



forschen.
vernetzen.
anwenden.

Innovationsreport 2025

Industrielle Gemeinschaftsforschung

IGF-Forschungsvorhaben 01IF22324N / 22324 BG

Verfahren für die kreislaufwirtschaftliche Nutzung von Silizium mittels Gasphasensynthese (WISENT)

Laufzeit:

01.04.2022 – 31.03.2025

Beteiligte Forschungsstelle(n):

Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e.V. (IUTA)
Forschungsabteilung Partikelprozesstechnik & Charakterisierung

Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung Dresden e.V.

Universität Duisburg-Essen, EMPI
Angewandte Quantenmaterialien

iuta.de

Schlussbericht vom 09.09.2025

zum IGF-Vorhaben 01IF22324N

Thema

Verfahren für die kreislaufwirtschaftliche Nutzung von Silizium mittels Gasphasensynthese (WISENT)

Berichtszeitraum

01.04.2022 bis 31.03.2025

Forschungsvereinigung

Umwelttechnik - Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e.V. (IUTA)

Forschungseinrichtung(en)

Institut für Umwelt & Energie, Technik & Analytik e.V. (IUTA)

Partikelprozesstechnik und Charakterisierung

Bliersheimer Str. 58-60

47229 Duisburg

Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung (IFW) Dresden

Institut für Materialchemie

Helmholtzstr. 20

01069 Dresden

Universität Duisburg-Essen

Institut für Energie- und Material-Prozesse – Applied Quantum Materials

Lotharstr. 1

47057 Duisburg

Platz für ein Logo

Inhaltsverzeichnis

| | | |
|----------|---|-----------|
| 1 | Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse | 3 |
| 1.1 | Arbeitspaket 1: Vorbereitung der Silizium-Materialien für die Verarbeitung | 3 |
| 1.2 | Arbeitspaket 2: Einrichtung der Kombination Gasphasenreaktor & Pulverförderer | 14 |
| 1.3 | Arbeitspaket 3: Transport des Ausgangsmaterials in den Gasphasenreaktor | 16 |
| 1.4 | Arbeitspaket 4: Aufreinigung und Modulationsdotierung..... | 24 |
| 1.5 | Arbeitspaket 5: Morphologische und strukturelle Pulvercharakterisierung (Referenz- und aufbereitetes Silizium-Pulver) | 28 |
| 1.6 | Arbeitspaket 6: Charakterisierung der elektrischen und thermischen Eigenschaften | 33 |
| 1.7 | Arbeitspaket 7: Proof-of-Concept für die additive Fertigung | 33 |
| 1.8 | Arbeitspaket 8: Elektrische Charakterisierung der Demonstratoren..... | 42 |
| 1.9 | Arbeitspaket 9: Feedback-Schleife hinsichtlich Pulver- und Komponentengüte..... | 42 |
| 2 | Verwendung der Zuwendung..... | 43 |
| 3 | Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit | 44 |
| 4 | Darstellung des wissenschaftlich-technischen und wirtschaftlichen Nutzens der erzielten Ergebnisse insbesondere für KMU sowie ihres innovativen Beitrags und ihrer industriellen Anwendungsmöglichkeiten | 46 |
| 5 | Wissenstransfer in die Wirtschaft | 50 |
| 6 | Durchgeführte Transfermaßnahmen..... | 51 |
| 7 | Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit | 53 |

1 Durchgeführte Arbeiten und Ergebnisse

Ziel dieses Vorhabens war es, Silizium-Abfallmaterial verfahrenstechnisch so zu verwerten, dass es in verschiedenen Anwendungen einsetzbar ist. Das Silizium-Abfallmaterial lag in verschiedenen Qualitäten vor, die hinsichtlich ihrer Verunreinigungen sowie ihrer Eignung für spätere Verarbeitungsprozesse mit geeigneten Charakterisierungsmethoden untersucht wurden. Die Aufreinigung und Veredelung der Materialien verfolgten das Ziel, sie für verschiedene Anwendungen nutzbar zu machen. Gasphasensynthese, Laserstrahlschmelzen sowie eine umfassende Material- und Bauteilcharakterisierung wurden im Rahmen der Kooperation der drei Forschungseinrichtungen gezielt aufeinander abgestimmt eingesetzt, um dieses Ziel zu erreichen.

Da eine hohe Wirtschaftlichkeit für die Akzeptanz und die industrielle Anwendung neuer Technologien ausschlaggebend ist, erfolgte die Vorbereitung von Silizium-Abfallprodukten der Solar-Wafer- und Halbleiter-Fertigung im Rahmen dieses Vorhabens als Ausgangsmaterial für verschiedene Folge-Anwendungen. Insbesondere die Konfektionierung des Ausgangsmaterials war hierbei von besonderer Bedeutung, da sie einerseits Verunreinigungen reduzieren, andererseits die Dotierung des Materials sicherstellen sollte. Zur Gewährleistung einer flexiblen Bauteilform wurde weiterhin das innovative Fertigungsverfahren des Laserstrahlschmelzens erforscht. Der technologische Erfolg wurde anhand der Leistungsdaten der hergestellten Materialien beurteilt.

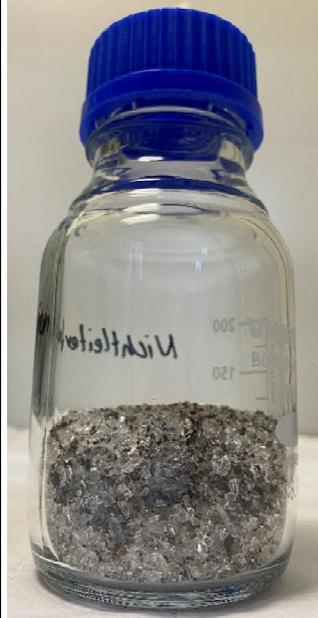
1.1 Arbeitspaket 1: Vorbereitung der Silizium-Materialien für die Verarbeitung

Innerhalb des Arbeitspaket 1 (AP 1) wurden die verschiedenen Silizium-Ausgangsmaterialien, die unter anderem von den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses zur Verfügung gestellt wurden, einleitend gesichtet, um ihre Verwendbarkeit für die geplanten, weiteren Prozessschritte abzuschätzen. Neben einer ersten optischen Inspektion beinhaltete diese Eingangscharakterisierung eine morphologische Analyse im Rasterelektronenmikroskop (REM) sowie auch die Identifikation von Verunreinigungen mittels Methoden, wie der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX), der Röntgendiffraktion (XRD) oder nasschemischer Charakterisierung (Optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES und Trägergasheißextraktion (TGHE)). Materialien mit entsprechender Eignung wurden identifiziert und für die weitere Prozessierung vorbereitet.

In Tabelle 1 sind alle Materialien, die aus verschiedenen Recycling-Prozessen bereitgestellt wurden, vergleichend gegenübergestellt. Allein durch eine visuelle Begutachtung wird deutlich, dass die Materialien sehr große Unterschiede bezüglich Struktur und Zusammensetzung aufweisen. Ein Ausgangsmaterial (Mat_1) konnte aus einem abgeschlossenen Recyclingprojekt in der FE1 zur Verfügung gestellt werden [1], vier weitere Ausgangsmaterialien (Mat_2 bis Mat_4) wurden bei verschiedenen Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses angefordert und von dort zur Verfügung gestellt.

Außerdem wurde ein kommerzielles Siliziumpulver beschafft. Dieses Pulver diente als Referenzmaterial für die Analytik und wurde für die Prozessentwicklung der additiven Fertigungstechnik in AP 7 verwendet.

Tabelle 1: Übersicht der Silizium-Ausgangsmaterialien.

| Probe | Mat_1 | Mat_2 | Mat_3 | Mat_4 | Mat_5 |
|--------|---|---|--|---|---|
| Quelle | Recycling-Projekt (IUTA e.V.) | Reiling GmbH & Co. KG | FLAXRES GmbH | ROSI Solar SAS | Recycling-Projekt (Reiling) |
| Art | PV-Material | PV-Material | PV-Material | Kerf | PV-Material |
| |  |  |  |  |  |
| |  |  |  |  |  |

Mat_1:

Bei Material 1 (Mat_1) handelt es sich um ein PV-Recyclingmaterial aus einem DBU-Projekt (33913-21/2) [1], das von 2017-2019 am IUTA (FE 1) durchgeführt wurde. Bei diesem Projekt lag der Fokus der Forschung darauf, die Module so zu trennen, dass die enthaltenen Wertstoffe möglichst sortenrein zurückgewonnen werden können.

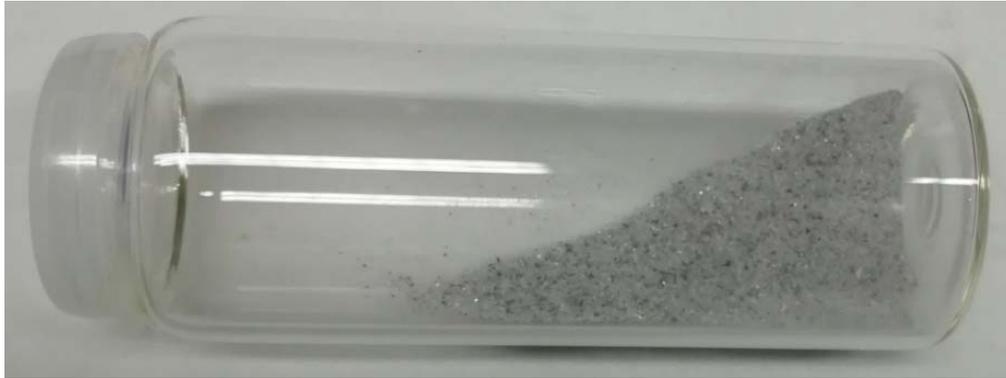


Abbildung 1: Pulverfraktion/Feinanteil von Mat_1.

Die visuelle Inspektion ergab, dass sich das Material aus groben, überwiegend gleichgroßen Glas-Bruchstücken ($\varnothing \sim 2 \text{ mm}$) mit einigen z.T. anhaftenden Silizium-Resten zusammensetzt. Abbildung 1 zeigt den Feinanteil der Materialprobe nach dem Abtrennen der großen Glas-Bruchstücke. Hier ist ebenfalls der große Glasanteil erkennbar und wird durch die Untersuchung im REM+EDX (siehe Abbildung 2) sowie durch die XRD-Analyse (siehe Abbildung 3) bestätigt.

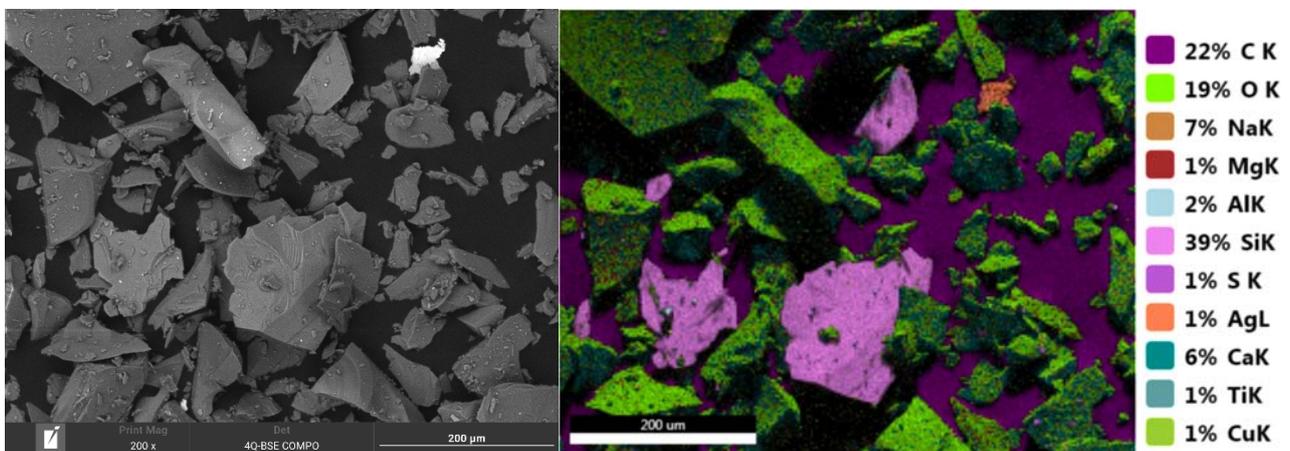


Abbildung 2: REM/EDX-Analyse von Mat_1: links: REM-Aufnahme; rechts: EDX-Flächenscan des Bereichs.

Während die REM-Aufnahme (Abbildung 2, links) alleine noch keine Unterscheidung von Silizium- und Glasbruchstücken erlaubt, ermöglicht ein EDX-Flächenscan (Abbildung 2, rechts) eine klare Trennung. Die enthaltenen Elemente werden hier farblich differenziert dargestellt. Hellgrüne Bereiche stehen für Sauerstoff, wohingegen rosa gefärbte Partikel vorrangig nur aus Silizium bestehen. Bei den grünen Bruchstücken handelt es sich daher um den Glasbruch und bei den rosafarbenen um Bruchstücke der PV-Silizium-Schicht. Glasbruch macht hier den Hauptbestandteil aus und ist vermutlich auch die Quelle der Elemente Natrium, Magnesium, Calcium und Titan. Weitere Verunreinigungen sind Schwefel (vermutlich aus der Polymerschicht) und Kupfer (aus der elektrischen Kontaktierung). Zusätzlich ist im oberen rechten

Bereich (hell-weiß im REM-Bild bzw. orange in der EDX-Aufnahme) ein Bruchstück der Silber-Leiterbahn zu erkennen.

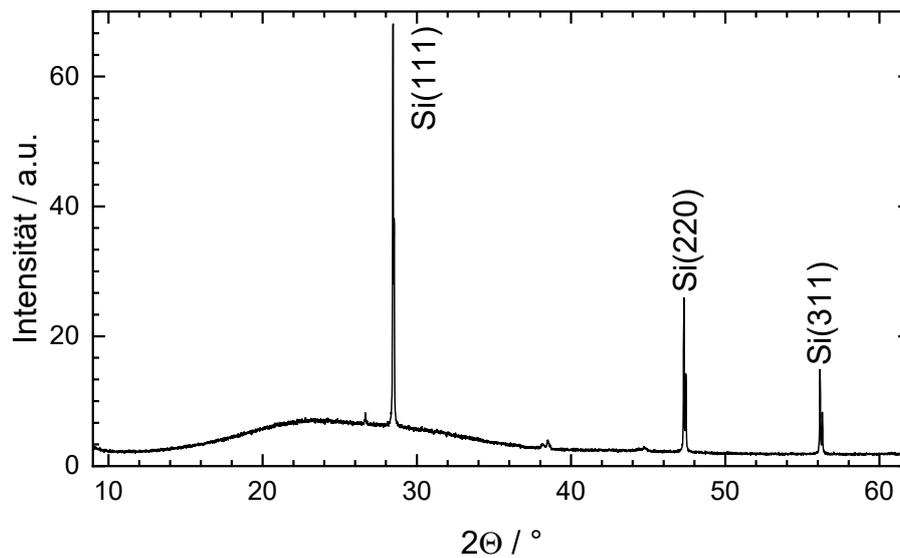


Abbildung 3: XRD-Analyse von Mat_1.

Im XRD-Spektrum in Abbildung 3 verursacht der amorphe Glasanteil die breite Signalanhebung zwischen 10 und 40°, wohingegen das PV-Silizium durch seine kristalline Struktur scharfe Reflexe verursacht. Die Röntgenbeugungsuntersuchungen bestätigen somit die EDX-Ergebnisse, dass es sich bei Mat_1 um eine Mischung aus Silizium und Glas handelt. Durch den sehr hohen Glasanteil in der Probe wurde die weitere Verwendung von Mat_1 in diesem Projekt ausgeschlossen, denn eine weitere, notwendige Trennung von Glas und Silizium war innerhalb des Projektes technisch nicht umsetzbar und muss Teil eines dezidierten PV-Recycling-Projektes sein.

Mat_2:

Material 2 (Mat_2) stammt aus dem PV-Recyclingprozess der Firma Reiling. Dabei handelte es sich zu Projektbeginn, als uns da Material zur Verfügung gestellt wurde, noch um eine klassische Entsorgung, bei der – wie bei Mat_1 – die Entsorgung der PV-Altmodule im Vordergrund stand, während die sortenreine Materialrückgewinnung wirtschaftlich uninteressant war. Somit fand hier noch keine Separation des Siliziums vom Glas statt.

Die visuelle Inspektion ergab eine große Ähnlichkeit von Mat_2 und Mat_1, wobei Mat_2 etwas größere Glas-Bruchstücke ($\varnothing \sim 5$ mm) enthält. Zusätzlich schien der Silizium-Anteil augenscheinlich noch kleiner als bei Mat_1 zu sein. Aus dem gleichen Grund wie schon bei Mat_1 wurde daher von einer weiteren Verwendung von Mat_2 in diesem Projekt abgesehen.

Mat_3:

Material 3 (Mat_3) wurde von der Firma Flaxres zur Verfügung gestellt und stammt aus einem firmenintern, neu entwickelten Trennprozess von PV-Modulen. Bei diesem Prozess wird das Glas von der PV-Siliziumwafer-schicht durch einen hochintensiven Lichtpuls abgetrennt. Nach dem Entfernen der Glasschicht, wird die Siliziumschicht grob zerkleinert, so dass die in Abbildung 4 bzw. in Tabelle 1 gezeigten, sehr unregelmäßig-großen, plattenförmigen, scharfkantigen Bruchstücke entstehen. Diese Bruchstücke weisen eine Kantenlänge von bis zu 6 cm auf, haben eine blaue Vorderseite mit erkennbaren Leiterbahnen und eine graue Unterseite.



Abbildung 4: Grob zerkleinerte PV-Siliziumschicht (Mat_3).

In Abbildung 5 sind REM-Aufnahmen der beiden Seiten ersichtlich. Im linken Bild ist die Silber-Leiterbahn als heller „Bergrücken“ erkennbar. Die Struktur der Leiterbahn, bestehend aus kleinen Kügelchen, könnte durch Auftragung einer „Nano-Tinte“ entstanden sein. Das rechte Bild zeigt eine vergrößerte Aufnahme der Unterseite, die ungleichmäßig mit kugelförmigen Partikeln bedeckt ist. Diese Partikel bestehen aus Aluminium und entstammen der rückseitigen Kontaktelektrode des PV-Moduls. Laut Aussage von Flaxres kommt es im Trennprozess zu einer lokalen Aufschmelzung der Kontaktelektroden-schicht, die dann in Form von kleinen Kugeln wieder erstarrt.

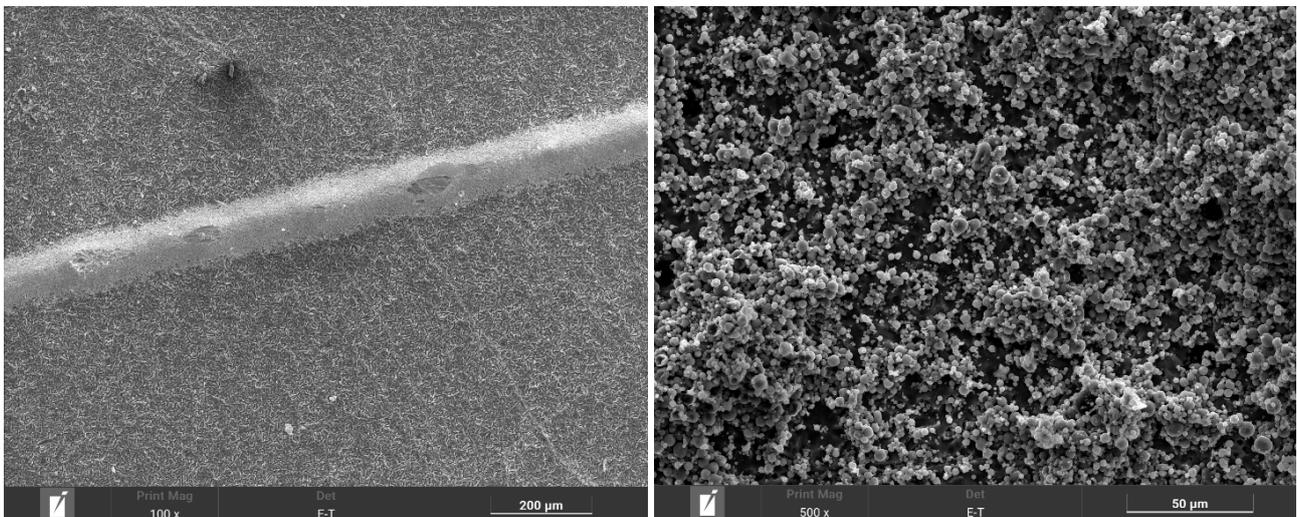


Abbildung 5: REM-Aufnahmen eines Bruchstücks von Mat_3: links: Vorderseite; rechts: Rückseite.

Eine durchgeführte EDX-Analyse (Abbildung 6) an der Querschnittsfläche eines Bruchstücks zeigt anschaulich die erhöhte Struktur der Leiterbahn (Bereich 1, gelb) und bestätigt auch die elementare Zusammensetzung. Während die Leiterbahn zum Großteil aus Silber (mit etwas Zink) besteht, handelt es sich bei den Kugeln auf der Rückseite (Bereich 3, grün) fast ausschließlich um Aluminium. Das Auftreten von Kohlenstoff kann durch die Präparationsmethode selbst erklärt werden. Für die REM- bzw. EDX-Untersuchung wurden die Proben mit Hilfe eines Kohlenstoff-Klebebands auf einem Probenträger befestigt. Daher kann Kohlenstoff bei der EDX-Messung in der Regel auf die Transmission der Röntgenstrahlen durch die häufig sehr dünnen Proben und/oder an ihnen vorbei zurückgeführt werden.

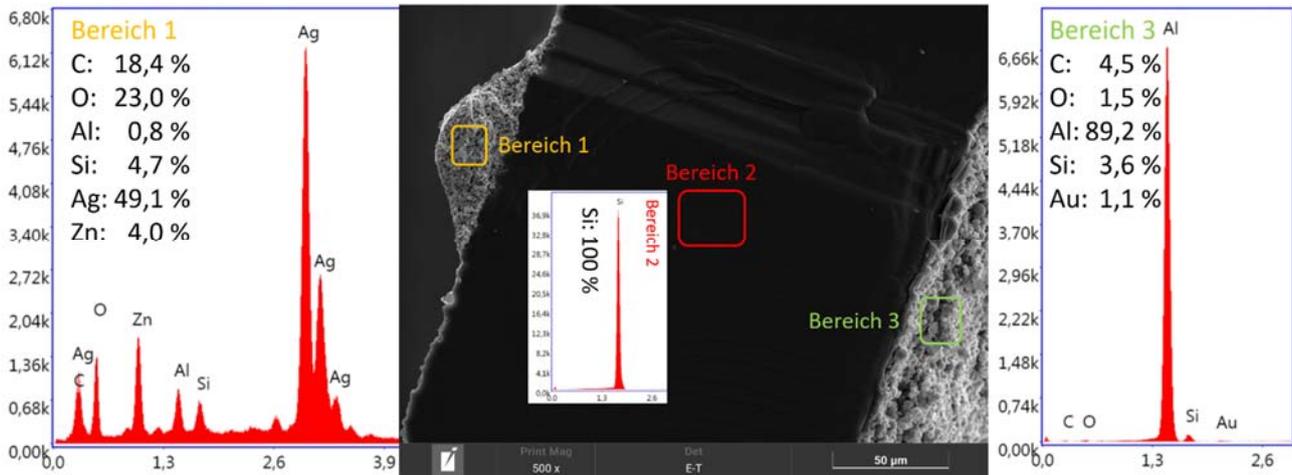


Abbildung 6: REM/EDX-Analyse von Querschnittsfläche einer Probe von Mat_3.

Zum Abgleich wurden eine Probe von Mat_3 nasschemisch aufgeschlossen und mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES) hinsichtlich der elementaren Zusammensetzung untersucht. Die enthaltenen Elemente und ihre Konzentrationen sind in Tabelle 2 zusammengefasst. Neben Spuren von Eisen, Kupfer und Barium wurde Aluminium mit 1,1 % quantifiziert. Außerdem wurden Silber, Blei und Zinn in teilweise größeren Konzentrationen identifiziert. Bei diesen drei Elementen ist es allerdings zu signifikanten Schwankungen gekommen, weshalb hier eine Doppelbestimmung durchgeführt und dessen Ergebnisse in der Tabelle angegeben wurde. Diese Schwankungen sind auf das inhomogene Probenmaterial zurückzuführen, bei dem es beispielsweise bezogen auf das Silber Bruchstücke mit Leiterbahnen und auch gänzlich ohne Leiterbahnen gab. Selbiges gilt für Blei und Zinn, welche auf partielle Stellen mit Lötstellen hindeuten. Insgesamt beträgt die Reinheit des Siliziums im idealen Fall 98,63 % (ohne Leiterbahnen und Lötstellen). In der Realität wird diese Reinheit allerdings etwas niedriger ausfallen.

Tabelle 2: Auszug aus den Ergebnissen der ICP-OES Untersuchung von Mat_3.

| Element | Mg | Al | Fe | Na | Cu | Ca | Li | Ba | Ti | Ni | Cr | Pb | Ag | Sn |
|----------------------|-----|----|-------|----|------|----|----|-------|-----|-----|-----|--------|--------|--------|
| Konzentration [mg/g] | <BG | 11 | 0,049 | - | 0,18 | - | - | 0,029 | <BG | <BG | <BG | 1,1/24 | 1,3/97 | <BG/26 |

Zusammenfassend ist die Materialzusammensetzung von Mat_3 und ihre Beschaffenheit für das Projekt geeignet. In Kombination mit den von Flaxres in Aussicht gestellten und auch gelieferten Materialmengen, wurde Mat_3 für die Versuche dieses Forschungsvorhabens ausgewählt. Die weitere Prozessierung von Mat_3 wird in Arbeitspaket 3 behandelt.

