

Schlussbericht vom 18.08.2022

zu IGF-Vorhaben Nr. 248 EBR

IKTS-Berichtsnummer: 068-B21-032-AB-134104

Thema

Thema: Neue Metallmatrix-Verbundwerkstoffe mit natürlicher Diatomeenverstärkung

Titel des Gesamtprojekts: New Metal Matrix Composites Reinforced with Natural Diatom

Berichtszeitraum

01.05.2019 bis 31.12.2021

Dieser Bericht fungiert zugleich als IGF-Schlussbericht und als Cornet-Gesamtschlussbericht.

Forschungsvereinigung

Stifterverband Metalle e.V.
Wallstraße 58/59
10179 Berlin

Forschungseinrichtung(en)

Forschungseinrichtung 1/1 :

Fraunhofer-Gesellschaft e.V.
Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme IKTS
Institutsteil Materialdiagnostik IKTS-MD
Maria-Reiche-Straße 2
01109 Dresden

Gefördert durch:



Bundesministerium
für Wirtschaft
und Klimaschutz

aufgrund eines Beschlusses
des Deutschen Bundestages

Das Cornet Project MECODIA (*New metal matrix composites reinforced with natural Diatoms*) ist ein deutsch/polnisches Gemeinschaftsprojekt des Stifterverband Metalle, Deutschland, und dem Klaster Obróbkki Metali (*Metal Processing Cluster*), Polen, mit den Forschungseinrichtungen Fraunhofer IKTS in Deutschland und Białystok University of Technology in Polen. Dieser Schlussbericht führt sowohl die durch das deutsche Team als auch durch das polnische Team bearbeiteten Aufgaben im Berichtszeitraum auf. Die einzelnen Beiträge sind jeweils mit *Team Dresden* und/oder *Team Białystok* gekennzeichnet.

The Cornet Project MECODIA (*New metal matrix composites reinforced with natural Diatoms*) is a German/Polish joint project of the Stifterverband Metalle, Germany, and the Klaster Obróbkki Metali (*Metal Processing Cluster*), Poland, with the research institutions Fraunhofer IKTS in Germany and Białystok University of Technology in Poland. This final report lists the tasks worked on by both the German team and the Polish team during the reporting period. The individual contributions are marked with *Team Dresden* and/or *Team Białystok*.

Gegenüberstellung der durchgeführten Arbeiten und des Ergebnisses mit den Zielen

Comparison of the work carried out and the result with the objectives

1.1. Arbeitspaket 1: Vorbereitung der Kieselalgenschalen für Verarbeitung (Preparation of diatom frustules for processing)

Teilziel laut Antrag ist die Untersuchung von bis zu 20 Kieselalgenarten auf die Eignung ihrer Zellhülle (Frustel) als Komponente in Verbundmaterialien. In Aufgabe 1.1 soll die Reinigung der Zellhüllen von organischen Zellbestandteilen und die Trennung von gebrochenen und intakten Zellhüllen optimiert werden.

Durchgeführte Arbeiten: In den ersten Projektmonaten wurden mehr als 20 verschiedene Proben von Kieselalgen aus unterschiedlichen Gattungen zusammengetragen und untersucht (siehe Tabelle 1 im Anhang zum Zwischenbericht 2019). Die Auswahl erfolgte durch das Team in Białystok und die Proben wurden teils in getrocknetem Zustand oder als lebende Kultur nach Dresden gesendet.

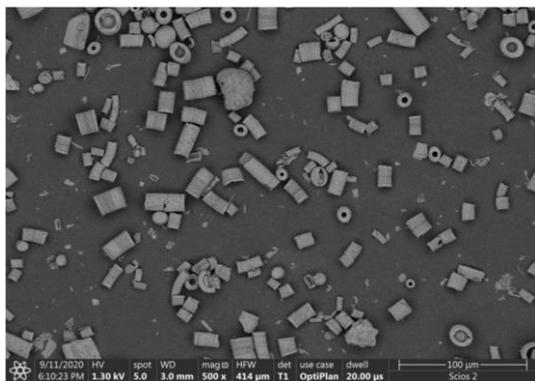
Die lebenden Kieselalgen wurden in Kulturen vermehrt. Zusätzlich wurden lokal Kieselalgen aus der Elbe in die Sammlung aufgenommen. In kleinem Maßstab konnte so geprüft werden, wie sich verschiedene Algentypen im Labor vermehren lassen. Die Struktur der Kieselalgenhüllen wurde mit Lichtmikroskopie (LM), Rasterelektronenmikroskop (SEM) und Röntgennanotomographie untersucht. Es wurde eine Auswahl von bestimmten Typen aufgrund der Größe der Hüllen, der Verfügbarkeit im weiteren Projektverlauf und der Qualität (Unversehrtheit, Reinheit) der Kieselalgen getroffen. Das Zuchtpotential dieser Auswahl wurde dann durch das Team Białystok durchgeführt. Dabei stellte sich heraus, dass ohne zusätzliche große Anlagen zur Zucht eine Gewinnung von Kieselalgen in ausreichender Menge nicht im Rahmen dieses Projekts möglich ist. Der Bezug von Partnern oder kommerziellen Anbietern wurde erörtert. Das Ergebnis dieser Recherche war, dass neben Frusteln aus Biomasse die fossilen Vorkommen eine alternative Quelle darstellen. Das Sedimentmineral wird als Diatomit bezeichnet und besteht aus Kieselalgenhüllen und ist im Tonnenmaßstab verfügbar. In Zusammenarbeit mit dem Team in Białystok wurde daraufhin untersucht, ob sich kommerziell erhältliches Kieselgur

eignet. Dazu wurden Proben der einer südamerikanischen Firma (Perma-Guard Inc.) und eines tschechischem Anbieters (LB Minerals) beschafft. Es wurde Zusammensetzung der Spezies (Form und Größe der Zellhüllen) und Qualität (Verunreinigungen, Anteil von gebrochenen und intakten Hüllen) für eine Anwendung in Verbundwerkstoffen durch das Team Dresden mit Hilfe mikroskopischer Methoden untersucht.

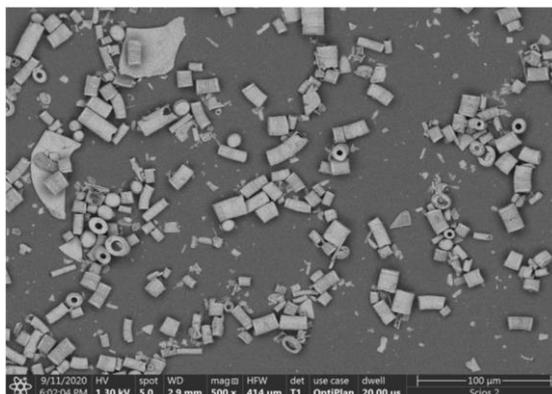
Das Team Białystok hat eine Prozedur zur Trennung von gebrochenen und intakten Zellhüllen auf Basis trockener und nasser Siebverfahren entwickelt.

Das Dresdner Team hat für die quantitative Auswertung von Siebversuchen ein Softwariemakro erstellt und den Projektpartnern zur Verfügung gestellt.

