INATECH
INSTITUT FÜR NACHHALTIGE
TECHNISCHE SYSTEME

UNI FREIBURG

SCHARF
Jahresbericht 20/21

Jahresbericht 20/21
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
Stand: November 2020

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

Carl Zeiss Stiftung

Die fünf am SCHARF-Projekt beteiligten Professuren:
Prof. Dr. Chris Eberl, Prof. Dr. Michael Fiederle,
Prof. Dr. Dr. Oliver Ambacher, Prof. Dr. Frank Balle und
Projektleiter Prof. Dr. Stefan Hiermaier

Wie sich Effekte im Kleinen auf das große Ganze auswirken

So lautet die Kernfrage des SCHARF-Forschungsprojekts. Niemand konnte ahnen, dass sich im Lauf des Jahres dieses Wirkprinzip so mächtig in unseren Alltag niederschlägt und unser gewohntes Leben zum Erliegen bringt.

Trotz dieser Umstände liegt das SCHARF-Projekt im Zeitplan. Zahlreiche wichtige Meilensteine konnten an den fünf beteiligten Professuren erreicht werden.

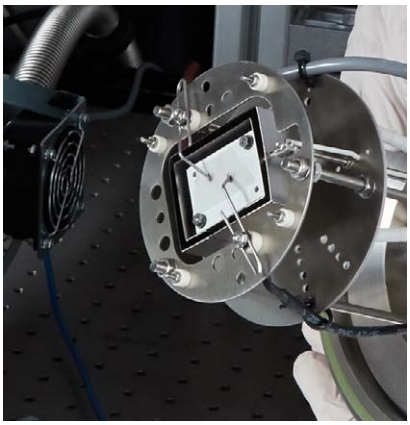
Einiges, was im vergangenen Jahr noch ein *kniffliges Detail* war, konnte gelöst oder besser verstanden werden. Die Forschung geht weiter – und so haben sich auch in diesem Jahr neue *knifflige Details* aufgetan, die Sie am Ende jedes Kapitels finden.

Der Bericht ist auch dieses mal gemäß der Längenskala geordnet: von klein nach groß und mit einem übergreifenden Abschlusskapitel zur röntgenbasierten Computer-Tomographie.

Kommen Sie gut durch diese ungewöhnliche Zeit!
Herzlichst,

Prof. Dr.-Ing. habil. Stefan Hiermaier
Direktor Institut für Nachhaltige Technische Systeme INATECH,
Direktor Fraunhofer-Institut für Kurzzeitdynamik EMI,
Leiter des SCHARF-Projekts

Inhalt



06

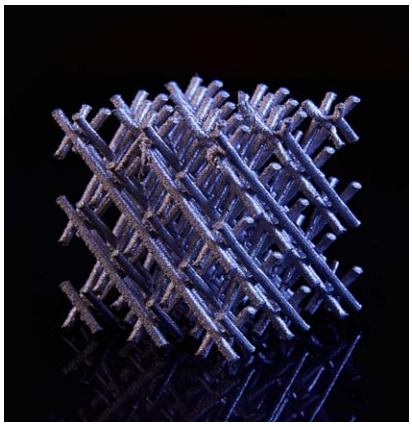
Halbleiter-Materialsysteme

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.

24

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.



36

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.

50

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.

