

Erzeugung keramischer Schutzschichten mittels Pyrolyse auf Precursoren basierender Beschichtungssysteme

Generation of protective ceramic coatings by pyrolysis of precursor based coating systems

Projektträger / Fördermittelgeber: Bayerische Forschungsförderung (Forschungsverbund ForNextGen – TP4)
Executing Organisation: Bavarian Research Foundation (Research association ForNextGen – TP 4)

Aufgabenstellung

Forschungsziel ist die Entwicklung maßgeschneiderter keramischer Schichten auf Basis gefüllter Precursorsysteme, die durch die Pyrolyse im Ofen (Ofenpyrolyse) bzw. mittels Laserstrahlung (Laserpyrolyse) hergestellt werden. Die ausgewählten Schichten sollen das Korrosions- und Oxidationsverhalten von Metalloberflächen verbessern. Die Laserpyrolyse ist insbesondere für die Erzeugung von Beschichtungen auf niedrigschmelzenden Materialien (z.B. Aluminium) und zur Bildung scharf begrenzter Bereiche bis hin zu einzelnen Strukturlinien geeignet.

Vorgehensweise

Für die Untersuchungen zur Laserpyrolyse wurde ein Schichtsystem ausgewählt, das sich bereits bei der Ofenpyrolyse bewährt hat. Es handelt sich um ein glasgefülltes System auf Polysilazanbasis mit monoklinem ZrO_2 als Füllstoff. Nachdem das Absorptionsverhalten mittels UV-VIS-NIR- und FT-IR-Spektroskopie untersucht wurde, wurden drei unterschiedliche Laserwellenlängen für die Versuche zur Laserpyrolyse ausgewählt: CO_2 -Laser: 10.6 μm , Er:YAG-Laser: 2.94 μm und Nd:YAG-Laser: 1.064 μm .

Ergebnisse

Erfolgsversprechende Ergebnisse konnten mit Nd:YAG-Laserstrahlung erzielt werden. Es wurden kompakte, teilkristalline Schichten mit Schichtdicken < 20 μm erzeugt (Bild links: Übersicht, Bild rechts: Detail). EDX-Messungen zeigen, dass es sich bei den dendritförmigen Kristallen (Bild rechts) um ZrO_2 handelt. Mittels Röntgendiffraktometrie konnten tetragonales und geringe Mengen monoklines ZrO_2 als kristalline Phasen in den Schichten bestimmt werden. Die Stabilisierung der tetragonalen Hochtemperaturmodifikation des ZrO_2 ist vermutlich auf den Einbau von ZnO, MgO oder Al_2O_3 aus der Glasschmelze in die Kristallstruktur des ZrO_2 zurückzuführen, welche einen gut bekannten stabilisierenden Effekt für die tetragonale Modifikation besitzen.

Task

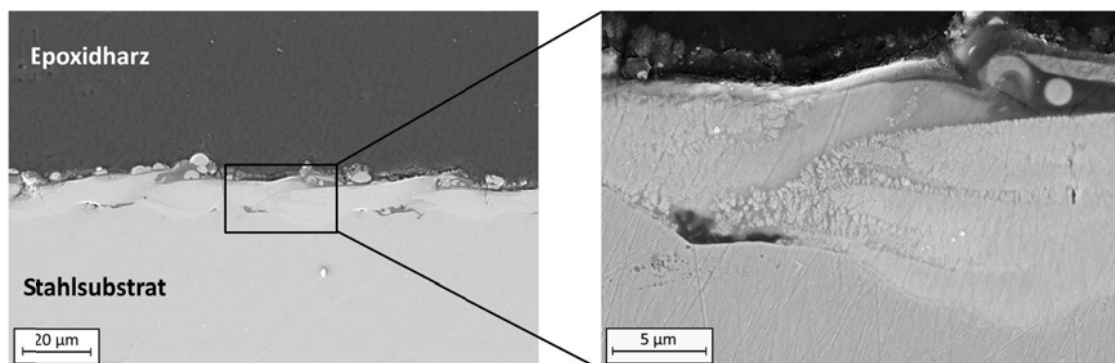
The task of the research project is the development of tailor-made ceramic coatings based on filled precursor-systems obtained by pyrolysis in oven or by laser radiation. The selected coating system is intended to improve the corrosion and oxidation resistance of metal surfaces. The laser based pyrolysis is particularly suitable for coatings on low melting materials (e.g. Aluminum) and for coatings within sharply defined areas, from complex structures to single lines.

Approach

Research on laser based pyrolysis was done with a precursor layer system which has proved successful in oven based pyrolysis. It is a glass-filled polysilazane based system with monoclinic ZrO_2 as ceramic filler. After the absorption behavior was investigated by UV-VIS-NIR- and FT-IR-spectroscopy three different laser wavelengths were been selected for laser pyrolysis: CO_2 laser: 10.6 μm , Er:YAG laser: 2.94 μm und Nd:YAG laser: 1.064 μm .

Results

Promising results have been achieved with Nd:YAG laser radiation. Dense semi-crystalline layers with thicknesses up to 20 μm were generated (pictured on the left: overview, pictured on the right: detail). By means of EDX-measurements the dendritic crystals (pictured on the right) could be determined as ZrO_2 . Using X-ray diffractometry tetragonal and minor quantities of monoclinic ZrO_2 were detected. Stabilization of tetragonal high temperature modification of ZrO_2 is probably due to incorporation of ZnO, MgO or Al_2O_3 from the molten glass into the crystal structure of ZrO_2 . These oxides have a well-known stabilizing effect on tetragonal modification.



REM-Aufnahme einer laserpyrolysierten Polysilanzschicht mit Glas und ZrO_2 gefüllt, 13CrMo4-Stahlsubstrat.
REM image of a laser pyrolyzed polysilazane based layer filled with glass and ZrO_2 , steel substrate (13CrMo4)