Mat_4:

Die Firma ROSI Solar hat dem Projekt Siliziummaterial in Form von Kerf zur Verfügung gestellt. Bei Kerf handelt es sich um Sägeabfälle, die beim Bearbeiten von Siliziumwafern in der Halbleiterindustrie anfallen. Dieses Material (Mat_4) lag in Form von stark „verklumptem“, braunem Pulver vor. Einzelne Brocken hatten einen Durchmesser von bis zu 4 cm. Die REM-Aufnahmen in Abbildung 7 zeigen allerdings, dass Mat_4 sich aus einzelnen kleineren Partikeln zusammensetzt, die in ihrer Form an Sägespäne erinnern. Diese einzelnen Späne lagern sich aneinander an und bilden dadurch Klumpen unterschiedlicher Größe aus, die sich im Mörser leicht wieder zerreiben lassen.

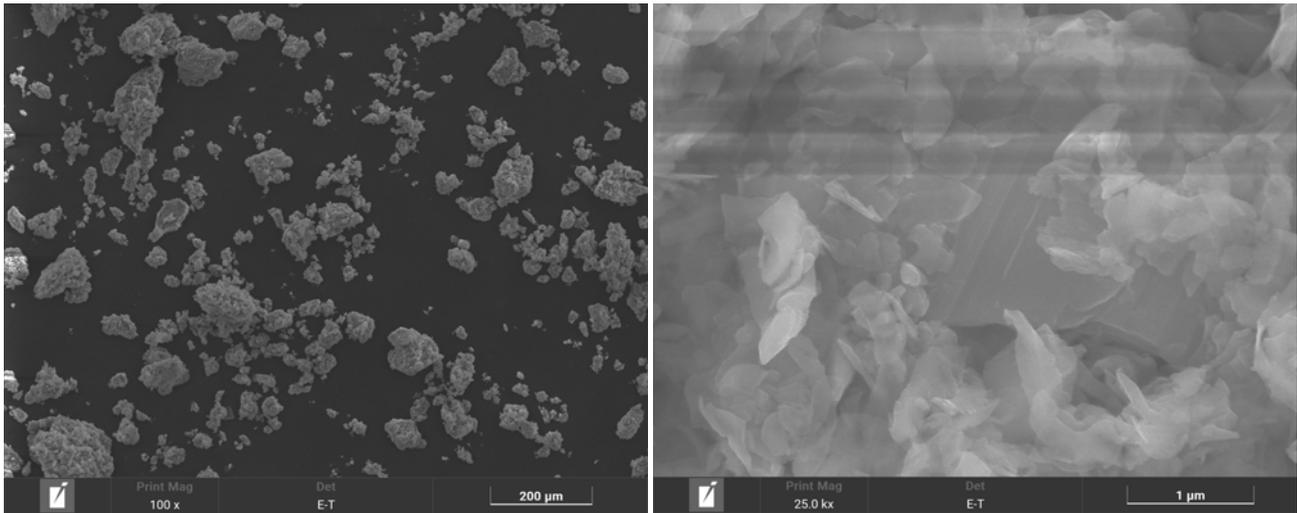


Abbildung 7: REM-Aufnahmen mit unterschiedlichen Vergrößerungen von Mat_4 (Kerf).

Die elementare Zusammensetzung von Mat_4 geht aus der EDX-Analyse (siehe Abbildung 8) hervor. Das bestimmende Hauptelement ist erwartungsgemäß Silizium. Jedoch wurden auch Kohlenstoff, Aluminium und Sauerstoff nachgewiesen. Als weitere Kohlenstoffquelle kommen neben dem Kohlenstoffpad auch Kühlschmiermittel in Frage, die beim Sägen der Wafer verwendet werden.

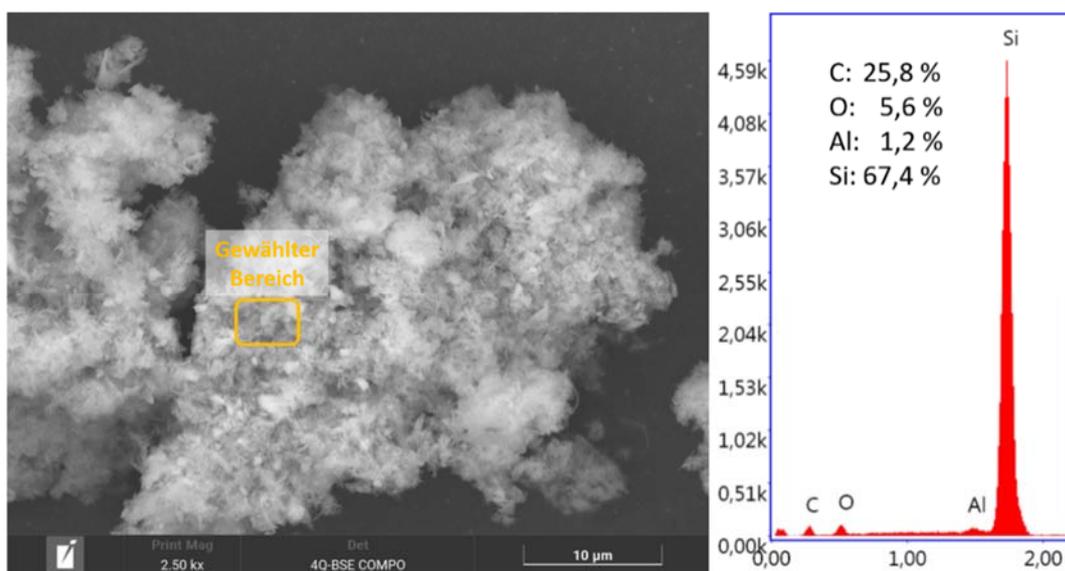


Abbildung 8: EDX-Analyse von Mat_4 (Kerf).

Im XRD-Spektrum in Abbildung 9 dominieren ebenfalls die Silizium-Peaks, es sind jedoch auch unbekannte Peaks (bei $\sim 18^\circ$ und $\sim 33^\circ$) vorhanden, die wahrscheinlich durch die Verunreinigungen verursacht worden sind. Daher wurde Mat_4 ebenfalls mittels des schon erwähnten ICP-OES-Verfahrens analysiert. Die Ergebnisse der Analyse sind in Tabelle 3 dargestellt.

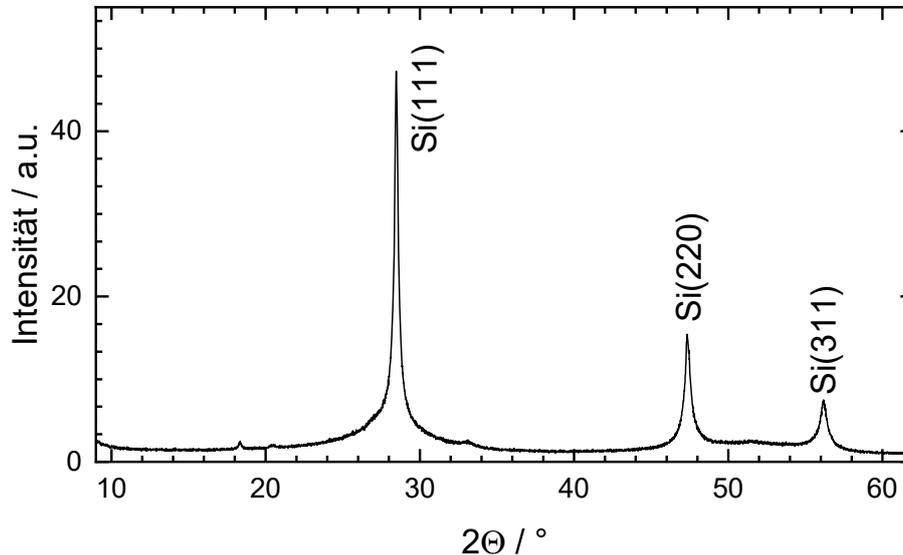


Abbildung 9: XRD-Analyse von Mat_4 (Kerf).

Die Hauptverunreinigung ist, analog zur XRD-Analyse, Aluminium mit 0,36 %. Daneben gibt es noch eine Vielzahl weiterer nachgewiesener Elemente, jedoch mit recht geringen Konzentrationen unterhalb von 100 ppm. Insgesamt ergibt sich aus der Summe der Verunreinigungen eine Siliziumreinheit von 99,61 %.

Tabelle 3: Auszug aus den Ergebnissen der ICP-OES Untersuchung von Mat_4.

| Element | Mg | Al | Fe | Na | Cu | Ca | Li | Ba | Ti | Ni | Cr | Pb | Ag |
|----------------------|--------|-----|-------|-------|-----|-------|-----|-----|-------|-------|-------|-----|-----|
| Konzentration [mg/g] | 0,0075 | 3,6 | 0,015 | 0,022 | <BG | 0,041 | <BG | <BG | 0,032 | 0,087 | 0,022 | <BG | <BG |

Die Materialbeschaffenheit und die Zusammensetzung lassen daher insgesamt auf ein gutes Ausgangsmaterial für dieses Vorhaben schließen, wenngleich die Späne zu klein für den additiven Laserprozess wären. Die in Aussicht gestellten Materialmengen reichen jedoch nicht für die geplanten Arbeiten aus. Die Recherchen haben gezeigt, dass Kerf auf dem europäischen Markt quasi nicht verfügbar ist. Das Unternehmen ROSI hat aufgrund dieser Tatsache während der Projektlaufzeit ihre Unternehmensstrategie geändert und setzt seither ebenfalls zusätzlich auf das Recycling von PV-Modulen.

Mat_5:

Material 5 (Mat_5) ist das Produkt eines früheren industriellen Forschungsprojekt der Firma Reiling [2] und des Fraunhofer CSP [3] zum sortenreinen Recycling von PV-Modulen. Die Siliziumfraktion wurde hier von der Glasfraktion getrennt und durch nasschemisches Ätzen von Fremdmetallen wie Silber oder Aluminium befreit.

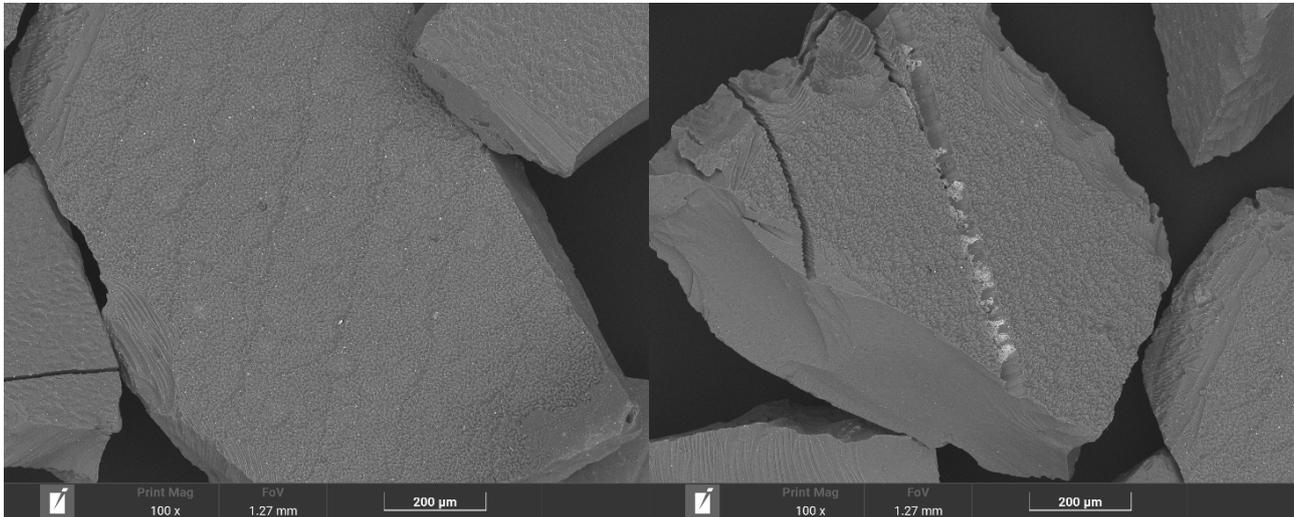


Abbildung 10: REM-Aufnahmen von Mat_5.

Die visuelle Inspektion zeigte kleine, gleichmäßige Silizium-Bruchstücke mit einem durchschnittlichen Durchmesser von circa 1 mm. Abbildung 10 zeigt beispielhaft zwei REM-Aufnahmen des Materials. In der linken Aufnahme ist ein typisches Siliziumbruchstück zu sehen. Die rechte Aufnahme erlaubt den Blick auf eine geätzte, ehemalige Leiterbahn. Durch die Verwendung von Backscattering (BSE) können bei der REM-Analyse Materialien durch unterschiedliche Kontraste differenziert werden. Die helleren Ablagerungen im Inneren der Leiterbahn legen hier die Vermutung nahe, dass sich dort noch Silberreste befinden. Die daraufhin durchgeführte Elementaranalyse mittels EDX (siehe Abbildung 11) belegt diesen Verdacht, so konnten im rotmarkierten Bereich 1 – also genau in der ehemaligen Leiterbahn – unter anderem Silber und Zink nachgewiesen werden. Die Leiterbahn wurde also durch die nasschemische Behandlung nicht vollständig entfernt.

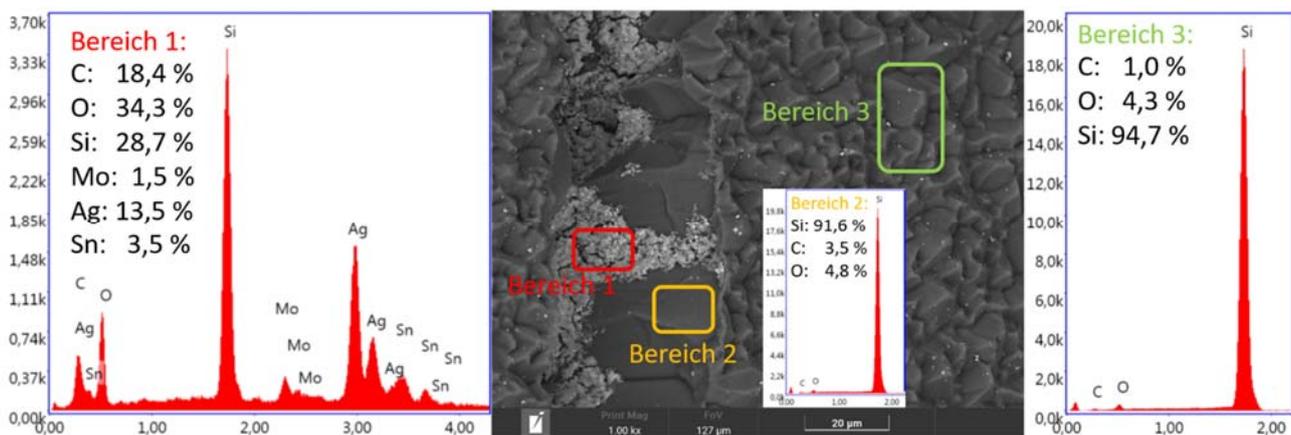


Abbildung 11: EDX-Analyse einer geätzten, ehemaligen Leiterbahn bei Mat_5 (siehe Abbildung 10, rechts).

Ob und inwieweit es sich bei den Silberresten um einen Einzelfall oder einen generellen Effekt handelt, wurde im Rahmen einer XRD-Untersuchung analysiert. Das erhaltene XRD-Spektrum (siehe Abbildung 12) zeigt saubere, schmale Silizium-Peaks ohne einen amorphen Untergrund, wie es für kristallines Silizium üblich ist. Weitere Reflexe konnten nicht identifiziert werden, die Probe enthält daher keine signifikanten Verunreinigungen.

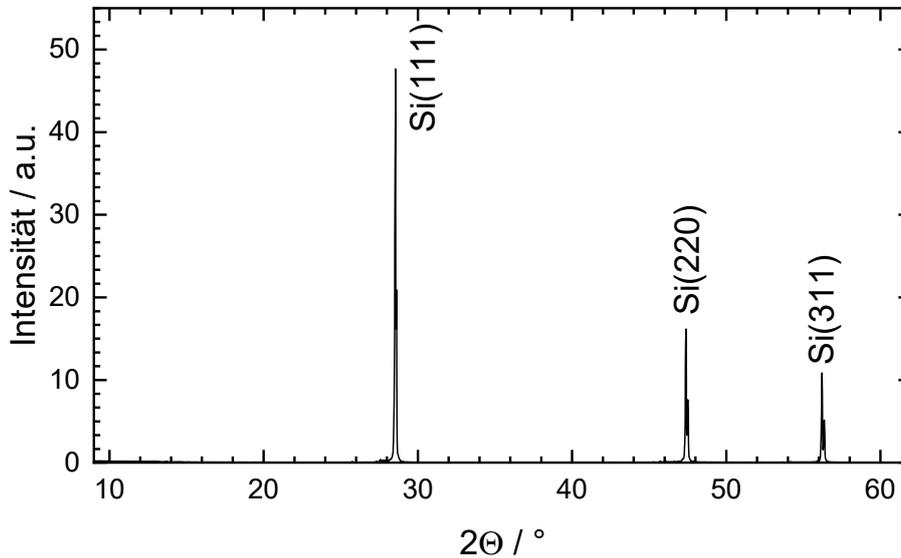


Abbildung 12: XRD-Analyse von Mat_5.

Zusätzlich wurde Mat_5 nasschemisch aufgeschlossen und mittels ICP-OES hinsichtlich der elementaren Zusammensetzung untersucht. Die enthaltenen Elemente und ihre Konzentrationen sind in Tabelle 4 aufgeführt. Die Summe der identifizierten Verunreinigungen liegt bei 0,1123 % und das Silizium weist damit eine Reinheit von 99,8877 % auf. 89 % dieser Verunreinigungen gehen auf die Elemente Na, Mg und Ca zurück und sind auf Glasreste zurückzuführen, die im XRD-Spektrum durch die dominanten Siliziumpeaks unentdeckt blieben. Die Quelle dieser Verunreinigungen liegt möglicherweise bei der Prozessierung durch die Firma Reiling oder das Fraunhofer CSP, da sich bei dem PV-Material von Flaxres (Mat_3) diese Verunreinigungen nicht gezeigt haben. Insgesamt ist die Reinheit aber verglichen mit Mat_3 (vgl. Tabelle 2) deutlich gesteigert. So konnten Verunreinigungen der sonstigen PV-Bestandteile (Al, Cu, Pb, Ag und Sn) deutlich – größtenteils sogar bis unterhalb der Nachweisgrenze – reduziert werden.

Tabelle 4: Auszug aus den Ergebnissen der ICP-OES Untersuchung von Mat_5.

| Element | Mg | Al | Fe | Na | Cu | Ca | Li | Ba | Ti | Ni | Cr | Pb | Ag |
|----------------------|-----|-----|--------|------|-----|------|--------|--------|-----|-----|-------|-----|-------|
| Konzentration [mg/g] | 0,2 | <BG | 0,0099 | 0,49 | <BG | 0,31 | 0,0006 | 0,0015 | <BG | <BG | 0,023 | <BG | 0,088 |

Mat_5 wäre aufgrund der reduzierten Verunreinigungen ein ideales Ausgangsmaterial für dieses Projekt gewesen. Da die verfügbaren Mengen aus einem externen Forschungsprojekt stammten, stand nur eine kleine Menge für Analysen bereit, die nicht für die geplanten Arbeiten ausreichte. Aus diesem Grund musste zunächst die Weiterarbeit mit Mat_5 verworfen werden.

Silizium-Referenzpulver:

Um ein Referenzpulver für das Forschungsvorhaben zu erhalten, wurde dieses bei der Firma Nanoval bezogen. Dieses Pulver zeichnet sich durch eine sehr dunkle Farbe aus und liegt in einer guten Pulverform ohne Bruchstücke oder Pulverakkumulation vor (siehe Abbildung 13). Das bestellte Pulver wurde konventionell über Elektroden-Induktions-Gasverdüsung (EIGA-Verfahren) hergestellt. Es sollte eine Partikelgrößenverteilung von 15 – 45 μm aufweisen und wurde bei FE2 nach dem Erhalt zusätzlich nochmals in einer Ultraschallsiebstation unter Argonatmosphäre mit einem 63 μm Sieb aufbereitet. Dies sollte mögliche Überkornanteile im Silizium-Referenzpulver entfernen. Eine detaillierte Analyse des Materials wird in AP 5 beschrieben.



Abbildung 13: Silizium-Referenzpulver von der Firma Nanoval.

Mit dem vorgestellten letzten Referenzpulver konnte das Arbeitspaket AP 1 erfolgreich abgeschlossen werden. Die Forschungseinrichtungen haben sich auf Mat_3 und das Referenzmaterial für die weitere Projektbearbeitung geeinigt.

1.2 Arbeitspaket 2: Einrichtung der Kombination Gasphasenreaktor & Pulverförderer

Das erklärte Ziel in Arbeitspaket 2 (AP 2) war es, den an FE1 vorhandenen Gasphasenreaktor mit einem Pulverförderungssystem zu verbinden. Dieses System ermöglicht, dem Gasphasenprozess kontinuierlich PV-Siliziumpartikel zuzuführen, und musste in das Sicherheitskonzept der bestehenden Anlage integriert werden. Die Förderung von Pulvern in den Gasphasenprozess wurde bereits in der Vergangenheit im Rahmen eines ZIM-Projekts (KF 2025422MU1) anhand von kohlenstoffhaltigen Materialien erprobt. Das verwendete Pulverförderungssystem stand allerdings nur während der Projektlaufzeit zur Verfügung, so dass nun zunächst ein neuer Pulverförderer beschafft und dann in das Reaktorsystem integriert werden musste.

Aufgrund der zur erwartenden Gesamtkosten wurde der Pulverförderer öffentlich ausgeschrieben. Dazu wurde ein Lastenheft mit allen erforderlichen Spezifikationen erstellt und gemeinsam mit der Ausschreibung veröffentlicht. Die wesentlichen Systemparameter sind im Folgenden aufgeführt:

- Prozessbedingungen:
 - Material: Silizium (25-80 µm)
 - Förderrate: 1-10 g/min ($\pm 0,5$ g/min)
 - Trägergas: Stickstoff (1-20 Normliter/min)
 - Druck: bis zu 10 bar
- Vorratsbehälter:
 - Volumen: 2-6 l (gasdicht)
 - Betrieb unter inerten Bedingungen
- Pulverförderung:
 - gasdichte, lösbare Verbindung zum Reaktorsystem
 - integrierte, eigständige Steuerung
 - mögliche Kopplung mit vorhandener Anlagensteuerung
 - Not-Aus-Taster
- Dokumentation in deutscher Sprache

Auf Grundlage des Lastenhefts gab es 3 Angebote, von denen nach sorgfältiger Prüfung das Angebot der Firma Kamp & Kötter GmbH ausgewählt und eine Bestellung ausgelöst wurde. Das bestellte System von Kamp & Kötter verwendet ein gravimetrisches Dosiersystem und erlaubt eine kontinuierliche Pulverförderung mittels eines Trägergasstroms. Das Pulver fällt dazu aus dem Silo in eine rotierende Nut, aus der es durch das Trägergas herausgefördert wird. Über die Drehgeschwindigkeit kann bei bekanntem Nutvolumen die Pulverförderrate eingestellt werden.

Die Lieferung des Pulverförderers erfolgte im Dezember 2023. Daraufhin konnten der Gasphasenreaktor und der Pulverförderer erfolgreich zu einer Funktionseinheit verbunden werden. Die Versorgung mit Trägergas erfolgte über einen vorgeschalteten Massenflussregler, der sowohl mit Stickstoff als auch mit Argon betreibbar ist. Das partikel-beladene Gas gelangt über einen Anti-Statik-Schlauch in die Düse des Heißwandreaktors und wird dort zentral in den Prozess geleitet. Über einen Kugelhahn ist es möglich, das Pulverförderungs- und das Reaktorsystem manuell von einander zu separieren.



Abbildung 14: Eingehautes Pulverförderungssystem von der Firma Kamp & Kötter.

Abbildung 14 zeigt das eingehauste Pulverförderungssystem. Die Einhausung verhindert, dass Schwingungen anderer Anlagenkomponenten (z.B. durch Schall oder Vibrationen) die gravimetrische Förderung negativ beeinflussen. Für den Fall einer Undichtigkeit verhindert die Einhausung zugleich eine Exposition durch Partikel.

Der Pulverförderer wurde durch ein mehrstufiges Verfahren erfolgreich in die Sicherheitslinie des Technikums integriert. Bei einem Störfall wird automatisch die Trägergasströmung unterbrochen, und so die Pulverförderung gestoppt. Zusätzlich verfügt der Pulverförderer über einen manuellen Not-Aus-Schalter, durch den jederzeit die Förderung beendet werden kann. Im Fall einer größeren Störung, wird die Stromzufuhr unterbrochen, da diese in die Sicherheitslinie des Gasphasenreaktors integriert ist.

Mit der Beschaffung, der Kombination und der Integration des Pulverförderers in die Sicherheitskette des Reaktorsystems wurde AP 2 erfolgreich abgeschlossen.

1.3 Arbeitspaket 3: Transport des Ausgangsmaterials in den Gasphasenreaktor

Arbeitspaket 3 (AP 3) befasste sich mit dem Transport des Silizium-Ausgangsmaterials in den Gasphasenprozess und auch mit der späteren Abscheidung der Partikel aus dem Gasstrom am Prozessende. Ausschlaggebend war dafür zunächst die Präparation des Ausgangsmaterials zu einem förderfähigen Pulver, sowie die Definition von Prozessparametern für die Partikelförderung und Anpassungsmaßnahmen zur Separation des prozessierten Materials aus der Gasströmung.

Verarbeitung des Ausgangsmaterials (Mat_3) zu förderfähigem Pulver:

Der in AP 2 vorgestellte Pulverförderer ist zum Transport pulverförmiger Materialien in den Gasphasenprozess ausgelegt. Bei dem in AP 1 ausgewählten Mat_3 handelte es sich jedoch um Siliziumwafer-Bruchstücke, die für die Überführung in ein Aerosol und den Transport in den Gasphasenprozess zunächst mikronisiert werden mussten.