Erzielte Ergebnisse: Nach der Recherche geeigneter Kieselalgen wurden passende Kulturen über Partner (Universität Stettin) beschafft und sowohl am Standort Dresden als auch in Białystok in Algenkulturen gehalten. Die zentrischen Kieselalgen mittlerer Größe (15 µm bis 80 µm Durchmesser: Nr. 7, 20-22) sind für den weiteren Projektverlauf am interessantesten, da mit vorhandenem Equipment die 3D-Analyse und somit auch die Modellierung gut durchführbar sind. In Białystok wurde ein Bioreaktor aufgebaut, um eine Zielspezies für das Projekt herzustellen. Für die Reinigung der Kieselalgen wurde zusammen mit dem Team Białystok ein Rezept erarbeitet. Dabei zeigte sich, dass die Vermehrung der lebenden Algen im Labormaßstab zwar für die Strukturuntersuchungen ausreicht, aber für die Masseproduktion (ab 100g Trockenmasse) sind weitaus umfangreichere Algenreaktoren notwendig. Daher wurde im Projekt auf die in großem Maßstab verfügbaren fossilen Kieselalgen zurückgegriffen. Aufgrund der guten Verfügbarkeit und dem hohen Anteil von intakten Kieselalgenhüllen passender Größe wurde das Diatomit der Firma Perma-Guard Inc. als Quelle für den weiteren Projektablauf ausgewählt. Jedoch enthält das Diatomit im Lieferzustand neben den zahlreichen intakten Hüllen auch Bruchstücke und Fremdkörper. Die mikroskopische Untersuchung und Auswertung der Kieselalgenerden zeigte, dass der tschechische Diatomit einen höheren Anteil gebrochener Schalen als das Rohmaterial von Perma-Guard aufweist. Für weitere Versuche wurde daher ausschließlich auf das südamerikanische Material von Perma-Guard zurückgegriffen. Die mikroskopische Untersuchung offenbarte einen weiteren Vorteil: im Vergleich zu den aus frischer Algenmasse gewonnenen Kieselalgen haben die im Diatomit vorwiegend vorhandenen Spezies *Aulacoseira*, *Melosira* und *Ellerbeckia* sehr dicke Frustulen und eignen sich dadurch besser für die Weiterverarbeitung als die dünnschaligen Algen aus eigener Zucht. Es wurde ein Siebverfahren durch das Team Białystok entwickelt, um den Anteil intakter Zellhüllen zu erhöhen und untrennbare Agglomerate sowie kleine Bruchstücke zu entfernen. Mit dem angepassten nassen Siebverfahren konnte der Anteil kleiner Bruchstücke stark reduziert werden. Jedoch sind in der gereinigten Fraktion noch Agglomerate von kleinen Kieselalgen und -stücken enthalten, die sich nicht aufbrechen lassen. Daneben finden sich immer Bruchstücke großer Kieselalgen (Abbildung 1). Zur Beurteilung der Siebverfahren wurde eine Klassifizierung der in SEM-Bildern sichtbaren Zellhüllen festgelegt und für die quantitative Auswertung dieser SEM-Bildserien wurde vom Team Dresden ein entwickeltem Softwaretool ausgewertet (Abbildung 2). Die erfolgversprechendste Fraktion wurde mit der Siebgröße 35 µm - 50 µm im Nassverfahren mit einem Wasser/Isopropanol-Gemisch erreicht. Eine langsame Trocknung verhindert die Bildung harter Agglomerate. Durch einen Siebprozess mit zwei Siebdurchläufen konnte die Reinheit der Fraktion 35/50 nochmals verbessert werden.



a) Fraktion 35µm-50µm



b) Fraktion 50µm-80µm

Abbildung 1: SEM-Übersichtsaufnahmen des gesiebten Diatomites von Perma-Guard

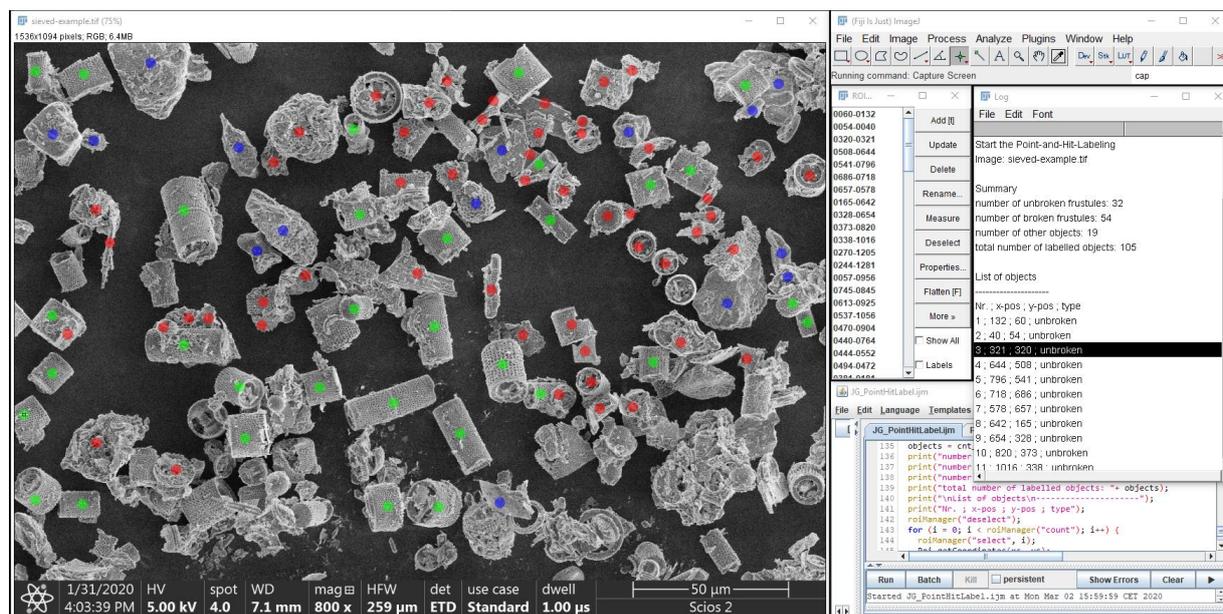


Abbildung 2: Screenshot des Softwaremakros zur Auswertung von SEM Bildern aus Siebversuchen

1.2. Arbeitspaket 2: Erweiterte Charakterisierung mit modernen Techniken der 3D-Bildgebung (Advanced characterization with modern techniques of 3D imaging)

Teilziel laut Antrag ist die Untersuchung der mikroskopischen Struktur der Frusteln mit Elektronenmikroskopie und Röntgennanotomographie, um deren geometrischen Kenndaten für die Simulation der Verbundwerkstoffe in AP4 bereit zu stellen. Durch nanomechanische Experimente soll an isolierten Hüllen die Beziehung zwischen geometrischer Struktur und mechanischen Eigenschaften untersucht werden.

Durchgeführte Arbeiten: Durch das Team Dresden wurde die Mikrostruktur mehrerer der Kieselalgen aus Kulturen und aus den beiden fossilen Quellen mittels SEM und Röntgennanotomographie untersucht. Die Kennwerte der Frustulen umfassen die Gesamtgröße, die Porengröße und Verteilung und die Dicke der Hülle. Die Werte wurden vom Team Białystok zur Erstellung von FE-Modellen und für Simulationen in ANSYS genutzt, siehe AP4. Mechanische Experimente wurden an Frusteln aus dem Diatomit durchgeführt (Abbildung 3). Dazu wurden die zentrischen Kieselalgen in Richtung ihrer Rotationsachse mit einem flachen Diamantprüfkörper im Röntgenmikroskop belastet und die wirkenden Kräfte aufgezeichnet. Bei schrittweise erhöhten Kräften wurden aus um 90° versetzten Richtungen Bilder der Probe aufgezeichnet, um Ort und Richtung von Rissen aufzuzeichnen.

Erzielte Ergebnisse: Die mikroskopisch ermittelten Kenngrößen wurden dokumentiert und dem Team Białystok übergeben. Für die Auswertung der Bilddaten wurden direkte Messungen für Einzelwerte (z.B. Durchmesser, Wanddicke) als auch Bildverarbeitung zur Bestimmung von Durchschnittswerten (z.B. Porengröße, Porenabstand) eingesetzt (Abbildung 4). Die Arbeitsschritte für die Durchführung der mechanischen in-situ Experimente wurden an die Arbeit mit Kieselalgen angepasst. Darunter fallen die Auswahl intakter Frusteln unter dem Lichtmikroskop und die Befestigung auf einem Probenträger, so dass die Belastung in die gewünschte Richtung erfolgt.

Die im Diatomit vorherrschenden drei Spezies (Aulacoseira, Melosira und Ellerbeckia) sind alle zentrische Kieselalgen die zwar Ketten bilden, jedoch im Diatomit fast ausschließlich als einzelne, vereinzelt doppelte Hüllen vorkommen.

Zur Bestimmung der Porenanordnung wurde eine zylinderförmige Wand im nanotomographischen Datensatz abgerollt. Mittels Fourieranalyse lassen sich Abstand und Winkel der regelmäßig angeordneten Poren als Mittelwert bestimmen (Abbildung 5).

