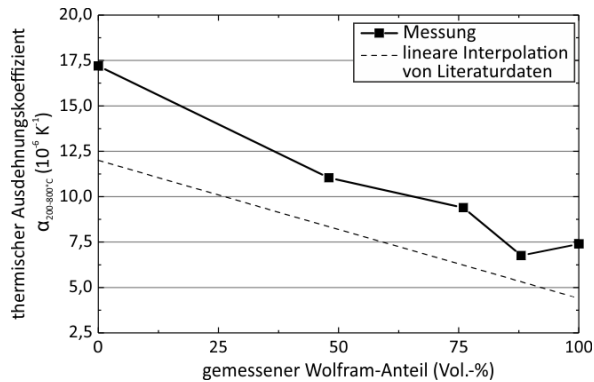


Abbildung 5.34.: Thermische Ausdehnungskoeffizienten im Temperaturbereich von 200–800°C, die aus den relativen Längenänderungen von Schichten, die bei 700°C abgeschieden wurden und verschiedene Wolfram-Gehalte aufweisen, berechnet wurden.

Auf Grundlage der thermischen Ausdehnung können APS-Komposite für die Verwendung in FGMs als geeignet bezeichnet werden. Mit einer volumetrisch graduellen Zusammensetzung kann die makroskopische, thermisch induzierte Ausdehnung von reinem Wolfram und reinem RAFM-Stahl einander linear angenähert werden. Auch das für die FE Simulation verwendete Interpolationsmodell ist somit offensichtlich geeignet.

Wärmekapazität und Temperaturleitfähigkeit von APS-Kompositen

Speziell FGMs, die für die erste Wand verwendet werden, müssen eine hohe thermische Leitfähigkeit aufweisen, um die im Reaktor erzeugte Wärme nutzbar zu machen. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit sind die Wärmekapazität sowie die Temperaturleitfähigkeit der APS-Schichten mittels LFA gemessen worden, um ihre Wärmeleitfähigkeit bestimmen zu können. Die Messergebnisse der Wärmekapazität und der Temperaturleitfähigkeit für Composite unterschiedlicher, nomineller Wolfram-Anteile sind in Abbildung 5.35 dargestellt.

Die in Teilbild a) zu sehende Wärmekapazität wurde von Raumtemperatur bis 800°C in 200 K-Abständen gemessen. Eine zweite Messung bei Raumtemperatur nach dem Aufheizen erfolgte, um zu untersuchen, ob die Wärmekapazität durch erhöhte Prüftemperaturen nachhaltig verändert wird. Die Ergebnisse dieser zweiten Messung sind in den Verläufen der Wärmekapazität als nicht eingebundenen Messpunkte bei Raumtemperatur dargestellt.

Grundsätzlich zeigen die Messergebnisse eine höhere Wärmekapazität von Proben geringeren Wolfram-Anteils. Bei Raumtemperatur ist sie für reine X12Cr13-Proben mit $3,55 \text{ J g}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ca. 3,7-fach höher als für die reine Wolframproben, was den Literaturda-

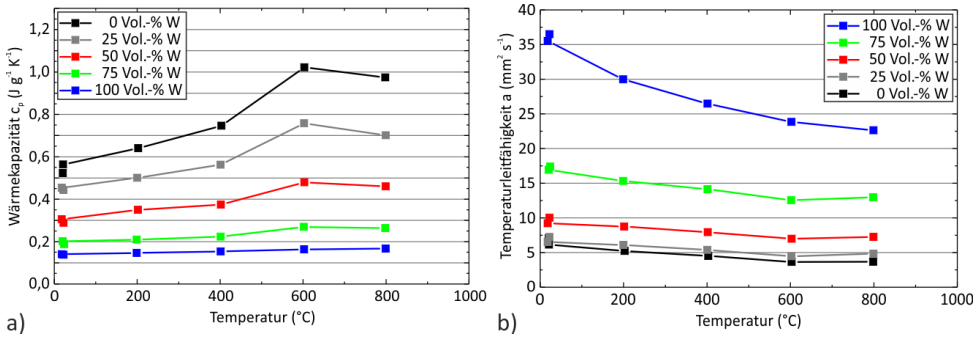


Abbildung 5.35.: Spezifische Wärmekapazität (a) und Temperaturleitfähigkeit (b) der APS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile, die bei 700°C abgeschieden wurden. Die Kurvenbezeichnung orientiert sich an der nominellen Zusammensetzung der Proben.

ten (Faktor 3,6) entspricht (vgl. Tab. 3.1 und 3.2). Während die Wärmekapazität für reine Wolfram-Schichten über der gesamten Prüftemperatur nur leichtgradig steigt, ist mit zunehmendem X12Cr13-Anteil eine progressive Zunahme bis 600°C zu erkennen, was mit der allgemeinen Beobachtung einer steigenden Wärmekapazität von Eisen mit zunehmender Temperatur übereinstimmt [193]. Für höhere Temperaturen sinkt die gemessene Wärmekapazität widersprüchlicherweise leichtgradig. Der Widerspruch wird jedoch aufgelöst, wenn die hohe Wärmekapazität bei 600°C als eine eigentliche Überhöhung betrachtet wird. Diese könnte auf eine nachgeholte γ - α -Umwandlung zurückzuführen sein und wurde in der Literatur für das Aufheizen verdünnter Pulver, die im thermodynamischen Gleichgewicht ferritisch sind, ebenfalls bei ca. 600°C beobachtet [194]. Zwar ist Chrom ein Ferrit-stabilisierendes Element, senkt jedoch zusammen mit dem im X12Cr13 enthaltenen Kohlenstoff die Martensit-Starttemperatur um ca. 200 K ab [195], sodass bei schneller Abkühlung neben Martensit auch Restaustenit im Gefüge enthalten sein kann. Dieser wird zusätzlich durch Druckeigenspannungen, die im komplexen Spannungszustand plasmagespritzter Schichten vorzufinden sind, stabilisiert [196]. Bei erstmaliger Wiedererwärmung der X12Cr13-enhaltenden Schichten kann der möglicherweise enthaltene Restaustenit in den thermodynamisch stabilen Ferrit umwandeln, wobei Energie aufgenommen wird und die Wärmekapazität im entsprechenden Temperaturbereich erhöht ist. Für höhere Temperaturen werden daher wieder geringere Wärmekapazitäten gemessen. Gegen diese Vermutung spricht, dass eine γ - α -Umwandlung durch Dilatometrie-Untersuchungen nicht verzeichnet wurde. Die Restaustenit-Anteile können daher höchstens sehr gering sein. Nach Abkühlung und erneuter Messung der Wärmekapazität bei Raumtemperatur sind keine Unterschiede gegenüber der ersten Raumtemperatur-Messung zu verzeichnen.

Die Temperaturleitfähigkeit der Komposite, die ebenfalls von Raumtemperatur bis 800°C

in 200 K-Schritten gemessen wurde, ist in Teilbild b) aufgeführt. Genau wie die Verläufe der Wärmekapazität zeigen die der Temperaturleitfähigkeit eine relativ konstante Verschiebung für unterschiedliche Wolfram-Gehalte. Somit erreicht die abgeschiedene Schicht aus reinem Wolfram mit $35 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ bei Raumtemperatur die höchste Temperaturleitfähigkeit und die aus reinem Stahl mit $6 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$ die geringste. Mit zunehmender Prüftemperatur sinkt die Temperaturleitfähigkeit aller Composite degressiv, wobei höhere Wolfram-Anteile zu einer stärkeren Abnahme führen. Dieses Verhalten wird auch in der Literatur beschrieben [97, 98]. Bei 800°C beträgt die Temperaturleitfähigkeit von reinen W-Schichten somit noch $23 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$, die von reinen Stahlschichten $4 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1}$.

Wärmeleitfähigkeit von APS-Schichten

Die Wärmeleitfähigkeit eines Materials ist allgemein das Produkt von spezifischer Wärmekapazität, Temperaturleitfähigkeit und der Dichte. Mit den vorausgehend beschriebenen Ergebnissen sowie mit der Dichte der Composite, die für die Porositätsmessungen nach Archimedes ermittelt wurde, stehen alle einfließenden Faktoren zur Verfügung, um die Wärmeleitfähigkeit über der Temperatur zu berechnen. Die Dichte wurde dabei als konstant angenommen. Obwohl aus den Dilatometrie-Messungen eine Temperatur-induzierte Volumenzunahme und somit eine Dichtereduzierung hervorgeht, ist diese jedoch vernachlässigbar gering. Die Ergebnisse der Berechnungen sind in Abbildung 5.36 a) dargestellt. Ergänzend ist die Wärmeleitfähigkeit des RAFM-Stahls Eurofer als gestrichelter Verlauf angegeben. Teilbild b) behandelt außerdem die Wärmeleitfähigkeit über dem Wolfram-Anteil der Proben.

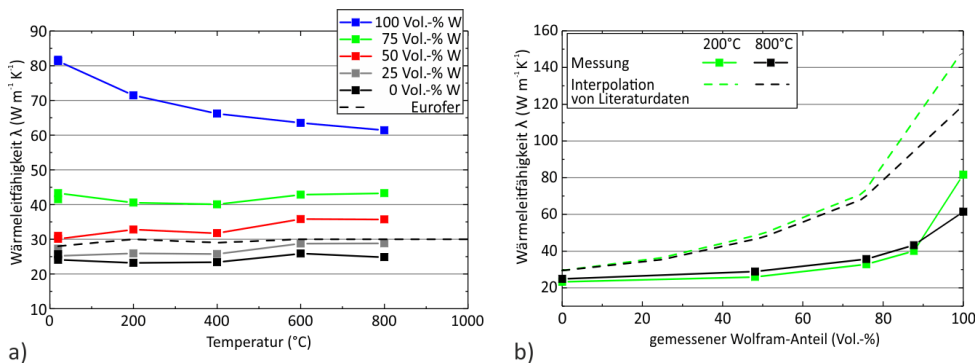


Abbildung 5.36.: Wärmeleitfähigkeit der APS-Composite verschiedener Wolfram-Anteile, die bei 700°C abgeschieden wurden. a) über der Temperatur, b) über dem Wolfram-Gehalt.

Die Kurvenverläufe in Teilbild a) zeigen ein qualitativ vergleichbares Verhalten zur Temperaturleitfähigkeit der entsprechenden Composite. Während die X12Cr13-Schichten bei

Raumtemperatur mit ca. $25 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ die geringste Wärmeleitfähigkeit besitzen, steigt diese für reine Wolfram-Proben auf ca. $80 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$ an. Die gemischten Komposite liegen mit aufsteigendem Wolfram-Gehalt dazwischen. Mit zunehmender Temperatur zeigen die reinen Wolfram-Schichten eine Reduzierung der Wärmeleitfähigkeit bis 800°C auf $62 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$. Dies ist bei den übrigen Schichten nicht zu verzeichnen; sie besitzen eine weitgehend konstante Wärmeleitfähigkeit.

Obwohl Oxide im Rahmen der Gefüge-Analyse primär an den Grenzflächen wieder-erstarteter X12Cr13-Partikel identifiziert wurden, ist eine Reduzierung der Wärmeleitfähigkeit gegenüber Vollmaterial insbesondere für hoch-Wolfram-haltige Schichten zu verzeichnen und nur in geringerem Ausmaß für hoch-Stahl-haltige. Während die Leitfähigkeit der reinen Wolfram-Schicht bei 200°C lediglich ca. 50 % dessen von industriell erhältlichem Wolfram-Vollmaterial beträgt, erreicht die reine Stahl-Schicht immerhin 80 % der Leitfähigkeit von Eurofer-Vollmaterial. Auch die Porosität beider Schichten ist vergleichbar und beeinflusst die spezifische Abnahme der Wärmeleitfähigkeit somit nur sekundär. Es ist daher zu schlussfolgern, dass die Wärmeleitfähigkeit nicht primär durch die gemessene, relative Sauerstoffkonzentration einer mittels APS abgeschiedenen Schicht, sondern vielmehr durch die generelle Existenz von Oxiden beeinflusst wird. Zwar weisen die Wolfram-Bestandteile einer Probe deutlich weniger Sauerstoff auf als die Stahl-Bestandteile, dennoch ist er darin als voraussichtlich sehr dünner Film an den Oberflächen wiedererstarteter Partikel präsent [128]. Die allgemein hohe Wärmeleitfähigkeit von reinem Wolfram wird somit bereits durch sehr geringe Sauerstoffmengen stärker reduziert, als die ohnehin vergleichsweise geringe Leitfähigkeit des X12Cr13.

Die Auftragung der Wärmeleitfähigkeit bei 200 und 800°C über dem gemessenen Wolfram-Gehalt ist in Abbildung 5.36 b) dargestellt. Ergänzend ist die mathematische Interpolation der Leitfähigkeit von reinem Wolfram und reinem Eurofer durch das Parallel-Modell bei den entsprechenden Temperaturen gezeigt. Dessen Eigenschaften wurden auch im FE Modell verwendet. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Wärmeleitfähigkeit für die untersuchten Komposite von der ohnehin bereits konservativen mathematischen Interpolation abweicht und konstant darunter liegt. Der qualitative Verlauf ist zwar gut vergleichbar, für die Verwendung der Komposite in Blanket-Modulen hat die allgemein niedrigere Leitfähigkeit jedoch negative Auswirkungen: Die Plasma-zugewandte Wolfram-Schutzschicht kann hierdurch stärker überhitzen, als beispielsweise im FE Modell angenommen und ist somit anfälliger für erosive Schädigung. Andererseits ist festzuhalten, dass die Wärmeleitfähigkeit aller Schichten nur vergleichsweise geringfügig unterhalb der von reinem Eurofer liegt. Sollte die RAFM-Stahlstruktur folglich um die Stärke des eingebrachten FGM reduziert werden können, ist lediglich mit einer geringen oder gar keiner Überhitzung der Wolfram-Schutzschicht mehr zu rechnen. Relevant für diesen Lösungsansatz sind die mechanischen Eigenschaften der Komposite, denn das FGM übernimmt dann strukturelle

Eigenschaften des RAFM-Stahls. Die Ergebnisse der Untersuchung werden im folgenden Teilkapitel vorgestellt.

5.4.4. Mechanische Charakterisierung der APS-Schichten

Neben der mikrostrukturellen und thermo-physikalischen Charakterisierung sind die mechanischen Eigenschaften der hergestellten Composite relevant, da diese als FGM neben einer funktionellen Aufgabe auch eine strukturelle erfüllen müssen.

In Abbildung 5.37 sind die Ergebnisse von 4-Punkt-Biegeversuchen dargestellt, die nach der im Durchführungskapitel 4.2.4 beschriebenen Prüfvorschrift A vollzogen wurden. Die Besonderheit der Vorschrift besteht darin, den Proben eine 150 μm tiefe Kerbe hinzuzufügen, um ein Versagen zwischen den inneren Auflagern zu garantieren. In Untersuchungen, die den gezeigten Messergebnissen vorausgingen, sind manche Proben außerhalb der Auflager gebrochen, wodurch die Berechnung der Biegespannung unzugänglich wird.

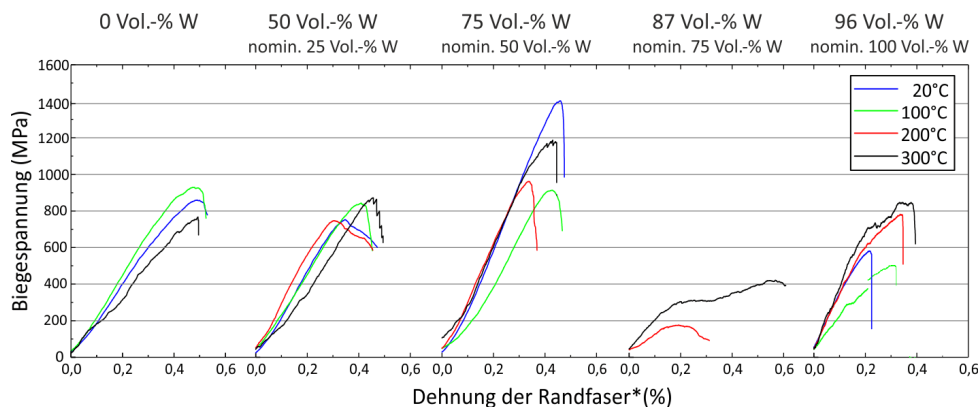


Abbildung 5.37.: Gegenüberstellung der Ergebnisse der 4-Punkt-Biegeversuche für APS-Composite verschiedener Wolfram-Anteile, die bei 700°C abgeschieden wurden. (*Die Dehnung der Randfaser bezieht sich nach Prüfmethode A nicht auf die Probenunterseite, sondern auf die Stelle über der Kerbe.)

Die in Abbildung 5.37 gezeigten Ergebnisse weisen unabhängig von der Prüftemperatur auf ein sprödes Versagen der Proben nach Erreichen der maximalen Biegespannung hin. Unter Berücksichtigung der mikrostrukturellen Charakterisierung der vorausgehenden Kapitel ist als Ursache hierfür eine schwache Anbindung der wiedererstarteten Partikel (bedingt durch eine allgemein hohe Porosität und den Oxid-Anteil) sowie zweitrangig die bei $T < 300^\circ\text{C}$ spröden Gefügebestandteile Martensit und Wolfram zu vermuten. Eine Korrelation der Plastifizierbarkeit zu den quantitativen Ergebnissen der Sauerstoff- und Porositätsmessung ist dabei nicht zu verzeichnen (vgl. Abbn. 5.27 und 5.30), weil auch die Proben geringster Porosität und Sauerstoffkonzentration (100 Vol.-% W) noch viele

Fehlerstellen aufweisen, über die Risse energiearm voranschreiten können und somit zu einem vollständig spröden Bruch führen. Die Erklärungen können durch eine fraktografische Analyse bestätigt werden. In Abbildung 5.38 sind hierfür die Bruchflächen der bei Raumtemperatur getesteten Proben im SE-Kontrast eines REM aufgeführt. Sie sind für alle Prüftemperaturen repräsentativ, was mit der Temperaturunabhängigkeit der Spannung-Dehnung-Kurven übereinstimmt.

Die Abbildungen sind so orientiert, dass die Kerben wie im Biegeversuch unten liegen. Beläge, bspw. durch großflächige Oxidation, sind auf den Bruchflächen mit Ausnahme der 87 Vol.-% W enthaltenden (nominell 75 Vol.-% W) Probe nur in geringem Maße zu beobachten, weil die Biegeversuche so ausgeführt wurden, dass die Biegelast bei Abnahme der Gegenkraft um 20 % entfernt wurde. Lediglich die 87 Vol.-% W-haltige Probe brach somit während des Versuchs vollständig, weshalb dessen Bruchfläche bis zur mikroskopischen Untersuchung stärker oxidierte als die übrigen Bruchflächen, die erst kurz vor der fraktografischen Untersuchung freigelegt wurden. Anhand der Bilder können zwei verschiedene Bruchmechanismen identifiziert werden: Bis zu einem Wolfram-Anteil in Höhe von 75 Vol.-% W (nominell 50 Vol.-% W) ist eine irreguläre Bruchfläche zu erkennen, die sich aus horizontal ausgebreiteten Partikeln mit jeweils glatter Oberfläche zusammensetzt. Dies ist auf eine geringe Adhäsion benachbarter Partikel, bspw. aufgrund von mikroskopischen Rissen, dünnen Oxidfilmen oder inkohärenten Gittern, zurückzuführen und wird als interpartikulärer Bruch bezeichnet. In den Bruchflächen der Proben mit >87 Vol.-% W (nominell 75 Vol.-% W) sind mehr scharfe Kanten und weniger glatte Oberflächen zu beobachten. Es sind ferner gerichtete Körner zu erkennen, die die Grenzen der Schmelzpartikel jedoch nicht überschreiten. Sie sind in den Abbildungen vertikal orientiert, was der Wärmestromrichtung beim Abkühlen der Schmelzpartikel entspricht. Die Sichtbarkeit dieser Körner impliziert, dass die Proben mit >87 Vol.-% Wolfram primär intrapartikulär gebrochen sind. Dies ist damit zu begründen, dass in Proben höheren Wolfram-Anteils eine geringere Sauerstoffkonzentration gemessen wurde, weshalb die Partikel-Grenzflächen vermutlich stärkere Adhäsion aufweisen als die Grenzflächen von Proben geringeren Wolfram-Anteils. Polykristallines Wolfram bricht bei den hier angewendeten Prüftemperaturen außerdem allgemein spröde, weshalb als Kombination der Anteil intrapartikulärer Bruchflächen mit erhöhtem Wolfram-Gehalt zunimmt. In allen Proben sind weiterhin isolierte, größere Oxide, Poren und nicht aufgeschmolzene Partikel an den Bruchflächen zu verzeichnen, die ebenfalls alle zu sprödem Versagen beitragen.

Abbildung 5.39 enthält die mechanischen Eigenschaften E-Modul (Teilbild a)), Fließgrenze (Teilbild b)) und Biegefestigkeit (Teilbild c)), die aus den gezeigten Spannung-Dehnung-Kurven ermittelt wurden. Ergebnisse für die 87 Vol.-% W enthaltenden (nominell 75 Vol.-% W) Proben sind darin aufgrund der nicht zu deutenden Spannung-Dehnung-Kurven

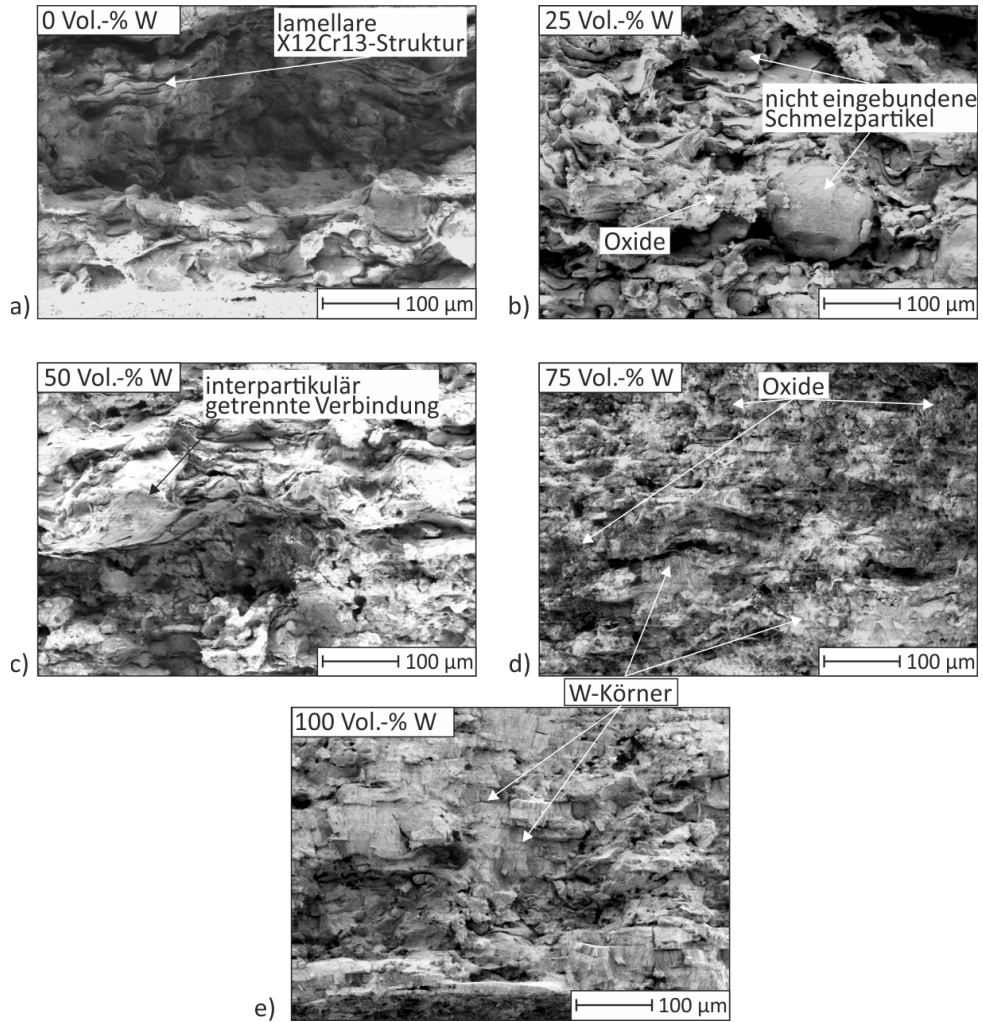


Abbildung 5.38.: Bruchflächen der bei Raumtemperatur getesteten 4-Punkt-Biegeproben aus APS-Kompositen. Die Proben enthalten nominell a) 0 Vol.-% W, b) 25 Vol.-% W, c) 50 Vol.-% W, d) 75 Vol.-% W, e) 100 Vol.-% W.

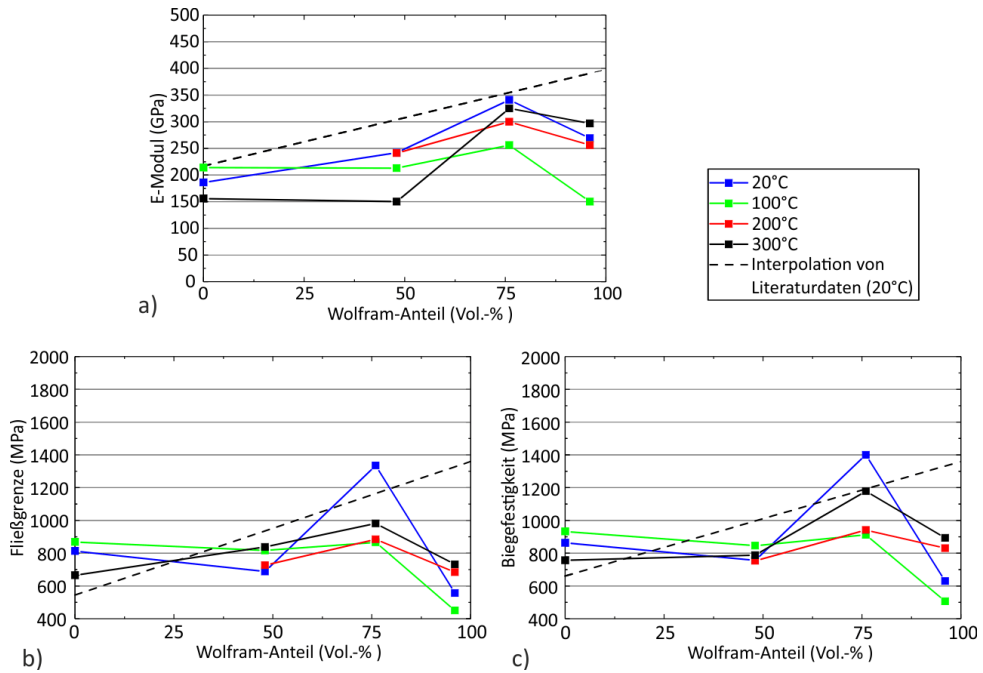


Abbildung 5.39.: Mechanische Kennwerte aus den den 4-Punkt-Biegeversuchen für APS-Komposite über dem gemessenen Wolfram-Anteil für Temperaturen von 20-300°C. a) E-Modul, b) Fließgrenze, c) Biegefestigkeit.

nicht enthalten. Für alle mechanischen Eigenschaften ist keine Temperaturabhängigkeit im Bereich zwischen 20 und 300°C festzustellen. Die Messschriebe einer Komposition verhalten sich im Rahmen der Messunsicherheit vergleichbar. Ein Einfluss des Wolfram-Anteils ist ebenfalls nur bedingt zu erkennen. Der E-Modul reiner X12Cr13-Schichten und 50 Vol.-% W-haltiger Schichten (nominell 25 Vol.-% W) liegt auf dem Niveau von Eurofer-Vollmaterial. Erst oberhalb von 50 Vol.-% W wird ein Einfluss durch das Wolfram merklich, sodass der E-Modul 70-95 % des mathematisch interpolierten Wertes erreicht. Für höhere Wolfram-Gehalte sinkt der E-Modul wieder. Der allgemein geringe E-Modul ist mit der hohen Porosität zu erklären. Er könnte in Proben mit ≤ 50 Vol.-% W weiterhin durch Mikroplastizität im makroskopisch eigentlich elastischen Bereich oder durch ein Abgleiten von Partikeln aufgrund der schwachen Grenzflächen hervorgerufen werden, wodurch die Biegeproben bei gleicher Spannung stärker ausgelenkt werden, als Vollmaterial. In hoch Wolfram-haltigen Proben ≥ 75 Vol.-% W könnte außerdem das sukzessive Brechen einzelner Wolfram-Partikel hierfür verantwortlich sein. Auch kann die Durchbiegung der Auflager des verwendeten Prüfaufbaus zu einer Unterschätzung des E-Moduls führen. Die Bewertung der Fließgrenze und der Biegefestigkeit anhand von Abbildung 5.39, Teilbilder b) und c), spiegelt eine geringe Befähigung der Komposite zur Verfestigung

vor dem spröden Bruch durch einander vergleichbare Kennwerte wider. Eine Abhängigkeit des jeweiligen Wertes vom Wolfram-Anteil ist dabei nicht direkt zu verzeichnen: Die Schichten aus reinem X12Cr13 weisen eine teils deutlich höhere Fließgrenze und Biegefestigkeit auf, als in der Literatur angegeben ($R_{p0,2}(\text{X12Cr13,RT})=450 \text{ MPa}$, $R_m(\text{X12Cr13,RT})=750 \text{ MPa}$ [188]). Diese könnte durch eine Überschätzung der Kerbwirkung oder durch Entstehung hoher Druckeigenstressungen bei der Schichtabscheidung verursacht werden. Wie beim E-Modul ist ein Einfluss des Wolframs bis zu einem Anteil in Höhe von 50 Vol.-% (nominell 25 Vol.-% W) nicht zu erkennen. Die Festigkeiten bleiben gegenüber der reinen X12Cr13-Schicht nahezu unverändert, während die Fließgrenze und die Biegefestigkeit für die 75 Vol.-% W-haltige Probe (nominell 50 Vol.-% W) leicht ansteigen. Für Wolfram-Anteile $>75 \text{ Vol.-% W}$ scheint das APS nur bedingt geeignet zu sein, denn während sich die 87 Vol.-% W-haltigen Komposite (nominell 75 Vol.-% W) einer auswertbaren Messung vollständig entziehen, streuen die Kennwerte der 100 Vol.-% W-haltigen Schichten stark und liegen signifikant unterhalb der Beträge von Wolfram-Vollmaterial. Eine stärkere Streuung dieser Werte korreliert allgemein mit einem spröden Bruchverhalten, dem auch die fraktografisch vermehrt beobachteten intrapartikulären Brüche in hoch Wolfram-haltigen Proben entsprechen. Darüber hinaus zeigen die Spannung-Dehnung-Kurven der 87 und 100 Vol.-% W-haltigen Komposite in Abbildung 5.37 bereits im elastischen Bereich einen unruhigen Verlauf. Zackige Spannung-Dehnung-Kurvenverläufe weisen häufig auf ein sprödes Versagen von mikroskopischen Bereichen der gemessenen Probe hin. Im vorliegenden Fall ist dies durch ein sukzessives Aufbrechen einzelner Wolfram-Partikel mit Zunahme der Biegebelastung zu begründen. Durch die Messungen der mechanischen Eigenschaften kann allgemein geschlossen werden, dass standardisierte mathematische Modelle, die keine Grenzflächeneffekte und Oxid-Anteile berücksichtigen, für eine Interpolation der mechanischen Kennwerte von APS-Schichten über dem Wolfram-Gehalt nicht geeignet sind. Die Gültigkeit eines simplen Modells ist nicht zuletzt aufgrund unterschiedlicher mikroskopischer Bruchmechanismen für Proben verschiedener Wolfram-Gehalte fragwürdig. Hinsichtlich der Bruchmechanismen ist speziell der intrapartikuläre Bruch hervorzuheben, da dieser durch besonders geringe Festigkeiten begleitet wird und für eine Anwendung der hoch Wolfram-haltigen Schichten als FGM zu unterbinden ist.

5.4.5. Machbarkeitsstudie zur Herstellung gradierter APS-Schichten

Nachdem vorausgehend APS-Schichten mit variierendem Wolfram-Anteil umfassend charakterisiert worden sind, soll im Folgenden gezeigt werden, dass auch die sukzessive Abscheidung eines FGMs realisierbar ist. Dafür wurde ein ca. 1,5 mm starkes FGM beginnend mit der X12Cr13-reichen Seite auf einem 500°C heißen Stahlsubstrat abgeschieden. Das entstehende Gefüge der resultierenden Teilschichten ist in Abbildung 5.40 dargestellt.

Im Vergleich zu den vorausgehenden Gefügeaufnahmen zeigt sich ein konsistentes Bild: Die Schmelzpartikel sind nahezu vollständig aufgeschmolzen und flächig ausgebreitet. Allgemein ist eine hohe Porosität zu erkennen, die für die reine X12Cr13-Teilschicht nach qualitativem Eindruck am geringsten ist. Dabei wirkt die Porosität der jeweils homogenen Teilschichten nicht höher als die der separat abgeschiedenen Schichten verschiedener Wolfram-Gehalte. Ebenfalls ähnlich zu den homogenen APS-Schichten ist die überhöhte Wolfram-Abscheiderate in den Teilschichten des FGM. Es ist somit abschließend zu erwarten, dass die Eigenschaften der Teilschichten im FGM den gemessenen der separaten Schichten entsprechen.

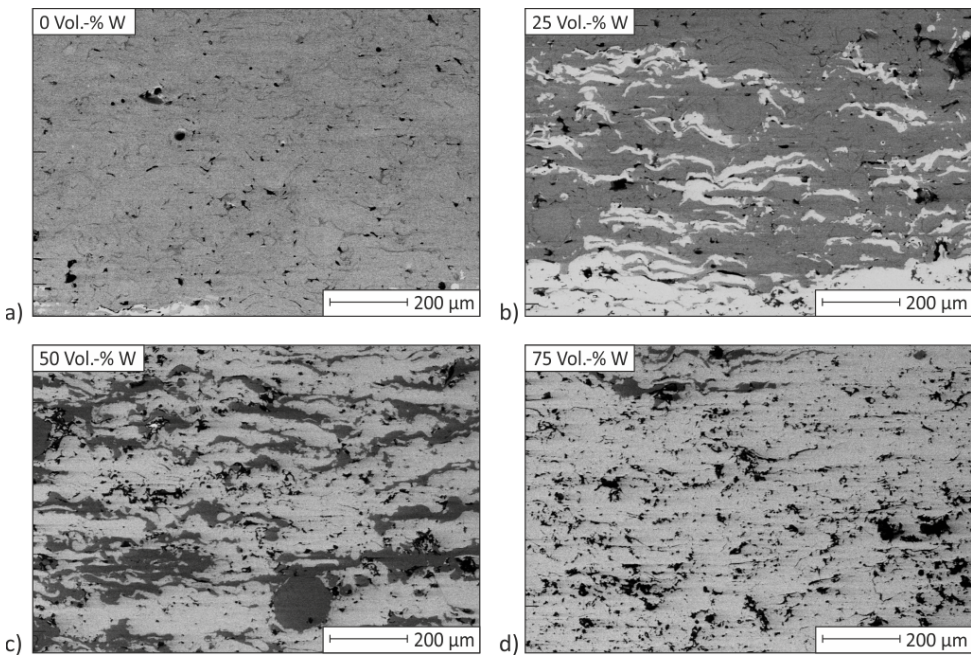


Abbildung 5.40.: Gefüge eines vierschichtigen APS-FGM. Die Schichten enthalten nominell a) 0 Vol.-% W, b) 25 Vol.-% W, c) 50 Vol.-% W, d) 75 Vol.-% W. Bei den Angaben handelt es sich um nominelle Wolfram-Gehalte.