60

Entwicklung von in-situ computertomographischen Methoden

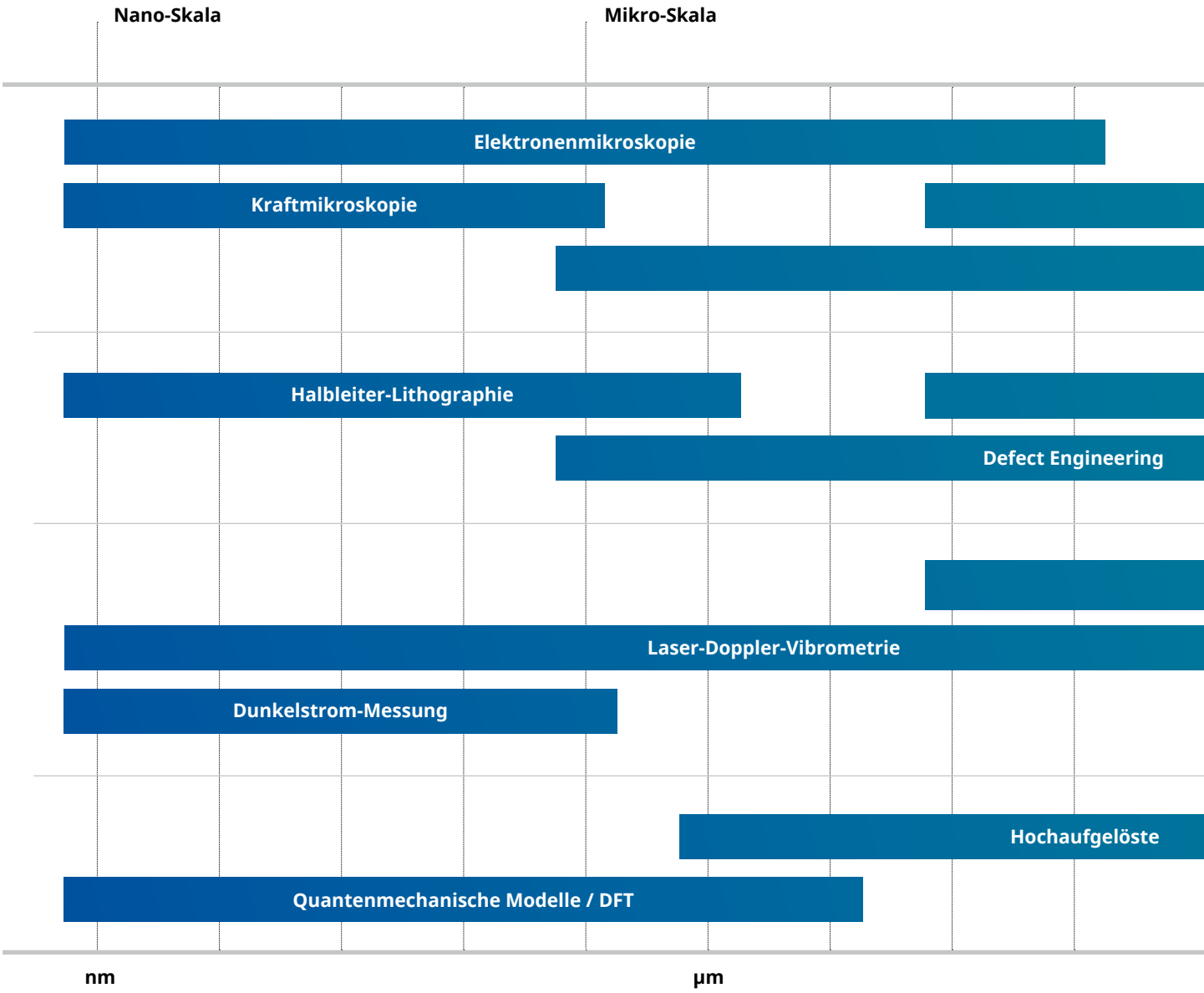
Die Entwicklung der letzten Jahre bei spektroskopischen Detektoren und Nanofokus-Röntgenröhren ermöglicht das Design innovativer Röntgenanalysegeräte. Sie besitzen ein ähnliches Leistungsvermögen wie eine Synchrotronquelle und liefern gleichzeitig Beugungsbilder, Defektverteilungen und dreidimensionale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

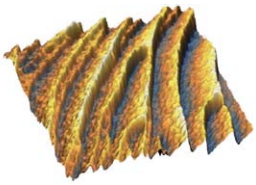
04 Maßnahmen & Methoden

76 Projektteam

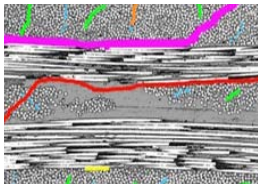
80 Das INATECH

Maßnahmen und Methoden

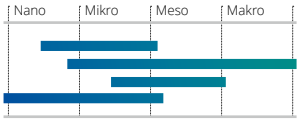




Strukturelle Analyse Mit Hilfe der Kraftmikroskopie können atomare Stufen an der Oberfläche von Halbleitermaterialien sichtbar gemacht werden.

