INATECH
INSTITUT FÜR NACHHALTIGE
TECHNISCHE SYSTEME

UNI FREIBURG

SCHARF
Jahresbericht 2019

Jahresbericht 2019
Forschungsprojekt SCHARF
Skalenübergreifende Charakterisierung robuster funktionaler Materialsysteme

Veröffentlicht von:
INATECH, Universtität Freiburg
Emmy-Noether-Str.2, 79110 Freiburg
Projektleitung:
Prof. Dr.-Ing. habil. Stefan Hiermaier

Projekt gefördert von der Carl-Zeiss-Stiftung im Rahmen der Sonderlinie 2017/2018 »Grundlagenwissenschaften mit Anwendungsbezug«
Dauer: 6/2018 bis 6/2024

Stand: Oktober 2019

Skalenübergreifende Charakterisierung für neue Materialsysteme

Materialsysteme der Zukunft bestehen aus synthetischen Grundmaterialien, deren Eigenschaften und Verhalten durch die innere Struktur festgelegt werden. Ein Zugang zum Verständnis der Zuverlässigkeit dieser Materialsysteme kann jedoch nur erfolgen, wenn die initial vorliegenden strukturellen Eigenschaften wie auch die in der Nutzungsphase entstehenden Defekte über alle relevanten Größenskalen experimentell erfasst und theoretisch beschrieben werden können.

Das SCHARF-Forschungsprojekt stellt diese Fragestellungen in den Mittelpunkt. Es untersucht die Zusammenhänge zwischen Strukturen – inklusive Defekten – auf atomistischer, mikroskopischer und mesoskopischer Größenskala und dem resultierenden makroskopisch beobachtbaren Verhalten.

Im zurückliegenden Jahr wurden die Grundlagen zur Realisierung dieses Forschungsvorhabens gelegt. Der hier vorliegende Bericht gibt Ihnen Einblick in den aktuellen Fortschritt des Projekts. Der Bericht ist nach den untersuchten Längenskalen geordnet: Er startet auf der Nanoskala, weitere Kapitel folgen bis zur makroskopischen Ebene. Ein skalenübergreifendes abschließende Kapitel behandelt die Möglichkeiten der röntgenbasierten Computer-Tomographie.

Herzlichst,

Prof. Dr.-Ing. habil. Stefan Hiermaier
Direktor Fraunhofer EMI, Institutsleiter INATECH, Projektleiter SCHARF

Inhalt

06

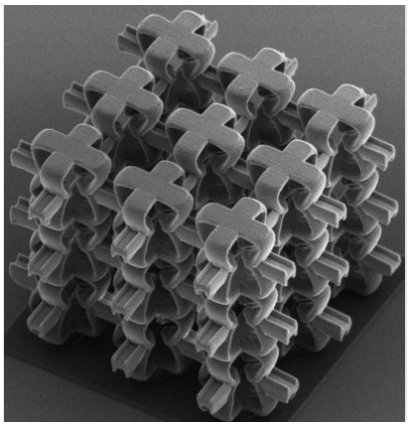
Halbleiter-Materialsysteme

Die Charakterisierung und das Engineering atomarer Defekte sowie die Positionierung einzelner Atome in kristallinen Halbleitermaterialien ermöglicht sowohl ein grundlegendes Verständnis als auch die kontrollierte Änderung von Materialeigenschaften auf der Nanoskala. Hierzu gehört das Verständnis von geladenen Punktdefekten in piezoelektrischen Kristallen sowie die Kontrolle einzelner Elektronen-Spins in Diamant.

18

Defect-Engineering und hybride Materialsysteme

Die neuartige Technologie der Ultraschallermüdung erlaubt es angestrebte Lebensdauern von vielen Jahren in nur wenigen Tagen für Faserverbundwerkstoffe zu überprüfen. So können Schädigungsmechanismen, die zumeist von Defekten und Inhomogenitäten ausgehen, studiert und zur Entwicklung robuster langlebiger Materialsysteme genutzt werden.



30

Mechanische Metamaterialien

Strukturen interagieren auf verschiedenen Skalen. Dieses grundlagenorientierte Verständnis wird genutzt, um Materialsysteme mit neuartigen Eigenschaften und Funktionen zu schaffen. Eingesetzt wird das Laserschmelzverfahren von Metallen, das hochaufgelöste dreidimensionale Strukturen erzeugt.

40

Additive Fertigung von programmierbaren Materialsystemen

Programmierbare Materialien nutzen Mechanismen und mesoskopische mechanische Strukuren als logische Elemente um Informationen zu verarbeiten und zu reagieren. Sie zeichnen sich dadurch aus, dass ihr Verhalten in die innere Struktur hineinprogrammiert ist.

50

Entwicklung von in-situ computertomographischen Methoden

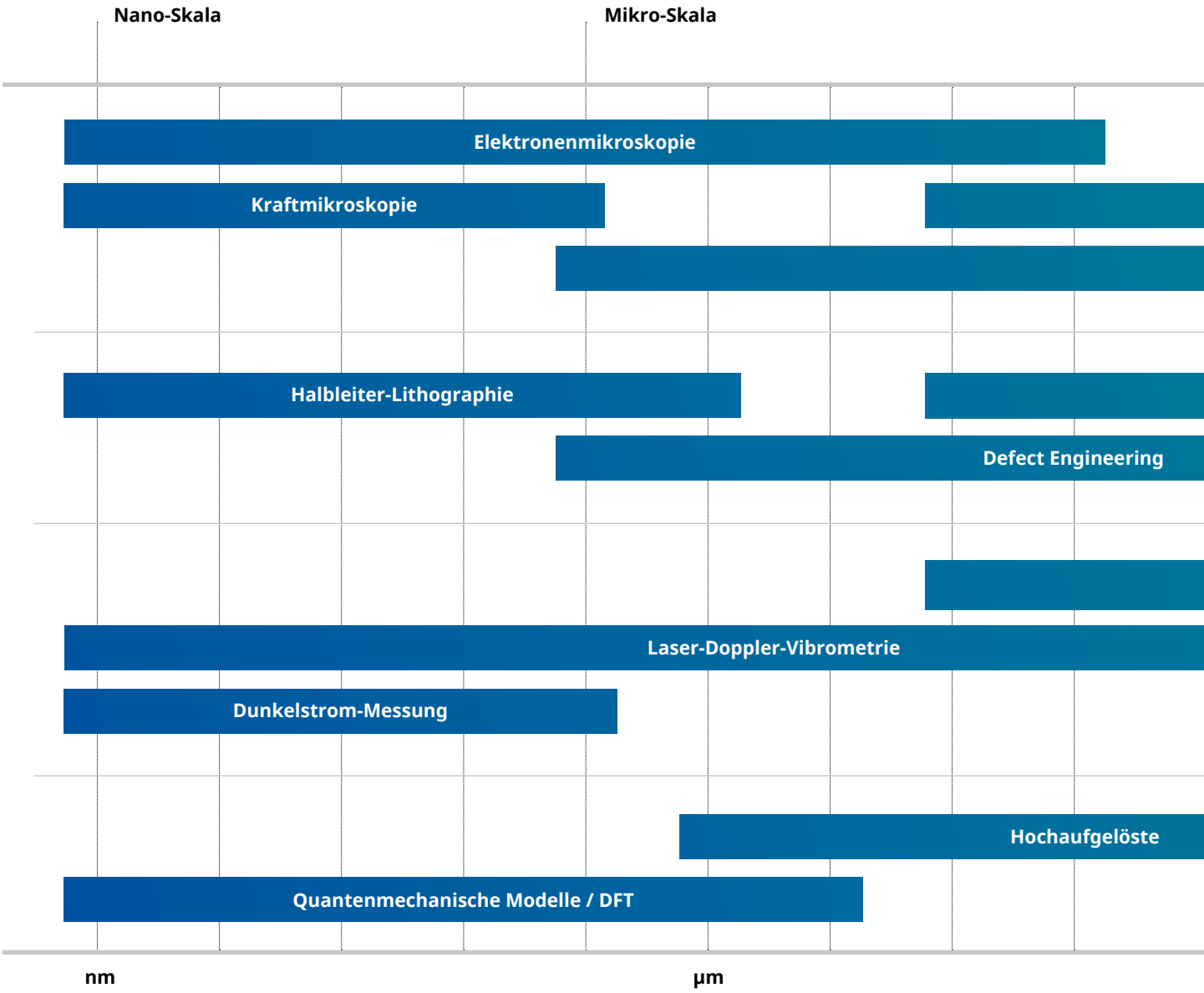
Die Entwicklung der letzten Jahre bei spektroskopischen Detektoren und Nanofokus-Röntgenröhren ermöglicht das Design innovativer Röntgenanalysegeräte. Sie besitzen ein ähnliches Leistungsvermögen wie eine Synchrotronquelle und liefern gleichzeitig Beugungsbilder, Defektverteilungen und dreidimensionale Informationen für unterschiedliche Materialsysteme.

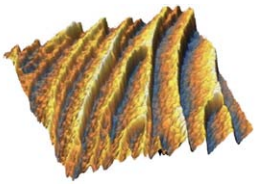
04 Maßnahmen & Methoden

62 Projektteam

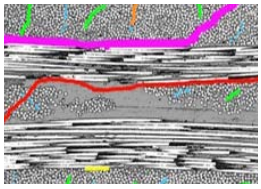
64 Das INATECH

Maßnahmen und Methoden

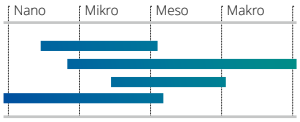




Strukturelle Analyse Mit Hilfe der Kraftmikroskopie können atomare Stufen an der Oberfläche von Halbleitermaterialien sichtbar gemacht werden.

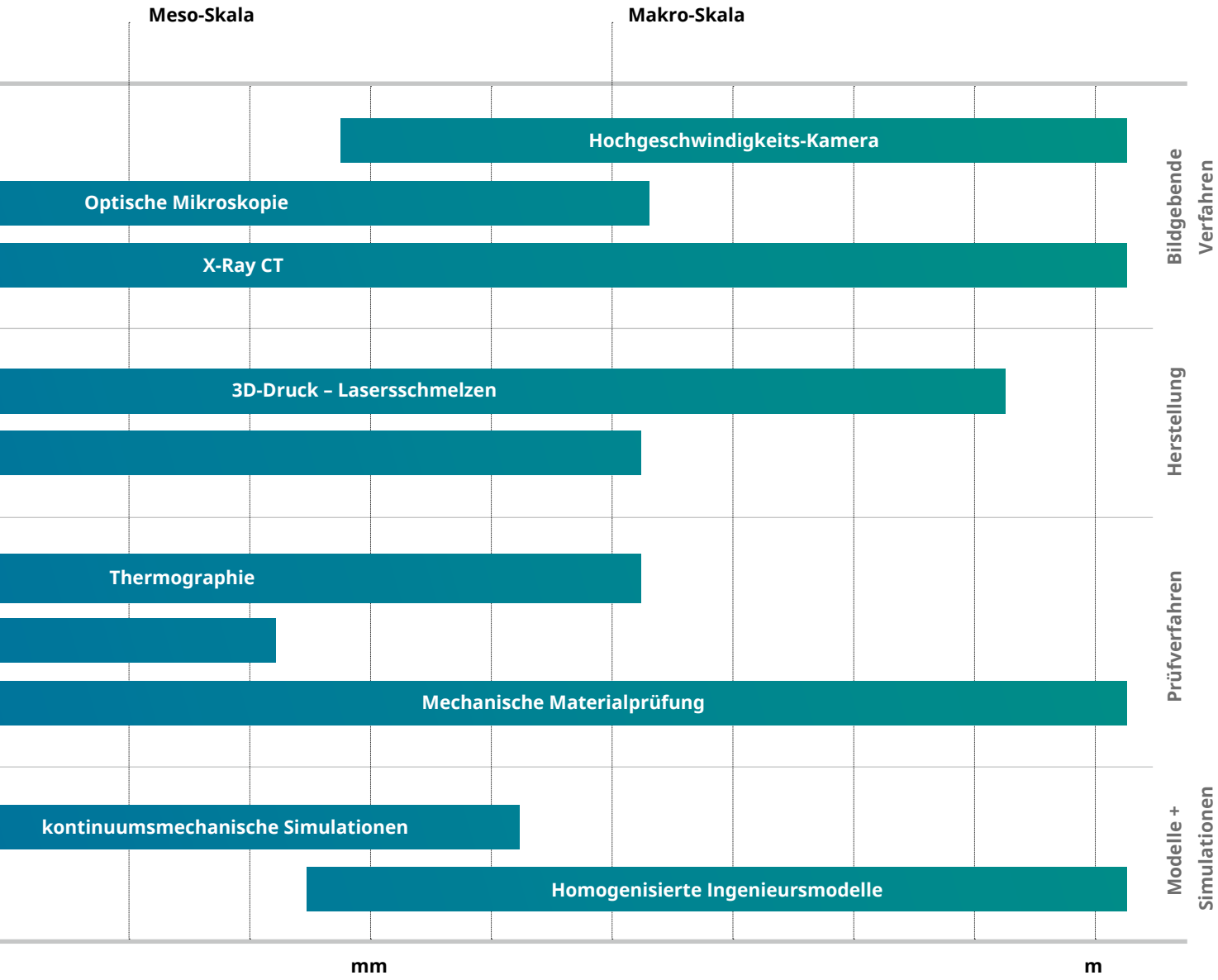


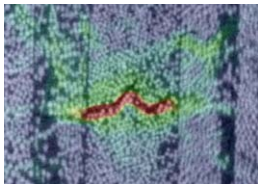
Defect Engineering Defekte und Inhomogenitäten bestimmen die Lebensdauer, sobald die Schwelle der lokalen Festigkeit überschritten wird. Mit ultraschallbasierten Methoden werden diese Einflüsse studiert, um robuste nachhaltige Systeme zu ermöglichen.



Kurzübersicht

Zu Beginn jedes Kapitels befindet sich eine Kurzlegende, die Aufschluss über Größenskala und verwendete Methoden gibt.

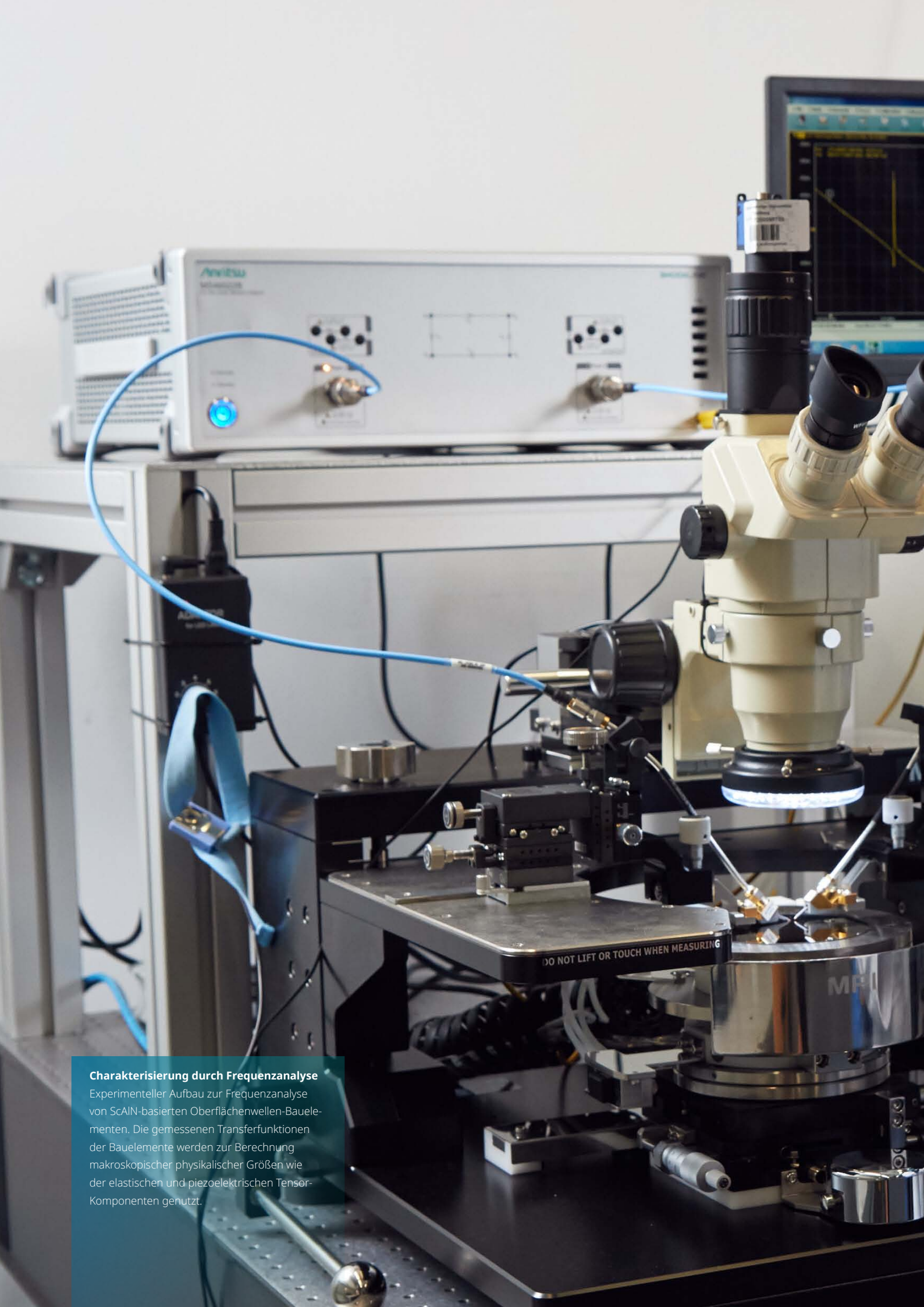




Faserverbundwerkstoff Sie bestehen aus hochfesten Fasern und einer umgebenden Polymermatrix. Röntgenbasierte Methoden zeigen im Inneren verborgene Defekte und helfen, ihren Entstehungsmechanismus zu verstehen.

Metamaterialien Ihre maßgeschneiderten Eigenschaften werden für die jeweilige Anwendung optimiert. Um den Reifegrad der Technologie zu erhöhen, werden prozessbedingte Strukturdefekte charakterisiert.

Halbleiter-Materialsysteme



Charakterisierung durch Frequenzanalyse
Experimenteller Aufbau zur Frequenzanalyse von ScAlN-basierten Oberflächenwellen-Bauelementen. Die gemessenen Transferfunktionen der Bauelemente werden zur Berechnung makroskopischer physikalischer Größen wie der elastischen und piezoelektrischen Tensor-Komponenten genutzt.

SCOPE
LEFT
AUX
RIGHT
CHUCK
ON
OFF

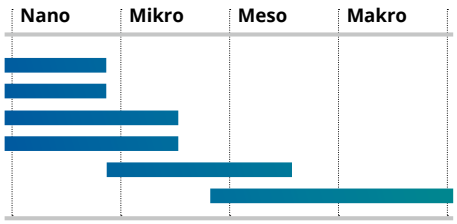
Halbleiter-Materialsysteme

Im Rahmen des Teilprojekts »Halbleiter Materialsysteme« werden Scandium-aluminiumnitrid-Schichten (ScAlN) auf Siliziumsubstrate aufgebracht und im Hinblick auf ihre mechanischen und piezoelektrischen Eigenschaften für Anwendungen in akustischen Hochfrequenzfiltern optimiert. Hierfür ist es erforderlich ein grundlegendes Verständnis der Materialeigenschaften von ungeordneten, hexagonalen ScAlN-Mischkristallen ausgehend von den Elektronenkonfigurationen der beteiligten Atome, über die nanoskalige, kolumnare Kristallstruktur bis hin zu den gemessenen makroskopischen mechanischen und piezoelektrischen Tensor-Komponenten zu erlangen.

Welche neuen Möglichkeiten eröffnet die Forschung?