5.5. Fe/W-Komposite mittels Electro Discharge Sintering

Neben dem Plasmaspritzen bietet das EDS eine weitere Möglichkeit, dicke gradierte Komposite herzustellen. Gegenüber dem Plasmaspritzen können diese derzeit zwar nur in deutlich geringerer Größe hergestellt werden, dafür werden die Pulver beim EDS

aber nur sehr kurz aufgeheizt, wodurch die Bildung intermetallischer Phase während der Herstellung kontrolliert werden kann.

Im Folgenden werden zunächst die verwendeten Ausgangspulver beschrieben, gefolgt von den Ergebnissen des mechanischen Legierens. Anschließend werden die Ergebnisse des EDS-Prozesses mit manuell gemischten und mechanisch legierten Pulvern anhand einer mikrostrukturellen Charakterisierung der Komposite gezeigt. Für ausgewählte Komposite mechanisch legierter Pulver werden außerdem thermo-physikalische und mechanische Eigenschaften vorgestellt.

5.5.1. Ausgangspulver und mechanisches Legieren

Für das EDS wurden jeweils zwei verschiedene Eisen- und Wolframpulver verwendet. Die Eisenpulver weisen nominelle Partikelgrößen von 20-40 und 6-8 μm auf, die Wolframpulver <25 und 11-13 μm . Während die Pulver gröberer Teilchen manuell gemischt und dann direkt für das EDS verwendet wurden, sind die feinen Pulver zunächst mechanisch legiert worden, um eine homogene, feine Verteilung der Konstituenten zu erreichen. Die feinen Pulver konnten anlagenbedingt nicht direkt durch das EDS verdichtet werden.

Ausgangspulver

Die verwendeten Ausgangspulver sind in Abbildung 5.41 aufgeführt. Anhand der in den Teilbildern a) und b) gezeigten Eisenpulver Fe_{20-40} und Fe_{6-8} ist eine kompakte Partikelform zu erkennen, die typisch für gasverdüstete Pulver ist. Das feinere Eisenpulver weist dabei eine nahezu ideal sphärische Form auf, während sich die Partikel der größeren Klassierung irregulärer darstellen. Örtlich sind Satelliten an den Teilchen beider Pulver erstarrt, die zu einer Reduzierung der Schüttdichte führen. Für beide Eisenpulver sind außerdem Partikel zu beobachten, deren Größe über die angegebene Klassierung hinaus geht.

Die Partikel der Wolframpulver $\text{W}_{<25}$ und W_{11-13} weisen eine polyedrische Form auf, wie den Teilbildern c) und d) zu entnehmen ist. Diese ist charakteristisch für die elektrolytische Abscheidung, mit der die Pulver erzeugt wurden. Das feinere Wolframpulver weist dabei ein höheres Ausmaß an Agglomeraten auf, was auf ein höheres Oberflächen-Volumen-Verhältnis und damit einhergehendes elektrische Potenzial zurückzuführen ist. Wie für die Fe-Pulver beobachtet, reichen die Größen einzelner W-Partikel über die jeweilige Klassierungsgrenze hinaus.

Die durch Trägergas-Heißextraktion ermittelte Sauerstoffkonzentration der Pulver ist in Tabelle 5.2 aufgeführt. Danach weisen insbesondere die Eisenpulver einen hohen Sauerstoff-Anteil auf, der mit zunehmendem Oberflächen-Volumen-Verhältnis zunimmt und für das Fe_{6-8} -Pulver 0,294 Gew.-% beträgt.

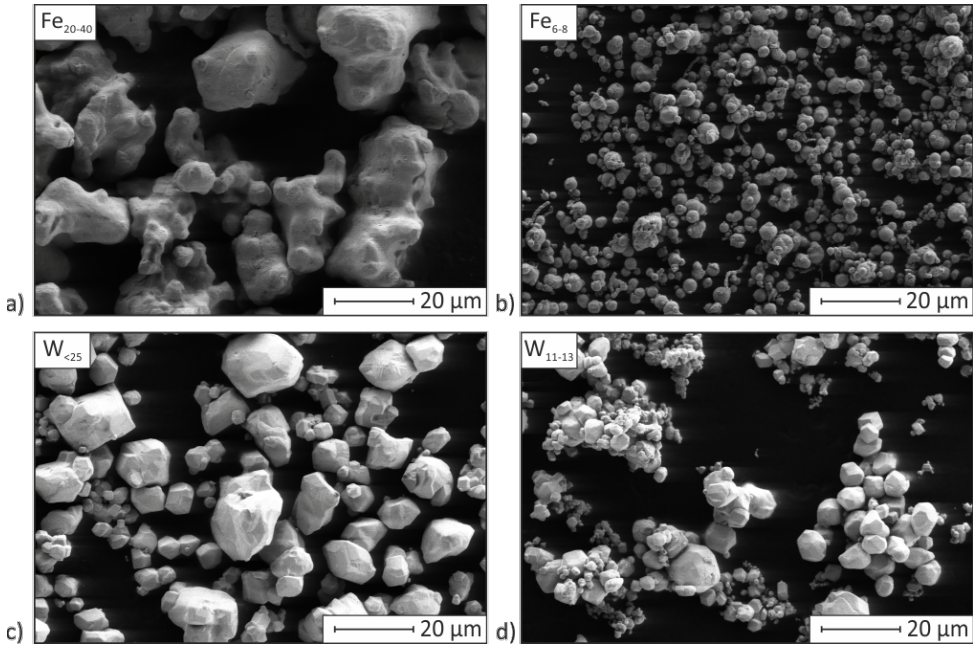


Abbildung 5.41.: REM-Aufnahme der für das mechanische Legieren und Electro Discharge Sintering verwendeten Pulver im SE-Kontrast. a) Fe-Pulver 20-40 µm, b) Fe-Pulver 6-8 µm, c) W-Pulver <25 µm, d) W-Pulver 11-13 µm.

Mechanisches Legieren

Das mechanische Legieren der Ausgangspulver Fe_{6-8} und W_{11-13} wurde anhand von Pulvern untersucht, die jeweils 50 Vol.-% Wolfram und Eisen enthielten. Die Morphologie von 2, 4 und 8 h lang gemischten Pulvern ist in Abbildung 5.42 einander gegenübergestellt. Darin entsprechen dunkle Partikel Eisen und helle Wolfram. Grundsätzlich ist mit zunehmender Mischdauer eine Kontrastabnahme zwischen den Pulvern, sowie eine Zunahme und Homogenisierung der Partikelgrößen zu erkennen. Während nach zwei Stunden (Teilbild a)) noch viele separierte Wolfram-Partikel zwischen kleineren Eisen-Partikeln vorzufinden sind, nimmt dieser Eindruck für 4 und 8 h Mischdauer stark ab (Teilbilder b) und c)). Durch das plastische Deformieren, Kaltverschweißen und Wiederaufbrechen der Partikel kommt es zu einer fortwährenden Verfeinerung der Konstituenten innerhalb der Partikel, wodurch die Unterscheidung unterschiedlicher Elemente erschwert wird [171]. Für die vorliegenden Untersuchungen sind erst nach 8 h Mischdauer keine reinen W- oder Fe-Partikel zu mehr zu erkennen, weshalb diese Zeit als geeigneter Legier-Parameter ausgewählt wird. Die lange Mischdauer wird von einer Verfestigung der Metalle begleitet, in deren Folge weitere plastische Deformationen und Kaltverschweißungen in reduziertem Umfang stattfinden. Somit entsteht eine homogene Partikelgröße, die für die vorliegenden

Tabelle 5.2.: Sauerstoffgehalte der für das mechanische Legieren und Electro Discharge Sintering verwendete Ausgangspulver.

Pulver	Sauerstoffkonzentration (Gew.-%)
Fe ₂₀₋₄₀	0,100 ± 0,001
Fe ₆₋₈	0,294 ± 0,005
W _{<25}	0,048 ± 0,001
W ₁₁₋₁₃	0,041 ± 0,001

Pulver nach 8 h Mischdauer 20-40 µm beträgt.

Das Gefüge von Pulvern unterschiedlicher Wolfram-Anteile (25, 50 und 75 Vol.-%) nach 8 h langem mechanischen Legieren ist in Abbildung 5.43, Teilbilder a) - c), zu sehen. Zusätzlich enthält die Abbildung in Teilbild d) das Gefüge eines 75 Vol.-% W-haltigen Pulvers, das nur 4 h legiert wurde. Wie zuvor beschreiben, sind die hellen Bereiche in den Gefügen Wolfram und dunkle Eisen. Die Dauer des Legierens war auf Grundlage der beschriebenen Morphologie des hier in Teilbild b) gezeigten, 50 Vol.-% W-haltigen Pulvers gewählt worden. Für dieses ist auch mikrostrukturell eine feine Verteilung von Eisen und Wolfram in den Partikeln zu erkennen. Die Partikel weisen dabei eine lamellare Struktur auf, die mit einer flächigen, plastischen Verformung und anschließendem Kaltverschweißen beim mechanischen Legieren zu begründen ist. Die Konstituenten verhalten sich somit beim Mischen duktil. Über die Partikelgrenzen hinweg erscheint die Stärke der Lamellen vergleichsweise konstant. Trotz identischer Mischparameter besitzen die Lamellen in den Pulvern geringeren und höheren Wolfram-Gehalts (Teilbilder a) und c)) eine andere Stärke als im 50 Vol.-% W-Pulver. Während die Konstituenten im 75 Vol.-% W-haltigen Pulver besser vermischt erscheinen, sind im Pulver mit 25 Vol.-% Wolfram viele separierte Wolfram-Partikel zu erkennen. Hier ist im Wesentlichen lediglich das Eisen deformiert und kaltverschweißt worden, weshalb das Mischen mit abnehmendem Wolfram-Anteil als ineffektiver zu bezeichnen ist. Ursächlich hierfür ist die unterschiedliche Festigkeit der Ausgangspulver. Speziell im 25 Vol.-% W-haltigen Pulver werden die Wolfram-Partikel nur geringfügig plastisch verformt, weil die Wahrscheinlichkeit hoch ist, dass sie bei Belastung durch auftreffende WC-Kugeln von Eisen umgeben sind. Aufgrund der hohen Festigkeit des Wolframs wird der Impuls auf ein umliegendes Eisen-Partikel übertragen, in dem die Energie durch Plastifizierung dissipiert wird. Mit zunehmendem W-Anteil im Pulver sinkt diese Wahrscheinlichkeit, wodurch die Plastifizierungsrate der Wolfram-Partikel ansteigt. Begleitet wird dies von einem ausgeprägteren Kaltverschweißen und somit Durchmischen der Konstituenten.

Für viele Anwendungen ist eine hohe Vermischung der Konstituenten positiv. Die starke Plastifizierung führt jedoch allgemein zu einer erhöhten Kaltverfestigung, die auf eine Verzerrung der Metallgitter zurückzuführen ist [171]. Partikel mit dünneren Lamellen weisen somit durchschnittlich höhere Eigenspannungen auf. Darüber hinaus führt die

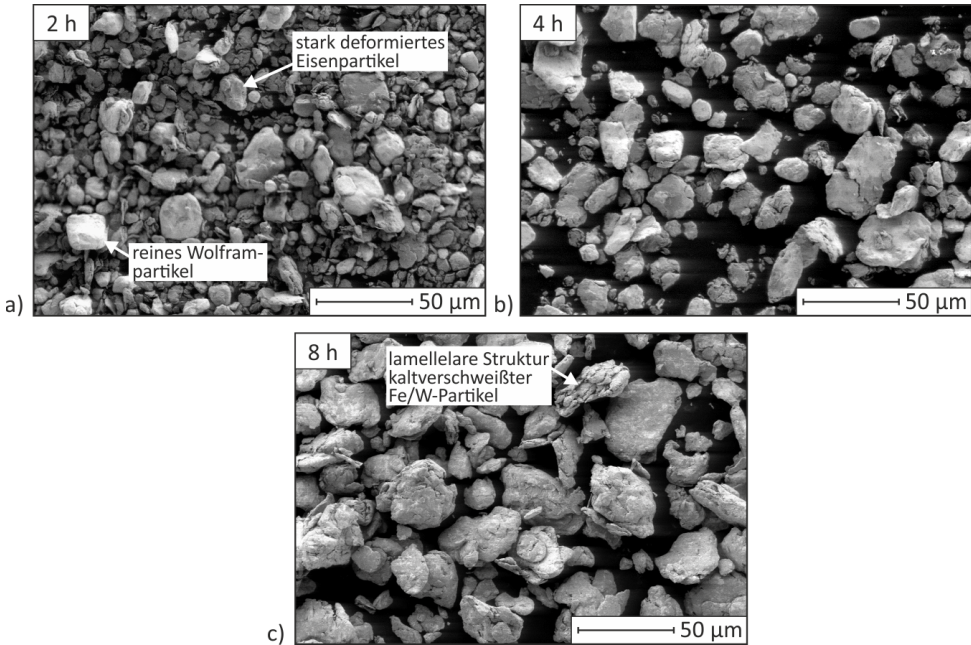


Abbildung 5.42.: REM-Aufnahmen der mechanisch legierten Fe/W-Pulver verschiedener Legierungsdauern im SE-Kontrast. a) 2 h legiert, b) 4 h legiert, c) 8 h legiert.

Zunahme der Vermischung zu einer Erhöhung der Fe-W-Grenzfläche, an der durch thermische Belastung intermetallische Phase ausgebildet werden kann. Es ist somit abzuleiten, dass die idealen Legierungs-Parameter für jede Mischung individuell zu optimieren sind. Abbildung 5.43, Teilbild d), zeigt vor diesem Hintergrund das Gefüge eines 4 h lang legierten, 75 Vol.-% W-haltigen Pulvers. Die Lamellen sind gegenüber dem Pulver gleicher Zusammensetzung, das 8 h lang gemischt wurde, etwas breiter. Zusätzlich sind mehr kleine, nicht plastisch verformte und kaltverschweißte Wolfram-Partikel zu erkennen. Die Durchmischung der Konstituenten erscheint dennoch ausreichend hoch.

Als optimale Mischparameter sind das 8-stündige Legieren für Pulver ≤ 50 Vol.-% W und das 4-stündige Legieren für Pulver mit 75 Vol.-% W ausgewählt worden. Die Sauerstoffkonzentrationen dieser Pulver sind in Tabelle 5.3 aufgeführt. Gegenüber den Ausgangspulvern ist keine Sauerstoffaufnahme während des mechanischen Legierens festzustellen, was die Effektivität der verwendeten Argon-Schutzgasatmosphäre bestätigt.

Für eine tiefergehende Analyse der mechanisch legierten Pulver sind diese röntgendiffraktometrisch untersucht worden, denn durch das Ausbilden großer Fe-W-Grenzflächen und Einbringen von Energie wird die Bildung intermetallischer Ausscheidungen begünstigt. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Abbildung 5.44 aufgeführt.

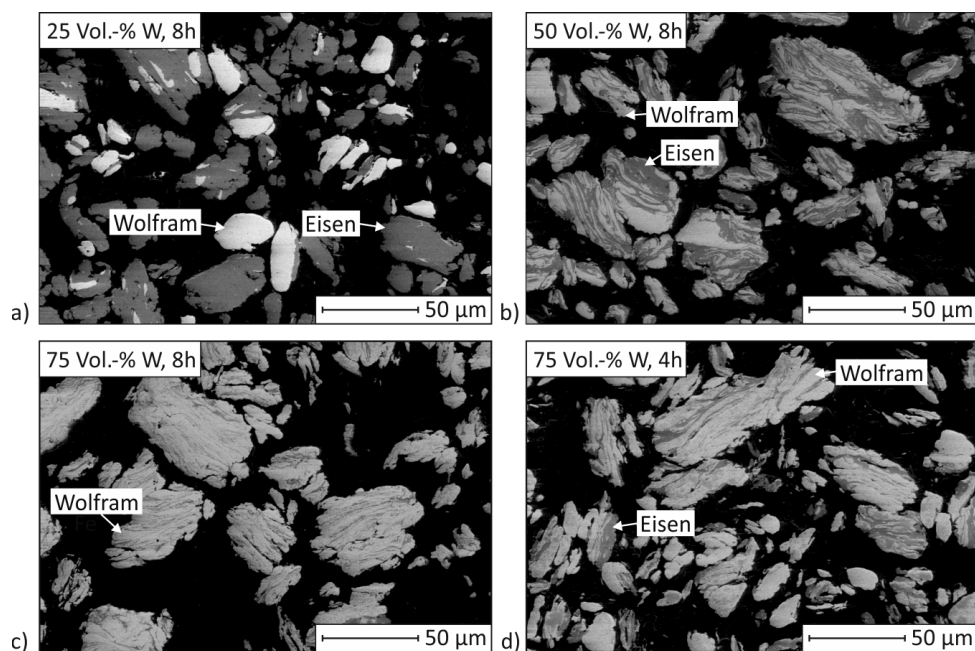


Abbildung 5.43.: REM-Aufnahmen der 8 h-lang mechanisch legierten Fe/W-Pulver verschiedener W-Anteile im SE-Kontrast. a) 25 Vol.-% W, b) 50 Vol.-% W, c) 75 Vol.-% W, d) 75 Vol.-% W, lediglich 4 h legiert.

Tabelle 5.3.: Sauerstoffgehalte der für das Electro Discharge Sintering verwendeten, mechanisch legierten Pulver.

Pulver	Sauerstoffkonzentration (Gew.-%)
25 Vol.-% W	$0,253 \pm 0,005$
50 Vol.-% W	$0,178 \pm 0,005$
75 Vol.-% W	$0,140 \pm 0,006$

Zu erwartende Reflexe sind, wie im Rahmen der Untersuchung von infiltrierten Kompositen und APS-Schichten, mit vertikalen Linien hinterlegt. Dabei handelt es sich um Reflexe des Wolframs, des Eisens, des $\text{Fe}_{0,95}\text{W}_{0,05}$ -Mischkristalls, sowie der intermetallischen Phasen Fe_7W_6 und Fe_2W . Den Diffraktogrammen ist zu entnehmen, dass für alle Pulver trotz langer Mischdauern von bis zu 8 h lediglich reine Wolfram- und reine Eisen-Bestandteile enthalten sind. Eine erhöhte Intensität ist weder aufgrund von Beugung am erwähnten Mischkristall, noch an den intermetallischen Phasen zu erkennen. Der nicht spezifizierte Peak bei ca. 36° aller Proben ist ein Wolfram-Peak, der durch die $\text{Cu-K}\beta$ -Strahlung erzeugt wird. Primär basiert die Strukturanalyse auf der $\text{Cu-K}\alpha$ -Strahlung, jedoch besitzt die verwendete Quelle keinen Monochromator.

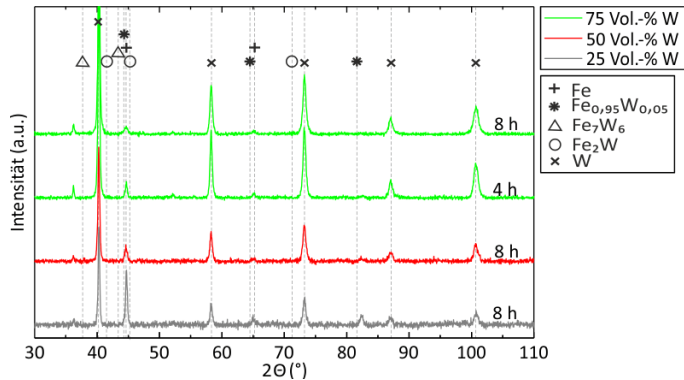


Abbildung 5.44.: Diffraktogramme der 8 h-lang mechanisch legierten Fe/W-Pulver verschiedener W-Anteile.

5.5.2. Mikrostrukturelle Charakterisierung der EDS-Komposite

Mit den größeren manuell gemischten und mit den mechanisch legierten Pulvern sind mittels EDS Komposite hergestellt worden. Eine exemplarische Probe, die aus mechanisch legiertem, 50 Vol.-% W-haltigen Pulver erzeugt wurde, ist in Abbildung 5.45 zu sehen. Die Probe ist 3 mm hoch und besitzt einen Durchmesser von 19 mm. Ihre Oberfläche ist eben, jedoch mikroskopisch rau. Ursache hierfür ist eine weniger effektive Verdichtung der Pulver in einem bis zu 300 μm dicken Bereich an der Ober- und Unterseite der Proben. Die folgenden Ergebnisse beziehen sich auf das größere, homogen verdichtete Volumen der Proben. Eine explizite Analyse des Wolfram-Gehaltes mittels ICP-OES ist für EDS-Komposite, anders als für APS-Schichten, nicht erforderlich, da die Menge der Konstituenten im Komposit gut kontrolliert werden kann. Die Auftragung der Ergebnisse über dem Wolfram-Gehalt bezieht sich somit in identischer Weise auf den nominellen und den tatsächlichen Wolfram-Anteil.

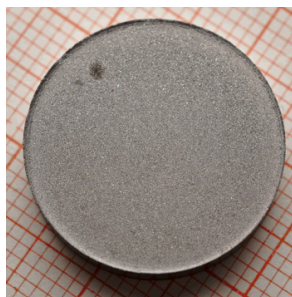


Abbildung 5.45.: Exemplarische, makroskopische Aufnahme einer durch EDS hergestellten Probe.

Komposite aus manuell gemischtem Pulver

In Abbildung 5.46 ist die mittels quantitativer Bildauswertung berechnete Restporosität der manuell gemischten Pulver über dem Wolfram-Anteil aufgetragen. Gezeigt werden Messergebnisse von Proben, die durch 72 kJ und durch 80 kJ Entladeenergie der Kondensatoren (90 und 100 %) verdichtet wurden. Der uniaxiale Pressdruck betrug in allen Fällen 388 MPa. Zu erkennen ist eine deutliche Zunahme der Restporosität mit steigendem Wolfram-Anteil in den Kompositen. Während in reinen Eisenproben maximal 2,5 Vol.-% Poren gemessen werden, weisen die 75 Vol.-% W-haltigen Proben bis zu 32 Vol.-% Porosität bei 72 kJ Entladeenergie auf. Der Vergleich der dargestellten Messverläufe zeigt des Weiteren, dass eine höhere Entladeenergie zu einem dichteren Gefüge führt. Speziell für die 75 Vol.-% W-haltigen Proben ist dies ausgeprägt. Hierin kann die Porosität von 32 Vol.-% durch eine Erhöhung der Entladeenergie um 8 kJ auf 20 Vol.-% reduziert werden. Dies ist insbesondere bemerkenswert, weil die Verlustleistung der EDS-Anlage für hohe Entladeenergien (wie hier verwendet) progressiv steigt [130].

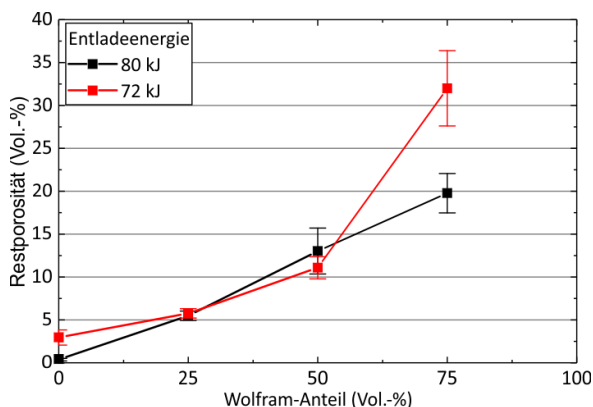


Abbildung 5.46.: Ergebnisse der Porositätsmessungen von EDS-Kompositen manuell gemischter Pulver verschiedener Wolfram-Anteile nach quantitativer Bildauswertung.

Der Grund für die Kurvenverläufe ist mit den Verdichtungsmechanismen des EDS zu begründen. Allgemein werden die Pulver durch den lokal erhöhten Ohm'schen Widerstand an den Kontaktpunkten erwärmt. Im Sinne einer Reduzierung freier Oberfläche werden hierdurch Diffusionsprozesse gestartet. Simultan entfestigt das Pulver und wird uniaxial verpresst. Zwar beträgt die Wärmekapazität des Wolframs lediglich ein Drittel dessen von Eisen (138 zu $449 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1}$) und kann somit deutlich schneller erwärmt werden, jedoch liegt die Liquidustemperatur ca. 1900 K höher. Zusätzlich ist die elektrische sowie die thermische Leitfähigkeit des Wolframs höher als die des Eisens und es finden sich deutlich weniger Oxide an seiner Pulver-Oberfläche, wie die Sauerstoff-Analyse ergab. In

der Folge wird weniger elektrische Energie an den Kontaktzonen von Wolfram-Partikeln in Wärme dissipiert, die außerdem schneller in ein größeres Volumen abgeleitet wird. Als Kombination dieser Mechanismen ist die homologe Temperatur des Wolframs geringer als die des Eisens, sodass Diffusionsprozesse in deutlich geringerem Umfang stattfinden. Das uniaxiale Pressen hat aufgrund der höheren Festigkeit des Wolfram-Pulvers gegenüber dem Eisenpulver mit zunehmendem Wolfram-Gehalt ebenfalls einen geringeren Einfluss. Als Kombination der vorausgehenden Aussagen ist generell eine hohe Restporosität in hoch-Wolfram-haltigen Kompositen zu verzeichnen, die jedoch mit höherer Entladeenergie abnimmt. Diese Erklärung wird gestützt durch die in Abbildung 5.47 dargestellten exemplarischen Gefüge-Aufnahmen der Komposite mit 0 und 50 Vol.-% Wolfram.

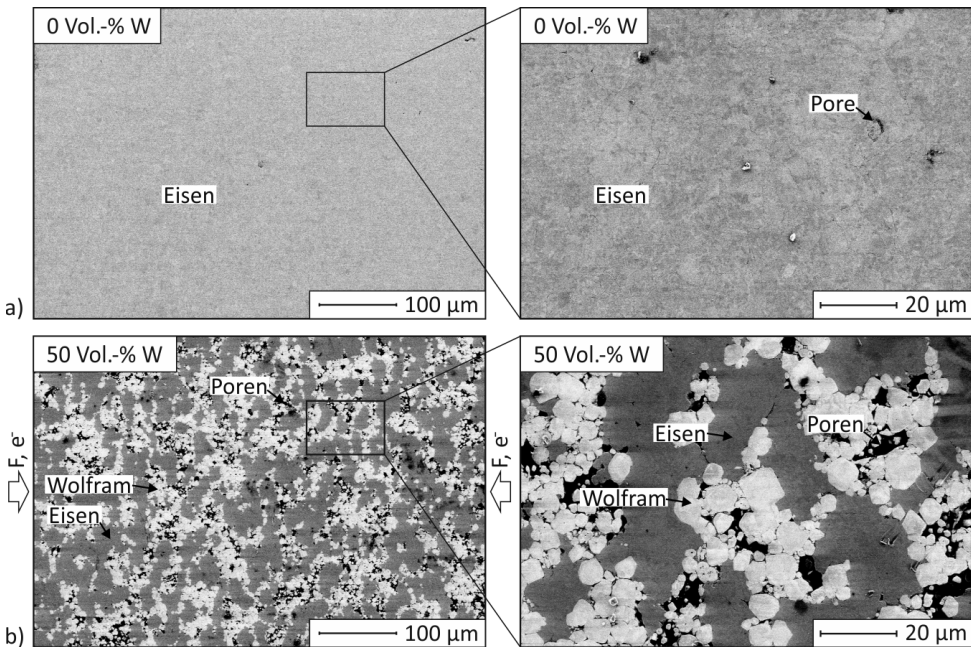


Abbildung 5.47.: REM-Aufnahmen mittlerer und hoher optischer Vergrößerung von EDS-Kompositen, die aus manuell gemischtem Pulver hergestellt wurden. a) 0 Vol.-% W, b) 50 Vol.-% W.

In Teilbild a) ist das nahezu vollständig dichte Gefüge einer reinen Eisen-Probe zu sehen. Vereinzelte Poren sind erst bei mittlerer optischer Vergrößerung zu erkennen. In Teilbild b) sind hell dargestellte Wolfram-Bereiche und dunkle Eisen-Bereiche entsprechend der nominellen Zusammensetzung in gleichen Anteilen zu sehen. Die Richtung des Stromflusses war, bezogen auf das gezeigte Gefüge, horizontal orientiert. Bereits bei geringer optischer Vergrößerung sind viele, teils große Poren zu beobachten. Bei höherer Vergrößerung zeigt sich darüber hinaus, dass diese primär zwischen agglomerierten Wolfram-Partikeln

und an der Grenzfläche von Wolfram- zu Eisen-Partikeln auftreten. Deutlich ist eine plastische Verformung der Eisen-Partikel in Folge der lokal hohen Temperatur und des Pressdrucks zu erkennen. Das Wolfram-Pulver zeigt weder eine Verformung, noch eine messbare Verdichtung, was die vorausgehenden Äußerungen bezüglich der Verdichtungsmechanismen stützt. Die bei geringerer Vergrößerung zu beobachtende Textur des Gefüges orthogonal zum Pressdruck geht auf eine Kombination der genannten materialspezifischen Plastifizierung und unzureichender Durchmischung der Konstituenten zurück, weshalb ein mechanisches Legieren erforderlich ist.

Komposite aus mechanisch legiertem Pulver

Um die Porosität zu minimieren, sind die beschriebenen, 8 h lang mechanisch legierten Pulver für das EDS verwendet worden. Für 75 Vol.-% W-haltige Komposite wurde außerdem das 4-stündig legierte Pulver verdichtet. Alle Versuche wurden mit der Entladung von 80 kJ elektrischer Energie durchgeführt. Der Pressdruck wurde zu 282 und 388 MPa gewählt. Die in Abbildung 5.48 gezeigten Messergebnisse wurden um das Ergebnis der Porositätsmessung von reinen Eisen-Kompositen, deren Pulver nicht legiert wurde, ergänzt.

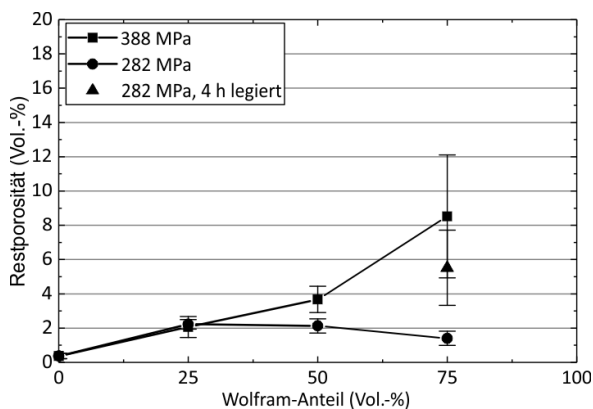


Abbildung 5.48.: Ergebnisse der Porositätsmessungen von EDS-Kompositen mechanisch legierter Pulver verschiedener Wolfram-Anteile nach quantitativer Bildauswertung.

Die Porositätsmessung der bei 388 MPa verdichteten Komposite zeigt ein qualitativ vergleichbares Ergebnis zu den vorausgehend beschriebenen Porositätsmessungen der Komposite aus manuell gemischtem Pulver. Während die Porosität ebenfalls mit höherem Wolfram-Anteil steigt, ist sie jedoch insgesamt mit maximal ca. 8,5 Vol.-% für 75 Vol.-% W-haltige Komposite deutlich reduziert. Das mechanische Legieren der Pulver führt demnach bei ansonsten unveränderten Verdichtungs-Parametern zu ca. 12 Vol.-% weniger Poren in

diesen Kompositen. Für Komposite, die 50 Vol.-% W beinhalten, beträgt der Gewinn mit ca. 10 Vol.-% einen vergleichbaren Betrag. Lediglich in den 25 Vol.-% W-enthaltenden Kompositen ist eine nur geringe Minimierung der Restporosität um ca. 3 Vol.-% zu verzeichnen. Dieses Ergebnis korreliert mit den Beobachtungen der mikrostrukturellen Charakterisierung der Ausgangspulver. Hier wurde eine homogene Durchmischung der Konstituenten für Pulver mit >25 Vol.-% W festgestellt, die offensichtlich zu einer deutlichen Minimierung der Porosität führt.

Die Gefüge der entstehenden Komposite sind in Abbildung 5.49 aufgeführt. Analog zu den bisherigen Darstellungen ist Wolfram durch helle und Eisen durch dunkle Bereiche gekennzeichnet. Grundsätzlich spiegeln die Aufnahmen die mit höherem Wolfram-Gehalt gemessene höhere Porosität wider. Wie bei den manuell gemischten Pulvern sind Poren primär an Wolfram-Grenzflächen zu finden. Für alle Komposite ist außerdem eine gute Anbindung der Partikel aneinander zu beobachten. Es ist nicht zu unterscheiden, ob Phasengrenzen durch mechanisches Legieren, oder durch die Pulver-Verdichtung mittels EDS erzeugt wurden. Das Gefüge der Komposite entspricht des Weiteren dem des jeweiligen Ausgangspulvers. Während für 25 Vol.-% W-haltige Proben weiterhin einzelne, deformierte Wolfram-Partikel in einer Eisenmatrix vorliegen (Teilbild a)), kann für Komposite mit 50 Vol.-% W keine Matrix benannt werden (Teilbild b)). Die Konstituenten sind hier in gleichem Umfang enthalten und zeigen irregulär orientierte Lamellen, die auf eine zufällige Anordnung der Pulver-Partikel vor dem Verdichten zurückgehen. Für 75 Vol.-% W-haltige Proben (Teilbild c)) sind viele Wolfram-Lamellen präsent, die durch sehr dünne Eisen-Lamellen getrennt werden. Die Zuordnung einer Matrix ist auch hier nicht möglich.