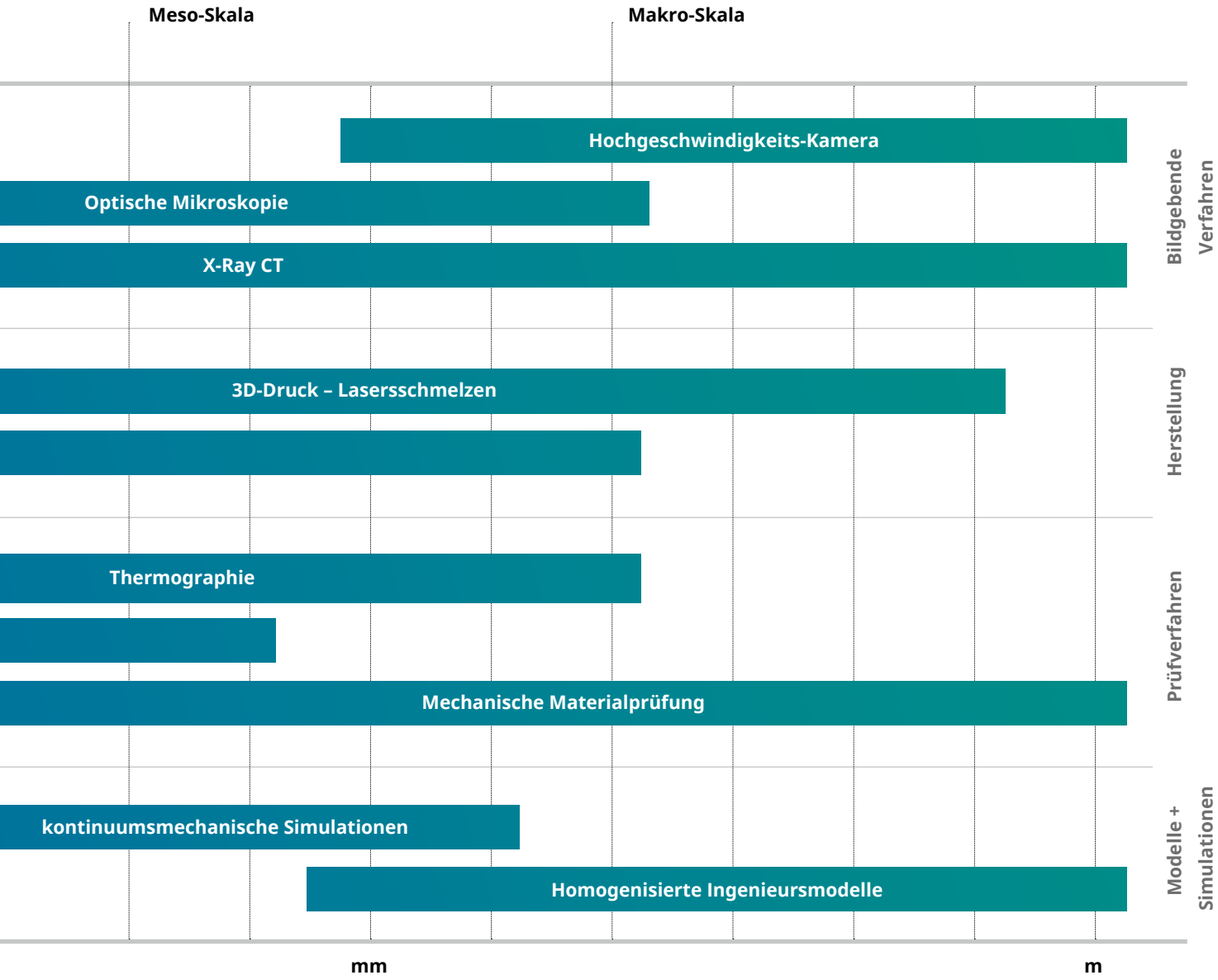


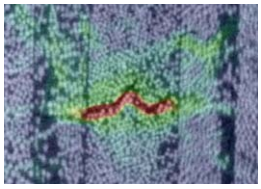
Defect Engineering Defekte und Inhomogenitäten bestimmen die Lebensdauer, sobald die Schwelle der lokalen Festigkeit überschritten wird. Mit ultraschallbasierten Methoden werden diese Einflüsse studiert um robuste nachhaltige Systeme zu ermöglichen.



Kurzübersicht

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

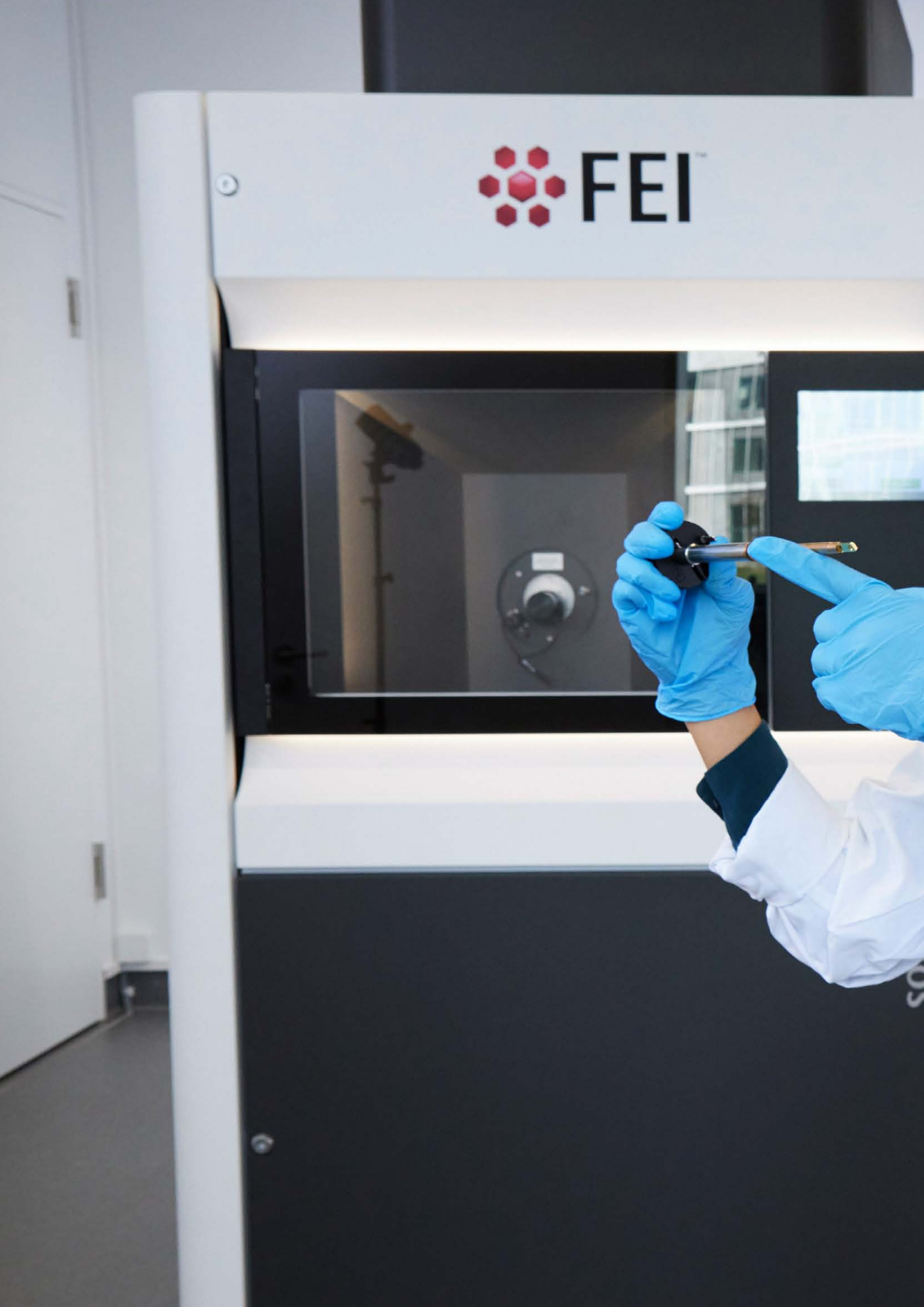




Faserverbundwerkstoffe Sie bestehen aus hochfesten Fasern und einer umgebenden Polymermatrix. Röntgenbasierte Methoden zeigen im Inneren verborgene Defekte und helfen, ihren Entstehungsmechanismus zu verstehen.