Bei der Projektbeantragung war ursprünglich vorgesehen, diese Mikronisierung mit einer Ultrazentrifugalmühle bei FE1 durchzuführen. Aufgrund eines Defekts besagter Mühle wurden die Mahlversuche zunächst an FE2 verlagert. Dort erfolgte die Mikronisierung der groben Siliziumwafer-Bruchstücke von Mat_3 in einem zweistufigen Mahlverfahren. Der erste Schritt war ein Vorbrechen mit einem Achatmörser, um erstmal die zunächst sehr großen Bruchstücke manuell zu zerkleinern und so das Material für den Kugelmahlbehälter vorzubereiten. Der zweite Schritt beinhaltete das Mahlen in einer Kugelmühle mit Wolframcarbid-Kugeln (\varnothing : 10 mm). Dabei wurden der Einfluss der Mahldauern auf die Partikelgröße und –morphologie untersucht. Als Mahldauern wurden 0, 30, 60 und 90 Minuten gewählt. Anschließend wurde das Material mittels Siebturm in verschiedene Größenklassen ($>450 \mu\text{m}$, $450 - 200 \mu\text{m}$, $200 - 90 \mu\text{m}$ und $<90 \mu\text{m}$) aufgeschlossen. Für die additive Fertigung sollte das Material möglichst eine Partikelgrößenverteilung von $25 - 80 \mu\text{m}$ aufweisen, weshalb die Analysen am $<90 \mu\text{m}$ -Fraktion durchgeführt wurden. Mit Hilfe der dynamischen Bildanalyse (CamSizer X2) wurde die Partikelgrößenverteilung des Materials charakterisiert und der Einfluss der Mahldauer untersucht (siehe Abbildung 15).

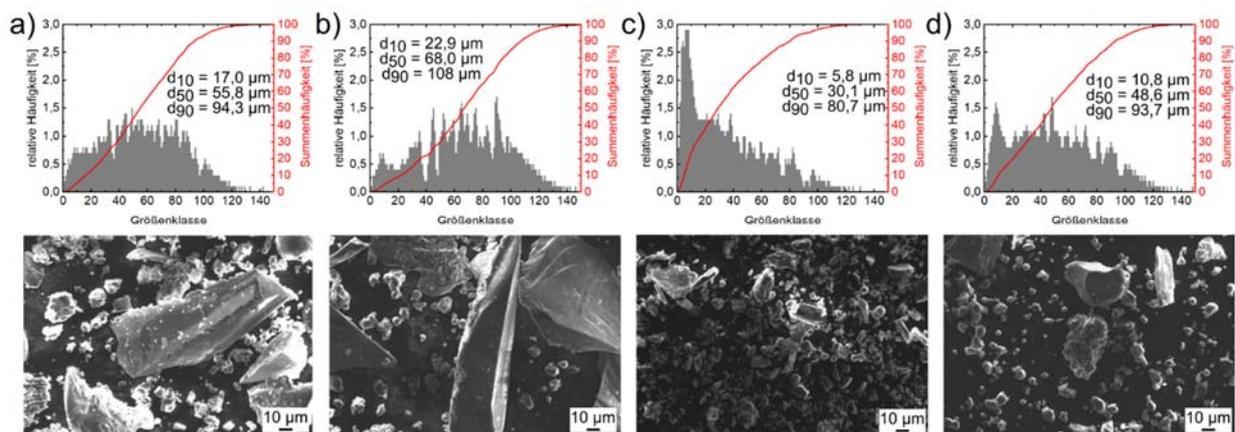


Abbildung 15: Partikelgrößenverteilung des jeweils gemahlene Pulvers von Mat_3 mit a) 0 min, b) 30 min, c) 60 min und d) 90 min. Darunter sind rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen des resultierenden Pulvers dargestellt.

Es ist deutlich zu erkennen, dass das gemahlene Material, unabhängig von der Mahldauer, eine sehr breite Partikelgrößenverteilung aufweist. Des Weiteren ist in den elektronenmikroskopischen Aufnahmen ersichtlich, dass die Pulver weiterhin sehr scharfkantige und unregelmäßige Formen haben. Dies bewirkt auch

eine sehr schlechte Fließfähigkeit des Materials. Zusätzlich ist zu erkennen, dass es teilweise noch sehr große Bruchstücke gibt und nach dem Mahlen mit der Kugelmühle ein sehr hoher Feinkornanteil (<20 nm) vorhanden ist. Dieses Feinkorn wäre für spätere additive Fertigungsprozesse sehr nachteilig und müsste durch ein zusätzliches Sichten entfernt werden. Schlussendlich erwies sich die eigene Aufbereitung von Mat_3 in FE2 als nicht zielführend. Zudem sind die Durchsatzmengen sehr gering, während für die Bearbeitung des Projekts größere Mengen benötigt werden.

Der für die Verarbeitung einer größeren Materialmenge hohe zeitliche Aufwand und der fortlaufend bestehende Defekt der Ultrazentrifugalmühle bei FE1 führten zu der Entscheidung, die Mikronisierung von Mat_3 an ein Dienstleistungsunternehmen auszugliedern. Das Europäische Zentrum für Dispersionstechnologien (EZD) in Selb entwickelte in Zusammenarbeit mit FE1 und den Ergebnissen/Erfahrungen von FE2 in mehreren Feedbackschleifen eine Verfahrensvorschrift zur Trockenzerkleinerung der PV-Silizium-Bruchstücke.

Die Zerkleinerung erfolgte mit einer Ultra-Zentrifugalmühlen Modell ZM 200 (Fa. Retsch), die mit einem Einsteckrotor mit 12 Zähnen betrieben wurde. Zur Entwicklung der Verfahrensvorschrift wurden drei Vorversuche durchgeführt, die sich durch die Wahl bzw. Größe der eingesetzten Ringsiebe (siehe Abbildung 16, Mitte) unterschieden. Die verwendeten Maschenweiten betragen 0,5 mm und 1 mm. Der dritte Versuch wurde ohne Ringsieb durchgeführt. Bei allen drei Versuchen betrug die Drehzahl des Rotors 18000 rpm.

Zur Beurteilung der Vorversuche wurden die Zerkleinerungsprodukte mittels Laserbeugung (Mastersizer 3000, Fa. Malvern) und Mikroskop (Fa. Zeiss) am EZD hinsichtlich ihrer Partikelgrößenverteilung und Form bewertet. Hierfür wurden die Pulver mit der AeroS-Einheit vordispersiert und im Freistrahlmessverfahren vermessen. Die Verwendung der Ringsiebe führte zu einem sichtbaren Feinanteil, der sich messbar auf die mittlere Partikelgröße auswirkte. Das 1 mm-Ringsieb erzeugte Partikel mit mittlerer Größe von 21,9 µm, bei dem 0,5 mm-Sieb lag die mittlere Größe nur noch bei 12,0 µm. Beide Werte lagen unterhalb der Zielfraktion von 25-80 µm. Durch das Weglassen des Ringsiebes ließ sich der mittlere Durchmesser jedoch auf 69,3 µm erhöhen. Daher wurden die verbliebenen Silizium-Bruchstücke (Mat_3) ohne Ringsieb-Einsatz vermahlen.

Durch einen Fraktionierungsschritt mit einem Siebturm bei FE1 zeigte sich jedoch, dass ein erheblicher Anteil noch oberhalb der Zielfraktion lag. Dieser Anteil wurde daraufhin erneut durch das EZD mikronisiert. Schlussendlich lagen circa 5 kg mikronisierte PV-Siliziumpartikel in der Zielfraktion für das Projekt vor.



Abbildung 16: Prozesskette zur Mikronisierung von Mat_3 beim EZD.

Charakterisierung der mikronisierten PV-Si-Partikel (Mat_3)

Durch die Mikronisierung und Fraktionierung auf 25-80 μm haben die Partikel nun eine relativ einheitliche Größe und liegen als grauliches Pulver vor (siehe Abbildung 16, rechts). Die nähere Betrachtung mittels REM-Untersuchung verdeutlicht allerdings, dass die Partikel auf mikroskopischer Ebene eine sehr kantige und unregelmäßige Struktur aufweisen. Abbildung 17 zeigt dazu eine beispielhafte REM-Aufnahme.

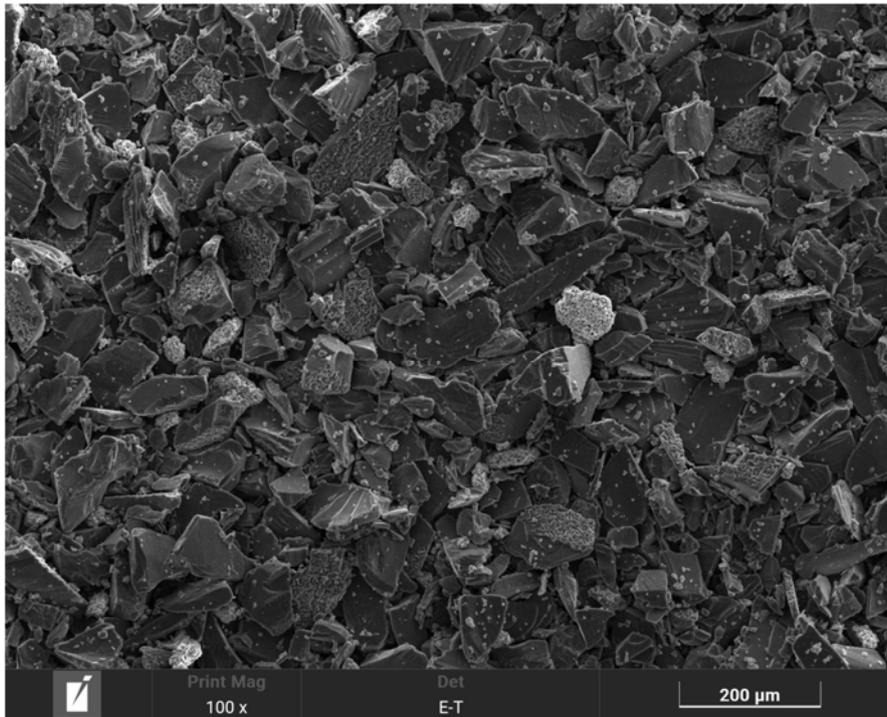


Abbildung 17: REM-Aufnahme der mikronisierten und gesiebten PV-Siliziumpartikel (Mat_3) im Größenbereich 25-80 μm .

Die pulvrige Form ermöglichte nun auch die Untersuchung mittels XRD. Das im oberen Teil von Abbildung 18 vollständige Spektrum zeigt, wie bereits zuvor bei Mat_4 und Mat_5 gesehen, die dominierenden Silizium-Peaks ohne einen amorphen Untergrund. Bei genauerer Betrachtung fällt jedoch eine Vielzahl an Peaks mit geringerer Intensität auf. Die Vergrößerung des im oberen Teil markierten Bereichs zwischen 35° und 90° verdeutlicht diese Peaks noch einmal. Der untere Teil von Abbildung 18 vergrößert diese Peaks, die sich durch Anwendung der Rietveld-Methode eindeutig Silber und Aluminium zuordnen lassen, wobei der Anteil an Aluminium wesentlich größer als der Silberanteil ausfällt.

Zur genaueren Quantifizierung wurde das mikronisierte Mat_3 erneut mittels ICP-OES untersucht. Dabei wurde neben Partikeln aus der Zielfraktion auch Partikel der Feinfraktion ($<25 \mu\text{m}$) analysiert. Die wesentlichen Ergebnisse sind zusammenfassend in Abbildung 19 dargestellt. Der linke Teil der Abbildung zeigt die Verteilung der Hauptverunreinigungen von Silber und Aluminium in den drei untersuchten Proben an. Wie die XRD-Analyse aus Abbildung 18 schon erkennen ließ, ist mehr Aluminium enthalten. Besonders auffällig ist allerdings, dass die Aluminiumkonzentration in der Feinfraktion (21 mg/g) deutlich größer ist als im Ausgangsmaterial (11 mg/g) und in der Zielfraktion (10 mg/g). Das gleiche Phänomen wurde auch beim Silber beobachtet. In der Feinfraktion sind 4,9 mg/g und in der Zielfraktion 1,1 mg/g Silber enthalten. Durch diese Anreicherung in der Feinfraktion wird also eine (zumindest teilweise) Aufreinigung des Siliziums erreicht.

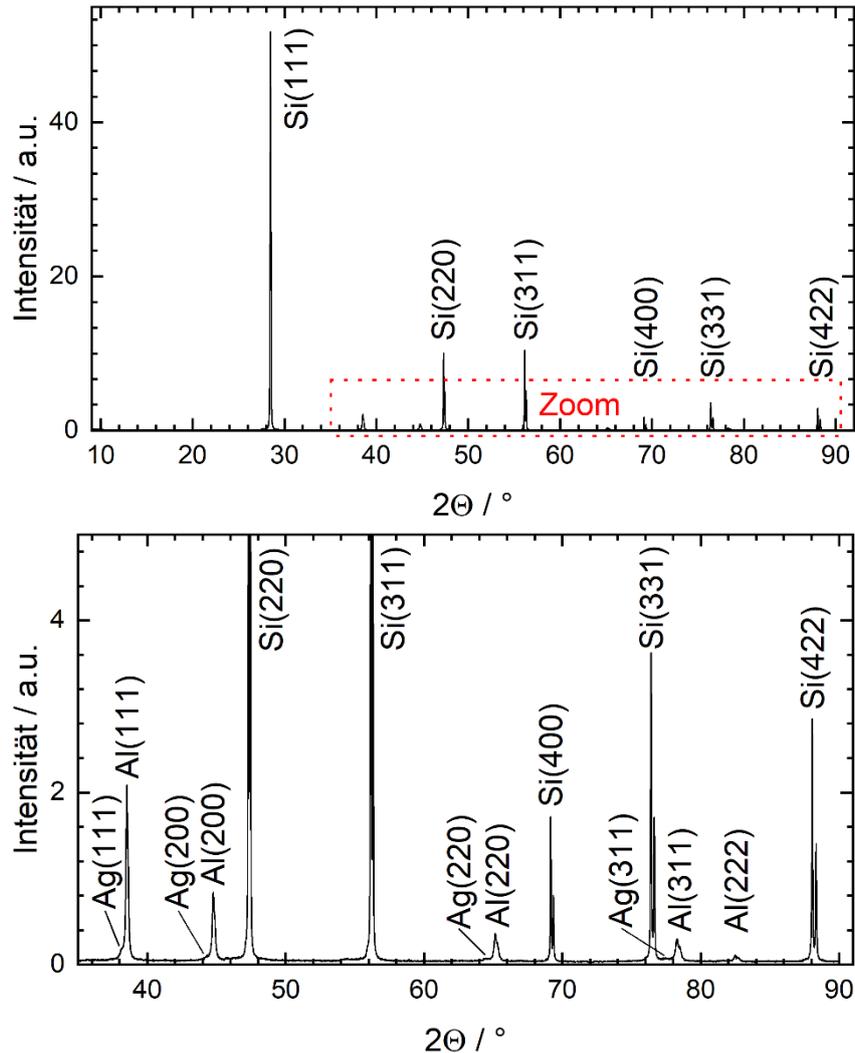


Abbildung 18: XRD-Analyse der mikronisierten und gesiebten PV-Siliziumpartikel (Mat_3) im Größenbereich 25-80 µm. Oben: Gesamtes Spektrum; Unten: Zoom in interessanten Bereich 35-90°.

Die Ursache liegt sicherlich in der Art/Struktur wie das Aluminium und das Silber bei Mat_3 auf dem Siliziumwafer vorliegen, nämlich in Form kleiner kugelförmiger Partikel (siehe Abbildung 4 & Abbildung 5), die sich durch die Mikronisierung von Silizium ablösen. Der rechte Teil von Abbildung 19 offenbart allerdings auch weitere Verunreinigungen, die im Ausgangsmaterial nicht (unterhalb der Bemessungsgrenze (< BG)) bzw. nur in wesentlich geringerer Konzentration gefunden wurden. Insbesondere Eisen und Chrom sind hier erwähnenswert, da deren Konzentrationen in der Zielfraktion mit 4,8 mg/g (Fe) und 1,3 mg/g (Cr) sogar oberhalb der Silberkonzentration (1,1 mg/g) liegen.

Bei den nachgewiesenen Elementen handelt es sich um typische Bestandteile von Edelstahl, was auf Materialabrieb beim Mikronisieren in der Ultrazentrifugalmühle als Kontaminationsquelle hinweist. In Abhängigkeit von der späteren Anwendung stellen diese zusätzlichen Verunreinigungen gegebenenfalls ein Ausschlusskriterium dar, so dass der Präparationsprozess und die Reduktion bzw. Vermeidung dieser Materialeinträge eine Herausforderung für die weitere Forschung und resultierende Anwendungsszenarien sind.

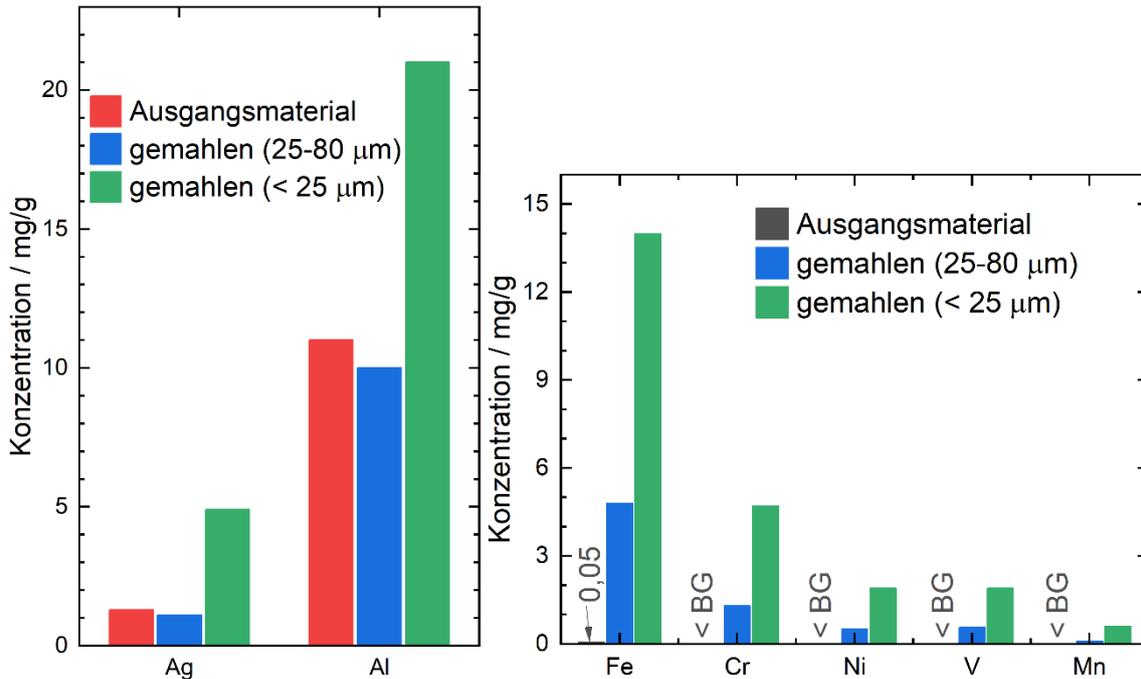


Abbildung 19: Ergebnisse der ICP-OES-Analysen des mikronisierten Mat_3.
Links: Hauptverunreinigungen; Rechts: weitere Verunreinigungen.

Transport unter Inertbedingungen in den Gasphasenreaktor

Die erfolgreiche Integration des Pulverförderers in die Heißwandreaktor-Peripherie ermöglicht die konstante, gravimetrische Förderung der prozessierten Siliziumpartikel unter Inertbedingungen. Gewährleistet wurde dies durch Dichtigkeits tests und die Möglichkeit, den Vorratsbehälter mit Inertgas zu spülen.

Experimentell wurde zunächst ermittelt, welche Trägergasströmung (Argon) zur Förderung der Siliziumpartikel notwendig ist. Als Indikator für einen ausreichenden Trägergasstrom diente, neben der funktionierenden Regelung, die Nut der Pulverscheibe. Diese wird unterhalb des Einlauftrichters gefüllt und circa eine halbe Umdrehung weiter durch das Trägergas wieder geleert. Für höhere Silizium-Förderraten (bis zu 10 g/min) hat sich ein Argonströmung von 10 slm als praktikabel erwiesen. Bei geringeren Förderraten, wie sie in AP 4 geplant sind (2 g/min) kann der Trägergasstrom auf bis zu 3 slm reduziert werden. Zwar wird dabei die Nut nicht gänzlich geleert, jedoch werden ausreichend Siliziumpartikel durch das Argon mitgerissen, so dass eine konstante Regelung möglich ist. Generell ist also festzuhalten, dass größere Förderraten auch höhere Trägergasströme benötigen. Die Trägergasströmung könnte noch weiter – auf bis zu 20 slm – erhöht werden, allerdings beeinflusst die Gasströmung die Verweilzeit massiv. Daher ist es ratsam, das Trägergas so minimal wie möglich zu wählen.

Für eine konstante Förderung der Siliziumpartikel ist aber ebenso eine kontinuierliche Befüllung der Nut in der Förderscheibe entscheidend, wofür wiederum ein konstantes Nachfließen der Partikel innerhalb des Vorratsbehälters erforderlich ist. Im Laufe des Projekts traten anfangs immer wieder Probleme mit der kontinuierlichen Förderung auf. Als Ursachen für diese Symptomatik wurden ein zu flacher Einlaufwinkel des Vorratsbehälters (vgl. Abbildung 14) und die kantige Struktur der Siliziumpartikel (vgl. Abbildung 17) identifiziert. Zusätzlich waren die beiden Spülleitungen ursprünglich ziemlich zentral im flachen Einlauftrichter positioniert, wodurch die Rührereinheit (Abbildung 20, Mitte) an diesen Stellen abgelenkt wurde und sich stabile „Partikelbrücken“ ausbilden konnten.

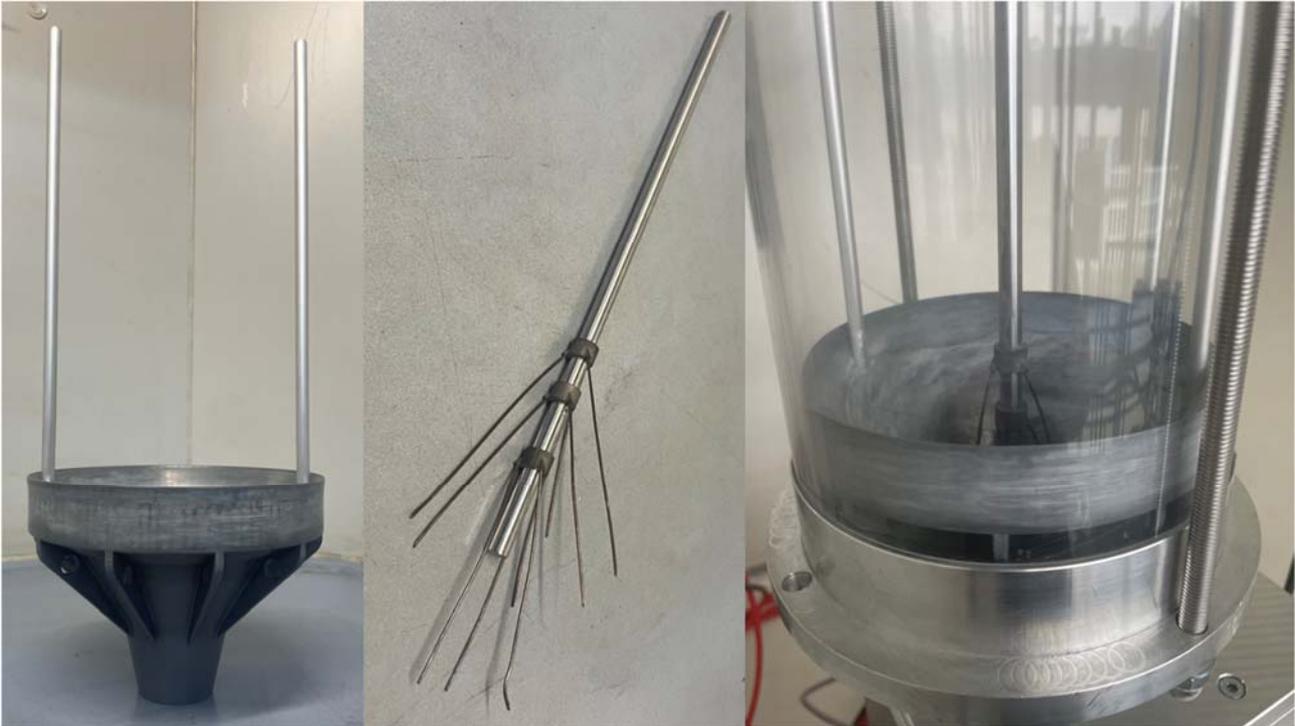


Abbildung 20: Trichtereinsatz für Pulverförderer (links), Rührereinheit (Mitte) und zusammengesetzter Aufbau (rechts).

Die mit dem Hersteller entwickelte Lösung ist in Abbildung 20 gezeigt. Durch einen passgenauen Trichtereinsatz (links) und die Neupositionierung der Spülleitungen in den Trichterrand wurde der Einlaufwinkel vergrößert und es der Rührereinheit ermöglicht, frei zu rotieren (siehe Abbildung 20, rechts). Diese beiden Maßnahmen haben das Nachfließen der Siliziumpartikel effektiv verbessert und dadurch eine kontinuierliche Förderung auch bei längeren Versuchsdauern ermöglicht.

Optimierung der Partikelabscheidung

Der in diesem Vorhaben verwendete Heißwandreaktor wurde für die Gasphasensynthese von Nanopartikeln konzipiert. Nanopartikel werden durch das Einleiten von Quenchgas – einer starken Inertgasströmung – abgekühlt und folgen der Strömung in Richtung Abscheider (siehe Abbildung 21, links). Demgegenüber ist die Trägheit der Silizium-Mikropartikel wesentlich größer, um demselben Weg durch die 100°-Abzweigung zu folgen. Daher schieden sich anfangs die in den Reaktor geförderten Silizium-Mikropartikel nicht stromabwärts im Partikelabscheider (Filter) ab, sondern sammelten sich größtenteils im sogenannten „Sackloch“ unterhalb der heißen Reaktionszone (siehe Abbildung 22 c)) und im vorderen Bereich der abzweigenden Leitung (siehe Abbildung 22 b)). Ein gezieltes Auffangen der behandelten Partikel war also nicht gegeben.