Mit der mikrostrukturellen Charakterisierung der Komposite, die aus manuell gemischten und aus mechanisch legiertem Pulver erzeugt wurden, kann die Reduzierung der Restporosität von mechanisch legierten Pulvern auf drei mögliche Ursachen zurückgeführt werden: Zunächst sind aufgrund der homogenen Verteilung der Konstituenten speziell in hoch Wolfram-haltigen Pulvern, keine nicht-verdichtenden Wolfram-Agglomerate mehr vorhanden, was bereits zu einer höheren Schüttdichte führt. Selbst bei minimaler Verdichtung durch den EDS-Prozess wäre die Porosität in Kompositen aus mechanisch legiertem Pulver somit geringer. Darüber hinaus zeigt sich auch die Verdichtung selbst als effektiver. Sie ist so stark ausgeprägt, dass in den Gefügaufnahmen keine einzelnen Partikel mehr zu unterscheiden sind. Als zweiter Mechanismus wird daher eine stärkere Aufheizung des Wolframs aufgrund einer feineren Verteilung der Konstituenten vermutet. Während im manuell gemischten Pulver die Entstehung von Wärme offenbar stark separiert im Eisen stattfindet und das Wolfram über die geringe Grenzfläche nur vergleichsweise schwach erwärmt wird, führt die homogenere Verteilung des Wolframs in den legierten Pulvern zu einer homogenen Erwärmung der Konstituenten. An der hohen Anzahl von

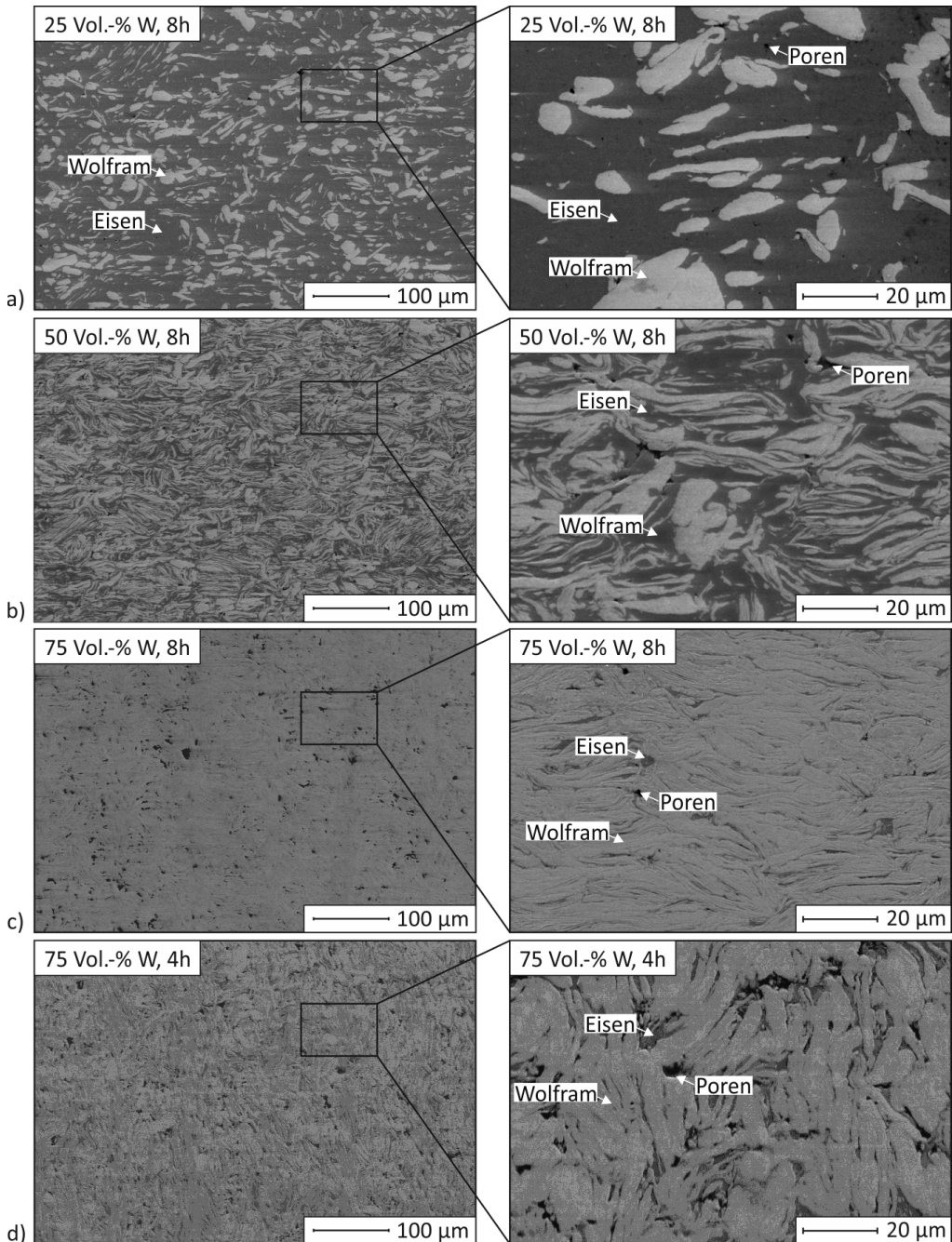


Abbildung 5.49.: REM-Aufnahmen mittlerer und hoher optischer Vergrößerung von EDS-Kompositen, die aus mechanisch legiertem Pulver hergestellt wurden. a) 25 Vol.-% W, b) 50 Vol.-% W, c) 75 Vol.-% W, d) 75 Vol.-% W, lediglich 4 h legiert.

Fe-W-Grenzen wird viel elektrische Energie dissipiert, die in ein gegenüber dem manuell gemischten Pulver geringeres, angrenzendes W-Volumen einer Lamelle transportiert wird. Darüber hinaus werden die dünnen Wolfram-Lamellen zusätzlich durch allseitig umliegendes Eisen, in dem aufgrund einer geringen elektrischen Leitfähigkeit mehr Energie dissipiert wird als im Wolfram, erwärmt. Auch die starke Verzerrung der Metallgitter durch das mechanische Legieren führt wahrscheinlich zu einer höheren Energieentladung aufgrund geringerer elektrischer Leitfähigkeit. Durch die allgemein höhere Temperatur sinkt letztlich die Festigkeit des Wolframs, in dessen Folge das axiale Pressen effektiver ist. Ein dritter möglicher Mechanismus, der zur Reduzierung der Porosität führen kann, ist aus dem Supersolidus Liquid Phase Sintering (SLPS) von legierten Stahl-Pulvern bekannt. Die dabei verwendeten Materialien weisen ein niedrigschmelzendes Eutektikum auf, das die Pulverpartikel netzwerkartig durchdringt. Bei Überschreiten der Sintertemperatur schmelzen die eutektischen Bereiche auf und Teile der Pulverpartikel gleiten aneinander ab. Dies führt insbesondere bei einem äußeren Druck zu einer raschen Verdichtung der Pulver [197]. Zwar kann ein Aufschmelzen des Eisens in den Fe/W-Pulvern nicht beobachtet werden, dennoch könnte die starke Entfestigung des Eisens zu einem ähnlichen Effekt wie beim SLPS führen, indem eine hohe plastische Deformation der Eisen-Bestandteile unter Wirkung des äußeren Pressdrucks stattfindet. In der Folge ordnen sich die einzelnen Partikel-Bestandteile günstig im Spannungsfeld an, was zu einer Reduzierung der Porosität führt. Die Ausbildung einer darauf basierenden Textur konnte zumindest für Komposite aus manuell gemischtem Pulver bereits beobachtet werden (vgl. Abb. 5.47). Wie vorausgehend beschrieben wurde, wird die homogenere Verteilung der Konstituenten durch das mechanische Legieren von erhöhten Eigenspannungen begleitet. Dies wird durch die Beobachtung bestätigt, dass viele der 8 h lang legierten, 75 Vol.-% W-haltigen Komposite ein von der Probenmitte ausgehendes Rissnetzwerk aufweisen. Dies ist wahrscheinlich das Ergebnis einer Superposition von herstellungsbedingten, thermomechanischen Spannungen und Eigenspannungen des Pulvers. Als Möglichkeiten, die Rissbildung zu unterbinden, wurden ein geringerer Pressdruck während der Verdichtung und eine kürzere Legier-Dauer identifiziert. Eine thermische Nachbehandlung der Pulver ist allgemein ebenfalls möglich, wurde jedoch nicht durchgeführt, um die Ausbildung von Oxiden und intermetallischer Phase zu vermeiden.

Die Ergebnisse der Porositätsmessung von Kompositen, die mit 282 MPa aus 8 h lang legiertem Pulver verdichtet wurden, sind ebenfalls in Abbildung 5.48 aufgeführt. Der niedrigere Pressdruck führt demnach zu geringerer Restporosität der Komposite, was besonders für höhere Wolfram-Gehalte ausgeprägt ist, für die aufgrund der höheren Restporosität allgemein ein größeres Potenzial für weitere Verdichtung besteht. Die Porosität aller Proben kann somit auf <2 Vol.-% gesenkt werden. Eine mögliche Erklärung für diese Charakteristik ist das Ausbilden geringerer Kontaktflächen zwischen Pulver-Partikeln

durch einen niedrigeren Pressdruck vor dem Einleiten des elektrischen Stroms, wodurch der Ohm'sche Widerstand erhöht wird. In der Folge werden die Proben stärker erwärmt. Da dieses günstige Verhalten im Rahmen von Vorversuchen mit manuell gemischten Pulvern nicht beobachtet wurde, sind die thermo-physikalischen und mechanischen Untersuchungen an Kompositen durchgeführt worden, die noch mit 388 MPa verdichtet wurden.

In einzelnen Fällen sind auch in den durch 282 MPa verdichteten Kompositen, die 75 Vol.-% W enthalten, Risse aufgetreten. Es sind daher 4 h lang mechanisch legierte Pulver dieser Zusammensetzung bei 282 MPa verdichtet worden. Die entstehenden Komposite weisen aufgrund der weniger homogenen Verteilung der Konstituenten und den beschriebenen Verdichtungsmechanismen eine gesteigerte Porosität gegenüber Kompositen aus 8 h lang legierten Proben auf. Die Porosität beträgt ca. 5,5 Vol.-% (vgl. Abb. 5.48), dafür sind die Proben jedoch Riss-frei. Das Gefüge eines exemplarischen Komposits ist zusammen mit den Gefügen der Proben aus 8 h lang legierten Pulvern in Abbildung 5.49 d) aufgeführt. Abgesehen von der erhöhten Porosität und der weniger homogenen Phasenverteilung sind keine Unterschiede der gezeigten 75 Vol.-% W enthaltenden Gefüge gegenüber der länger legierten Variante zu sehen.

Im Rahmen einer detaillierteren mikrostrukturellen Untersuchung der Komposite sind speziell die Fe-W-Grenzflächen untersucht worden. Für die Komposite hoher Wolfram-Anteile (≥ 50 Vol.-%), die aus 8 h lang legiertem Pulver mit 388 MPa verdichtet wurden, sind EDX-Linienanalysen durchgeführt worden. Aufnahmen der Gefüge-Ausschnitte bei hoher optischer Vergrößerung und die Ergebnisse der EDX-Analyse sind in Abbildung 5.50 dargestellt. Helle Bereiche entsprechen Wolfram, dunkle Eisen. Die detaillierte Analyse der 25 Vol.-% W-haltigen Komposite wird im Anschluss vorgenommen.

Anhand der EXD-Linienanalyse über Fe-W-Grenzflächen hinweg ist für das 50 Vol.-% W-haltige Komposit in Teilbild a) eine ca. 500 nm breite Diffusionszone von Wolfram in das Eisen zu sehen. Sie besteht zu ca. 95 At.-% aus Eisen und zu 5 At.-% aus Wolfram. Die Linienanalyse der 75 Vol.-% W-haltigen Probe ist aufgrund der feinen Lamellen bei ca. 5-fach höherer optischer Vergrößerung durchgeführt worden. Die in Teilbild b) zu sehenden, helleren Bereiche des Gefüges entsprechen nach Aussage der EDX-Analyse Wolfram, was mit der Stöchiometrie des Fe-W-Mischkristalls übereinstimmt. Die etwas dunkleren Bereiche sind ehemalige Eisen-Lamellen, die nach dem EDS aus ca. 60 At.-% Eisen und 40 At.-% Wolfram bestehen. Da keine Phase bekannt ist, die dieser Stöchiometrie entspricht, handelt es sich hierbei offenbar um fein aufgelöste Bereiche von zwei Phasen, die gemittelt zu der genannten Zusammensetzung führen. Dies wurde bereits bei der Flüssigphaseninfiltration beobachtet. Unter Berücksichtigung der Stöchiometrie und der Ausscheidungs-dynamik intermetallischer Fe/W-Phasen handelt es sich hierbei voraussichtlich um ein Mischgefüge aus 85 % Fe_7W_6 und 15 % $\text{Fe}_{0,95}\text{W}_{0,05}$. Da die Zone

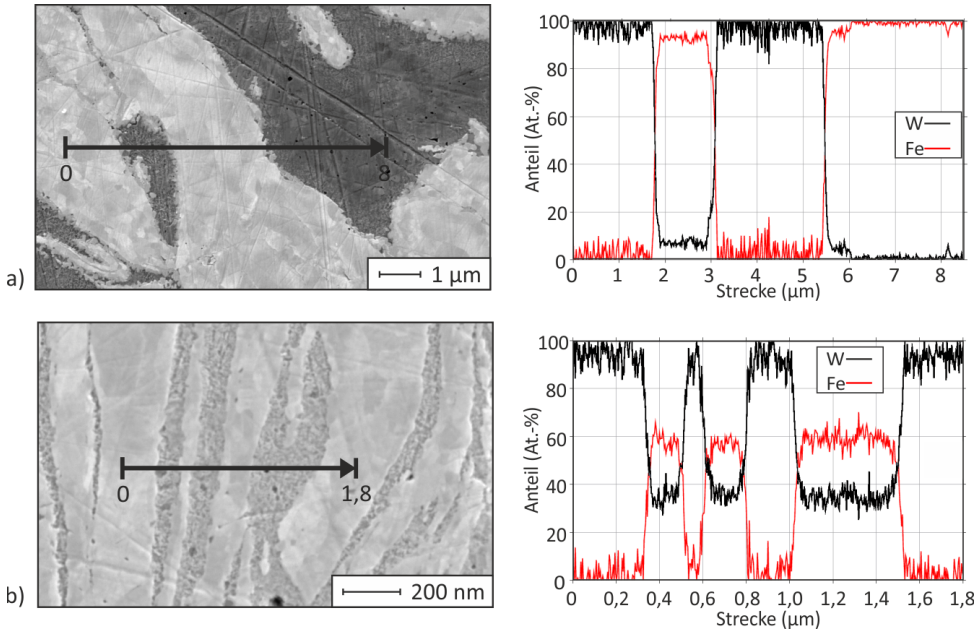


Abbildung 5.50.: REM-Aufnahmen hoher optischer Vergrößerung von 50 und 75 Vol.-% W-enthaltenden EDS-Kompositen, die 8 h-lang mechanisch legiert wurden, sowie EDS-Linienanalyse über Fe-W-Grenzen. a) 50 Vol.-% W, b) 75 Vol.-% W.

mit Wolfram durchsetzt ist, ist die Existenz reinen Eisens auszuschließen.

Eine detaillierte Analyse der Fe-W-Grenzfläche von 25 Vol.-%-W haltigen Kompositen wurde anhand einer TEM-Analyse durchgeführt, da in REM-Aufnahmen lediglich eine scharfe Abgrenzung beider Materialien zu beobachten ist. Exemplarisch ist diesbezüglich in Abbildung 5.51 eine Hellfeld-Aufnahme einer TEM-Lamelle zu sehen. Invers zu REM-Aufnahmen erscheint darin Eisen hell und Wolfram dunkel. Abbildung 5.52 a) zeigt darüber hinaus eine Hellfeld-Aufnahme höherer optischer Vergrößerung der Fe-W-Grenzfläche des rot umrandeten Bereichs aus Abbildung 5.51.

Auch bei hoher Vergrößerung ist eine klare Abgrenzung zwischen Eisen- und Wolfram-Bereichen zu erkennen. Eine messbare Diffusion von Wolfram in Eisen ist somit, anders als bei höher-Wolfram-haltigen Kompositen, auszuschließen. Aufgrund der guten Grenzfläche sind mit Hinblick auf eine Kohärenz von benachbarten Körnern beider krz Materialien, die zu epitaxial orientierten Körnern und somit hoher Leitfähigkeit führt, Elektronenbeugungsmuster untersucht worden (Abb. 5.52, Teilbild b)). Dafür ist die TEM-Lamelle so ausgerichtet worden, dass das Beugungsmuster bei Positionierung des Elektronenstrahls auf dem indizierten Fe-Korn auf die Fe[100]-Achse des Gitters hinweist. Die Position der Lamelle wurde bei gleichbleibender Orientierung so verändert, dass sukzessive die

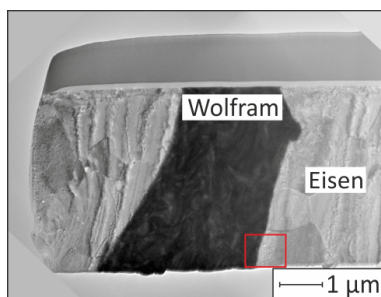


Abbildung 5.51.: TEM-Lamelle aufgenommen im Hellfeld-Modus. Die Lamelle wurde aus einem 25 Vol.-% W-enthaltenden EDS-Komposit heraus getrennt. Der rot umrandete Bereich ist vergrößert in Abb. 5.52 dargestellt.

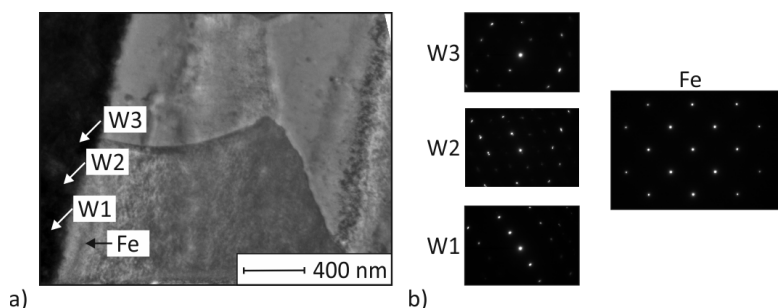


Abbildung 5.52.: TEM-Aufnahme einer Lamelle, die aus einem 25 Vol.-% W-enthaltenden EDS-Komposit heraus getrennt wurde, im Hellfeld-Kontrast und zugehörige Elektronen-Beugungsmuster.

in Teilbild a) indizierten Positionen W1, W2 und W3 untersucht werden konnten. Die assoziierten Beugungsmuster sind in Teilbild b) gezeigt. Für eine existierende Kohärenz der untersuchten W-Gitter zum Gitter des Fe-Korns würde die Elektronenbeugung zu erkennbaren Mustern führen, was jedoch nicht der Fall ist. Eine Kohärenz der benachbarten Materialien kann somit ausgeschlossen werden, was auf einem zu großen Unterschied der Gitterparameter von $a_{\text{Fe}}=3,8 \text{ \AA}$ und $a_{\text{W}}=3,1 \text{ \AA}$ beruht. Weiterhin ist aufgrund der variierenden Beugungsmuster von W1 bis W3 eine Wolfram-Korngröße unterhalb der jeweiligen Abstände ($<150 \text{ nm}$) abzuleiten.

Röntgendiffraktometrische Untersuchungen ergänzen die vorausgehend beschriebenen Ergebnisse der detaillierten Grenzflächen-Analyse, indem sie Aufschluss über kristallografische Strukturen der Gefüge ermöglichen. Die entsprechenden Diffraktogramme der 25 bis 75 Vol.-% W enthaltenden Composite, die aus 8 h lang legiertem Pulver bei 388 MPa verdichtet wurden, sind in Abbildung 5.53 aufgeführt. Ergänzend ist das Ergebnis einer 75 Vol.-% W-haltige Probe, die bei 282 MPa aus 4 h lang legiertem Pulver verdichtet wurde, dargestellt, sowie die Diffraktogramme der mechanisch legierten Ausgangspul-

ver in Form gestrichelter Messschriebe. Gezeigt wird lediglich der Bereich des jeweils intensivsten Wolfram- und Eisen-Reflexes von 36 bis 46°, in dem ebenfalls Reflexe des $\text{Fe}_{0,95}\text{W}_{0,05}$ -Mischkristalls sowie der intermetallischen Phasen Fe_7W_6 und Fe_2W enthalten sind.

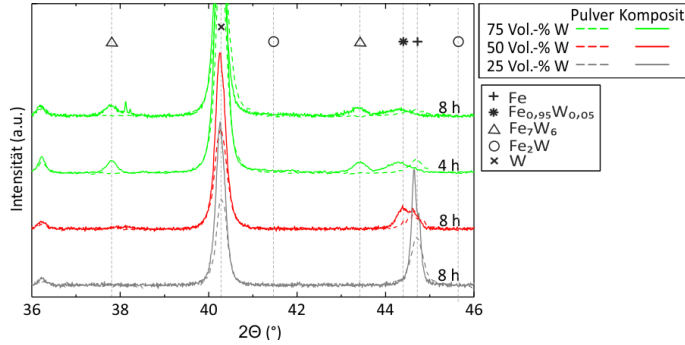


Abbildung 5.53.: Diffraktogramme von EDS-Kompositen, die aus 4 bzw. 8 h-lang mechanisch legierten Fe/W-Pulvern verschiedener W-Anteile hergestellt wurden.

Für alle Komposite ist, wie in den Diffraktogrammen der Pulver, eine ausgeprägte Intensität beim Wolfram-Reflex von 40° zu erkennen. Auf das Wolfram ist auch der nicht-spezifizierte Peak bei ca. $36,2^\circ$ zurückzuführen, der sowohl für die Pulver, als auch für die Komposite zu sehen ist, und durch die $\text{Cu-K}\beta$ -Strahlung hervorgerufen wird. Während der Peak aller Proben beim Wolfram-Reflex durch den Verdichtungsprozess unverändert bleibt, sind für die Intensitäten auf Höhe des Eisen-Reflexes mit zunehmendem Wolfram-Anteil in den Kompositen Veränderungen gegenüber dem mechanisch legierten Pulver zu beobachten, was auch schon für die APS-Schichten beobachtet wurde. Im 25 Vol.-% W-haltigen Komposit wird der ursprüngliche Peak, der für das Pulver mit dem Eisen-Reflex bei 45° übereinstimmt, leicht in Richtung des Mischkristall-Reflexes ($44,5^\circ$) verschoben. Dies indiziert eine begrenzte Diffusion von Wolfram in Eisen-Bereiche. Für 50 Vol.-% W-haltige Komposite ist diese Verschiebung ebenfalls zu sehen, wobei die Intensität des Peaks abnimmt. Im Gegenzug ist ein zweites Maximum vergleichbarer Intensität zu erkennen, das exakt mit dem Reflex des Mischkristalls bei ca. $44,5^\circ$ übereinstimmt. Das Ergebnis korreliert mit der Aussage der EDX-Linienanalyse für diese Probe, wonach die entsprechende Zusammensetzung des Mischkristalls an der W-Fe-Grenzfläche nachgewiesen wurde. Unabhängig von der Legierungsdauer und der uniaxialen Presskraft des EDS belegen die Diffraktogramme der 75 Vol.-% W-haltigen Komposite übereinstimmend sowohl die Existenz des Mischkristalls, als auch die der intermetallischen Phase Fe_7W_6 . Reines Eisen ist demnach nicht mehr zu erkennen. Auch dieses Ergebnis stimmt mit den Beobachtungen der EDX-Linienanalyse überein und belegt insbesondere die

Vermutung, dass die ehemaligen Eisen-Lamellen nach dem EDS aus ca. 85 % Fe_7W_6 und 15 % $\text{Fe}_{0,95}\text{W}_{0,05}$ bestehen.

Neben der Existenz von intermetallischer Phase können Oxide die für FGMs der Ersten Wand relevante thermische Leitfähigkeit reduzieren. Analog zur vorgestellten Sauerstoffmessung der mechanisch legierten Pulver wurde die Sauerstoffkonzentration der Komposite nach dem EDS mittels Trärgas-Heißextraktion gemessen. Die Ergebnisse sind gemeinsam mit den Sauerstoffgehalten der mechanisch legierten Pulver sowie der reinen Ausgangspulver Fe_{6-8} und W_{11-12} in Abbildung 5.54 aufgeführt.

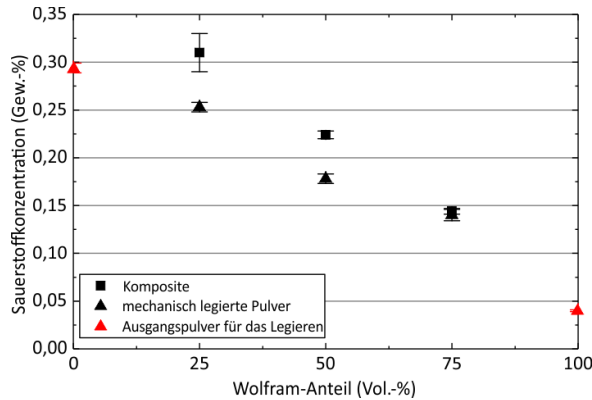


Abbildung 5.54.: Sauerstoffkonzentration von EDS-Kompositen verschiedener Wolfram-Anteile, die aus 8 h-lang mechanisch legiertem Pulver hergestellt wurden. Ergänzend hierzu ist die Sauerstoffkonzentration der mechanisch legierten Pulver und der Ausgangspulver Fe_{6-8} und W_{11-12} aufgeführt.

Wie schon erwähnt, zeigen die mechanisch legierten Pulver keine Zunahme der Sauerstoffkonzentration. Entsprechend der nominellen Zusammensetzung liegt diese linear zwischen der des verwendeten Eisen- bzw. Wolframpulvers. Durch das Verdichten an natürlicher Atmosphäre steigt der Sauerstoff-Gehalt um maximal 0,05 Gew.-% auf insgesamt 0,31 Gew.-% für Komposite, die 25 Vol.-% Wolfram enthalten. Mit zunehmendem Wolfram-Anteil ist die Oxidation während der Verdichtung schwächer ausgeprägt. Die stärkere Oxidationsneigung des Eisens gegenüber Wolfram ist auch für die APS-Schichten beobachtet worden, die beim Spritzen jedoch sogar zu Sauerstoffkonzentrationen in Höhe von ca. 2,1 Gew.-% führte (vgl. Abb. 5.30). Das vorliegende Ergebnis ist als positiv zu bewerten, denn der generell erhöhte Sauerstoff-Gehalt der Proben, die viel Eisen aufweisen, kann somit auf die Kontamination des verwendeten Eisen-Pulvers bezogen werden, nicht auf den EDS-Prozess. Ein Glühen dieses Ausgangspulvers in reduzierender Atmosphäre könnte somit zu einer signifikant geringeren Sauerstoffkonzentration in den Kompositen und somit zu höherer thermischer Leitfähigkeit und mechanischer Festigkeit führen.

Anhand der mikrostrukturellen Charakterisierung der EDS-Komposite kann im Rahmen einer vorläufigen Evaluierung eine generelle Eignung für die Verwendung in FGMs festgehalten werden. In den Kompositen, die weniger als 75 Vol-% W enthalten, wurde ein homogenes, dichtes Gefüge ohne die Existenz von intermetallischer Phase oder Rissen festgestellt. In den 75 Vol-% W-haltigen Proben ist zwar die Fe_7W_6 -Phase nachgewiesen worden, diese wird aber auf die hohe Anzahl der Grenzflächen und die geringe Lamellenbreite zurückgeführt. Ein Anpassen der Parameter des mechanischen Legierens zu kürzeren Zeiten ist folglich eine vielversprechende Maßnahme, um die Bildung der intermetallischen Phase zu unterbinden und somit zu einem geeigneten Gefüge zu gelangen. Um die Eignung der Komposite als FGM weitergehend zu analysieren, sind thermo-physikalische und mechanische Untersuchungen durchgeführt worden, deren Ergebnisse in den folgenden Teilkapiteln vorgestellt werden.

5.5.3. Thermo-physikalische Charakterisierung der EDS-Komposite

Analog zur thermo-physikalischen Charakterisierung der APS-Schichten sind die EDS-Komposite mit Hinblick einer Verwendung als FGM für die erste Wand untersucht worden. Es werden hier zunächst die Ergebnisse der Dilatometrie behandelt, danach die der Messungen zur thermischen Leitfähigkeit.

Thermische Ausdehnung von EDS-Kompositen

Die Dilatometrie gibt Aufschluss über thermisch induzierte Ausdehnungen der untersuchten Proben. Sie bietet somit die Möglichkeit, eine Eignung der Komposite als FGM zur Umverteilung thermisch induzierter Makrospannungen zu prüfen.

Die Messungen relativer Längenänderungen von Kompositen aus 8 h lang mechanisch legierten Pulvern verschiedener Wolfram-Gehalte ist in Abbildung 5.55 zu sehen. Darin ist das Verhalten während des Aufheizen bis zum Ende der 15-minütigen Haltestufe bei 1060°C aufgeführt, sowie durch Kreuze eine bleibende Längung der Proben gegenüber der Ursprungslänge vor der Messung.

Alle Proben zeigen bis 600°C eine lineare Dehnung, die mit geringerem Wolfram-Anteil intensiver ausgeprägt ist. Dies stimmt mit dem beobachteten Verhalten von APS-Schichten überein und geht auf einen geringeren thermischen Ausdehnungs-Koeffizienten des Wolframs zurück. In den Kompositen, die 50 bzw. 25 Vol.-% Wolfram enthalten, ist für höhere Temperaturen bis ca. 850 bzw. 900°C eine degressive Zunahme der thermischen Ausdehnung zu beobachten, sodass zum Ende dieses Temperaturfensters keine Ausdehnung mehr stattfindet. Das Verhalten kann mit dem Effekt der Magnetostriktion erklärt werden und der Beobachtung, dass die Proben nach der Herstellung magnetisiert sind.

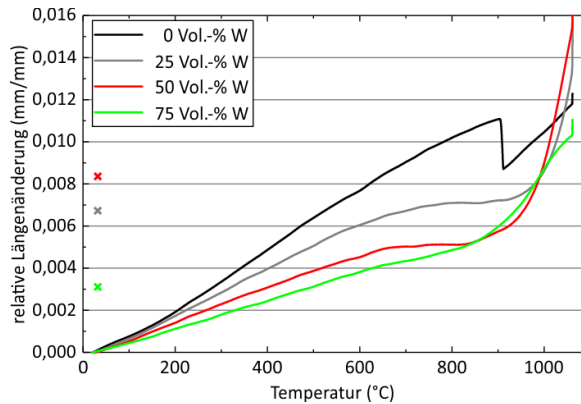


Abbildung 5.55.: Relative Längenänderungen der EDS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile. Die bleibende Längenänderung ist als Kreuz bei Raumtemperatur eingezeichnet.

Magnetostriktion beschreibt allgemein die elastische Deformation von ferromagnetischen Stoffen aufgrund der koaxialen Ausrichtung von Weiss'schen Bezirken. Durch diese stoßen sich die magnetischen Dipole ab und das Volumen nimmt mit zunehmender Unterkühlung unter die Curie-Temperatur T_C leichtgradig zu [83]. Für den vorliegenden Fall eines magnetisierten Materials ist die Volumenzunahme unterhalb der Curie-Temperatur besonders ausgeprägt. Wird dieses Material auf Temperaturen nahe der Curie-Temperatur (ca. 770°C für Eisen [83]) erwärmt, nehmen die magnetischen Momente wieder ab. Mit überschreiten von T_C sind die magnetischen Dipole schließlich regellos ausgerichtet, wodurch die Magnetostriktion entfällt. Die Abnahme der magnetischen Momente wird allgemein und bei den vorliegenden Untersuchungen durch eine geringe Volumenkontraktion begleitet, die die thermische Ausdehnung kompensiert. Es entstehen somit die charakteristischen Messschriebe der 25 und 50 Vol.-% W-haltigen Proben. Auch ein Nachsintern kann allgemein hierzu führen, passt aufgrund der geringen Porosität jedoch nicht zu der vergleichsweise starken Reduzierung der Längenänderung.

Nach dem Ende des Plateaus (oberhalb 850 bzw. 900°C) steigen die Kurven wieder und zeigen bei 910°C eine kleine Stufe, die der α - γ -Umwandlung zuzuordnen ist. Sie ist im 75 Vol.-%-haltigen Komposit nicht zusehen, weil hier bereits ab ca. 850°C eine exzessive Längung einsetzt. Diese ist auch für die anderen Komposite zu sehen, setzt mit abnehmendem Wolfram-Anteil jedoch erst bei höheren Temperaturen ein. Während der 15-minütigen isothermen Haltephase bei 1060°C nimmt die Dehnung weiter zu und geht auch während des Abkühlens nicht zurück, wie anhand der eingezeichneten Kreuze bei Raumtemperatur zu erkennen ist. Es ist somit zu schlussfolgern, dass es sich um eine diffusionsgesteuerte, umwandlungsplastische Dehnung handelt. Die höhere Anzahl von Fe-W-Grenzen bei höherem Wolfram-Gehalt führt vor diesem Hintergrund zu einem

Einsetzen der Umwandlung bei niedrigeren Temperaturen.

Abbildung 5.56 zeigt beispielhaft das Gefüge der 25 Vol.-% W-haltigen Probe nach der Messung thermischer Längenänderungen. Während vor der Messung weder intermetallische Ausscheidungen, noch viele Poren enthalten waren, sind nun beide Charakteristika deutlich ausgeprägt. Die exzessive Längung ist folglich auf eine Leerstellendiffusion während der Ausbildung intermetallischer Ausscheidungen zurückzuführen. Diese Kirkendall-Poren waren bereits in den APS-Schichten direkt nach der Abscheidung auf Substrate hoher Temperatur beobachtet worden. Diese Erklärung begründet auch, dass die gemessene plastische Dehnung des 75 Vol.-% W-haltigen Komposits nach Abbildung 5.55 geringer ist, als die der niedriger W-haltigen Komposite. Anhand der EDX- und XRD-Untersuchungen wurde in diesem Komposit bereits nach der Herstellung viel intermetallische Phase nachgewiesen, sodass bei der Erwärmung ein geringeres Potenzial für weitere Ausscheidungen existiert.

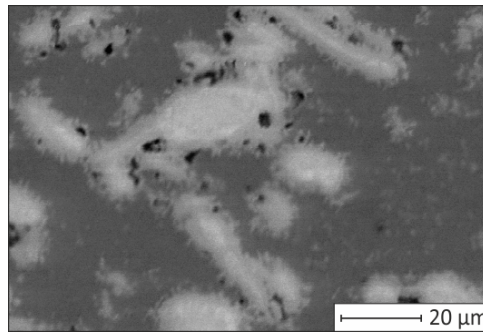


Abbildung 5.56.: Gefüge des 25 Vol.-% W-haltigen Komposits nach Messung der thermischen Längenänderung.

Für die Verwendung der Komposite als FGM beträgt die obere, zulässige Temperaturgrenze aufgrund der α - γ -Umwandlung des RAFM-Stahls zwar ohnehin 800°C, sodass die exzessive Bildung der Fe_7W_6 -Ausscheidungen ausbleibt, jedoch wären einzelne Temperaturüberschreitungen darüber aufgrund eines moderaten Volumensprungs legitim. Mit den neuen Erkenntnissen der Ausscheidungs-dynamik in Fe/W-Kompositen ist diese Temperaturgrenze umso dringlicher einzuhalten.

Nach der Charakterisierung des allgemeinen thermischen Ausdehnungsverhaltens ist für die Verwendung der Komposite in einem FGM schließlich noch zu klären, ob die thermische Ausdehnung bis zur genannten Temperatur-Obergrenze mit der Zusammensetzung der Konstituenten korreliert. In Abbildung 5.57 ist daher der thermische Ausdehnungskoeffizient im Temperaturbereich 200-800°C über dem Wolfram-Gehalt der Komposite aufgeführt. Analog zu den Ergebnissen der mit APS hergestellten Schichten zeigen die EDS-Komposite eine lineare Interpolation, die lediglich deshalb konstant über der mathematisch-linearen

Interpolation von Literaturdaten liegt, weil letztere für das Temperaturfenster 20-400°C ermittelt wurden. Die EDS-Komposite sind auf Grundlage der Bewertung thermischer Ausdehnung folglich für die Verwendung in FGMs geeignet.