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

Halbleiter-Materialsysteme


FEI

Charakterisierung auf atomarer Ebene im Transmissionselektronenmikroskop (TEM)
Zunächst wird eine Probe mittels Fokussiertem Ionenstrahl (FIB) auf eine Dicke von ca. 100 nm abgedünnt. Anschließend folgen Transmissionsmessungen im Elektronenstrahl: Die Diffraktion der Elektronen macht die Netzebenen des Halbleiterkristalls sichtbar und erlaubt Rückschlüsse über die Materialqualität.

Halbleiter-Materialsysteme

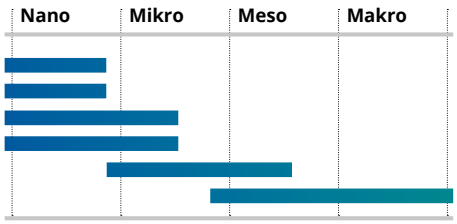
Aluminium-Scandium-Nitrid (AlScN) mit Sc-Konzentrationen von mehr als 25 % der Metallatome zeigt überraschenderweise ferroelektrische Eigenschaften. Damit ist AlScN das bisher einzige ferroelektrische, nitridische Halbleitermaterial mit einer großen Bandlücke. Aus diesen physikalischen Eigenschaften erwachsen eine hohe Anzahl von Anwendungen in neuartigen elektrischen und piezoakustischen Bauelementen. Im Projekt SCHARF wird durch eine skalenübergreifende Analytik ein grundlegendes Verständnis der strukturellen und piezoelektrischen Eigenschaften von AlScN erarbeitet.

AlScN und Diamant als zukunftsweisende Halbleitermaterialien

Ferroelektrische AlScN-Schichten haben ein enormes Potential, als Informationsspeicher mit hoher Speicherdichte Verwendung zu finden. Hierfür ist es notwendig, die ferroelektrischen Eigenschaften über den Spannungszustand der Schichten, sowie die strukturelle Qualität und piezoelektrischen Koeffizienten genau einstellen zu können.

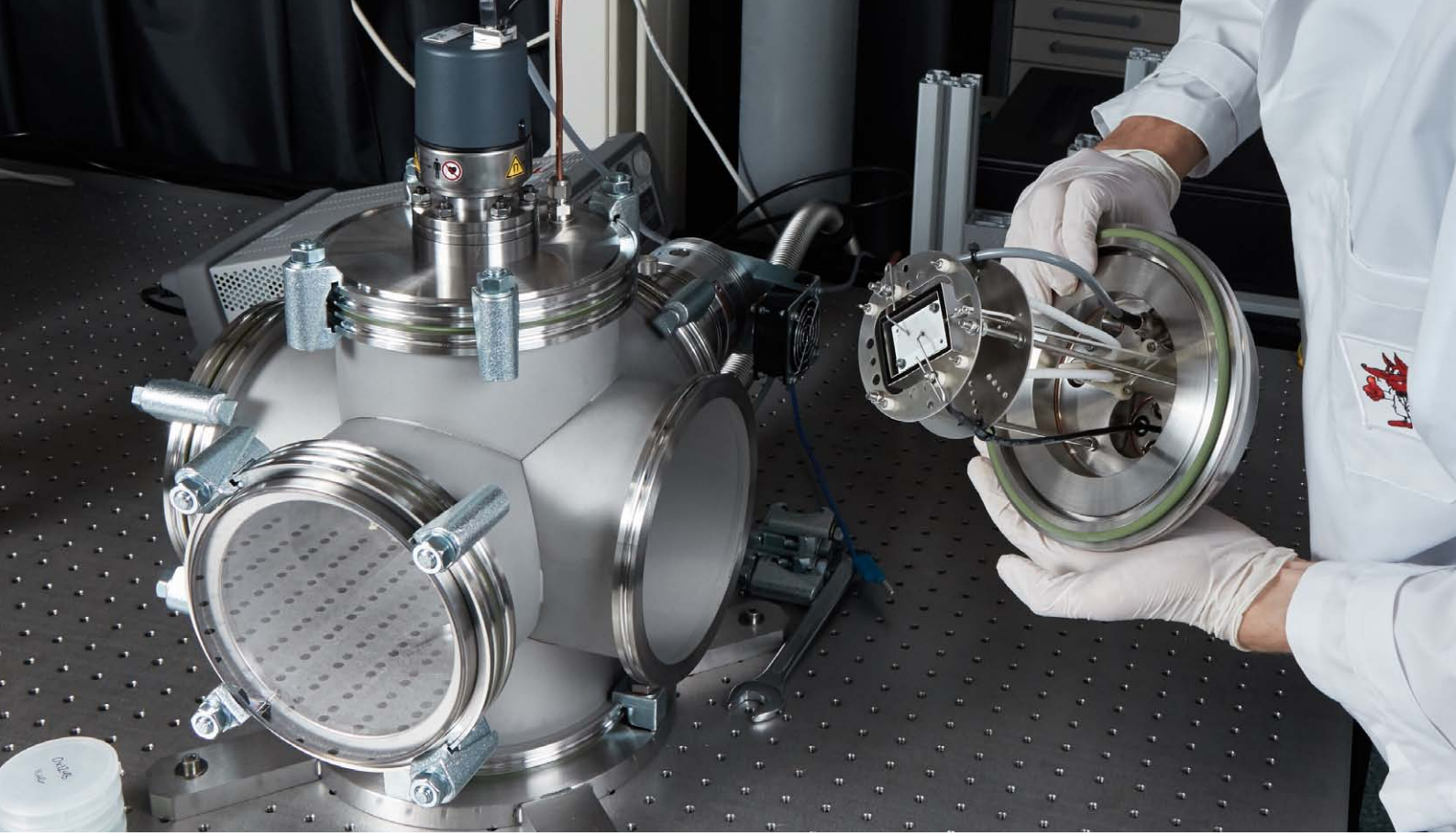
Eine weitere Anwendung von AlScN-Schichten mit hohen Sc-Gehalten sind neuartige Surface Acoustic Wave (SAW)-Bauelemente. Basierend auf akustischen Wellen höherer Ordnung können Filterbauelemente für eine Vielzahl der 5G-Mobilfunk-Frequenzbänder technisch realisiert werden. Die Kombination von AlScN Schichten mit dem Material Diamant ermöglicht das Design von SAW-Filtern für sehr hohe Frequenzbereiche. Die hohe mechanische Steifigkeit macht Diamant zu einem idealen Wellenleiter für akustische Wellen bei SAW-Bauelementen. Gelingt das epitaktische Wachstum von AlScN schichten auf Diamant, so können dadurch besonders hohe Frequenzen und Filterbandbreiten erreicht werden.