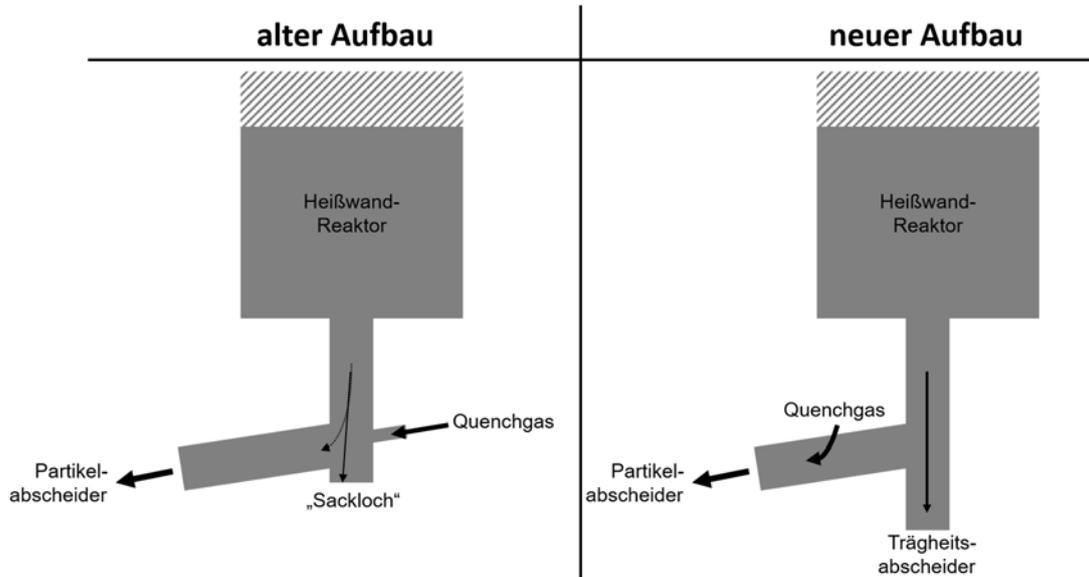


Abbildung 21: Umbau des Heißwandreaktors zur Verbesserung der gezielten Mikropartikelabscheidung aus der Gasströmung

Zwei Maßnahmen haben bei diesem Problem Abhilfe geschaffen. Mit dem Ziel, die Partikel im „Sackloch“ statt im Filter abzuscheiden, wurde der Aufbau entsprechend Abbildung 21 (rechts) bzw. Abbildung 22 a) modifiziert. Dazu wurde zunächst das „Sackloch“ verlängert, so dass dieses nun als Trägheitsabscheider für die prozessierten Partikel fungiert. Ein zwischengeschaltetes Schmetterlingsventil erlaubt zusätzlich die Entnahme der abgeschiedenen Partikel bereits im laufenden Reaktorbetrieb. Die zweite Maßnahme war die Verlegung der Eindüsung des Quenchgases hinter die Abzweigung, dadurch wurde das Trägergas vor dem Filter abgekühlt ohne dabei jedoch Partikel in Richtung Filter abzulenken und so die Effizienz des Trägheitsabscheiders deutlich verbessert.

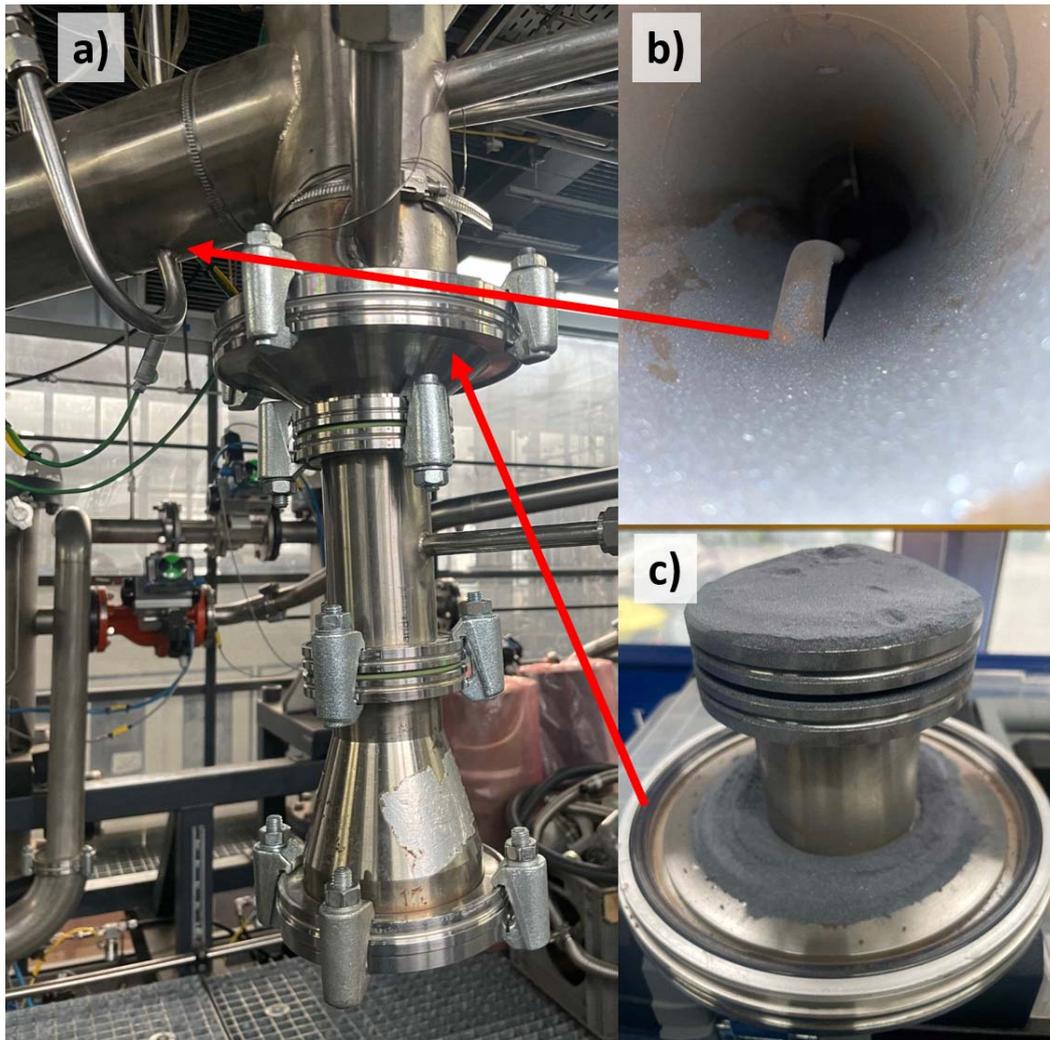


Abbildung 22: Kritische Abzweigung nach der heißen Reaktionszone des Heißwandreaktor:
a) Umbau zu Trägheitsabscheider für Mikropartikel; b) Partikelablagerungen vor Umbaumaßnahme;
c) ungewollte Partikelabscheidungen in „Sackloch“ vor Umbau (mit Einsatz zur Totraumreduktion).

Durch die erfolgreiche Präparation des Ausgangsmaterials zu einem förderfähigen Pulver und dem realisierten Transport in den Gasphasenprozess sowie die anschließende optimierte Abscheidung der Partikel konnte das Arbeitspaket erfolgreich abgeschlossen werden und bildete damit die Grundlage für das folgende Arbeitspaket 4.

1.4 Arbeitspaket 4: Aufreinigung und Modulationsdotierung

Ziel von Arbeitspaket 4 war es, die im vorherigen Arbeitspaket prozessierten PV-Siliziumpartikel durch die heiße Reaktionszone eines Heißwandreaktors zu leiten und dadurch für den additiven Fertigungsprozess in AP 7 zu modifizieren, für den die Partikel idealerweise möglichst kugelförmig vorliegen sollten. Weiterhin sollte untersucht werden, inwieweit eine Aufreinigung der Oberfläche der Siliziumpartikel über die Gasphase erzielt werden kann. Ein weiteres Ziel war eine Dotierung/Legierung der PV-Siliziumpartikel mit Silizium über Silan (SiH_4) oder mit Bor mittels Diboran (B_2H_6).

Aufreinigung und Anpassung der Partikelmorphologie im Heißwandreaktor

Alle Versuche in diesem Abschnitt wurden bei der maximal einstellbaren Reaktortemperatur von 1100 °C – und damit deutlich unter der Silizium-Schmelztemperatur von 1414 °C – durchgeführt. Hierbei lag der Gedanke zugrunde, dass die geringe Strukturgröße bereits zu einer Absenkung des Schmelzpunktes und damit zu einer oberflächlichen Erweichung der Partikel führen könnte. Die wesentlichen Parameter der durchgeführten Versuche sind in Tabelle 5 dargestellt und lassen sich grundsätzlich in zwei Kategorien einordnen. Die erste Versuchskategorie fokussiert die Variation der Verweilzeit (VW) der Siliziumpartikel in der heißen Reaktionszone des Heißwandreaktors. Die zweite Kategorie befasst sich mit der Zugabe von gasförmigem Silizium in Form von Monosilan (SiH_4) – Silanzugabe (SZ).

Tabelle 5: Versuchsparameter der Heißwandreaktor-Versuche.

| | | VW1 | VW2 | SZ1 |
|------------------------------|---------|------|-----|-----|
| Verweilzeit | [s] | 4 | 20 | 6,5 |
| Trägergas (Ar) | [slm] | 10 | 3 | 3 |
| Hüllgas (H_2) | | 40 | 8 | 29 |
| Ringspalt (Ar) | | 5 | - | - |
| Si-Zugabe (SiH_4) | | - | - | 1,6 |
| Temperatur | [°C] | 1100 | | |
| PV-Siliziumförderrate | [g/min] | 2 | | |

Bei der Berechnung der Verweilzeit wird eine Pfropfenströmung bestehend aus der Summe aller Einzelströmungen angenommen (temperatur- und druckkorrigiert). Die Verweilzeit kann über den Reaktordruck oder die Volumenflüsse beeinflusst werden. Gestartet wurde mit einer Verweilzeit von 4 s (VW1), die im Vergleich zu Verweilzeiten bei der Nanopartikelsynthese sehr lang ist. Die linke REM-Aufnahme in Abbildung 23 zeigt die Partikel von VW1 nach dem Versuch. Der Vergleich mit den Ausgangspartikeln (vgl. Abbildung 17) legt nahe, dass keine morphologische Veränderung der Partikeloberfläche stattgefunden hat, die Größe und die scharfkantige Struktur sind nach wie vor erhalten. Daher wurde durch die Reduktion der Prozessgase die Verweilzeit auf das Fünffache (20 s, VW2) erhöht, indem die Volumenströme weitestgehend auf ein Minimum reduziert wurden. Die Verweilzeit von 20 s ist daher auch die maximale Aufenthaltsdauer, die sich bei der vorhandenen Partikelgröße und den gegebenen Reaktorbedingungen realisieren lässt und entspricht in etwa dem freien Fall der Partikel ohne Gasströmung. Die aus VW2 resultierenden Partikel sind in der rechten REM-Aufnahme in Abbildung 23 dargestellt. Jedoch lässt auch die deutliche Vergrößerung der Verweilzeit keinen Effekt auf die Partikelmorphologie erkennen. Eine weitere Reduktion der Gasströme wäre zwar noch geringfügig möglich, würde die Verweilzeit aber nicht mehr nennenswert vergrößern und die Prozesssicherheit gefährden. Daher muss festgestellt werden, dass eine

reine Temperaturbehandlung im vorhandenen Heißwandreaktor nicht zur Modifikation von Siliziumpartikeln geeignet ist.

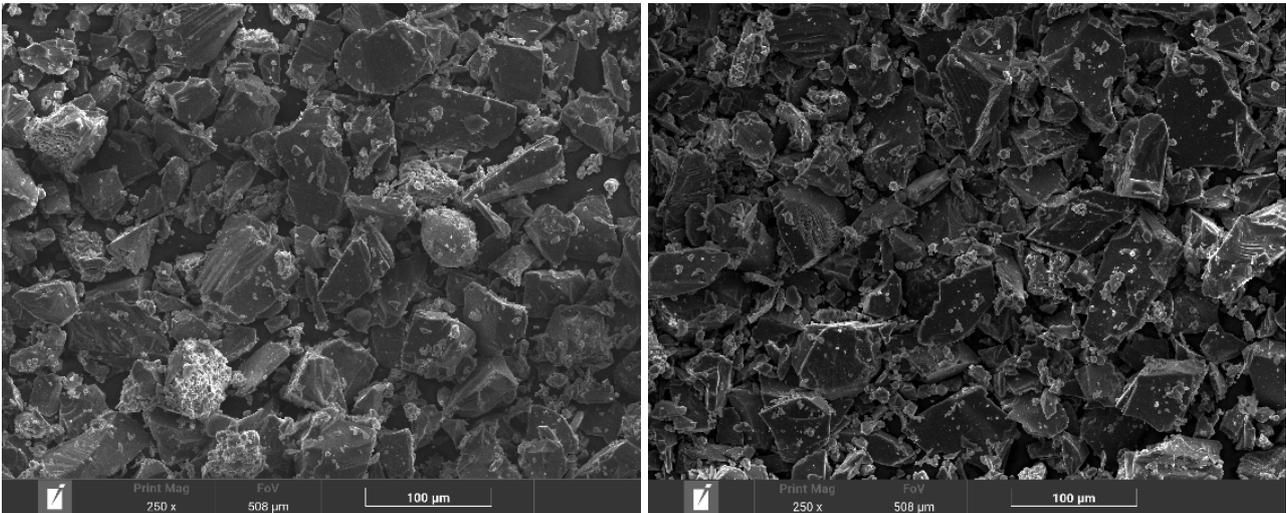


Abbildung 23: REM-Aufnahmen der Si-Partikel nach dem Gasphasenprozess (1100 °C) mit unterschiedlichen Verweilzeiten: links: 4 s (VW1), rechts: 20 s (VW2).

Siliziumabscheidung zur Verrundung

In einem neuen Versuchsansatz wurde deshalb erprobt, eine Verrundung durch Auffüllen mit „neuem“ Material zu erzielen. Ausgangsstoff für dieses homoepitaktische Wachstum war Silan (SiH_4), das während der Eindüsung in den Heißwandreaktor im Verhältnis 1:1 (bezogen auf den Siliziumgehalt) mit den Mikropartikeln gemischt wurde. Initiiert durch die thermische Zersetzung des SiH_4 , sollten sich die Siliziumatome auf den bestehenden Mikropartikeln anlagern und durch eine Verrundung der Kanten eine gleichmäßigere Oberflächenmorphologie schaffen. Alle weiteren Prozessparameter sind Tabelle 5 zu entnehmen.

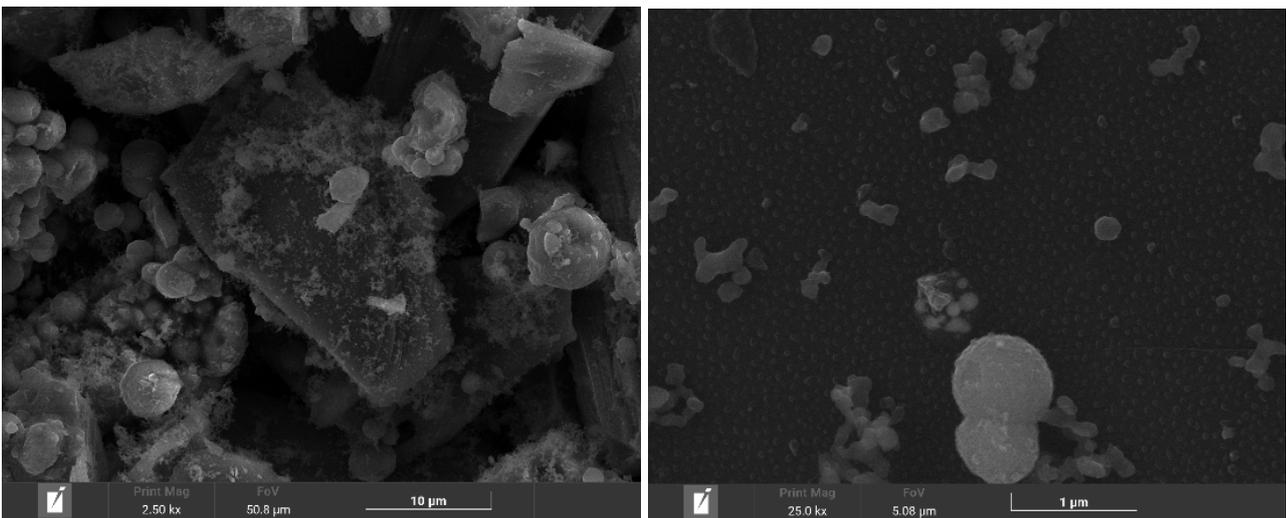


Abbildung 24: REM-Aufnahmen nach Gasphasenprozess mit SiH_4 -Zugabe (SZ1) bei unterschiedlichen Vergrößerungen: links: 2500-fach, rechts: 25000-fach.

Durch die Silanzugabe konnten verschiedene Auswirkungen auf die Siliziumpartikel beobachtet werden. Zum einen nukleierte das gasförmige Silizium auf der Oberfläche der Mikropartikel, was zu einem Schichtwachstum führt. Auf dieser Schicht sind in unregelmäßigen Abständen regelmäßig wiederkehrende Inseln angeordnet, wie in Abbildung 24 (rechts) zu erkennen ist. Die linke REM-Aufnahme offenbart aber

zugleich, dass es dabei nicht zu einer signifikanten bevorzugten Anlagerung an den Kanten gekommen ist. Viel mehr bildeten sich durch die hohe Übersättigung in der Gasphase und die damit einhergehende homogene Nukleation Silizium-Nanopartikel, die weiter anwachsen und sich teilweise auf der Oberfläche der Mikropartikel abscheiden. Diese Nanopartikel sind in beiden REM-Aufnahmen erkennbar. Zudem wird ein weiterer, größerer Teil dieser neu gebildeten Nanopartikel separat von den Mikropartikeln im Partikelabscheider – stromabwärts des Trägheitsabscheiders (vgl. Abbildung 21, rechts) – abgeschieden. Somit führen diese Ergebnisse ebenfalls zu der Erkenntnis, dass der vorhandene Heißwandreaktor nicht dazu qualifiziert ist, die Morphologie von Silizium-Mikropartikeln zu modifizieren und diese damit für die additive Fertigung zugänglich zu machen.

Modulationsdotierung

Aufgrund der vorhergegangenen, negativen Ergebnisse bei der Morphologieanpassung bzw. der Siliziumabscheidung wurden keine Versuche zur Modulationsdotierung von Partikeloberflächen durchgeführt. Alternativ wurde – wie im folgenden Abschnitt beschrieben – eine weitere Reaktortechnik für Vorversuche herangezogen.

Erprobung eines Reaktorwechsels zur Aufreinigung und Anpassung der Partikelmorphologie

Da FE1 noch über weitere Gasphasenreaktoren verfügt, wurde das Pulverförderungssystem zum Ende des Berichtszeitraums provisorisch an den in Abbildung 25 gezeigten Mikrowellen-Plasmareaktor angeschlossen, um die Eignung des Prozesses für die Aufbereitung der PV-Siliziumpartikel zu untersuchen. Das Mikrowellenplasma bietet die Möglichkeit, den Energieeintrag auf die Partikel deutlich zu erhöhen. Die gasgetragenen Siliziumpartikel wurden dabei gemeinsam mit den Plasmagasen Argon und Wasserstoff durch eine zentrale Düse in die heiße Plasmazone geleitet.

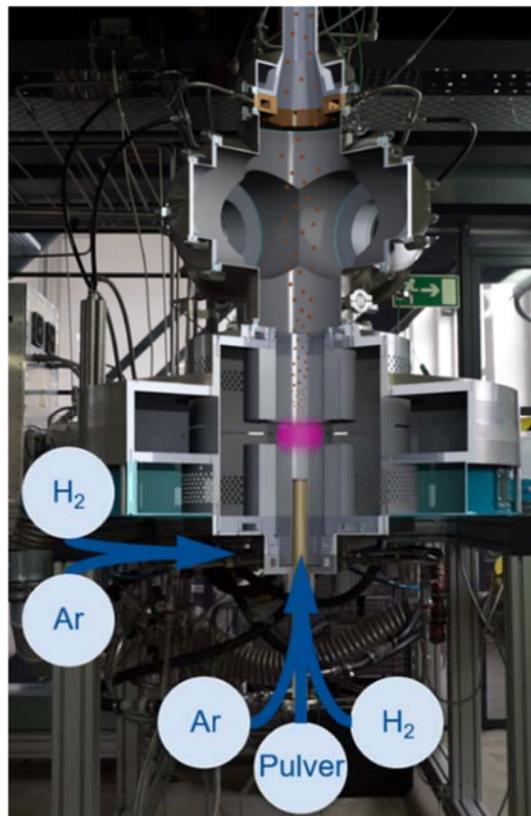


Abbildung 25: Einblick in den Aufbau und die Funktion des Mikrowellen-Plasmareaktors an FE1.

Es wurden zwei Versuche durchgeführt, bei denen die Verweilzeit im Plasma durch unterschiedliche Gasströmungen variiert wurde – PLR1 und PLR2. Die größere Verweilzeit (PLR1) führt zu einer vollständigen Zersetzung der Ausgangspartikel und durch anschließende homogene Nukleation zur Bildung „neuer“ Silizium-Nanopartikel aus der übersättigten Gasphase. Die Größe der erzeugten Partikel, die auf dem Partikelabscheider abgeschieden wurden, lag im 100 nm-Bereich (siehe Abbildung 26, links).

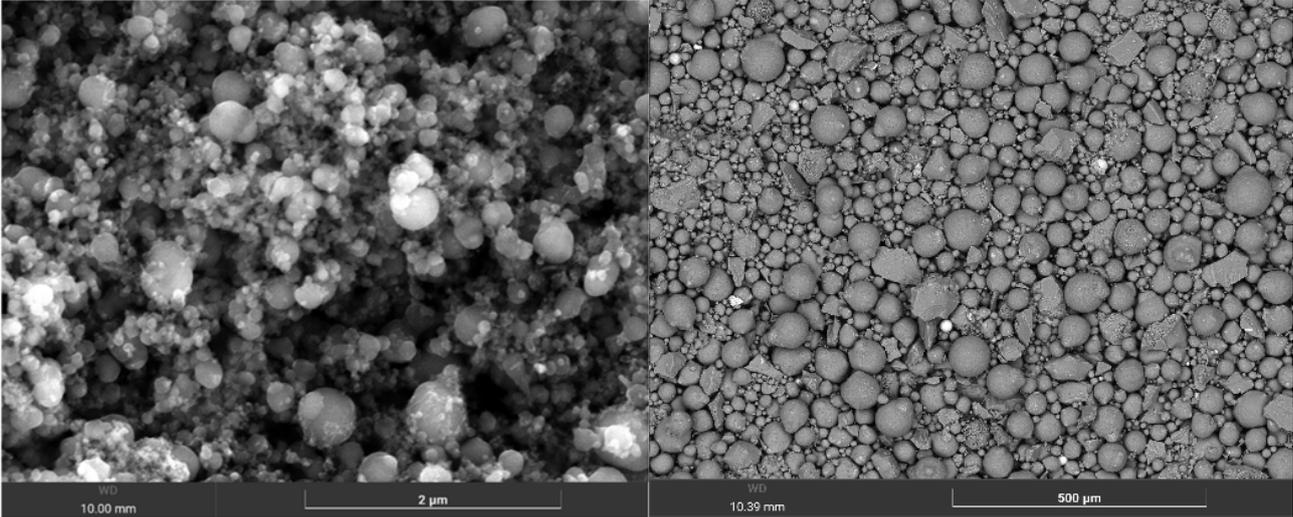


Abbildung 26: REM-Aufnahme der im Mikrowellenplasma prozessierten Siliziumpartikel. Links: Silizium-Nanopartikel (PLR1: größere Verweilzeit); Rechts: Verrundete Silizium-Mikropartikel (PLR2: kürzere Verweilzeit).

Im Gegensatz dazu reduzierte die Verkürzung der Verweilzeit (PLR2) den Energieeintrag soweit, dass dieser nicht mehr zur vollständigen Verdampfung der PV-Siliziumpartikel genügte. Wie Abbildung 26 (rechts) zeigt, induziert die kürzere Verweilzeit daher nur eine Veränderung der Partikelmorphologie. Die scharfen Kanten und die unregelmäßigen Strukturen des Ausgangsmaterials sind nahezu vollständig verschwunden, wodurch sich eine deutliche Verrundung der Partikel eingestellt hat. Das händische Vermessen der Partikel mit Hilfe der REM-Aufnahmen lieferte eine mittlere Partikelgröße von 22 µm. Damit entsprechen die Partikel in Größe und Form nahezu den Kriterien des PBF-LB/M-Prozesses in AP 7.

Bedingt durch die aktuelle Konstruktionsweise des Mikrowellen-Plasmareaktors war es nicht möglich größere Mengen der verrundeten Silizium-Mikropartikel herzustellen. um diese in den folgenden Arbeitspaketen für den PBF-LB/M-Prozess zu ertüchtigen. Die Strömungsrichtung bzw. die Düsenausrichtung (von unten nach oben) in Kombination mit der großen Trägheit der Silizium-Mikropartikel führten dazu, dass sich die Partikel nach dem Verlassen der reaktiven Plasmazone von der Gasströmung abkoppeln und radial nach außen austreten. Dieses Verhalten ist vergleichbar mit dem parabolischen Ausbreiten von Wasser an der Austrittsstelle eines Springbrunnens und hat als Konsequenz, dass der Partikelfilter nicht erreicht wird. Entsprechende verfahrenstechnische Anpassungen (Strömungsrichtung oder alternative Abscheidemethode) überstiegen die verbliebenen Projektressourcen zeitlich wie auch finanziell.