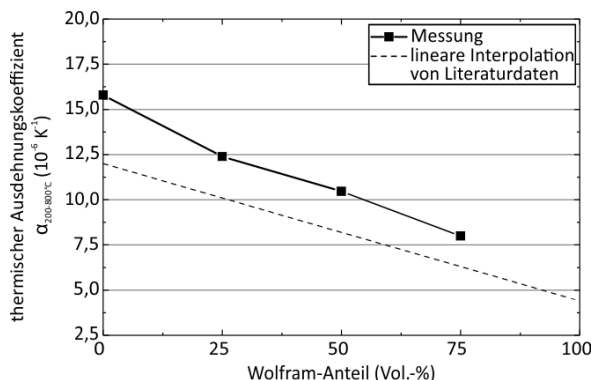


Abbildung 5.57.: Thermische Ausdehnungskoeffizienten im Temperaturbereich von 200-800°C, die aus den relativen Längenänderungen von EDS-Kompositen berechnet wurden.

Wärmekapazität und Temperaturleitfähigkeit von EDS-Kompositen

Aufgrund des Erfordernisses einer hohen thermischen Leitfähigkeit von Kompositen, die in der ersten Wand implementiert werden, wurden die Wärmekapazität und die Temperaturleitfähigkeit der hergestellten EDS-Komposite bestimmt.

Die Ergebnisse der Wärmekapazitäts-Messungen, die für EDS-Komposite unterschiedlicher Wolfram-Gehalte mittels DSC bestimmt wurden, sind in Abbildung 5.58 a) zu sehen. Analog zu den Messergebnissen der APS Schichten zeigen höher Wolfram-haltige Komposite eine niedrigere spezifische Wärmekapazität. Die Messschriebe aller Komposite <75 Vol.-% W weisen im Temperaturbereich 200-780°C eine progressive Steigung auf, die bei 780°C in einem Maximum mündet und anschließend wieder abnimmt. Analog zu den Erklärungen zur Dilatometrie ist das Maximum auf eine Umwandlung des ferromagnetischen Eisens in paramagnetisches zurückzuführen. Die Breite des Peaks stützt außerdem die Erklärungen zum beobachteten Plateau der Messschriebe zur thermischen Längenänderung. Im reinen Eisen, sowie im 25 Vol.-% W-haltigen Komposit ist weiterhin ein Peak bei ca. 910°C festzustellen, der der α - γ -Umwandlung zuzuordnen ist. Die durch Dilatometrie beobachtete Phasenbildung bleibt aufgrund der hohen Heizrate in Höhe von 20 K min^{-1} aus (vgl. Dilatometrie: 3 K min^{-1}).

Die Ergebnisse der mittels LFA gemessenen Temperaturleitfähigkeit sind in Abbildung 5.58, Teilbild b), aufgeführt. Anders als für die APS-Schichten ist keine deutliche

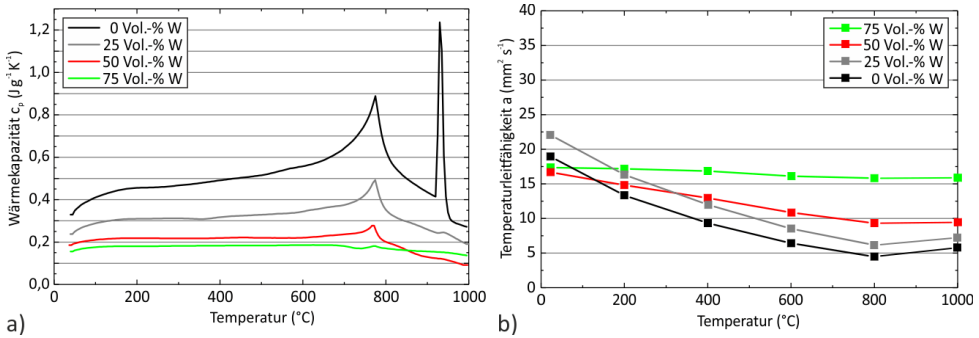


Abbildung 5.58.: Spezifische Wärmekapazität (a) und Temperaturleitfähigkeit (b) der EDS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile.

Abstufung der Leitfähigkeit mit unterschiedlichem Wolfram-Gehalt zu beobachten. Sie befindet sich für alle Komposite innerhalb eines schmalen Bandes, das bei Raumtemperatur von ca. $17\text{--}22 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ reicht und bis 800°C auf $5\text{--}10 \text{ mm}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ abnimmt. Eine Ausnahme stellt das Komposit mit 75 Vol.-%-W dar, dessen Temperaturleitfähigkeit nahezu nicht abnimmt. Die geringfügige Zunahme oberhalb von 800°C für Komposite höheren Eisen-Gehalts ist auf die bessere Leitfähigkeit des kfz Gitters gegenüber dem krz Gitter zurückzuführen. Zwar nimmt die Leitfähigkeit der EDS-Komposite über der Temperatur stärker ab als die, der APS-Schichten, aufgrund der z.T. deutlich höheren Leitfähigkeit bei Raumtemperatur liegt sie jedoch bei 800°C für Komposite beider Herstellungsmethoden auf einem identischen Niveau. Dabei ist anzumerken, dass das in den EDS-Kompositen verwendete Reineisen generell eine deutlich höhere Temperaturleitfähigkeit besitzt, als der in den APS-Schichten verwendete X12Cr13.

Wärmeleitfähigkeit von EDS-Kompositen

Basierend auf den vorausgehend charakterisierten thermo-physikalischen Eigenschaften der Komposite, sowie auf der nach dem archimedischen Prinzip gemessenen Dichte, kann die Wärmeleitfähigkeit der EDS-Komposite berechnet werden, um somit eine Aussage über die Befähigung, thermische Energie aus dem Reaktor zum Kühlwasser zu transportieren, treffen zu können. Abbildung 5.59 ist das Ergebnis der Wärmeleitfähigkeits-Berechnung über der Temperatur (Teilbild a) und über dem Wolfram-Gehalt bei 200 und 800°C (Teilbild b)) zu entnehmen. Die Dichte wurde, wie zuvor für die APS-Schichten, als Temperatur-unabhängig angenommen. Da die Bestimmung der Wärmekapazität mittels DSC bei Raumtemperatur unzureichend genau ist, werden nur Ergebnisse für $T \geq 200^{\circ}\text{C}$ angegeben.

Wie schon für die APS-Schichten ist auch der Verlauf der Wärmeleitfähigkeit über der Prüftemperatur ähnlich dem der Temperaturleitfähigkeit. Mit Ausnahme der höheren

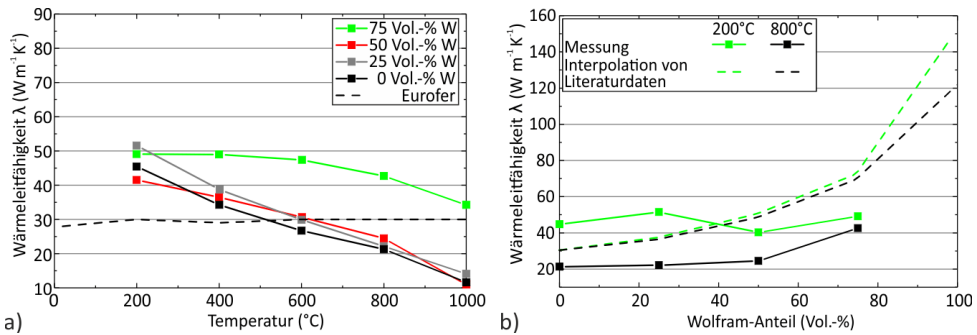


Abbildung 5.59.: Wärmeleitfähigkeit der EDS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile. a) über der Temperatur, b) über dem Wolfram-Gehalt.

Wärmeleitfähigkeit des 75 Vol.-% W-haltigen Komposits liegt die Leitfähigkeit aller Proben in einem ca $5 \text{ W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ schmalen Band, das bei 200°C in Höhe von ca. $45 \text{ W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ liegt und bis 800°C auf $25 \text{ W m}^{-1} \text{K}^{-1}$ absinkt. Bei 200°C zeigt das 50 Vol.-% W-haltige Komposit die niedrigste Leitfähigkeit, weil sich hierin nach der Herstellung relativ große Anteile des $\text{Fe}_{0,95}\text{W}_{0,05}$ -Mischkristalls finden, der die Wärmeleitfähigkeit insgesamt reduziert. Er ist zwar auch im 75 Vol.-% W-Komposit enthalten, wird hier jedoch durch die hohe Leitfähigkeit des Wolframs kompensiert.

Gegenüber den APS-Schichten ist bei 200°C speziell die Wärmeleitfähigkeit der EDS-Komposite geringer Wolfram-Gehalte nahezu doppelt so hoch wie die der APS-Schichten, was auf die zuvor erwähnte höhere Leitfähigkeit reinen Eisens gegenüber dem X12Cr13 zurückzuführen ist. Bei 800°C ist dafür die Wärmeleitfähigkeit der APS-Schichten etwas höher als die der EDS-Komposite, weil die ferritischen Anteile der Komposite eine starke Reduzierung der Wärmeleitfähigkeit mit höherer Temperatur aufweisen, wie anhand der Reineisen-Probe zu erkennen ist. Diese Abnahme findet offensichtlich in ähnlichem Umfang im Fe-W-Mischkristall statt, denn die Kurven der ≤ 50 Vol.-% W-haltigen Komposite verlaufen parallel zu der des reinen Eisens. Demgegenüber ist die Abnahme bei der 75 Vol.-% W-haltigen Probe nicht zu verzeichnen, weil der $\text{Fe}_{0,95}\text{W}_{0,05}$ -Anteil vergleichsweise gering ist. Das Gefüge besteht nach der Herstellung aus ca. 75 Vol.-% Wolfram, 21 Vol.-% Fe_7W_6 und nur zu 4 Vol.-% aus $\text{Fe}_{0,95}\text{W}_{0,05}$, wie die Gefügeanalyse ergab. Die niedrigere Wärmeleitfähigkeit gegenüber W-Vollmaterial geht folglich hauptsächlich auf die intermetallische Phase Fe_7W_6 und die hohe Grenzfläche im Komposit zurück, die offensichtlich beide weniger Temperatur-sensitiv sind als das Reineisen und der Fe-W-Mischkristall.

Mit den jeweiligen Berechnungs-Ergebnissen zeigt sich hinsichtlich der Wärmeleitfähigkeit bei 200 und 800°C über dem Wolfram-Gehalt anhand von Teilbild b) ein nahezu konstanter Verlauf. Bei 200°C liegt die Leitfähigkeit niedrig Wolfram-haltiger Komposite

über der mit dem Parallel-Modell interpolierten Leitfähigkeit von Eurofer- und Wolfram-Literaturdaten, die im FE Modell verwendet wurde. Für hoch Wolfram-haltige Komposite bei 200°C, sowie für alle Proben bei 800°C ist die Wärmeleitfähigkeit demgegenüber geringer als durch das Modell angenommen. Wie im Rahmen der Wärmeleitfähigkeit von APS-Schichten beschrieben, führt dies möglicherweise zu einer Überhitzung der Wolfram-Schutzschicht. Kann jedoch die RAFM-Stahlstruktur um die Stärke des FGM reduziert werden, erscheinen EDS-Komposite als FGM geeignet.

5.5.4. Mechanische Charakterisierung der EDS-Komposite

Nachdem die funktionelle Befähigung von EDS-Kompositen, thermisch induzierte Makrospannungen aufgrund der angepassten thermischen Ausdehnung umlagern zu können, bestätigt wurde, ist zu klären, ob die mechanischen Kennwerte für die Erfüllung struktureller Anforderungen ausreichen. Dies ist insbesondere wichtig, da die Stärke der RAFM-Stahlstruktur vor dem Kühlkanal bei Implementierung von EDS-FGMs möglicherweise zu reduzieren ist.

Mechanische Eigenschaften der EDS-Komposite wurden mittels 4-Punkt-Biegeversuchen nach der im Durchführungskapitel 4.2.4 beschriebenen Prüfvorschrift B ermittelt. Da die EDS-Komposite auch ohne eine Kerbe zwischen den inneren Auflagern brachen, konnte auf die Kerbe verzichtet werden. Die Ergebnisse der Versuche sind anhand von Biegespannung-Dehnung-Diagrammen in Abbildung 5.60 aufgeführt.

Auffällig erscheint umgehend die gegenüber den APS-Schichten ausgeprägte Plastizität der 25 Vol.-% W-haltigen Komposite. Diese ist insbesondere bei höherer Prüftemperatur markant, ohne dass die Biegefestigkeit dabei signifikant reduziert ist. Die Unterschiede zwischen EDS- und APS-Kompositen hinsichtlich der plastischen Dehnung sind mit den beschriebenen, mikrostrukturellen Beobachtungen zu begründen. Gegenüber dem martensitischen, spröden Gefüge des X12Cr13 in APS-Schichten weisen die EDS-Komposite mit 25 Vol.-% W eine weniger feste aber duktilere ferritische Matrix auf, weil kein Kohlenstoff im Eisengitter gelöst ist. Außerdem sind die APS-Schichten mit mehr Spröbruch-verursachenden Oxiden und Poren durchsetzt als die EDS-Komposite. Das duktile Bruchverhalten der genannten EDS-Komposite ist auch anhand von fraktografischen Untersuchungen zu erkennen.

Abbildung 5.61 zeigt die Bruchflächen der 25 Vol.-% W-haltigen Proben nach Durchbiegung bei Raumtemperatur und bei 300°C (Teilbilder a) und b)) sowie die Bruchflächen der 50 und 75 Vol.-% W-haltigen Biegebalken nach Messung bei Raumtemperatur (Teilbilder c) und d)). Für die zuletzt genannten Proben sind die Bruchflächen von der Prüftemperatur unbeeinflusst, weshalb lediglich repräsentativ die Raumtemperatur-Prüflinge dargestellt werden. Analog zur Fraktografie der APS-Proben wurden die Bruchflächen erst für die mikroskopische Untersuchung vollständig freigelegt, sodass keine Beläge darauf

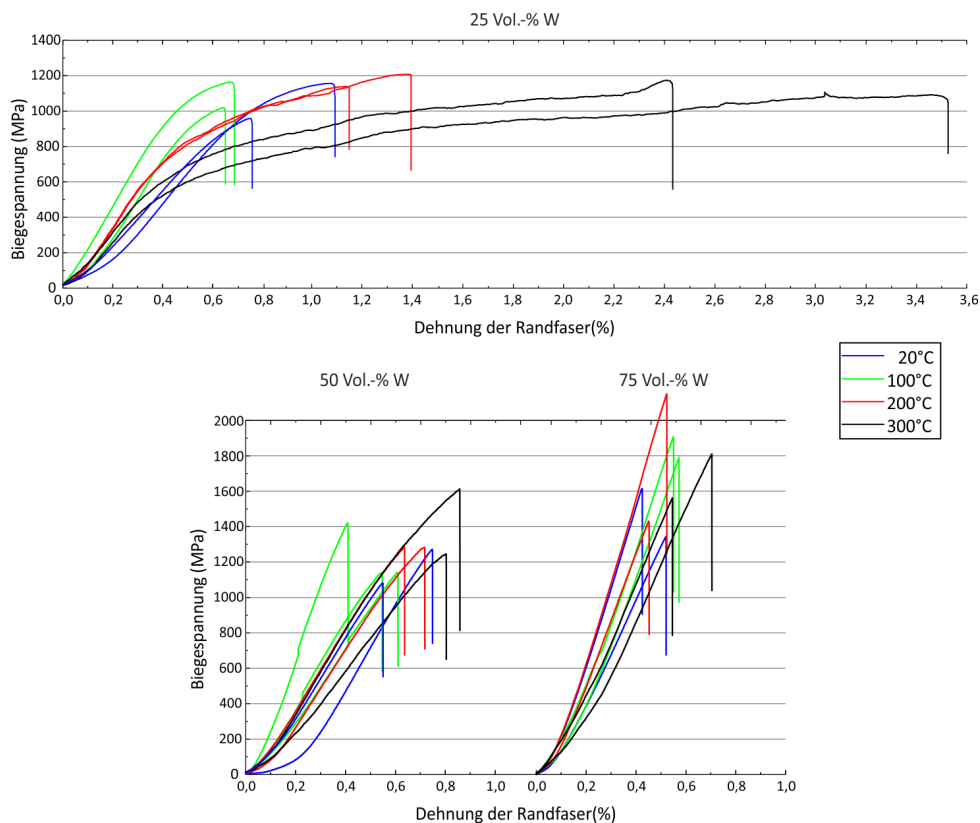


Abbildung 5.60.: Gegenüberstellung der Ergebnisse der 4-Punkt-Biegeversuche für EDS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile.

entstehen konnten.

Die beobachtete Plastizität der 25 Vol.-% W-haltigen Proben zeigt sich durch großflächige, unebene Bereiche in den Teilbildern a) und b). Diese stellen plastifiziertes Eisen dar und werden umgeben von glatten Bereichen, aufgetrennter Wolframverbindungen. In Teilbild b) sind die irregulären Bereiche gegenüber Teilbild a) etwas stärker ausgeprägt, sodass weniger glatte Wolframoberflächen in der Bruchfläche zu erkennen sind. Dies korreliert mit der beobachteten, höheren Plastizität bei erhöhter Prüftemperatur. Ob der Bruch entlang der Grenzflächen von gesinterten Partikeln, oder entlang von Grenzflächen innerhalb eines mechanisch legierten Partikels verläuft, ist nicht zu erkennen.

Mit höherem Wolfram-Gehalt ist die Befähigung der EDS-Komposite zu plastischer Dehnung nicht mehr gegeben, wie anhand von Abbildung 5.60, Teilbilder b) und c), zu erkennen ist. Dabei ist die Ursache zum einen in der Zunahme des allgemein spröde versagenden Wolfram-Anteils zu sehen, zum anderen in der Zunahme spröde versagender Grenzflächen durch den effektiveren Legier-Prozess mit höherem Wolfram-Anteil. Letzte-

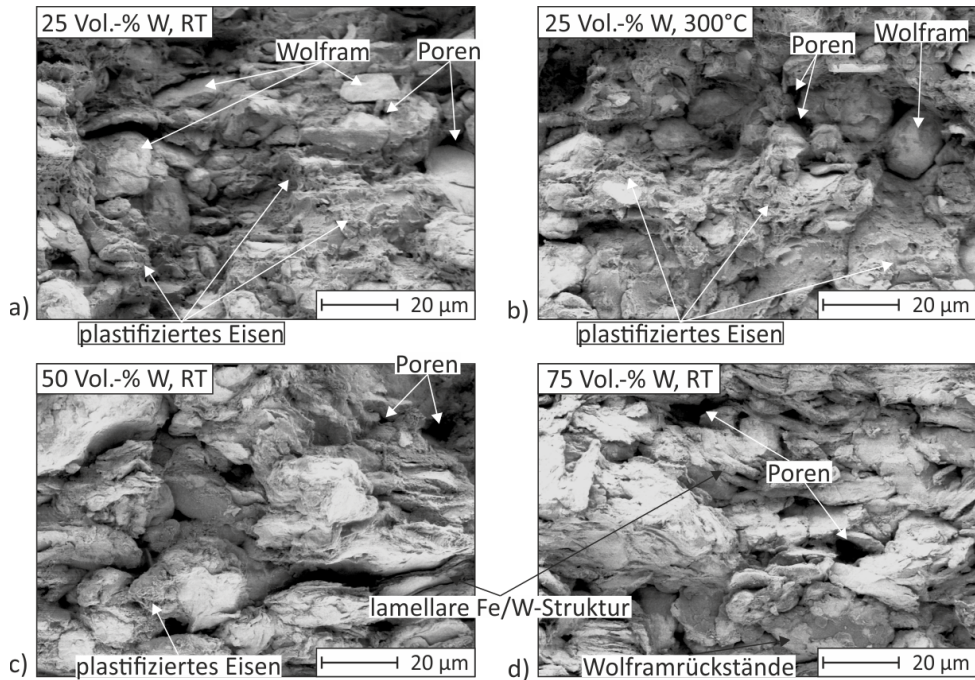


Abbildung 5.61.: Bruchflächen der getesteten 4-Punkt-Biegeproben aus EDS-Kompositen. Mit Ausnahme von Teilbild b) sind Bruchflächen von Proben dargestellt, die bei Raumtemperatur getestet wurden. Teilbild b) entstand nach Messung bei 300°C. Die Proben enthalten a) 25 Vol.-% W, b) 25 Vol.-% W, c) 50 Vol.-% W, d) 75 Vol.-% W.

res führt außerdem zu einer stärker unterbundenen Versetzungsbewegung im Eisen, was die Plastifizierbarkeit ohnehin stark begrenzt; im vorliegenden Materialsystem führen sie zusätzlich zur stärkeren Ausbildung des Fe-W-Mischkristalls bzw. der spröden intermetallischen Phase Fe_7W_6 , wodurch plastisches Verhalten hoch Wolfram-haltiger Komposite weiter unterbunden wird. Gleichermäßen wird die Festigkeit hierdurch gesteigert. Die Untersuchung der Bruchflächen (Abb. 5.61, Teilbilder c) und d)) belegt diese Interpretation durch weniger sichtbare plastifizierte Bereiche. Ob die Bruchflächen durch intra- oder interlamellar gebrochenes Wolfram entstanden sind, ist aufgrund der nicht sichtbaren, kleinen Wolframkörner anders als bei den APS-Schichten nicht zu erkennen. Die Morphologie der Bruchflächen weist jedoch darauf hin, dass der primäre Versagensmechanismus das Auftrennen von Lamellen- bzw. Partikelgrenzen ist.

In Abbildung 5.62 sind die aus den 4-Punkt-Biegeversuchen abgeleiteten mechanischen Kennwerte E-Modul (Teilbild a)), Fließgrenze (Teilbild b)) und Biegefestigkeit (Teilbild c)) über dem Wolfram-Gehalt aufgetragen. Qualitativ verhalten sich die Komposite entsprechend der mathematischen, linearen Interpolation von Literaturdaten bei Raum-

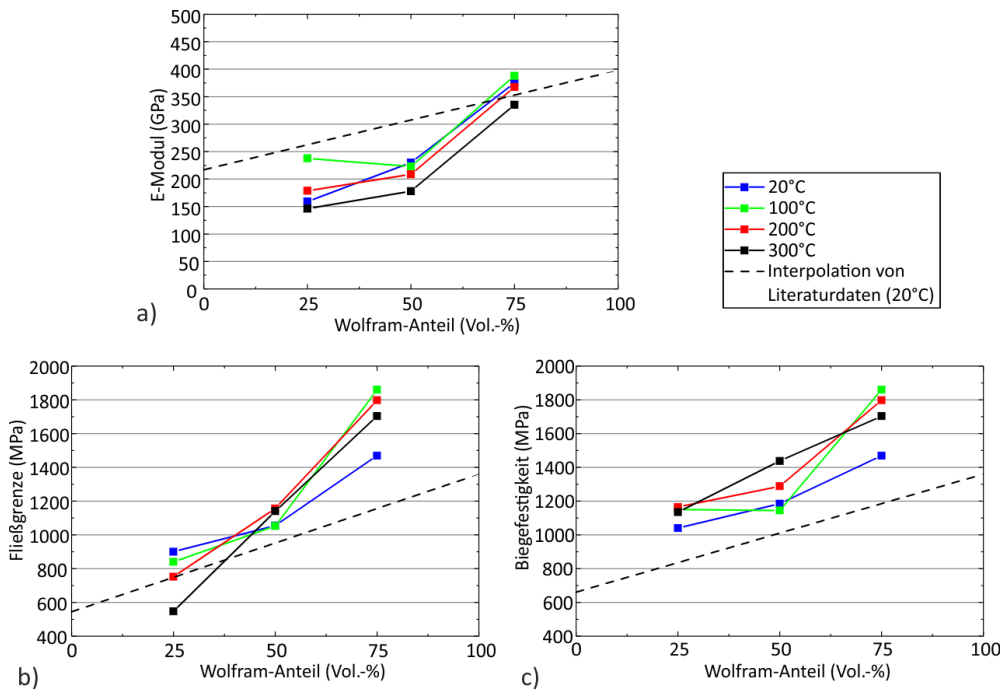


Abbildung 5.62.: Mechanische Kennwerte aus den den 4-Punkt-Biegeversuchen für EDS-Komposite über dem Wolfram-Anteil für Temperaturen von 20-300°C. a) E-Modul, b) Fließgrenze, c) Biegefestigkeit.

temperatur.

Für den E-Modul zeigt sich anhand des Teilbildes a), dass dieser für 75 Vol.-% W-haltige Komposite quantitativ mit dem Wert des mathematischen Modells übereinstimmt. Komposite mit 25 und 50 Vol.-% W weisen hingegen einen geringeren E-Modul auf als die mathematische Interpolation annimmt. Dies ist zunächst mit den ferritischen anstatt martensitischen Bestandteilen dieser Komposite zu begründen. Der E-Modul reinen Eisens beträgt bei Raumtemperatur lediglich 196 GPa, während RAFM-Stahl 220 GPa erreicht. Die Komposite weisen außerdem die Existenz fester Wolfram-Partikel auf. Das Phänomen von Mikroplastizität vor festen Ausscheidungen und eine damit einhergehende Absenkung des E-Moduls ist bei Gusseisen mit Kugelgraphit gut dokumentiert [198, 199]. Auch hier erreicht der E-Modul einen gegenüber der ferritischen Eisenmatrix um bis zu 35 GPa reduziertes Maximum von lediglich ca. 160-180 GPa [83]. Im Fall der 75 Vol.-% W-haltigen Komposite ist dieser Effekt möglicherweise ebenfalls zu verzeichnen. Das reine Eisen ist hier jedoch vollständig durch $\text{Fe}_{0,95}\text{W}_{0,05} + \text{Fe}_7\text{W}_6$ ersetzt. Da die darin enthaltenen 85 % Fe_7W_6 einen hohen E-Modul und eine hohe Fließgrenze aufweisen ($E_{\text{Fe}_7\text{W}_6}(\text{RT}) = 356 \text{ GPa}$, bzw. $R_{p0,2;\text{Fe}_7\text{W}_6}(\text{RT}) = 1800 \text{ MPa}$ [108]), wird in den 75 Vol.-% W-Kompositen relativ

betrachtet ein höherer E-Modul gemessen als in Proben, die lediglich reines Eisen bzw. den Fe-W-Mischkristall beinhalten. Entsprechend eines allgemein niedrigeren E-Moduls bei höherer Temperatur ist auch für die vorliegend untersuchten Komposite eine Tendenz zu Temperatur-induzierter Reduktion zu erkennen.

Hinsichtlich der Festigkeits-Kennwerte zeigt lediglich die Fließgrenze des 25 Vol.-% W-haltigen Komposit eine Temperatur-Abhängigkeit im Prüfbereich 20-300°C. Darüber hinaus weist die Fließgrenze der Komposite allgemein eine größere Zunahme mit dem Wolfram-Gehalt auf, als durch die mathematische Interpolation geschätzt, was ebenfalls durch die Zunahme der Menge des Mischkristalls und der intermetallischen Phase zu begründen ist. Wie bereits ausgeführt, führt deren Existenzen in Kombination mit einer hohen Grenzfläche auch dazu, dass plastische Verformungen für >25 Vol.-% W ausgeschlossen sind (vgl. Teilbild b) und c)) und die Komposite spröde versagen.

Mit den vorausgehenden Beschreibungen zeigen die EDS-Komposite auch über die positive, thermo-physikalische Bewertung hinaus eine Eignung als FGM für die erste Wand. Zwar versagen die Komposite hoher Wolfram-Gehalte für alle Prüftemperaturen spröde, allerdings sind die Festigkeiten sehr hoch. Außerdem können die spröden Anteile durch eine Anpassung der Legier-Parameter voraussichtlich reduziert werden. Die Prüftemperatur lag darüber hinaus im niedrigen Temperaturbereich der ersten Wand von DEMO. Es ist daher zukünftig zu untersuchen, ab welcher Temperatur die EDS-Komposite höherer Wolfram-Anteile eventuell doch duktil sind.

5.5.5. Machbarkeitsstudie zur Herstellung gradiert EDS-Komposite

Analog zu den Untersuchungen zum APS gilt es auch für das EDS, die Realisierbarkeit eines gradierten Komposits zu zeigen. Dafür wurden das 4 h lang legierte, 75 Vol.-% W-haltige Pulver, die jeweils 8 h lang legierten 50 und 25 Vol.-% W-Pulver und das nicht legierte, grobe Eisenpulver in dieser Reihenfolge aufeinander geschichtet. Es wurde jeweils so viel Pulver verwendet, dass die Teilschichten aus legiertem Pulver bei vollständiger Verdichtung 0,25 mm (25 Vol.-% W) und 0,5 mm (50 und 75 Vol.-% W) stark sind und die oberste Eisschicht 0,75 mm. Damit sollten die generell schlecht verdichtenden oberen 300 µm einer Probe kompensiert werden. Die 75 Vol.-% W-haltige Schicht ist nicht dicker eingestellt worden, weil vor dem Einfüllen der Pulver ein Substrat in die Anlage gelegt wurde, an das das FGM angeschweißt werden sollte. In verschiedenen Versuchen wurden unterschiedliche Substrate getestet, bei denen es sich jeweils um Scheiben mit einem Durchmesser von 18,5 mm handelte. Als Substrate wurden eine 1 und eine 3 mm starke, polierte Wolframscheibe in direktem Kontakt mit dem Pulver und unter Verwendung einer 1 mm starken, ebenfalls polierten, Vanadiumscheibe als Zwischenschicht verwendet.

Während die Pulver in den Versuchen einheitlich verdichten, zeigen sich hinsichtlich der Anbindung an das Substrat Unterschiede. FGMs, die direkt an ein Wolframsubstrat gefügt wurden, zeigen keine Anbindung. FGMs, die hingegen mit einer Vanadium-Zwischenschicht verbunden wurden, weisen eine stoffschlüssige Anbindung daran auf. Eine Verbindung zwischen den Scheiben aus Vanadium und Wolfram fand hingegen nicht statt. Die Gefüge der Teilschichten eines FGMs, das an eine Vanadiumscheibe gefügt wurde, sind in Abbildung 5.63 dargestellt.

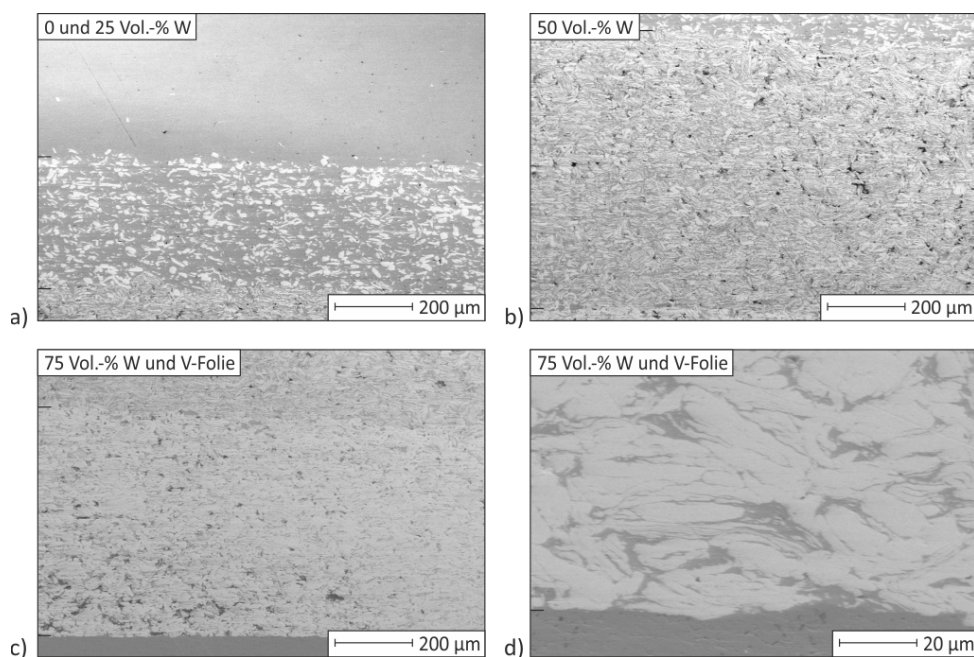


Abbildung 5.63.: Gefüge eines vierschichtigen EDS-FGM. a) 0 und 25 Vol.-% W, b) 50 Vol.-% W, c) 75 Vol.-% W + V-Folie, d) ebenfalls 75 Vol.-% W + V-Folie bei höherer Vergrößerung.

Analog zu den Beobachtungen für die APS-FGMs sind auch für das EDS vergleichbare Morphologien für die separat verdichteten und die gemeinsam verdichteten Schichten zu beobachten. Die Machbarkeit des Verfahrens zur Erzeugung von FGMs kann demnach ebenfalls bestätigt werden. Genau wie für das APS ist auch hier zu erwarten, dass die thermo-physikalischen und mechanischen Eigenschaften der FGM-Teilschichten den in dieser Arbeit gemessenen entsprechen. Eine Anbindung an ein Wolframsubstrat ist zwar nicht erreicht worden, jedoch konnte die W-reiche Seite an eine Vanadiumscheibe gefügt werden. BASUKI et al. haben gezeigt, dass diese bei ca. 700°C innerhalb von zwei Stunden mittels Diffusionsschweißen an ein Wolframgegenstück gefügt werden kann [41]. Dies sind die Parameter, bei denen ebenfalls die Stahl-reiche Seite an das RAFM-Substrat

gefügt wird, sodass eine FGM-beinhaltenende erste Wand-Komponente durch einen einzigen weiteren Prozessschritt gefügt werden kann. Problematisch zeigte sich in der Literatur jedoch bereits die Ausbildung der σ -Phase VFe [38, 40], weshalb weitere Bestrebungen notwendig sind, die Vanadium-Zwischenschicht zu umgehen.

6. Abschließende Gesamtdiskussion

6.1. Das FE Modell unter Berücksichtigung wahrer Schicht-Eigenschaften

Im Rahmen dieser Arbeit ist die Berechnung eines FE Modells mit theoretischen Materialeigenschaften durchgeführt worden. Darin wurden lediglich die ideal interpolierten Kennwerte des reinen Wolframs und RAFM-Stahls berücksichtigt, nicht jedoch Einflüsse durch mögliche intermetallische Ausscheidungen, Poren oder Grenzflächen im System. Insbesondere die mikroskopische Verteilung der Konstituenten eines FGM stellt, durch die Umverteilung von Makrospannungen in Mikrospannungen, eine Grundlage für die Funktion einer gradierten Schicht dar. Dies wird im bisherigen FE Modell ebenso wenig berücksichtigt, wie die damit verbundene hohe Anzahl von RAFM/W-Grenzflächen, deren Eigenschaften allerdings auch nur schwer messbar sind. Mithilfe der Ergebnisse der thermo-physikalischen und mechanischen Untersuchungen können zumindest die makroskopischen (homogenisierten) Eigenschaften realer Teilschichten, aus denen sich ein FGM zusammensetzt, in das FE Modell eingepflegt werden. Damit ist es möglich, die lineare Interpolation des Wolfram-Gehalts zu bewerten und mögliche erforderliche Anpassungen für die Einheits-Komponente vorzunehmen.