Weiterhin kann durch die Verbindung einer Fehlstelle im Diamantgitter mit einem nebenstehend durch Stickstoff ersetzten Atom ein Stickstoff-Vakanz (NV)-Zentrum erzeugt werden. Diese NV-Zentren werden für die Untersuchung von kleinsten Magnetfeldern benötigt und können auch als Qubits für Quantencomputer verwendet werden.



Eingesetzte Methoden:

Elektronen-Spin-Resonanz
Transmissionselektronenmikroskopie
Kraftmikroskopie
Röntgenbeugung
Röntgentopographie
Piezomesstechnik

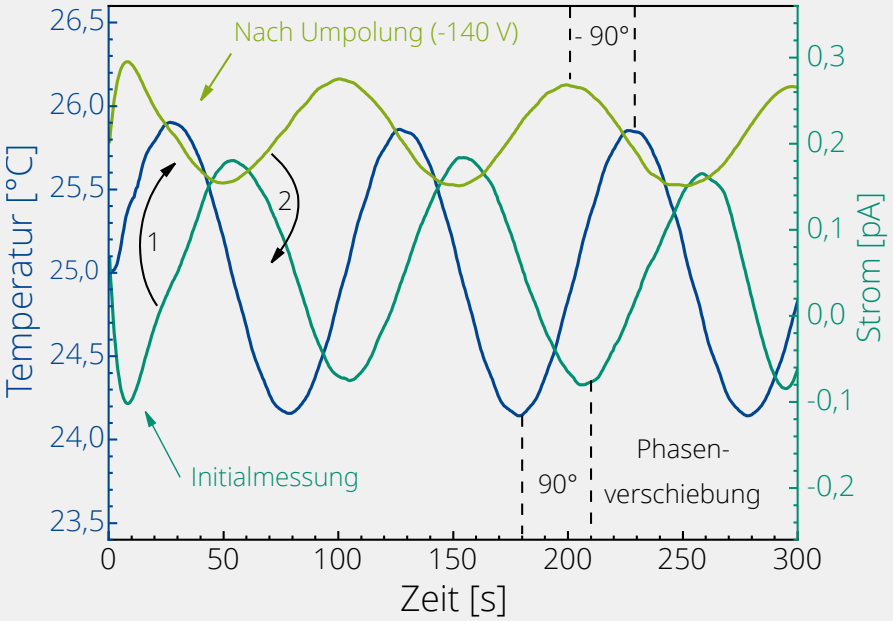


Temperaturabhängige elektrische Messungen in Vakuum Der Messplatz ermöglicht das Messen der Dunkelleitfähigkeit für die Defektanalyse. Es können Spannungen von bis zu 1000 V angelegt werden, um die ferroelektrischen Eigenschaften von AlScN-Schichten zu charakterisieren.