In einer Messreihe wurden Frustulen in-situ mechanisch bis zum Bruch belastet (Abbildung 6). Dabei konnte nachgewiesen werden, dass die Kräfte, die die Kieselalgen aufnehmen können, direkt mit dem Durchmesser/Wandstärke-Verhältnis skalieren. Dies erlaubt eine einfache Modellierung von Verbundwerkstoffen.

Die Unterschiede zwischen Melosira und Ellerbeckia und ihre mechanischen Eigenschaften konnten anhand nanoröntgentomographischer und elektronenmikroskopischer Untersuchungen eindeutig belegt werden. Die Ergebnisse wurden in 2021 in der Zeitschrift *Nanomaterials* (Li, Q.; Gluch, J.; Liao, Z.; Posseckardt, J.; Clausner, A.; Łepicka, E.; *Morphology and Mechanical Properties of Fossil Diatom Frustules from Genera of Ellerbeckia and Melosira*; *Nanomaterials* 2021, 11, 1615; DOI 10.3390/nano11061615) veröffentlicht.

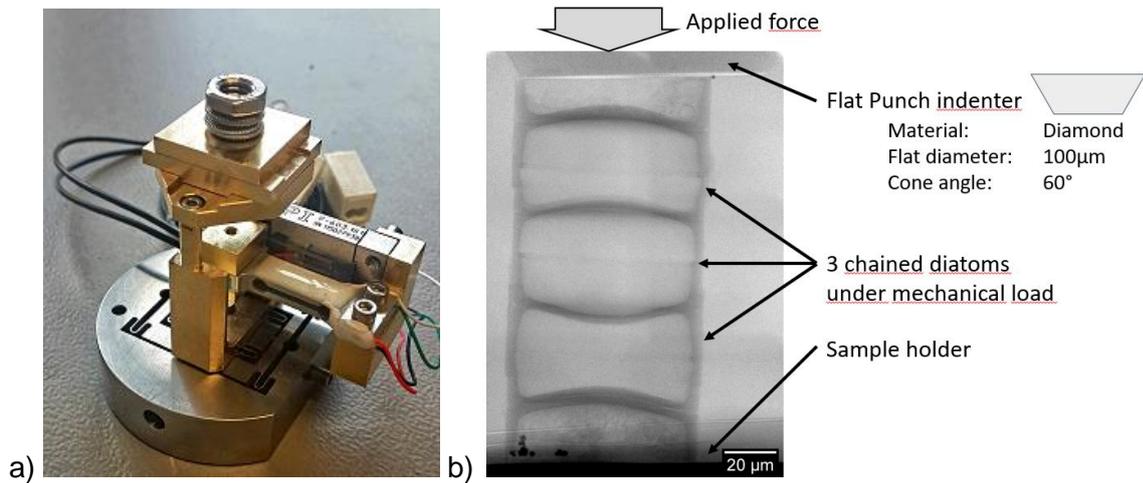


Abbildung 3: In-situ Belastungsexperimente im Röntgenmikroskop, a) verwendete Probenstange, b) Mosaikaufnahme einer Probe aus Diatomit, bestehend aus 3 ganze Frusteln.

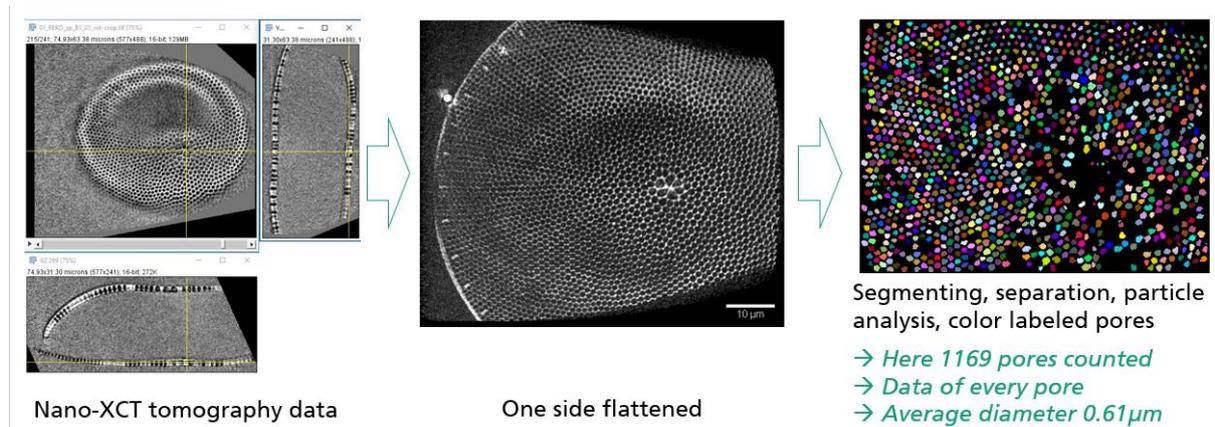


Abbildung 4: Beispiel für die Ermittlung von Kenngrößen aus röntgentomographischen Bilddaten, hier mittlere Porengröße auf der Fläche einer zentralen Kieselalge

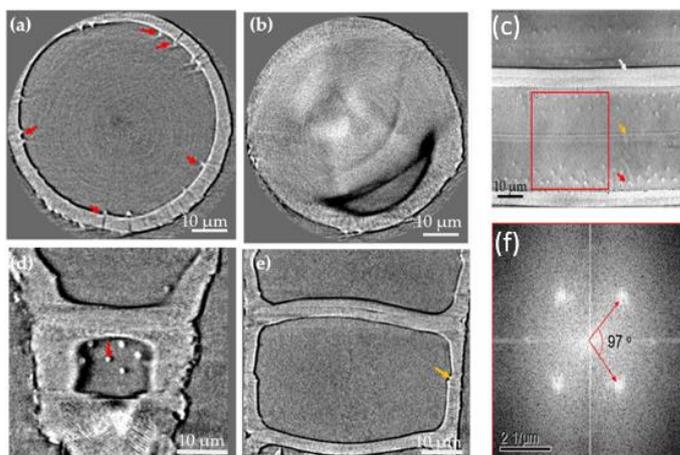


Abbildung 5: Beispiel für die Ermittlung von Kenngrößen aus röntgentomographischen Bilddaten, neu eingeführt wurde die Auswertung der Porenanordnung im Fourier-Bild (f) der abgewickelten Zylinderwand (c)

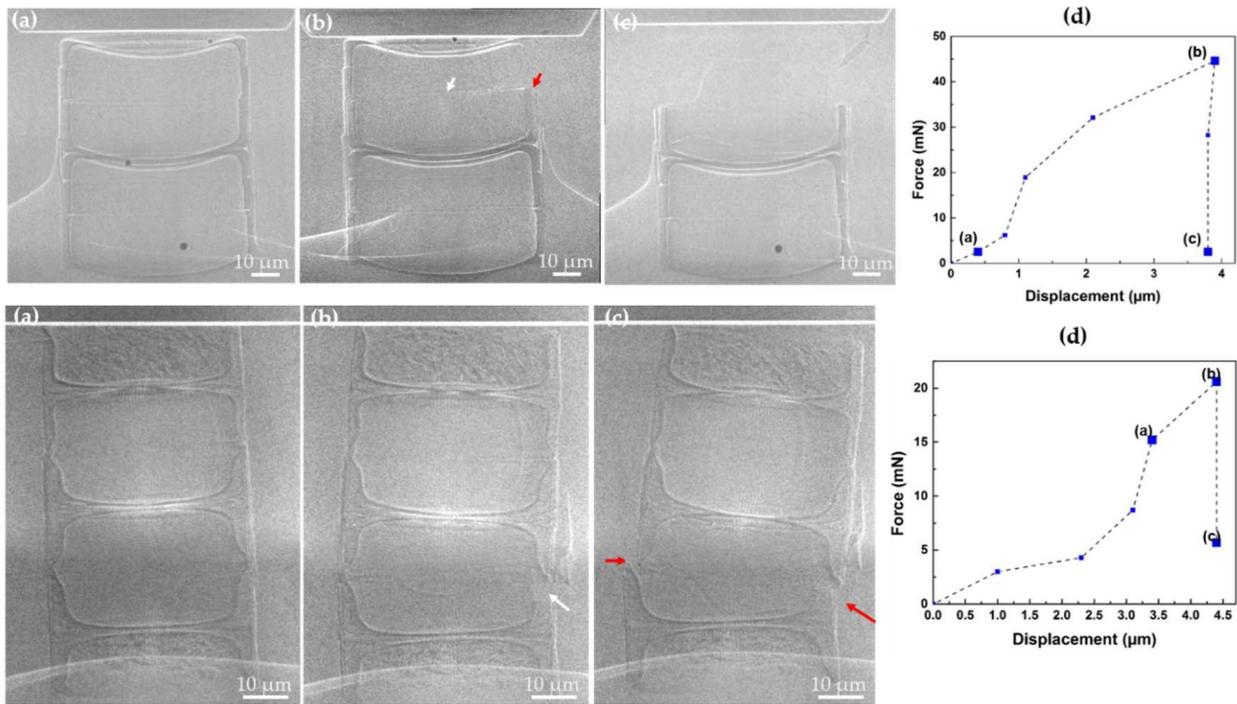


Abbildung 6: In-situ Belastungsexperimente im nanoCT. Jeweils zwei zusammenhängende Kieselalgen wurden in Richtung der Zylinderachse belastet. Obere Zeile: Ellerbeckia; untere Zeile Melosira.