Zusammenfassend konnte das Arbeitspaket 4 nicht wie ursprünglich geplant abgeschlossen werden, da die Behandlung der PV-Siliziumpartikel mittels Heißwandreaktor nicht den erforderlichen Energieeintrag lieferte. Das hatte zur Folge, dass die Dotierungsversuche verworfen werden mussten. Der Wechsel des Gasphasenreaktorsystems auf die Mikrowellenplasmasynthese lieferte allerdings vielversprechende Ergebnisse, die zur positiven Begutachtung eines Anschlussvorhabens (MAMBA) führten und somit dennoch einen optimistischen Blick in die Zukunft erlauben.

1.5 Arbeitspaket 5: Morphologische und strukturelle Pulvercharakterisierung (Referenz- und aufbereitetes Silizium-Pulver)

In AP5 werden die ausgewählten Materialien aus den vorhergehenden Arbeitspaketen grundlegend hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung, Partikelgrößenverteilung und Morphologie analysiert und ihre Eignung für die spätere Prozessierbarkeit im PBF-LB/M-Prozess validiert.

Charakterisierung des Referenzmaterials Si-Pulver

Die Morphologie des Silizium-Referenzmaterials wurde mithilfe rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen untersucht. In Abbildung 27 a) ist deutlich zu erkennen, dass das Si-Pulver eine gute Sphärizität aufweist, die Pulverkugeln überwiegend einzeln vorliegen und keine Satellitenbildung (feste Anhaftung kleinerer Partikel an größeren) zu beobachten ist. Ebenfalls sind keine Hohlkugeln oder sonstige Defekte visuell erkennbar.

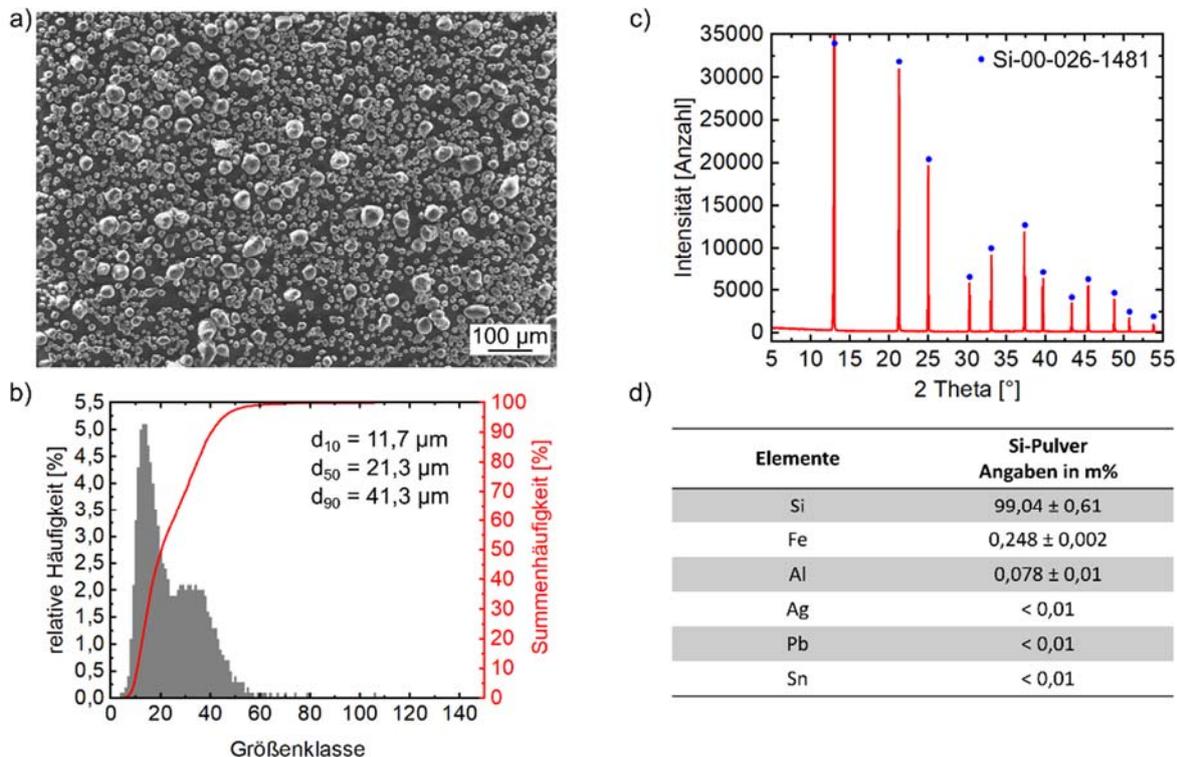


Abbildung 27: Durchgeführte Analysen am Si-Referenzpulver: a) Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen, b) Bestimmung der Partikelgrößenverteilung, c) Röntgenografische Charakterisierung und d) nasschemische Analyse der metallischen Komponenten.

Des Weiteren zeigt die rasterelektronenmikroskopische Aufnahme des Pulvers, dass mehr kleine als große Partikel vorliegen. Dies wurde auch durch die Partikelgrößenanalyse mittels dynamischer Bildanalyse bestätigt (Abbildung 27 b)). Dabei zeigt sich, dass das Si-Pulver einen erhöhten Feinanteil aufweist: Nach 50 % des durchlaufenden Pulvers beträgt der d_{50} -Wert bereits 21,3 µm. Auch anhand der relativen Häufigkeiten ist erkennbar, dass sich die Hauptfraktion des Pulvers im Bereich von etwa 10 µm befindet.

In der röntgendiffraktometrischen Analyse (Abbildung 27 c)) zeigt sich, dass ausschließlich die Hauptphase Silizium vorliegt. Alle gemessenen Signale sind dem kubischen Silizium mit der Raumgruppe $Fd\bar{3}m$ zuzuordnen. Die Si-Pulver-Probe besteht, wie in Abbildung 27 d) gezeigt, hauptsächlich aus rund 99 %

Silizium sowie geringen Anteilen von etwa 0,25 % Eisen und 0,08 % Aluminium. Die Herkunft dieser Verunreinigungen ist derzeit noch unklar. Ob sie bereits vom Hersteller stammen oder auf eine andere Quelle zurückzuführen sind, ist Gegenstand weiterer Untersuchungen.

Die Ergebnisse, insbesondere hinsichtlich der Form und Verteilung des Pulvers, deuten auf eine prinzipielle Eignung für die Verarbeitung im PBF-LB/M-Prozess hin.

Charakterisierung des aufbereiteten Si-PV-Pulvers (Mat_3):

Wie in AP 3 beschrieben, wurde das Mat_3 von einer externen Firma mikronisiert, und zwar in eine Zielfraktion von 25–80 µm, und anschließend von FE1 an FE2 weitergeleitet. Bei FE2 wurde das Material (im Folgenden Si-PV-Pulver) für eine mögliche Verarbeitung an den PBF-LB/M-Anlagen unter Argon mithilfe eines 75 µm-Siebs aufbereitet.

Anschließend wurde das zerkleinerte Pulver mit den gleichen Charakterisierungsmethoden wie das Referenzmaterial (Si-Pulver) untersucht. Die Ergebnisse sind in Abbildung 28 dargestellt. Die Pulvermorphologie weist dabei deutlich schärfere Konturen auf. Es existieren nur wenige runde Partikel; stattdessen überwiegen sehr unförmige und scharfkantige Bruchstücke (Abbildung 28 a)). Ähnliche Beobachtungen wurden bereits von FE1 in AP 3 beschrieben.

Die Analyse der Partikelgrößenverteilung (Abbildung 28 b)) zeigt, dass das Material eine sehr breite Verteilung mit einem d_{50} -Wert von 33,3 µm aufweist. Dass trotz einer Siebung mit einem 75 µm-Sieb größere Partikel in der Pulverfraktion enthalten sind, könnte auf die geringe Sphärizität zurückzuführen sein.

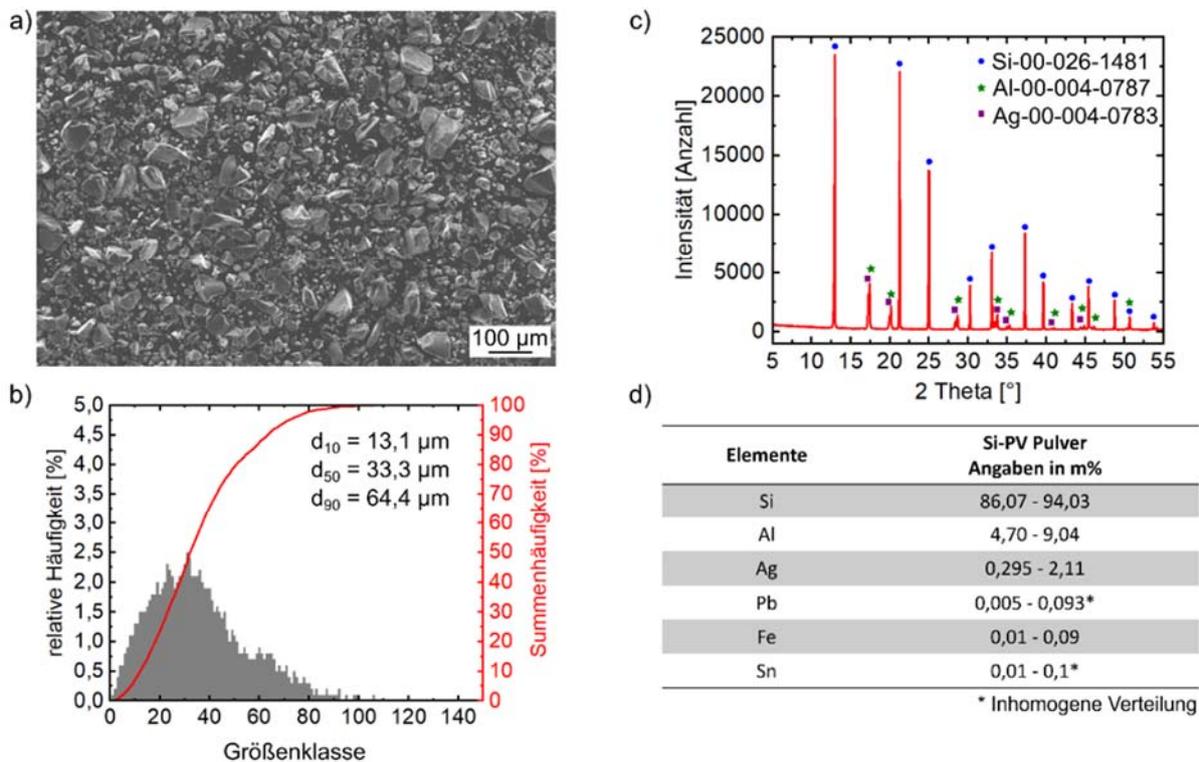


Abbildung 28: Durchgeführte Analysen am aufbereiteten Si-PV-Pulver: a) Rasterelektronenmikroskopische Analyse, b) Bestimmung der Partikelgrößenverteilung, c) röntgendiffraktometrische Untersuchung und d) nasschemische Analyse der metallischen Bestandteile.

Die röntgendiffraktometrischen und nasschemischen Untersuchungen (Abbildung 28 c, d)) zeigen, dass neben Silizium (86 – 94 %) auch Aluminium (4 – 9 %) und Silber (0,3 - 2,1 %) als Hauptelemente enthalten sind. Darüber hinaus wurden verschiedene Spurenelemente sowie inhomogene Verteilungen von Blei, Zinn, Kupfer, Eisen, Zirkon und weiteren Elementen detektiert. Dies ist auf die fehlende chemische Aufbereitung zurückzuführen, da das Material bisher ausschließlich in Pulverform gebracht wurde.

Eine chemische Aufbereitung ist im Rahmen dieses Projekts nicht mehr umsetzbar und soll in einem Folgeprojekt untersucht werden. Auch die beobachteten Schwankungen in der chemischen Zusammensetzung bzw. die Variabilität der Elementkonzentrationen könnten auf die fehlende chemische Aufbereitung zurückzuführen sein. Eine Stichprobe des zerkleinerten Materials zeigt dabei deutliche Unterschiede in der Zusammensetzung.

Die Verarbeitung solcher Pulvermaterialien im PBF-LB/M-Prozess kann sich als äußerst herausfordernd erweisen. Die geringe Sphärizität erschwert das Aufziehen eines homogenen Pulverbetts. In AP7 wird dennoch versucht, mit diesem Material additiv zu fertigen.

Charakterisierung der in AP 4 erzeugten Si-Partikel

Im vorhergehenden Arbeitspaket wurde die Morphologie der erzeugten Partikel bereits hinreichend durch REM-Analysen (Abbildung 23 und Abbildung 24) analysiert und es wurde festgestellt, dass sich durch die Heißwandreaktorversuche keine merklichen Veränderungen der Partikelmorphologie erreichen lassen. Es kann daher davon ausgegangen werden, dass sich die Partikelgröße ebenfalls nicht verändert hat und einen nahezu identischen Wert wie das aufbereitete Mat_3 im vorherigen Abschnitt aufweist.

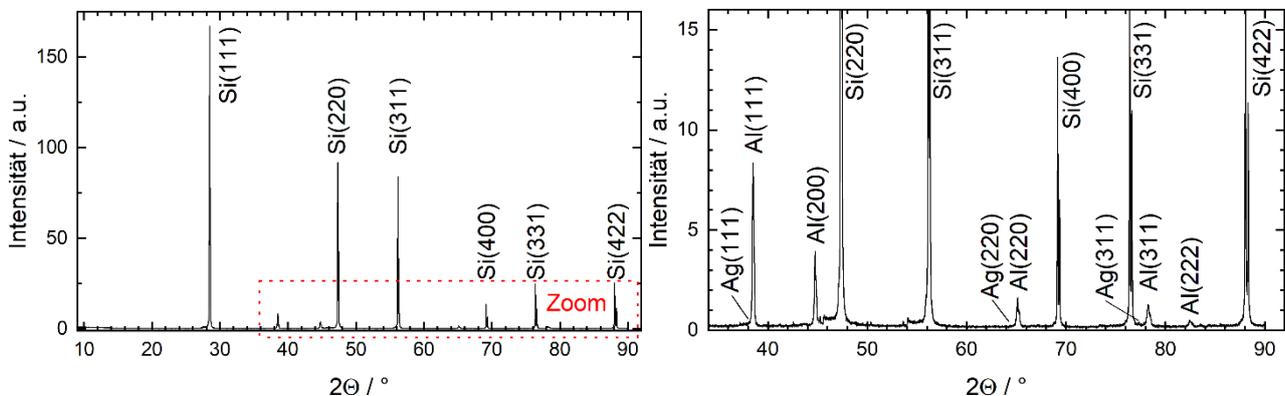


Abbildung 29: XRD-Analyse der Siliziumpartikel SZ1 – SiH₄-Zugabe im Heißwandreaktor.

Ganz anders sieht es auf chemischer Ebene aus. Trotz des aus morphologischer Sicht erfolgreichen Heißwandprozesses, wäre eine Aufreinigung durch die Entfernung von Verunreinigungen möglich. Die prozessierten Siliziumpartikel wurden daher erneut mittels XRD und ICP-OES untersucht. Die XRD-Analyse wurde allerdings nur für SZ1 durchgeführt, da es sich hierbei um den Versuch mit der höchsten H₂-Konzentration in der Reaktoratmosphäre handelte und damit ein Aufreinigungseffekt am wahrscheinlichsten gewesen ist. Das Ergebnis dieser XRD-Analyse ist in Abbildung 29 (links) dargestellt. Der Vergleich mit dem unprozessierten Mat_3 (vgl. Abbildung 18) lässt zunächst keine Veränderungen vermuten. Neben den dominierenden Siliziumpeaks gibt es wieder eine Vielzahl kleinerer Peaks, die sich bei vergrößerter Ansicht (siehe Abbildung 29, rechts) Aluminium und Silber zuordnen lassen. Eine vollständige Entfernung der Verunreinigungen konnte daher im Heißwandreaktor nicht erzielt werden. Inwieweit sich die Quantität der Fremdstoffe verändert hat, wird im Folgenden mittels ICP-OES analysiert.

Bei den Mikropartikeln (PLR2), die das Mikrowellenplasma durchlaufen haben, wurden ebenfalls mittels XRD analysiert, ob sich neben der erfolgreichen morphologischen Anpassung auch ein Fremdstoffreduktion ergeben hat. Diese XRD-Analyse ist in Abbildung 30 dargestellt. Der linke Teil der Abbildung zeigt das volle Spektrum, das nahezu identisch wie bei SZ1 aussieht. Hingegen lässt die Vergrößerung des Bereichs mit den Verunreinigungen (siehe Abbildung 30, rechts) eine leichte quantitative Abnahme von Aluminium und Silber erahnten.

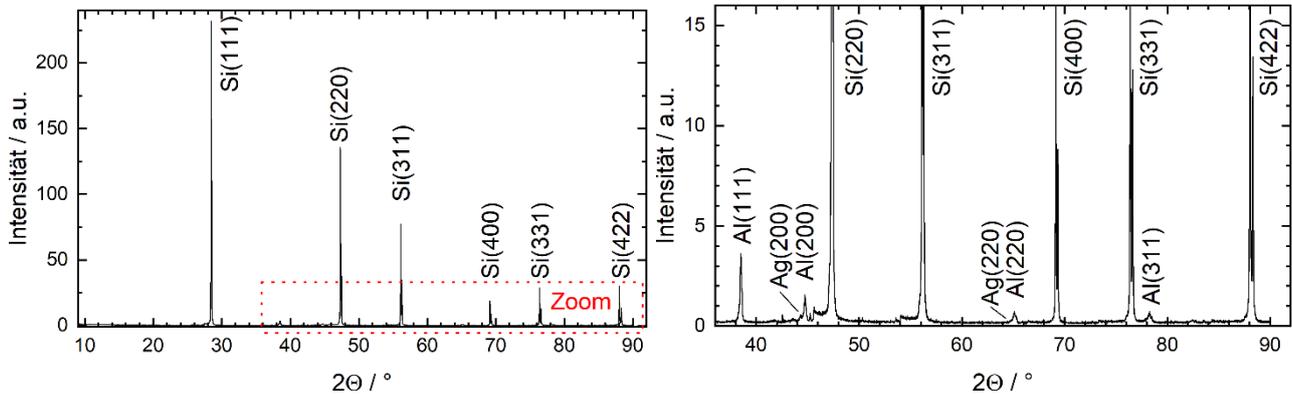


Abbildung 30: XRD-Analyse der Siliziumpartikel PLR2 aus dem Mikrowellen-Plasmareaktor (PLR2).

Ob und wenn in welchem Ausmaß es zu einer Reduktion der Fremdstoffe gekommen ist, wurde für zwei Heißwand-Versuche (VW2 und SZ1) sowie für PLR2 (Mikrowellenplasma) mit ICP-OES untersucht. Die Ergebnisse dieser chemischen Analyse sind in Abbildung 31 zusammengefasst, die linke Grafik führt die Hauptverunreinigungen Silber und Aluminium und die rechte Grafik die Nebenverunreinigungen durch den Mahlprozess auf. Zum Vergleich sind bei beiden Grafiken auch die Ausgangskonzentrationen von Mat_3 eingezeichnet (blaue Balken). Bei den Hauptfremdstoffen Aluminium und Silber fällt direkt eine Veränderung durch die Prozessierung auf. Im Falle von Silber kommt es zu einer deutlichen Zunahme der Konzentration, die anfänglich noch bei ungefähr 1 mg/g lag. Am größten ist der Anstieg bei SZ1, hier wurde durch die Analyse die zehnfache Silberkonzentration nachgewiesen. Im Gegensatz dazu ist die Aluminiumkonzentration bei allen prozessierten Proben gesunken. Betrug sie bei Mat_3 noch 10 mg/g enthalten alle weiteren Proben nur noch weniger als 5 mg/g. Das selbe Verhalten wird bei den Nebenverunreinigungen beobachtet. Bei allen Stoffen führte die Prozessierung zu einer Verringerung der ursprünglichen Konzentration und damit zu einer Aufreinigung.

Die Ursache für dieses inverse Verhalten bezüglich der Fremdstoffkonzentrationen konnte jedoch innerhalb der Projektlaufzeit nicht abschließend geklärt werden. Denkbar ist natürlich, dass die Gasphasenprozesse einen unterschiedlichen Einfluss auf die Fremdstoffe hatten, aber auch Aspekte wie die Partikelgröße oder die Dichte der Verunreinigungen könnten sich verfahrenstechnisch auswirken, beispielsweise auf eine selektive Pulverförderung. Das Folgeprojekt „MAMBA“ widmet sich dieser Thematik intensiver und wird versuchen die Ursache für dieses Verhalten zu ergründen.

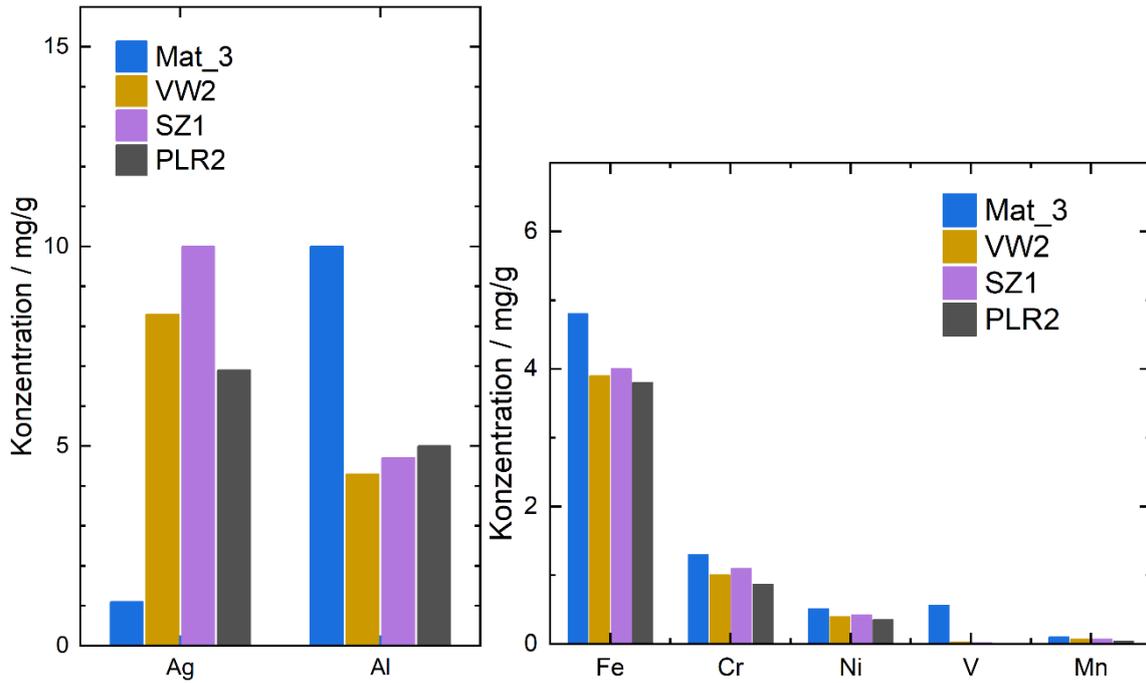


Abbildung 31: Ergebnisse der ICP-OES-Analysen der prozessierten Siliziumpartikel (VW2, SZ1 und PLR2).
Links: Hauptverunreinigungen; Rechts: weitere Verunreinigungen.

1.6 Arbeitspaket 6: Charakterisierung der elektrischen und thermischen Eigenschaften

In AP 6 wurden die verschiedenen im Konsortium vorhandenen Proben hinsichtlich ihrer elektronischen Eigenschaften vergleichend untersucht: Zum einen wurden Proben aus den Referenzmaterialien (verschiedene Provenienzen, verschiedene Malfraktionen, AP 4 und 5) mittels eines Spark Plasma Sinterverfahrens verdichtet. Andererseits wurden Proben aus dem PBF-LB/M-Verfahren charakterisiert (AP7). Es wurden jeweils der temperaturabhängige elektrische Widerstand, der Seebeck-Koeffizient und an ausgewählten Proben der Hall-Koeffizient bestimmt. Diese Daten wurden mit den Prozessparametern wie Scangeschwindigkeit und Laserenergie sowie der Dichte der erhaltenen Proben korreliert (AP 7).

In Abbildung 32 sind elektrische Leitfähigkeitswerte bei 300 K für verschiedene Proben aus dem PBF-LB/M Verfahren dargestellt. Sowohl Scangeschwindigkeit als auch Laserenergie sind als Parameter relevant – höhere Scangeschwindigkeit wie auch höhere Laserenergie führen zu besseren elektrischen Leitfähigkeiten. Es fallen darüber hinaus die generell sehr niedrigen Werte für die elektrische Leitfähigkeit auf. Hier sieht man bereits deutliche Unterschiede zu Silizium-Proben aus anderen Verfahren. Gesinterte Referenzproben zeigen elektrische Leitfähigkeiten, die mehrere Größenordnungen (10^3) höher sind.