Bestimmung der ferroelektrischen Eigenschaften von AlScN

Bei der Untersuchung von AlScN-Dünnschichten können Kristalldefekte die Eigenschaften des Materials stark beeinflussen. Wir untersuchen daher die strukturellen Eigenschaften der Schichten über Röntgendiffraktion, da die Halbwertsbreite des (0002)-Reflexes bei einem Scan um die ω-Achse ein charakteristisches Maß für die Verkippung hexagonaler AlScN-Kolumnen ist, aus denen die Schichten bestehen. Über Polfiguren wird die Orientierungsverteilung der Kristallite des Materials gemessen. Dadurch kann eine epitaktische Beziehung zum Substrat nachgewiesen werden. Eine Verbreiterung der Reflexe weist zudem auf eine Verdrehung der Einzelkolumnen (Twist) hin, wodurch im Material mehr Korngrenzen entlang der c-Achse zu erwarten sind. Es zeigt sich, dass manche Schichten mit hoher Kristallqualität keine ferroelektrischen Eigenschaften aufweisen, während bei einigen Schichten mit deutlich schlechterer Qualität eine Umkehr der Polarisationsrichtung beobachtet werden kann. Diese ersten Ergebnisse legen nahe, dass bestimmte Defekte im Material die Bildung von ferroelektrischen AlScN-Schichten begünstigen. Um diese Defekte bestimmen zu können ist eine Vakuumkammer mit Bornitrid-Heizmodul aufgebaut worden, um über die Messung der Dunkelleitfähigkeit der Schichten in Abhängigkeit von der Temperatur die Aktivierungsenergie der relevanten Defekte bestimmen zu können. Der Aufbau hat die Möglichkeit, hohe Spannungen an die AlScN-Schichten anzulegen, um die für ferroelektrische Schichten charakteristische Umkehr der Polarisationsrichtung des Materials durchführen zu können.

Um bestimmen zu können, ob eine AlScN-Schicht ferroelektrische Eigenschaften aufweist, wird der pyroelektrische Koeffizient gemessen. Hierbei wird eine Änderung der Oberflächenladung durch eine sinusförmige Änderung der

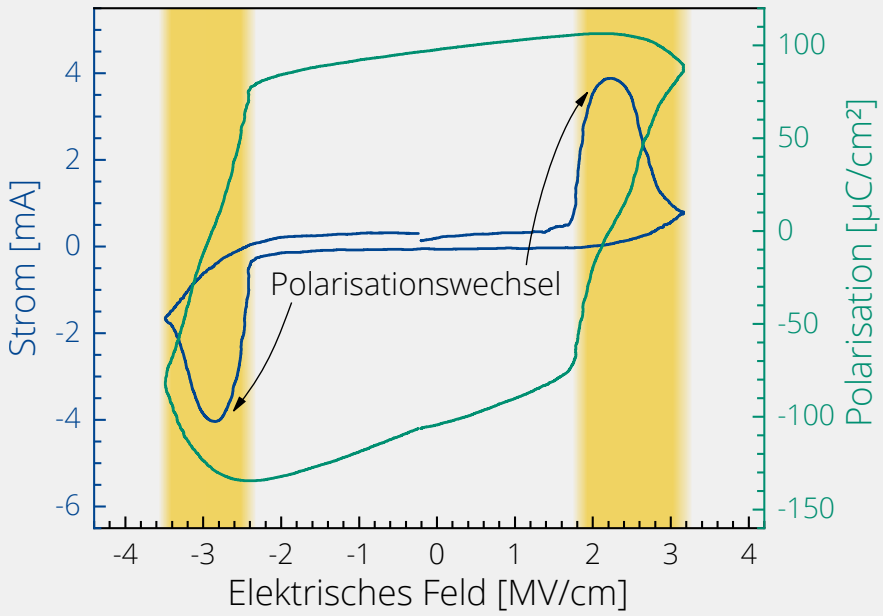


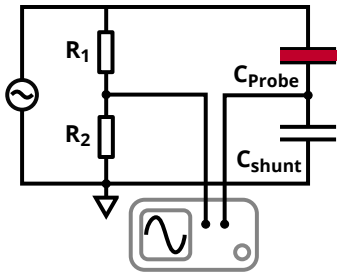
Messung der pyroelektrischen Koeffizienten
Durch eine sinusförmige Temperaturänderung (blau) wird ein sinusförmiger Strom (grün) induziert. Das Vorzeichen der Phasenverschiebung zwischen diesen beiden Kurven weist auf die Polarität des Materials hin. Durch einen Spannungspuls kann die Polarität gewechselt werden (hellgrün), was durch ein negatives Vorzeichen in der Phasenverschiebung sichtbar wird.

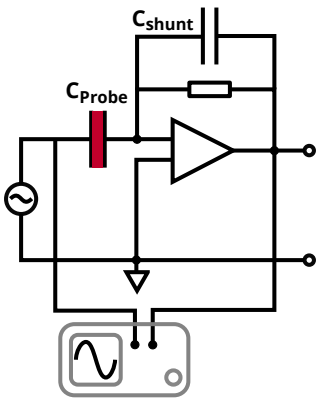
Temperatur über die Zeit erzeugt. Diese kann über eine sinusförmige Änderung des Stoms sichtbar gemacht werden. Das Vorzeichen der Phasenverschiebung der Stromkurve zur Temperaturkurve bestimmt die Richtung der spontanen Polarisation des Halbleiters. Wird nun ein Hochspannungspuls auf die Probe gegeben, so wird bei Erreichen der Koerzitivfeldstärke die Richtung der spontanen Polarisation umgekehrt. Dies ist anschließend durch einen Wechsel des Vorzeichens der Phasenverschiebung der Stromkurve sichtbar. Ein Nachteil dieser Messmethode ist, dass durch den angelegten Spannungspuls alle Defekte geladen, oder umgeladen werden können, die sich in dem Halbleiter befinden. Defekte, die sich in der Mitte der Bandlücke befinden, haben hier eine sehr hohe Relaxationszeit, wodurch nach jedem Spannungspuls eine Wartezeit im Minutenbereich nötig ist, bis sich der Halbleiter wieder im Gleichgewichtszustand befindet. Es ist notwendig, sich schrittweise der Koerzitivfeldstärke zu nähern, um einen Durchbruch (Avalanche Breakdown) zu vermeiden. Dadurch ergibt sich eine Gesamtmesszeit von einigen Stunden pro Probe, sowie die Gefahr der Degradation des Materials durch die hohen Spannungspulse.