1.3. Arbeitspaket 3: Herstellung und Charakterisierung von Hybrid-/Verbundmaterialien, die Kieselalgen enthalten (Fabrication and characterization of hybrid/composite materials containing diatom frustules)

Teilziel laut Antrag ist die Herstellung und Charakterisierung von Hybrid-/Verbundmaterialien, mit einer Matrix aus Nichteisenmetallen die Kieselalgen enthalten.

Durchgeführte Arbeiten: Das Team Białystok hat in mehreren Versuchsreihen MMC hergestellt. Dabei kamen zwei Verfahren zum Einsatz. (i) der pulvermetallurgische Weg mit einem SPS gesintertem Gemisch aus Metallpulver und Kieselalgen und (ii) die schmelzmetallurgische Route mit induktiv geheizter Metallschmelze und darin untergemischten Kieselalgen.

Für die schmelzmetallurgische Route wurde durch das Team Białystok eine neue Anlage erworben und in Betrieb genommen.

Die so hergestellten Proben wurden am Fraunhofer IKTS mit Mikrotomographie und an der BUT mit mechanischer Belastung untersucht.

Erzielte Ergebnisse: Die mit SPS gesinterten MMC-Proben mit Aluminiummatrix der ersten Charge (2019, Abbildung 7a) wiesen eine dunkle Verfärbung auf. Analysen in SEM mit EDX bestätigten, dass diese vom verwendeten Graphittiegel herrühren. Neben diesem erheblichen Anteil kohlenstoffbasierter Verunreinigungen hatten die Proben eine unregelmäßige Verteilung der Kieselalgen. Daraufhin wurden die Parameter zur Pulvervorbereitung und des SPS-Prozesses angepasst. Die zweite Charge (Juni 2020, Abbildung 7b) mit 0 vol%, 10 vol% und 30 vol% Diatomit hatte dadurch eine bessere Oberflächenqualität. Diese Proben der zweiten Charge zeigen eine gleichmäßige Verteilung der Kieselalgen im gesamten untersuchten Volumen. Die kleinen *Auxcelliera* sind in μ CT-Aufnahmen unter der Auslösungsgrenze, aber für die großen Spezies *Ellerbeckia* und *Melosira* wurden komplette Frustulen abgebildet, d.h. die großen Kieselalgen überstehen den Sinterprozess (Abbildung 11). Die Herstellung der Pulvermischung hat einen entscheidenden Einfluß auf die Qualität des MMC. Harsches oder zu langes Pulvermischen führt zu mehr gebrochenen Zellhüllen.

Durch das Team Białystok wurden Druckversuche (SPT, Small Punch Test) an den MMC-Proben durchgeführt. Die Proben haben die Eigenschaft eines plastischen Materials. Die Fließkraft ist bei allen Prüfkörpern auf einem ähnlichen Niveau. Andererseits ist ein deutlicher Rückgang der Bruchkraft infolge der Zugabe von Kieselalgen festzustellen, jedoch nimmt die Bruchkraft nicht weiter ab, wenn der Volumenanteil von 10% auf 30% steigt. Im Falle der spezifischen Bruchkraft kompensiert die Abnahme der Dichte nicht die signifikante Abnahme der Festigkeit im Vergleich zum Sinterkörper ohne Zugabe von Kieselalgen.

Benetzungsversuche durch das Team Białystok von Kieselalgen mit Metallschmelzen (Aluminium) zeigten, dass sich die feinen und leichten Zellhüllen nicht direkt vermengen lassen. Eine Herstellung von MMC mit fein homogen verteilten Zellhüllen über die schmelzmetallurgische Route war im Rahmen des Projekts nicht möglich. Zur weiteren Evaluierung der schmelzmetallurgischen Route wurden durch das Team Białystok auch Proben mit Partikeln aus anderen Materialien wie TiB_2 , Si_3N_4 und SiC hergestellt. Mit Si_3N_4 und SiC waren diese Tests erfolgversprechend, so dass beabsichtigt war die schmelzmetallurgische Route mit hydrothermisch karbonisierten Frustulen zu wiederholen. Aufgrund der Einschränkungen durch die COVID-Pandemie konnten diese Versuche im Projekt leider nicht umgesetzt werden.

Ebenfalls wurde die Herstellung von MMC mit anderen Matrixwerkstoffen wie AlMg5 und HEA (*high entropy alloy*, aus dem System Al-Co-Cr-Fe-Ni) erprobt. Wird HEA als Matrixwerkstoff verwendet, so hat die Schmelze eine reduzierende Wirkung auf das SiO₂ der Kieselalgen und zerstört diese. Eine mikroskopische Untersuchung zeigte ein Gefüge mit kleinen Si-Würfeln.

a)

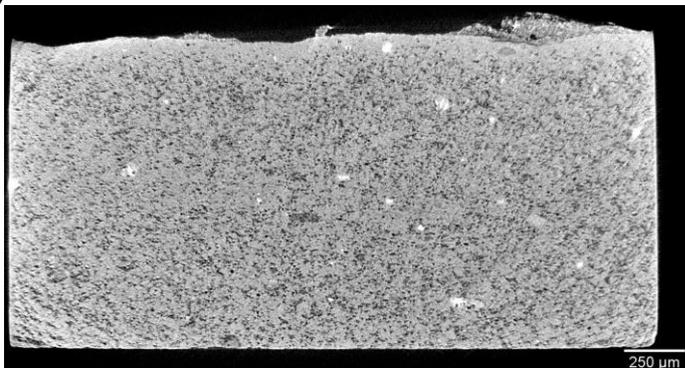


b)



Abbildung 7: pulvermetallurgisch hergestellte (SPS gesintert) Verbundwerkstoffproben mit 0%, 10%, 20%, 30% und 40% Volumenanteil Kieselalgenhüllen (DE "Perma Guard")

a)



b)

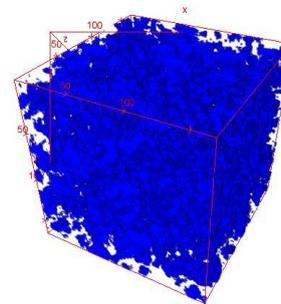


Abbildung 8: Die μ CT Aufnahmen vom SPS gesinterten Al-MMC mit Beimischung von 30 vol% Kieselalgen zeigen eine homogene Verteilung von Zellhüllen (dunkle Punkte in der Metallmatrix)

1.4 Arbeitspaket 4: Modellierung von Eigenschaften von Kieselalgeschalen und Hybrid-/Verbundmaterialien (Modelling properties of frustules and hybrid/composite materials containing diatom frustules)

Teilziel laut Antrag ist die Modellierung der Eigenschaften der Kieselalgen mit Fokus auf deren Bruchverhalten und dann der Verbundwerkstoffe mit Frusteln als Füllmaterial

Durchgeführte Arbeiten: Neben der Bereitstellung der geometrischen Eingangsdaten (siehe AP2) hat das Team Dresden vorwiegend in gemeinsamen Diskussionen während der monatlichen Telefonkonferenzen die Umsetzung der Messdaten in Simulationsmodelle unterstützt, so dass ein robuster Workflow entwickelt werden konnte, der eine Übertragung auf weitere Frustelformen ermöglicht. Dazu hat das Team Dresden zwei Softwaretools (Makro-Tools in ImageJ/Fiji) entwickelt und dem polnischen Team zur Verfügung gestellt (Abbildung 10). Diese beiden Tools ermöglichen die programmgestützte Erzeugung von geometrischen Bausteinen (hohle oder gefüllte Zylinder, Prismen etc.) und deren Anordnung in einem größeren Volumen für die Simulation von MMCs. Dieses Volumen wird mit einer wählbaren Anzahl von Bausteinen mit zufälliger Anordnung und optionalen Randbedingungen (periodische Fortsetzung, Überschneidung von Bausteinen, mehrere Bausteine) gefüllt. So lassen sich zufällige aber genau bekannte voxelbasierte Datensätze für die Simulation erzeugen. In enger Kooperation wurden der Aufbau der Modelle für die Simulation der mechanischen Eigenschaften zwischen den Teams abgesprochen, wobei die Simulation selbst durch das Team Bialystok durchgeführt wurde.

