

MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

## SCHADENSANALYSE UND KORROSIONSVER-HALTEN VON KERAMISCHEN KOMPONENTEN

Dr. Mathias Herrmann, Dr. Sören Höhn, Dipl.-Ing. Kerstin Sempf, Dipl.-Ing. Roy Torke

In weiten Bereichen der Wirtschaft besteht der dringende Bedarf an kostengünstigen Produktionskomponenten, die eine längere Lebensdauer sowohl unter abrasiven tribologischen als auch korrosiven Bedingungen aufweisen. Das führt dazu, dass existierende Werkstoffe und Komponenten in den verschiedensten Anwendungen immer stärker belastet werden. Neben der Entwicklung leistungsstarker Werkstoffe ist eine fundierte beanspruchungsgerechte Materialauswahl für die unterschiedlichsten Applikationen notwendig, um vorzeitiges Bauteilversagen zu vermeiden. Das erfordert eine genaue Kenntnis des Werkstoffverhaltens unter mechanischer, thermischer, korrosiver und tribologischer Belastung. Dieses Wissen kann einerseits mittels ausgereifter Mess- und Analysemethoden generiert werden, die die extremen Belastungsbedingungen abbilden können; andererseits können durch eine fundierte Analyse und Bewertung von Schadensfällen Rückschlüsse auf die Ausfallursache gezogen und dadurch eine Qualifizierung der Werkstoffe ermöglicht werden. Zur Lösung der Fragestellungen steht eine unikale Kombination von modernen Analysegeräten und Know-how für die Charakterisierung der Gefüge und Eigenschaften der gesamten Palette von keramischen Werkstoffen, Hartmetallen und Cermets im IKTS zur Verfügung. Durch die enge Verflechtung der Charakterisierung mit den anderen Abteilungen des IKTS ist eine fundierte Interpretation der Ergebnisse möglich.

Bei der Analyse von Schadensfällen für Kunden aber auch von im IKTS entwickelten Komponenten werden umfangreiche fraktographische Untersuchungen von Bruchflächen und Änderungen der Gefüge und Eigenschaften vorgenommen. Falls notwendig, sind begleitende Simulationen der Belastungen möglich, um die Schadensursachen zu bestimmen. Oft gibt schon eine fraktographische Untersuchung klare Aussagen über den Bruchursprung und bruchauslösende Defekte. Aus deren Art und Größe kann auf die Belastungen und damit mögliche Fehlerursachen zurückgeschlossen werden. Im Bauteil zerstörungsfrei erkannte Defekte können zielgenau durch mechanische bzw. ionenstrahlbasierte Methoden (BIB; FIB) präpariert werden. Diese können dann vergrößert dargestellt und analysiert werden. Dazu stehen leistungsfähige Rasterelektronenmikroskope und ein Transmissionselektronenmikroskop im IKTS zur Verfügung.

Durch Mikroröntgendiffraktometrie oder auch durch Beugung des Elektronenstrahls im Rasterelektronenmikroskop können neben den Informationen der chemischen Analyse auch Aussagen zur Kristallstruktur der Phasen gewonnen werden.

Ein Beispiel für eine solche Zielpräparation ist in den Bildern 1 und 2 dargestellt. Nach Beaufschlagung dünner hBN-Scheiben mit einer Feldstärke bis zu 80 KV/mm kommt es zum Durchschlag. In Bild 2 ist der Durchschlagkanal, der mittels Ionenstrahlschnitt präpariert wurde, dargestellt. Die Untersuchungen zeigen, dass es partiell zur Oxidation aber auch zum Schmelzen des hBN kommt [1]. Im Gegensatz zu anderen untersuchten Materialien zeigt hBN keine Mikrorisse um den Durchschlagskanal, was auf das exzellente Thermoschockverhalten hindeutet.

Die Schadensanalyse kann durch Simulation der mechanischthermischen Belastungen durch angepasste Prüfmethoden bis hin zu Tests im Vibrationsprüfstand (Beschleunigung < 200 g) oder durch die Simulation von Thermoschock oder Klimaschwankung bzw. nummerische Simulationen nachgebildet werden.

Neben mechanisch-thermischen Belastungen spielt Korrosion eine wichtige Rolle im Einsatzverhalten der Werkstoffe. Im IKTS wurden daher vielfältige Methoden zur Korrosionsprüfung von keramischen Werkstoffen und Bauteilen etabliert. Einen Überblick über die wichtigsten Methoden zeigt Tabelle 1. Darüber hinaus können an spezielle Anwendungen angepasste Tests (z. B. Wechselwirkung mit Metallschmelzen) auf Basis des umfangreichen Know-hows generiert und durchgeführt werden. Neben der Prüfung von Werkstoffen und Bauteilen entsprechend normierten Tests erfolgt auch die darüber hinausgehende Prüfung



MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

der Stabilität unter verschiedensten Bedingungen, um die Korrosionskinetik und -mechanismen zu bestimmen. Der Korrosionsfortschritt wird dabei mittels verschiedenster Parameter, z. B. Masse-, Geometrieänderung, Korrosionsschichtbildung, Gefüge-, Phasenänderung, Restfestigkeit beschrieben und mit den Gefügen und Zusammensetzungen der Werkstoffe korreliert.