Eine weitere Möglichkeit, die Ferroelektrizität eines Materials zu bestimmen, sind so genannte PE-Loops. Hier wird eine Änderung der Polarisation (P) in Abhängigkeit des elektrischen Feldes (E) gemessen. Die Polarisation kann nicht direkt gemessen werden. Die einfachste Möglichkeit ist daher die Messung der Ladung an einem Shunt-Kondensator parallel zu einem Spannungsteiler. Diese Konfiguration wird „Sawyer and Tower Circuit“ genannt (nächste Seite, oberes Schaltbild).

PE-Loop einer ferroelektrischen AlScN-Probe
Der gemessene Strom in Abhängigkeit des elektrischen Feldes zeigt bereits den Umpolungsvorgang. Durch die Ladungsverschiebung entsteht ein lokales Maximum in der Stromkurve. Auch in der Polarisationskurve wird der Wechsel der Polarisationsrichtung bei Erreichen der Koerzitivfeldstärke sichtbar.



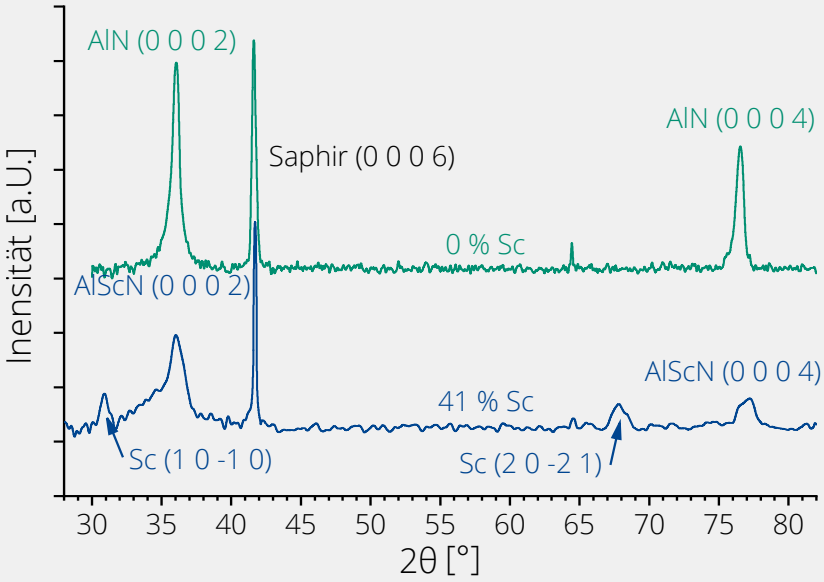




Da hierbei der Shunt-Kondensator und die Kapazität der Probe auch selbst einen Spannungsteiler bilden, muss der Shunt-Kondensator immer hinreichend groß sein, um einen Messfehler zu vermeiden. Eine genauere Messung ermöglicht ein Operationsverstärker (OPV) mit virtueller Masse am negativen Eingang (unteres Schaltbild).

Durch den hohen Eingangswiderstand des OPVs kann der Messfehler so minimiert werden. Dieser Aufbau ermöglicht, die ferroelektrischen Eigenschaften einer AlScN-Schicht innerhalb weniger Minuten zu ermitteln.

Des Weiteren können die Ergebnisse der Defektcharakterisierung nun direkt mit einer genauen Analyse der ferroelektrischen Eigenschaften korreliert werden, um ermitteln zu können, welche Defekte den ferroelektrischen Effekt begünstigen.