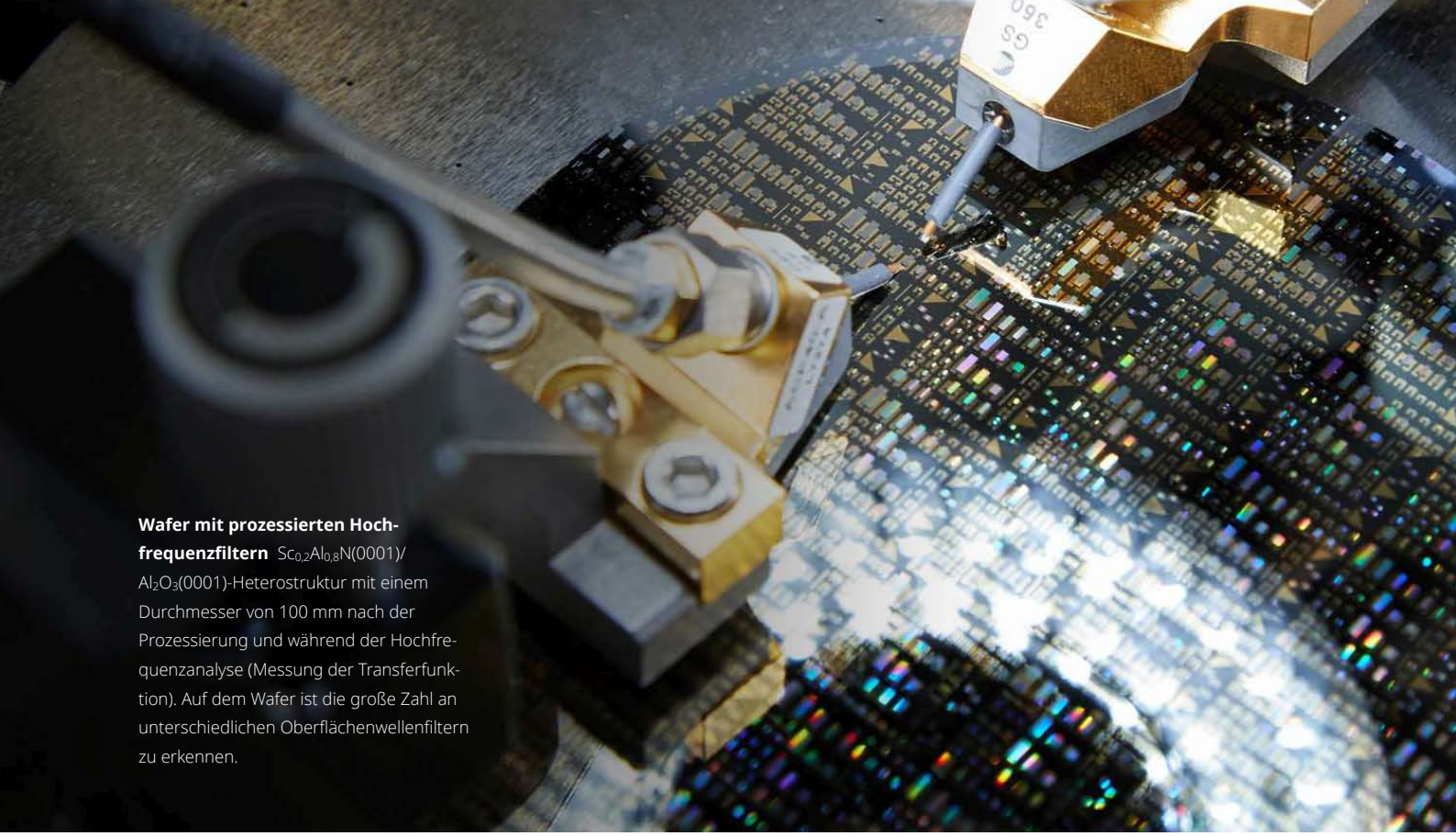
Innerhalb kurzer Zeit haben sich unsere Kommunikationssysteme von Einweg-Funksystemen zu mobilen Komplettlösungen weiterentwickelt. Wir können gleichzeitig sprechen und hören, zugleich GPS, Internet, Mobilfunk und Bluetooth nutzen. Das hat auch seinen Preis: Jede Kommunikation benötigt ein eigenes Frequenzband, die beim Nutzer durch einen leistungseffizienten und kompakten Bandpassfilter aus dem Frequenzspektrum des Funknetzes herausgefiltert werden muss.

Schon heute befinden sich bis zu 12 Bandpassfilter auf der Basis von Oberflächen- oder Volumen-Wellen-Bauelementen mit piezoelektrischer Anregung in jedem Smartphone. Die Fähigkeit piezoelektrischer Materialien, elektrische Ladung in mechanische Vibration und mechanische Bewegung in elektrische Signale umzuwandeln, kommt in elektroakustischen Filtern zum Einsatz. Aufgrund der guten Kompatibilität mit Silizium-Technologien, der hohen thermischen Stabilität und der großen akustischen Geschwindigkeit, dominiert das piezoelektrische Aluminiumnitrid (AlN) die aktiven Schichten in Oberflächen- oder Volumenwellen basierten Frequenzfiltern. Jedoch sind die relativ geringe elektromechanische Kopplung und die niedrigen piezoelektrischen Koeffizienten limitierende Faktoren für zukünftige Anwendungen im Mobilfunk, bei sehr hohen Betriebsfrequenzen. Um die nächste Generation von piezoelektrischen Materialien zu entwickeln, wurde das Teilprojekt »Halbleiter Materialsysteme« im Rahmen von SCHARF gestartet. Es hat zum Ziel,



Eingesetzte Methoden:

Elektronen-Spin-Resonanz
Transmissions-Elektronenmikroskopie
Kraftmikroskopie
Röntgenbeugung
Röntgentopographie
Piezomesstechnik

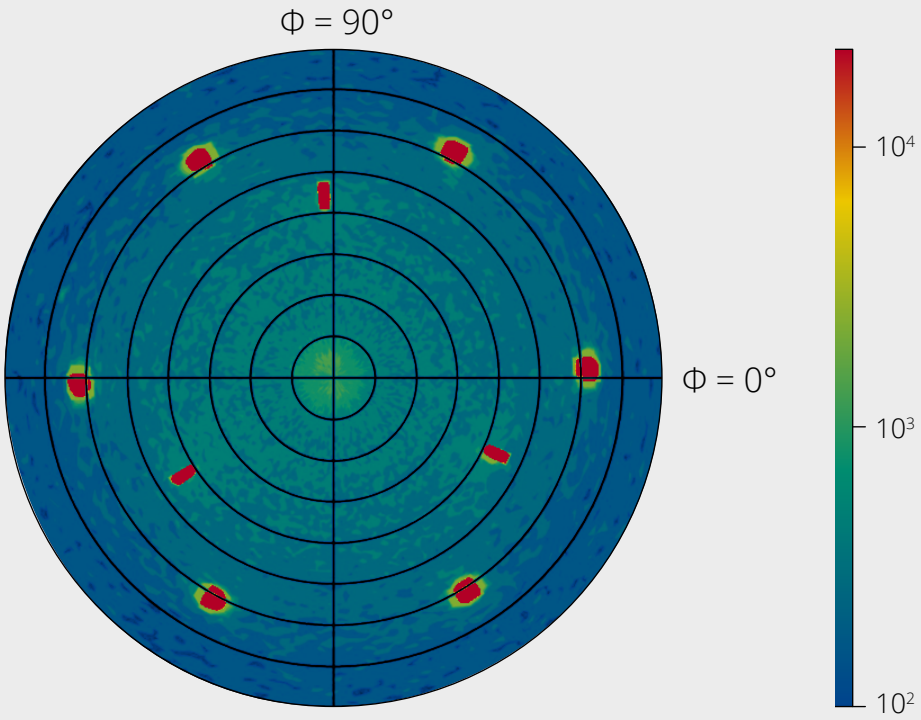


Wafer mit prozessierten Hochfrequenzfiltern $Sc_{0,2}Al_{0,8}N(0001)/Al_2O_3(0001)$-Heterostruktur mit einem Durchmesser von 100 mm nach der Prozessierung und während der Hochfrequenzanalyse (Messung der Transferfunktion). Auf dem Wafer ist die große Zahl an unterschiedlichen Oberflächenwellenfiltern zu erkennen.

leistungseffiziente, piezoelektrische Bandpassfilter auf der Basis von ungeordneten ScAlN-Mischkristallschichten für Betriebsfrequenzen von 2 bis 6 GHz zu entwerfen, zu prozessieren und in leistungselektronische Hochfrequenzkomponenten zu integrieren. Die ausschlaggebende Motivation für dieses Teilprojekt ist eine kürzlich veröffentlichte japanische Publikation, die zeigt, dass ScAlN mit Scandiumkonzentrationen von etwa 30 % wesentlich höhere piezoelektrische Koeffizienten und eine höhere elektromechanische Kopplung im Vergleich zu AlN ermöglicht.
Aus diesem Grunde haben Hersteller von Volumenwellen- und Oberflächenwellen-Bauelementen ein großes Interesse daran, in der nächsten Generation von Hochfrequenz-Filteranwendungen AlN/Si- durch ScAlN/Si-basierte Schichtstrukturen zu ersetzen.

Wo liegt der Schwerpunkt der Forschung?
Die piezoelektrischen Eigenschaften von AlN basieren auf seiner hexagonalen Kristallstruktur und auf dem ionischen Charakter der atomaren Al-N-Bindung. Durch den Einbau von Scandium wird der polare Charakter der Metall-Stickstoff Bindung erhöht und der Kristall kann leichter mechanisch deformiert werden.

Das reaktive Magnetron-Zerstäuben ist eine Technik der physikalischen Gasphasenabscheidung, die gut für die Synthese von ScAlN-Schichten genutzt werden kann. Zwei industrierelevante Ansätze zur Herstellung von ScAlN-Schichten, die im Rahmen des Projekts evaluiert werden, sind das Sputtern von Al-Sc-Sintertargets und das Co-Sputtern mit Hilfe mehrerer Al- und Sc-Targets. Parallel zur Materialentwicklung werden etablierte Prozesstechnologien zur Strukturierung und Metallisierung von ScAlN-Schichten mit unterschiedlichen Sc-Konzentrationen erforscht. Mit einer Modellierung unter Nutzung der Finiten-Element-Methode werden außerdem unterschiedliche Designs, welche die Leistungsfähigkeit der neuen Hochfrequenzfilter steigern könnten, untersucht. Aus den Simulationen ist bekannt, dass AlN-Schichten nur bis zu Frequenzen von 3,4 GHz eine ausreichende Güte und Übertragungsfunktion der

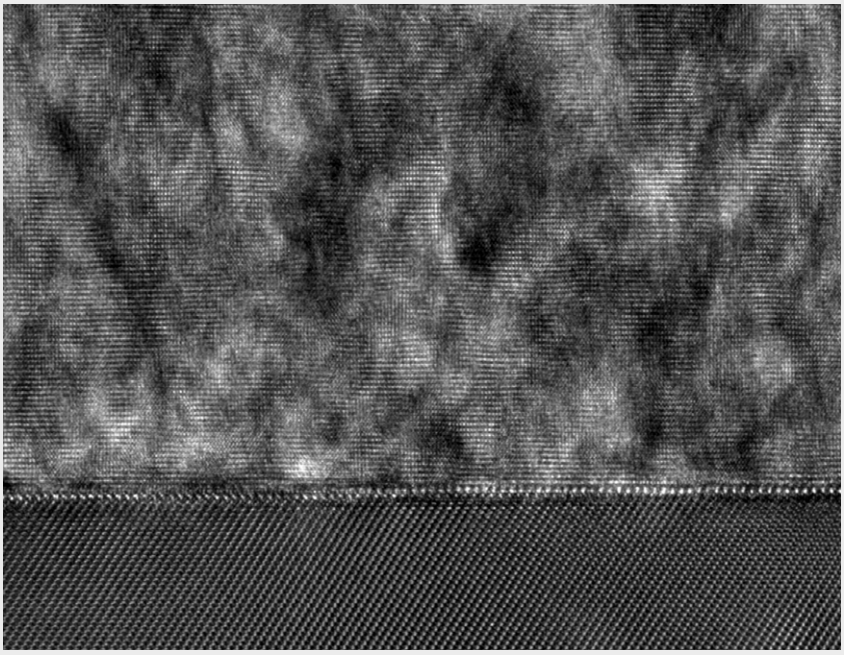


Röntgenbeugung
Polfigur einer $Sc_{0,2}Al_{0,8}N(0001)/Al_2O_3(0001)$-Mikrostruktur nach der Epitaxie mit Hilfe des Magnetron-Sputterns. Aus der Anordnung der Reflexe (rote Punkte) in Abhängigkeit vom Rotationswinkel des Substrats relativ zum einfallenden Röntgenstrahl erkennt man die hexagonale Symmetrie der ScAlN-Schicht sowie die dreizählige Symmetrie der c-Fläche des rhomboedrischen Saphir-Substrats.

Bandpassfilter zulassen, aber ab dem Jahr 2020 Transitfrequenzen von bis zu 6 GHz im Mobilfunk etabliert werden sollen. Daher hat eine intensive Suche nach piezoelektrischen Materialien eingesetzt, die aufgrund ihrer mechanischen Härte und größeren, piezoelektrischen Koeffizienten im Vergleich zu AlN, die Prozessierung der benötigten Hochfrequenzfilter zulassen.

Ein vielversprechendes Material, zu dem erste theoretische Arbeiten und experimentelle Daten vorliegen, ist ScAlN mit Scandium-Konzentrationen von bis zu 40%. $Sc_{0.4}Al_{0.6}N$ zeigt eine Steigerung des piezoelektrischen Koeffizienten d_{33} von etwa 400%. Allerdings nimmt die Härte des Materials mit zunehmender Sc-Konzentration ab, wodurch die Güte der Hochfrequenzfilter reduziert wird. Dies motiviert die Erforschung und vergleichende Evaluation der optimalen Kristallorientierung bzw. Kristallrichtung für die piezoelektrische Anregung und die dadurch erzeugte Ausbreitungsrichtung der akustischen Wellen in ScAlN. Aus diesem Grunde wurden in der ersten Phase des Teilprojekts durch eine systematische Kombination aus experimentellen und theoretischen Arbeiten alle Komponenten der elastischen, piezoelektrischen und dielektrischen Tensoren für hexagonale $Sc_xAl1_{-x}N$-Mischkristalle im Kompositionsbereich $0 \leq x \leq 0.45$ bestimmt.

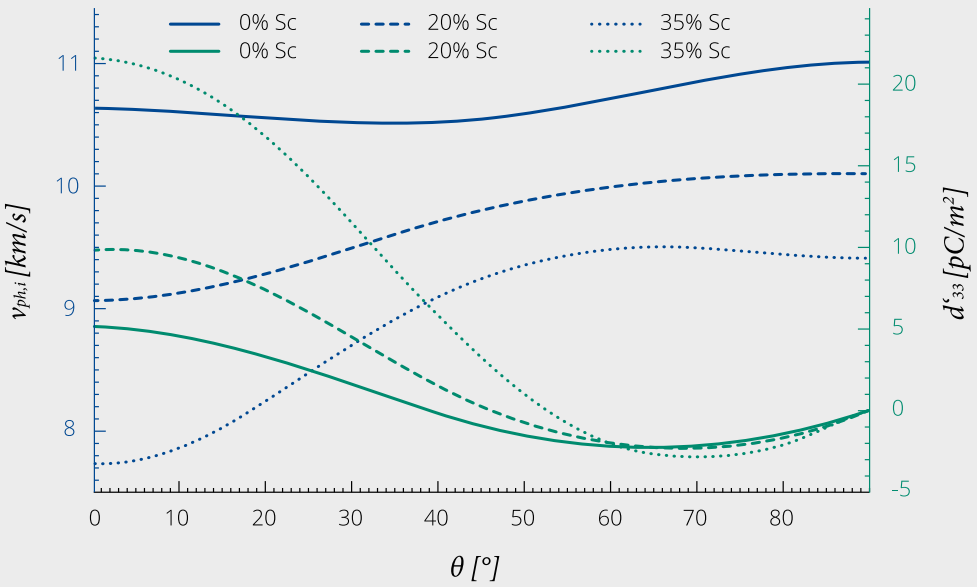
Was wurde 2019 erreicht?
In Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer IWM haben wir Dichtefunktionalrechnungen (DFT) an strukturellen, elastischen und piezoelektrischen Komponenten ungeordneter hexagonaler ScAlN-Kristalle durchgeführt. Für die theoretische Vorarbeit wurden repräsentative Superzellen mit 32 und 72 Atomen konstruiert und Strukturparameter wie die Gitterkonstanten a(x) und c(x) sowie die Atomkoordinaten, Bindungslängen und Winkel berechnet. Zu diesem Zweck wurde eine strukturelle Relaxation der Atompositionen im Hinblick auf eine verschwindende elastische Spannung und minimierte interatomare Kräfte berechnet. DFT-Simulationen wurden unter Verwendung einer PBE-GGA-Austauschkorrelationsfunktion und eines entsprechenden PAW-Pseudopotentials



Transmissions-Elektronenmikroskopie
Die atomare und nanoskalige Struktur der Kristallschichten wird mit Hilfe der Transelektronenmikroskopie analysiert. Zu erkennen ist die atomare Anordnung an der $Sc_{0,2}Al_{0,8}N(0001)/Al_2O_3(0001)$-Grenzfläche, die auch ein Nachweis des gelungenen epitaktischen Wachstums von ScAlN auf Saphir-Substraten darstellt.

3 nm

für 5, 3 und 11 Valenzelektronen für N, Al und Sc durchgeführt. Basierend auf unseren vorläufigen theoretischen Simulationen, mit einer vergleichbaren Verformung eines hexagonalen AlN- und $Sc_{0.35}Al_{0.65}N$-Kristalls, sagen wir eine 350%-ige Zunahme des piezoelektrischen Koeffizienten d_{33} voraus, der relevant für die piezoelektrische Polarisation parallel zur Längsachse der hexagonalen ScAlN-Kristalle ist. Die durch Substitution von Al- durch Sc-Atome erreichte Erhöhung der piezoelektrischen Polarisation ermöglicht eine Verdoppelung des Kopplungskoeffizienten. Gleichzeitig nimmt die Phasengeschwindigkeit, die in einem Winkel von 60 ° zur Längsachse ([0001] –Richtung) orientiert ist, nur um 10% ab. Wenn die theoretischen Vorhersagen experimentell verifiziert werden könnten, würde die piezoelektrische Anregung entlang der Achse und die Ausrichtung der Schallwelle in einem Winkel von ungefähr 60 Grad piezoakustische Bauelemente mit signifikant verbesserter Energieeffizienz bei höherer Transitfrequenz ermöglichen. Experimentell haben wir in enger Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer IAF und den Firmen Evatec und Qualcomm umfangreiche Erfahrungen im Wachstum von ScAlN gesammelt. ScAlN-Dünnfilme wurden durch Magnetron-Sputtern auf Al_2O_3- und Si-Substraten hergestellt und mit strukturellen (Röntgenbeugung, Transmissionselektronenmikroskopie), elektrischen (Leitfähigkeit, Hall-Effekt, CV-Messungen) und optischen Methoden (Raman-Spektroskopie, spektral aufgelöste Photoleitung und Ellipsometrie) analysiert. Dünne Filme, die bei Substrattemperaturen von 300 °C bis 400 °C mit Dicken von 100 bis 2000 nm und hexagonaler kolumnarer Struktur gezüchtet wurden, zeigen eine heteroepitaxiale Beziehung zu den Al_2O_3 -Substraten. Diese Schichten eignen sich sehr gut für die Prozessierung und Evaluierung von ScAlN als aktive Komponente in piezoakustischen Hochfrequenzfiltern.

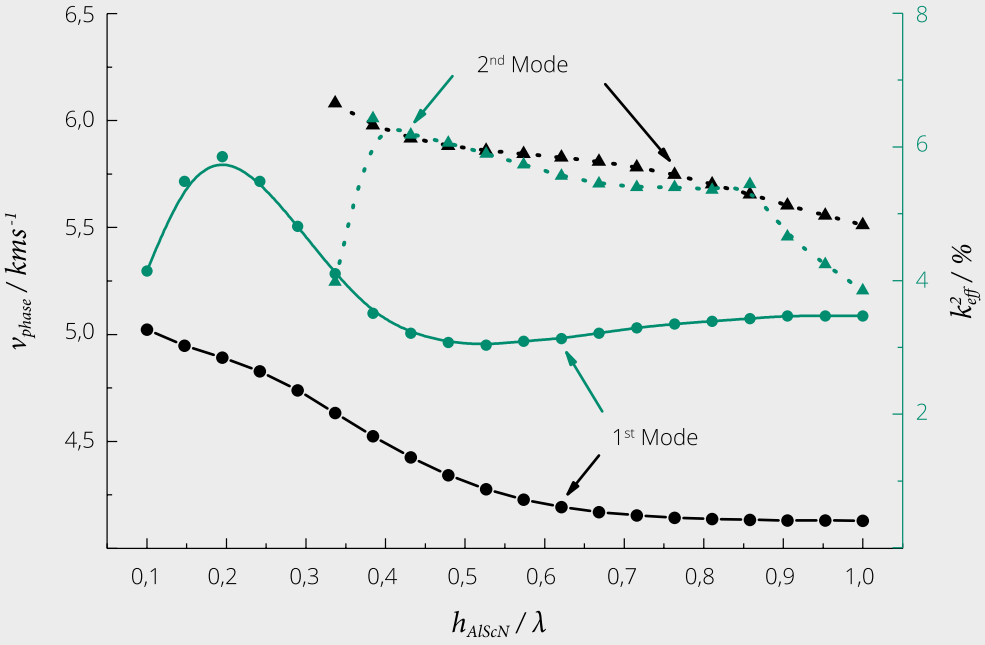


Physikalische Eigenschaften
Phasengeschwindigkeit (blaue Linien) und piezoelektrischer Koeffizient d_{33} (grüne Linien) von AlN, $Sc_{0,2}Al_{0,8}N$ und $Sc_{0,4}Al_{0,6}N$ in Abhängigkeit vom Winkel θ zur c-Achse der hexagonalen Kristalle. Aus den theoretischen Simulationen wird eine Zunahme des piezoelektrischen Koeffizienten und eine Abnahme der Phasengeschwindigkeit mit wachsendem Sc-Gehalt und sinkendem Winkel θ prognostiziert.