Im Folgenden wird das FE Modell mit den gemessenen Materialeigenschaften der EDS-Komposite im Vergleich zu einem Modell mit mathematisch linear interpolierten Wolfram-Gehalt diskutiert. Eine separate Behandlung mit Eigenschaften der APS-Komposite wird nicht durchgeführt, da diese grundsätzlich ähnliche thermo-physikalische Kennwerte wie die EDS-Komposite aufweisen. Zwar sind zugrundeliegende mikroskopische Mechanismen, die zu insgesamt ähnlichen Eigenschaften der Komposite beider Herstellungsverfahren führen, unterschiedliche, da jedoch ohnehin nur homogenisierte Kennwerte berücksichtigt werden, spielen mikroskopische Effekte der jeweiligen Teilschichten keine Rolle. Hinsichtlich der mechanischen Kennwerte zeigen die EDS-Komposite außerdem überlegene Eigenschaften gegenüber den APS-Schichten. In beiden im folgenden diskutierten Simulationen wird in Anlehnung an das Standardmodell eine 16 mm breite Komponente mit einem 1 mm starken FGM und einer 3 mm starken Wolfram-Schutzschicht untersucht. Das FGM besteht jeweils aus drei Schichten, die zu 25, 50 und 75 Vol.-% aus Wolfram bestehen. Die thermische Belastung beträgt 4 MW m^{-2} .

Abbildung 6.1 zeigt analog zu den Darstellungen der FE Modellierung im Ergebnis-Teil die Temperatur, Spannungskomponenten und plastische Dehnungen im FGM über den Lastschritten. Darin repräsentieren die gestrichelt dargestellten Verläufe das Verhalten des linear interpolierten FGMs und die ausgezogenen Verläufe das Verhalten des FGMs mit Eigenschaften von EDS-Kompositen. Anhand des Vergleichs der Verläufe zeigt sich für nahezu alle dargestellten Belastungen ein sehr ähnliches Bild. Durch die thermophysikalischen Messungen der EDS- und APS-Komposite wurde eine herstellungs- und kompositions-unabhängige niedrige Wärmeleitfähigkeit festgestellt, die lediglich auf dem Niveau von RAFM-Stählen liegt. Dies hat jedoch keinen nachteiligen Effekt für die Verwendung der Komposite in Komponenten der ersten Wand. Die Maximaltemperatur im FGM ist für alle Lastschritte nahezu identisch mit der im linear interpolierten FGM (Teilbild a)). Somit kommt es weder zu einer Überhitzung der Wolfram-Schutzschicht, noch zu einer Überschreitung der α - γ -Umwandlungstemperatur des Stahls (800°C) bei der untersuchten Belastung von 4 MW m^{-2} ($T_{\text{max}} \approx 770^{\circ}\text{C}$). Das von Mises Vergleichsspannungsmaximum (Teilbild b)) liegt demgegenüber nach Abkühlung von der Diffusionsschweiß-Temperatur (Lastschritt 1) im Modell des simulierten EDS-FGMs ca. 70 MPa höher als im linear interpolierten FGM. Die Ursache hierfür wird bei Betrachtung der assoziierten elastischen Vergleichsdehnungen anhand von Abbildung 6.2 deutlich. Während im Modell des linear interpolierten FGM die elastischen Dehnungen unterhalb des FGM in der Komponenten-Mitte maximal sind, ist das Dehnungsfeld im Modell mit EDS-Eigenschaften in das FGM verschoben. Als Ursache hierfür ist die geringere Steifigkeit des EDS-FGM aufgrund niedrigerer E-Moduli in den 25 und 50 Vol.-% W-haltigen Kompositen gegenüber der mathematischen Interpolation zu identifizieren (vgl. Abb. 5.62 a)). In der Folge kann das EDS-FGM im unteren Bereich etwas stärker durch die thermo-elastische Kontraktion nach dem Abkühlen von Diffusionsschweiß-Temperatur gekrümmt werden, als das FGM mit linear interpolierten Eigenschaften. Am äußeren Rand der W-FGM-Fügezone entstehen somit um ca. 70 MPa größere Zugspannungen orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} , die im entsprechenden Verlauf des Normalspannungsmaximums (Abb. 6.1 e)) abzulesen sind. Während das Normalspannungsmaximum parallel zur Fügezone σ_{xx} dabei nahezu unverändert bleibt (Teilbild d)), steigt das Scherspannungsmaximum aufgrund der vorausgehenden Erklärung ebenfalls an (Teilbild f)). Die allgemeine Zunahme der Spannungen nach dem Abkühlen von Diffusionsschweiß-Temperatur hat maßgeblichen Einfluss auf die Eignung eines FGM. Da das Zugspannungsmaximum ohnehin an der kritischen Fügenaht zwischen Wolfram und dem FGM auftritt, sollte es möglichst klein sein. Durch die Implementierung von realistischen Materialdaten in das Modell kann nun gezeigt werden, dass das Problem durch einfache mathematische Interpolation der Eigenschaften von Reinmaterialien unterschätzt und der positive Einfluss eines FGMs in der hier vorliegenden Ausführung überschätzt wird.

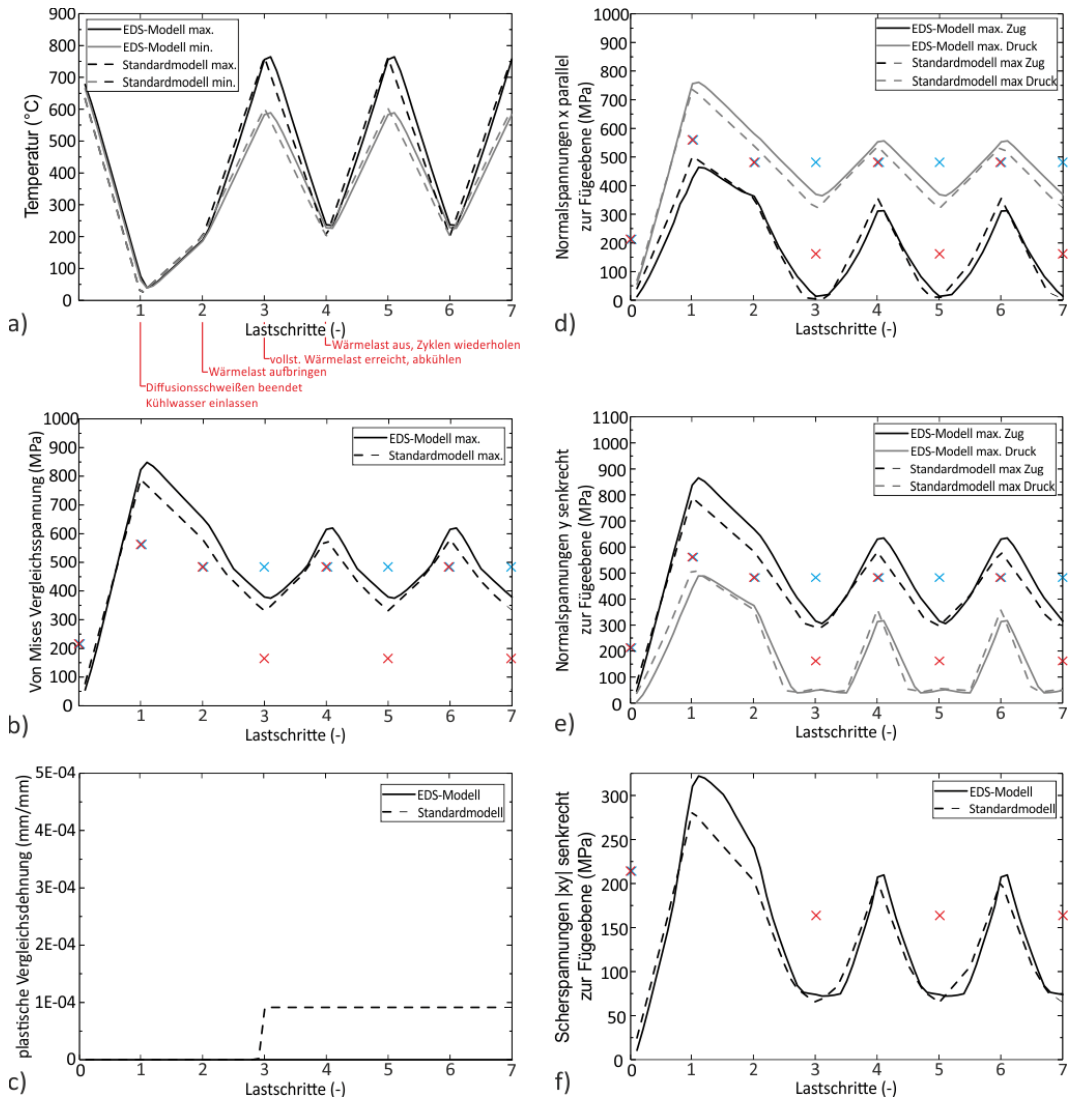


Abbildung 6.1.: Verläufe der Temperatur, Spannungen und plastischen Dehnungen im FE Modell einer Einheits-Komponente, die Materialeigenschaften der EDS-Komposite aufweist, entlang der Lastschritte. a) Temperatur-Minima und -Maxima in der gesamten Komponente sowie speziell im FGM, b) Minima und Maxima der Vergleichsspannungen nach von Mises, c) Maxima der plastischen Vergleichsdehnungen, d) Maxima der Zug- und Drucknormalspannungen parallel zur Füge-Ebene σ_{xx} , e) Maxima der Zug- und Drucknormalspannungen orthogonal zur Füge-Ebene σ_{yy} , f) maximale Beträge der Scherspannungen σ_{xy} . In den Verläufen der Spannungen ist zusätzlich die temperaturabhängige Fließspannung des simulierten RAFM-Stahls bei der jeweils kältesten Temperatur in der Komponente zu jedem Lastschritt (blaue Kreuze) und bei der höchsten im FGM auftretenden (rote Kreuze) eingezeichnet.

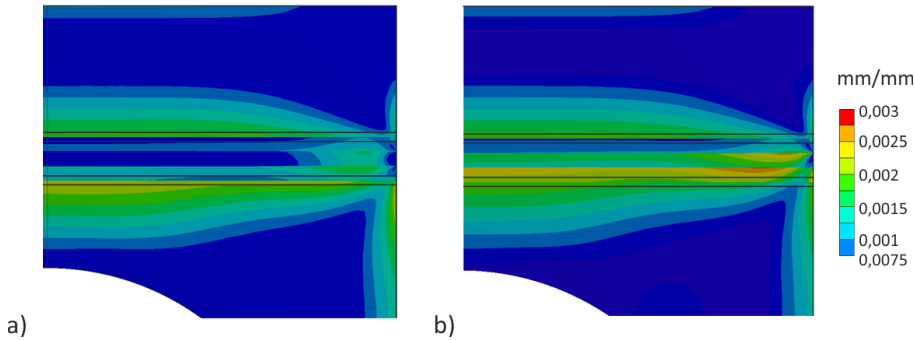


Abbildung 6.2.: Ausschnitt der oberen Ecke der Kontur-Diagramme elastischer Dehnungen nach Abkühlen von der Diffusionsschweiß-Temperatur vergleichend für das Modell des EDS-FGM und des linear interpolierten FGM. a) Modell mit linear interpoliertem FGM, b) Modell bei Verwendung der EDS-Eigenschaften im FGM.

Neben den elastischen Dehnungen und Spannungen sind insbesondere die plastischen Dehnungen in beiden Modellen zu studieren. Im Verlauf des plastischen Dehnungsmaximums (Abb. 6.1 c)) ist für das Modell des linear interpolierten FGMs eine Zunahme während des Aufbringens der ersten Volllast zu beobachten. Diese makroskopische, plastische Dehnung konnte am äußeren Rand der FGM-RAFM-Fügezone lokalisiert werden (vgl. Abb. 5.6). Hier treten bei thermischer Belastung ebenfalls Zugspannungen orthogonal zur Fügeebene σ_{yy} auf, die aufgrund der hohen Temperatur ein Fließen des RAFM-Stahlsubstrats bewirken. Für das Modell mit wahren FGM-Eigenschaften tritt demgegenüber in keinem der simulierten Lastschritte makroskopische, plastische Dehnung auf. Zwei Effekte sind hierfür ausschlaggebend: Zunächst werden die am Rand der Fügezone lokalisierten Dehnungen aufgrund der geringeren homogenisierten Steifigkeit des EDS-FGM in einen größeren Bereich in das FGM hinein umgelagert. Darüber hinaus wurden die Fließgrenze und die Festigkeit durch das linear interpolierte FGM unterschätzt, wie der Vergleich mit den gemessenen Kennwerten in Abbildung 5.62 b) zeigt. Die ohnehin kleineren Zugspannungen treten also in einem festeren Material auf. Hinsichtlich der plastischen Dehnung ist das FE Modell mit linear interpoliertem Wolfram-Gehalt im FGM folglich zu konservativ. Nicht geklärt ist demgegenüber bislang jedoch, ob die zyklische Belastung der Komponenten infolge von mikroplastischer Verformung der Fe- bzw. RAFM-Matrix im 25 Vol.-% W-haltigen EDS-Komposit zu einem Ermüdungsversagen führt. Bislang sind nur homogenisierte Eigenschaften der Komposite unter quasi-statischer Last charakterisiert worden.

Es kann zusammengefasst werden, dass das FE Modell mit linear interpoliertem Wolfram-Anteil eine akzeptable erste Näherung für thermisch belastete PFCs darstellt. Während makroskopische, plastische Dehnungen überschätzt werden, sind tatsächlich auftretende

Spannungen größer, als durch die mathematische Interpolation von Materialdaten vorhergesagt. Nicht getestet und simuliert worden sind zyklische Belastungen. Somit bleibt offen, ob Mikroplastizität und Grenzflächen lokal einen bislang nicht berücksichtigten Effekt besitzen. Ohne Messdaten ist dies jedoch auch nicht sinnvoll. Es müssten daher entweder homogenisierte Kennwerte an makroskopischen Proben ermittelt werden und diese in Form eines realistischen Schädigungsmodells in das FE Simulation eingepflegt werden, oder die tatsächliche Mikrostruktur mit den entsprechenden komplexen Eigenschaften simuliert werden. Letzteres erscheint aufgrund der Komplexität und der zeitlichen Variabilität aufgrund der Ausscheidung von intermetallischer Phase als unzugänglicher. Positiv ist hinsichtlich der Herstellungsverfahren zu bewerten, dass die niedrige Wärmeleitfähigkeit der FGMs keine Reduzierung der RAFM-Strukturstärke erfordert.

6.2. Evaluierung der Herstellungsmethoden

Im Kapitel 1.3 (Stand der Forschung) wurden diverse Qualitätskriterien für stoffschlüssige Fügungen genannt, denen auch die in dieser Arbeit erzeugten Zwischenschichten genügen müssen. Dazu zählen 1. eine kontinuierliche Fügezone ohne Hohlräume und Risse, sowie 2. die Existenz vollständiger Löslichkeit. Bei Verwendung von Zwischenschichten müssen diese ferner 3. einen angepassten thermischen Ausdehnungskoeffizienten, 4. eine höhere thermische Leitfähigkeit als der Strukturwerkstoff, 5. eine geringe Aktivierung und 6. einen hohen Widerstand gegen Strahlungsschäden besitzen.

Auf Grundlage des Ergebnis-Kapitels findet im Folgenden zunächst eine separate Evaluierung der hergestellten Schichten und ihrer Herstellungsmethoden statt. Die Kriterien 5 und 6 wurden in dieser Arbeit nicht untersucht, jedoch kann zumindest eine höhere Aktivierung der FGMs gegenüber der RAFM-Stahlstruktur und der W-Schutzschicht ausgeschlossen werden. Im Anschluss an die individuelle Evaluierung wird die Eignung der Schichten vergleichend zu bereits untersuchten Materialsystemen diskutiert.

Magnetron Sputtering

Das Magnetron Sputtering ist das einzig in dieser Arbeit verwendete Verfahren, das eine linear-kontinuierliche Schicht-Erzeugung ermöglicht. Zwar wurde hier nur ein dreischichtiges FGM erzeugt, generell ist das Verfahren auf Grundlage der entwickelten Parameter jedoch leicht auf linear-kontinuierlich gradierte FGMs anzuwenden, indem die Leistung der Magnetrons über der Zeit variiert wird. Die FE Simulation hat jedoch gezeigt, dass diese linear-kontinuierliche Gradierung tatsächlich nicht notwendig ist. 10 Teilschichten innerhalb eines FGM genügen demnach, um die Spannungen und Dehnungen an der ersten Wand eines Blanket-Moduls auf ein zulässiges Maß zu reduzieren. Wichtiger als die linear-kontinuierliche Gradierung eines FGM erscheint eine ausreichende Schicht-

dicke, die für die untersuchte Geometrie mindestens 700 μm betragen sollte. Mit dem Magnetron Sputtering konnte ein lediglich 3 μm starkes FGM hergestellt werden, weil das Eisen-Target beim Magnetron Sputtering dünn sein muss (hier 1 mm) und somit schnell aufgebraucht ist. Ein dickeres Target führt aufgrund des ferromagnetischen Charakters des Eisens zu einer zu starken Abschirmung des Magnetfeldes. Andere Verfahren des PVD, die eine linear-kontinuierlich gradierte Schicht ohne einen Dauermagneten abscheiden können, erreichen nur geringe Abscheideraten. Das PVD ist demnach für die erforderliche FGM-Stärke von 700 μm allgemein nicht geeignet. Letztlich ist auch die mögliche linear-kontinuierliche Gradierung bei Erwärmung des FGM auf anwendungsrelevante Temperaturen hinfällig. Innerhalb der thermodynamisch äußerst gleichgewichtsfernen Fe/W-MS-Schichten werden nach kurzer Zeit Eisen-reiche Ausscheidungen gebildet. Der größte Vorteil der atomaren Elemente-Verteilung gegenüber anderen Verfahren wird somit aufgehoben.

Flüssigphaseninfiltration

Die Infiltration von Wolfram-Gerüsten mit flüssigem Eisen wurde an ca. 70 Vol.-% Wolframhaltigen Kompositen durchgeführt. Als Motivation für diesen Ansatz dienten erfolgreich durchgeführte Infiltrations-Experimente von Wolfram-Gerüsten mit Kupfer, sowie eine vergleichsweise einfache Prozessführung. Untersucht wurde der Einfluss der Gerüst-Morphologie sowie der Infiltrationsdauer. Die Temperatur ist aufgrund der hohen Liquidus-Temperatur des Eisens ($T_{\text{Liq}}(\text{Fe})=1536^\circ\text{C}$) nicht frei wählbar, weshalb die Infiltration bei deutlich höheren Temperaturen stattfindet, als die des Kupfers ($T_{\text{Liq}}(\text{Cu})=1085^\circ\text{C}$). Unabhängig von der Morphologie des Wolfram-Gerüsts konnte kein Parameter gefunden werden, bei dem eine vollständige Infiltration des Gerüsts ohne die exzessive Bildung der intermetallischen Phase Fe_7W_6 stattfindet. Bereits nach ein-minütiger Infiltration bei 1550°C werden aufgrund der Anlösung des Wolfram-Gerüsts durch flüssiges Eisen große Mengen der Ausscheidungen gebildet, die in Folge einer peritektischen Reaktion in Form einer feinverteilten Struktur aus dem Fe-W-Mischkristall ausscheiden. Problematisch zeigt sich das Verfahren des Weiteren bei der Herstellung der Eisen-reichen Seite eines FGMs. Hierfür müsste ein Wolfram-Gerüst erzeugt werden, das eine offene Porosität in Höhe von ca. 75 Vol.-% aufweist, was mit höherem Aufwand verbunden ist (bspw. in Form des Sinterns komplex geformter Partikel oder eines anschließenden elektrolytischen Auflöses des Gitters) und somit der Vorteil einer einfachen Prozessführung entfällt.

Atmosphärisches Plasmaspritzen

Auf Grundlage diverser Arbeiten ist das Plasmaspritzen allgemein als ein geeignetes Verfahren für die Herstellung von gradierten Schichten identifiziert worden [58, 59, 71,

114]. Es können sowohl zwei Konstituenten in variablen Anteilen, als auch dicke Schichten großflächig erzeugt werden. Die Anwendbarkeit des Vakuumplasmaspritzens zur Herstellung von gradierten RAFM/W-Kompositen ist bereits durch WEBER und QU untersucht und belegt worden [71, 114]. Es war daher ergänzend zu untersuchen, ob auch mit dem einfacher anzuwendenden APS geeignete Schichten hergestellt werden können. In einem ersten Anlauf hat das gewählte, modifizierte Verfahren die grundlegende Befähigung der FGM-Herstellung bewiesen. Zwar weichen die tatsächlichen Zusammensetzungen der hergestellten, homogenen Schichten stark von den nominellen ab, eine gradierte Schicht geeigneter Stärke konnte aber dennoch eingestellt werden. Mit zunehmender Expertise können die Parameter des Spritzens so angepasst werden, dass die tatsächliche Zusammensetzung der nominellen entspricht.

Problematisch zeigen sich hingegen weiterhin die Porosität (hier bis zu 24 Vol.-%) sowie der hohe Oxid-Anteil in den abgeschiedenen Schichten. Erstere wurde auf die Spritzdistanz zurückgeführt, die für gewöhnlich materialspezifisch eingestellt wird. Für das Spritzen von zwei Materialien mit einer Düse ist dies verfahrensbedingt jedoch nicht möglich. Durch einen Kompromiss zwischen der optimalen Spritz-Distanz von X12Cr13 (330 mm) und Wolfram (200 mm) hin zu einem Mittelwert auf Grundlage der volumetrischen Zusammensetzung einer Schicht besitzen die Wolfram-Partikel eine zu geringe Viskosität und einen zu hohen Impuls [190, 191], was letztlich in einer erhöhten Porosität der abgeschiedenen Schicht resultiert. Mit größerer Entfernung von der optimalen Wolfram-Spritz-Distanz nimmt der Anteil von Makroporen zu. Das Beibehalten der optimalen Wolfram-Spritzdistanz für alle Kompositionen könnte somit zwar zu Schichten mit geringerer Porosität führen, wird aber unweigerlich durch eine stärkere Oxidation vorrangig von X12Cr13-Partikeln begleitet. Ohnehin ist die Sauerstoffkonzentration mit bis zu 2 Gew.-% bereits sehr hoch, was auf die starke Oxidation während der Flug-Phase zurückzuführen ist. Die Schmelzpartikel besitzen somit bereits beim Auftreffen auf das Substrat bis zu 2 Gew.-% Sauerstoff. Diese Ergebnis wird dadurch bekräftigt, dass unterschiedliche Substrat-Temperaturen im Bereich 500 bis 900°C keinen signifikanten Einfluss auf die Sauerstoff-Konzentration der Proben haben. Gewöhnlicherweise findet bei höheren Temperaturen eine schneller voranschreitende Oxidation statt. Dies ist hier jedoch nicht zu verzeichnen, woraus abgeleitet werden kann, dass der Sauerstoff aus der Flug-Phase stammt und der Schutzgasstrom das Substrat effektiv schützt. Während das positive Ergebnis der Schutzgas-Effektivität für die Verwendung einer möglichst hohen Substrat-Temperatur spricht, um herstellungsbedingte, thermisch induzierte Eigenspannungen zu reduzieren, konnte anhand der Gefügeanalyse ein hoher Anteil Mikroporen in Bereichen des X12Cr13 für Substrat-Temperaturen >500°C nachgewiesen werden, die von Fe_7W_6 -Ausscheidungen begleitet werden. Das Phänomen ist generell unerwünscht, weshalb das Plasmaspritzen allgemein auf Substraten geschehen sollte, die nicht heißer

als 500°C sind. Ergänzend ist zu nennen, dass auch niedrigere Substrat-Temperaturen weniger gut geeignet sind, weil hier höhere thermisch induzierte Eigenspannungen durch eine größere Temperaturdifferenz von Substrat und Schmelzpartikeln auftreten.

Aufgrund der generellen Eignung des Plasmaspritzens wurden die abgeschiedenen Schichten thermo-physikalisch bis 800°C und mechanisch bis 300°C charakterisiert. Es zeigte sich eine näherungsweise lineare Interpolation der thermischen Ausdehnungskoeffizienten, was dem Serienmodell zur Interpolation von Komposit-Eigenschaften entspricht und die grundlegende Eignung der APS-Schichten als FGM belegt. Ein klarer Zusammenhang für den Wolfram-Anteil und die Wärmeleitfähigkeit konnte nicht beobachtet werden. Die generell niedrige Leitfähigkeit wird mit der starken Präsenz von Poren und Oxiden, die orthogonal zur Wärmestrom-Richtung orientiert sind, begründet. Ebenso reduzieren intermetallische Ausscheidungen die Wärmeleitfähigkeit. Allgemein geht diese zurück auf den Transport von Energie über Atomgitterschwingungen (Phononen) und über Elektronen. Die Grenzflächen der genannten Charakteristika stellen Fehlstellen eines idealen Gitters dar, wodurch Schwingungen gestreut und die Leitfähigkeit reduziert werden. Ebenso ist kein klarer Zusammenhang zwischen dem Wolfram-Gehalt und den Festigkeits-Kennwerten zu beobachten, was im Kontext der Ergebnisse ebenfalls mit den genannten Fehlstellen (speziell Oxiden) begründet wurde.

Zusammenfassend kann im Rahmen der Evaluierung des APS für die FGM-Herstellung festgehalten werden, dass das Verfahren grundlegend befähigt ist, FGMs herzustellen. Für die Realisierung von gradierten RAFM/W-Schichten für die erste Wand von DEMO ist jedoch eine Reduzierung der Porosität und des Sauerstoff-Gehalts der Schichten erforderlich. Poren können in gewissen Grenzen durch eine Anpassung der Spritzparameter reduziert werden. Die signifikante Oxidation der Partikel während der Flug-Phase kann beim APS jedoch kaum kontrolliert werden. Die Substrat-Temperatur sollte trotz Berücksichtigung prozessinduzierter thermo-mechanischer Spannungen durchschnittlich 500°C nicht überschreiten.

Electro Discharge Sintering

Die Motivation für das Herstellen von Fe/W Kompositen mit dem EDS bestand in der lediglich kurzen Prozesszeit hoher Temperaturen. Mit manuell gemischten Fe/W-Pulvern resultiert die Herstellung insbesondere für hoch-Wolfram-haltige Gemische in sehr porösen Kompositen. Aufgrund der agglomerierten Wolfram-Partikel, die nicht verdichten, ist das EDS in dieser Form folglich nicht für die Herstellung von Fe/W-FGMs geeignet. Mit mechanisch legierten Pulvern, in denen die Konstituenten nach 4- und 8-stündigem Mischen bereits vor der Verdichtung innerhalb der Pulverpartikel fein verteilt sind, zeigen sich hingegen gute Ergebnisse. Grundsätzlich ist für das verwendete Materialsystem eine weitere Optimierung der Legier-Dauer notwendig, da beobachtet wurde, dass die Pulver mit

höherem Wolfram-Anteil stärker durchmischen, wodurch sehr viele Fe/W-Grenzflächen ausgebildet werden. Nichtsdestotrotz konnte auch bereits ohne eine weitere Optimierung der Legier-Parameter erfolgreich ein FGM mit angemessenen thermo-physikalischen und mechanischen Eigenschaften erzeugt werden. Die Teilsichten sind, wie die APS-Schichten, in ausreichender Stärke und mit einer feinen Gradierung herstellbar. Auf Grundlage der Porositätsmessung hat sich die höchst-mögliche Entladeenergie der EDS-Anlage (80 kJ) in Kombination mit einem Pressdruck von 282 MPa (80 kN) als geeigneter Parametersatz für das Verdichten gezeigt. Die Erzeugung von Kompositen mit >75 Vol.-% W konnte nicht realisiert werden, ist nach Aussage der FE Simulation jedoch auch nicht erforderlich. Demnach führt auch die Implementierung eines dreilagigen FGMs, dessen Teilschichten 25, 50 und 75 Vol.-% Wolfram beinhalten, zu einer deutlichen Reduzierung von Makrospannungen und makroskopischen, plastischen Dehnungen. EDS-Komposite, die mit 80 kJ Entladeenergie und 388 MPa (110 kN) Pressdruck erzeugt wurden, weisen eine lineare Interpolation des thermischen Ausdehnungskoeffizienten über dem Wolfram-Gehalt auf und besitzen somit, genau wie die APS-Schichten, die grundlegende Fähigkeit thermisch induzierte Makrospannungen umzulagern. Die thermische Leitfähigkeit aller EDS-Komposite liegt geringfügig über der der APS-Schichten, jedoch trotzdem lediglich auf dem Niveau von Eurofer. Anders als beim APS ist dies nicht primär auf Oxide, sondern auf die genannte hohe Anzahl der Fe-W-Grenzflächen und lediglich sekundär auf Oxide und Poren zurückzuführen. Während eine Optimierung der Legier-Parameter die Anzahl der Grenzflächen insbesondere in hoch Wolfram-haltigen Proben reduzieren kann, führt die Reduzierung des Pressdrucks von 388 MPa auf 282 MPa zu weniger Poren. Wie die FE Simulation in Kapitel 6.1 zeigte, ist eine Reduzierung der Grenzflächen vor dem Hintergrund einer höheren Wärmeleitfähigkeit zwar nicht erforderlich, sie ist jedoch aufgrund von thermodynamischen Aspekten relevant.

Eine hohe und näherungsweise linear über dem Wolfram-Anteil abgestufte Fließgrenze und Festigkeit der EDS-Komposite belegen ihre Eignung als Spannungen-relaxierende Zwischenschicht ebenfalls unter struktureller Betrachtung. Als nachteilig ist dennoch die hohe Sprödigkeit von Kompositen mit ≥ 50 Vol.-% W hervorzuheben. Es bleibt zu untersuchen, ob die Spröd-Duktil-Übergangstemperatur durch eine Anpassung der Legier-Parameter und die damit verbundene Reduzierung der Grenzflächen herabgesetzt werden kann. Die Reduzierung der Grenzflächen ist ohnehin vor dem Hintergrund der thermodynamischen Instabilität des Systems anzustreben, speziell wenn aufgrund von Plasmainstabilitäten ein erhöhter Wärmeeintrag in die erste Wand und somit Temperaturen $>800^\circ\text{C}$ im FGM zu berücksichtigen sind. Mit Dilatometrie-Messungen konnte gezeigt werden, dass hierdurch ein starker Volumenzuwachs stattfindet, der auf die Bildung der Fe_7W_6 -Phase und gerichtete Leerstellendiffusion zurückzuführen ist. Gegen eine Reduzierung der Fe-W-Grenzflächen spricht auf der anderen Seite die damit all-

gemein einhergehende Vergrößerung der Konstituenten-Bereiche. Die feine Verteilung der Konstituenten stellt die mikromechanische Grundlage der Funktion von FGMs dar. Um sowohl der Umwandlung von Makrospannungen in Mikrospannungen, als auch der thermo-dynamischen Stabilität des Systems sowie der Wärmeleitfähigkeit und der Zähigkeit gerecht zu werden, muss ein Kompromiss der Größe von Fe- und W-Bereichen gefunden werden.

Neben den Materialeigenschaften von EDS-Kompositen ist auch das EDS-Verfahren selbst für die Herstellung von FGMs für die erste Wand von DEMO zu evaluieren. Da die Probengröße der EDS-Komposite voraussichtlich nicht stark vergrößert werden kann, ohne die Energiedichte der Entladung zu reduzieren, scheint die Herstellung kleiner Komponenten mit der Grundfläche eines regelmäßigen Sechsecks sinnvoll. Somit könnte die ca. 1200 m^2 große erste Wand von DEMO durch eine Waben-Struktur ausgekleidet werden. Wird eine maximale Seitenlänge von 10 mm der Sechsecke angenommen (Durchmesser 20 mm), müssten ca. $4,6 \cdot 10^6$ EDS-Komposite produziert werden. Diese Zahl erscheint zunächst hoch, ist aufgrund der guten Parallelisierbarkeit der Arbeitsabfolge beim EDS aber technisch möglich. Schwieriger stellt sich die bisher ungelöste Aufgabe dar, die gradierten EDS-Schichten an ein Stück aus Wolfram-Vollmaterial zu fügen. Dies konnte prozessintegriert aufgrund der hohen elektrischen und thermischen Leitfähigkeit des Wolfram bislang nicht ermöglicht werden. Lediglich das direkte Anschweißen an eine dünne Vanadium-Folie gelang.

Vergleich zu existierenden Ansätzen zur Herstellung von Blanket-Modulen

Durch die vorausgehende Evaluierung der durchgeführten Herstellungsmethoden auf Grundlage allgemeiner Qualitätskriterien für stoffschlüssige Fügungen und auf Grundlage des FE Modells sind das Magnetron Sputtering und die Flüssigphaseninfiltration nicht als geeignete Verfahren zu betrachten. Das (atmosphärische) Plasmaspritzen und das Electro Discharge Sintering hingegen erzeugen FGMs, für die angemessene Eigenschaften nachgewiesen werden konnten.

Als problematisch stellt sich bei der Herstellung von direkten Eisenbasis-Wolfram-Grenzflächen immer die Bildung intermetallischer Phase dar. Das Qualitätskriterium einer vollständigen Löslichkeit der Konstituenten kann folglich nicht eingehalten werden. In der Literatur wurden daher, wie im Kapitel 1.3 (Stand der Forschung) dargelegt, diverse alternative Materialsysteme zum Fügen von RAFM-Stahl und Wolfram vorgeschlagen. Das Einbringen von Vanadium-Folien führte dabei zur Ausbildung der σ -Phase VFe [36, 38–41]. Eine Ti-Diffusionsbarriere zwischen Vanadium und dem RAFM-Stahl hatte die Ausscheidung von sprödem Fe_xTi_y , TiC und einer Cr-reichen σ -Phase zur Folge [36, 43, 44, 49–51]. Das Ersetzen der Titan-Diffusionsbarriere durch Nickel ist ebenfalls nicht möglich, da dies zur Bildung von langlebigen Radioisotopen, Rissen, sowie Kirkendall-Poren an

der V-Ni-Grenzschicht führt [45]. Darüber hinaus werden intermetallische Ni-reiche Ausscheidungen gebildet, die auch durch das Entfernen der V-Folie nicht umgangen werden können [46]. Der einzige Ansatz, bei dem ein thermodynamisch stabiles System erzeugt wurde, ist die Verwendung einer Kupfer-Zwischenschicht [47]. Diese besitzt jedoch einen hohen thermischen Ausdehnungskoeffizienten und kann Dehnungen nur durch Plastifizierung relaxieren. Außerdem sind Kupfer und Kupferlegierungen aufgrund der niedrigen Solidustemperatur für die in DEMO auftretenden thermischen Lasten ungeeignet. Das Löten ist mit den existierenden Ag- und Cu-Basisloten für die Fusionstechnologie aufgrund der Aktivierung von Silber, sowie der genannten Problematik für Kupfer allgemein nicht möglich.

Anhand der vorausgehenden Zusammenfassung ist abzulesen, dass die thermodynamische Stabilität der Materialkombination W-x-RAFM-Stahl ein universelles Problem darstellt. Für eine Selektion des am besten geeigneten Materialsystems müssten entweder die Eigenschaften aller auftretenden Phasen gemessen werden oder der (nachteilige) Einfluss auf die Fügung durch einen empirischen Vergleich aller Materialsysteme unter anwendungsrelevanten Belastungen ermittelt werden. Bislang ist ein Nachteil von RAFM/W-FGMs aufgrund der intermetallischen Fe_7W_6 -Phase gegenüber anderen Materialsystemen nicht bekannt. Demgegenüber konnte die Fähigkeit der Umlagerung von Makrospannungen und Dehnungen bereits belegt werden. Sollte außerdem das Hinzulegen von Nickel in den Stahl-Bestandteil von FGMs gestattet werden, existiert ein gangbarer Weg die Bildung der Fe_xW_y -Phasen zu unterdrücken [150], was in anderen Materialsystemen bislang nicht erreicht wurde.