Erzielte Ergebnisse: Es wurde gemeinsam von beiden Teams ein Workflow erarbeitet, der festlegt, welche geometrischen Parameter der Frustelmikrostruktur vermessen werden müssen und in die Modelle zur Werkstoffsimulation einfließen werden. Die ersten Modelle wurden mit Daten von zentrischen Kieselalgen mittlerer Größe erstellt (Abbildung 9). Detaillierte Datensätze wurden in Dresden vom Typ P1868 und P1869 (Tab. 1, Nr. 2 und 3) sowie für Zellhüllen der Spezies im Diatomit erstellt (Abbildungen 10 und 11).

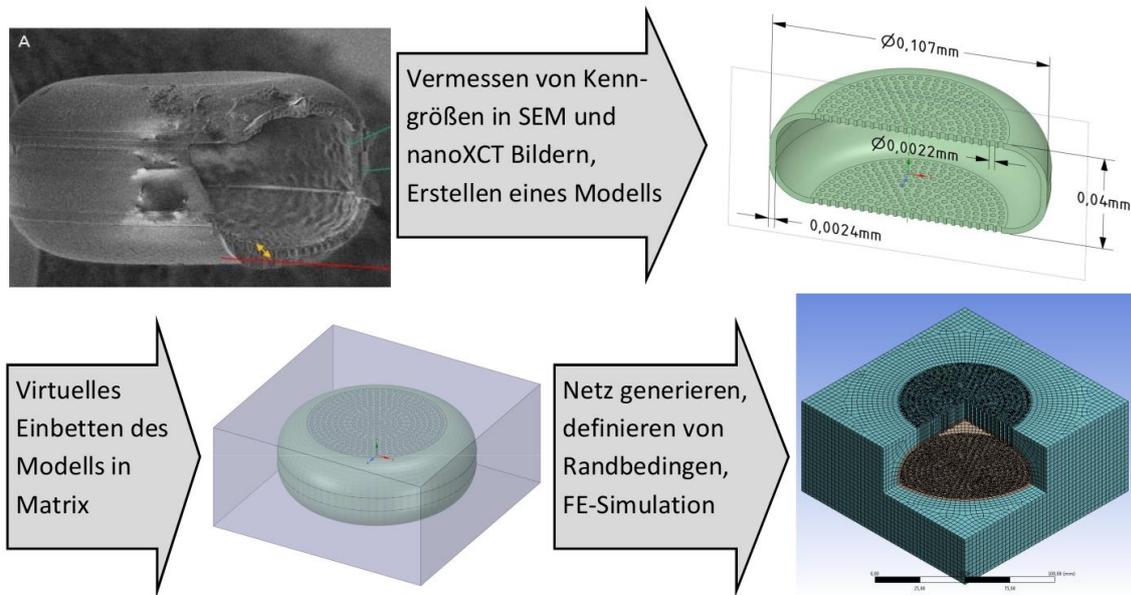


Abbildung 9: Schritte der Datenverarbeitung von mikroskopischen Aufnahmen zu Modellen für die Werkstoffsimulation

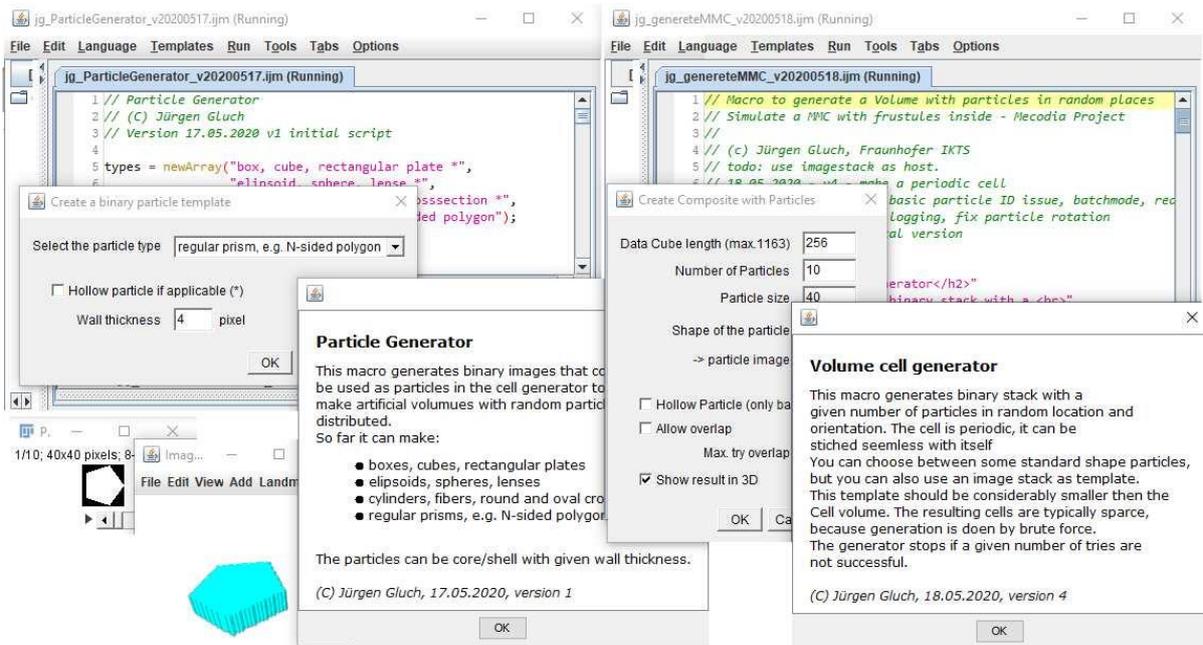


Abbildung 10: Screenshot der beiden Makro-Tools

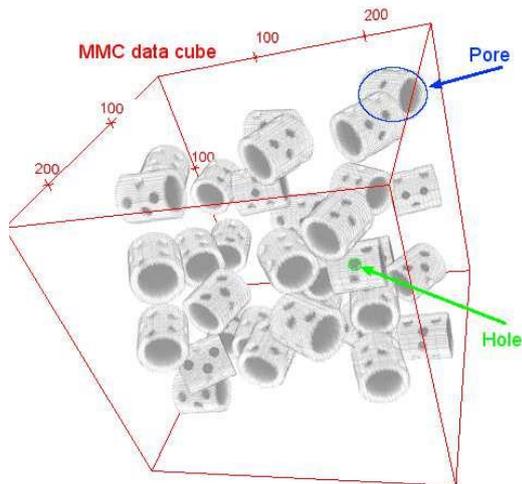


Abbildung 11: Beispielvolumen für programmgestützte Erzeugung von MMC-Modellen

Auf der Grundlage von Informationen über die Struktur von Kieselgurschalen der Aulacoseira-Arten, die zur Herstellung von Verbundwerkstoffen verwendet werden [die Form der Schale, die Größe und Verteilung der Poren auf der Oberfläche und die Eigenschaften der Schalen (Elastizitätsmodul)] wurden auf polnischer Seite Simulationen durchgeführt (Abb. 12-13).