Was steht für 2020 an?
Der weitere Arbeitsplan des Projekts ist in zwei wissenschaftliche Arbeitspakete gegliedert, die über die nächsten Projektmonate systematisch aufeinander aufbauen. Im ersten Arbeitspaket wird ein hierfür optimiertes Kraftmikroskop (PFM) zur orientierungsabhängigen Bestimmung der elastischen und piezoelektrischen Eigenschaften der gewachsenen ScAlN-Schichten genutzt. Elektrisch isolierende Kristallschichten mit möglichst wenig geladenen Defekten und freien Ladungsträgern werden durch Wechselspannungen in Schwingung versetzt und die piezoelektrische Verformung präzise gemessen.

Durch einen systematischen Satz aufeinanderfolgender Messungen entlang verschiedener Kristallorientierungen werden die experimentellen Datensätze zur Berechnung aller Koeffizienten der elastischen und piezoelektrischen Tensoren bestimmt und mit den von AlN-Einkristallen bekannten Daten verglichen. Mit Hilfe dieser Daten sowie COMSOL- und MATLAB-Simulationen können die höchstmöglichen Kopplungskoeffizienten und Übertragungsfunktionen der Hochfrequenzfilter als Funktion der Kristallzusammensetzung und -orientierung bestimmt werden. Die bestmögliche Übertragungsfunktion und Energieeffizienz der Bauelemente im Frequenzbereich zwischen 3 und 6 GHz wird daraufhin evaluiert. Oberflächenwellen-Bauelemente (SAW) werden aus ScAlN-Schichten mit hohem Potential (beste strukturelle Qualität, maximale Härte und höchste piezoelektrische Koeffizienten) hergestellt und durch einen programmierbaren Vektornetzwerkanalysator charakterisiert.

Auf diese Weise möchten wir das skalenübergreifende Verständnis von ungeordneten ScAlN-Mischkristallen zur Evaluation von möglichen Anwendungen in hochfrequenzelektronischen Bauelementen einsetzen.



Simulation von piezoakustischen Bauelementen
Phasengeschwindigkeit (schwarze Linien) und effektiver Kopplungskoeffizient (grüne Linien) von $Sc_{0,4}Al_{0,6}N(0001)/Al_2O_3(0001)$- (Kreise) und $Sc_{0,4}Al_{0,6}N(11\text{-}20)/Al_2O_3(1\text{-}102)$-Resonatoren (Dreiecke) in Abhängigkeit von Schichtdicke und Wellenlänge.

Verlauf des Projektes

12|**19** 12|**20** 12|**21** 12|**22**

06|19 Inbetriebnahme der Elektronen- und Röntgenbeugungsanlagen zur strukturellen Diagnostik auf Nano- und Mikrometer-Skala ist erfolgreich abgeschlossen.

12|19 Halbleiterbasierte-Materialsysteme und auf ihnen beruhende elektronische Bauelemente wurden hergestellt, ihre Funktion demonstriert und ihre Lebensdauer bestimmt.

06|20 Die strukturellen Eigenschaften der synthetischen (halbleitenden) Materialsysteme und Bauelemente wurden skalenübergreifend analysiert und simuliert. Die strukturellen Effekte auf Nano- und Mikroskala sind bekannt.

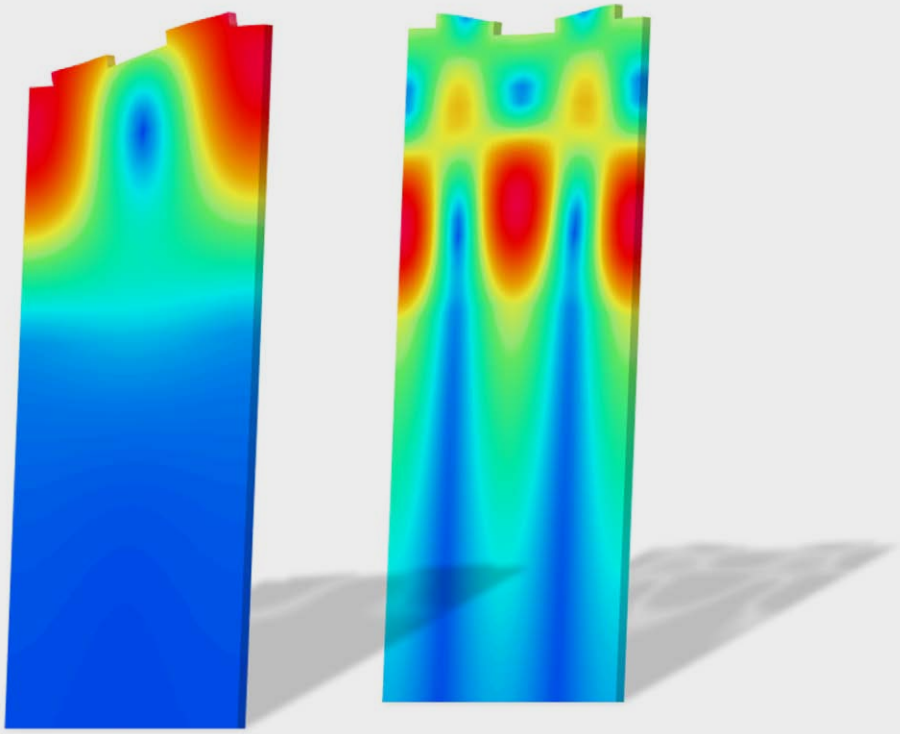
12|20 Die mechanischen Eigenschaften und die Tensor-Komponenten der elastischen Eigenschaften des Halbleiter- Materialsystems sowie seine mechanische Robustheit wurden bestimmt.

06|21 Die kontrollierte Degradation des Materialsystems wurde durchgeführt (z. B. Erzeugung von Punktdefekten durch Ionenimplantation, Liniendefekte durch Ultraschallbasierte Belastung).

12|21 Die strukturellen Eigenschaften der synthetischen (halbleitenden) Materialsysteme und Bauelemente wurden skalenübergreifend analysiert und simuliert. Die strukturellen Effekte von Nano- bis Makroskala sind bekannt.

06|22 Die mechanischen Eigenschaften und die Tensor- Komponenten der elastischen Eigenschaften des degradierten Halbleiter-Materialsystems wurden vollständig bestimmt. Es wurde ein Konzept zur Erhöhung der Robustheit des Materialsystems entwickelt.

12|22 Die verbesserte mechanische Robustheit des Materialsystems ist demonstriert. Optimierte Halbleiterbasierte-Materialsysteme und auf ihnen beruhende elektronische Bauelemente wurden hergestellt, ihre Funktion und erhöhte Lebensdauer demonstriert.



Finite-Elemente-Rechnungen
Falschfarbenbilder der Simulationsergebnisse von Amplitudenprofilen einer Rayleigh- und einer Sezawa-Welle in einer $ScAlN/Al_2O_3$-Heterostruktur mit interdigitalen Kupferkontakten.

Das knifflige Detail

Die elektromechanische Kopplung von piezoelektrischen ScAlN-Filmen kann weiter erhöht werden, indem die c-Achse der hexagonalen ScAlN-Kristalle in die Ausbreitungsrichtung der akustischen Oberflächenwelle ausgerichtet wird.

Dies wurde bereits mit Hilfe von AlN- und GaN-Kristallen, die auf r-Flächen von Al_2O_3-Substrat epitaxiert wurden, demonstriert. Um zu prognostizieren wie groß der Gewinn im Kopplungskoeffizienten für ScAlN-Kristalle mit unterschiedlichen Sc-Konzentrationen sein kann, simulieren wir die piezoakustischen Schwingungen von ScAlN(11-20)/Al_2O_3(1-102) SAW-Resonatoren, einschließlich ihrer Interdigital-Wandler, unter Verwendung der Finite-Elemente-Methode für Wellenlängen zwischen λ = 1 – 10 µm. Aus der symmetrischen (f_{sym}) und der antisymmetrischen Eigenfrequenz (f_{asym}) berechnen wir für Rayleigh- und Sezawa-Wellen die Phasengeschwindigkeit v_{phase} und das Reflexionsvermögen r:

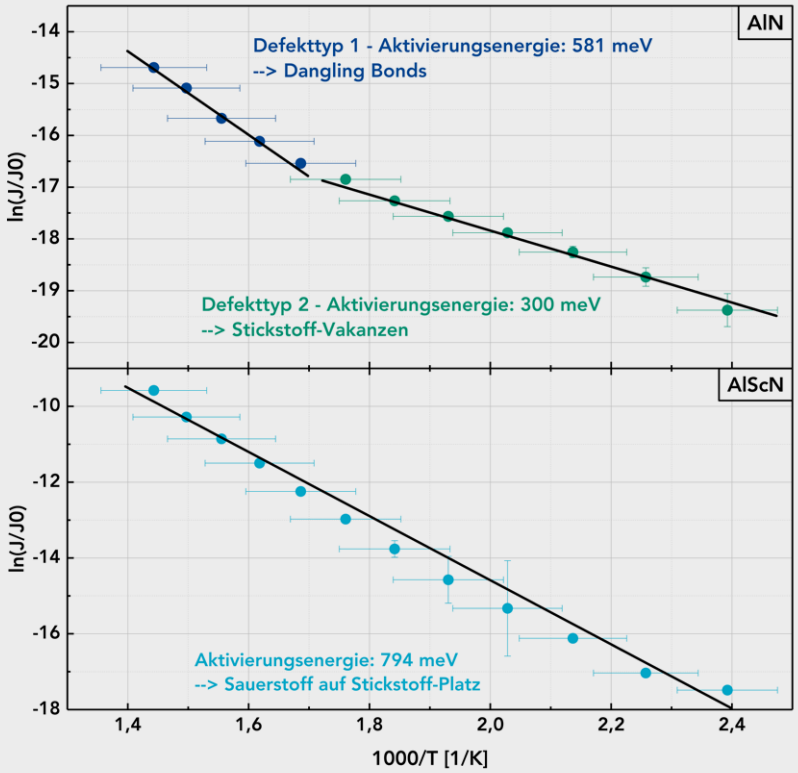
$$v_{phase} = \frac{f_{sym}+f_{asym}}{2}\lambda,$$

$$r = \pi\frac{f_{asym}+f_{sym}}{f_{asym}-f_{sym}}.$$

Die elektrische Admittanz wird aus der Frequenzbereichsanalyse erhalten und die effektive elektromechanische Kopplung k^2_{eff} aus der Serienresonanz f_r und der Parallelresonanz f_a berechnet:

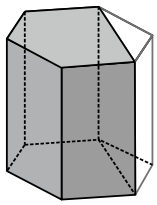
$$k^2_{eff} = \frac{f_a^2-f_r^2}{f_a^2}.$$

Unsere Ergebnisse zeigen einen Anstieg der effektiven elektromechanischen Kopplung k^2_{eff} und des Reflexionsvermögens r für Oberflächenwellen-Bauelemente auf Basis von $Sc_{0,4}Al_{0,6}N$(11-20)/Al_2O_3(1-102) Heterostrukturen. Wir prognostizieren ein Maximum der effektiven elektromechanischen Kopplung für Rayleigh-Wellen von k^2_{eff} = 5,8 % bei einer ScAlN-Schichtdicke von d = 1 µm und einer Wellenlänge von λ = 5 µm. Weiterhin beobachten wir das Auftreten von Sezawa-Wellen mit einer noch höheren Kopplung von k^2_{eff} = 6,2 % und einer bemerkenswert großen Phasengeschwindigkeit v_{phase} = 6 km/s. Das Reflexionsvermögen r von Rayleigh-Wellen zeigt für $Sc_{0,4}Al_{0,6}N$(11-20)/Al_2O_3(1-102)-Resonatoren ein Maximum von 20 % und ist damit fast dreimal so hoch wie das maximale Reflexionsvermögen von konventionellen $Sc_{0,4}Al_{0,6}N$(0001)/Al_2O_3(0001)-Resonatoren. Der Vergleich der akustischen Eigenschaften von konventionellen

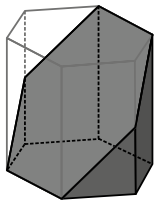


Elektrische Leitfähigkeit
Aus Messungen der elektrischen Dunkelleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur, werden mit Hilfe einer Arrhenius-Auftragung die atomaren Punktedefekte und Verunreinigungen in ScAlN-Schichten mit unterschiedlichen Sc-Gehalten identifiziert.

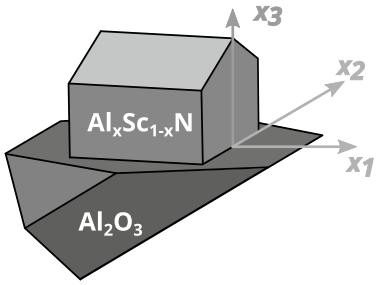
$Sc_{0,4}Al_{0,6}N(0001)/Al_2O_3(0001)$ und den von uns vorgeschlagenen $Sc_{0,4}Al_{0,6}N(11\text{-}20)/Al_2O_3(1\text{-}102)$-basierten SAW-Resonatoren unterstreicht den Vorteil einer optimierten Anpassung zwischen Kristallorientierung der piezoelektrischen ScAlN-Schichten und der Ausbreitungsrichtung der Rayleigh- oder Sezawa-Wellen. Auch demonstrieren unsere theoretischen Ergebnisse das generell hohe Potenzial von ScAlN (11-20)-Dünnfilmen für Hochfrequenz-SAW-Resonatoren mit großen Kopplungskoeffizienten und Bandbreiten, wie sie im weiteren Verlauf des Projekts auch prozessiert und experimentell evaluiert werden sollen.



90°, -90°, 90°



60°, 57,3°, -90°



Defect-Engineering und hybride Materialsysteme

Beschleunigte Lebensdauerprüfung
Die neuentwickelte und patentierte Prüftechnik nutzt Leistungsultraschall zur Schädigungsinitiierung, um robuste Materialsysteme mit Lebensdauern von mehr als 20 Jahren in vertretbaren Entwicklungszeiten zu ermöglichen. Auf Basis des hybriden Materialsystems CFK soll die Technologie auf weitere Materialsysteme übertragen werden.

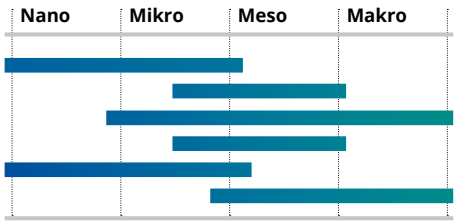
Polytec

Defect-Engineering und hybride Materialsysteme

Defekte limitieren den sicheren und langlebigen Betrieb moderner technischer Ingenieurssysteme, beispielsweise bei Windkraftanlagen, Getriebe- oder Rotorkomponenten. Das Ziel ist daher, die innere Defektstruktur unterschliedlicher Materalsysteme auf dem Weg zu robusten wie auch reparierbaren erneuerbaren Werkstoffsystemen zu erforschen. Dazu bedarf es zuverlässiger und schneller Methoden, um neue Materialsysteme auf Langlebigkeit und Wiederverwendbarkeit prüfen zu können.

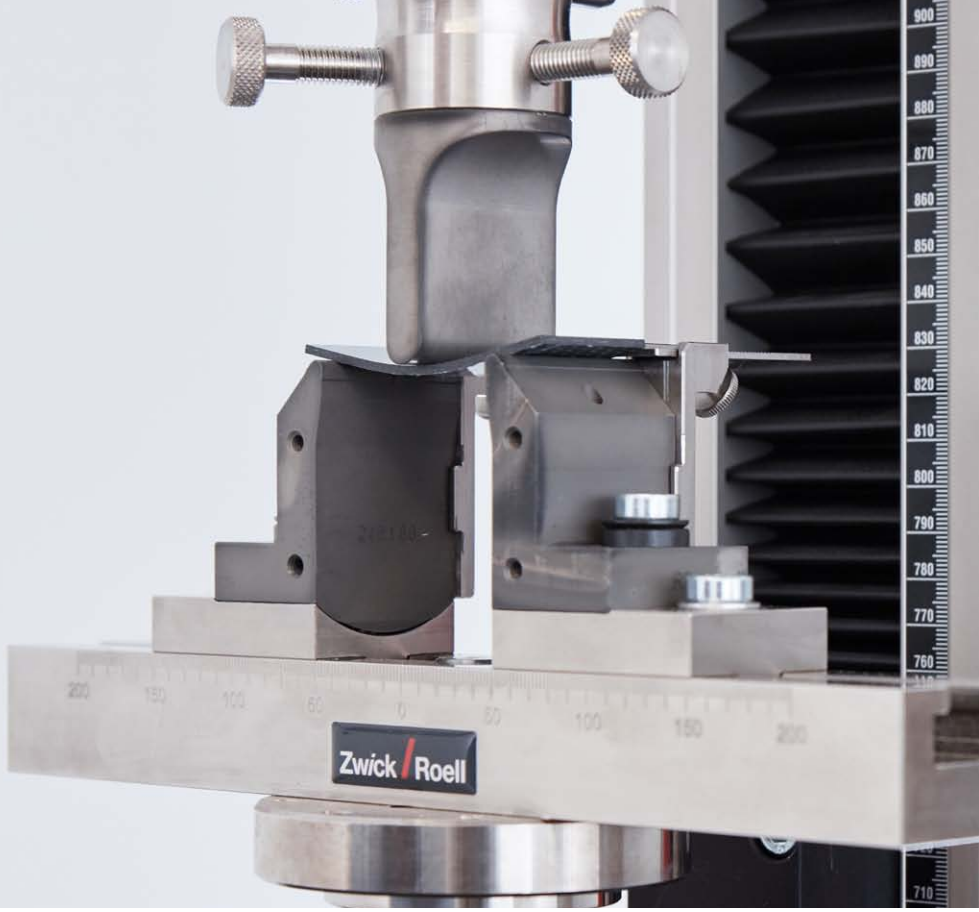
Welche neuen Möglichkeiten eröffnet die Forschung?

Die unlängst erfolgreich entwickelte und patentierte Prüfmethode zur Ultraschallermüdung an polymeren Faserverbundwerkstoffen (FVW) stellt eine Hochdurchsatzmethode zur beschleunigten Ermüdungsprüfung und somit Lebensdauerabschätzung dar. Diese Prüfmethode erlaubt es erstmalig, für Faser-Kunststoff-Verbunde Lebensdauerexperimente bis in den Bereich von einer Milliarde Lastzyklen zu realisieren, d.h. Lebensdauern von vielen Jahren in nur wenigen Tagen Versuchszeit abschätzen zu können. Die Bedeutung dieser stetig wachsenden Werkstoffgruppe nimmt im Bereich der Windkraft sowie der Fahrzeug- und Flugzeugindustrie weiterhin stark zu. Genau in diesen Segmenten ist der genannte enorme Umfang an Lastzyklen bereits anwendungsrelevant, wenn es um Leistungserhöhung, Laufzeitverlängerung sowie Langlebigkeit von 20 oder mehr Jahren geht. So können mittels Leistungsultraschall vorhandene, zumeist herstellungsbedingte Defekte angesprochen werden bzw. zur Rissinitiierung und deren Wachstum führen. In Zusammenarbeit mit den Projektkollegen am FMF sowie am Fraunhofer IAF können u.a. mittels hochauflösender Röntgenmikroskopie derartige Volumenschädigung sichtbar und quantifizierbar werden. Hierzu zählen im Falle von FVW zunächst Matrixrisse oder Faser-Matrix-Dekohäsionen aber auch Mikro-, Meta- und Makro-Delaminationen. Das Ziel der ermittelten Initiierungs- und Wachstumsmechanismen ist die Ableitung von Maßnahmen zur Verhinderung bzw. Reduzierung der



Eingesetzte Methoden:

Elektronenmikroskopie
Optische Mikroskopie
X-Ray CT
Thermographie
Laser-Doppler-Vibrometrie
Mechanische Materialprüfung



Robuste Materialsysteme als Basis für nachhaltige technische Systeme
Die Kenntnis und Beherrschung von unvermeidbaren Schwachstellen und Defekten ermöglichen einen sicheren Betrieb.