Von den in der Literatur genannten Verfahren zur Herstellung gradierter RAFM/W-Schichten wie dem RSUHP [39, 70], dem VPS [39], dem HIP [49–51] oder der elektrolytischen Abscheidung [75, 76] stellen lediglich das VPS und das HIP industriell umsetzbare Verfahren zur Erzeugung von Schichten mit geeigneten Eigenschaften dar. Die in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Methoden APS und EDS ergänzen das Feld um zwei Alternativen. Dabei scheint das VPS unter Berücksichtigung der Schichteigenschaften eine aussichtsreichere Methode darzustellen als das APS, auch wenn die Prozessführung komplexer ist. Die Eigenschaften einzelner Teilschichten eines damit erzeugten FGM sind jedoch noch nicht im Detail untersucht worden. Diese Wissenslücke stellt allgemein, also auch für die Bewertung der übrigen Verfahren, eine Herausforderung dar. Häufig werden erzeugte FGMs optisch analysiert und anschließend umgehend thermo-zyklisch belastet, ohne wichtige Eigenschaften und somit Versagensmechanismen der einzelnen Teilschichten zu kennen.

7. Zusammenfassung und Ausblick

7.1. Zusammenfassung

Ziel dieser Arbeit ist eine Charakterisierung von gradierten RAFM/W-Schichten, die als Zwischenschicht beim Fügen von RAFM-Stahl und Wolfram für Blanket-Module von DEMO verwendet werden sollen. Dafür wurde zunächst eine FE Simulation entwickelt, die geometrische und strukturelle Randbedingungen eines FGM für die erste Wand liefert. Im experimentellen Teil dieser Arbeit sind anschließend homogene Eisenbasis/Wolfram-Komposite und -FGMs hergestellt sowie mikrostrukturell, thermo-physikalisch und mechanisch charakterisiert worden. Anschließend sind die gemessenen Eigenschaften in das FE Modell implementiert worden, wodurch die Eignung der FGMs in der ersten Wand beurteilt werden konnte. Auf dessen Grundlage, sowie der mikrostrukturellen Bewertung, konnten die FGMs abschließend mit alternativen Materialsystemen zum Fügen von PFCs verglichen und eingeordnet werden. Im Rahmen dieser Arbeit wurden folgende Erkenntnisse erlangt.

1. Die FE Simulation einer Komponente von Blanket-Modulen hat ergeben:
 - Als kritische Spannungen wurden Zugspannungen nach dem Diffusionsschweißen orthogonal zur Fügezone an der W-RAFM-Grenzfläche am Rand der Komponente identifiziert.
 - Das Einbringen eines ca. 1 mm starken FGMs in die RAFM-Wolfram-Fügezone führt gegenüber einer direkten Fügung zu diversen Vorteilen:
 - Maximale makroskopische Spannungen, die nach dem Diffusionsschweißen auftreten, können um ca. 100 MPa reduziert werden.
 - Das Zug- und das Vergleichsspannungsmaximum unter thermischer Last können aus dem kritischen Bereich der Fügung entfernt und in die tiefer liegende RAFM-Stahlstruktur umgelagert werden.
 - Der Betrag plastischer Dehnungen, die generell im RAFM-Stahl nahe der Fügezone maximal sind, können unter thermischer Belastung durch 4 MW m^{-2} um den Faktor 600 reduziert werden.

- Anhand von Parameterstudien ist hinsichtlich der geometrischen und strukturellen Randbedingung von FGMs herausgefunden worden, dass
 - ein FGM zwischen 3 und 10 Teilschichten enthalten sollte, deren volumetrische Zusammensetzung mindestens von 25 bis 75 Vol.-% Wolfram variieren sollte
 - eine FGM-Stärke zwischen 0,7 bis 1,5 mm einzustellen ist. Andernfalls werden Spannungen und Dehnungen nicht ausreichend kompensiert bzw. es kommt zu einer Überschreitung der zulässigen Höchsttemperatur im FGM (800°C).
 - die Grundfläche einer Einheits-Komponente, die in poloidaler und in toroidaler Richtung repetitiv an der ersten Wand angeordnet wird, bei thermischer Last bis 4 MW m^{-2} nicht größer $16 \times 16 \text{ mm}^2$ sein darf.
- 2. Hinsichtlich der Herstellung von gradierten Schichten ist festzuhalten, dass
 - die Dünnschichtverfahren des PVD und die Flüssigphaseninfiltration für die Herstellung von FGMs in ausreichender Dimension und Güte nicht geeignet sind.
 - das APS und das EDS als Herstellungsverfahren für FGMs geeignet sind:
 - Die thermische Ausdehnung der Schichten beider Verfahren (gemessen bis 800°C) entspricht einer linearen Interpolation von reinem Wolfram und reinem Eurofer.
 - Die Wärmeleitfähigkeit der Schichten (gemessen bis 800°C) liegt allgemein auf dem Niveau von Eurofer.
 - Die mechanischen Eigenschaften E-Modul und Fließgrenze (gemessen bis 300°C) weisen eine günstige Kombination für die Relaxation von Spannungen und die Vermeidung plastischer Dehnung auf. Die Composite versagen jedoch zumeist spröde.
 - Die Porosität von EDS-FGMs konnte durch mechanisches Legieren der Ausgangspulver auf $<5 \text{ Vol.-%}$ reduziert werden, während die hohe Porosität der APS-Schichten (bis zu 24 Vol.-%) durch eine Zunahme der Spritzdistanz zu reduzieren ist.
 - Problematisch stellt sich für die APS-Schichten eine starke Oxidation dar, sowie für beide Herstellungsverfahren das prozessintegrierte Anbinden der FGMs an ein Wolfram-Gegenstück.
- 3. Die Implementierung gemessener FGM-Eigenschaften in das FE Modell zeigt ferner, dass

- die Eignung eines FGM, makroskopische Spannungen zu reduzieren, durch einfache Interpolationsmodelle zur Beschreibung von FGM-Eigenschaften überschätzt wird
 - die Eignung eines FGM, makroskopische Dehnungen zu reduzieren, unterschätzt wird
 - die niedrige Wärmeleitfähigkeit eines FGM bei thermischer Last bis 4 MW m^{-2} weder zu einer Überhitzung der Wolfram-Schutzschicht, noch zu einer Überschreitung der α - γ -Umwandlungstemperatur im FGM führt.
4. Insgesamt konnte durch die Herstellung und Charakterisierung von FGMs ein gangbarer Lösungsweg gefunden werden, um bislang als problematisch eingestufte, thermisch induzierte (makroskopische) Spannungen und plastische Dehnungen in der ersten Wand des Fusionsreaktors DEMO zu minimieren.

7.2. Ausblick

Zukünftige Arbeiten zur Untersuchung von gradierten Fügungen von RAFM-Stahl und Wolfram sind zweigeteilt zu benennen. Einerseits muss die Simulation weiter entwickelt, andererseits die Herstellung von FGMs, die Fügung zu einer Komponente, sowie dessen Verhalten im Belastungsfall detailliert untersucht werden.

Simulation

Hinsichtlich der rechnerischen Behandlung von Komponenten der ersten Wand von DEMO gilt es zunächst, verlässlichere Kennwerte der verwendeten Materialien zu implementieren. Wie insbesondere die Untersuchungen in dieser Arbeit zur Wärmeleitfähigkeit und zu den mechanischen Kennwerten gezeigt haben, ist eine Interpolation aufgrund bestehender mathematischer Modell nicht korrekt. In Abhängigkeit von der Herstellungsmethode einer gradierten Schicht sind unterschiedliche mikrostrukturelle Charakteristika (Eigenspannungen, Grenzflächen, Poren, intermetallische Ausscheidungen, Risse) zu berücksichtigen, die das Verhalten von FGMs beeinflussen. Diese teilweise temperaturabhängigen Einflüsse müssen im Rahmen von Simulationen erfasst werden. Hierfür können entweder homogenisierte Materialeigenschaften von Teilschichten der FGMs ermittelt und auf deren Grundlage angepasste Schädigungsmodelle in die FE Simulation gepflegt werden, oder es werden die tatsächlichen Eigenschaften der einzelnen Charakteristika ermittelt und auf eine mikrostrukturbasierte Simulation angewendet. Weiterhin sind (richtungsabhängige) Verfestigung, die α - γ -Umwandlung des Stahls, visko-plastisches Materialverhalten, Neutronenschädigung, sowie Erholung und Rekristallisation zu implementieren. Auch für die anderen im Kapitel zum Stand der Forschung (Kap. 1.3) genannten Ansätze zum

Fügen von Wolfram und RAFM-Stahl sind diese Eigenschaften noch nicht erfasst und in FE Simulationen berücksichtigt worden, was im Sinne der Vergleichbarkeit aller Ansätze zu tun ist.

Über die detailliertere Beschreibung der Materialeigenschaften hinaus sind für das FE Modell weitere Randbedingungen zu berücksichtigen und eine optimierte Geometrie für Blanket-Module zu ermitteln. Bislang wurde lediglich ein zweidimensionales Modell einer Wasser-gekühlten Einheits-Komponente untersucht, für die eine thermische Last auf die Oberfläche aufgebracht wird. Es bleibt zu studieren, wie sich eine dreidimensionale Komponente verhält, die außerdem durch eine alternative Kühlung (bspw. heißeres Wasser oder Helium) und durch volumetrische Erwärmung aufgrund von Neutronen belastet wird. Geometrisch sind eine weitere Kastellierung der Wolfram-Schutzschicht und eine Variation der W- und RAFM-Stahl-Schichtdicken zu untersuchen.

Experimentelles

Auf Grundlage des vorausgehend genannten müssen sowohl FGMs, die im Rahmen dieser Arbeit hergestellt wurden, als auch solche anderer Herstellungsverfahren, tiefgreifender charakterisiert werden. Speziell ist das thermodynamische und mechanische Verhalten der einzelnen Teilschichten bei hohen Temperaturen unter Berücksichtigung des Einflusses von Grenzflächen interessant. Die Teilschichten sollten daher ausgelagert und durch mikro- und makromechanische Prüfung untersucht werden. Die Ergebnisse können als Grundlage für ein Schädigungsmodell von FGMs im Rahmen der FE Simulationen dienen.

Im Rahmen des APS ist die Oxidation der Partikel während der Flug-Phase und die Porosität durch beispielsweise modifizierte Spritz- und Speisedistanzen zu verringern. Eine aussichtsreiche Alternative besteht außerdem im VPS. Für das EDS ist eine Optimierung der Parameter für das mechanische Legieren der Ausgangspulver notwendig.

Unter Berücksichtigung der Komponenten-Herstellung bleibt offen, wie die FGMs bereits während der Herstellung an ein Wolframsubstrat angebunden werden können. Für das Plasmaspritzen wird daher bereits die Strukturierung von Wolframsubstraten untersucht. EDS-Komposite konnten ebenfalls nicht prozessintegriert an ein Wolframstück geschweißt werden. Auch hier bietet die Variation der Substratoberfläche Spielräume. Sollte das Fügen an Wolframsubstrate gelingen, können die Komponenten mittels Diffusionsschweißen an RAFM-Stahl-Gegenstücke angebunden und anschließend durch thermo-zyklische Belastung in einer Elektronenstrahlanlage hinsichtlich thermo-mechanischer Ermüdung untersucht werden. Hier gilt es auch bestehende, alternative Materialsysteme und Fügeverfahren vergleichend zu bewerten.

Anhang

A. Diffusionsschweißen

Die im Rahmen dieser Arbeit erzeugten gradierten Schichten sollen im Idealfall künftig direkt auf Wolfram-Substraten abgeschieden werden, da Wolfram-Vollmaterial ideale Eigenschaften als Plasma-zugewandte Schutzschicht besitzt. An diese W-FGM-Kombination soll in einem folgenden Arbeitsschritt die RAFM-Stahlstruktur angefügt werden, was mittels des Diffusionsschweißens geschieht. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit sind erste Versuche zum Fügen von RAFM Stählen durchgeführt worden, die im folgenden Kapitel aufgeführt werden.

A.1. Grundlagen des Diffusionsschweißens

Das Diffusionsschweißen ist nach GERKEN und OWCZARSKI ein Festkörperschweißverfahren, bei dem die diffusionsbedingte Verbindung zweier Oberflächen mit möglichst geringer globaler Verformung der Fügeteile einhergeht [200]. Diese recht allgemein gehaltene Definition wird in DIN 1910 weiter spezifiziert, indem das Diffusionsschweißen „unter Anwendung von Kraft ohne oder mit Schweißzusatz“ beschrieben und in die Gruppe der Pressschweiß-Verfahren eingegliedert wird [201]. Um die benötigten Diffusionsprozesse der Atome über die Stoßfläche hinweg zu aktivieren, werden die Fügeteile entweder lokal an den Stoßflächen oder vollständig auf Temperaturen $>0,5 T_{\text{sol}}$ erwärmt [201–203]. Temperaturen $>0,7 T_{\text{sol}}$ sind dabei aufgrund von Entfestigung und exzessivem Kornwachstum zu vermeiden [202].

Neben der Schweißtemperatur nehmen weitere Parameter Einfluss auf den Schweißprozess. Diese sind die Morphologie der Fügeflächen, der Schweißdruck, die Schweißzeit und der Druck des umgebenden Schutzgases bzw. die Reinheit des Vakuums. Die Morphologie ist so zu manipulieren, dass Hohlräume, die durch das Auflegen der Fügeteile entstehen, ein möglichst kleines Verhältnis von Höhe zu Breite aufweisen [204]. Schweißdruck und Schweißzeit sind in Abhängigkeit der gewählten Temperatur einzustellen sowie auf das jeweilige Materialsystem abzustimmen. Technisch etabliert haben sich Schweißzeiten von <240 min, wobei die Aufheiz- und Abkühlphase deutlich längere Zeiten als das eigentliche Fügen benötigen können [202]. Das Fügen selbst kann in drei Phasen, dargestellt

in Abbildung A.1 und ausgezeichnet durch unterschiedliche ablaufende Mechanismen, unterteilt werden [202]:

1. Herstellung eines metallischen Kontaktes durch Verformung der Berührungsfläche und das Aufbrechen flächiger Beläge (t_0).
2. Vergrößerung der Berührungsfläche durch Plastifizierung und Abbau von Mikrospitzen (t_1).
3. Verbindung der Grenzflächen durch Oberflächendiffusion mit einer Bewegung von Atomen über die Berührungsflächen hinaus und Entstehen eines neuen Gefüges durch Kornwachstum über die Grenzflächen hinweg (t_2).

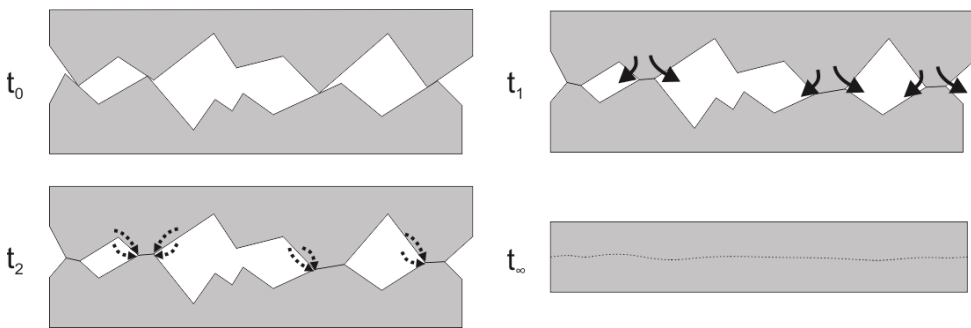


Abbildung A.1.: Phasen des Diffusionsschweißens: t_0 : Herstellen eines Kontaktes, t_1 : Vergrößern der realen Kontaktzone durch Mikroplastizität, t_2 : Stofftransport vergleichbar zum Sintern, t_∞ : Vollständige Fügung.

Insbesondere für die erste und zweite Phase ist eine reine Oberfläche der Fügezonen relevant. Oberflächenbeläge, bspw. in Form von Oxiden, müssen vor dem Prozess weitestgehend entfernt und deren Neuentstehung verhindert werden, da diese als Diffusionsbarriere dienen und somit die Festigkeit der Fügung reduzieren. Da Oxide bei erhöhten Temperaturen rasch ausgebildet werden, ist das Schweißen in Vakuum sinnvoll.

Innerhalb der dritten Phase kann eine Bindung von zwei Atomen über die Fügezone hinaus stattfinden, wenn ihr Abstand im atomaren Bereich liegt. Die physikalische Ursache für das Eingehen der Bindung ist die Reduzierung der potentiellen Energie beider Atome [205]. Verbleibende Hohlräume in der Fügezone werden durch Diffusionsbewegungen geschlossen [206]. Die treibende Kraft ist hier, genau wie beim Sintern, die Reduzierung der freien Oberflächenenergie, wodurch ein thermodynamisches Gleichgewicht angestrebt wird [1, 134, 207]. Der Materialtransport erfolgt folglich ebenfalls aufgrund der Mechanismen, die im Rahmen des Sinterns beschrieben wurden [1, 134, 206, 208]. Eine Fügung ist dann ideal, wenn keine Ansammlung von Korngrenzen, Leerstellen oder Hohlräumen an der Fügefläche vorhanden ist, die Füge Teile makroskopisch nicht plastifiziert sind,

das Gefüge nicht verändert wurde und keine Phasenumwandlungen während des Fügens stattgefunden haben [209].

Gegenüber anderen Schweißverfahren zeichnet sich das Diffusionsschweißen durch die Möglichkeit aus, große, plan-parallele Flächen homogen und vergleichsweise spannungsarm zu fügen [210]. Da relative niedrige Schweißtemperaturen angewendet werden, ist speziell das Verbinden von artfremden Materialien mit unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten möglich. Auch eine ausgeprägte Nachbearbeitung entfällt aufgrund der geringen Temperaturen und damit verbundener Formhaltigkeit der Fügeteile [210]. Liegen die Solidustemperaturen oder die Ausdehnungskoeffizienten der Materialien beider Fügeteile zu weit auseinander, können Zwischenschichten in die Fügezone eingebracht werden, um die unterschiedliche Volumenkontraktion auszugleichen [202]. Bei diesem als „Kurzzeit-Flüssigphasenschweißen“ bezeichneten Prozess besitzt die Zwischenschicht i.d.R. eine niedrigere Festigkeit, niedrigere Solidustemperatur und höhere Plastifizierbarkeit als die Materialien der Fügeteile, um einen möglichst großflächigen Kontakt auszubilden [200, 210].

A.2. Durchführung der Schweißversuche

Verwendet wurde für das Diffusionsschweißen eine uniaxiale Heipresse der Firma PVA TEPLA AG. Diese weist eine 125 l groe Vakuumkammer auf, die bis auf einen Umgebungsdruck von 10^{-6} mbar evakuiert werden kann und worin zwei planparallele, $300 \times 300 \times 100$ mm³ groe Platten aus TZM¹ horizontal gegenberliegend montiert sind. Die obere, kardanisch aufgehngte Platte kann hydraulisch verfahren und mit einer Kraft von bis zu 1500 kN belastet werden. An den Seitenwnden der Vakuumkammer sind Molybdn-Heizelemente installiert, durch die die Kammer im Pressbetrieb auf bis zu 1050°C aufgeheizt werden kann.

Um angemessene Parametereinstellungen fr das Diffusionsschweien zu ermitteln, ist auch fr dieses Verfahren eine Studie durchgefhrt worden. Geschweit wurden jeweils zwei flach aufeinander liegende $16 \times 16 \times 3$ mm³ groe Plttchen aus dem martensitischen Stahl P92 (X10CrWMoVNb9-2), dessen nominelle Zusammensetzung in Tabelle 2.1 angegeben ist. Variiert wurden der Pressdruck von 70-120 MPa sowie die Schweidauer von 2-6 h. Die Schweitemperatur betrug in allen Versuchen 800°C und lag somit 25 K unterhalb des Beginns der α - γ -Umwandlung des verwendeten Stahls. Eine detaillierte bersicht der gewhlten Parametereinstellungen ist in Tabelle A.1 aufgefhrt.

¹Molybdnbasis-Legierung, die 0,5 % Ti, 0,08 % Zr und 0,01-0,04 % C aufweist.

Tabelle A.1.: Übersicht der verwendeten Parametersätze für das Diffusionsschweißen. Ein x kennzeichnet gewählte Kombinationen von Schweißdruck und -dauer.

Schweißtemperatur (°C)	Schweißdruck (MPa)	Schweißdauer (h)			
		1	2	3	6
800	70		x	x	x
800	80		x	x	x
800	90		x	x	x
800	100	x	x		
800	120	x	x		

Probenvorbereitung

Für das Diffusionsschweißen ist eine hohe Oberflächengüte der zu schweißenden Körper relevant. Die hier verwendeten Plättchen aus P92-Stahl sind daher vor dem Fügen auf einer halbautomatischen Schleifmaschine mit Schleifpapier der Körnung P320 bis P2500 planparallel geschliffen und anschließend über drei Stufen mit Diamantsuspension jeweils wenige Minuten poliert worden. Nach einem abschließenden, ein-minütigen Polieren mit Oxidpoliersuspension wurden die Plättchen für zehn Minuten in einem Ethanol-Ultraschallbad gereinigt und bis zur Verwendung für einen Füge-Versuch in einem Vakuum-Exsikkator aufbewahrt. Für die jeweilige Durchführung eines Versuchs sind die verwendeten P92-Plättchen erneut für fünf Minuten in einem Aceton-Ultraschallbad gereinigt und danach an Luft getrocknet worden. Mittels einer Mikrometerschraube wurde anschließend an fünf Stellen jedes Plättchens die Stärke gemessen.

Schweißen

Neben der Oberflächengüte ist eine möglichst homogene Druckverteilung für eine fehlerfreie Fügezone relevant. Um diese zu ermöglichen, wurden die TZM-Platten vor jedem Versuch gereinigt. Des Weiteren wurden zwischen die gereinigten TZM-Platten und die P92-Plättchen jeweils eine maschinell planparallel geschliffene, 100x100x10 mm³ große Al₂O₃-Platte gelegt, wie in Abbildung A.2 dargestellt.

Jeder Füge-Versuch kann generell in zwei Teile gegliedert werden: Ein Vorversuch diente zunächst einer Analyse der Druckverteilung einer eingestellten Probenanordnung, während in einem zweiten Schritt das eigentliche Schweißen durchgeführt wurde.

Im Rahmen des Vorversuchs wurden die Al₂O₃-Platten und die P92-Plättchen exakt mittig auf den TZM-Platten ausgerichtet. Dabei wurde zwischen die P92-Körper eine Druck-sensitive Folie der Firma FUJITSU gelegt. Mit geöffneter Anlage wurde bei Raumtemperatur ein leichter Druck von 30 MPa für 20 s auf die P92-Plättchen ausgeübt und die Druckmessfolie anschließend entnommen. Entsprechend der lokalen Höhe des Drucks

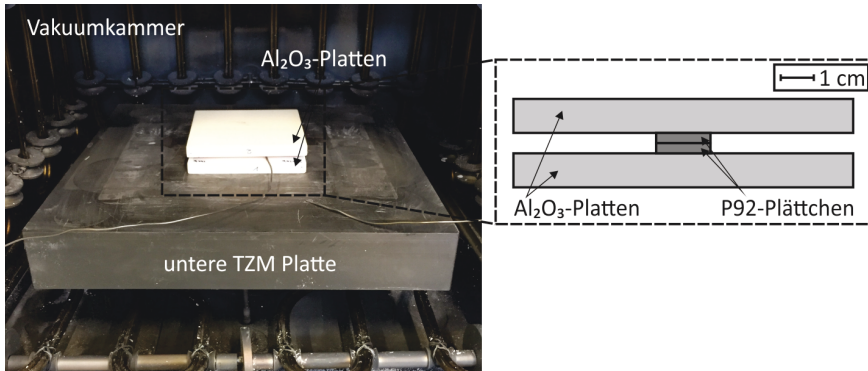


Abbildung A.2.: Darstellung der Probenanordnung beim Diffusionsschweißen. Links eine Fotografie der tatsächlichen Anordnung, rechts eine vergrößerte Skizze der Schichtung von Al_2O_3 -Platten und den dazwischen befindlichen P92-Plättchen. Die Abbildung zeigt das Fügen am Beispiel eines einzelnen Verbundes.

wird die Druck-sensitive Folie mehr oder weniger intensiv violett eingefärbt, wodurch die Druckverteilung mittels einer Skala ausgelesen werden kann. Abbildung A.3 zeigt beispielhaft die Gegenüberstellung einer akzeptablen und einer schlechten Druckverteilung. Für den Fall einer akzeptablen Druckverteilung wurden die Körper für das Fügen exakt so positioniert, wie im Vorversuch. Falls die Druckprüfung eine inhomogene Verteilung zeigte, wurde die Anordnung so lange variiert und der Vorversuch wiederholt, bis das Ergebnis zufriedenstellend war. Dies ist insbesondere relevant für das simultane Schweißen mehrerer Plättchen, deren Höhe sich minimal unterscheiden kann.

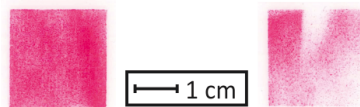


Abbildung A.3.: Gegenüberstellung eines guten (links) und eines schlechten (rechts) Ergebnisses von Vorversuchen für das Diffusionsschweißen anhand von Druckmessfolie.

Nachdem die Druckprüfung eines Vorversuchs eine Anordnung homogener Druckverteilung gezeigt hat, wurde der eigentliche Füge-Versuch initiiert. Dieser verlief entsprechend der nachfolgend aufgelisteten Abfolge von Teilschritten.

1. Positionieren der Probe entsprechend dem Ergebnis des Vorversuchs
2. Aufbringen eines axialen Druckes von 30 MPa auf die Proben bei geöffneter Anlage und Raumtemperatur

3. Schließen des Vakuumofens und Einstellen eines Vakuums von $<10^{-5}$ mbar.
4. Heizen auf die gewünschte Schweißtemperatur
5. Aufbringen des gewünschten, axialen Schweißdrucks
6. Fügen der Plättchen für die gewünschte Schweißdauer
7. Reduzieren des axialen Drucks auf 30 MPa
8. Abkühlen der Proben im Vakuum ohne aktive Kühlung des Ofens.
9. Entnehmen der Probe und erneutes Messen der Dicke

Eine Übersicht der entsprechenden, verwendeten Parametersätze von Schweißtemperatur, -druck und -dauer ist in Tabelle A.1 aufgeführt. Die gefügten Verbunde wurden untersucht, indem erneut ihre Höhe vermessen sowie eine mikroskopische Analyse von Querschliffen durchgeführt wurde. Die Verbunde wurden dafür mit einer Feintrennmaschine orthogonal zur Fügeebene zerteilt, eingebettet, geschliffen und poliert.

A.3. Ergebnisse der Schweißversuche

Nach der Definition des Diffusionsschweißens sollte beim Fügen von Komponenten mit diesem Verfahren möglichst wenig Verformungen stattfinden. Bei variabler Schweiß-Dauer ist daher genau die Kombination von Schweiß-Temperatur und Pressdruck optimal, bei der trotz Vermeidung von Dehnungen eine stoffschlüssige Fügung entsteht. In der Literatur wird demgegenüber ein Parametersatz für das Diffusionsschweißen von erste Wand-Komponenten erst dann als angemessen beschrieben, wenn die gemeinsame Höhe, h_{12} , der gefügten Komponenten nach dem Schweißen um 10 % geringer ist, als die kombinierte Höhe beider Komponenten, $h_1 + h_2$, vor dem Diffusionsschweißen [37, 38, 48].

$$h_{12} = 0,9(h_1 + h_2) \quad (7.1)$$

Aufgrund dieser widersprüchlichen Aussagen wurden in der vorliegenden Arbeit verschiedene Parametersätze des Diffusionsschweißens mit dem Ziel einer stoffschlüssigen Fügung bei möglichst geringem Pressdruck untersucht, und dabei die jeweiligen Höhenreduzierungen verglichen. Es wurden dafür jeweils zwei $16 \times 16 \times 3 \text{ mm}^3$ große Plättchen aus dem RAFM-ähnlichen Stahl P92 mittels uniaxialen Heißpressens gefügt. Bei gleichbleibender Diffusionsschweiß-Temperatur in Höhe von 800°C wurden der Pressdruck und die Schweiß-Dauer von 70-120 MPa bzw. 2-6 h variiert. Zunächst werden die Ergebnisse der gemessenen Höhenreduktion der Verbunde in Abbildung A.4 dargestellt, gefolgt von lichtmikroskopischen Aufnahmen exemplarischer Fügezonen.

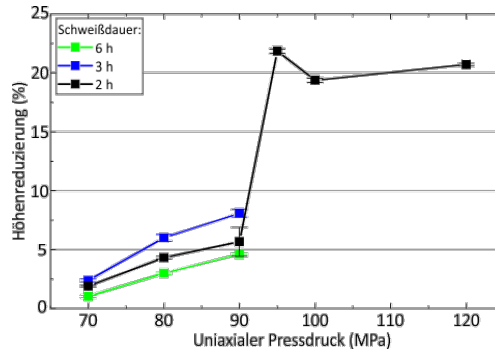


Abbildung A.4.: Ergebnisse der Dickenmessung von diffusionsschweißten P92-Plättchen über dem Pressdruck.

Anhand des Kurven-Verlaufs der Höhenreduktion bei einer zweistündigen Schweißung ist eine ausgeprägte Stufe bei Pressdrücken um 90 MPa zu erkennen. Komponenten, die mit größeren Drücken gefügt werden, weisen eine starke Stauchung von ca. 20 % auf, die auf eine ausgeprägte plastische Verformung hinweist. Für Pressdrücke ≤ 90 MPa ist unabhängig von der gewählten Schweiß-Dauer eine gemäßigte Höhenreduzierung von 1-7 % zu verzeichnen. Es erscheint auffällig, dass für ≤ 90 MPa die längste Schweiß-Dauer zu den geringsten Höhenreduzierungen führt, was jedoch auf Unregelmäßigkeiten des Schweißprozesses zurückzuführen ist. Anhand dieser Ergebnisse kann bereits geschlossen werden, dass bei einem Pressdruck in Höhe von 90 MPa nach ausreichender Zeit bei 800°C Schweiß-Temperatur eine stoffschlüssige Fügung der Komponenten eintritt. Es ist nun zu untersuchen, in wieweit der Druck und die Pressdauer bei gegebener Diffusionsschweiß-Temperatur reduziert werden können, und dennoch eine stoffschlüssige Fügung stattfindet. Die Parameter sind vor dem Hintergrund von herstellungsbedingten Eigenspannungen und möglichem Kornwachstums zu optimieren.

Da generell eine geringe Schweiß-Dauer anzustreben ist, wird die mikroskopische Untersuchung der Fügenaht zunächst an Proben, die bei verschiedenen Drücken für 2 h lang geschweißt wurden, untersucht. Die entsprechenden, exemplarischen Aufnahmen sind in Abbildung A.5 aufgeführt. P92-Plättchen, die bei einem Pressdruck ≤ 90 MPa geschweißt wurden (Teilbilder a) - c)), zeigen ausnahmslos eine Defekt-freie Fügezone. Ergänzen sind die Fügezonen der Proben, die bei höheren Drücken geschweißt worden in den Teilbildern d) und e) aufgeführt. Hier ist deutlich eine unvollständige Verbindung zu sehen, die auf eine hohe plastische Verformung dieser Proben während des Schweißens zurückzuführen ist.

Anhand der lichtmikroskopischen Aufnahmen kann abgeleitet werden, dass ein zweistündiges Diffusionsschweißen von RAFM-Stählen bei 800°C und 70 MPa Pressdruck bereits zu einer stoffschlüssigen Fügung führt, und somit als Parameter für das Fügen

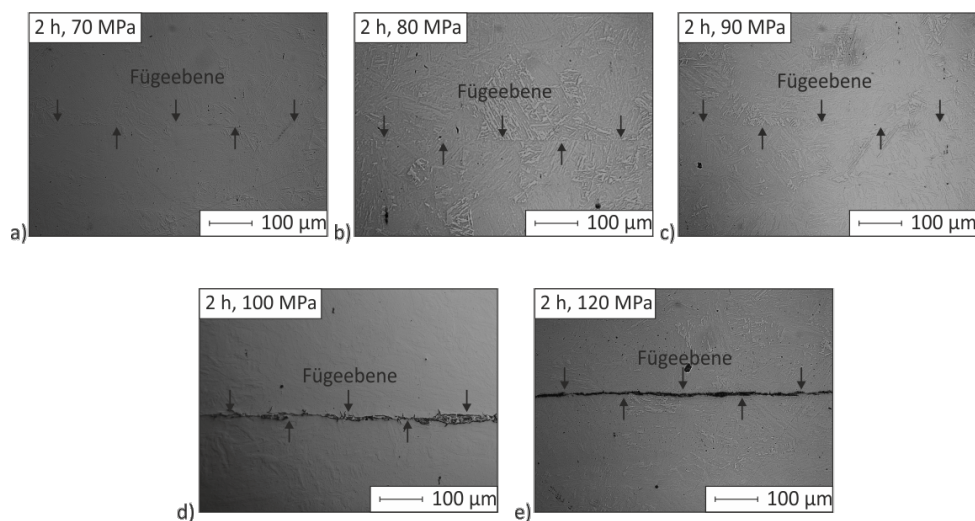


Abbildung A.5.: Lichtmikroskopische Übersichtsaufnahme der Fügenaht von diffusionsgeschweißten P92-Plättchen für unterschiedliche Pressdrücke.

von FGM-basierten erste Wand-Komponenten geeignet erscheint. Die in der Literatur geforderte Höhenreduzierung von ca 10 % scheint keine Rolle für die Güte der Fügung zu spielen. Proben, deren Höhe sich lediglich um 1 % reduzierte, weisen eine ebenso Defekt-freie Fügenaht auf, wie Proben mit höherer Stauchung.