MES modelling of the Al-Diatom composites

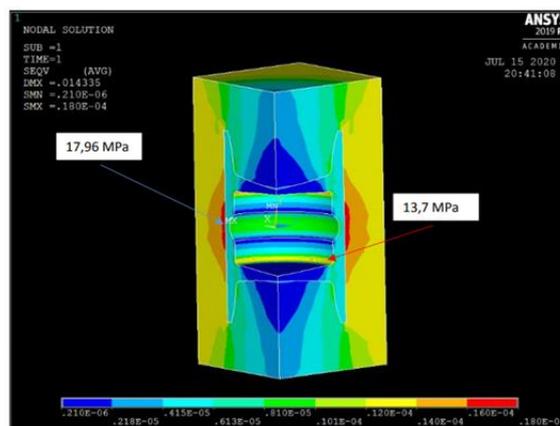
Representative Unit Volume, RUV

$70 \times 70 \times 80 \mu\text{m}^3$

Diatom

External diameter $44 \mu\text{m}$

Height $54 \mu\text{m}$



Materials

Young modulus

Diatom shell - 22,4 GPa

Aluminium - 71,0 GPa

Interface

Fully connected – high adhesion

Load

Compression 10 MPa

Constraints

Flat surfaces of RUV

Results

Compression with 10 MPa along Y

Abbildung 12: Ergebnisse für die Modellierung von Verbundwerkstoffen auf Aluminiumbasis mit Kieselalgen

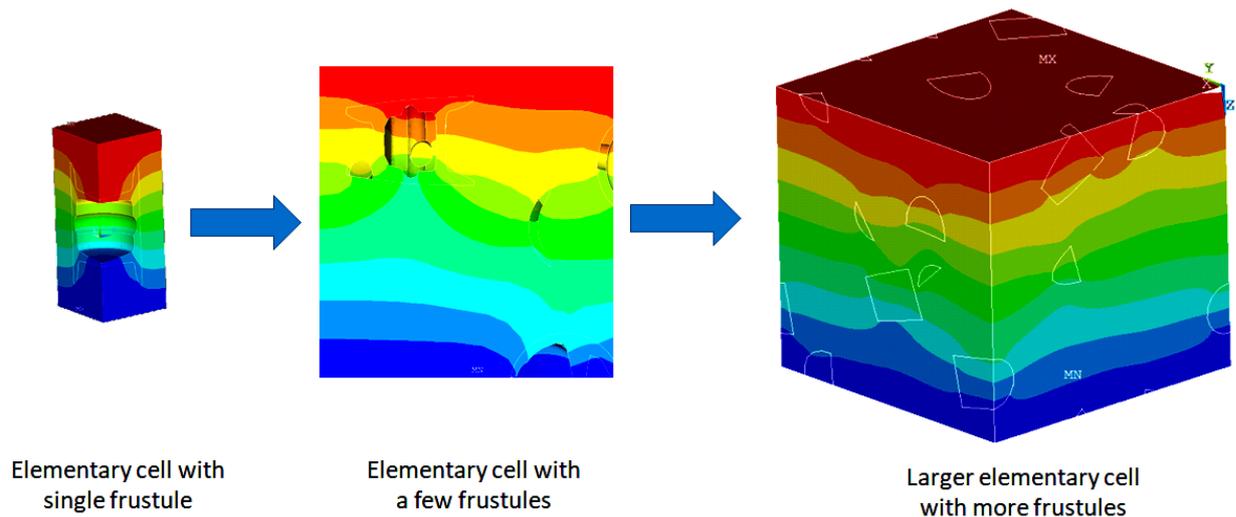


Abbildung 13: Schema der Entwicklung von FEM-Simulationen von einer Elementarzelle mit einer einzigen Kieselalge zu einem Verbundmaterial, das mehrere Kieselalgen unterschiedlicher Größe, räumlicher Ausrichtung und Volumenanteil enthält

Es wurden verschiedene Variationen in der Verteilung und Größe der Kieselgurpanzerung im Verbundmaterial berücksichtigt (Abb. 14).

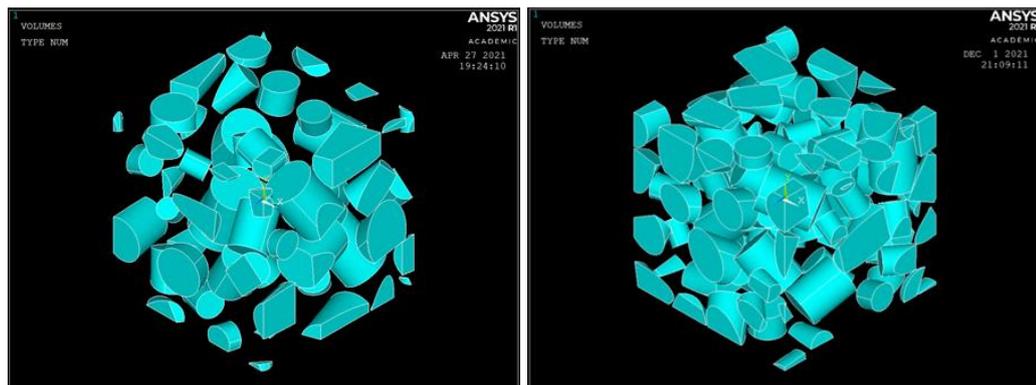


Abbildung 14: Verteilung und Größe von Kieselalgenschalen im Modell

Die Ergebnisse zeigen, dass eine Erhöhung des Volumenanteils des Kieselgurfüllstoffs die relative Festigkeit des Verbundstoffs proportional verringert, so dass eine Verringerung des Verbundstoffgewichts den Steifigkeitsverlust nicht ausgleichen kann. Die Genauigkeit der Füllung der Panzerhöhlräume mit Matrixmaterial beeinflusst auch die Festigkeitseigenschaften des Verbundmaterials, wobei die Bedeutung dieses Faktors mit zunehmendem Kieselalgenvolumenanteil steigt. Die Variation der Größe der Kieselalgen hatte dagegen keine signifikante Auswirkung auf die Eigenschaften des Verbundstoffs, ihr Anteil am Volumen des Materials war jedoch entscheidend.

Besonders wertvoll scheinen die Ergebnisse von Simulationen zu sein, die die adhäsive Verbindung des Panzers mit der metallischen Matrix und das Fehlen einer starren Verbindung berücksichtigen, wobei nur eine Kontaktverbindung der Materialien mit einem Reibungskoeffizienten von 0,1 angenommen wird. In beiden Fällen wurden völlig unterschiedliche Spannungen im Material ermittelt. Dies zeigt, dass zur wirtschaftlichen Nutzung der in diesem Projekt erzielten Ergebnisse eine Technologie zur Herstellung von

Verbundwerkstoffen entwickelt werden muss, die die Haftung an der Phasengrenze zwischen Matrix und Füllstoff verbessert.

Aus der Zuwendung finanzierte Ausgaben

Für Personenmonate des wissenschaftlich-technischen Personals gemäß BÜB

2019: 6,29 PM

2020: 15,35 PM

2021: 7,7 PM

Dienstleistung μ -Röntgentomographie: 5.387,96 €

Mit Schreiben vom 07. Juli 2020 haben wir eine kostenneutrale Umwidmung von 6.220 € für Leistungen Dritter zu Personalkosten für wissenschaftlich technisches Personal beantragt. Ursprünglich hatten wir unter dem Posten „C. Ausgaben für Leistungen Dritter“ Arbeiten für Mikro-Röntgentomographie eingeplant. Zwischenzeitlich zeigte sich, dass wir die notwendigen Mikro-Röntgentomographie-Messungen innerhalb des Fraunhofer IKTS mit der notwendigen Auflösung durchführen können.

Diese Umwidmung wurde uns mit Schreiben vom 21. September 2020 genehmigt mit folgendem Hinweis: „Nach Prüfung des Sachverhalts wird bei der von Ihnen mitgeteilten und fachlich begründeten Erhöhung die im Einzelfinanzierungsplan in A.1 bewilligte Anzahl der Personen-Monate um nicht mehr als 20% überschritten. Wir nehmen die Erhöhung der Personenmonate A.1 um 0,6 PM zur Kenntnis. Ein Änderungsbescheid wird nicht erstellt.“

Da zu dem Zeitpunkt, als wir die μ -Röntgentomographie benötigten, das Gerät in unserem Institut in Dresden Klotzsche defekt war und nicht abzusehen war, dass dies zeitnah wieder funktionstüchtig sein wird, haben wir die Messung intern an das Fraunhofer IKTS in Forchheim gegeben, die ebenfalls über eine μ CT verfügen und die Dienstleistung intern verrechnet.