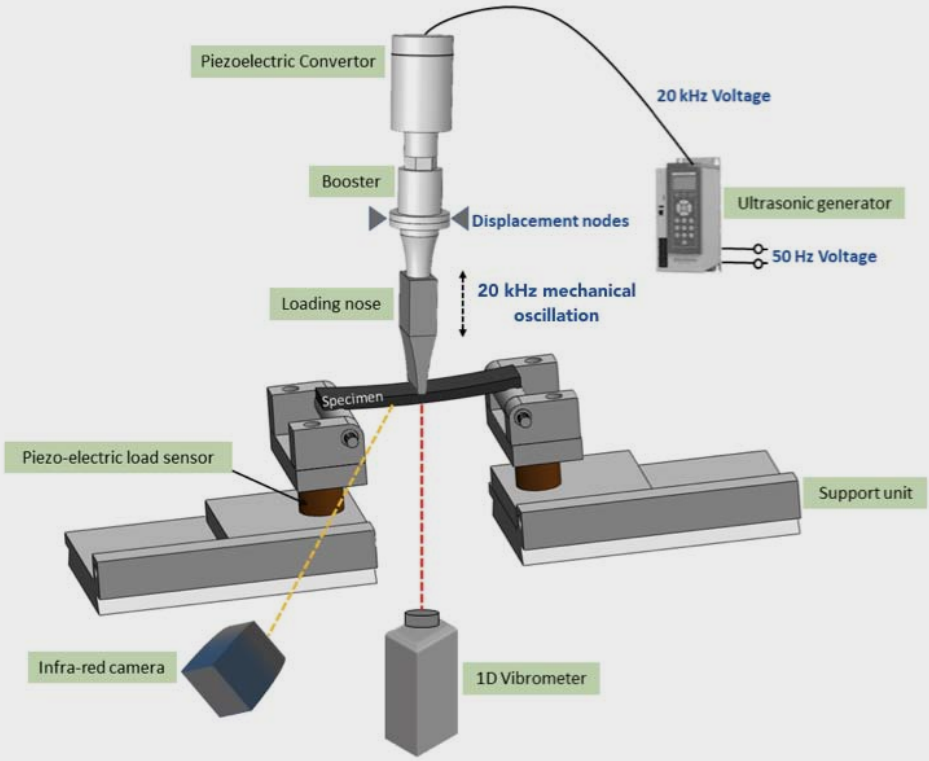
Hierzu werden moderne Methoden zur mechanischen Werkstoffprüfung (Ultraschallermüdung) und Schädigungsbeschreibung (Tomographie) gekoppelt, um Mechanismen zu verstehen und Werkstoffversagen zu vermeiden.

Defektstruktur und -größe, um die Leistungsfähigkeit und Zuverlässigkeit künftiger Materialsysteme zu verbessern. Zudem werden weitere indirekte Methoden wie Thermographie und Laser-Vibrometrie genutzt, die inneren Defekte durch veränderte lokale thermische oder modale Werkstoffreaktionen aufdecken zu können.

In einem weiteren inversen Ansatz werden gezielt Defektstrukturen eingebracht, um deren Auswirkung auf die Zuverlässigkeit der Materialsysteme zu durchdringen. Im Erfolgsfall eröffnet die kontrollierte Schädigung eine neue Technologie zum Trennen und damit auch zur Reparatur hybrider Materialsysteme. Eine Fragestellung, die insbesondere für derzeit bereits eingesetzte Multi-Material-Systeme kaum oder mindestens nicht ausreichend betrachtet wird. Das aktuell praktizierte Reparaturkonzept von CFK-Komponenten im Flugzeugbau beruht auf dem ungünstigen großflächigen Austausch des geschädigten Bereiches. Die hier skizzierte Vision zielt auf die zirkuläre Nutzung wertvoller Materialsysteme ab, getreu dem materialwissenschaftlichen Credo: Nach der Nutzung ist vor der Nutzung!

Was ist der Schwerpunkt der Forschung?
Defekte und lokale Inhomogenitäten verkürzen oftmals die Lebensdauer technisch relevanter Systeme, sobald die Schwelle der lokalen Festigkeit überschritten wird. Die Lebensdauer technischer Systeme steigt, wenn es gelingt, entweder die Betriebsbeanspruchungen unterhalb dieser Schwelle zu halten oder wenn bereits vorhandene Defekte am Wachsen gehindert oder gar geheilt werden können. Auf dem Weg zu robusten hybriden Materialsysteme werden daher zunächst Defekte infolge zyklischer Werkstoffbeanspruchung am Beispiel von CFK-Strukturen studiert. Wir nutzen hierzu Prüfmethoden auf Basis von Leistungsultraschall und entwickeln diese im Rahmen des SCHARF-Projektes sukzessive weiter.

Die Ultraschalltechnik besitzt den Charme nicht nur zur etablierten zerstörungsfreien Prüfung von Defekten im MHz-Bereich, sondern auch in einem geringen Frequenzbereich (20 kHz) und höheren Leistungen, im Inneren verborgene Defekte anzusprechen und durch z.B. lokale thermische Wechselwirkungen sichtbar zu machen. Schließlich führen diese Defekte und

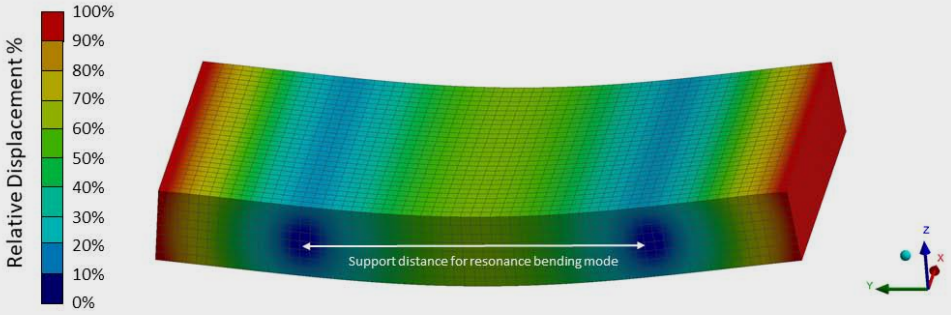


Ultraschallermüdung
Mittels des umgekehrt piezoelektrischen Effekts wird die zunächst hochfrequente elektrische Schwingung in eine mechanische Schwingung gleicher Frequenz (20 kHz) umgewandelt und somit eine zyklische 3-Punkt-Biegebeanspruchung auf die resonante Flachprobe realisiert. Das Experiment wird über diverse Messsensoren geregelt und überwacht.

Schwachstellen – konkret im Falle von polymeren Faserverbundwerkstoffen – zur lebensdauerbestimmenden Initiierung von Matrixrissen oder Faser/Matrix-Dekohäsionen.

Wirkt die zyklische Beanspruchung weiter und übersteigt eine kritische Stelle wachsen diese Risse und führen schließlich zu Delaminationen, verbunden mit entsprechender Degradation von Systemsteifigkeit und finalem Struktur- bzw. Bauteilversagen oder -ausfall.

Neben polymeren Faserverbundwerkstoffen (CFK) im ersten Schritt liegt ein weiterer Schwerpunkt der Arbeiten zu hybriden Materialsystemen auf Metall/CFK-Verbindungen, die durch ultraschallbasierte Verfahren zunächst verbunden und anschließend gezielt beansprucht werden, um vorhandene Defekte und Werkstoff-Inhomogenität aufzudecken bzw. zu induzieren. Zur Verbindung stark unterschiedlicher Werkstoffe, insbesondere hybrider Materialsysteme, bietet sich das Ultraschallfügeverfahren, speziell die metallische Verfahrensvariante an. Durch hochfrequente lokale Werkstoffschwingungen gelingt es, stoffschlüssige Verbindungen zwischen Metallen und Faserverbundwerkstoffen, aber auch Gläsern oder Keramiken in fester Phase und zudem in sehr kurzer Zeit von nur wenigen Sekunden herzustellen. Die nachweislich hohen Verbundfestigkeiten liegen deutlich oberhalb von geklebten oder weiteren rein adhäsiv wirkenden Fügeverfahren und bieten vielversprechende Anwendungsmöglichkeiten in der Luftfahrt-, Windkraft- sowie Fahrzeugindustrie. Die Neuartigkeit des vorliegenden Konzeptes liegt darin, diese Verbindungsmethode für hybride Materialsysteme so weiterzuentwickeln, dass durch kontrollierte Schädigung bzw. Defektgenerierung die zunächst robuste Verbindung wieder getrennt werden kann. Dieses Konzept verfolgt somit eine nachhaltige Halbzeug-Wiederverwendung mit identischer Prozesstechnologie. Ferner steht mit der Erarbeitung eines Füge- und Trennverfahren auch unmittelbar ein Reparaturverfahren für geschädigte Strukturen und potentiell auch Fehlschweißungen zur Verfügung. So besteht zudem ein weiterer Schulterschluss zum ersten Projektbereich, indem Leistungsultraschall zunächst zur beschleunigten Lebensdauerprüfung und der Generierung von inneren Defekten genutzt wird. Sobald diese Defekte aufgedeckt und lokalisiert sind, bietet



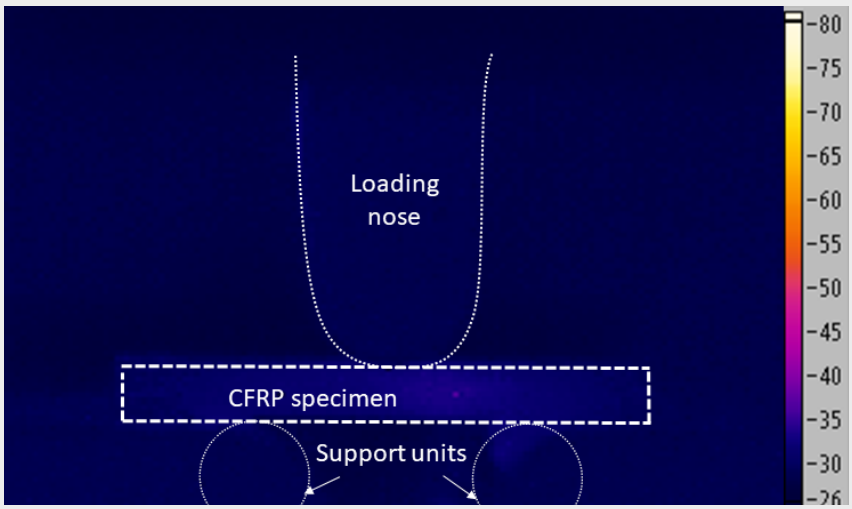
Simulierte Probengeometrie
Anhand von FE-Methoden wird die entsprechende Probengeometrie in Abhängigkeit der gewünschten Eigenform (hier 1. Transversaler Biegemode) und den Werkstoffkennwerten berechnet. Im Fall einer zyklischen 3-Punkt-Biegeprüfung müssen zudem die Auflagerpunkte exakt bestimmt werden, um die Probe in den Ruhepositionen halten zu können.

sich drittens die Technologie der Ultraschall-Konsolidierung an, um Matrixrisse und Dekohäsion auszuheilen bzw. die Rissflanken und Faser/Matrix-Ablösungen unter Druck sowie ausreichender lokaler Temperatur zu rekonsolidieren.

Den Abschluss der Arbeiten bildet die Übertragbarkeit der Erkenntnisse an den Modellsystemen (CFK, Metall/CFK) auf weitere Werkstoffsysteme im SCHARF-Vorhaben, wie additiv gefertigte Leichtbaustrukturen sowie Halbleiter- und Dünnschichtsysteme.

Was wurde 2019 erreicht?
Im ersten Projektjahr wurden zunächst die personellen und auch analytischen Voraussetzungen für ein erfolgreiches Projekt geschaffen. Im Januar 2019 startete M.Sc. Aravind Premanand am INATECH, der als Nachwuchswissenschaftler zur Bearbeitung des skizzierten Forschungsvorhabens gewonnen werden konnte. Auf Basis seiner Masterarbeit an der TU Delft (Niederlande) konnte er bereits die Grundlagen im Bereich der Ermüdung von faserverstärkten Polymeren aufbauen. Zum August 2019 ist es zudem gelungen mit Herrn M.Sc. Armin Karimi einen weiteren Mitarbeiter zu gewinnen, der das SCHARF-Vorhaben im Bereich der Messtechnik und Softwareprogrammierung für die herausfordernden Experimente bei 20 kHz verstärkt.

Inhaltlich wurden zunächst die experimentelle Basis und Systemanpassungen für das Vorhaben mit dem Ziel der Ultraschallermüdung von CFK geschaffen. Hierzu wurde bzw. wird bis zum Ende des Jahres ein zweiter Prototyp eines Prüfsystems zur zyklischen 3-Punkt-Biegung bei Ultraschallfrequenzen fertiggestellt. Das System beansprucht eine statisch vorgespannte CFK-Probe mit einer longitudinalen Schwingung der Beanspruchungseinheit mit Wegamplituden von bis zu 50 µm, um ausreichende mechanische Normal- sowie Schubspannungen im Bereich von mehr als 50% der quasi-statischen Festigkeit der CFK-Laminate sicherzustellen. Die Probe muss hierzu auf den ersten transversalen Biegeeigenmode ausgelegt werden. Die Abmessungen der Ermüdungsprobe müssen somit in Abhängigkeit der elastischen Eigenschaften und der Beanspruchungsfrequenz (zumeist 20 kHz) berechnet werden. Dies erfolgt derzeit mit dem Softwaretool Ansys. Hierzu wurde im Sommer 2019 als Modellsystem das

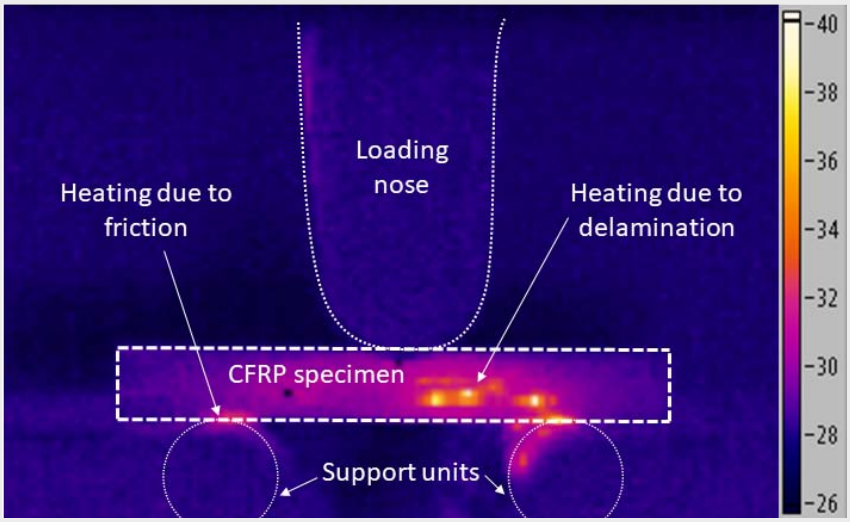


Online-Monitoring
Jedes Experiment wird dauerhaft überwacht. So werden neben der Beanspruchung, d.h. der zyklischen Durchbiegung der Proben mittels Laser-Vibrometrie, insbesondere die Resonanzfrequenz und die Oberflächentemperaturen mittels Thermographie überwacht. Während im Ausgangzustand *(Bild links)* die Probentemperatur während eines Ultraschallimpulses nicht mehr als 10°C steigt, werden in Folge

mit C-Fasern endlosfaserverstärkte System mit thermoplastischer PEKK-Matrix ausgewählt. Das luftfahrtzertifizierte Hochleistungslaminat wird von der Firma TenCate gefertigt. Die zur Berechnung der Eigenformen notwendigen Grundwerkstoffdaten wie richtungsabhängige Elastizitäts- und Schubmoduli sowie Querkontraktionszahlen und Massendichten werden bis Ende 2019 vollständig ermittelt.

Parallel hierzu wird derzeit die Messtechnik sowie Programmierung zur Regelung sowie Messwerterfassung mittels LabView aufgebaut. Hierbei ist die große Herausforderung einerseits berührungslose Messtechnik nutzen zu können sowie ausreichende Messfrequenzen im Bereich von 1-500 kHz nutzen zu können, um die Vorgänge bei 20 kHz ausreichend genau beschreiben zu können. Eine weitere Herausforderung ist hierbei die robuste Speicherung der großen Datenmenge über die Dauer des gesamten Experimentes von bis zu 2 Wochen Versuchszeit. Prinzip bedingt werden alle Ultraschallermüdungsexperimente im so genannten Puls-Pause-Zyklus betrieben, um intrinsische Probenerwärmungen und überlagerte Temperatureffekte auszuschließen. Das Puls zu Pause-Verhältnis liegt für CFK-Strukturen erfahrungsgemäß bei 1:20, so dass derzeit eine effektive maximale Prüffrequenz von 1.000 Hz erreicht wird. Die zeit- aber zukünftig möglichst temperaturgeregelte Steuerung der Puls-Pause-Sequenzen als Funktion der Beanspruchungsamplitude ist ein weiteres Teilziel im Bereich der Softwareprogrammierung des Prüfsystems. So gliederten sich die Arbeiten im Berichtsjahr insbesondere in den Aufbau der nahezu einzigartigen Hard- und Software zur Ultraschallermüdung von Faserverbundwerkstoffen sowie die Herstellung von Referenzlaminaten incl. der Bestimmung aller notwendigen Werkstoffkennwerte im Ausgangszustand. Die Analyse geschädigter CFK-Laminate erfolgt u.a. mittels Rasterelektronenmikroskopie (REM). So wurde in 2019 für das SCHARF-Konsortium ein REM vom Typ EVO15 der Firma Zeiss beschafft und in Betrieb genommen. Ferner wurden Thermographie- (µEpsilon) und Vibrometriesysteme (Polytec) in den Ultraschallermüdungsprüfstand integriert. Somit wird der Aufbau des Prüfsystems zur beschleunigten Lebensdauerbestimmung wie vorgesehen bis 12/2019 fertiggestellt, um anschließend mit den umfangreichen Experimenten starten zu können.

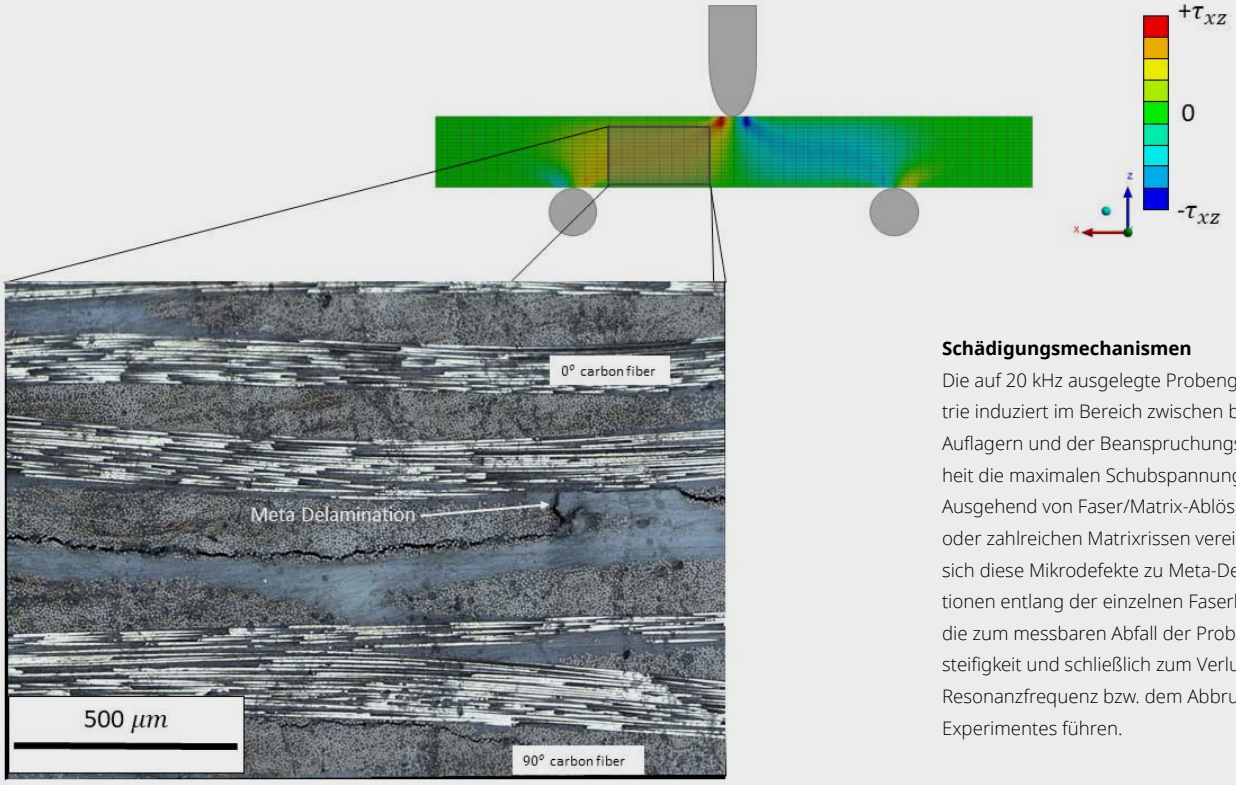
der Werkstoffermüdung und der Entstehung von Delaminationen im Bereich der maximalen Schubspannungen Probenerwärmungen im Bereich von bis zu 50% der Glasübergangstemperatur erreicht (*Bild rechts*, T = 40°C), die zum automatischen Abbruch des Experimentes führen, um thermisch-induzierte Ermüdungseffekte auszuschließen.



Was steht für 2020 an?

Die Ermüdungsexperimente bei 20 kHz erfordern z.T. Versuchslaufzeiten von bis zu 2 Wochen. Daher ist vorgesehen mit Hilfe von Treppenstufenverfahren bei maximal möglichen Beanspruchungsamplituden zu starten und sukzessive den Lasthorizont zu reduzieren bis eine maximale Anzahl Lastzyklen von 1 Milliarde ($N = 10^9$) versagensfrei von den CF-PEKK-Proben erreicht werden. Das Abbruchkriterium stellt bei diesen Ermüdungsuntersuchungen unter zyklischer 3-Punkt-Biegung eine Reduzierung der Probensteifigkeit von mehr als 20% dar oder das Erreichen einer kritischen Probentemperatur an der Oberfläche von größer als 50% der Glasübergangstemperatur der polymeren Matrix. Im Fall von CF-PEKK liegt diese kritische Temperatur bei ca. 80°C.