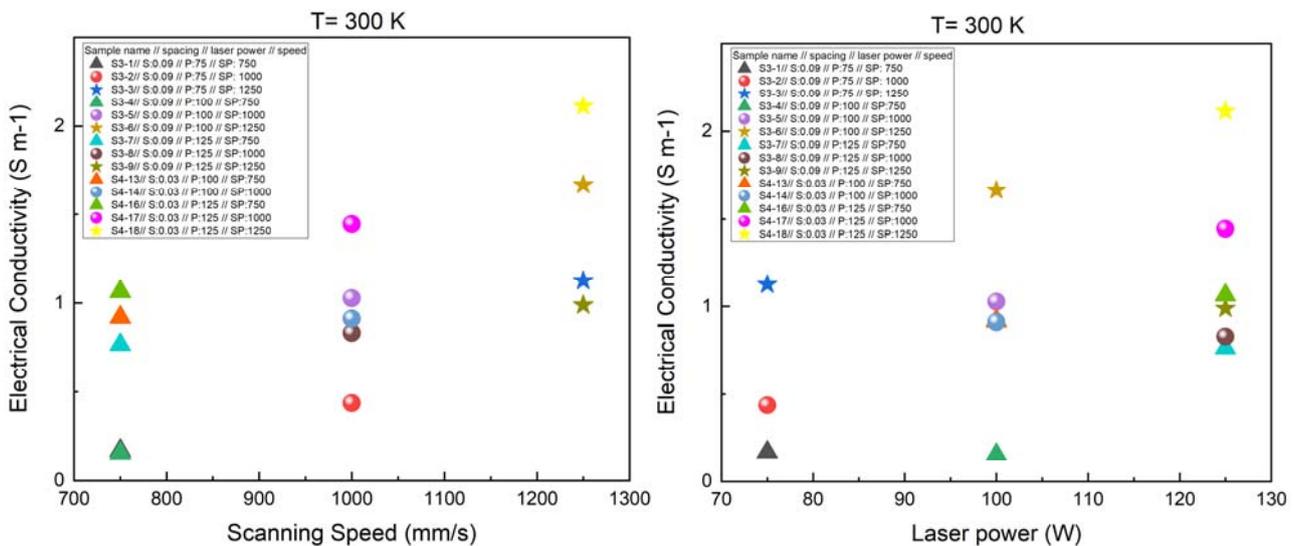


Abbildung 32: Elektrische Leitfähigkeit in Abhängigkeit von a) der Scangeschwindigkeit und b) der Laserenergie.

Weitere Analysen zu den Ursachen sind notwendig. Daher wurden an allen Proben Seebeck Koeffizienten ermittelt. Sämtliche Proben zeigten Elektronenleitung (negativer Seebeck Koeffizient). Aus den Seebeck Koeffizienten lässt sich für das Material Silizium bei bekannter Band-effektiver Masse mittels eines Boltzmann-Transport Modells (ein parabolisches Band, Energie unabhängige Streuprozesse) die Ladungsträgerdichte ermitteln.

Auch bei der Ladungsträgerkonzentration (siehe Abbildung 33) erkennt man die Abhängigkeiten von Scangeschwindigkeit und Laserenergie – höhere Werte beider führen zu erhöhten Ladungsträgerkonzentrationen, was sich wiederum in den Leitfähigkeitswerten widerspiegelt. Absolut sind Werte von etwa 10^{18} cm^{-3} für nominell nicht dotiertes, aber defektreiches Silizium durchaus realistisch. Allerdings erklären Ladungsträgerdichten dieser Größenordnung nicht die extrem niedrigen Werte der elektrischen Leitfähigkeit. Daher haben wir mittels Drude-Transportmodells aus den kombinierten Daten elektrischer Leitfähigkeit und Ladungsträgerdichte die Beweglichkeit der Elektronen berechnet.

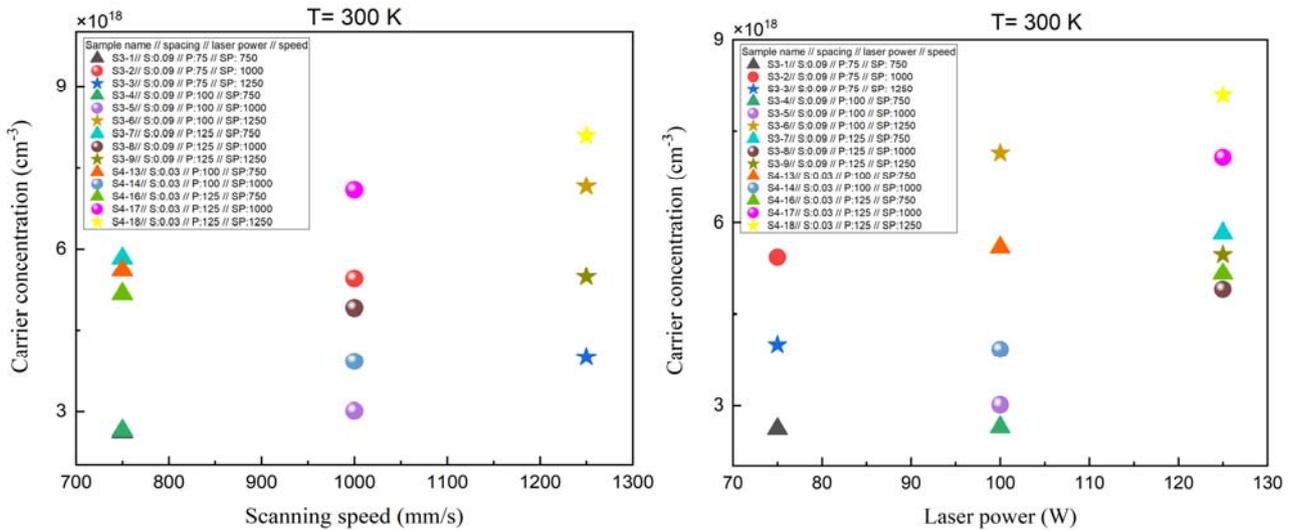


Abbildung 33: Ladungsträgerkonzentration n in Abhängigkeit von a) der Scangeschwindigkeit und b) der Laserenergie.

Abbildung 34 zeigt, dass die ermittelten Beweglichkeiten mit Werten in der Größenordnung von wenigen $10^{-2} \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ extrem niedrig sind und auch keine starke Abhängigkeit von den Prozessparametern aufweisen. Die Beweglichkeiten liegen nicht im Bereich von polykristallinem Silizium, sondern vergleichen sich eher mit dem sehr defektreichen amorphen Silizium. Unsere eigenen polykristallinen gesinterten Referenzproben zeigten beispielsweise Beweglichkeitswerte in der Größenordnung von etwa $20\text{-}30 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$, bei einkristallinem Silizium dieser Dotierung würde man noch etwa eine Größenordnung mehr erwarten.

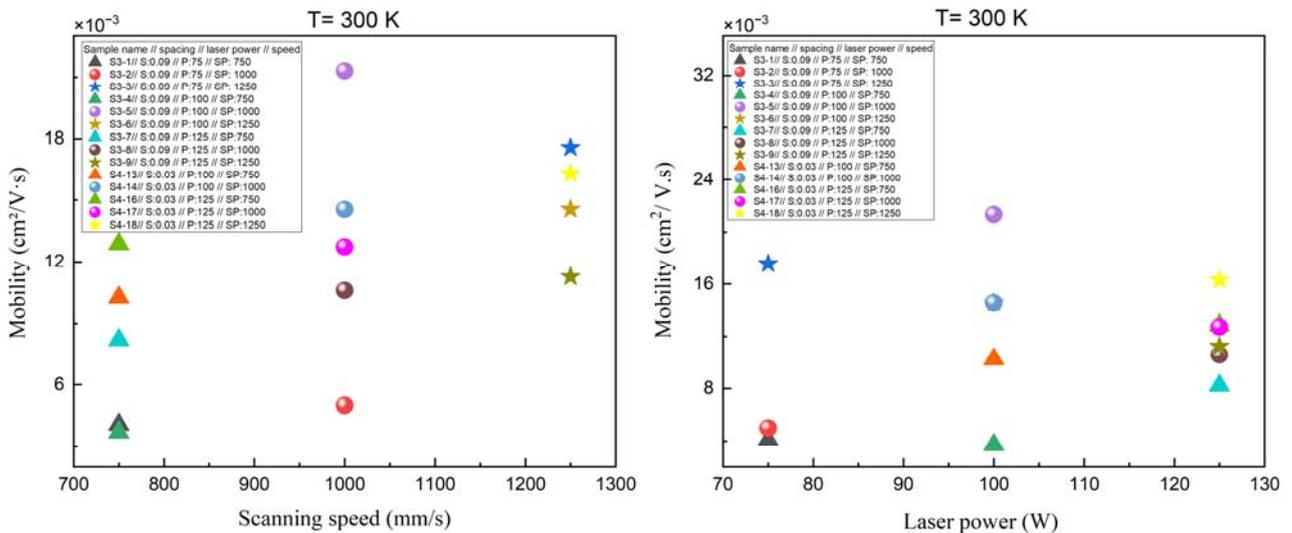


Abbildung 34: Beweglichkeit μ in Abhängigkeit von a) der Scangeschwindigkeit und b) der Laserenergie.

Es stellt sich also die Frage, warum das mittels PBF-LB/M-Prozess hergestellte Silizium diese extrem niedrigen Werte für die Beweglichkeit aufweist. Die Proben wurden aus einem speziell für PBF-LB/M-Prozess konfiguriertem Material hergestellt. Das Ausgangsmaterial kam von der Firma Nanoval. Die chemische Analytik weist für dieses Material insbesondere Eisen (Fe)-Verunreinigungen in der Größenordnung von 0,25 Gew.% auf (siehe AP 5). Dies ist erheblich. Substitutionell in das Gitter eingebautes Fe bildet in Silizium tiefe geladene Störstellen. Diese geladenen Störstellen können als Streuzentren wirken, die den Transport

der freien Ladungsträger massiv behindern. Es wird daher deutlich, dass eine systematische chemische Analytik der Proben benötigt wird, insbesondere für metallische Verunreinigungen.

Charakterisierung mittels thermischer Diffusivität

Aufgrund eines längeren Anlagenausfalls der LaserFlash Anlage wurde keine thermische Diffusivität gemessen; Stattdessen wurde als zusätzlicher Transportkoeffizient der Seebeck Koeffizient charakterisiert und quantitativ ausgewertet (siehe vorheriges Arbeitspaket).

1.7 Arbeitspaket 7: Proof-of-Concept für die additive Fertigung

1.7.1 Arbeitspaket 7(a): Prozessentwicklung Laser-Strahlschmelzen (inkl. Charakterisierung)

In diesem Arbeitspaket sollte ein Prozess entwickelt werden, um die vorgestellten Materialien additiv verarbeiten zu können. Zur additiven Fertigung wurde das PBF-LB/M-Verfahren genutzt, und als Anlage stand am IFW Dresden eine SLM 280 von Nikon SLM Solutions zur Verfügung. Als erster Ansatz wurde das konventionell hergestellte Siliziumpulver als Benchmark genutzt, die Prozessparameter ermittelt und die später gefertigten Bauteile charakterisiert. Ziel war es, möglichst rissfreie, verzugsfreie Bauteile mit hoher relativer Dichte herzustellen.

Parameterevaluierung mit dem Referenzmaterial Si-Pulver

Zur Parameterevaluierung in der additiven Fertigung gibt es eine Vielzahl möglicher einflussreicher Faktoren. Diese betreffen laser-, anlagen- und prozessspezifische sowie nutzerspezifische Bedingungen. Jeder Einflussfaktor wirkt sich in unterschiedlichem Maße auf den Prozess aus, und es sollten im Vorfeld einige Parameter festgelegt werden, die im Laufe des Projekts nicht verändert und bei jedem additiven Bauprozess möglichst konstant gehalten werden. Dies stellen die Reproduzierbarkeit und Vergleichbarkeit der Bauteile im Projekt sicher.

Folgende Prozessparameter wurden im gesamten Prozess nicht verändert: Der Bauprozess fand ohne Substratplattenheizung statt und wurde erst bei einer ausreichenden Argon-Atmosphäre (Restsauerstoffgehalt unter 0,1 %) gestartet. Des Weiteren blieb die aufgebrauchte Schichtdicke von 30 µm, die Fokusslage (Laserstrahldurchmesser ca. 100 µm), das Belichtungsmuster in Form eines Streifenrasters sowie eine Rotation des Belichtungsmusters um 67° pro neuer Schicht konstant. Die Bauteile wurden auf einer Edelstahlsubstratplatte gefertigt. Diese fixen Prozessparameter wurden nach einer Literaturrecherche festgelegt, da die emittierte Laserwellenlänge des in der Anlage verbauten Lasers bei ca. 1070 nm liegt und die Transmissivität von Silizium ab dieser Wellenlänge sehr stark zunimmt. Durch eine leichte Vergrößerung des Laserstrahldurchmessers wurde versucht, die eingebrachte Energie homogener und „feiner“ in das Material einzubringen.

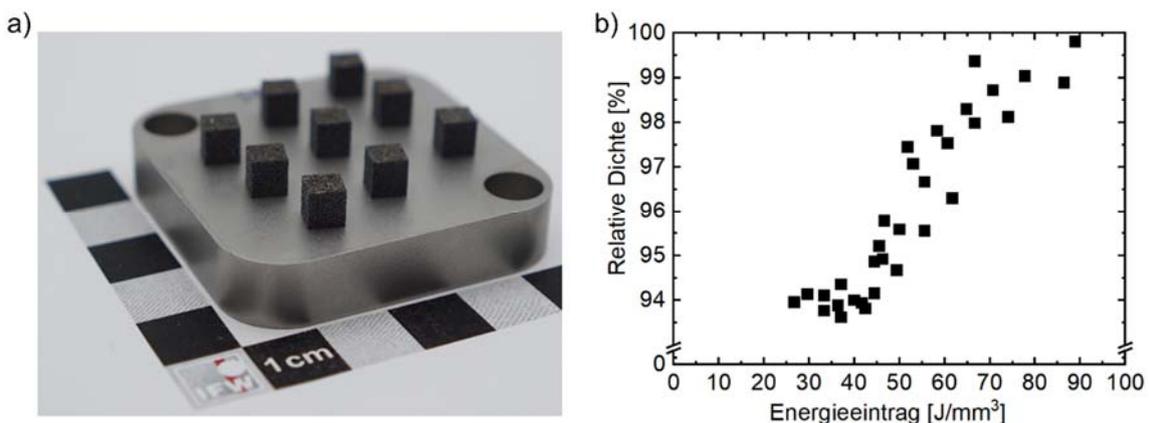


Abbildung 32: a) Exemplarische Aufnahme von im PBF-LB/M-Prozess hergestellten Bauteilen und b) ermittelte relative Dichten über die eingebrachte Energiedichte.

Zur Prozessentwicklung wurden die mittlere Laserleistung, die Scangeschwindigkeit und der Spurbstand systematisch variiert. Diese Parameter bestimmen zusammen mit der konstanten Schichtdicke die Energiedichte bzw. den Energieeintrag (Einheit: J/mm³). Dieser Wert wird in Kombination mit der ermittelten

relativen Dichte der Bauteile häufig in der additiven Prozessentwicklung als erste Bewertungsgröße genutzt. Im Rahmen dieses Projekts wurde dieser Ansatz ebenfalls verfolgt. Die relative Dichte wurde mittels Dichtewaage nach dem Archimedisches Prinzip bestimmt. Als Bezugsdichte für Silizium wurde der Literaturwert von $2,33 \text{ g/cm}^3$ verwendet.

In Abbildung 32 a) sind exemplarisch additiv gefertigte Würfel dargestellt, die zur Analyse der relativen Dichte genutzt wurden. Die relative Dichte in Abhängigkeit von der eingebrachten Energie ist in Abbildung 32 b) dargestellt.

Man kann deutlich erkennen, dass mit steigender eingebrachter Energiedichte die relative Dichte der gefertigten Bauteile zunimmt. Dabei konnten relative Dichten im Bereich von 93,0 % bis 99,8 % erfolgreich erzielt und ein Prozessfenster für die additive Fertigung ermittelt werden. Da die eingebrachte Energiedichte eine Zusammensetzung wesentlicher Prozessparameter in der additiven Fertigung darstellt, lassen sich daraus allgemein nur schwer direkte Aussagen über die Bauteilqualität (Poren, Risse etc.) ableiten. So kann beispielsweise der gleiche Wert der Energiedichte erreicht werden, während der Spurabstand so groß oder klein gewählt wird, dass im Bauteil große Poren entstehen.

Deshalb wurde im weiteren Verlauf der individuelle Einfluss einzelner Parameter untersucht, um diesen besser zu verstehen. Hierfür wurden aus den gefertigten Proben jeweils diejenigen ausgewählt, bei denen zwei Parameter konstant gehalten und ein Parameter systematisch variiert wurde. Zur Analyse wurde auf die μ -Computertomographie zurückgegriffen, und es lassen sich folgende Kernaussagen treffen:

Einfluss des Spurabstands: Wird der Spurabstand (bei konstanter Laserleistung und Scangeschwindigkeit) vergrößert, sinkt die relative Dichte. Zudem werden die Poren infolge von Lack of Fusion größer. Dies ist auf die unzureichende Verschmelzung der einzelnen Schmelzbahnen bei zu großem Spurabstand zurückzuführen.

Einfluss der Laserleistung: Wird die mittlere Laserleistung (bei konstantem Spurabstand und konstanter Scangeschwindigkeit) variiert, nimmt die relative Dichte mit steigender Leistung zu. Allerdings ist bei zu hoher Laserleistung eine zunehmende Rissanfälligkeit zu beobachten. Ursache ist die geringe Wärmeleitfähigkeit von Silizium, die zu Wärmestau und infolgedessen zu Rissen führen kann.

Einfluss der Scangeschwindigkeit: Wird die Scangeschwindigkeit (bei konstanter Laserleistung und konstantem Spurabstand) variiert, nimmt die relative Dichte mit steigender Scangeschwindigkeit ab. Dies ist auf die geringe Absorptionsfähigkeit von Silizium zurückzuführen: Bei zu hoher Scangeschwindigkeit kann das Material im Volumen nicht effizient aufgeschmolzen werden, was zu Lack of Fusion oder sogar unaufgeschmolzenen Bereichen führt. Beides reduziert sowohl die Dichte als auch die Bauteilqualität.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass eine gezielte Auswahl der Parameter nötig ist, um das Si-Referenzmaterial additiv zu verarbeiten. Als ideal im Hinblick auf Bauteilqualität (Rissfreiheit) und relative Dichte erwiesen sich eine mittlere Laserleistung von 200 W, ein Spurabstand von 0,10 mm und eine Scangeschwindigkeit von 750 mm/s, was einer resultierenden Energiedichte von $88,9 \text{ J/mm}^3$ entspricht. Damit konnten relative Dichten von 99,8 % erreicht werden.

Soll hingegen ein Bauteil mit hoher Porosität (relative Dichte 95,8 %) hergestellt werden, eignen sich beispielsweise eine mittlere Laserleistung von 175 W, ein Spurabstand von 0,10 mm und eine Scangeschwindigkeit von 1250 mm/s (resultierender Energieeintrag von $46,7 \text{ J/mm}^3$). Beide Parametersätze werden im Folgenden detaillierter analysiert und vorgestellt.

Detailuntersuchungen der Bauteile aus Si-Referenzpulver

Die gefertigten Bauteile wurden hinsichtlich ihrer Phasenanteile mittels Röntgendiffraktometrie (XRD) untersucht (Abbildung 33). Dabei zeigt sich, dass unabhängig vom verwendeten Parametersatz die gleiche Hauptphase, kubisches Silizium, gebildet wird. Dies bestätigt die bereits in AP 5 gewonnenen Erkenntnisse zum Ausgangspulver. Zudem weist die XRD-Analyse darauf hin, dass der PBF-LB/M-Prozess keine zusätzliche Kontamination verursacht, da im XRD-Spektrum keine weiteren Phasen nachgewiesen werden konnten. Dies legt nahe, dass während der Verarbeitung keine unerwünschten chemischen Reaktionen oder Einlagerungen auftreten.

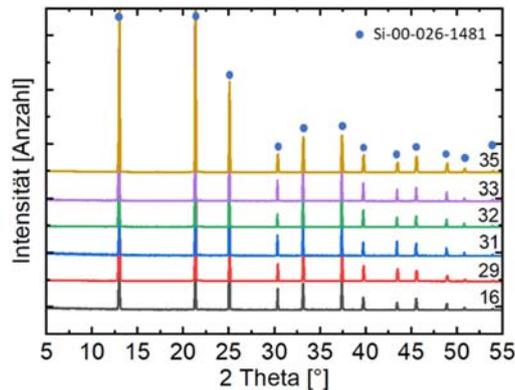


Abbildung 33: XRD-Untersuchungen an Bauteile aus Si-Pulver mit unterschiedlichen Bauparametern.

Die in AP 7(a) beschriebenen zwei Parametersätze (mit niedriger und hoher relativer Dichte) wurden mittels lichtmikroskopischer Aufnahmen und Computertomographie (μ CT) untersucht. Die Ergebnisse der Untersuchungen sind in Abbildung 34 dargestellt. Vergleicht man die lichtmikroskopischen Aufnahmen aus Abbildung 34 a) und b) lassen sich an der Oberfläche bereits deutliche Unterschiede erkennen. Die Probe mit einer höheren relativen Dichte und höherem Energieeintrag (Abbildung 34 b)) zeigt eine homogene aufgeschmolzene Oberfläche als die Probe mit niedrigerer relativer Dichte (Abbildung 34 a)). Bei letzterem Bauteil wirkt die Oberfläche sehr rau und dunkler, zudem sind einzelne kugelförmige Partikel auf der Oberfläche erkennbar. Des Weiteren ist in der Abbildung ein dreidimensionaler Schnitt sowie Ansichten in verschiedenen Schnittebenen des Bauteils aus der μ CT-Analyse dargestellt.

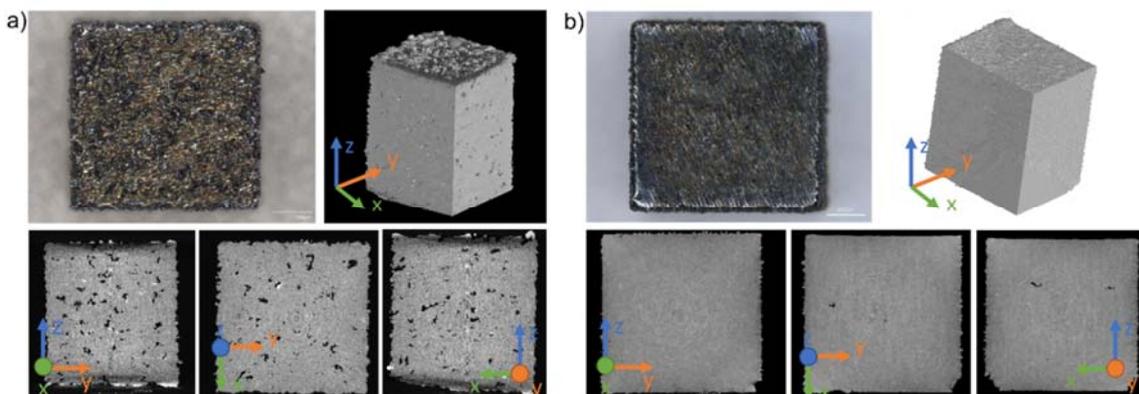


Abbildung 34: Exemplarische Lichtmikroskopische- und μ CT-Aufnahmen von additiv gefertigten Würfeln mit a) niedriger relativer Dichte (95,8 %) und b) hoher relativer Dichte (99,8 %).

Die Analyse der inneren Bauteilqualität zeigt, dass in Abbildung 34 a) eine Vielzahl an Poren vorhanden ist. Im direkten Vergleich mit der Probe mit hoher relativer Dichte (Abbildung 34 b)) wird ersichtlich, dass hier deutlich weniger Poren auftreten. Bei den verbleibenden Defekten handelt es sich überwiegend um Anbindungsfehler (Lack of Fusion), die durch eine unzureichende Pulververteilung verursacht werden können. Das Si-Pulver neigt aufgrund seiner schlechten Fließfähigkeit zu einer ungleichmäßigen Schichtbildung. Auch die geringe Absorptionsfähigkeit von Silizium kann ein Grund für den hohen Porenanteil sein. Bei zu geringen Leistungen wird das Material möglicherweise nicht effizient aufgeschmolzen. Darüber hinaus zeigen die CT-Analysen das Auftreten kleiner Risse, insbesondere im Randbereich der Bauteile. Diese könnten durch thermische Spannungen während des Bauprozesses oder durch mechanische Belastungen bei der Nachbearbeitung (z.B. Trennung von der Bauplatte, Präparation für Charakterisierungen) entstanden sein.

Tieferegehende Analysen der beiden Proben wurden mittels rasterelektronenmikroskopischer Charakterisierungsmethoden durchgeführt. Dabei wurden die präparierten Schiffe mittels Elektronenrückstreubeugung (EBSD) hinsichtlich der Phasenzusammensetzung, Korngröße und Kornmorphologie untersucht. Die Ergebnisse sind in Abbildung 35 zusammengefasst.

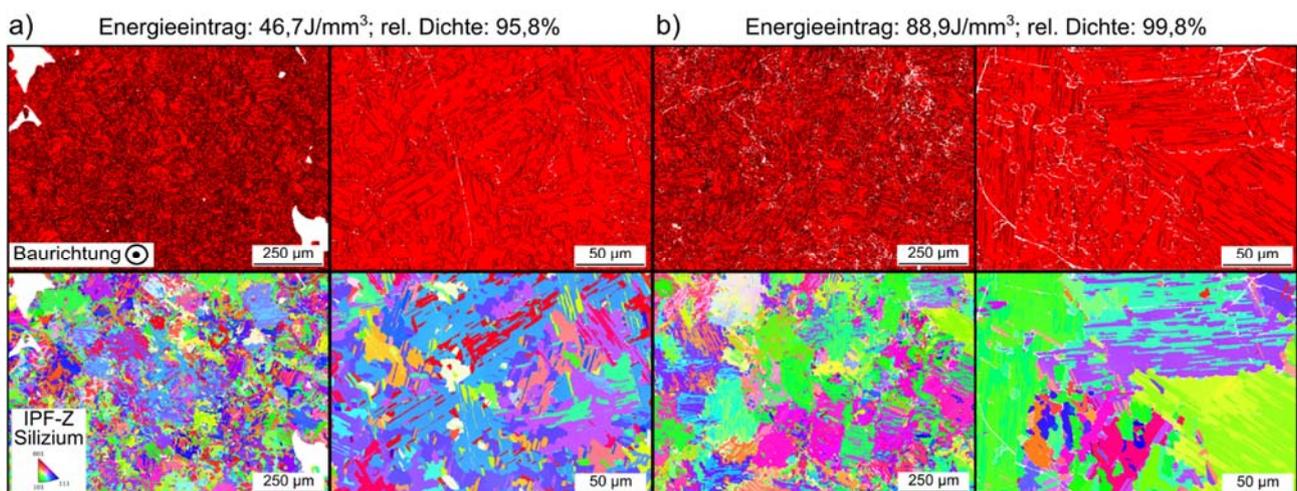


Abbildung 35: EBSD-Analysen von additiv gefertigten Siliziumbauteilen mit a) niedriger relativer Dichte und b) hoher relativer Dichte. Die obere Zeile zeigt Phasenkarten in unterschiedlichen Vergrößerungen mit eingezeichneten Korngrenzen (schwarz). Die untere Bildreihe zeigt Kornorientierungskarten in z-Richtung (in Baurichtung) in verschiedenen Vergrößerungen.