Erläuterung der Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Explanation of the necessity and appropriateness of the work performed

Die durchgeführten Arbeiten sowie die dafür aufgewandten Ressourcen waren notwendig und angemessen, um die Ziele des Projekts auf deutscher Seite (WP1, WP2, Task 3.2, Unterstützung für WP4) zu erreichen.

Das umfangreiche Screening unterschiedlicher Kieselalgen und die Recherche nach einer Quelle für saubere und ungebrochene Hüllen beansprucht mehr Zeit als im ursprünglichen Projektplan vorgesehen.

Erste Probekörper von Metall-Matrix-Verbundwerkstoffen mit Kieselalgen als verteilte Komponente konnten auf polnischer Seite hergestellt werden, es zeigte sich jedoch hier, dass umfangreichere Forschungsarbeiten notwendig sind, um die Haftung zwischen Matrix und Füllstoff zu verbessern.

The work carried out and the resources spent on it were necessary and appropriate to achieve the objectives of the project on the German side (WP1, WP2, Task 3.2, support for WP4).

The extensive screening of different diatoms and the search for a source of clean and unbroken shells took more time than foreseen in the original project plan.

First test specimens of metal-matrix composites with diatoms as the distributed component could be produced on the Polish side, but it became apparent here that more extensive research is needed to improve the adhesion between matrix and filler.

Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten

Presentation of the scientific-technical and economic benefits of the results achieved, in particular for SMEs, as well as their innovative contribution and potential for industrial application.

Ziel des Projekts war die Entwicklung, Herstellung und Charakterisierung neuartiger Metallmatrix-Verbundwerkstoffe (MMC) mit Nichteisen-Matrixmaterialien (z. B. Aluminiumlegierungen) und natürlichen Kieselalgen als Verstärkung. Kieselalgen sind in praktisch unbegrenzter Zahl verfügbar oder können gezüchtet werden, und ihre spezifischen mechanischen Eigenschaften wurden im Laufe der Entwicklung optimiert. Die spezifischen Zielparameter (d. h. Parameter pro Dichte) der neuartigen MMCs, z. B. die spezifischen mechanischen Eigenschaften, werden durch den Einsatz eines Verstärkungsmaterials mit hohem E-Modul (Steifigkeit) und geringer Dichte erheblich verbessert. Die vorwettbewerbliche Forschung und Entwicklung konzentriert sich auf neuartige MMCs mit außergewöhnlichen Kombinationen von strukturellen und funktionellen Materialeigenschaften.

Gerade für KMUs besteht das Potenzial für eine positive wirtschaftliche Auswirkung, da der Preis der Verstärkungskomponenten niedriger sein wird als die bisher verwendeten Verstärkungen, z. B. SiC-Partikel, und der Sprung zwischen den Eigenschaften herkömmlicher (unverstärkter) metallischer Werkstoffe (Matrix) und der MMCs groß genug sein wird, um die höheren Herstellungskosten zu rechtfertigen. Anwendungen werden in allen Bereichen des Leichtbaus zu finden sein, z.B. bei Teilen für Autos, Flugzeuge usw., aber auch in anderen Bereichen wie Elektrotechnik und Elektronik.

Das Konzept für Aluminium-Matrix-Verbundwerkstoffe in Leichtbaukonstruktionen mit einer potenziellen Perspektive für kostengünstige Werkstoffe mit deutlich erhöhter spezifischer Festigkeit und Steifigkeit sollte nachgewiesen werden.

Dazu soll das Potenzial der nano-strukturierten Kieselalgen in folgenden Schritten voll ausgeschöpft werden:

1. Biomimetik und Verständnis der Substruktur von Kieselalgen,
2. fortgeschrittene Methoden zur Charakterisierung von Materialien im Nanomaßstab,
3. modernste Methoden zur Modellierung der Eigenschaften der hierarchischen Strukturen,
4. fortgeschrittene Herstellungsverfahren für MMCs.

Um dieses Ziel zu erreichen, trägt jeder Partner des Konsortiums mit seinem Fachwissen und seinem Zugang zu fortschrittlicher Ausrüstung für die Materialverarbeitung und -charakterisierung zur Wertschöpfungskette des Projekts bei. Das Team des Fraunhofer IKTS

Dresden unter der Leitung von Prof. Zschech ist auf dem Gebiet der Materialcharakterisierung und Nanoanalytik anerkannt, während die Fakultät für Maschinenbau (Technische Universität Białystok) unter der Leitung von Prof. Grądzka-Dahlke auf dem Gebiet der Metallphysik, -technik und -verarbeitung sowie der fortgeschrittenen Mikroskopie und mechanischen Prüfung anerkannt ist.

Alle dem Fraunhofer IKTS zugewiesenen Aufgaben wurden erfüllt. Leider konnte trotz Projektverlängerung auf polnischer Seite kein zufriedenstellender Prozess zur Herstellung von Metall-Matrix-Verbundwerkstoffen mit Kieselalgen entwickelt werden, so dass die industriell geplanten Gieß- und Sinterversuche nicht durchgeführt werden konnten.

The aim of the project was to develop, produce and characterise novel metal matrix composites (MMC) with non-ferrous matrix materials (e.g. aluminium alloys) and natural diatoms as reinforcement. Diatoms are available in virtually unlimited numbers or can be cultivated, and their specific mechanical properties have been optimised in the course of development.

The specific target parameters (i.e. parameters per density) of the novel MMCs, e.g. the specific mechanical properties, are significantly improved by using a reinforcement material with high Young's modulus (stiffness) and low density. Pre-competitive research and development focuses on novel MMCs with exceptional combinations of structural and functional material properties.

For SMEs in particular, there is the potential for a positive economic impact, as the price of the reinforcement components will be lower than the reinforcements used to date, e.g. SiC particles, and the jump between the properties of conventional (unreinforced) metallic materials (matrix) and MMCs will be large enough to justify the higher manufacturing costs. Applications will be found in all areas of lightweight construction, e.g. parts for cars, aircraft, etc., but also in other areas such as electrical engineering and electronics.

The concept for aluminium-matrix composites in lightweight structures with a potential perspective for low-cost materials with significantly increased specific strength and stiffness should be demonstrated.

To this end, the potential of nano-structured diatoms should be fully exploited in the following steps:

1. biomimetics and understanding of the substructure of diatoms,
2. advanced methods for characterising materials at the nanoscale,
3. advanced methods for modelling the properties of hierarchical structures,
4. advanced manufacturing techniques for MMCs.

To achieve this goal, each partner of the consortium contributes to the value chain of the project with its expertise and access to advanced equipment for material processing and characterisation. The Fraunhofer IKTS Dresden team, led by Prof. Zschech, is recognised in the field of materials characterisation and nanoanalytics, while the Faculty of Mechanical Engineering (Białystok University of Technology), led by Prof. Grądzka-Dahlke, is recognised in

the field of metal physics, engineering and processing, as well as advanced microscopy and mechanical testing.

All tasks assigned to Fraunhofer IKTS were fulfilled. Unfortunately, despite project extension on the Polish side, no satisfactory process for the production of metal-matrix composites with diatoms could be developed, so that the industrially planned casting and sintering tests could not be carried out.

Aufgrund der COVID-Pandemie sind im Projektablauf Verzögerungen aufgetreten. Während am Fraunhofer IKTS vor allem Arbeiten im Labor eingeschränkt (maximal 1 Person je 30 m²) sind, war beim Projektpartner in Polen die gesamte Universität zeitweise geschlossen. Dadurch konnten zahlreiche experimentelle Arbeiten (Siebversuche, Gieß- und Sinterversuche von MMC-Proben) nicht durchgeführt werden. Im Zuge dessen sind nachfolgende Analysen am Fraunhofer nicht möglich, da die Proben noch nicht hergestellt werden konnten. Aufgrund dieser Verzögerungen wurde von beiden Projektpartnern im Oktober beschlossen eine kostenneutrale Laufzeitverlängerung bis Ende 2021 zu beantragen. Mit Schreiben vom 11.11.2020 wurde der Bewilligungszeitraum auf die Zeit vom 01.05.2019 bis zum 31.12.2021 durch den Projektträger (Aktenzeichen 62402/006-01#248) neu festgelegt. Über den Metal Processing Cluster war geplant auf mehreren Messen und Konferenzen die Arbeiten vorzustellen. Im Berichtszeitraum wurden noch zahlreiche Veranstaltungen abgesagt und noch nicht durch virtuelle Formate ersetzt.