Das Jahr 2020 wird somit sehr stark zunächst experimentell ausfallen. In der zweiten Jahreshälfte ist vorgesehen mit der Charakterisierung und Modellierung der Defektstrukturen zu starten, u.a. mit bildgebenden Verfahren an den optisch zugänglichen Probenkanten (2D) sowie das geschädigte Volumen mittels tomographischer Methoden räumlich zu beschreiben. Hierzu sind ferne unterbrochene VHCF-Experimente vorgesehen, um verschiedene Stadien der Materialermüdung studieren zu können und Rückschlüsse auf die Initiierung und Ausbreitung der Defekte zu generieren. Das gewonnene Verständnis zu den Defekten und der Wirkung von Leistungsultraschall soll schließlich in erste Versuche zum gezielten Trennen, d.h. auf Knopfdruck, von Metall/CFK-Verbindungen mittels Ultraschall münden.



Schädigungsmechanismen
Die auf 20 kHz ausgelegte Probengeometrie induziert im Bereich zwischen beiden Auflagern und der Beanspruchungseinheit die maximalen Schubspannungen. Ausgehend von Faser/Matrix-Ablösungen oder zahlreichen Matrixrissen vereinen sich diese Mikrodefekte zu Meta-Delaminationen entlang der einzelnen Faserlagen, die zum messbaren Abfall der Probensteifigkeit und schließlich zum Verlust der Resonanzfrequenz bzw. dem Abbruch des Experimentes führen.

Verlauf des Projektes

12 | 19

Aufbau der ultraschallbasierten Systeme zur Robustheitsanalyse sowie Mikrostruktur- und Eigenschaftsanalyse der Modellsysteme im Ausgangszustand abgeschlossen.

12 | 20

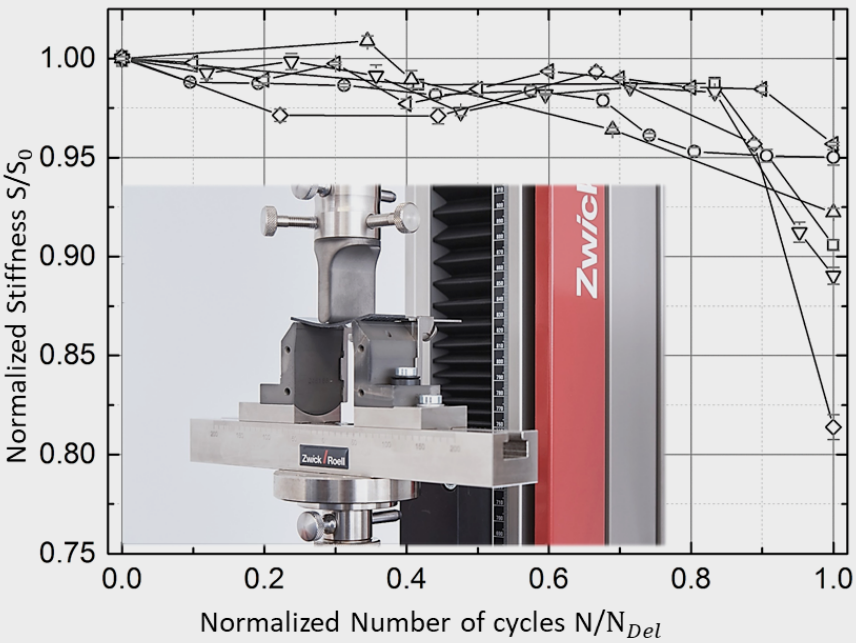
Nachweis der Methode zur Defektsteuerung für Faserverbundstrukturen und Charakterisierung der Defektstrukturen sowie Modellierung der Degradationsmechanismen begonnen

12 | 21

Übertragung der Methodik auf weitere Materialsysteme gelungen

12 | 22

Erste Trennkonzepte auf Basis kontrollierter Defektaktivierung bzw. -generierung für hybride Materialsysteme realisiert



Steifigkeitsdegradation
In unterbrochenen Ermüdungsexperimenten kann die in Folge der induzierten Werkstoffermüdung erfolgte Schädigung quantifiziert werden. So führt die zunächst zyklische 3-Punkt-Biegung erst nach 80% der Lebensdauer zu einer deutlichen Reduzierung der statischen Probensteifigkeit von bis zu 20%.

Das knifflige Detail

Die innere Dämpfung jedes Werkstoffsystems führt in Abhängigkeit einer zyklischen Beanspruchung und insbesondere erhöhten Frequenzen zu Dissipationsvorgängen verbunden mit der Erhöhung der Systemtemperatur.

Diese Tatsache führt bei viskoelastischen Materialsystemen, wie z.B. polymeren Faserverbundwerkstoffen, ab Prüffrequenzen jenseits von 50 Hz zu inakzeptablen Temperaturerhöhungen während eines Ermüdungsexperimentes. Demgegenüber steht der Wunsch nach verlängerten Lebensdauern nachhaltiger technischer Systeme, so dass zumeist Nutzungsdauern von bis zu einer Milliarde Lastzyklen (10^9) angestrebt werden. Zusammen mit dem Wissen, nicht höher als 50 Hz in einem Experiment arbeiten zu dürfen, um temperaturindizierte Werkstoffermüdung ausschließen zu können, würde ein einzelnes Experiment somit alleine mehr als 7 Monate in Anspruch nehmen. Über das nun offensichtliche Prüfdilemma zwischen Temperaturerhöhung einerseits und experimenteller Dauer bei zu geringen Frequenzen andererseits, gelangen wir zum kniffligen Detail der Lebensdauerprüfung bei Ultraschallfrequenzen im Bereich von 20 kHz: Die Lösung des ingenieurwissenschaftlichen Problems liefert zum einen die Resonanzprüfung und zudem die prüftechnische Option im so genannten Puls-Pause-Zyklus zu arbeiten. Dazu wird die zu prüfende Werkstoffprobe auf die gewünschte Eigenform bzw. Eigenfrequenz ausgelegt und der Beanspruchungsimpuls bei 20 kHz nur für eine kurze Zeit (z.B. 100 ms) aufgebracht. Die anschließende Pause gewährleistet unter dauerhafter Druckluftkühlung eine maximale Probenerwärmung von 10 K. Das Puls-Pause-Verhältnis wurde für Faserverbundwerkstoffe derzeit auf 1:20 festgelegt. *Gleichung 1:*

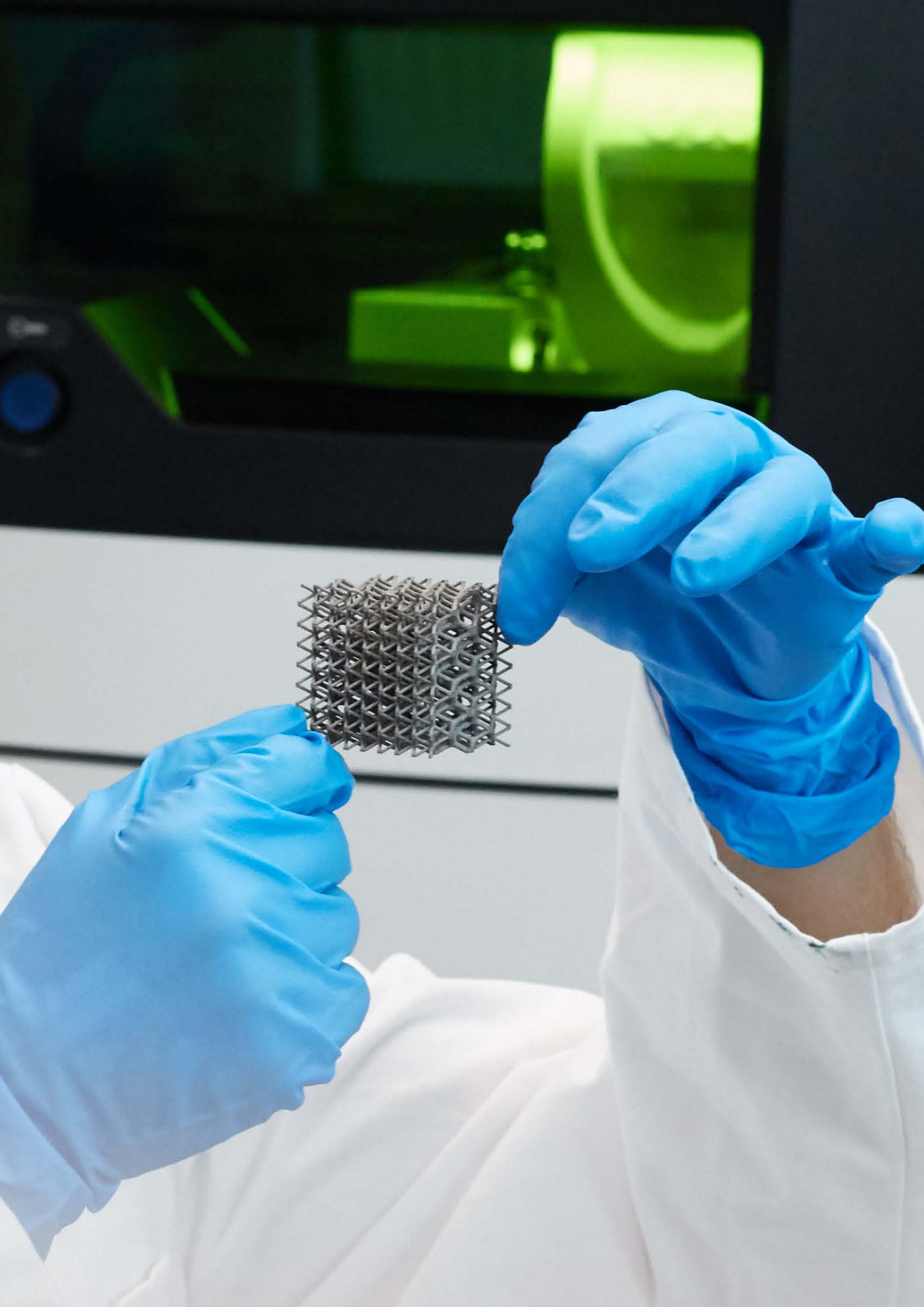
$$f_{1B} = \frac{(k_1 L)^2}{2\pi} \frac{d}{L^2} \sqrt{\frac{E_{11}}{\rho}}$$

mit
f_{1B}: Eigenfrequenz
$k_1 L$: Wellenzahl
E_{11}: Elastizitätsmodul in Längsrichtung der Probe
ρ: Massendichte
d: Dicke der Probe
L: Länge der Probe

Im Fall der zyklischen 3-Punkt-Biegung kann die Probenform als Biegebalken mit Kenntnis aller richtungsabhängigen elastischen Werkstoffkennwerte sowie der avisierten Prüffrequenz (20 kHz) entsprechend *Gleichung 1* simuliert werden.

Mechanische Metamaterialien

Mechanische Metamaterialien
Durch gezieltes Aufschmelzen eines Metallpulvers mit einem Laser entstehen komplexe dreidimensionale Objekte. Die additive Fertigung – Schicht für Schicht – kann Strukturen mit Hinterschneidungen erstellen, die durch traditionelle Fertigungsverfahren nicht herstellbar sind.



Mechanische Metamaterialien

Strukturen interagieren auf verschiedenen Längenskalen. Dieses grundlagenorientierte Verständnis wird genutzt um Materialsysteme mit neuartigen Eigenschaften und Funktionen zu schaffen. Eingesetzt wird das Laserschmelzverfahren um hochaufgelöste dreidimensionale Strukturen aus Metall additiv zu erzeugen.

Welche neuen Möglichkeiten eröffnet die Forschung?

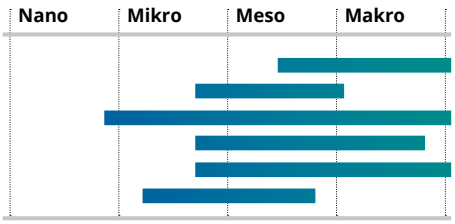
Laserschmelzen ermöglicht die Erzeugung neuartiger Materialsysteme. Sie sind einerseits responsiv, können also auf äußere Einflüsse reagieren, und anderseits können sie unkonventionelles passives Materialverhalten zeigen, das gezielt einstellbar ist.

Das SCHARF-Projekt strebt eine Klasse strukturdominierter Materialsysteme an. Sie beruht auf hierarchischen Gitterstrukturen einer mikroskopischen Skala. Im Bauwesen sind derartige Strukturen auf der makroskopischen Skala bekannt. Doch was passiert, wenn man diese Struktur auf einer mikroskopischen Skala erzeugt?
Es entsteht ein Metamaterial, dessen Verhalten von der Struktur dominiert wird und nicht ausschließlich vom verwendeten Werkstoff abhängt.

Die Forschung fokussiert sich auf pantographische Metamaterialien und auxetische Strukturen. Pantographen bestehen aus biegesteifen Balken, die über Gelenke verbunden sind.

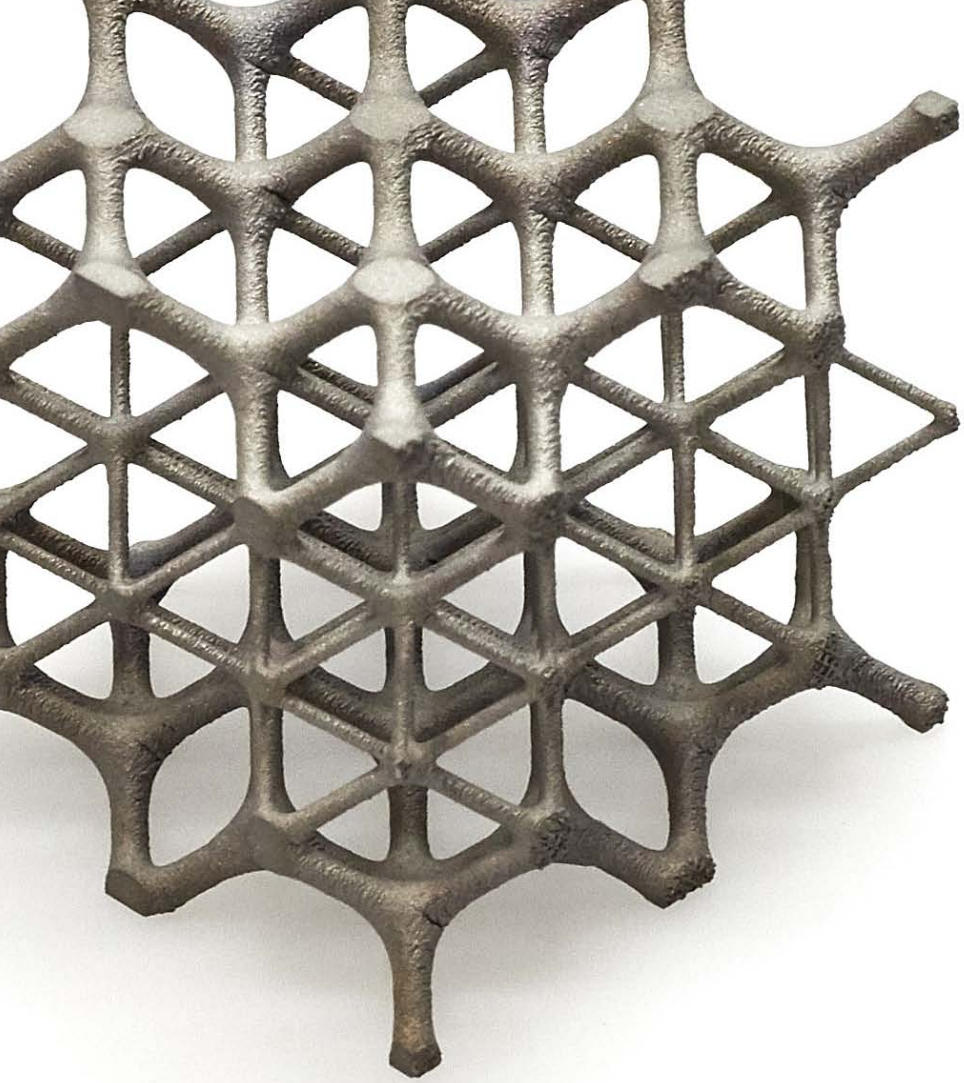
Ein pantographisches Metamaterial erlaubt Deformationen, die ein Vielfaches der Versagensdehnung des zu Grunde liegenden Materials überschreiten. Technologische Anwendungen sind Srukturen, die Ihre Form basierend auf äußeren Einflüssen ändern können, oder implizite Gelenkfunktionen in makroskopischen Bauteilen.

Auxetische Strukturen unterscheiden sich von konventionellen Materialien dadurch, dass sie eine negative Querkontraktion aufweisen. So verringern sie unter Stauchung ihren Querschnitt und sind besonders schubsteif. Dieser Effekt kann beispielsweise für besonders robuste Crashdämpfungsstrukturen eingesetzt werden.



Eingesetzte Methoden:

Hochgeschwindigkeitskamera
Optische Mikroskopie
X-Ray CT
3D-Druck Laserschmelzen
Mechanische Materialprüfung
Hochaufgelöste kontinuumsmechanische Simulationen

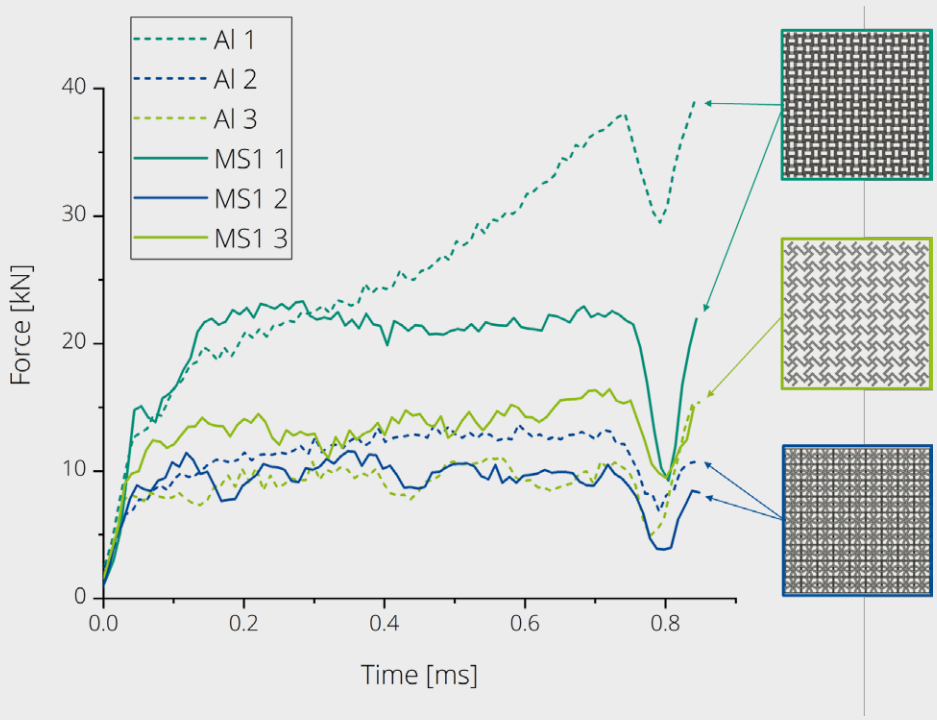


Mechanische Metamaterialien
Sie verfügen über Eigenschaften, die durch ihre Struktur vorgegeben werden und nicht nur durch ihr Grundmaterial bestimmt sind. Die Herstellung durch additive Fertigungsmethoden ermöglicht maßgescheiderte Funktionalisierung.

Was ist der Schwerpunkt der Forschung?
Für die Erzeugung von hochaufgelösten Metamaterialien mit der Laserschmelztechnologie müssen optimierte Prozesse entwickelt werden. Nur so können feingliedrige Strukturen und mikroskopische Gelenke akkurat hergestellt werden.

Strukturdominierte Metamaterialien können durch konventionelle Kontinuumsmechanik nicht ausreichend beschrieben werden. Das beobachtete Verhalten hängt hier explizit von der lokalen Krümmung ab. Die konventionelle Mechanik basiert hingegen nur auf dem Deformationsgradienten. Deshalb muss eine Kontinuumsmechanik um zusätzliche Gleichungen erweitert werden, was in vorliegenden Fall in der sogenannten *Second Gradient Theory* resultiert. Eine vorhersagefähige numerische Berechnungsmethode soll auf Basis einen Mehrskalenmodells entwickelt werden. Mit dieser Simulationsmethode und experimentell gewonnen Daten werden die bislang unbekannten Parameter der Kontinuumsmechanik bestimmt und effiziente neue Berechnungsmethoden formuliert.

Die experimentelle Bestimmung der dreidimensionalen Deformationszustände wird durch in-situ computertomographische Verfahren ermöglicht. Die dazugehörigen Auswertealgorithmen, sogenannte Digital-Volume-Correlation Methoden, müssen erst noch für Gitterstrukturen optimiert werden. Im Falle der auxetischen Strukturen wird der Einfluss der Belastungsdynamik untersucht um Aussagen über das Verhalten der Strukturen bei crashrelevanten Impaktgeschwindigkeiten zu erhalten.