In der Abbildung ist zu erkennen, dass die untersuchten Proben einphasig sind, da die obere Bildreihe nur eine rote Färbung aufweist. Die rote Phase steht hierbei für kubisches Silizium. Sowohl in der oberen Bildreihe als auch in der unteren Kornorientierungskarte ist zu erkennen, dass die Korngrößen mit steigendem Energieeintrag bzw. steigender relativer Dichte (siehe Abbildung 35 a) und b)) zunehmen. Statistische Analysen zur Korngröße zeigen eine Verdopplung der Korngröße von rund 25,5 µm bei 46,7 J/mm³ (Abbildung 35 a)) zu 52,7 µm bei 88,9 J/mm³ (Abbildung 35 b)).

Des Weiteren ist in den Orientierungskarten zu erkennen, dass im Bauteil keine Vorzugsorientierung der Körner vorliegt. Wäre dies der Fall, würden in den Aufnahmen größere Bereiche eine einheitliche Färbung aufweisen. Dies ist in den untersuchten Siliziumbauteilen nicht der Fall. Weiße Bereiche in der Abbildung stellen Poren, Defekte oder Fehlindizierungen der Messung dar.

Übertragung der Prozesskenntnisse auf Si-PV-Pulver

Die im Rahmen dieses Arbeitspakets gewonnenen Prozesskenntnisse zur additiven Verarbeitung von Si-Referenzpulver wurden auf das mikronisierte Si-PV-Pulver übertragen. Dabei wurde versucht, das stark scharfkantige und irregulär geformte Pulver (siehe AP 5) auf der SLM280 zu verarbeiten. Ziel war es erneut, möglichst dichte und rissfreie Proben herzustellen und zu demonstrieren, dass selbst solch herausfordernde Pulver prinzipiell für erste Fertigungsversuche geeignet sind.

Aufgrund der in AP 5 beschriebenen Verunreinigungen konnte keine verlässliche Angabe zur relativen Dichte gemacht werden. In Abbildung 36 a) ist eine Aufnahme der gefertigten Bauteile zu sehen. Zur Fertigung wurde dabei zum einen auf den besten Parametersatz (höchste relative Dichte, wie bei Si-Referenzpulver beschrieben) zurückgegriffen und zum anderen eine leichte Abwandlung (Erhöhung der Scangeschwindigkeit auf 1000 mm/s) dieses Parametersatzes genutzt.

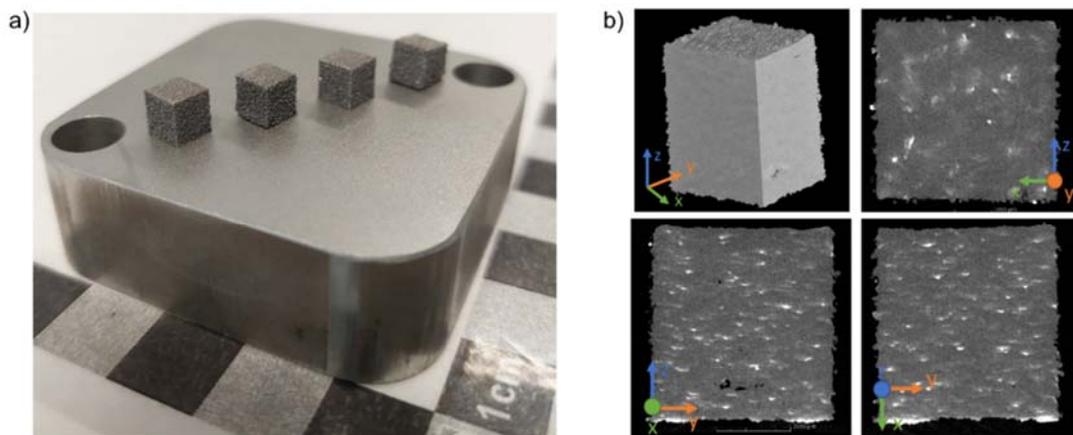


Abbildung 36: a) Aufnahmen von additiv gefertigten Würfeln mit Si-PV-Pulver und b) μ CT-Aufnahmen eines Würfels aus Si-PV-Würfel in verschiedenen Schnittebenen.

In der Abbildung wird deutlich, dass sich bei einem Parametersatz die Proben von der Bauteilplatte lösen. Dabei handelt es sich um den optimierten Parametersatz des Si-Referenzpulvers. Bei der leichten Anpassung, Erhöhung der Scangeschwindigkeit auf 1000 mm/s und damit leichter Reduzierung des Energieeintrags auf $66,7 \text{ J/mm}^3$, ist eine Ablösung nicht zu erkennen. Dieses Phänomen kann auf die enthaltenen Verunreinigungen (siehe AP 5) zurückgeführt werden. Durch die zusätzlichen Bestandteile von Silber und Aluminium kann die Laserstrahlung besser vom Material absorbiert werden, und die zu hohe eingebrachte Energie bewirkt einen Wärmestau sowie Rissentstehung bzw. das Abplatzen der Probe. Zusätzlich wurde das Material mittels μ CT durchstrahlt (Abbildung 36 b)), wodurch Einblicke in das Innere der Probenkörper gewonnen werden konnten. Deutlich erkennbar sind helle Bereiche, die den Verunreinigungen (Silber, Aluminium, Eisen usw.) im Silizium entsprechen.

Eine weiterführende, tiefere Charakterisierung der Bauteile, additiv gewonnen, wurde mit diesem Material nicht durchgeführt. Die Gefahr, dass es bei dem scharfkantigen und verunreinigten Material zu Anlagenschäden kommt, war zu hoch. Somit konnten nicht ausreichend Probenmaterial für Reproduzierbarkeit und Statistik gewonnen werden. Dennoch zeigt die untersuchte Probe eine geringe Porosität und nahezu keine Rissbildung, was die prinzipielle Prozessierbarkeit des aufbereiteten Si-PV-Pulvers belegt.

1.7.2 Arbeitspaket 7(b): Validierung der Demonstrator-Herstellung mittels Laserstrahlschmelzen

In diesem Arbeitspaket sollten die Erkenntnisse aus AP 7(a) auf die im Antrag beschriebenen Demonstratoren übertragen und gefertigt werden. Die im Antrag aufgelisteten Proben stellten sich jedoch im Verlauf des Projektes als nicht realisierbar heraus. Dies liegt zum einen an der Verunreinigung des Referenzmaterials mit Eisen für die ausgewählten Demonstratoren. Die feinen Geometrien (Schenkel für Thermoelektrika) sollten für die additive Fertigung hingegen kein Problem darstellen. Aus diesem Grund sollten in diesem AP gewisse Geometrien mit den evaluierten Parametersätzen des Si-Referenzpulvers gefertigt werden, die aus Silizium vielleicht nicht so leicht oder gar nicht mit konventionellen Herstellungsverfahren möglich wären.

Fertigung variabler Geometrien mit Si-Referenzpulver

Ein großer Vorteil der additiven Fertigung ist die Möglichkeit, hochkomplexe und/oder filigrane Bauteile herzustellen. Hierfür sind lediglich Anpassungen der gewünschten Geometrien in den CAD-Dateien erforderlich. Im Rahmen dieses Arbeitspakets wurde versucht, die ermittelten spezifischen additiven Parametersätze des Si-Referenzmaterials hinsichtlich ihrer Belastbarkeit in einer Geometriestudie zu überprüfen (Abbildung 37). Die Schwierigkeit bei möglichen Geometrieänderungen in der additiven Fertigung liegt darin, dass unterschiedliche Laservektorlängen zu variierenden Auf- und Abkühlbedingungen im Bauteil führen können. Zudem kann die Wärme in filigranen Strukturen schlechter abgeleitet werden, was wiederum die Entstehung von Rissen oder Defekten begünstigen kann.

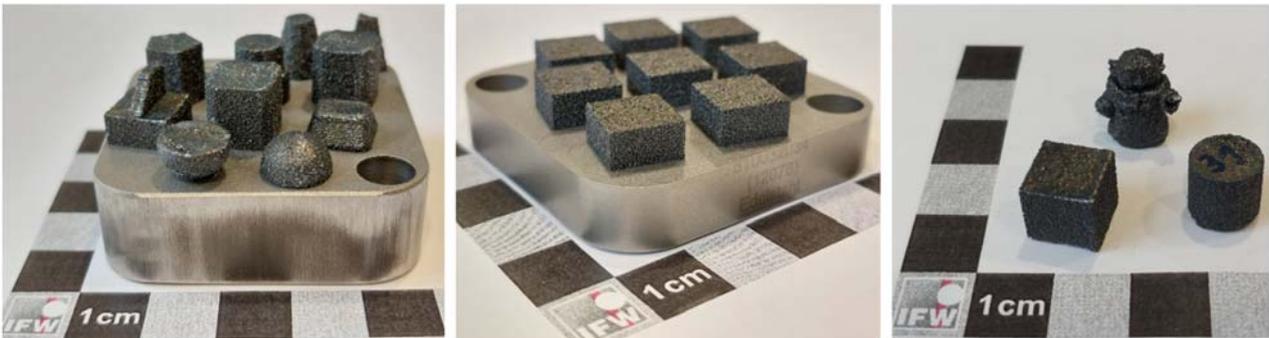


Abbildung 37: Aufnahmen verschiedenen gefertigten Bauteilen aus Si-Referenzpulver mit variablen Geometrien.

Zu diesem Zweck wurden verschiedene Bauteilgeometrien getestet, darunter Rundungen, Ecken, filigrane Strukturen sowie größere Scanflächen (Abbildung 37). In der Abbildung ist ersichtlich, dass diese erfolgreich generiert werden konnten, ohne dass Risse oder Abplatzungen entstanden. Ebenfalls war es möglich, eine kleine Figur zu drucken, die konventionell so nicht oder nur mit sehr hohem Aufwand herstellbar wäre. Die Bauzeit dieses Demonstratordrucks (Abbildung 37 links) beträgt etwa eine halbe Stunde, was deutlich schneller ist als bei zerspanenden Verfahren.

Die Ergebnisse zeigen, dass die entwickelten Parametersätze selbst bei komplexeren Geometrien die Fertigung rissfreier Bauteile ermöglichen. Dies bestätigt die Übertragbarkeit der optimierten Prozessparameter auf unterschiedliche Geometrien und eröffnet Potenziale für zukünftige Anwendungen. Somit konnte das Arbeitspaket AP 7 insgesamt erfolgreich abgeschlossen werden. Es war möglich, Bauteile mit einer möglichst geringen Defektdichte zu erzeugen. Zudem lässt sich durch eine gezielte Wahl der Prozessparameter eine definierte Porosität einstellen, was für spezifische Anwendungen von Interesse sein könnte.

1.8 Arbeitspaket 8: Elektrische Charakterisierung der Demonstratoren

Aufgrund der in AP 5 und AP 6 beschriebenen Verunreinigung des Si-Referenzpulvers mit Eisen und der Demonstratorfertigung mit diesem Pulver konnte AP 8 nicht wie im Antrag beschrieben durchgeführt werden. Die Eisenverunreinigung wirkt sich so negativ auf die elektrischen und thermoelektrischen Eigenschaften aus, dass die elektrische Charakterisierung keine sinnvollen Ergebnisse liefert. Die im Antrag beschriebenen Demonstratorgeometrien (Dioden, Thermoelektrika) benötigen eine hohe Reinheit der Bauteile. Diesen Punkt konnten wir in diesem Projekt noch nicht umsetzen, er ist jedoch zentraler Bestandteil des Folgeprojektes MAMBA.

1.9 Arbeitspaket 9: Feedback-Schleife hinsichtlich Pulver- und Komponentengüte

Zum Abgleich der Ergebnisse und zur Planung der nächsten Schritte wurden zwei interne Vor-Ort-Treffen in Duisburg und Dresden durchgeführt. Des Weiteren wurden mehrere Online-Meetings durchgeführt. Während des gesamten Projekts wurde eng zusammengearbeitet, sodass parallel an FE1, FE2 und FE4 gearbeitet werden konnte.

Zusätzlich gab es kleinere Abstimmungsgespräche zwischen FE1 und FE2, FE1 und FE4 sowie FE2 und FE4. Dabei wurden Ergebnisse ausgetauscht, Versuchspläne abgestimmt und auftretende Probleme direkt besprochen. Diese regelmäßigen Feedback-Schleifen halfen, den Arbeitsablauf ständig zu verbessern und schnelle Korrekturen vorzunehmen.

Die vertrauensvolle Zusammenarbeit spielte dabei eine große Rolle. Durch offene Kommunikation und gegenseitiges Teilen von Erfahrungen konnte das Projekt effizienter durchgeführt werden und wichtige Erkenntnisse flossen direkt in die Arbeit der anderen Teams ein. So konnten Probleme früh erkannt und Lösungen schneller umgesetzt werden.

Zusätzlich wurde in drei PA-Meetings die neuen Ergebnisse und Erkenntnisse mit den beteiligten Industriepartnern geteilt und durch rege Diskussionen die Ziele im Projekt verfeinert.

2 Verwendung der Zuwendung

Forschungseinrichtung 1 (IUTA)

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans)
HPA A Einsatz: 21 PM
- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans):
Pulverförderungs-system: 40.999,00 €.
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans):
Keine beantragt

Forschungseinrichtung 2 (IFW Dresden)

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans):
HPA A Einsatz: 25 PM
- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans):
Keine beantragt
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans):
Keine beantragt

Forschungseinrichtung 3 (Universität Bielefeld) bzw. 4 (Universität Duisburg-Essen)

- wissenschaftlich-technisches Personal (Einzelansatz A.1 des Finanzierungsplans):
HPA A Einsatz: 9 PM
HPA-F Einsatz: 1,75 PM
- Geräte (Einzelansatz B des Finanzierungsplans):
Keine beantragt
- Leistungen Dritter (Einzelansatz C des Finanzierungsplans):

3 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Die durchgeführten Arbeiten lassen sich in den drei Forschungseinrichtungen den Arbeitspaketen im bewilligten Arbeitsplan zuordnen. Sie waren für die erfolgreiche Durchführung des Projektes angemessen und für den erzielten Projektfortschritt notwendig.

Eine Kombination aus technischen und logistischen Problemen sowie Personalmangel verzögerte die Arbeiten und verursachte teilweise einen zeitlichen Verzug. Eine kostenneutrale Verlängerung um zwölf Monate wurde beantragt und bewilligt.

Die Kooperation der drei beteiligten Forschungseinrichtungen verlief wie geplant.

Forschungseinrichtung 1 (IUTA)

Die verschiedenen Ausgangsmaterialien wurden charakterisiert, bezüglich der Weiterverarbeitung bewertet und entsprechend der Ergebnisse konfektioniert oder verworfen. Der Pulverförderer wurde beschafft und verfahrenstechnisch mit dem Heißwandreaktor kombiniert. Die Förderung des konfektionierten PV-Recyclingmaterials konnte mit verschiedenen Parametern durchgeführt werden. Das konditionierte Pulver wurde charakterisiert und an FE2 weitergeleitet. Da die Ergebnisse der Förderversuche keine optimale Morphologie für PBF-LB/M-Prozess zeigten, wurde auf eine Dotierung des Materials verzichtet. Stattdessen konnten Vorversuche mit dem Plasmareaktor durchgeführt werden, deren positive Ergebnisse zur Beantragung des Anschlussvorhabens MAMBA (IGF_2025-01932, mit 37 Punkten bewertet) geführt haben.

Das beschaffte Großgerät (Pulverförder-System) wird bereits im IGF-Vorhaben 01IF23219N KATHOGRAPH eingesetzt und wird in mehreren Projekten weitere Verwendung finden. U.a. im geplanten Anschlussvorhaben MAMBA sowie in einem EFRE-Projekt, das sich in Bewilligung befindet. Darüber hinaus laufen Vorversuche zur Förderung von kohlenstoffhaltigen Pulvermaterialien und zur Erzeugung von Multiphasen-Nanopartikeln für weitere Forschungsvorhaben, in denen der Pulverförderer eingesetzt werden könnte.

Forschungseinrichtung 2 (IFW Dresden)

Im Rahmen des Projekts wurde ein konventionell hergestelltes Silizium-Pulver beschafft sowie ein zerkleinertes und konfektioniertes Pulver durch das IUTA zur Verfügung gestellt. Beide Pulver wurden hinsichtlich ihrer Partikelgrößenverteilung, chemischen Zusammensetzung, Pulvermorphologie sowie Fließfähigkeit charakterisiert. Die Prozessparameterentwicklung für das konventionelle Si-Pulver erfolgte an der PBF-LB/M-Anlage SLM280 von Nikon SLM Solutions. Im Anschluss wurden die gefertigten Probekörper hinsichtlich Dichte, Defekte sowie Gefügestruktur untersucht. Ergänzend dazu wurden chemische Analysen durchgeführt. Erste Bauteile wurden zur elektrischen Charakterisierung an die Partner FE3/FE4 übergeben. Auf Grundlage der entwickelten Prozessparameter wurden Geometriestudien zur Herstellung potenzieller Demonstratoren durchgeführt, um die Eignung des Verfahrens nachzuweisen (Proof-of-Concept). Der Fokus lag hierbei auf der Vermeidung von Rissbildung in den gefertigten Strukturen, was erfolgreich realisiert werden konnte. Ein Übertrag der ermittelten Prozessparameter auf das vom Partner FE1 bereitgestellte, zerkleinerte und konfektionierte EoU-PV-Silizium konnte ebenfalls erfolgreich demonstriert werden. Mit diesem Material wurden additiv gefertigte Würfel als erste Funktionsmuster hergestellt.

Forschungseinrichtung 3 (Universität Bielefeld) bzw. 4 (Universität Duisburg-Essen)

Aufgrund des Wechsels der Bielefelder (FE3) Projektleiterin Prof'in Dr. Gabi Schierning auf eine Professur an der Universität Duisburg-Essen (UDE) wurde der bisherige Weiterleitungsvertrag aufgehoben und die UDE wurde neue Letztzuwendungsempfängerin (FE4). Dieser Wechsel wurde vollzogen und der Aufhebungsvertrag ratifiziert.

Im Rahmen dieses Projekts wurden verschiedene Siliziumproben untersucht. Die Proben stammten aus unterschiedlichen Siliziumquellen, wie z.B. Recycling-Silizium, zum Teil von FE1 aufbereitet, und wurden danach mittels Spark Plasma Sinterung kompaktiert. Zusätzlich wurden Proben aus einem Lasersinterverfahren von Projektpartner (FE 2) zur Verfügung gestellt. Die elektrischen Transporteigenschaften der Proben wurden mittels elektrischem Widerstand, Hall-Koeffizient und Seebeck-Koeffizient charakterisiert. Die Daten wurden mit einfachen Transportmodellen, wie dem Einbandmodell, ausgewertet. Die Ergebnisse zeigten, dass alle Proben eine relativ geringe elektrische Leitfähigkeit aufwiesen, vor allem verursacht durch eine relativ geringe Elektronenbeweglichkeit.

Diese Ergebnisse deuten darauf hin, dass es notwendig ist, ungewollte Verunreinigungen zu reduzieren und gezielte Dotierung einzubringen, um die elektrischen Transporteigenschaften der Proben zu verbessern. Die wird dazu beitragen, die elektrischen Transporteigenschaften der Proben zu verbessern und ihre Anwendbarkeit in verschiedenen Technologien zu erhöhen.

Allgemeines

Sowohl auf der Ebene der Projektleiterinnen als auch der Projektmitarbeiter:innen hat sich eine exzellente vertrauensvolle Zusammenarbeit etabliert. Zwischen den Teams fand eine Kommunikation auf Augenhöhe statt, die auf die Erreichung eines gemeinsamen Ziels ausgerichtet war. Experimentelle Fehlschläge führten nicht zu Resignation, sondern förderten kreative Lösungen. Ermutigt wurden die Forscher:innen durch die konstruktive Mitarbeit der Mitglieder im projektbegleitenden Ausschuss.

Die Bereitstellung von Materialien durch die Unternehmen FLAXRES, Reiling und ROSI stellt einen erheblichen Mehrwert für die Forschung dar. Der vertrauensvolle Austausch und die große Offenheit aller Unternehmen hat zu einem erheblichen Erkenntnisgewinn insbesondere der teilnehmenden KMU geführt.

Die im Vorhaben gewonnenen Erkenntnisse sowie die identifizierten Herausforderungen führten zur gemeinsamen Beantragung eines Anschlussvorhabens (MAMBA) durch die drei Forschungseinrichtungen. Die beteiligten Unternehmen haben ihre Bereitschaft bekundet, weiterhin im projektbegleitenden Ausschuss mitzuwirken.

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

Ausgangslage

Die wachsende Bedeutung von Silizium sowohl für grüne Technologien als auch für die Halbleitertechnologie in Europa verdeutlicht die Notwendigkeit, den Markt strategisch abzusichern und Lieferketten zu diversifizieren. Dies gilt umso mehr, da Deutschland und die EU kaum über eigene Siliziumquellen oder -produktionskapazitäten verfügen und so die Abhängigkeit von Importen hoch ist. So findet sich Silizium auch auf der „Liste der kritischen Rohstoffe“ der EU-Kommission [4].

Offizielle Prognosen zeigen, dass für die globale Stromerzeugung die Photovoltaik eine immer gewichtigere Rolle spielen wird. Es wird erwartet, dass bereits bis zum Jahr 2030 mehrere Millionen Tonnen Solarzellenabfall anfallen. Die prognostizierten Mengen sind – je nach Szenario und Berechnung – unterschiedlich hoch, zeigen jedoch alle, dass in den nächsten Jahrzehnten eine große Menge an Rohstoffen zur Wiedergewinnung und -verwertung anliegt.

Während also immer mehr PV-Module am Ende ihrer Nutzungsdauer („End of Use“, EoU) zur Entsorgung gelangen, stellen sich Industrie und Forschung der Herausforderung, diese Module möglichst sortenrein zu zerlegen und die enthaltenen Rohstoffe zurückzugewinnen [1, 5, 6, 7, 8, 9, 10]. Vor dem Hintergrund der im Dezember 2024 vom Kabinett beschlossenen nationalen Kreislaufwirtschaftsstrategie [11] gewinnen die auf diesem Gebiet erzielten Erfolge eine noch größere Bedeutung.

Wertschöpfungskette

Unternehmen (KMU und große Unternehmen), die das Silizium als wertvollen Rohstoff von den PV-Modulen trennen, existieren bereits. Heißwandreaktoren sind ebenfalls seit Jahrzehnten in der Gasphasensynthese etabliert, die Herstellung von Pulverförderern ist Stand der Technik, hier ist die Herausforderung dadurch gegeben, dass der Pulverförderer mit dem Gasphasenreaktor gekoppelt werden und dabei Gasströme und Förderraten miteinander korrespondieren müssen. Auch das Laserstrahlschmelzen, als das dominierende metallische additive Fertigungsverfahren, ist als Fertigungstechnologie bereits industrieübergreifend etabliert.

Die auf Basis bestehender Komponenten entwickelte Prozesskette von EoU-PV-Silizium über Gasphasensynthese zu PBF-LB/M konnte erfolgreich demonstriert werden. Siliziumbauteile wurden erstmals additiv sowohl aus kommerziellem Silizium als auch aus Recyclingmaterial gefertigt. Die systematische Verknüpfung von Recycling, Gasphasensynthese und additiver Fertigung zu einer geschlossenen Wertschöpfungskette stellt eine Innovation dar. Die erzielte Prozessintegration ermöglicht Unternehmen eine vollständige Kontrolle über Materialqualität, Partikelcharakteristika und Bauteileigenschaften.

Wirtschaftliche Bedeutung

Neben dem volkswirtschaftlichen Gesamtnutzen der Kreislaufwirtschaft bietet der Einsatz von EoU-Silizium KMU Möglichkeiten, innovative Produktionsmethoden innerhalb bestehender Prozesse abhängig von der Reinigungsstufe des kreislaufwirtschaftlich verwendeten Siliziums zu entwickeln.

Die Gasphasensynthese in Kombination mit einem Pulverförderer ermöglicht die Herstellung von Siliziumpulver mit hoher Fließfähigkeit, spezifischen Korngrößen und gezielter Veredelung hin zu maßgeschneiderten Siliziumpulvern oder -legierungen, die für spezielle Anwendungen in der additiven Fertigung optimiert sind.

Die additive Fertigung ermöglicht neue Produktdesigns (geometrisch komplexe Bauteile), die mit traditionellen Fertigungsmethoden nur sehr aufwändig oder gar nicht realisierbar sind, sowie eine kosteneffiziente Prototypenentwicklung, Kleinserienherstellung oder individualisierte Produkte durch die Anpassung an spezifische Kundenanforderungen.

Die Kombination von Recyclingmaterial, Gasphasensynthese und PBF-LB/M stellt eine gänzlich neuartige Wertschöpfungskette dar, die KMU eine technologische Alleinstellung erlaubt – entweder in ihrer Gesamtheit oder nur bei der Spezialisierung auf bestimmte Teile der Wertschöpfungskette (Siliziumrecycling und –aufbereitung, Hersteller von Reaktoren oder Pulverförderungssystemen, KMU aus der additiven Fertigung, Endnutzer).