Fortschreibung des mit dem Antrag vorgelegten Plans zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft (in tabellarischer Form mit Zeitangaben bzw. Zeithorizont), ergänzt um eine Einschätzung der Realisierbarkeit dieses Transferkonzepts, das auch alle Arbeiten enthält, die im Zusammenhang mit dem Vorhaben veröffentlicht wurden oder in Kürze veröffentlicht werden sollen

Während des Projekts

Zeitraum	Aktivität lt. Antrag	Bemerkung und Aktualisierung
Ab Projektstart	Projekttreffen mit User Committee	zum Kick-Off Meeting am 2. Juli 2019 in Berlin wurden die Mitglieder des User Committee eingeladen. Herr Bode (Grillo-Werke AG) und Frau Strag (Polish Academy of Sciences) haben als Gäste teilgenommen und sich über die Projektarbeit/-plan informiert.
Ab 2019	Vorträge und Posterpräsentationen auf nationalen und internationalen	Das Team Dresden hat einen Beitrag beim <i>European Biotechnology Congress</i> mit dem Titel „Laboratory-based high-resolution X-ray

Ab 2019	Konferenzen und Workshops Präsentation von Ergebnissen auf Internetseiten	tomography for 3D visualizing natural diatoms“ eingereicht. Noch liegen keine Ergebnisse vor, die bereits auf Internetseiten veröffentlicht werden können. Das Projekt als solches wird hier beschrieben auf: <ul style="list-style-type: none"> • https://pb.edu.pl/brpm/fundusze-strukturalne/projekty-realizowane/ • https://polandin.com/45104666/poles-to-produce-new-composite-material-with-use-of-diatom-shells
In 2020	Wissenschaftliche Veröffentlichung in Peer-review-Zeitschriften	Es ist geplant die Ergebnisse zu den Simulationen in einer peer-review Zeitschrift zu veröffentlichen (z.B. Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, Bioinspired Materials)
Ab 2020	Vorstellen der Ergebnisse und Anschauungsobjekte bei Messen	Bisher wurde kein Messebesuch speziell für Ergebnisse des Mecodia Projekts geplant, jedoch besteht auf Gemeinschaftsständen der Gesamtinstitute die Möglichkeit auch kurzfristig zu präsentieren. Ein Beitrag bei der NanoTech Poland war geplant, wurde aber durch die Corona-Krise inzwischen abgesagt
Gemeinsame Treffen mit interessierten Firmen	Zu dem Projekttreffen (Februar 2020 in Białystok) wurden alle Mitglieder des User Committee eingeladen, leider ist niemand nach Białystok gereist). Beim Besuch mit Firmen im Verbundes Metalclusters in Białystok werden neue Kontakte und Impulse für einen Wissenstransfer erwartet. Das für den Herbst geplante Projekttreffen in Dresden konnte aufgrund von COVID nicht als Präsenmeeting durchgeführt werden, sondern fand komplett als online Videokonferenz (08. Juli 2021) statt. Seitens des deutschen User Committees nahmen Herr Bode von den Grillo Werken sowie Herr Klein von der Suragus GmbH teil. Alle anderen interessierten KMUs sind der Einladung nicht nachgekommen.	
Ab 5/2021	Vorstellen der Ergebnisse und Anschauungsobjekte bei Messen	Leider konnten aufgrund der COVID-Pandemie Messen nicht wie geplant besucht werden.
Ab 9/2021	Vorstellung von Demonstratoren	Geplant war, aktiv auf die Partner des Unser-Committees zuzugehen, sobald sich die Verbundwerkstoffe im Labormaßstab herstellen lassen.
Ab 9/2021	Vorträge und Poster-präsentationen auf nationalen und internationalen	Leider wurde dieses Teilziel nicht erreicht. Wir erwarten, dass noch neben der NanoTech Poland weitere nationale und internationalen Konferenzen und Workshops aufgrund der Coronakrise erst wieder in 2022 stattfinden

Ab 5/2021	Konferenzen und Workshops Wissenschaftliche Veröffentlichung in Peer-review-Zeitschriften Fortsetzung der wiss. Arbeiten in Industrie-projekten	werden. Dazu beobachten wir die Ankündigungen zu Veranstaltungen Eine Publikationsliste findet sich am Ende dieses Reports. Zurzeit gibt es noch keine konkreten Pläne für weiterführende Projekte.
-----------	---	---

Die erzielten Ergebnisse der Simulation zeigen, dass eine Erhöhung des Volumenanteils des Diatomeens die relative Festigkeit des Verbundstoffs proportional verringert, so dass die Verringerung der Masse des Verbundstoffs den Verlust seiner Steifigkeit nicht ausgleichen kann. Die Genauigkeit der Füllung der Frustulhohlräume mit dem Matrixmaterial wirkt sich ebenfalls auf die Festigkeitseigenschaften des Verbundwerkstoffs aus; die Bedeutung dieses Faktors nimmt mit der Erhöhung des Volumenanteils der Kieselalgen zu. Die unterschiedliche Größe der Diatomeen hatte dagegen keinen signifikanten Einfluss auf die Eigenschaften des Kompositmaterials, aber ihr Anteil am Volumen des Materials war entscheidend.

Die Simulationsergebnisse scheinen besonders wertvoll zu sein, wenn man die adhäsive Verbindung der Frustulen mit einer Metallmatrix und das Fehlen einer starren Verbindung berücksichtigt und lediglich eine Kontaktverbindung der Materialien mit einem Reibungskoeffizienten von 0,1 annimmt. In beiden Fällen ergab sich eine völlig andere Spannungsverteilung im Material. Dies deutet auf die Notwendigkeit hin, eine Technologie zur Herstellung von Verbundwerkstoffen zu entwickeln, die eine Haftung an der Matrix-Füllstoff-Grenzfläche gewährleistet.

Publikationen

- Li, Q.; Gluch, J.; Liao, Z.; Posseckardt, J.; Clausner, A.; Łępicka, E.; Morphology and Mechanical Properties of Fossil Diatom Frustules from Genera of *Ellerbeckia* and *Melosira*
Nanomaterials 2021, 11, 1615; DOI 10.3390/nano11061615
- Zglobicka, I.; Gluch, J.; Liao, Z.; Werner, S.; Guttmann, P.; Li, Q.; Bazarnik, P.; Plocinski, T.; Witkowski, A.; Kurzydłowski, K. J.
Insight into biological structures using various imaging techniques Scientific Reports 11 (2021) 14555; DOI 10.1038/s41598-021-94069-9

Konferenzbeiträge

- Li, Q.; Gluch, J.; Zschech, E.;
Laboratory-based high-resolution X-ray tomography for three-dimensional visualizing the natural diatoms
(Poster) European Biotechnology Congress 2020, virtual;
- Zglobicka, I.; Gluch, J.; Li, Q. Liao, Z.; Werner, S.; Guttmann, P.; Plocinski, T.;
Witkowski, A.; Zschech, E.; Kurzydłowski, K. J.;
Insight into biological structures using 3D imaging techniques
(eingeladener Vortrag, virtual) Symposium CT03: Imaging Materials with X-rays—
Recent Advances with Synchrotron and Lab Sources, MRS Spring Meeting 2021, hybrid
meeting, Seattle, USA; Control ID Number 3489363

Publikationen in Vorbereitung

- Li, Q. Łępicka, M., Gluch, J., Pyszniak, K., Liao, Z., Posseckardt, J., Jost, B., Grądzka-Dahlke, M. und Zschech, E.
Diatom frustules as fillers for modern composites
- Li, Q. Łępicka, M., Gluch, J. Pyszniak, K. Liao, Z., Zglobicka, I., Zybała, R. Molak, R.,
Posseckardt, J., Tolstoj, A., Jost B., Kurzydłowski, K.J., Grądzka-Dahlke, M., und
Zschech E.;
Fossil diatom frustules used as reinforcement materials in novel metal matrix composites