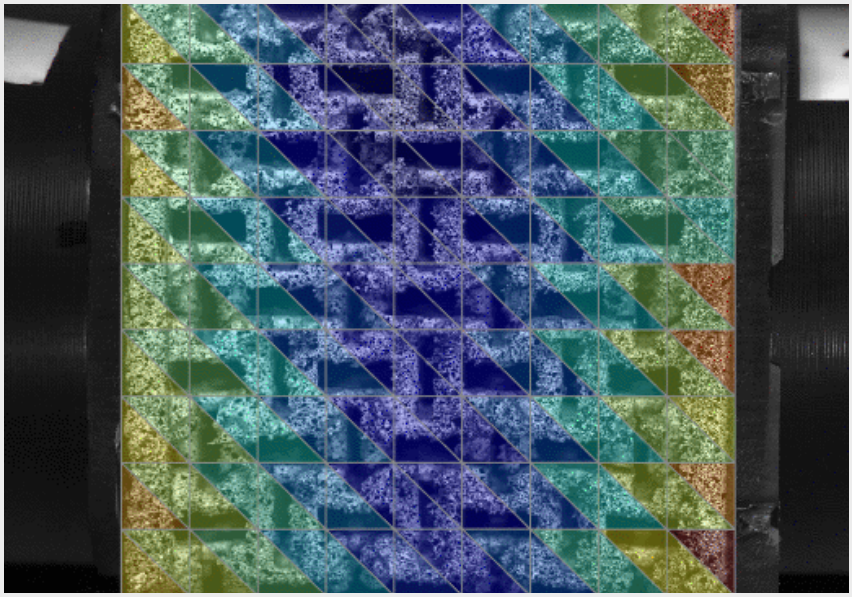


Dynamische Deformation von auxetischen Gitterstrukturen
Das Besondere an auxetischen Gitterstrukturen ist, dass sie unter Druckbelastungen ihren Querschnitt vermindern und besonders steif werden. Die Strukturen wurden additiv aus Aluminium und Stahl gefertigt und weisen unterschiedliche Eignung bezüglich der Absorption von Impaktlasten auf.

Was wurde 2019 erreicht?
Zu Beginn des Jahres wurden optimierte Belichtungsstrategien für das Laserschmelzverfahren entwickelt. Diese erlauben derzeit die Herstellung von robusten Rotationsgelenken aus Stahl mit einer charakteristischen Größe von nur ca. 0,7 mm. Verwendet wird dieses Gelenk in einem pantographischen Metamaterial, welches einen Prototyp für die Anwendung der *Second Gradient Theory* darstellt.

Für die Untersuchung dynamischer Effekte in auxetischen Metamaterialien wurde ein neuartiger Versuchsaufbau entwickelt. Er erlaubt exakte Kraftmessungen bei crashrelevanten Belastungsgeschwindigkeiten. Unter Verwendung von neuen optischen Analysemethoden wurden das dynamische Verhalten von verschiedenen auxetischen Prüfkörpern untersucht – mit überraschenden Ergebnissen: In Abhängigkeit vom verwendeten Material (Aluminium oder Stahl) und der Gitterstruktur wird das im langsamen Lastfall immer beobachtbare auxetisches Verhalten durch einen Kollapsmechanismus im dynamischen Lastfall ersetzt. Dies bedeutet, dass insbesondere für crashrelevante Anwendungen das dynamische Verhalten näherer Untersuchung bedarf.

Was steht für 2020 an?
Ziel für das kommende Jahr ist die Entwicklung eines numerischen Simulationsmodells für Metamaterialien. Das Modell soll möglichst effizient sein, um Lösungen für große Strukturen mit vielen Gitterzellen zu ermöglichen.
Weiterhin stehen die bildgebenden Verfahren im Mittelpunkt. In Kooperation mit dem Nuclear Research Center Negev in Israel und der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Frankreich wird ein Prüfsystem am Synchrotron in Grenoble aufgebaut. Es erlaubt die Hochgeschwindigkeitsaufnahme von Röntgenbildern während eines schnellen, dynamischen Prüfversuchs. Diese Aufnahmen sollen zum Verständnis des Kollapseffektes beitragen, der das auxetische Verhalten bei hohen Belastungsgeschwindigkeiten vereitelt.



Deformationsverhalten im Druckversuch
Verhalten einer auxetischen Gitterstruktur während dynamischer Belastung im Druckversuch. Die Farbskala zeigt die Querkontraktion in vertikaler Richtung an.

Verlauf des Projektes

12 | **19**

Ein optimierter ALM-Prozess für feingliedrige Strukturen wurde erarbeitet.

12 | **20**

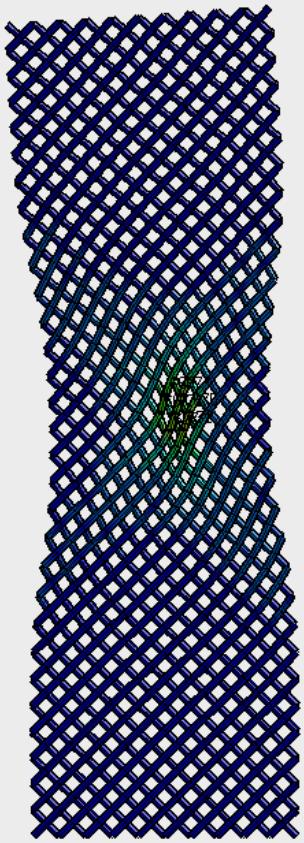
Ein leistungsfähiges Multiskalensimulationsprogramm für Metamaterialien wurde verifiziert.

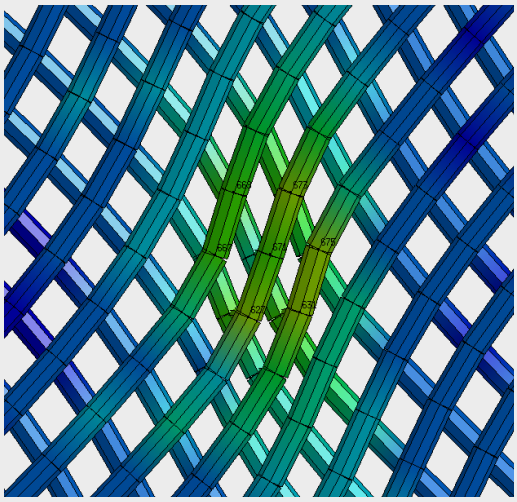
12 | **21**

Strukturen aus Metamaterialien können vorab simuliert und mit kontrollierter Struktur gefertigt werden.

12 | **22**

Funktionsintegrierte Metamaterialien können simuliert und gefertigt werden.





Pantographische Gitterstruktur
Die Struktur eignet sich zur Realisierung großer Bewegungen durch konzertierte Aktion mesoskopisch kleiner Elemente. So können beispielsweise robuste Strukturen mit Gelenkfunktion direkt im additiven Druckprozess gefertigt werden.

Das knifflige Detail

Die Grundannahme der Skalenfreiheit der klassischen Kontinuumstheorie nach Cauchy muss spätestens bei Materialien mit dominanter innerer Struktur (z.B. Metamaterialien) in Frage gestellt werden.

Möchte man diese als homogenes Medium beschreiben, werden zusätzliche Freiheitsgrade und möglicherweise nicht-lokale Wechselwirkungen benötigt. Es existieren bereits diverse Theorien und Ansätze innerhalb der nicht-klassischen Kontinuumstheorie (auch *Generalisierte Kontinuumsmechanik*) welche sich jedoch darin einig sind, dass höhere Gradienten des Verschiebungsfeldes $\boldsymbol{u}$ nötig sind. Dabei werden durch geschickte Methoden nicht nur innere Strukturen eingebettet, sondern ebenfalls das Verhalten bei Rissen, Kräften an Kanten oder Oberflächenspannungen besser beschrieben.

In der Mikropolaren Kontinuumsmechanik werden jedem Materiepunkt des Kontinuums zusätzlich drei Roations-freiheitsgrade zugeschrieben. Berücksichtigt man innere Kräftepaare (couples) gelangt man über den Ansatz eines Kräfte- und Momentengleichgewicht zu einer virtuellen Arbeit in der Form:

$$\delta W_{int} = \int_V \left(\boldsymbol{\sigma} : \delta \boldsymbol{e} + \boldsymbol{\mu} \vdots \delta \boldsymbol{\kappa} \right) dV$$

Hier sind $\boldsymbol{\sigma}$ und $\boldsymbol{e}$ der uns bekannte Spannungs- und Verzerrungstensor, bis auf den Unterschied, dass $\boldsymbol{\sigma}$ nicht zwingend symmetrisch ist.
Der Tensor dritter Ordnung $\boldsymbol{\mu}$ wird hier Couple-Stress-Tensor (auch Hyperstress-Tensor) genannt. Schließlich steht $\boldsymbol{\kappa}$ für den Krümmungstensor dritter Ordnung und beschreibt über Gradienten zweiter Ordnung von $\boldsymbol{u}$ die Krümmung.

Setzt man an der Mikrostruktur an und versucht die Bewegungsfunktion für ihr kleinstes Linienelement der Länge $\boldsymbol{\lambda}$ zu entwickeln um ein Verzerrungsmaß zu finden, stößt man auf:

$$\begin{aligned} \chi(x+\lambda) &= \chi(x) + \lambda\chi'(x) + \frac{1}{2}\lambda^2\chi''(x) + \mathcal{O}(\lambda^3) \\ &= \chi(x) + \lambda\boldsymbol{F} + \frac{1}{2}\lambda^2\nabla\boldsymbol{F} + \mathcal{O}(\lambda^3)\ . \end{aligned}$$

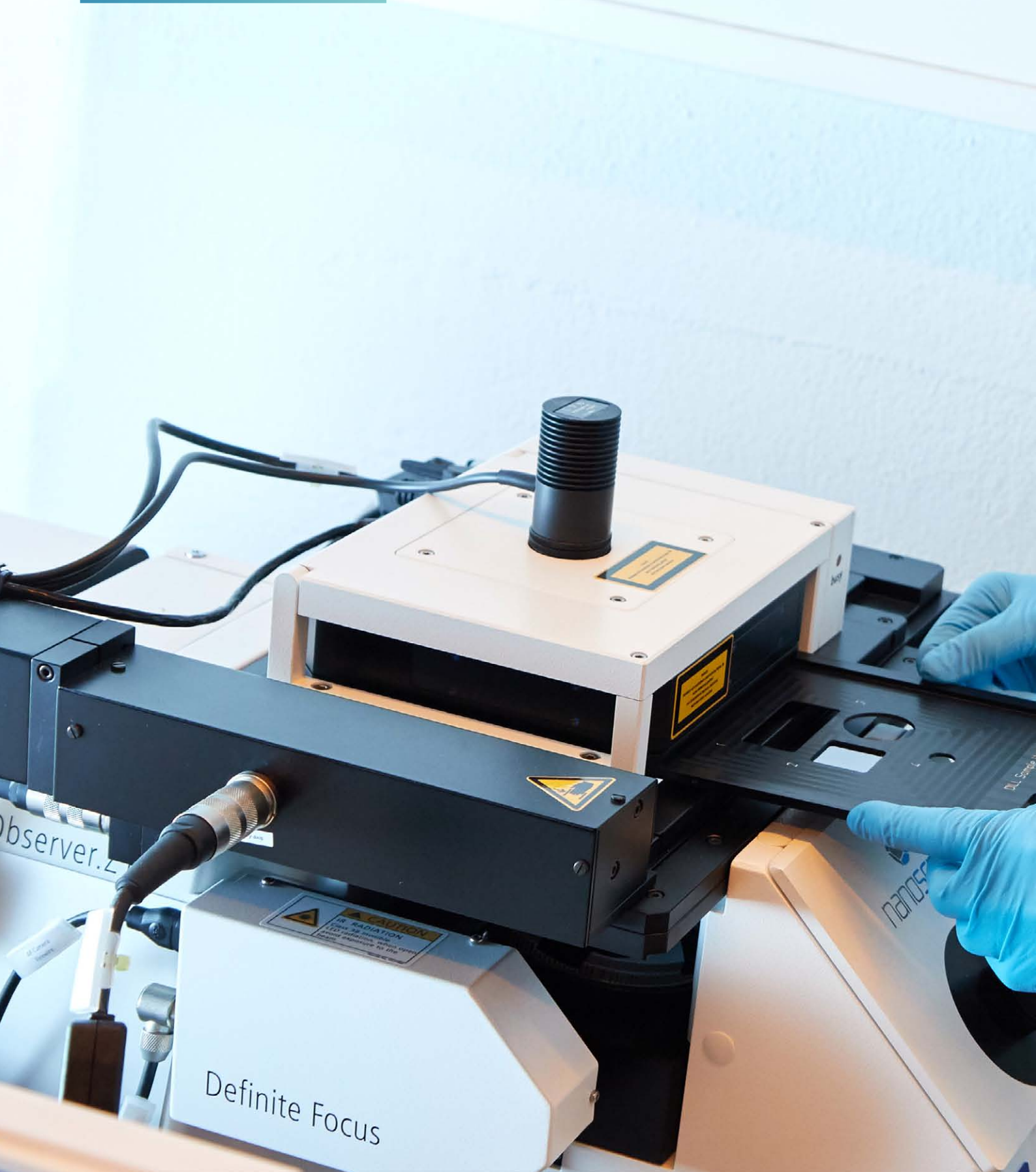
Schneidet man hier die zweite Ordnung ab, so kommt man auf den bekannten Verzerrungstensor $\boldsymbol{e}$. Ist $\boldsymbol{\lambda}$ jedoch relevant gegenüber der Systemgröße, fällt die klassische Theorie in sich zusammen. Der Gradient von $\boldsymbol{F}$ kann im Beispiel als Maß für die Krümmung des Linienelements angewandt werden. Andere Größen die durch Aufgabeder Cauchy Postulate entstehen (z.B. Hyperstress) benötigen ein abstraktes Vorstellungsvermögen und mathematisches Geschick für ihre Interpretation.

Eine Beschreibung der Mikrostruktur durch die Cauchy Theorie ist aufgrund des Rechenaufwandes langfristig indiskutabel und die Modellierung der Makrostruktur als klassisches Kontinuum inkorrekt. Ein Voranbringen der Gradiententheorien mindestens zweiter Ordnung ist unumgänglich zur Entwicklung neuer numerischer Modelle oder zur Erweiterung der klassischen Verfahren mittels numerischer Tricks. Im Rahmen des SCHARF-Projekts wird der Ansatz verfolgt, die Krümmung als zusätzlichen Freiheitsgrad in klassische Finite-Elemente Modelle hineinzubringen. Dieser hybride Ansatz soll ermöglichen, existierende effiziente Simulationsprogramme auch für Metamaterialien einzusetzen.

Skalenübergreifende Effekte
Das makroskopische Verhalten von Metamaterialien ist Funktion der Gitterstruktur auf der mesoskopischen Skala. Für ein effizientes, vergröbertes Rechenmodell auf der makroskopischen Skala muss die Geometrie- und Defektinformation der Mesoskala berücksichtigt werden

Additive Fertigung von programmierbaren Materialsystemen

Herstellung programmierbarer Materialien
Durch das 2-Photonensystem Nanoscribe® GT ist es möglich, Elementarzellen von programmierbaren Materialien mit einer Größe von nur 10 Mikrometer herzustellen. Dadurch ist es möglich, programmierbare Materialien so fein zu strukturieren, dass sie nicht mehr als Struktur wahrgenommen werden, sondern als Material.



Additive Fertigung von programmierbaren Materialsystemen

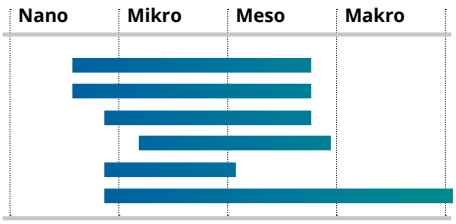
Programmierbare Materialien nutzen Mechanismen und mesoskopische mechanische Strukuren als logische Elemente um Informationen zu verarbeiten und zu reagieren. Sie zeichnen sich dadurch aus, dass ihr Verhalten in die innere Struktur hineinprogrammiert ist.

Welche neuen Möglichkeiten eröffnet die Forschung?

Metamaterialien und programmierbare Materialien haben das Potenzial, einen Paradigmenwechsel in der Materialwissenschaft und Werkstofftechnologie einzuleiten. Durch das Design von komplexen inneren Strukturen können Metamaterialien außergewöhnliche Eigenschaften verliehen werden, die das eigentliche Strukturmaterial nicht besitzt. Durch Metamaterialien lässt sich zum Beispiel Licht um Personen herumleiten.

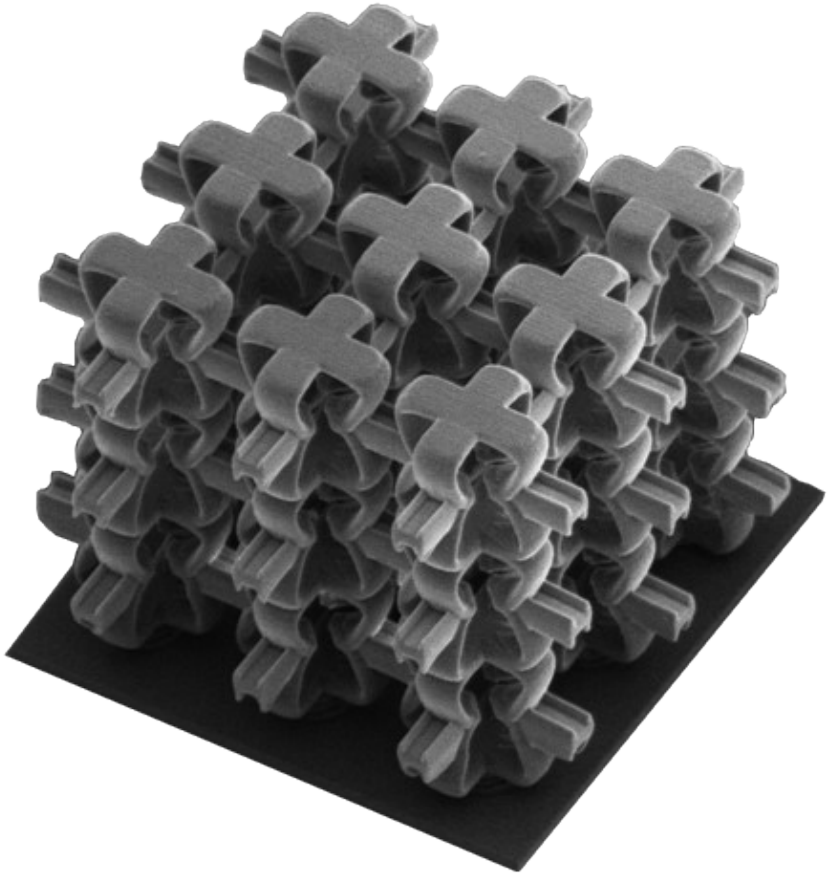
Programmierbare Materialien gehen darüber noch weit hinaus: Die lokale Strukturierung eines homogenen Materials erlaubt es, in einen Block programmierbares Material Funktionalitäten zu integrieren, die sich heutzutage nur mit vielen Bauteilen implementieren lassen. Hier sprechen wir von einem System. Damit ein programmierbares Material adaptiv wird und ein einfaches mechanisches System ersetzen kann, muss es verschiedene Fähigkeiten besitzen. Es braucht einen Sensor, der Veränderungen in der Umgebung wahrnehmbar macht. Weiterhin braucht es einen Logikbaustein oder Prozessor, der zum Beispiel die Überschreitung eines Wertes überwachen und dann eine Aktion auslösen kann. Es braucht einen Aktuator und einen Controller um diesen zu steuern. Und zuletzt braucht es auch noch mechanische Komponenten, die diese Aktuation bspw. in eine Gestaltsänderung oder Bewegung umsetzen.

Der Paradigmenwandel durch programmierbare Materialien invertiert die Einzelbauteile in die innere Struktur. Das bedeutet, dass die Funktionalitäten in die vielen Einzelelemente (z.B. ein Bauteil mit 100x100x100 = 10^6 Elementarzellen)



Eingesetzte Methoden:

Rotating-Coherent-Scattering-Mikroskopie
2-Photonen-Lithographie
Mikromechanische Materialprüfung
Hochaufgelöste kontinuumsmechanische Simulationen
Elektronenmikroskopie
X-Ray CT



Haarfeiner künstlicher Kristall
Dieses programmierte Material ist so aufgebaut, dass es auf unterschiedliche Belastungen intelligent reagiert. Bei leichtem Druck ist es weich, ab einer bestimmten Verformung wird es steif. Als Größenvergleich: Der Durchmesser eines menschlichen Haares entspricht dem abgebildeten Ausschnitt des Kristalls.