Die additive Fertigung von Siliziumbauteilen eröffnet KMU völlig neue Marktchancen in Nischenbereichen:

- Customized Manufacturing:* Individualisierte Siliziumbauteile für spezielle Anwendungen (z.B. optische Substratkomponenten, Sensoren, Mikroreaktoren)
- Rapid Prototyping:* Schnelle und kosteneffiziente Prototypenerstellung für die Halbleiter- und Beschichtungsindustrie
- On-Demand Production:* Dezentrale Fertigung ohne hohe Lagerkosten und Mindestbestellmengen
- Funktionsintegration:* Reduzierung von Montageaufwand durch integrierte Funktionen in einem Bauteil

Die so entstehenden Marktpotenziale sind beträchtlich: Der globale Markt für Siliziumbauteile wird auf über 15 Milliarden Euro geschätzt, wobei hochreine Spezialkomponenten Preise von 50-500 €/kg erzielen können.

Energieeffizienz, Umweltbilanz und Wirtschaftlichkeitsanalyse

Als wichtiger Entscheidungsfaktor für die industrielle Umsetzbarkeit eines neuen Verfahrens kann der kumulative Energieaufwand (KEA) berechnet werden. Der KEA eines Produkts misst die gesamte Energiemenge, die entlang des gesamten Lebenszyklus des Produkts aufgewendet wird – von der Rohstoffgewinnung über die Herstellung und Nutzung bis hin zur Entsorgung oder Wiederverwertung. Vergleicht man beispielsweise Photovoltaikmodule, die aus neu produziertem Rohsilizium im Vergleich zu Recycling-Silizium hergestellt werden, ergeben sich wichtige Unterschiede in den energieintensiven Phasen. Für den Antrag zum Anschlussvorhaben MAMBA wurden exemplarische Annahmen zur Berechnung des KEA mittels [6, 12, 13] getroffen.

Die genauen Werte hängen hierbei stark von den Produktionsmethoden und -standorten ab. So variiert der KEA für neu produziertes Silizium je nach Energiequelle (z.B. Kohle/regenerativ) bzw. für Recycling-Silizium je nach der Effizienz des Recyclingprozesses (z.B. chem. Prozess/Gasphasensynthese) und der Transportwege. Nach dieser Abschätzung kann ein Modul mit 1 m² Fläche und 10-15 kg Silizium im

Recyclingszenario etwa 150-250 kWh/m² einsparen. Dies entspräche bis zu 70 % des KEA für die Herstellung eines PV-Moduls.

Des Weiteren wurde auch der ROI abgeschätzt (siehe Tabelle 6). Da es sich um eine innovative Wertschöpfungskette handelt, erfordert die Berechnung hier einige Annahmen zu Investitionskosten, laufenden Kosten und Erträgen und deren Entwicklung über die Lebensdauer der Anlagen. Die Energie- und Kostenabschätzungen stammen aus Berichten und Projektdokumentationen von Fraunhofer CSP und ISE [6, 13], Marktpreise und Annahmen basieren auf Informationen zu Siliziumrecycling aus Branchenquellen [13, 14]. Diese Daten wurden KI-gestützt im Internet recherchiert. Das Ergebnis der Abschätzung zeigt, dass ein ROI von 1000 % über die zu erwartenden Lebensdauern der Gasphasensynthese- und PBF-LB/M-Anlage von zwanzig Jahren erreicht werden könnte und sich die Investition bereits nach weniger als 2 Jahren amortisiert hätte. Unter diesen Voraussetzungen wäre die Investition auch für KMU profitabel – insbesondere bei fallenden Siliziumpreisen und einer gewissen Preisstabilität für Siliziumprodukte.

Tabelle 6: Abschätzung ROI für die Nutzung von EoU-PV-Silizium zur Herstellung hochreinen Si-Targets.

| Abschätzung der Parameter | | |
|--|---|--|
| Laufzeit | | 20 Jahre |
| Investitionskosten | Gasphasensynthese mit Pulverförderer | 500.000 € |
| | PBF-LB/M-Anlage | 500.000 € |
| Materialkosten für EoU-PV-Silizium | Aktueller Preis (geschätzt nach [11, 57]) | 20 €/kg |
| | Sinkender Preis durch steigendes Angebot | 10 €/kg |
| Verkaufspreis für hochreine Si-Targets | Stark variierende Marktpreise nach Zielmarkt (Mikroelektronik, Beschichtungsindustrie etc.) | 50-100 €/kg (Ø 75 €/kg) |
| Produktionskapazität LBF-LB/M-Anlage | Targets pro Jahr | 10.000 kg/Jahr |
| Betriebskosten | Gasphasensynthese und PBF-LB/M-Anlage (Energie, Wartung, Personal) | 100.000 €/Jahr |
| Berechnungen | | |
| Einnahmen Si-Targets (Jährlicher Umsatz) | Menge x Verkaufspreis | 10.000 kg/Jahr x 75 €/kg = 750.000 €/Jahr |
| Einkaufskosten EoU-PV-Silizium | Menge x Siliziumpreis | 10.000 kg/Jahr x 10 €/kg = 100.000 €/Jahr |
| Bruttoertrag/Jahr | Umsatz – Rohstoffkosten | 750.000 €/Jahr – 100.000 €/Jahr = 650.000 €/Jahr |
| Nettogewinn/Jahr | Bruttoertrag - Betriebskosten | 650.000 €/Jahr – 100.000 €/Jahr = 550.000 €/Jahr |
| Return on Invest | (Nettogewinn/Jahr x Projektlaufzeit – Investitionskosten) / Investitionskosten | 550.000 €/Jahr x 20 Jahre – 1.000.000 € / 1.000.000 € = 10,0 => 1000 % |
| Amortisationszeit | Investitionskosten / Nettogewinn/Jahr | 1.000.000 / 550.000 = 1,8 Jahre |

Marktpotenzial und industrielle Anwendungsmöglichkeiten

Die Nutzung von EoU-PV-Silizium hat nach diesen Abschätzungen ein hohes Potenzial den KEA für verschiedene Anwendungen von Silizium erheblich zu reduzieren und damit die Wirtschaftlichkeit der Produkte zu erhöhen. Dies gilt vor allem in der Rohstoffphase und stellt ein wichtiges Argument im Hinblick auf Nachhaltigkeit, CO₂-Bilanzen und Kreislaufwirtschaft dar. Der abgeschätzte ROI zeigt, dass sich eine Investition in die angestrebte Verfahrenskette lohnt.

Je nach Reinheit des verarbeiteten Recyclingmaterials können verschiedene Zielmarkt-Segmente identifiziert werden. Einige Beispiele finden sich in Tabelle 7. Da für viele Anwendungen Verunreinigungen im

Ausgangsmaterial Qualitätsverluste verursachen können, ist eine Analyse der Verunreinigungen abhängig vom Ausgangs- bzw. Recyclingprozess ebenso unerlässlich wie eine Analyse der Verunreinigungen nach den verschiedenen Verarbeitungsschritten entlang der Wertschöpfungskette. Im Anschlussvorhaben MAMBA soll daher ein besonderes Augenmerk auf diesen Aspekt gelegt werden. Insbesondere die mögliche Korrelation zwischen Verunreinigungen des Ausgangsmaterials mit den Bauteil-Eigenschaften soll eingehend charakterisiert werden.

Tabelle 7: Zielmarkt-Segmentierung.

| | |
|--------------------------|--|
| Beschichtungsindustrie: | Sputtertargets für Dünnschichtanwendungen |
| Halbleiterindustrie: | Hochreine Siliziumkomponenten für Prozessanlagen |
| Optik/Photonik: | Präzisionsbauteile für Laser- und Sensortechnik |
| Forschung & Entwicklung: | Prototyping und Kleinserienfertigung |

Werden die angestrebten Forschungsergebnisse im Anschlussvorhaben MAMBA erreicht, steht einer zeitnahen industriellen Umsetzung nach Projektende nichts im Wege. Bereits 2030 – zeitlich parallel zur erwarteten Rücklauf-Welle der End-of-Use-Photovoltaikmodule – kann die innovative Wertschöpfungskette industriell umgesetzt sein.

5 Wissenstransfer in die Wirtschaft

Der Wissenstransfer in die Wirtschaft erfolgte einerseits im direkten Kontakt mit den PA-Mitgliedern (vgl. Maßnahmen aus dem Plan zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft), die wiederum als Multiplikatoren in ihren eigenen Netzwerken zählen, und andererseits durch Publikationen und Präsentationen der Ergebnisse auf Veranstaltungen. Eine wichtige Rolle spielen hierbei neben den Forschungseinrichtungen auch die Forschungsvereinigungen sowie Fach- und Branchenverbände [15]. In Tabelle 8 sind die wirtschaftlichen und wissenschaftlichen Verwertungsziele aus dem WISENT-Antrag dargestellt (Spalten 1 bis 3), ergänzt um eine Spalte, die den aktuellen Status der geplanten Maßnahmen zeigt.

Tabelle 8: Wirtschaftliche und wissenschaftliche Verwertungsziele, deren Anschlussfähigkeit und die Angabe des Verwertungszeitpunktes (Spalte 1 bis 3 sind aus dem Antrag übernommen).

| 2022 | 2023 | 2024ff | Status |
|--|--|---|----------|
| Grundlagenuntersuchungen | | | 2023 ✓ |
| Erfolgreiche Si-Aufbereitung im Labormaßstab | | | 2024 ✓ |
| | Erste wiss. Publikationen | | 2025 tbd |
| | Demonstrator-Fertigung und Ergebnispräsentation auf Messen sowie Konferenzen | | 2025 ✓ |
| | | Kontaktaufnahme mit Unternehmen zur Vorbereitung von Anschlussvorhaben; Weitere Publikationen | 2025 ✓ |

Der Einsatz von Silizium-Rezyklat ist zunächst für Anwendungen mit geringerer Stückzahl vorteilhaft und weist in jedem Fall eine positive ökologische Bilanz hinsichtlich Energie, Klimawirkung und toxikologischer Aspekte auf. Es ist für die meisten Anwendungen entweder bereits notwendig oder wird in absehbarer Zeit notwendig werden, das CO₂-Budget für Herstellung und Nutzungsdauer zu ermitteln und für Kunden transparent darzustellen. Durch Verwendung von rezyklierten Materialien entsteht also nicht nur ein direkter Nutzen für Umwelt und Klima, sondern es ergibt sich auch ein strategischer Wettbewerbsvorteil für KMU. Die erfolgreichen Projektergebnisse können so langfristig zur Gewinnung neuer Kunden beitragen und bilden die Grundlage für eine nachhaltige Geschäftsentwicklung in der Kreislaufwirtschaft.

6 Durchgeführte Transfermaßnahmen

In der **Projektlaufzeit** durchgeführte spezifische Maßnahmen (chronologisch aufgelistet im Zeitraum 01.04.2022 bis 31.03.2025). Die im Antrag geplanten Transfermaßnahmen für die Projektlaufzeit finden sich in Tabelle 9.

- **E1:** erstes PA-Treffen am 09.11.2022 (online)
- **E:** Feedback-Schleifen mit einzelnen PA-Mitgliedern (FLAXRES, Reiling, ROSI, SKF, Nikon SLM) zu Materialbeschaffenheit, –prozessierung und –verarbeitung (fortlaufend während der gesamten Projektlaufzeit)
- **B6:** IFW Dresden Jahresbericht, Showcase zur Kreislaufwirtschaft auf den Seiten der AiF (<https://www.aif.de/themen/kreislaufwirtschaft.html>)
- **E:** Feedback-Schleifen mit einzelnen PA-Mitgliedern (HSWmaterials, PCC Thorion, PV Cycle, Kamp & Kötter, Siemens) zu Wirtschaftlichkeit und Skalierbarkeit (fortlaufend während der gesamten Projektlaufzeit)
- **B6:** IUTA Tätigkeitsbericht 2023, WISENT-Projektvorstellung (<https://www.iuta.de/tb2023/f3>)
- **E:** Diskussion messtechnischer Fragestellungen mit Quantum Design bezüglich der spezifischen Anforderungen von Recycling-Silizium (ab 02/2023 fortlaufend während der Projektlaufzeit)
- **E2:** zweites PA-Treffen am 14.02.2024 (online)
- **E:** Möglichkeiten des Ergebnistransfers in die industrielle Umsetzung/ Verwendung von Recycling-Silizium für die Batterietechnik – Diskussion mit PCC Thorion (30.04.2024)
- **D:** Feedbackschleife der Forschungseinrichtungen in Präsenz am 16.07.2024 in Duisburg
- **B:** Besuch der Firma FST am IFW Dresden am 22.08.2024. Diskussion von Transfermöglichkeiten von Material und Verfahren in die industrielle Anwendung.
- **B:** Besuch vom IFW Dresden bei der Firma FST am 17.09.2024. Weiterführende Diskussionen und Demonstrationen zur Nachbearbeitung von Silizium-Bauteilen.
- **B:** Vorstellung der Projektergebnisse bei den Unternehmen ELMASPECS und IMG in Willich am 06.11.2024, Erläuterung der Materialanforderungen, Diskussion der Charakterisierungsmethoden
- **E/B:** Diskussion der Skalierbarkeit der Pulverfördereinheit/ des Verfahrens mit der Firma Kamp & Kötter
- **B:** Vorstellung der Projektergebnisse bei dem Unternehmen GfE Fremat GmbH am 25.11.2024 und Diskussion für mögliche Anwendungen von EoU-PV-Siliziums (online).
- **E3/E4:** drittes PA-Treffen am 11.12.2024 in Dresden (hybrid) mit Abschlusspräsentation und Diskussion
- **D:** Feedbackschleife der Forschungseinrichtungen in Präsenz am 11.12.2024 in Dresden (Folgeprojektplanung)
- **C:** LinkedIn-Posts
- **D2:** Durchführung eines Anwendungswshops im Rahmen einer Exkursion mit Studierenden der Universität Duisburg-Essen (Masterstudium Energy Science) zur Firma Reiling in Münster am 18.03.2025 (<https://www.uni-due.de/empi/aqm/>)
- **D:** Vorstellung des Projektes im Rahmen der Vorlesung „Werkstoffe für die additive Fertigung“ an der TU Bergakademie Freiberg
- **D:** Feedbackschleife der beteiligten Forschungseinrichtungen 11.02.2025 und Folgeprojektplanung. (online)

Tabelle 9: Während der Projektlaufzeit gemäß Antrag geplante Transfermaßnahmen.

| | Maßnahme | Ziel | Ort/Rahmen | Termin |
|--------------------------------|--|--|--|--|
| ...während der Projektlaufzeit | A: Ergebnistransfer durch Weiterbildung für die Industrie (Fortbildungen, Webinare und e-Workshops) | Weiterbildung von Mitarbeitern kleiner und mittlerer Unternehmen ohne eigene Forschungskapazitäten | A1: Durchführung von Tagesveranstaltungen am IFW Dresden/ Uni Bielefeld/ IUTA A2: Angebote im Rahmen von Netzwerkveranstaltungen (z. B. durch Cenide ¹) A3: Personaltransfer zwischen den FE und mit dem PA | jährlich |
| | B: Forschungstransfer in die Wirtschaft | Transfer der erzielten Ergebnisse durch Vorträge bei internationalen Konferenzen | B1: Vorstellung der Projektergebnisse bei ProcessNET-Jahrestagungen B2: Formnext (Messe und Tagung zur additiven Fertigung) B3: Additive Manufacturing Forum Berlin B4: Hannover Messe B5: Teilnahme an der NRW-Nanokonferenz B6: IUTA Tätigkeitsbericht und IFW Dresden Jahresbericht B7: Publikation der Ergebnisse in Fachzeitschriften wie: Chemical Engineering Science, Applied Physics B, Small, Progress in Additive Manufacturing, Materials and Design B8: Entwicklung einer Patent- und Verwertungsstrategie | jährlich ab 01/2024 ab 06/2022 |
| | C: Internetpräsenz | Eine rasche und umfassende Verbreitung der erzielten Ergebnisse wird durch die Internetpräsenzen der FE des IUTA e.V. ² , Uni BI ³ , IFW ⁴ sichergestellt | C1: Während der Laufzeit des Forschungsvorhabens werden ausgewählte Ergebnisse veröffentlicht C2: Veröffentlichung auf der Internetseite der Fakultät Physik an der Universität Bielefeld C3: Veröffentlichung auf der Internetseite des IFW | ab 10/2022 |
| | D: Akademische Lehre | Transfer von Ergebnissen in Vorlesungen und Bachelor-/Master-/Diplomarbeiten | D1: Studentische Arbeiten an allen FE D2: Vorlesungsthemen der Uni Bielefeld, TU Freiberg D3: Invited Talks für Studierende/Mitarbeiter von Referenten aus Forschung und Industrie zu behandelten Themen an allen FE | ab 10/2023 |
| | E: Projektbegleitender Ausschuss (PA) | Die Forschungsergebnisse werden fortlaufend mit den Mitgliedern des PA ausführlich diskutiert | E1: Vorstellung des Projektes und Diskussion der geplanten Arbeiten E2: Vorstellung der ersten erzielten Ergebnisse und Diskussion des weiteren Vorgehens E3: Vorstellung der erzielten Ergebnisse und Abgleich mit den Vorschlägen des PA aus E2 E4: Abschlusspräsentation und Diskussion aller erzielten Ergebnisse | 05/2022 11/2022 08/2023 03/2024 |

¹ <https://www.uni-due.de/cenide/>

² www.iuta.de

³ [www. https://www2.physik.uni-bielefeld.de/](https://www2.physik.uni-bielefeld.de/)

⁴ <https://www.ifw-dresden.de/>

7 Geplante spezifische Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit

Nach Projektabschluss geplante und bereits durchgeführte Transfermaßnahmen sind in Tabelle 10 aufgeführt.

Eine Fortschreibung und Erweiterung des Plans zum Ergebnistransfer in die Wirtschaft wurde mit dem Antrag zum Forschungsvorhaben MAMBA eingereicht. Insbesondere auf die Berechnung der Wirtschaftlichkeit wird im Anschlussvorhaben zusätzliches Augenmerk mit einem eigenen Arbeitspaket gelegt.

Tabelle 10: Geplante und bereits durchgeführte Transfermaßnahmen nach der Projektlaufzeit.

| | Maßnahme | Ziel | Ort/Rahmen | Termin |
|-------------------|--|---|--|--------------------------|
| ...nach Abschluss | F: Ergebnistransfer durch Weiterbildung für die Industrie (Fortbildungen, Webinare und e-Workshops) | Weiterbildung von Mitarbeitern kleiner und mittlerer Unternehmen ohne eigene Forschungskapazitäten | F1: Vorträge auf CENIDE-Fortbildungsseminaren zum Thema: Herstellung von Nanomaterialien und deren Anwendungen F2: Vorträge auf fachspezifischen Konferenzen/Messen | Fortlaufend seit 04/2025 |
| | G: Forschungstransfer in die Wirtschaft und Lehre | Transfer der erzielten Forschungsergebnisse durch Vorträge bei internationalen Konferenzen; Verzahnung von Forschung und Lehre | G1: Siehe regelmäßige Veranstaltungen B1 bis B6 (z.B. Posterpräsentation auf NRW-Nanokonferenz 30.09 bis 01.10.2025, Dortmund; MSE2026, Darmstadt) G2: Newsletter, Veröffentlichung des erfolgreichen Projektabschlusses in IUTA aktuell, LinkedIn-Posts G3: Akademische Lehre: Einbindung der Ergebnisse in Vorlesungen wie z.B. „Materialien für die Additive Fertigung“, TU Bergakademie Freiberg; Studentische Arbeiten, Dissertationen G4: IUTA, Uni DUE, IFW stellen bei diversen nationalen Messen aus, z.B. Präsentation der Ergebnisse mit einem Stand beim Innovationstag Mittelstand des BMW am 05.06.2025 G5: Wissenschaftliche Publikationen geplant bis 2026: Veröffentlichung von Projektergebnissen hinsichtlich der additiven Verarbeitung von Silizium und resultierender Eigenschaften. | |
| | H: Verbreitung des Forschungsberichtes und sonstige Maßnahmen | Eine rasche und umfassende Verbreitung des Ergebnisberichtes; Initiierung von Anschlussvorhaben. | H1: Veröffentlichung von Berichten zur Teilnahme an Messen etc. (https://www.iuta.de/aktuelles/innovationstag-mittelstand-2025/) sowie dieses Abschlussberichts auf der IUTA-Homepage (https://www.iuta.de/igf/igf-forschungsprojekte/) H2: Ansprache von Unternehmen außerhalb PA, z.B. Präsentation der Forschungsergebnisse für die asphericon GmbH und Anwerbung für ein Folgeprojekt am 10.04.2025 (online). Erfolgreiche Gewinnung weiterer Unternehmen für den PA des Anschlussvorhabens MAMBA H3: Initiierung von weiterführenden Forschungsvorhaben: Anschlussvorhaben MAMBA beantragt (IGF_2025-01932). Mit 37 Punkten bewertet , seit 01.09.2025 auf der Auswahlliste zur nächsten Bewilligungsrunde. | |

Literaturverzeichnis

- [1] I. A. Lohmann und T. Scholz, „Gemeinsame Aufbereitung verschiedenartiger Photovoltaikmodule zur Wertstoffrückgewinnung, Abschlussbericht zum DBU-Projekt 33913-21/2,“ Enviprotect GmbH & IUTA e.V., 2019. [Online]. Available: https://opac.dbu.de/ab/DBU-Abschlussbericht-AZ-33913_01-Hauptbericht.pdf. [Zugriff am 08 07 2025].
- [2] R. Pohl und B. Heitmann, „Aufarbeitung von Altmodulen und Rückführung von Wertstoffen in den Stoffkreislauf; Teilvorhaben 1; Abschlussbericht zum BMW-Projekt 0324096A,“ Reiling Glas Recycling GmbH & Co. KG, 2019. [Online]. Available: <https://www.tib.eu/de/suchen/id/TIBKAT%3A1738022528>. [Zugriff am 14 07 2025].
- [3] P. Dohl, „Aufarbeiten von Altmodulen und Rückführung von Wertstoffen in den Stoffkreislauf; Teilvorhaben 2; Abschlussbericht zum BMW-Projekt 0324096B,“ Fraunhofer CSP, 2019. [Online]. Available: <https://www.tib.eu/de/suchen/id/TIBKAT%3A1726766330>. [Zugriff am 14 07 2025].
- [4] Europäische Kommission - Generaldirektion Binnenmarkt, Industrie, Unternehmertum und KMU, „Mitteilung der Kommission an das europäische Parlament, den Rat, den europäischen Wirtschafts- und Sozialausschuss und den Ausschuss der Regionen Widerstandsfähigkeit der EU bei kritischen Rohstoffen: Einen Pfad hin zu größerer Sicherheit und Nachhaltigkeit,“ 03 09 2020. [Online]. Available: <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/DE/TXT/PDF/?uri=CELEX:52020DC0474>. [Zugriff am 15 07 2025].
- [5] Fraunhofer ISE, „EoL – Entwicklung eines industrietauglichen Recycling-Prozesses für PV-Module,“ 2019. [Online]. Available: <https://www.ise.fraunhofer.de/de/forschungsprojekte/eol.html>. [Zugriff am 15 07 2025].
- [6] Fraunhofer ISE, „PERC-Solarzellen aus 100 Prozent recyceltem Silizium,“ 2022. [Online]. Available: <https://www.energie.fraunhofer.de/de/presse-medien/aktuelle-presseinformationen/presseinformationen-2022/PI-220208-fraunhofer-ise-perc-solarzellen-aus-100-prozent-recyceltem-silizium.html>. [Zugriff am 15 07 2025].
- [7] Reiling GmbH & Co. KG, „Beeindruckende Einblicke in das PV-Recycling am Standort Münster,“ 2024. [Online]. Available: <https://www.reiling.de/article/neuer-photovoltaik-recyclingfilm>. [Zugriff am 15 07 2025].
- [8] Flaxres GmbH, „Photovoltaik-Recycling neu gedacht,“ 2024. [Online]. Available: <https://www.flaxres.com/de/flaxres-photovoltaik-recycling-neu-gedacht/>. [Zugriff am 15 07 2025].
- [9] LuxChemtech GmbH, [Online]. Available: <https://lc-freiberg.de/>. [Zugriff am 15 07 2025].
- [10] ROSI SAS, „Kreislaufwirtschaft für die PV-Industrie,“ 2024. [Online]. Available: <https://www.rosi-solar.com/de>. [Zugriff am 15 07 2025].
- [11] F. Kammerer und T. Kappe, „Nationale Kreislaufwirtschaftsstrategie,“ Bundesministerium für Umwelt, Naturschutz, nukleare Sicherheit und Verbraucherschutz (BMUV), 04 12 2024. [Online]. Available:

<https://www.bundesumweltministerium.de/download/nationale-kreislaufwirtschaftsstrategie-nkws>.
[Zugriff am 15 07 2025].

- [12] Fraunhofer CSP, „Rückgewinnungstechnologien für die Wiederverwendung von Solarmodulen,“ 2024. [Online]. Available: <https://www.csp.fraunhofer.de/de/presse/pressemitteilungen/recycling-photovoltaik-module-nachhaltige-wertschoepfungskette.html>. [Zugriff am 15 07 2025].
- [13] Recycling Magazin, „Solarzellen aus recyceltem Silizium,“ 2022. [Online]. Available: <https://www.recyclingmagazin.de/2022/02/08/solarzellen-aus-recyceltem-silizium/>. [Zugriff am 15 07 2025].
- [14] Ingenieur.de, „Silizium-Recycling: Aus Altmodulen werden neue Solarzellen,“ 2022. [Online]. Available: <https://www.ingenieur.de/technik/fachbereiche/werkstoffe/silizium-recycling-aus-altmodulen-werden-neue-solarzellen/>. [Zugriff am 15 07 2025].
- [15] J. Michels, C. Gädckens, F. Wallau, L. Ebert, J. Gordon, K. Vasilakis, L. Bunge und F. Kuhlenkamp, „Evaluation der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) des Bundesministeriums für Wirtschaft und Energie im Förderzeitraum 01.09.2017 bis 31.12.2020 (Projekt Nr. 23305/005#006; FA-Nr. 6/21),“ Kienbaum Consultans International GmbH, 25. 11. 2021. [Online]. Available: https://www.bundeswirtschaftsministerium.de/Redaktion/DE/Publikationen/Industrie/industrielle-gemeinschaftsforschung-igf-2020.pdf?__blob=publicationFile&v=1. [Zugriff am 05 08 2025].