Tabellenverzeichnis

2.1. Nominelle, stoffliche Zusammensetzung relevanter Stähle für die Fusions- technik. In allen Stählen stellt Fe den zu 100 % ausgleichenden Anteil dar.	25
3.1. Für die FE Simulation verwendete, temperaturabhängige Eigenschaften von Wolfram	46
3.2. Für die FE Simulation verwendete, temperaturabhängige Eigenschaften des RAFM-Stahls.	46
4.1. Depositionsraten des Magnetron Sputtering für Wolfram und Eisen bei unterschiedlichen Magnetron-Leistungen.	66
4.2. Mathematischer Zusammenhang der Depositionsraten R und Magnetron- Leistung P für Eisen und Wolfram in $\mu\text{m h}^{-1}$ auf Grundlage der unter- schiedlichen Messmethoden.	66
4.3. Gewählte Leistungen für die Herstellung von Kompositen mittels Magne- tron Sputtering.	68
4.4. Parameter für die Herstellung poröser Wolframgerüste mittels SPS für die Infiltration.	68
4.5. Nominelle Zusammensetzung des für das Plasmaspritzen verwendeten Stahlpulvers X12Cr13.	71
4.6. Parametersätze für das Herstellen von plasmagespritzten Kompositen. . .	73
4.7. Übersicht der verwendeten Fe- und W-Reinpulver für das Herstellen von Pulvermischungen für EDS-Komposite.	76
4.8. Pulvermischungen und Parametersätze für das Herstellen von EDS-Kompositen. 77	
4.9. Angewendete Vorschriften für die Durchführung der Vier-Punkt-Biegeprüfung. 88	
5.1. W-, Fe-, Cr-, C- und O-Gehalt der für das Atmosphärische Plasmaspritzen verwendeten Pulver.	129
5.2. Sauerstoffgehalte der für das mechanische Legieren und Electro Discharge Sintering verwendete Ausgangspulver.	154
5.3. Sauerstoffgehalte der für das Electro Discharge Sintering verwendeten, mechanisch legierten Pulver.	156

A.1. Übersicht der verwendeten Parametersätze für das Diffusionsschweißen. . . 202

Abbildungsverzeichnis

1.1. Wirkungsquerschnitt verschiedener Kernreaktionen über der Teilchenenergie (a) und Bindungsenergie pro Nukleon als Funktion der atomaren Masse von Elementen (b).	3
1.2. Schematische Darstellung der Kernreaktionen der technisch nutzbaren D-T-Reaktion.	4
1.3. Plasmaeinschluss nach dem TOKAMAK-Prinzip.	6
1.4. Querschnitt eines TOKAMAK-Reaktors nach dem Vorbild durch MAGNANIA et al.	7
1.5. Verschiedene vorgeschlagene Modulkonzepte für DEMO	9
1.6. Schnittbild zweier nebeneinander platzierter erste Wand-Bauteile nach dem Vorbild durch IGITKHANOV et al.	10
2.1. Berechnete Strahlendosis über der Zeit für verschiedene Elemente nach Bestrahlung durch ein typisches fusionsrelevantes Neutronenspektrum an der ersten Wand	24
2.2. Gefüge von Eurofer97 im Auslieferungszustand.	25
2.3. Mechanische Eigenschaften von Eurofer über der Temperatur.	26
2.4. Mechanische Eigenschaften von Wolfram über der Temperatur	27
2.5. Binäres Fe-W-Phasendiagramm.	28
2.6. Gitterstrukturen der intermetallischen Phasen Fe_2W sowie Fe_7W_6	29
2.7. Skalen, auf denen die verschiedenen Arten der Spannungen wirken.	30
2.8. Einordnung der Sputterverfahren in die Familie der physikalischen Gasphasenabscheidung	32
2.9. Schematischer Aufbau einer Magnetron Sputter-Anlage.	33
2.10. Vier-Zonen-Modell der Gefüge von Magnetron Sputter-Schichten nach THORNTON.	34
2.11. Einordnung des Plasmaspritzens in die Familie der thermischen Spritzverfahren.	35
2.12. Schematische Darstellung des Plasmaspritzens nach FAUCHAIS et al.	36
2.13. Schichteigenschaft-bestimmende Parameter des Plasmaspritzens nach FAUCHAIS et al.	38
2.14. Mechanismen des Stofftransports beim Sintern.	40

3.1.	Im Rahmen der FE Simulation verwendete Geometrie mit Randbedingungen.	43
3.2.	Thermischer Lastverlauf im Rahmen der FE Simulation.	45
3.3.	Rechnerische Interpolation der thermischen Leitfähigkeit eines FGMs über dem Wolfram-Anteil.	49
3.4.	Rechnerische Interpolation der Dichte eines FGM über dem Wolfram-Anteil.	50
3.5.	Rechnerische Interpolation der spezifischen, isobaren Wärmekapazität eines FGM über dem Wolfram-Anteil.	51
3.6.	Rechnerische Interpolation des E-Moduls eines FGM über dem Wolfram-Anteil für Werte bei Raumtemperatur.	54
3.7.	Rechnerische Interpolation des thermischen Ausdehnungskoeffizienten eines FGM über dem Wolfram-Anteil für Werte bei Raumtemperatur.	56
3.8.	Graphische Darstellung der Fließbedingung nach VON MISES.	58
3.9.	Rechnerische Interpolation der Fließgrenze eines FGM über dem Wolfram-Anteil für Werte bei Raumtemperatur.	60
4.1.	Gefüge der nach Tabelle 4.4 mittels SPS hergestellten Wolframgerüste für die Infiltration mit Eisen.	69
4.2.	Zeit-Temperatur-Verlauf des Infiltrationsprozesses.	70
4.3.	Schematische Darstellung der verwendeten Anlage für das Atmosphärische Plasmaspritzen.	71
4.4.	Darstellung der verwendeten EDS-Anlage.	75
4.5.	Verwendete Probenhalterung für das Belasten der Vier-Punkt-Biegeproben in einer Universalprüfmaschine.	89
4.6.	Spannungsverlauf über der Durchbiegung bei 4-Punkt-Biegeversuchen mit und ohne Kerb sowie der resultierende Spannungsintensitätsfaktor.	90
5.1.	Netz und Materialverteilung des Standardmodells im Bereich des FGM. .	93
5.2.	Verläufe der Temperatur, Spannungen und plastischen Dehnungen im Standardmodell entlang der Lastschritte.	94
5.3.	Kontur-Diagramme der Spannungskomponenten innerhalb des Standardmodells nach dem Diffusiosschweißen.	95
5.4.	Kontur-Diagramm des Temperaturfeldes bei Belastung des Standardmodells mit 4 MW m^{-2}	97
5.5.	Kontur-Diagramme der Spannungskomponenten innerhalb des Standardmodells bei vollständiger thermischer Belastung der Wolfram-Oberfläche mit 4 MW m^{-2}	99
5.6.	Kontur-Diagramme der plastischen Vergleichsdehnung innerhalb des Standardmodells bei vollständiger thermischer Belastung der Wolfram-Oberfläche mit 4 MW m^{-2} für die ersten drei Lastzyklen.	101

5.7. Vergleichende Verläufe über den Lastschritten von Temperatur, Spannungen und plastischen Vergleichsdehnungen im Bereich der Fügezone für das Standardmodell und ein direkt gefügtes PFC.	103
5.8. Kontur-Diagramme der plastischen Vergleichsdehnung innerhalb einer Komponente mit direkter RAFM-Wolfram-Fügung nach dem Diffusionsschweißen und bei vollständiger thermischer Belastung der Wolfram-Oberfläche mit 4 MW m^{-2}	105
5.9. Abhängigkeit der von Mises Vergleichsspannung nach dem Diffusionsschweißen, sowie der Temperatur und der plastischen Vergleichsdehnungen bei Volllast von der Anzahl der Teilschichten des FGM.	107
5.10. Gegenüberstellung der Kontur-Diagramme der von Mises Vergleichsspannung im FGM nach dem Abkühlen von Diffusionsschweiß-Temperatur für verschiedene Teilschicht-Anzahlen eines FGM.	108
5.11. Abhängigkeit der von Mises Vergleichsspannung nach dem Diffusionsschweißen, sowie der Temperatur und der plastischen Vergleichsdehnungen bei Volllast von der Stärke des FGM.	110
5.12. Abhängigkeit der von Mises Vergleichsspannung nach dem Diffusionsschweißen, sowie die der Temperatur und der plastischen Vergleichsdehnungen bei Volllast von der Elementgröße des FGM, jeweils im FGM.	112
5.13. Abhängigkeit der von Mises Vergleichsspannung nach dem Diffusionsschweißen, sowie der Temperatur und der plastischen Vergleichsdehnungen bei Volllast von der Komponentengröße.	113
5.14. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines FGM, das durch Magnetron Sputtering hergestellt wurde.	116
5.15. EDX-Linienscan eines mittels Magnetron Sputtering abgeschiedenen FGM.	119
5.16. Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme eines FGM, das durch Magnetron Sputtering hergestellt und anschließend für 2 h bei 800°C wärmebehandelt wurde.	120
5.17. EDX-Mapping der 25 At.-% Wolfram-enthaltenden Teilschicht eines FGM, das mittels Magnetron Sputtering abgeschiedenen und anschließend für 2 h bei 800°C wärmebehandelt wurde.	120
5.18. Gefüge der Fe/W-Komposite unterschiedlicher Wolfram-Gerüste nach ein-minütiger Flüssigphaseninfiltration mit Eisen.	122
5.19. Detail-Aufnahme und EDX-Punktanalyse des Randbereiches des W_{12} -Gerüsts nach ein-minütiger Infiltration mit Eisen.	123
5.20. Gefüge der Fe/W-Komposite unterschiedlicher Wolfram-Gerüste nach 5-minütiger Flüssigphaseninfiltration mit Eisen.	125

5.21. Gefüge der Fe/W-Komposite unterschiedlicher Wolfram-Gerüste nach 15-minütiger Flüssigphaseninfiltration mit Eisen.	126
5.22. Diffraktogramme der 1, 5 und 15 Minuten lang infiltrierten W ₄₀₋₆₀ -Gerüste.	127
5.23. REM-Aufnahme des für das atmosphärische Plasmaspritzen verwendete Pulver im SE-Kontrast.	128
5.24. Makroskopische Aufnahmen der APS-Schichten auf Stahl-Substraten. . .	129
5.25. Gegenüberstellung der mit ICP-OES gemessenen und der nominellen Wolfram-Gehalte für APS-Schichten, die bei verschiedenen Substrat-Temperaturen abgeschieden wurden.	130
5.26. REM-Aufnahmen mittlerer optischer Vergrößerung von APS-Schichten mit verschiedenen Wolfram-Gehalten, die bei 700°C Substrat-Temperatur abgeschieden wurden.	131
5.27. Ergebnisse der Porositätsmessungen von APS-Schichten verschiedener Wolfram-Anteile nach dem Archimedischen Prinzip und quantitativer Bildauswertung.	132
5.28. REM-Aufnahmen mittlerer optischer Vergrößerung von 50 Vol.-% Wolframhaltigen APS-Schichten, die bei verschiedenen Substrat-Temperaturen abgeschieden wurden.	134
5.29. Verteilung der Elemente W, Fe, O und Cr in einer 50 Vol.-% Wolframhaltigen APS-Schicht, die bei 700°C Substrat-Temperatur abgeschieden wurde.	135
5.30. Sauerstoff- und Stickstoff-Gehalte von APS-Schichten verschiedener Wolfram-Anteile, die bei unterschiedlichen Substrat-Temperaturen abgeschieden wurden.	136
5.31. REM-Aufnahmen hoher optischer Vergrößerung von 50 Vol.-% Wolframhaltigen APS-Schichten, die bei verschiedenen Substrat-Temperaturen abgeschieden wurden.	137
5.32. Diffraktogramme der hergestellten APS-Schichten.	139
5.33. Relative Längenänderungen der abgeschiedenen Komposite verschiedener Wolfram-Anteile.	141
5.34. Thermische Ausdehnungskoeffizienten im Temperaturbereich von 200-800°C, die aus den relativen Längenänderungen von Schichten, die bei 700°C abgeschieden wurden und verschiedene Wolfram-Gehalte aufweisen, berechnet wurden.	142
5.35. Spezifische Wärmekapazität und Temperaturleitfähigkeit der APS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile, die bei 700°C abgeschieden wurden. . . .	143
5.36. Wärmeleitfähigkeit der APS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile, die bei 700°C abgeschieden wurden.	144

5.37. Gegenüberstellung der Ergebnisse der 4-Punkt-Biegeversuche für APS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile, die bei 700°C abgeschieden wurden.	146
5.38. Bruchflächen der bei Raumtemperatur getesteten 4-Punkt-Biegeproben aus APS-Kompositen.	148
5.39. Mechanische Kennwerte aus den den 4-Punkt-Biegeversuchen für APS-Komposite über dem gemessenen Wolfram-Anteil für Temperaturen von 20-300°C.	149
5.40. Gefüge eines vierschichtigen APS-FGM.	151
5.41. REM-Aufnahmen der für das mechanische Legieren und Electro Discharge Sintering verwendeten Pulver im SE-Kontrast.	153
5.42. REM-Aufnahmen der mechanisch legierten Fe/W-Pulver verschiedener Legierungsdauern im SE-Kontrast.	155
5.43. REM-Aufnahmen der 8 h-lang mechanisch legierten Fe/W-Pulver verschiedener W-Anteile im SE-Kontrast.	156
5.44. Diffraktogramme der 8 h-lang mechanisch legierten Fe/W-Pulver verschiedener W-Anteile.	157
5.45. Exemplarische, makroskopische Aufnahme einer durch EDS hergestellten Probe.	157
5.46. Ergebnisse der Porositätsmessungen von EDS-Kompositen manuell gemischter Pulver verschiedener Wolfram-Anteile nach quantitativer Bildauswertung.	158
5.47. REM-Aufnahmen mittlerer und hoher optischer Vergrößerung von EDS-Kompositen, die aus manuell gemischtem Pulver hergestellt wurden. . . .	159
5.48. Ergebnisse der Porositätsmessungen von EDS-Kompositen mechanisch legierter Pulver verschiedener Wolfram-Anteile nach quantitativer Bildauswertung.	160
5.49. REM-Aufnahmen mittlerer und hoher optischer Vergrößerung von EDS-Kompositen, die aus 8 h-lang mechanisch legiertem Pulver hergestellt wurden.	162
5.50. REM-Aufnahmen hoher optischer Vergrößerung von 50 und 75 Vol.-% W-enthaltenden EDS-Kompositen, die 8 h-lang mechanisch legiert wurden, sowie EDX-Linienanalyse über Fe-W-Grenzen.	165
5.51. TEM-Lamelle aufgenommen im Hellfeld-Modus. Die Lamelle wurde aus einem 25 Vol.-% W-enthaltenden EDS-Komposit heraus getrennt.	166
5.52. TEM-Aufnahme einer Lamelle, die aus einem 50 Vol.-% W-enthaltenden EDS-Komposit heraus getrennt wurde, im Hellfeld-Kontrast und zugehörige Elektronen-Beugungsmuster.	166

5.53. Diffraktogramme von EDS-Kompositen, die aus w bzw. 8 h-lang mechanisch legierten Fe/W-Pulvern verschiedener W-Anteile hergestellt wurden. . . .	167
5.54. Sauerstoff- und Stickstoff-Gehalte von EDS-Kompositen verschiedener Wolfram-Anteile, die aus 8 h-lang mechanisch legiertem Pulver hergestellt wurden.	168
5.55. Relative Längenänderungen der EDS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile.	170
5.56. Gefüge des 25 Vol.-% W-haltigen Komposits nach Messung der thermischen Längenänderung.	171
5.57. Thermische Ausdehnungskoeffizienten im Temperaturbereich von 200-800°C, die aus den relativen Längenänderungen von EDS-Kompositen berechnet wurden.	172
5.58. Spezifische Wärmekapazität und Temperaturleitfähigkeit der EDS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile.	173
5.59. Wärmeleitfähigkeit der EDS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile. .	174
5.60. Gegenüberstellung der Ergebnisse der 4-Punkt-Biegeversuche für EDS-Komposite verschiedener Wolfram-Anteile.	176
5.61. Bruchflächen der getesteten 4-Punkt-Biegeproben aus EDS-Kompositen. .	177
5.62. Mechanische Kennwerte aus den den 4-Punkt-Biegeversuchen für EDS-Komposite über dem Wolfram-Anteil für Temperaturen von 20-300°C. . .	178
5.63. Gefüge eines vierschichtigen EDS-FGM.	180
6.1. Verläufe der Temperatur, Spannungen und plastischen Dehnungen im FE Modell einer Einheits-Komponente, die Materialeigenschaften der EDS-Komposite aufweist, entlang der Lastschritte.	185
6.2. Kontur-Diagramme der elastischen Dehnungen nach Abkühlen von der Diffusionsschweiß-Temperatur vergleichend für das Modell des EDS-FGM und des linear interpolierten FGM.	186
A.1. Phasen des Diffusionsschweißens.	200
A.2. Darstellung der Probenanordnung beim Diffusionsschweißen.	203
A.3. Gegenüberstellung eines guten und eines schlechten Ergebnisses von Vorversuchen für das Diffusionsschweißen.	203
A.4. Ergebnisse der Dickenmessung von diffusionsgeschweißten P92-Plättchen über dem Pressdruck.	205
A.5. Lichtmikroskopische Übersichtaufnahme der Fügenaht von diffusionsgeschweißten P92-Plättchen für unterschiedliche Pressdrücke.	206

Literatur

- [1] R. M. German. *Particulate Composites*. Springer Nature, 2016.
- [2] M. S. Schlesinger; D. Lindenberger; Ch. Lutz. *Entwicklung der Energiemärkte - Energiereferenzprognose*. EWI, GWS, Prognos (für das Bundesministerium für Wirtschaft und Energie), 2014.
- [3] K. Kitamori; T. Manders; R. Dellink et al. *OECD-Umweltausblick bis 2050 - Die Konsequenz des Nichthandelns*. OECD, Netherlands Environmental Assessment Agency, 2012.
- [4] C. M. Braams; P. E. Stott. *Nuclear Fusion - Half a Century of Magnetic Confinement Fusion Research*. IOP Publishing, 2002.
- [5] J.-L. Basdevant; J. Rich; M. Spiro. *Fundamentals in Nuclear Physics - From Nuclear Structure to Cosmology*. Springer, 2004.
- [6] S. Atzeni; J. Mexer-Ter-Vehn. *The physics of inertial fusion - beam plasma interaction, hydrodynamics, hot dense matter*. Oxford University Press, 2004.
- [7] The Atlas Collaboration. „Measurement of the total cross section from elastic scattering in pp collisions at 7 TeV with the ATLAS detector“. In: *Nuclear Physics B* (2014), S. 486–548.
- [8] W. Demtröder. *Experimentalphysik 4: Kern-, Teilchen- und Astrophysik*. Springer Spektrum, 2010.
- [9] H. Krieger. *Grundlagen der Strahlungsphysik und des Strahlenschutzes*. Springer Spektrum, 2012.
- [10] H. Bruhns. „Fusion at the crossroads towards ITER“. In: *Czechoslovak Journal of Physics* B.56 (2006), S. 36–53.
- [11] L. A. El-Guebaly. „Fifty Years of Magnetic Fusion Research (1958-2008): Brief Historical Overview and Discussion of Future Trends“. In: *Energies* 3 (2010), S. 1067–1086.
- [12] E. Magnania; A. Abou-Sena; F. Cismondi; N. Scheel; D. Nagy; P. Pereslavytsev; R. Rocella; Th. Ihli. „Attachment concept for the “multi module segments” in a pulsed DEMO reactor“. In: *Fusion Engineering and Design* 84 (2009), S. 1283–1244.

- [13] R. E. H. Clark; D. H. Reiter. *Nuclear Fusion Research - Understanding Plasma-Surface Interactions*. Springer, 2005.
- [14] Y. Igitkhanov; B. Bazylev; I. Landman; R. Fetzer. *KIT Scientific Reports - Design Strategy for the PFC in DEMO Reactor*. KIT Scientific Publishing, 2013.
- [15] D. de Meis. *Structural Materials for DEMO*. ENEA, 2015.
- [16] H. Bolt; V. Barabash; G. Federici; J. Linke; A. Loarte; J. Roth; K. Sato. „Plasma facing and high heat flux materials - needs for ITER and beyond“. In: *Journal of Nuclear Materials* 307 (2002), S. 43–52.
- [17] J. H. You; G. Mazzone; E. Visca; Ch. Bachmann; E. Autissier; T. Barrett; V. Cocilovo; F. Crescenzi; P. K. Domalapally; D. Dongiovanni; S. Entler; G. Federici; P. Frosi; M. Fursdon; H. Greuner; D. Hancock; D. Marzullo; S. McIntosh; A. V. Müller; M. T. Porfiri; G. Ramogida; J. Reiser; M. Richou; M. Rieth; A. Rydzy; R. Villari; V. Widak. „Conceptual design studies for the European DEMO divertor: Rationale and first results“. In: *Fusion Engineering and Design* 109-111 (2015), S. 1598–1603.
- [18] Y. Igitkhanov; B. Bazylev; R. Fetzer. *The quantification of the key physics parameters for the DEMO fusion power reactor and analysis of the reactor relevant physics issues*. KIT Scientific Publishing, 2014.
- [19] R. Fetzer; Y. Igitkhanov; B. Bazylev. „Efficiency of water coolant for DEMO divertor“. In: *Fusion Engineering and Design* 98-99 (2015), S. 1290–1293.
- [20] J. H. You; E. Visca; Ch. Bachmann; T. Barrett; F. Crescenzi; M. Fursdon; H. Greuner; D. Guilhem; P. Languille; M. Li; S. McIntosh; A. V. Müller; J. Reiser; M. Richou; M. Rieth. „European DEMO divertor target: Operational requirements and material-design interface“. In: *Nuclear Materials and Energy* 9 (2016), S. 171–176.
- [21] P. Norajitra. „Divertor Development for a Future Fusion Power Plant“. Diss. Karlsruher Institut für Technologie, 2011.
- [22] Y. Igitkhanov; R. Fetzer; B. Bazylev. „Effect of design geometry of the demo first wall on the plasma heat load“. In: *Nuclear Materials and Energy* 9 (2016), S. 560–564.
- [23] G. Federici; C. Bachmann; W. Biel; L. Boccaccini; F. Cismondi; S. Ciattaglia; M. Coleman; C. Day; E. Diegele; T. Franke; M. Grattarola; H. Hurzlmeier; A. Ibarra; A. Loving; F. Maviglia; B. Meszaros; C. Morlock; M. Rieth; M. Shannon; N. Taylor; M. Q. Tran; J. H. You; R. Wenninger; L. Zani. „Overview of the design approach and prioritization of R&D activities towards an EU DEMO“. In: *Fusion Engineering and Design* 109-111 (2016), S. 1464–1474.

-
- [24] Th. Loewenhoff; J. Linke; G. Pintsuk; C. Thomser. „Tungsten and CFC degradation under combined high cycle transient and steady state heat loads“. In: *Fusion Engineering and Design* 87 (2012).
- [25] M. Wirtz; J. Linke; G. Pintsuk; L. Singheiser; I. Uytendhouwen. „Comparison of the thermal shock performance of different tungsten grades and the influence of microstructure on the damage behaviour“. In: *Physica Scripta* T145 (2011), S. 1–4.
- [26] G. Pintsuk; W. Kühnlein; J. Linke; M. Rödiger. „Investigation of tungsten and beryllium behaviour under short transient events“. In: *Fusion Engineering and Design* 82 (2007), S. 1720–1729.
- [27] F. Cismonti; S. Kecskés; P. Pereslavytsev; E. Magnani; U. Fischer. „Preliminary thermal design and related DEMO relevancy of the EU-HCPB TBM in vertical arrangement“. In: *Fusion Engineering and Design* 85 (2010), S. 2040–2044.
- [28] G. Aiello; F. Gabriel; G. Rampal; J.-F. Salavy. „A new cooling scheme for the HCLL TBM“. In: *Fusion Engineering and Design* 84 (2008), S. 390–393.
- [29] J. Aubert; G. Aiello; N. Jonquères; A. Li Puma; A. Morin; G. Rampal. „Development of the water cooled lithium lead blanket for DEMO“. In: *Fusion Engineering and Design* 89 (2014), S. 1386–1391.
- [30] S. Smolentsev; N. B. Morley; M. A. Abdou; S. Malang. „Dual-coolant lead–lithium (DCLL) blanket status and R&D needs“. In: *Fusion Engineering and Design* 100 (2015), S. 44–54.
- [31] A. Kohyama; A. Hishinuma; D. S. Gelles; R. L. Klueh; W. Dietz; K. Ehrlich. „Low-activation ferritic and martensitic steels for fusion application“. In: *Journal of Nuclear Materials* 233-237 (1996), S. 138–147.
- [32] J.-Y. Park; B.-K. Choi; J.-K. Lee; D. W. Lee; B. G. Hong; Y. H. Jeong. „Fabrication of Be/CuCrZr/SS mock-ups for ITER first wall“. In: *Fusion Engineering and Design* 84 (2009), S. 1468–1471.
- [33] J. Roth; J. Bohdansky; W. Ottenberger. *Data on low energy light ion sputtering*. Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching, 1979.
- [34] M. I. Guseva; A. L. Suvorov; S. N. Korshunov; N. E. Lazarev. „Sputtering of beryllium, tungsten, tungsten oxide and mixed W-C layers by deuterium ions in the near-threshold energy range“. In: *Journal of Nuclear Materials* 266-269 (1999), S. 222–227.
- [35] T. D. Burchell. *Irradiation-induced structure and property changes in Tokamak Plasma-facing carbon-carbon composites*. Oak Ridge National Laboratory, 1994.

- [36] H. Noto; A. Kimura; H. Kurishita; S. Matsuo; S. Nogami. „Evaluation of Feasibility of Tungsten/Oxide Dispersion Strengthened Steel Bonding with Vanadium Insert“. In: *Materials Transactions* 54 (2013), S. 451–455.
- [37] W. W. Basuki; J. Aktaa. „Investigation on the diffusion bonding of tungsten and EUROFER97“. In: *Journal of Nuclear Materials* 417 (2011), S. 524–527.
- [38] W. W. Basuki; J. Aktaa. „Diffusion bonding between W and EUROFER97 using V interlayer“. In: *Journal of Nuclear Materials* 429 (2012), S. 335–343.
- [39] Th. Weber; M. Stüber; S. Ulrich; R. Vaßen; W. W. Basuki; J. Lohmiller; W. Sittel; J. Aktaa. „Functionally graded vacuum plasma sprayed and magnetron sputtered tungsten/EUROFER97 interlayers for joints in helium-cooled divertor components“. In: *Journal of Nuclear Materials* 436 (2013), S. 29–39.
- [40] W. W. Basuki; R. Dahm; J. Aktaa. „Thermomechanical analysis of diffusion-bonded tungsten/EUROFER97 with a vanadium interlayer“. In: *Journal of Nuclear Materials* 435 (2014), S. 635–639.
- [41] W. W. Basuki; J. Aktaa. „Process optimization for diffusion bonding of tungsten with EUROFER97 using a vanadium interlayer“. In: *Journal of Nuclear Materials* 459 (2015), S. 217–234.
- [42] H. Okamoto. „V-W phase diagram“. In: *Journal of Phase Equilibria and Diffusion* 31 (2010), S. 324.
- [43] Z. Zhong; H.-C. Jung; T. Hinoki; A. Kohyama. „Effect of joining temperature on the microstructure and strength of tungsten/ferritic steel joints diffusion bonded with a nickel interlayer“. In: *Journal of Materials Processing Technology* 210 (2010), S. 1805–1810.
- [44] G. Zou; J. Yang; A. Wu; G. Huang; D. Zhang; J. Ren; Q. Wang. „Diffusion Bonding of Tungsten to Copper and Its Alloy with Ti Foil and Ti/Ni/Ti Multiple Interlayers“. In: *Journal of Materials Science and Technology* 19 (2003), S. 189–192.
- [45] W. S. Liu; Q. S. Cai; Y. Z. Ma; Y. Y. Wang; H. Y. Liu; D. X. Li. „Microstructure and mechanical properties of diffusion bonded W/steel joint using V/Ni composite interlayer“. In: *Materials Characterization* 86 (2013), S. 212–220.
- [46] J. Li; X. Fang; J. F. Yang; G.-J. Qiao. „Influence of Different Interlayers Metals on Properties of Diffusion Bonding Joint of Tungsten to Copper“. In: *Materials Science Forum* 620-622 (2009), S. 65–68.

-
- [47] Q. Cai; W. Liu; Y. Ma; H. Liu. „Microstructure, residual stresses and mechanical properties of diffusion bonded tungsten–steel joint using a V/Cu composite barrier interlayer“. In: *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials* 48 (2015), S. 312–317.
- [48] W. W. Basuki; J. Aktaa. „Investigation of tungsten/EUROFER97 diffusion bonding using Nb interlayer“. In: *Fusion Engineering and Design* 86 (2011), S. 2585–2588.
- [49] Y.-I. Jung; J.-Y. Park; B.-K. Choi; D.-W. Lee; S. Cho. „Interfacial microstructures of HIP joined W and ferritic–martensitic steel with Ti interlayers“. In: *Fusion Engineering and Design* 88 (2013), S. 2457–2460.
- [50] J.-Y. Park; Y.-I. Jung; B.-K. Choi; D.-W. Lee; S. Cho. „Joining of tungsten to ferritic/martensitic steels by hot isostatic pressing“. In: *Journal of Nuclear Materials* 442 (2013), S. 541–545.
- [51] J.-C. Wang; W. Wang; R. Wei; X. Wang; Z. Sun; C. Xie; Q. Li; G.-N. Luo. „Effect of Ti interlayer on the bonding quality of W and steel HIP joint“. In: *Journal of Nuclear Materials* 485 (2017), S. 8–14.
- [52] M. J. Kruszewski; L. Ciupinski; M. Rosinski; A. Michalski; K. J. Kurzydłowski. „Pulse plasma sintering of a tungsten/steel divertor module“. In: *Fusion Engineering and Design* 88 (2013), S. 2573–2576.
- [53] T. Chehtov; J. Aktaa; O. Kraft. „Mechanical characterization and modeling of brazed EUROFER-tungsten-joints“. In: *Journal of Nuclear Materials* 367-370 (2007), S. 1228–1232.
- [54] B. A. Kalin; V. T. Fedotov; O. N. Sevrjukov; A. Moeslang; M. Rohde. „Development of rapidly quenched brazing foils to join tungsten alloys with ferritic steel“. In: *Journal of Nuclear Materials* 329-333 (2004), S. 1544–1548.
- [55] Y. Ma; Q. Cai; W. Liu; S. Liu. „Microstructure and Mechanical Properties of Brazed Tungsten/Steel Joint for Divertor Applications“. In: *Materials Science Forum* 789 (2014), S. 384–390.
- [56] B. A. Kalin; V. T. Fedotov; O. N. Sevrjukov; A. N. Kalashnikov; A. N. Suchkov; A. Moeslang; M. Rohde. „Development of brazing foils to join monocrystalline tungsten alloys with ODS-EUROFER steel“. In: *Journal of Nuclear Materials* 367-370 (2007), S. 1218–1222.
- [57] H. Greuner; H. Bolt; B. Böswirth; S. Lindig; W. Kühnlein; T. Huber; K. Sato; S. Suzuki. „Vacuum plasma-sprayed tungsten on EUROFER and 316L: Results of characterisation and thermal loading tests“. In: *Fusion Engineering and Design* 75-79 (2005), S. 333–338.

- [58] T. Tokunaga; H. Watanabe; N. Yoshida; T. Nagasaka; R. Kasada; Y.-J. Lee; A. Kimura; M. Tokitani; M. Mitsuahara; T. Hinoki; H. Nakashima; S. Masuzaki; T. Takabatake; N. Kuroki; K. Ezato; S. Suzuki; M. Akiba. „Development of high-grade VPS-tungsten coatings on F82H reduced activation steel“. In: *Journal of Nuclear Materials* 442 (2013), S287–S291.
- [59] Y. Yahiro; M. Mitsuahara; K. Tokunakga; N. Yoshida; T. Hirai; K. Ezato; S. Suzuki; M. Akiba; H. Nakashima. „Characterization of thick plasma spray tungsten coating on ferritic/martensitic steel F82H for high heat flux armor“. In: *Journal of Nuclear Materials* 386-388 (2009), S. 784–788.
- [60] G. Thomas. „Advanced materials for plasma facing components in fusion devices“. Diss. The Queen’s College, 2009.
- [61] M. Kiozumi. „FGM activities in Japan“. In: *Composites Part B: Engineering* 28 (1997), S. 1–4.
- [62] I. E. Reimanis. „Functionally graded materials“. In: *Handbook of Advanced Materials*. Wiley-Blackwell, 2004, S. 465–486.
- [63] J. J. Sobczak; L. Drenchev. „Metallic functionally graded materials: A specific class of advanced composites“. In: *Journal of Materials Science and Technology* 29 (2013), S. 297–316.
- [64] G. Udupa; S. Shrikantha Rao; K. V. Gangadharan. „Functionally graded composite materials: An overview“. In: *Procedia Materials Science* 5 (2014), S. 1291–1299.
- [65] L. J. Buttolph. „Silica to Glass and to Metal Joints“. In: *Journal of the Optical Society of America* 11 (1925), S. 549–557.
- [66] M. M. Gasik. „Micromechanical modelling of functionally graded materials“. In: *Computation Materials Science* 13 (1998), S. 42–55.
- [67] S. Ueda; M. M. Gasik. „Thermal-elasto-plastic analysis of W-Cu functionally graded materials subjected to a uniform heat flow by micromechanical model“. In: *Journal of Thermal Stresses* 24 (2000), S. 395–409.
- [68] Th. Weber; J. Aktaa. „Numerical assessment of functionally graded tungsten/steel joints for divertor applications“. In: *Fusion Engineering and Design* 86 (2011), S. 220–226.
- [69] G. Pintsuk; S. E. Brunings; J. E. Doring; J. Linke; I. Smid; L. Xue. „Development of W/Cu-functionally graded materials“. In: *Fusion Engineering and Design* 66-68 (2003), S. 237–240.

-
- [70] D. Qu; Z. Zhou; J. Tan; J. Aktaa. „Characterization of W/Fe functionally graded materials manufactured by resistance sintering under ultra-high pressure“. In: *Fusion Engineering and Design* 91 (2015), S. 21–24.
- [71] Th. Weber. „Entwicklung und Optimierung von gradierten Wolfram/Eurofer97-Verbindungen für Divertorkomponenten“. Diss. Karlsruher Institut für Technologie, 2012.
- [72] Y. Itoh; M. Takahashi; H. Takano. „Design of tungsten/copper graded composite for high heat flux components“. In: *Fusion Engineering and Design* 31 (1996), S. 279–289.
- [73] Z.-J. Zhou; S.-X. Song; J. Du; Z.-H. Zhong; C.-C. Ge. „Performance of W/Cu FGM based plasma facing components under high heat load test.“ In: *Journal of Nuclear Materials* 363-365 (2007), S. 1309–1314.
- [74] R. Jedamzik; A. Neubrand; J. Rodel. „Functionally graded materials by electrochemical processing and infiltration: application to tungsten/copper composites“. In: *Journal of Materials Science* 35 (2000), S. 477–486.
- [75] Y. Nishi; Y. Mogi; K. Oguri. „Preparation of Fe–W amorphous films by an electroplating method“. In: *Journal of Materials Science Letters* 14 (1995), S. 1–3.
- [76] N. Tsyntsaru; J. Bobanova; X. Ye; H. Cesiulis; A. Dikumar; I. Prosycevas; J. P. Celis. „Iron-tungsten alloys electrodeposited under direct current from citrate-ammonia plating baths“. In: *Surface and Coatings Technology* 203 (2009), S. 3136–3141.
- [77] Z. Zhou; S. Guo; S. Song; W. Yao; C. Ge. „The development and prospect of fabrication of W based plasma facing component by atmospheric plasma spraying“. In: *Fusion Engineering and Design* 86 (2011), S. 1625–1629.
- [78] G. Pintsuk; I. Smid; J. E. Doring; W. Hohenauer; J. Linke. „Fabrication and characterization of vacuum plasma sprayed W/Cu-composites for extreme thermal conditions“. In: *Journal of Materials Science* 42 (2007), S. 30–39.
- [79] F. Brossa; G. Piatti; P. Schiller; P. Ghiselli; G. Tommei. „Experimental tests concerning the use of the tungsten-copper couple design concept on the divertor system“. In: *Fusion Technology* 1 (1982), S. 491–496.
- [80] N. R. Hamilton; M. O. Robbie; J. Wood; A. Galloway; I. Katramados; J. Milnes. „The challenges in predicting the fatigue life of dissimilar brazed joints and initial finite element results for a tungsten to EUROFER97 steel brazed joint“. In: *Fusion Engineering and Design* 86 (2011), S. 1642–1645.