10 µm

integriert wird. Bauteile aus programmierbarem Material enthalten diese Systemkomponenten und ermöglichen daher bisher unerreichbare Funktionsintegration bei gleichzeitiger Reduzierung der Bauteilzahl und damit der gesamten Systemkomplexität. Dieses Konzept wird auch in der Biologisierung der Materialien aufgegriffen. Hier versucht man das Paradigma, dass sich ein Material in der Anwendung möglichst nicht verändern soll, in Frage zu stellen.

Um jedoch Materialien adaptiv zu machen reicht eine Responsivität wie sie sich beispielsweise in »Smart Materials« findet nicht aus. Erst in der Kombination von innerer Logik zur Bewertung und einem Zustandsspeicher kann sich ein System in der Wechselwirkung anpassen.

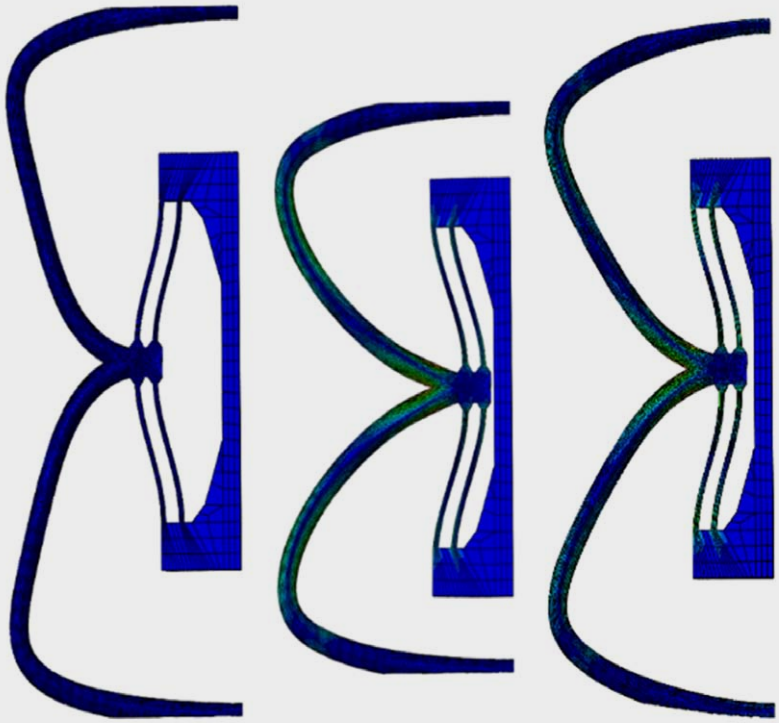
Was ist der Schwerpunkt der Forschung?
Um programmierbar zu sein brauchen diese Materialien verschiedene logische Komponenten wie wir sie aus Programmiersprachen kennen. Programmierbare Materialien brauchen dazu logischen Elemente wie:

- WENN-DANN-Logik
- Lokaler Zustandsspeicher
- Programmierbare Schleifen, die auf mehrfache Belastungen reagieren
- Funktionsausführung

Die erste wichtige Funktion ist die Integration einer WENN-DANN-Logik, die beispielsweise durch einen molekulare oder mesoskopische Strukturwandlung realisiert werden kann. Eine Temperaturabhängigkeit kann zum Beispiel durch Phasenübergänge und damit verbundene Dehnungen realisiert werden. Die Logik-Sicht auf den Phasenübergang und die damit ausgelöste Dehnung wäre entsprechend:

> *WENN (Temperatur)* $T > T_{krit}$
> *DANN (Ausdehnung)* $\varepsilon_{Phase} = 10\%$.

Bei mechanischen programmierbaren Materialien bieten sich Knick- oder Beul-Mechanismen an. Hierbei wird ein Biegebalken in eine Richtung ausgeknickt und durch die Wirkung einer externen



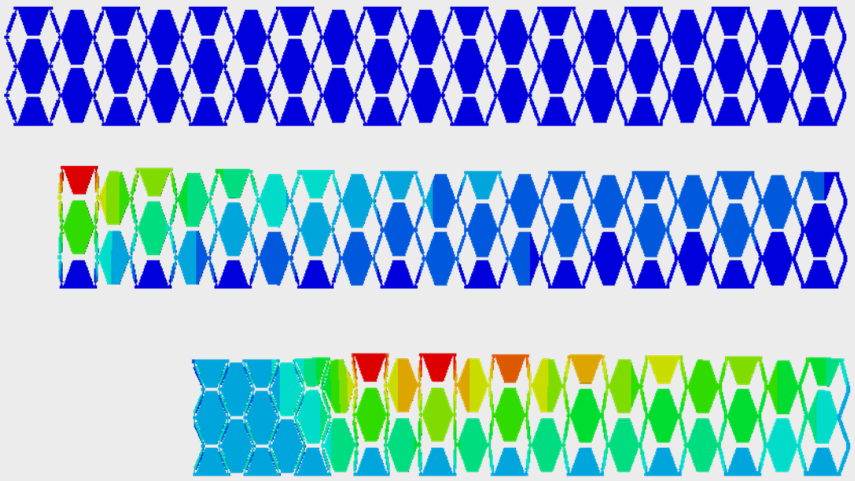
Mechanische Logikelemente
Der Schnitt durch die halbe Elementarzelle zeigt, dass sich das bistabile Element in der Mitte ab einer kritischen Dehnung (WENN-DANN-Beziehung) umschalten lässt und nach dem Entlasten im Umgeklappten Zustand verharrt (Zustandsspeicher). Im umgeklappten Zustand hat Elementarzelle eine wesentlich höhere Steifigkeit. Bauteile aus programmierbarem Material können durch Verformung reversibel in ihren Eigenschaften verändert werden.

Belastung in die andere Richtung durchgeknickt. Dabei muss eine kritische Last überschritten werden. Durch eine geschickte Kombination innerhalb der Elementarzelle geht die Strukturänderung mit einer Steifigkeitsänderung der Elementarzelle von 0,5 GPa nach 5 GPa einher. Die Bedingung lautet dann:

> *WENN (Kraft)* $F > F_{krit}$
> *DANN (Steifigkeit) E = 5 GPa*
> *SONST E=0,5 GPa.*

Das zweite wichtige Element, der Zustandsspeicher, lässt sich mechanisch ebenfalls über einen Knickmechanismus realisieren und damit sehr einfach mit der WENN-DANN-Beziehung kombinieren. Hier muss der Knickmechanismus durch die Geometrie des Balkens so eingestellt werden, dass der Balken in den beiden gegenläufigen durchgenickten Zuständen jeweils einen ähnlichen Energiezustand hat. Die Energiebarriere beim Durchdrücken des Balkens durch die Mittelstellung dazwischen muss hoch genug sein, damit der Übergang zwischen der Knickung in die eine oder andere Richtung nur unter Einwirkung einer äußeren Kraft passieren kann. Dann bleibt der jeweils aufgeprägte Zustand erhalten, das Material bekommt einen lokalen Zustandsspeicher *(siehe Abbildung oben)*.

Der Mehrwert der programmierbaren Materialien ist, dass mit Strukturmaterial viele unterschiedliche Funktionalitäten implementiert werden können, in Zukunft sogar in dasselbe Bauteil. Mithilfe programmierbarer Materialien werden so hochintegrierte, funktionale Systeme möglich, die gleichzeitig die Abhängigkeit von teuren Rohstoffen reduziert. Programmierbare Materialien bieten weiterhin die Möglichkeit einer einfachen Wiederverwertung, da sie im besten Fall aus einem homogenen Material bestehen. Weiterhin kann der Prozess des Zerlegens in Zukunft in die Struktur mit einprogrammiert werden. Hierzu kann beispielsweise eine komplexe Belastung genutzt werden.



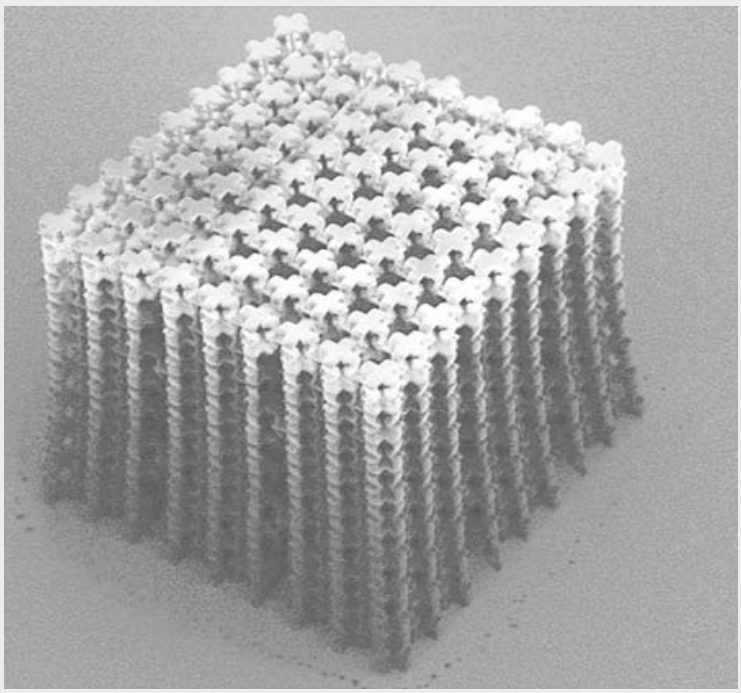
Dehnungs- und ortsabhängige Gestaltänderung
Wellenförmiges programmierbares Material, das in Abhängigkeit von der Dehnung eine sich verschiebende Ausbuchtung aufweist. Im unbelasteten Zustand liegt eine homogene Form vor. Bei Beginn der Verformung *(mittlere Abbildung)* entsteht eine Ausbuchtung am belasteten Ende. Bei fortgeschrittener Verformung *(unten)* hat sich die Ausbuchtung in die Mitte des Materials verschoben. Anwendungsmöglichkeiten wären eine Autokarosserie oder Flugzeugflügel, die sich an die Geschwindigkeit anpassen.

Was wurde 2019 erreicht?
Bei den mechanischen Metamaterialien wurden einzelne Mechanismen in künstliche Kristalle eingebaut und deren Eigenschaften charaktierisiert. Die bestehenden mikromechansichen Ermüdungssetups und die ROCS-Mikroskopie wurden erweitert (Rotating Coherent Scattering Microscopy, in Zusammenarbeit mit dem Lehrstuhl für Bio- und Nano-Photonik von Alexander Rohrbach).

Ein in-situ-Setup mit dieser Technologie wurde erstmalig als bildgebendes Verfahren eingesetzt mit 100 Bilder / Sekunde und 5-fach höherer Auflösung als mit konventionellen Verfahren. Es ist möglich dadurch möglich, die Schädigungsentwicklung in metallischen Komponenten zu verfolgen.

Was steht für 2020 an?
Zunächst sollen Mechanismen für metallische Metamaterialien entwickelt und charakterisiert werden. Dazu müssen geeignete Mechanismen entwickelt werden, die zu Elementarzellen und schließlich künstlichen Kristallen zusammengefügt werden können. Dazu wird das Laserschmelz-Verfahren eingesetzt. Mittels mechanischer Charaktierisierungsverfahren soll dann die Funktionalität dieser metallischen programmierbaren Materialien nachgewiesen werden.

Als weiterer Schwerpunkt soll das ROCS-in-situ-Setup weiterentwickelt werden, um noch genauer die Schädigungskinetik unter zyklischer Belastung untersuchen zu können. Dabei entstehen Bilder 3.000 bis 10.000 Bilder pro Versuch. Zur Auswertung sollen tiefe neuronale Netze verwendet werden, um aus den Bilderserien die Schädigungsentwicklung quantitativ analysieren zu können.



Elementarzellen-Cube
Programmierbarer Materialwürfel aus 1.000 Elementarzellen. Jede Zelle hat eine WENN-DANN-Beziehung und einen Zustandsspeicher eingebaut.
Die Speicherung des Zustands findet durch Änderung einer bistabilen Struktur statt. Durch eine mechanische Verformungung kann zwischen den beiden bistabilen Zuständen der Elementarzelle reversibel umgeschaltet werden.

40 µm

Verlauf des Projektes

12 | 19

Einzelne Wenn-Dann-Beziehungen können durch additive Fertigungsverfahren von Kunststoffen als mechanische Elemente erzeugt werden

12 | 20

Mechanische Wenn-Dann-Elemente werden auf der Basis von Metall-Lasersinterverfahren mit einer vielfach höheren Steifigkeit hergestellt

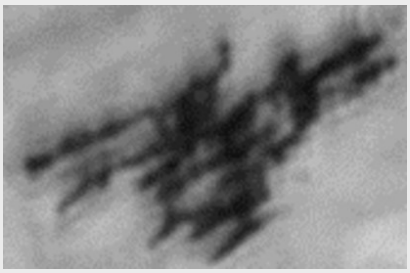
12 | 21

mehrere mechanische Wenn-Dann-Elemente sind gekoppelt und interagieren konzertiert

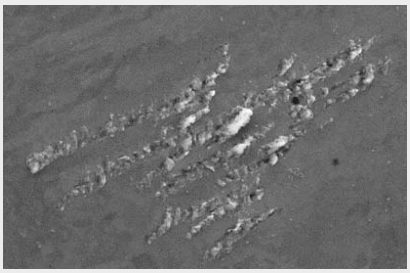
12 | 22

Ein Demonstrator im cm-Maßstab ist hergestellt, welcher eine komplexe Systemantwort eines aus vielen einzelnen responsiven Elementen bestehenden Metamaterials aufweist

Lichtmikroskop



Rotating Coherent Scattering Microscopy (ROCS)



Rasterelektronenmikroskop

2,5 µm

Schädigungsmechanismen unter anwendungsrelevanten Bedingungen verstehen
Durch die ROCS-Mikroskopie werden qualitativ höhere Bildqualitäten als mit der Standard-Lichtmikroskopie erreicht. Mit kohärenter rotierender Beleuchtung können über Interferenzeffekte Strukturen bis 150nm aufgelöst werden. Der kombinierte Aufbau mit einer mikromechanischen Ermüdungsapparatur ermöglicht es in-situ die Schädigungsentwicklung lokal zeitlich sowie örtlich zu verfolgen – und dies bei realistischen Umgebungseinflüssen (z.B. Luftfeuchtigkeit). Dadurch ist es möglich, die Lebensdauer von metallischen Metamaterialien und programmierbaren Materialien in Zukunft wesentlich besser vorherzusagen.

Das knifflige Detail

Das hier gezeigte Strukturmaterial ist ein Polymer, das im Vergleich zu Metall wesentlich stärker reversibel gedehnt werden kann bevor es geschädigt wird.

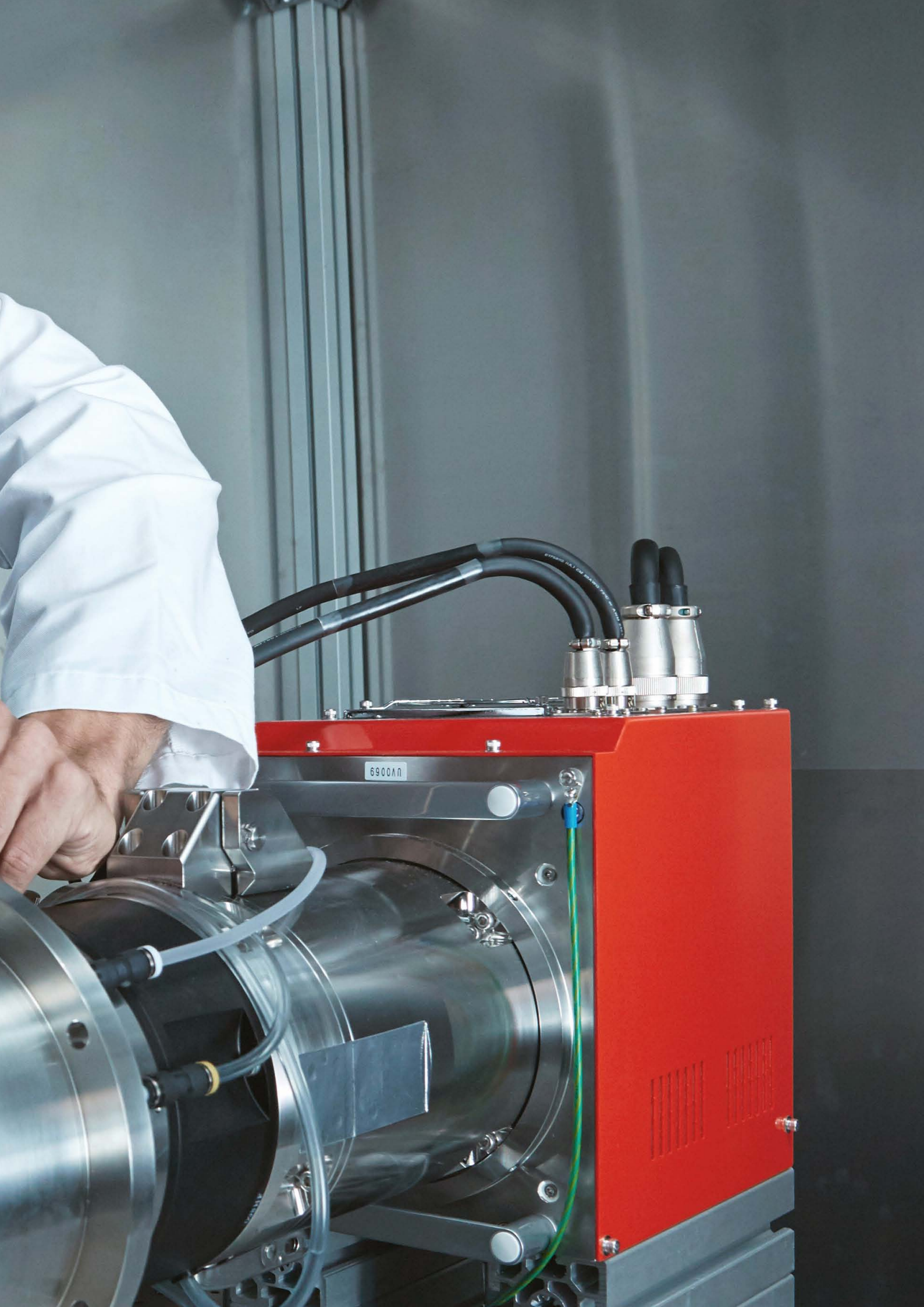
Zugleich lässt es sich mittels 2-Photonen-Lithographie (Nanoscribe® GT) mit sehr hoher Auflösung herstellen. Dies erlaubt sehr feine Strukturen in denen die Elementarzellen nur wenige zehn Mikrometer groß sind.

Um höhere Kräfte und größere Bauräume abbilden zu können müssen die Strukturen in Zukunft auch aus Metall mittels SLM-Verfahren herstellbar werden. Bei Verwendung von Metallen als Strukturmaterial müssen die Strukturen jedoch erheblich verändert werden. Hier muss der geringeren Dehnbarkeit von Metallen Rechnung getragen werden. Weiterhin wirken sich kleine Herstellungsfehler erheblich negativer auf die Lebensdauer derartiger Strukturen aus. Diese Defekte erzeugen erhebliche Spannungsintensitäten, die Rissbildung verursachen.

Daher werden im Moment zwei Richtungen verfolgt: einerseits müssen Strukturmechanismen entwickelt, simuliert, implementiert und getestet werden, die als metallische Strukturen funktionieren können. Andererseits müssen die winzigen Strukturen auf ihre Belastbarkeit und zyklische Lebensdauer getestete werden. Speziell das Testen von Mikrostrukturen erfordert neue Mess- und Abbildungsmethoden um einerseits eine realistische Umgebung (z.B. Luftfeuchtigkeit) zu bekommen und gleichzeitig genügend optische Auflösung zu erreichen. Entsprechende mikromechanische Apparaturen mit einer neuen optischen Methode (*Rotating Coherent Scattering Microscopy – ROCS*) werden im Moment zusammen mit dem Optik-Lehrstuhl von Prof. Dr. Alexander Rohrbach (IMTEK, Universität Freiburg) aufgebaut und getestet.

Entwicklung von in-situ computertomographischen Methoden

Innovativer Computer-Tomograph
Der Tomograph soll bestehende Analyseverfahren maßgeblich erweitern und zusätzliche Informationen liefern, die bei konventionellen CT-Aufnahmen nicht zugänglich sind. Im Bild: Installation der Nanofokus-Röntgenröhre.


UV0069

Entwicklung von in-situ computertomographischen Methoden

Die Fortschritte der letzten Jahre im Bereich der spektroskopischen Detektoren, sowohl durch effiziente Sensormaterialien als auch durch moderne Ausleseelektronik, ermöglichen die Forschung an innovativen Röntgenanalysegeräte und deren Einsatz in der Materialentwicklung. Diese Art von Geräten liefern gleichzeitig Beugungsbilder, Defektverteilungen und dreidimensionale Informationen für unterschiedliche Materialsysteme.

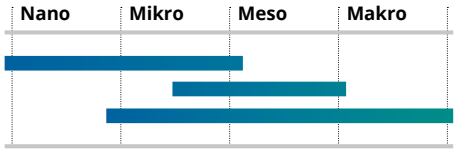
Welche neuen Möglichkeiten eröffnet die Forschung?