Korrosion ist eine Eigenschaft des Systems, daher ist die genaue Kenntnis und Kontrolle der Korrosionsbedingungen wichtig. Die Bilder 3 und 4 zeigen die Oberflächen von SiSiC nach Korrosion in 1 M NaOH nach 200 h bei 70 °C (Bild 3) und nach Beaufschlagung einer Spannung bei Raumtemperatur. Während ohne Wirkung des elektrischen Stroms SiC stabil ist und nur das durch die Herstellung vorhandene freie Silizium durch das NaOH herausgelöst wird, erfolgt bei der elektrochemischen Korrosion ein Angriff auf das sekundär während der Silizierung gebildete SiC. Das vorhandene freie Si wird weit weniger angegriffen, was auf unterschiedliche Korrosionsmechanismen hindeutet [2]. Oft reicht die einfache Messung der Masseänderung oder Korrosionsschichtdicke nicht aus, um das Verhalten der Werkstoffe unter Anwendungsbedingungen zu verstehen.

## Übersicht über die Standardkorrosionsmethoden im IKTS

Methode	Temperatur	Medien
Korrosion durch Flüssigkeiten unter Normaldruck	bis Siedetem- peratur	Säuren, Laugen, Salzlösungen
Elektrochemische Korrosion in verschie- densten Elektrolyten	Nahe RT	Säuren, Laugen, Salzlösungen
Hydrothermale Korro- sion	< 250 °C	Duck < 200 bar, Wasser, Salzlösungen, verdünnte Säuren, Wasserdampf
Gaskorrosion	< 2000 °C	Gas verschiedenster Zusam- mensetzung, strömend
Heißgas / Brenner- prüfstand	< 1600 °C	Strömungsgeschwindigkeit v = 100 m/s, Druck 1 atm, bis 30 % Wasserdampf
Salzsprühnebeltest	35 °C	DIN EN ISO 9227 (NSS)
Feuchte Wärme	0-100 °C / 10-100 %rel.	konstant Klima, auch zykli- sche Tests möglich
Widerstand gegen Kriechwegbildung und Erosion	Normalklima	normale und erschwerte Bedingungen, DIN EN 60112; DIN IEC 60587
Lichtbogen- beständigkeit	Normalklima	Niederspannung - Hochstrom Hochspannung - Niedrigstrom

Dazu ist zusätzlich die Messung der Restfestigkeiten notwendig. Bild 5 zeigt die Änderung der Restfestigkeit von SiSiC, SSiC und von SiC-Diamantwerkstoffen nach der 200-stündigen Korrosion in NaOH bei 90 °C. Obwohl sowohl in SiSiC als auch in den SiC-Diamantwerkstoffen Si herausgelöst wird, ist der Abfall der Festigkeiten vollkommen unterschiedlich. Das kann durch die unterschiedliche Ausbildung des SiC-Skeletts in beiden Werkstoffen während der Herstellung erklärt werden [3].

## Leistungs- und Kooperationsangebot

- Beratung bei der applikationsbezogenen Werkstoffauswahl und Auslegung von Bauteilen
- Analyse von Schadensfällen und Schadensmechanismen
- Analyse der Zusammensetzung und Mikrostruktur von keramischen Werkstoffen
- Prüfungen verschiedenster Art nach nationalen und internationalen Standards
- Bestimmung des Korrosionsverhaltens und Korrosionsmechanismen keramischer Werkstoffe
- Bestimmung von thermophysikalischen, elektrischen, mechanischen und chemisch korrosiven Werkstoff- und Bauteilkennwerten
- Werkskalibrierungen nach VDI, VDE, DGQ-Richtlinien

## Quellen

- C. Steinborn, M. Herrmann, u. a., J. Europ. Ceram. Soc., 34, 2014, 1703
- [2] M. Herrmann, K. Sempf, u.a., Ceram. Inter., 41, 2015, 4422
- [3] M. Herrmann, B. Matthey, S. Kunze u. a. cfi/Ber. DKG 2015,10; E39

 Spannungsdurchschlag durch einen keramischen Werkstoff.
FESSEM-Bild eines Durchschlagkanals in hBN-Keramik.
Oberfläche eines in NaOH-korrodierten SiSiC-Werkstoffs.
FESEM-Abbildung der Korrosion des gleichen SiSiC-Werkstoffs unter elektrochemischen Bedingungen.
Restfestigkeit nach 200 h Korrosion bei 90 °C in NaOH.