- [81] M. R. Gilbert; J.-C. Sublet. *Handbook of activation, transmutation, and radiation damage properties of the elements simulated using FISPACT-II & TENDL-2015; Magnetic Fusion Plants*. Culham Centre For Fusion Energy, 2016.
- [82] F. W. Wiffen; R. T. Santoro. „Control of activation levels to simplify waste management of fusion reactor ferritic steel components“. In: *Plasma Physics and Fusion Technology* 17 (1984), S. 195–200.
- [83] H. Berns; W. Theisen. *Eisenwerkstoffe - Stahl und Gusseisen*. Springer, 2008.
- [84] F. Tavassoli. *Fusion Demo Interim Design Criteria (DISDC)/Appendix A: Material Design Limit Data/A3.S18E Eurofer Steel, DMN/DIR/NT/2004-000/A*. Techn. Ber. DMN Technical Report, 2004.
- [85] ASTM Subcommittee A01.10. *Standard Specification for Seamless Ferritic Alloy-Steel Pipe for High-Temperature Service (ASTM A335 / A335M - 15a)*. ASTM International, 2017.
- [86] R. Schaeublin; D. Gelles; M. Victoria. „Microstructure of irradiated ferritic/martensitic steels in relation to mechanical properties“. In: *Journal of Nuclear Materials* 307 (2002), S. 197–202.
- [87] P. Fernandez; A. M. Lancha; J. Lapena; M. Hernandez-Mayoral. „Metallurgical characterization of the reduced activation ferritic/martensitic steel Eurofer97 on as-received condition.“ In: *Fusion Engineering and Design* 58-59 (2001), S. 787–792.
- [88] P. Fernandez; A. M. Lancha; J. Lapena; M. Hernandez-Mayoral. „Metallurgical properties of reduced activation martensitic steel Eurofer97 in the as-received condition and after thermal ageing.“ In: *Journal of Nuclear Materials* 307 (2002), S. 495–499.
- [89] B. van der Schaaf; F. Tavassoli; C. Fazio; E. Rigal; E. Diegele; R. Lindau; G. LeMarois. „The development of EUROFER reduced activation steel“. In: *Fusion Engineering and Design* 69 (2003), S. 197–203.
- [90] E. Materna-Morris; C. Adelhelm; S. Baumgärtner; B. Dafferner; P. Graf; S. Heger; U. Jäntschi; R. Lindau; C. Petersen; M. Rieth; R. Ziegler; H. Zimmermann. *Structural material EUROFER97-2: characterization of rod and plate material: structural, tensile, Charpy and creep properties*. Karlsruher Institut für Technologie, 2007.
- [91] E. Gaganidze; J. Aktaa. „Assessment of neutron irradiation effects on RAFM steels“. In: *Fusion Engineering and Design* 88 (2013), S. 118–128.
- [92] M. Rieth; M. Schirra; A. Falkenstein; P. Graf; S. Heger; H. Kempe; R. Lindau; H. Zimmermann. *Eurofer97 - Tensile, Charpy, Creep and Structural Test*. Forschungszentrum Karlsruhe, 2003.

-
- [93] F. Özkan; J. Aktaa. „Creep fatigue assessment for EUROFER components“. In: *Fusion Engineering and Design* 100 (2015), S. 536–540.
- [94] A. Danon; A. Alamo. „Behavior of Eurofer97 reduced activation martensitic steel upon heating and continuous cooling“. In: *Journal of Nuclear Materials* 307-311 (2002), S. 479–483.
- [95] A. Paúl; A. Beirante; N. Franco; E. Alves; J. A. Odriozola. „Phase Transformation and Structural Studies of EUROFER RAFM Alloy“. In: *Materials Science Forum* 514-516 (2006), S. 500–504.
- [96] K. Mergia; N. Boukos. „Structural, thermal, electrical and magnetic properties of Eurofer 97 steel“. In: *Journal of Nuclear Materials* 373 (2008), S. 1–8.
- [97] E. Lassner; W.-D. Schubert. *Tungsten - Properties, Chemistry, Technology of the Element, Alloys, and Chemical Compounds*. Kluwer Academic / Plenum Publishers, 1998.
- [98] Plansee AG. *Broschüre: Wolfram - Werkstoffeigenschaften und Anwendungen*. www.Plansee.com, 2017.
- [99] D. Rupp; S. M. Weygand. „Anisotropic fracture behaviour and brittle-to-ductile transition of polycrystalline tungsten“. In: *Philosophical Magazine* 90 (2010), S. 4055–4069.
- [100] P. Gumbach. „Brittle fracture and the brittle-to-ductile transition of tungsten“. In: *Journal of Nuclear Materials* 323 (2003), S. 304–312.
- [101] P. Gustafson. „A thermodynamic evaluation of the C-Fe-W system“. In: *Metallurgical Transactions A* 18 (1987), S. 175–188.
- [102] E. T. Henig. *Die Konstitution von W-Fe-Ni Schwermetellegierungen und ihr Einfluss auf die Mechanischen Eigenschaften*. Plansee Seminar, 1981, S. 335–359.
- [103] N. Naidu; A. Sriramamurthy; P. Rao. „Fe-W (Iron-Tungsten)“. In: *Phase Diagrams of Binary Iron Alloys* 2 (1986), S. 176–188.
- [104] A. Jacob; C. Schmetterer; L. Singheiser; A. Gray-Weale; B. Hallstedt; A. Watson. „Modeling of Fe-W phase diagram using first principles and phonons calculations“. In: *Calphad* 50 (2015), S. 92–104. ISSN: 0364-5916.
- [105] A. K. Sinha; W. Hume-Rothery. „The iron-tungsten system“. In: *Journal of Iron and Steel Research International* 205 (1967), S. 1145–1149.
- [106] A. Antoni-Zdziobek; T. Commeau; J.-M. Joubert. „Partial Redetermination of the Fe-W Phase Diagram“. In: *Metallurgical and Materials Transactions A* 44 (2013), S. 2996–3003. ISSN: 1543-1940.

- [107] G. Kostakis. „Intermetallische Phasen des Zweistoffsystems Fe-W“. In: *Zeitschrift für Metallkunde* 76 (1985), S. 34–36.
- [108] J. Matejicek; B. Nevrla; J. Cech; M. Vilemova; V. Klevarova; P. Hausild. „Mechanical and Thermal Properties of Individual Phases Formed in Sintered Tungsten-Steel Composites“. In: *Acta Physica Polonica A* 128 (2015), S. 718–721.
- [109] H. K. D. H. Bhadeshia; T. Inoue; G. Totten; M. Howes. „Materials factors“. In: *Handbook of Residual Stress und Deformation of Steel*, ASM International, 2002.
- [110] H. Schimmöller. „Entstehung und Bestimmung von Schweißeigenspannungen“. In: *Schriftenreihe Schiffbau* 523 (1992).
- [111] E. Werner; S. Kalpakjian; S. Schmid. *Werkstofftechnik*. Pearson Education, 2011.
- [112] A. Peiter. *Handbuch Spannungs Messpraxis - Experimentelle Ermittlung Mechanischer Spannungen*. Friedrich Vieweg&Sohn Verlagsgesellschaft, 1992.
- [113] H.-D. Tietz. *Grundlagen der Eigenspannungen - Entstehung in Metallen, Hochpolymeren und silikatischen Werkstoffen, Messtechnik und Bewertung*. VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1982.
- [114] D. Qu. „Development of functionally graded tungsten/EUROFER coating systems“. Diss. Karlsruher Institut für Technologie, 2015.
- [115] H. Frey; H. R. Khan, Hrsg. *Handbook of Thin-Film Technology*. Springer, 2015.
- [116] D. M. Mattox. *Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing*. Elsevier Inc., 2010.
- [117] K. S. Sree Harsha. *Principles of Vapor Deposition of Thin Films*. Elsevier Ltd., 2006.
- [118] J. A. Thornton. „High Rate Thick Film Growth“. In: *Annual Review of Materials Science* (1977).
- [119] F. Lemoisson; L. Froyen. *Fundamentals of Metallurgy*. Hrsg. von Seshadri Seetharaman. Woodhead Publishing Ltd., 2005.
- [120] K. Zangeneh-Madar; M. Amirjan; N. Parvin. „Improvement of physical properties of Cu-infiltrated W compacts via electroless nickel plating of primary tungsten powder“. In: *Surface and Coatings Technology* 203 (2009), S. 2333–2336.
- [121] J. Das; A. Chakraborty; T. P. Bagchi; B. Sarma. „Improvement of machinability of tungsten by copper infiltration technique“. In: *Refractory Metals and Hard Metals* 26 (2008), S. 530–539.

-
- [122] J. Riesch; M. Aumann; J. W. Coenen; H. Gietl; G. Holzner; T. Höschen; P. Huber; M. Li; Ch. Linsmeier; R. Neu. „Chemically deposited tungsten fibre-reinforced tungsten - The way to a mock-up for divertor applications“. In: *Nuclear Materials and Energy* 9 (2015), S. 75–83.
- [123] DIN Arbeitsgremium NA 092-00-14 AA. *Thermisches Spritzen - Begriffe, Einteilung (DIN EN 657:2005-06)*. Deutsches Institut für Normung, 2005.
- [124] R. Vaßen. *Entwicklung neuer oxidischer Wärmedämmschichten für Anwendungen in stationären und Flug-Gasturbinen*. Forschungszentrum Jülich GmbH, 2004.
- [125] H. Eschnauer. „Progress in Thermal Spraying“. In: *Metall* 39 (1985), S. 218–224.
- [126] P. L. Fauchais; J. V. R. Heberlein; M. I. Boulos. *Thermal Spray Fundamentals - From Powder to Part*. Springer, 2014.
- [127] D. Kolman; K. Voleňík. „Modeling of Oxidation During Plasma Spraying of Iron Particles“. In: *Plasma Chemistry and Plasma Processing* 22 (2002), S. 437–450.
- [128] J. Matejcek; M. Vilemova; B. Nevrla; L. Kocmanova; J. Veverka; M. Halasova; H. Hadraba. „The influence of substrate temperature and spraying distance on the properties of plasma sprayed tungsten and steel coatings deposited in a shrouding chamber“. In: *Surface and Coatings Technology* (2016). InPress.
- [129] R. G. Castro; A. H. Bartlett; K. J. Hollis; R. D. Fields. „The effect of substrate temperature on the thermal diffusivity and bonding characteristics of plasma sprayed beryllium“. In: *Fusion Engineering and Design* 37 (1997), S. 243–252.
- [130] P. Schütte. „Aufbau einer Kurzzeitsinteranlage zur Herstellung verschleißbeständiger Verbundwerkstoffe“. Diss. Ruhr-Universität Bochum, 2012.
- [131] S. Grasso; Y. Sakka; G. Maizza. „Electric current activated/assisted sintering (ECAS): a review of patents 1906-2008“. In: *Science and Technology of Advanced Materials* 10 (2009), S. 1–24.
- [132] A. I. Raichenko; T. L. Istomina; G. G. Karyuk; A. A. Baidenko; M. Sh. Goldberg; A. F. Khrienko; A. V. Svechikov. „Effect of abrasive component concentration on the mechanical properties and structure of tool material prepared by electric discharge sintering“. In: *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 24 (1985), S. 160–163.
- [133] G. L. Burenkov; A. I. Raichenko; A. M. Suraeva. „Macroscopic mechanism of formation of interparticle contact in electric current sintering of powders“. In: *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 28 (1989), S. 186–191.
- [134] W. Schatt; K.-P. Wieters; B. Kieback. *Pulvermetallurgie*. Springer, 2007.

- [135] S. Firstov; Y. Podrezov; N. Minakov; V. Nazarenko; O. Koryak. „Contact formation in iron powder compacts during electric sintering“. In: *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 49 (2010), S. 438–445.
- [136] L.O. Andrushchik; O.N. Balashina; W.A. Hermel; S.A. Siegel; S.P. Oshkaderov. „Structure and mechanical properties of iron sintered by electric contact heating“. In: *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 30 (1991), S. 15–19.
- [137] L. O. Andrushchik; E. Dudrova; S. P. Oshkaderov; M. A. Kabatova. „Structure and Properties of Alloys Based on Iron Sintered by Electric-Resistance Heating“. In: *Powder Metallurgy and Metal Ceramics* 32 (1993), S. 32–38.
- [138] J. F. Zhao; C. Unuvar; U. Anselmi-Tamburini; Z. A. Munir. „Kinetics of current-enhanced dissolution of nickel in liquid aluminum“. In: *Acta Materialia* 55 (2007), S. 5592–5600.
- [139] V. E. Gromov; L. I. Gurevich; V. F. Kurilov; T. V. Erilova. „Influence of current pulses on the mobility and multiplication of dislocations in Zn“. In: *Strength of Materials* 21 (1989), S. 1335–1341.
- [140] T. Nagae; M. Yokota; M. Nose; S. Tomida; T. Kamiya; S. Saji. „Effects of pulse current on an aluminum powder oxide layer during pulse current pressure sintering“. In: *Materials Transactions* 43 (2002), S. 1390–1397.
- [141] K. R. Anderson; J. R. Groza; M. Fendorf; C. J. Echer. „Surface oxide debonding in field assisted powder sintering“. In: *Material Science and Engineering Structural Materials* 270 (1999), S. 278–282.
- [142] S. Risbud; J.R. Groza; M. Kim. „Clean Grain-Boundaries in Aluminium Nitride Ceramics Densified Without Additives by a Plasma-Activated Sintering Process“. In: *Philosophical Magazine - Physics of condensed matter statistical mechanics electronic optical and magnetic properties* 69 (1994), S. 525–533.
- [143] P. Steinke. *Finite-Elemente-Methode: Rechnergestützte Einführung*. Springer, 2010.
- [144] K.-J. Bathe. *Finite-Elemente-Methoden*. Springer, 2002.
- [145] O. C. Zienkiewicz; R. L. Taylor; J. Z. Zhu. *The Finite Element Method: Its Basis and Fundamentals*. Butterworth-Heinemann, 2013.
- [146] B. Klein. *FEM Grundlagen und Anwendungen der Finite-Elemente-Methode im Maschinen- und Fahrzeugbau*. Springer, 2015.
- [147] D. Braess. *Finite Elemente: Theorie, Schnelle Löser und Anwendungen in der Elastizitätstheorie*. Springer, 2013.
- [148] *ITER Materials Properties Handbook (MPH), ITER Doc. G 74 MA 16 04-05-07 R0.1 (internal project document distributed to the ITER Participants)*. 2017.

-
- [149] J. H. You; EUROfusion DEMO Divertor project team. „WPDIV: Selected results from recent tasks“. In: *German DEMO Workshop (Garching)*. 12.-13. Jan 2017.
- [150] J. M. Missiaen; J. J. Raharijaon; A. Antoni; C. Pascal; M. Richou; P. Magaud. „Design of a W/steel functionally graded material for plasma facing components of DEMO“. In: *Journal of Nuclear Materials* 416 (2011), S. 262–269.
- [151] M. Merola; G. Vieider; et al. „EUPITER: the European thermohydraulic package for plasma facing components“. In: *Proceedings of the Specialists' Workshop on High Heat Flux Cooling for ITER PFCs (JET, Culham, UK)* (1996).
- [152] R. C. Progelhof; J. L. Throne; R. R. Ruetsch. „Method for Predicting the Thermal Conductivity of Composite Systems: A Review“. In: *Polymer Engineering and Science* 16 (1976), S. 615–625.
- [153] T. Belytschko; W. Kam Liu; B. Moran; K. Elkhodary. *Nonlinear Finite Elements for Continua and Structures*. Wiley, 2014.
- [154] J. Lubliner. „On the thermodynamic foundations of non-linear solid mechanics“. In: *International Journal of Non-Linear Mechanics* 7 (1972), S. 237–254.
- [155] W. H. Müller. *Streifzüge durch die Kontinuumsmechanik*. Springer, 2011.
- [156] A. Diemar. „Simulation des Einsatzhärtens und Abschätzung der Dauerfestigkeit einsatzgehärteter Bauteile“. Diss. Bauhaus-Universität Weimar, 2007.
- [157] D. Gross; T. Seelig. *Bruchmechanik - Mit einer Einführung in die Mikromechanik*. Springer, 2011.
- [158] W. Voigt. „Über die Beziehung zwischen den beiden Elastizitätskonstanten isotroper Körper“. In: *Wiedemanns Annalen der Physik und Chemie* 38 (1889), S. 573–587.
- [159] A. Reuss. „Berechnung der Fließgrenze von Mischkristallen auf Grund der Plastizitätsbedingung für Einkristalle“. In: *Zeitschrift für angewandte Mathematik und Mechanik* 9 (1929), S. 49–58.
- [160] J. C. Haplin; J. L. Kardos. „The Halpin-Tsai Equations: A Review“. In: *Polymer Engineering and Science* 16 (1976), S. 344–352.
- [161] Z. Hashin; S. Shtrikman. „A variational approach to the theory of the elastic behaviour of multiphase materials“. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 11 (1963), S. 127–140.
- [162] R. B. Hetnarski; M. Reza Eslami. *Thermal Stresses - Advanced Theory and Applications*. Springer, 2009.
- [163] R. von Mises. „Mechanik der plastischen Formänderung von Kristallen“. In: *Zeitschrift für angewandte Mathematik und Mechanik* 8 (1928), S. 161–185.

- [164] M. H. Tresca. „On the "Flow of Solids", with the practical application in Forgings, &c.“ In: *Proceedings of the Royal Society of Edinburgh* 6 (1869), S. 114–162.
- [165] W. J. M. Rankine. „On the stability of loose earth“. In: *Philosophical Transactions of the Royal Society of London* 147 (1857), S. 9–27.
- [166] B. Mülders. „Modellierung der Verfestigung technischer Aluminiumlegierungen“. Diss. RWTH Aachen, 2001.
- [167] F. K. G. Odqvist. „Die Verfestigung von flußeisenähnlichen Körpern. Ein Beitrag zur Plastizitätstheorie. Ein Beitrag zur Plastizitätstheorie“. In: *Zeitschrift für angewandte Mathematik und Mechanik* (1933).
- [168] J.C. Devaux J. B. Leblond G. Mottet. „A Theoretical and Numerical Approach to the Plastic Behaviour of Steels During Phase Transformations - II. Study of Classical Plasticity for Ideal-Plastic Phases“. In: *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 34 (1986), S. 411–432.
- [169] H. J. M. Geijselaers. „Numerical simulation of stresses due to solid state transformations - the simulation of laser hardening“. Diss. Universiteit Twente, 2003.
- [170] S. Petit-Grostabussiat; L. Taleb; J.-F. Jullien. „Experimental results on classical plasticity of steels subjected to structural transformations“. In: *International Journal of Plasticity* 20 (2004), S. 1371–1386.
- [171] C. Suryanarayana. *Mechanical Alloying and Milling*. CRC Press, 2004.
- [172] O. H. Seeck; B. Murphy. *X-Ray Diffraction - Modern Experimental Techniques*. Pan Stanford, 2015.
- [173] Y. Waseda; E. Matsubara; K. Shinoda. *X-Ray Diffraction Crystallography - Introduction, Examples and Solved Problems*. Springer, 2011.
- [174] Carl Zeiss Microscopy GmbH. *Mikroskopie - Produkte - FIB-SEM-Instrumente - Crossbeam*. 2017. URL: <http://www.zeiss.de/mikroskopie/produkte/fib-sem-instruments/crossbeam.html>.
- [175] H. E. Exner; P. H. Hougardy. *Einführung in die quantitative Gefügeanalyse*. DGM Informationsgesellschaft Verlag, 1986.
- [176] T. L. Heath. „On floating bodies“. In: *The Works of Archimedes*. Cambridge University Press, 1897.
- [177] DDBST GmbH. *Dortmund Data Bank - DIPPR105 Density Calculation - Saturated Liquid Density*. 2017. URL: <http://ddbonline.ddbst.de/DIPPR105Density-Calculation/DIPPR105CalculationCGI.exe>.
- [178] L. Issler; H. Ruoss; P. Häfele. *Festigkeitslehre: Grundlagen*. Springer, 1997.

-
- [179] DIN Arbeitsgremium NA 062-01-42 AA. *Metallische Werkstoffe - Biegeversuch (DIN EN ISO 7438:2016)*. Deutsches Institut für Normung, 2016.
- [180] DIN Arbeitsgremium NA 005-07-05 AA. *Prüfung von Festbeton - Teil 5: Biegezugfestigkeit von Probenkörpern (DIN EN 12390-5:2009)*. Deutsches Institut für Normung, 2009.
- [181] S. Antusch; D. E. J. Armstrong; T. B. Britton; L. Commin; J. S. K.-L. Gibson; H. Greuner; J. Hoffmann; W. Knabl; G. Pintsuk; M. Rieth; S. G. Roberts; T. Weingaertner. „Mechanical and microstructural investigations of tungsten and doped tungsten materials produced via powder injection molding“. In: *Nuclear Materials and Energy* 1-2 (2015), S. 22–31.
- [182] A. Stacey J. A. Kapp. „Analysis of a Notched Four-Point Bending Sample Containing Various Residual Stresses“. In: *Analytical and Experimental Methods for Residual Stress Effects in Fatigue*. Amercian Society for Testing und Materials, 1988, S. 65–81.
- [183] ASTM Subcommittee E08.07. *Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials (E 399 - 90)*. ASTM International, 1997.
- [184] ASTM Subcommittee D30.04. *Standard Test Method for Flexural Properties of Polymer Matrix Composite Materials (ASTM D7264)*. ASTM International, 2015.
- [185] B. Gorny. „Einsatzmöglichkeiten und Anwendungsgrenzen der digitalen Bildkorrelation zur Frühdetektion struktureller und funktioneller Schädigungen und Versagensvorhersage in metallischen Werkstoffen, Werkstoffverbunden und Verbundwerkstoffen“. Diss. Universität Paderborn, 2013.
- [186] C. V. Thompson. „Grain Growth in thin Films“. In: *Annual Review of Materials Science* 20 (1990), S. 245–268.
- [187] K. P. Almqvist. „Structural Characterization of Nanocrystalline Thin Films Grown by Magnetron Sputtering“. Diss. University of Aarhus, 2006.
- [188] Deutsche Edelstahlwerke. *Werkstoffdatenblatt X12Cr13 1.4006*. 2015.
- [189] J. Matejcek; H. Boldyryeva. „Processing and temperature-dependent properties of plasma-sprayed tungsten–stainless steel composites“. In: *Physica Scripta* T138 (2009), S. 1–4.
- [190] A. Kucuk; C. C. Berndt; U. Senturk; R. S. Lima; C. R. C. Lima. „Influence of plasma spray parameters on mechanical properties of yttria stabilized zirconia coatings“. In: *Material Science and Engineering A284* (2000), S. 29–40.

- [191] D. Thirumalaikumarasamy; K. Shanmugam; V. Balasubramanian. „Influences of atmospheric plasma spraying parameters on the porosity level of alumina coating on AZ31B magnesium alloy using response surface methodology“. In: *Progress in Natural Science: Materials International* 22 (2012), S. 468–479.
- [192] P. Huggett; B. Ben-Nissan. „Development of a low melting point white cast iron for use in composite alloy manufacture“. In: *Materials Forum* 31 (2007), S. 16–23.
- [193] D. P. Desai. „Thermodynamic Properties of Iron and Silicon“. In: *Journal of Physical and Chemical Reference Data* 15 (1986), S. 967–983.
- [194] N. Krasokha. „Einfluss der Sinteratmosphäre auf das Verdichtungsverhalten hochlegierter PM-Stähle“. Diss. Ruhr-Universität Bochum, 2012.
- [195] B. Röthler. „Möglichkeiten zur Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften von kaltgewalzten TRIP-Stählen“. Diss. Technische Universität München, 2005.
- [196] G. Tammann; E. Scheil. „Die Umwandlungen des Austenits und Martensits in gehärteten Stählen“. In: *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie* 157 (1926), S. 1–21.
- [197] R. M. German. *Sintering Theory and Practice*. John Wiley & Sons Inc, 1996.
- [198] L.-Y. Fang; K. E. Metzloff; R. C. Voigt; C. R. Loper jr. „Der Elastizitätsmodul von graphitischen Gußeisen; Nachdruck des Vortrags "Young's Modulus in Graphitic Cast Irons."beim 61. Gießerei-Weltkongress, Beijing“. In: *ZVG* (1995).
- [199] D. Lohe; O. Vöhringer; E. Macherauch. „The influence of graphite shape on mechanical properties of ferritic cast iron“. In: *Mechanical behaviour of materials*. Pergamon Press, 1983.
- [200] J. M. Gerken; W. A. Owczarski. „A Review of Diffusion Welding“. In: *Welding Research Council* 109 (1965), S. 1–28.
- [201] DIN Arbeitsgremium NA 092-00-06 AA. *Schweißen und verwandte Prozesse - Begriffe - Teil 100: Metallschweißprozesse mit Ergänzungen zu DIN EN 14610:2005 (DIN 1910-100:2008-02)*. Deutsches Institut für Normung, 2008.
- [202] V. Schuler H. J. Fahrenwaldt. *Praxiswissen Schweißtechnik: Werkstoffe, Prozesse, Fertigung*. Vieweg + Teubner, GWV Fachverlage GmbH, 2009.
- [203] B. Derby; E. R. Wallach. „Theoretical model for diffusion bonding“. In: *Metal Science* 16 (1982), S. 49–56.
- [204] A. Hill; E. R. Wallach. „Modelling solid-state diffusion bonding“. In: *Acta Metallurgica* 37 (1989), S. 2425–2437.
- [205] G. Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. 3. Springer, 2007.

- [206] J. Pilling. „The kinetics of isostatic diffusion bonding in superplastic metaerials“. In: *Materials Science and Engineering* 100 (1988), S. 137–144.
- [207] G. C. Kuczynski. „Self-diffusion in Sintering of Metallic Particles“. In: *Metals Transactions* (1949), S. 169–178.
- [208] G. C. Kuczynski; W. Leszynski. *Theory of Solid State Sintering*. Interscience Publishers, 1961.
- [209] W. Sittel. „Entwicklung und Optimierung des Diffusionsschweißen von ODS Legierungen“. Diss. Karlsruher Institut für Technologie, 2014.
- [210] W.-D. Günther; H. Mehlhorn; P. Wiesner. *Diffusionsschweißen*. 1. Verlag Technik, 1978.

Danksagung

Beim Anfertigen dieser Dissertation haben mich viele Mitmenschen und Kollegen direkt und indirekt unterstützt. Abschließend möchte ich daher noch einige Worte des Dankes an diese Menschen aussprechen.

Allem voran möchte ich mich bei meinem Institutsleiter PROF. DR. CHRISTIAN LINSMEIER bedanken, der mir durch eine Anstellung am Institut für Plasmaphysik (IEK-4) des Forschungszentrum Jülich die Möglichkeit bot, ein hochinteressantes Thema zu erforschen. Nicht nur hat er mir damit einen ausgezeichnet ausgestatteten Rahmen für die wissenschaftliche Arbeit geboten, sondern darüber hinaus jederzeit mit einem guten Rat beiseite gestanden. Herr Linsmeier unterstützte mich außerdem bei der Teilnahme an nationalen und internationalen Tagungen sowie bei Forschungsaufenthalten in Karlsruhe und Prag, wofür ich sehr dankbar bin.

Mein herzlicher Dank gilt darüber hinaus PROF. DR.-ING. WERNER THEISEN. Herr Theisen hat mich langjährig als studentische Hilfskraft am Lehrstuhl Werkstofftechnik der Ruhr-Universität Bochum beschäftigt. In dieser Zeit habe ich viele Dinge erlernt, die für meine Promotion essentiell waren. Außerdem hat mich Herr Theisen bei der Förderung meiner Auslandssemester unterstützt, durch die ich mich sowohl fachlich, als auch menschlich weiterentwickeln konnte. Während meiner Promotion hat mich Herr Theisen ebenfalls fortwährend begleitet, indem er als Erstprüfer meiner Arbeit die Betreuung seitens der Ruhr-Universität Bochum übernommen hat und regelmäßig für Gespräche zur Verfügung stand. Auch stellte er mir dankenswerterweise die EDS-Anlage seines Lehrstuhls zur Herstellung von Kompositen zur Verfügung.

Herrn DR.-ING. THOMAS WEBER und Herrn DR. GERALD PINTUSK möchte ich für die Betreuung meiner Arbeit am Forschungszentrum Jülich danken. Herr Weber hat durch seine eigenen Arbeiten den Grundstein für die vorliegende Dissertation gelegt und mich während der ersten Hälfte meiner Promotion betreut. Bevor er das Forschungszentrum Jülich verlassen hat, konnte ich mich durch ihn insbesondere auf dem Gebiet der FE Simulation weiterentwickeln. Herr Pintsuk hat dankenswerterweise die Betreuung in der späteren Phase meiner Arbeit übernommen, mich für die Aspekte der technischen Umsetzung von PFCs sensibilisiert und ausgezeichnete Anmerkungen während des Korrekturlesens meiner Arbeit eingebracht.

Meinen Projektpartnern ING. JIŘÍ MATĚJČEK, PH.D. und ING. MONIKA VILÉMOVÁ,

PH.D. vom IPP Prag gilt mein Dank für die fundierte Hilfe bei der Herstellung der APS-Schichten und für regelmäßige, anregende Diskussionen.

Auch möchte ich mich herzlich bei meinen Kollegen bedanken. DR.-ING. WILFRIED BEHR, BERND HAUSMANN und THOMAS KOPPITZ vom ZEA-1 möchte ich für die Unterstützung bei zahlreichen Versuchen an der Heipresse und Messungen der thermischen Ausdehnung meiner Proben danken. JÖRG BARTSCH und VOLKER GUTZEIT vom IEK-2 haben mir mit Ihrer umfangreichen Erfahrung dankenswerterweise bei der metallografischen Präparation meiner Proben Rat gestanden. FRIEDEL GORMANN vom IEK-4 hat mich bei der Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit unterstützt, wofür ich mich ebenfalls bedanken möchte. Bei PROF. DR. ANTON MÖSLANG und dem Team des IAM-AWP des Karlsruher Institut für Technologie möchte ich mich für die Gelegenheit bedanken, 4-Punkt-Biegeversuche durchführen zu dürfen. Unsere Projektleiter DR. JAN WILLEM COENEN und DR. JOCHEN LINKE standen des Weiteren fortwährend mit umfangreichem Wissen für fusions-relevante und allgemeine Gespräche zur Verfügung.

Nicht zuletzt gilt mein herzlicher Dank auch meinen Doktoranden-Kollegen am IEK-4. MARTIN AUMANN, STEPHAN ERTMER, TOBIAS WEGENER, JAN ENGELS, RAHUL RAYAPROLU, BRUNO JASPER, MICHAEL HUBENY, und MITJA BECKERS haben durch private und fachliche Gesprächen ebenso zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen wie mein Masterand TIM LIENIG, der mich zusätzlich tatkräftig bei der Herstellung der EDS-Komposite unterstützt hat. Insbesondere die außerfachlichen, erheiternden Gespräche werden mir in Erinnerung bleiben und die Zeit am FZJ zu einer besonderen machen. Vielen Dank hierfür!

Ein Dank gilt auch den ehemaligen Betreuern meiner fachwissenschaftlichen Arbeiten am LWT DR.-ING. STEPHAN HUTH, DR.-ING. NIKOLAJ KRASOKHA und DR.-ING. HORST HILL, sowie PROF. DR. DR. EWALD WERNER vom WKM der Technischen Universität München, die mich im Laufe meines Studiums unterstützt und gefördert haben.

Der größte Dank gilt jedoch meiner FAMILIE, die mich zu der Person gemacht hat, die ich bin. Meine Familie hat mich während meines gesamten Lebens in dem, was ich tat, unterstützt und mich geduldig mit viel Rückhalt begleitet. Zuletzt hat allen voran meine Freundin MYRIAM diese Geduld aufgebracht. Sie hat mich mit viel Liebe durch die schriftlichen Ausfertigung der Dissertation getragen. Vielen Dank euch allen hierfür!

Band / Volume 369

**Herstellung und Charakterisierung oxiddispersionsverstärkter
Haftvermittlerschichten**

J. Bergholz (2017), V, 133, II pp

ISBN: 978-3-95806-223-8

Band / Volume 370

**Performance of Plasma Facing Materials under Thermal and Plasma
Exposure**

I. Steudel (2017), XVI, 150 pp

ISBN: 978-3-95806-226-9

Band / Volume 371

**The Impact of Transient Thermal Loads on Beryllium
as Plasma Facing Material**

B. Spilker (2017), XII, 134 pp

ISBN: 978-3-95806-227-6

Band / Volume 372

**Analysis and Simulation of Macroscopic Defects in Cu(In,Ga)Se₂
Photovoltaic Thin Film Modules**

B. Misić (2017), iv, 147 pp

ISBN: 978-3-95806-228-3

Band / Volume 373

**Chemical and physical properties of sodium
ionic conductors for solid-state batteries**

M. Guin (2017), ix, 126 pp

ISBN: 978-3-95806-229-0

Band / Volume 374

**Prediction of Oxidation Induced Life Time for
FCC Materials at High Temperature Operation**

R. Duan (2017), vi, 180 pp

ISBN: 978-3-95806-230-6

Band / Volume 375

**Microstructure Evolution of Laves Phase Strengthened
Ferritic Steels for High Temperature Applications**

J. K. Lopez Barrilao (2017), XVI, 134 pp

ISBN: 978-3-95806-231-3

Band / Volume 376

**Drying front formation in topmost soil layers as evaporative restraint
Non-invasive monitoring by magnetic resonance and numerical simulation**

S. Merz (2017), xxii, 108 pp

ISBN: 978-3-95806-234-4

Band / Volume 377

**Low Temperature Thin-Film Silicon Solar Cells
on Flexible Plastic Substrates**

K. Wilken (2017), 194 pp

ISBN: 978-3-95806-235-1

Band / Volume 378

**Dissolution Behaviour of Innovative Inert Matrix Fuels
for Recycling of Minor Actinides**

E. L. Mühr-Ebert (2017), xii, 164 pp

ISBN: 978-3-95806-238-2

Band / Volume 379

**Charakterisierung und Modifizierung von Kupferoxid- und Kupfersulfid-
Nanopartikeln für Dünnschichtsolarzellen**

J. Flohre (2017), 141, iii pp

ISBN: 978-3-95806-241-2

Band / Volume 380

**Einzelfaserkomposite aus Pulvermetallurgischem
Wolfram-faserverstärktem Wolfram**

B. Jasper (2017), v, 92, XVIII pp

ISBN: 978-3-95806-248-1

Band / Volume 381

**Untersuchungen zur Deckschichtbildung auf $\text{LiNi}_{0,5}\text{Mn}_{1,5}\text{O}_4$ -
Hochvoltkathoden**

Die Kathoden/Elektrolyt-Grenzfläche in Hochvolt-Lithium-Ionen-Batterien

K. Wedlich (2017), xvi, 157, xvii-xxvi pp

ISBN: 978-3-95806-249-8

Band / Volume 382

**Charakterisierung gradiertter Eisen/Wolfram-Schichten
für die erste Wand von Fusionsreaktoren**

S. Heuer (2017), x, 234 pp

ISBN: 978-3-95806-252-8

Weitere **Schriften des Verlags im Forschungszentrum Jülich** unter
<http://www.zbw1.fz-juelich.de/verlagextern1/index.asp>

Energie & Umwelt /
Energy & Environment
Band / Volume 382
ISBN 978-3-95806-252-8