Um die bestehenden Analyseverfahren maßgeblich zu erweitern und die skalenübergreifende Materialcharakterisierung zu ermöglichen, wird ein innovativer Computer-Tomograph (CT) entwickelt und aufgebaut. Dieser besteht aus einer spektroskopischen Detektoreinheit, einer hochauflösenden Röntgenquelle, einem mechanischen Aufbau und einem Computersystem zur Speicherung sehr großer Datenmengen innerhalb kurzer Zeiten. Dieser komplexe CT-Aufbau wird die Möglichkeit der Charakterisierung von unterschiedlichen Materialsystemen bieten und zur Untersuchung von dynamischen Prozessen eingesetzt werden. Dies gilt sowohl für Materialien mit niedrigem Röntgenkontrast wie Polymeren oder Nanopartikeln, als auch von Objekten mit hoher Röntgenabsorption wie Metallen und Halbleitern.

Im Rahmen des SCHARF-Projekts ist die einmalige Möglichkeit gegeben, die letzten Entwicklungen in der Röntgenanalyse zu nutzen und eine Spektroskopische CT-Anlage (Colored X-ray Imaging) aufzubauen und an unterschiedlichen Materialsystemen zu testen. Die spektroskopische Messung liefert zusätzliche Informationen, die bei konventionellen CT-Aufnahmen nicht zugänglich waren.

Was ist der Schwerpunkt der Forschung?

Die Forschung konzentriert sich einerseits auf die Entwicklung von effizienten Halbleiterdetektoren und deren Einbindung in die CT-Anlage, andererseits auf die Implementierung und Anpassung



Eingesetzte Methoden:

Elektronenmikroskopie
Optische Mikroskopie
X-Ray CT

Effizienzsteigerung bei Dektoren und Auswerteverfahren
Innovative Sensoren sollen das gesamte Röntgenspektrum nutzen und die Dauer von CT-Messungen minimieren. Zugleich bedarf es optimierter Auswertungsalgorithmen für die Datenmengen der Auslese-elektroniken.

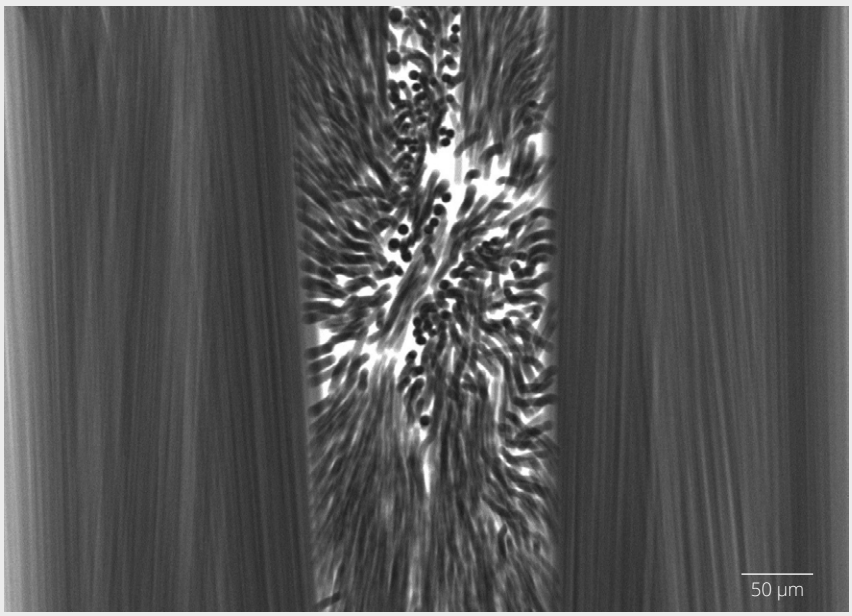
der Auswerteverfahren von spektroskopischen Messdaten.

Im Bereich der Detektoren liegt der Schwerpunkt auf der Steigerung der Effizienz der Sensoren, um einerseits die Dauer von CT-Messungen zu minimieren, andererseits um die Energieinformation des gesamten Röntgenspektrums nutzen zu können. Die Effizienz wird durch das Halbleitermaterial, wie GaAs oder CdTe, und die Dicke des Detektors definiert.

Die Ausleseelektroniken Medipix3 und Timepix3 (Medipix3 Collaboration CERN, *www.medipix.web.cern.ch*) liefern die spektroskopischen Daten. Im Vergleich zu konventionellen CT-Aufnahmen erhöht sich die Datenmenge in Abhängigkeit der eingesetzten Energieschwellen um das 4- bis 8-fache (Medipix3) bzw. 10.000-fache für voll spektroskopische Aufnahmen (Timepix3). Dies stellt sehr hohe Ansprüche an die Interfaces zur Kommunikation und die Speicherung der resultierenden Datenmengen. Die Auswertungsalgorithmen müssen entsprechend angepasst werden, um die Vorteile der spektroskopischen Detektoren zu erschließen.

Diese neuen Möglichkeiten sollen auf unterschiedliche Materialien sowohl im statischen Zustand als auch unter Deformation angewendet werden.

Was wurde 2019 erreicht?
In der ersten Projektphase wurden eine Nanofokus-Röntgenröhre installiert und erste Probemessungen mit neuen Detektormodulen durchgeführt. Die Messungen lieferten die Grundlage für die Entwicklung, Spezifizierung und

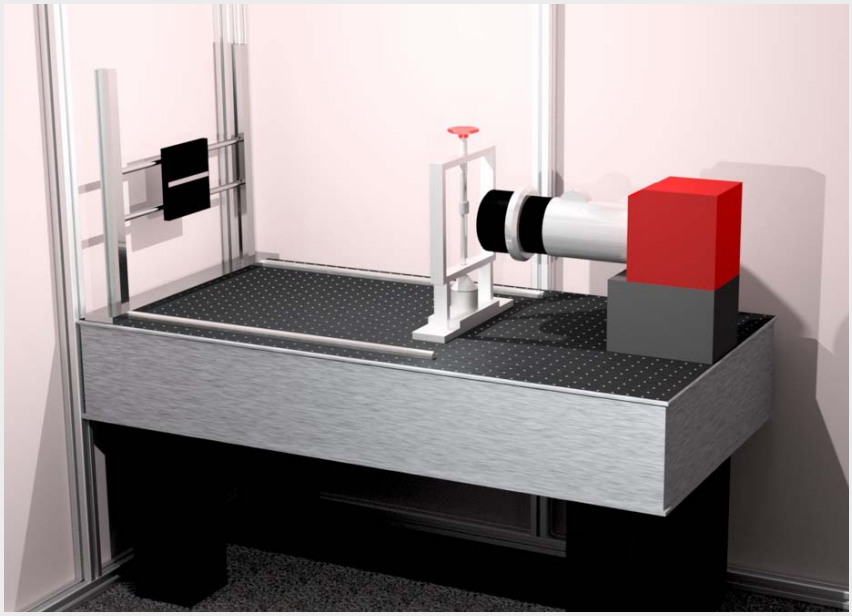


Faserverbundwerkstoff im CT
Erste Testaufnahme eines Faserverbundwerkstoffs im CT-Aufbau ohne optimierte Parameter. Zu sehen ist der Querschnitt dreier um 90 Grad verkippter Schichten des untersuchten Faserverbunds.

Beschaffung der großflächigen Detektorsysteme. Die Auswahl des Detektormaterials, der aktiven Detektionsfläche und die Dicke des Sensors standen hier im Vordergrund. Ein entsprechendes Detektorsystem, basierend auf einer Si-Medipix3RX Zeile, wird im 4. Quartal verfügbar sein und installiert werden. Ein weiteres Detektorsystem, basierend auf CdTe-Timepix3, wird im 1. Quartal 2020 in Betrieb genommen.

Parallel zu den experimentellen Arbeiten erfolgten Berechnungen und Simulationen zur Auswertung der spektroskopischen Informationen. Diese Daten wurden durch Aufnahmen an speziell gefertigten Phantomen erstellt.

Was steht für 2020 an?
In 2020 wird die CT-Anlage als Komplettsystem aufgebaut sein und für die Messungen an den unterschiedlichen Materialien zur Verfügung stehen. Die Integration einer Deformationseinrichtung bei einer angestrebten Auflösung von 250 nm, sowie die Software und Elektronik zur Steuerung des CTs und der Detektoren, werden die Schwerpunkte für 2020 bilden.



Schematische Darstellung des neuen Nano-CT Aufbaus
Zu sehen sind die Röntgenröhre gelagert auf einem optischen Tisch, der drehbare Probenhalter und der Halbleiterdetektor.

Verlauf des Projektes

12 | 19

Die Installation und Inbetriebnahme Detektormodul ist abgeschlossen.

Die Inbetriebnahme des spektroskopischn CTs wurde durchgeführt.

12 | 20

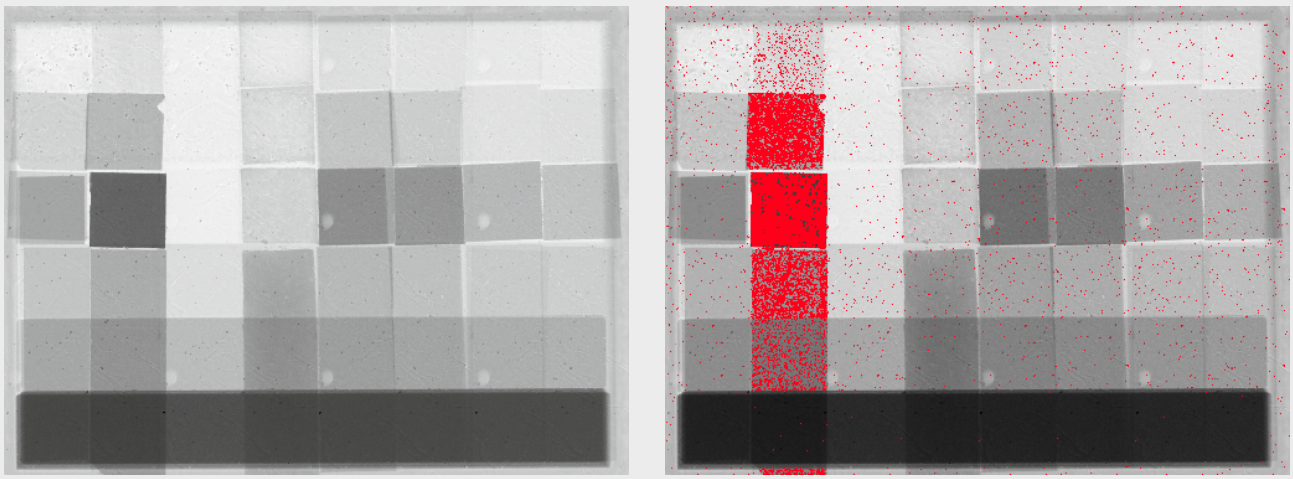
Digital-Volume-Correlation-Algorithmen zur quantitativen Erfassung dreidimensionaler Deformationszustände wurden verifiziert und validiert.

12 | 21

Spektroskopische CT-Aufnahmen in Kombination mit konntrolierter Defekterzeugung können durchgeführt und mit DVC analysiert werden.

12 | 22

Spektroskopische CT-Aufnahmen von Halbleitern, Meta-Materialien und hybriden Materialien können in Verbindung mit in-situ Lastaufbringung durchgeführt werden. Eine Analyse der Schädigungsmechanismen mit DVC ist möglich.



Energiespektrum gibt Auskunft über das durchstrahlte Material
Auf der linken Seite ist eine unverarbeitete Röntgenaufnahme eines Absorptionsphantoms bestehend aus unterschiedlichen Materialien variierender Dicke und zusätzlicher Abschirmung aus Aluminium der unteren Hälfte zu sehen. Die Aufnahme wurde mit einem Medipix3RX Detektor mit 1mm CdTe Sensor aufgezeichnet. Rot dargestellt sind Pixel, die vom Algorithmus als Wolfram identifiziert wurden (durch K-Kanten-Analyse).

Das knifflige Detail

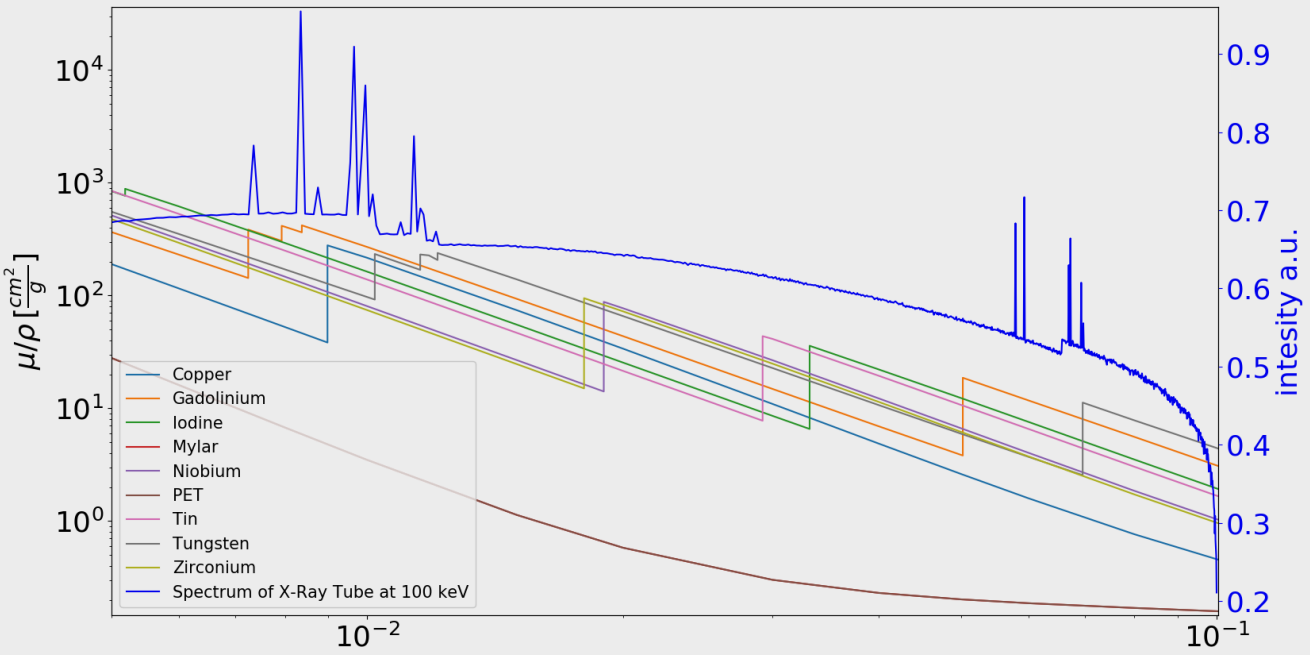
Eine Unterscheidung unterschiedlicher Energien des Röntgenspektrums ist mit den energieschwellenbasierten Medipix3RX Halbleiterdetektoren möglich.

Diese zusätzlichen Energieinformationen bieten bei ausreichend hoher Energieauflösung die Option einer elementbasierten Materialunterscheidung in einem röntgenbildgebenden Verfahren. Die Änderung der eingestrahlten Intensität durch ein absorbierendes Material kann durch das Lambert-Beersche-Gesetz beschrieben werden:

$$I' = I_0 \cdot e^{-(\mu \cdot d)}$$

Die abgeschwächte Intensität I' durch einen Absorber hängt von der eingehenden Intensität I_0 der Strahlungsquelle, der Dicke d des absorbierenden Materials und einem materialspezifischen Abschwächungsfaktor μ ab. Da sowohl die Dicke des Absorbermaterials, als auch der dichteabhängige Abschwächungsfaktor die resultierende Intensität beeinflussen, müssen zur Materialunterscheidung die Energieinformationen des Spektrums mit einbezogen werden.

Um anhand des Energiespektrums eine Aussage über das durchstrahlte Material treffen zu können, kann das so genannte K-Kanten Verfahren angewendet werden. Hier wird ausgenutzt, dass die Strahlungsabsorption von Energien oberhalb der materialspezifischen Ionisationsenergie sprunghaft ansteigt, was sich im resultierenden Spektrum als »Kante« niederschlägt. Durch die Einteilung des Spektrums in verschiedene Bereiche können die Absorption der Strahlung durch ein Material in unterschiedlichen Energien miteinander verglichen und somit eine Unterteilung der Materialen durchgeführt werden. Allerdings ist aufgrund der Breite der Energiefenster nur eine eingeschränkte Materialbestimmung möglich. Eine neue Generation von Detektoren,



Massenabschwächungsfaktoren von Materialien mit überlagertem Röntgenröhrenspektrum

die Timepix3 Detektoren, bieten die Option vollspektroskopische Röntgenaufnahmen aufzunehmen, bei denen im Gegensatz zu einzelnen Energiefenstern der gesamte Energiebereich mit einer Genauigkeit von bis zu 1 keV differenzierbar ist. Dadurch können die Absorptionskanten aller untersuchten Materialien detektiert und eine Voxel basierte Elementbestimmung vorgenommen werden.

Durch die erhöhte Informationsmenge stellen die Anforderungen an die Rate der Datenverarbeitung und Speicherkapazität des Systems, die Auswertung der aufgenommenen Daten, sowie die Implementierung der gesammelten Informationen in den Rekonstruktionsalgorithmus der Computertomografie eine Herausforderung an das Projekt dar.

Absorptionsanalyse
Dargestellt sind die Massenabschwächungsfaktoren der im Phantom verwendeten Materialien in Abhängigkeit der Energie der wechselwirkenden Photonen. Die blaue überlagernde Kurve zeigt ein typisches Röntgenspektrum aus einer Röntgenröhre mit Wolfram-Kathode.
Aus der Analyse der Absorption des Röntgenspektrums durch ein Material, kann mit dem Timepix3 Detektor eine elementgenaue Materialbestimmung erfolgen, da alle spektroskopischen Daten verarbeitet werden und somit die K-Kanten im Transmissionsspektrum bestimmt werden können.

Projektteam & INATECH

Projektteam

Prof. Dr. Ing.-habil. Stefan Hiermaier
Projektleiter
Direktor Fraunhofer EMI
Institutsdirektor INATECH
Professur für Sustainable Systems Engineering
stefan.hiermaier@inatech.uni-freiburg.de

Antonina Trippel
Wissenschaftliche Mitarbeiterin

Maximilian Stilz
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Florian Gutmann
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Puneeth Jakkula
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Prof. Dr. Michael Fiederle
Leiter SG Materialcharakterisierung & Detektortechnologie
Freiburger Materialforschungszentrum FMF
michael fiederle@fmf.uni-freiburg.de

Dr. Simon Procz
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Michael Schütz
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Julian Fey
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Prof. Dr. Dr. Oliver Ambacher
Direktor Fraunhofer IAF
Professur für Leistungselektronik
oliver.ambacher@inatech.uni-freiburg.de

Björn Christian
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Niclas Feil
Wissenschaftliche Mitarbeiter

Prof. Dr. Ing. Frank Balle
Walter-und-Ingeborg-Herrmann Professur für Leistungsultraschall und Technische Funktionswerkstoffe
Prodekan INATECH
frank.balle@inatech.uni-freiburg.de

Aravind Premanand
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Armin Karimi
Technischer Mitarbeiter

Prof. Dr. Chris Eberl
Stellv. Institutsleiter Fraunhofer IWM
Professur für Mikro- und Werkstoffmechanik
chris.eberl@imtek.uni-freiburg.de

Franziska Wenz
Wissenschaftliche Mitarbeiterin

Nadira Hadzic
Wissenschaftliche Mitarbeiterin

Dr. Georg Ganzenmüller
Projektkoordination

Dr. Kilian Kreb
Projektkoordination, Kommunikation

Eva Otto
Betreuung wissenschaftlicher Nachwuchs

Das INATECH

Nachhaltigkeit als Leitgedanken bei der Entwicklung technischer Systeme etablieren. – Mit dieser Zielsetzungwurde im Oktober 2015 das neue Institut für nachhaltige technische Systeme gegründet – das INATECH.

Im Mittelpunkt steht eine dezidiert ingenieurwissenschaftliche Herangehensweise, die nach technischen Lösungen für die sich aus Schlüsselkomponenten nachhaltiger Entwicklung ergebenden Herausforderungen sucht.

Gemeinsam mit Partnern aus dem öffentlichen Sektor und der Wirtschaft forscht das INATECH in interdisziplinären Projekten und entwickelt technische Systeme, die den Herausforderungen unserer Generation begegnen.

Das INATECH besteht aus einer gleichwertigen Partnerschaft der Albert-Ludwigs-Universität Freiburg sowie der fünf Freiburger Fraunhofer-Institute.

Dieses Fundament macht das INATECH einzigartig in der Forschungslandschaft und ermöglicht es, die gesamte Bandbreite von der Grundlagenforschung bis hin zur industriellen Anwendung abzudecken.

Bildnachweis

S.1, 10/11, 13, 22/23, 25, 34/35, 37, 44/45, 47: Kilian Kreb

S. 3: Fraunhofer EMI

grau hinterlegte Bilder entstammen der Arbeit der Forschungsgruppen

INATECH
Institut für Nachhaltige Technische Systeme
Albert-Ludwigs-Universität Freiburg

Emmy-Noether-Straße 2
D-79110 Freiburg

Tel. +49 761 203 - 96783
info@inatech.de
www.inatech.de