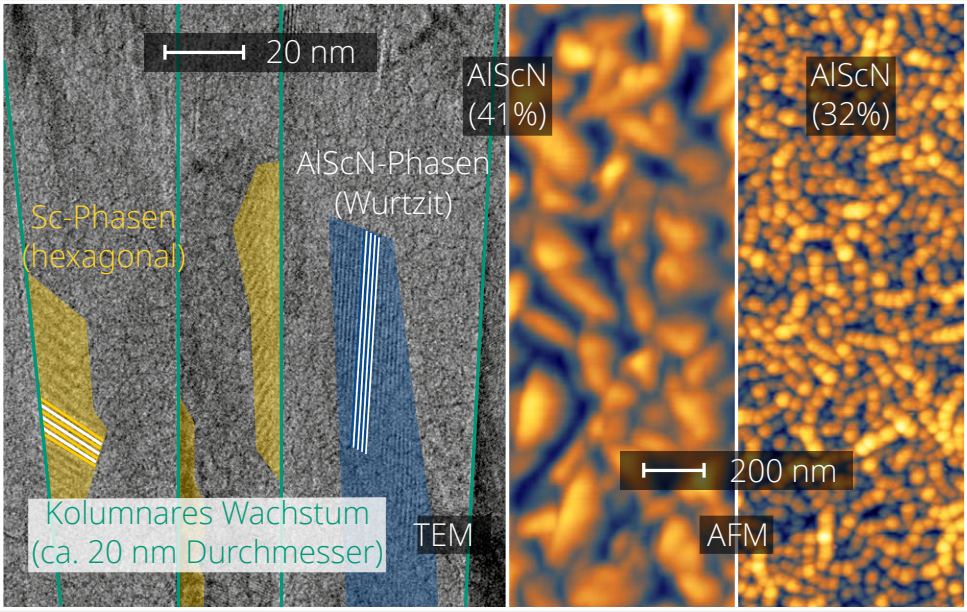


Untersuchung der Schichtqualität mit Röntgendiffraktion
Mit einem 2θ-Scan werden alle Netzebenen parallel zur Oberfläche sichtbar. Bei der AlN-Probe sind daher nur der (0002)- und der (0004)-Reflex zu sehen. Die AlScN-Probe mit 41 % Sc weist zudem weitere Reflexe auf, die zu phasenreinem Scandium passen.

Fehlorientierte Körner in AlScN-Schichten mit hohem Sc-Gehalt

Sowohl für 5G-SAW-Bauelemente, als auch bei der Erstellung von ferroelektrischen AlScN-Schichten für Speicheranwendungen, sind besonders die Schichten mit hohem Scandium-Gehalt von besonderem Interesse. Mit steigendem atomaren Prozentsatz von Sc im Kristall steigen auch die piezoelektrischen Koeffizienten. Durch die stärkere Verzerrung des Wurtzitgitters wird zudem der ferroelektrische Effekt begünstigt. Allerdings ist es nicht möglich, Schichten mit einem Scandiumgehalt von über 41% herzustellen, da die Schichten bei derart hohen Sc-Konzentrationen nicht mehr homogen in der Wurtzitphase wachsen, sondern ein Mischkristall mit ScN-Phasen entsteht. Bereits bei Schichten über 30% können während des Wachstums fehlorientierte Körner in den gesputterten Schichten entstehen. Generell wird die Wurtzit-Phase von AlScN mit zunehmendem Sc-Gehalt instabiler und die Schichtqualität nimmt ab.

Um das Schichtwachstum zu optimieren, müssen diese fehlorientierten Phasen experimentell charakterisiert werden. Hierfür haben wir 2θ-Messungen mit einem Röntgendiffraktometer durchgeführt. Typischerweise sollten in diesem Diffraktogramm nur Reflexe der Netzebenen parallel zur Oberfläche erscheinen. Bei unserem Referenzmaterial Aluminiumnitrid (AlN) ist dies auch der Fall. Im Diffraktogramm von AlScN sind zwei Reflexe bei 2θ = 31,04° und 2θ = 67, 83° zu erkennen, die zu keiner AlScN-Phase passen. Simuliert man verschiedene Sc- und ScN-Phasen, so wird ersichtlich, dass es sich um die (1010)-Phase und die (20-21)-Phase von Scandium handeln muss. Die Intensität der Reflexe dieser Phasen ist jedoch sehr gering und bei geringer Anzahl fehlorientierter Kristallbereiche fällt sie unterhalb des Detektionslimits. Daher ist die

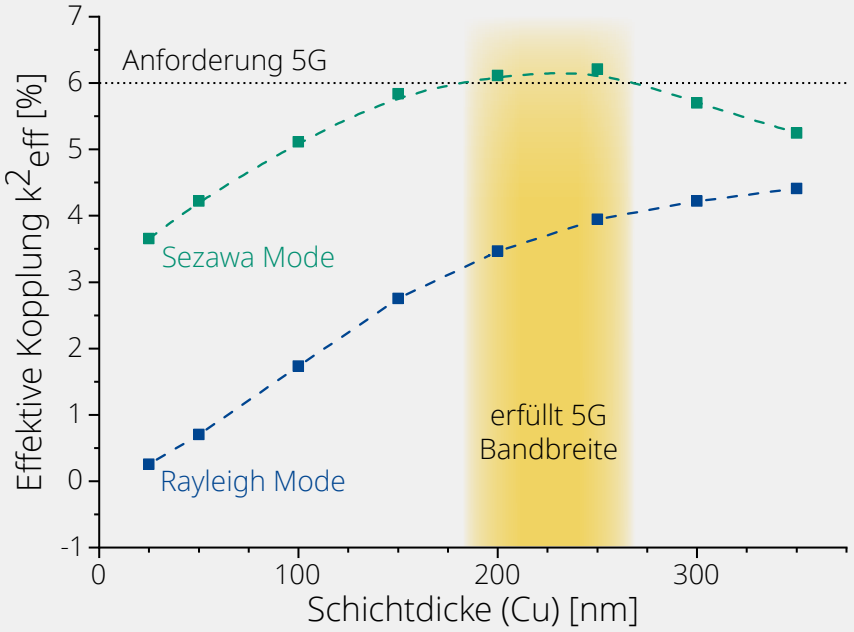


AFM und TEM an AlScN
In der Rasterkraftmikroskopie können fehlorientierte Kristallbereiche bereits auf der Oberfläche sichtbar gemacht werden. Im Transmissions-Elektronenmikroskop werden die Netzebenen sichtbar und die verschiedenen Phasen im Volumen der AlScN-Schichten können unterschieden werden.

Messung der Röntgendiffraktion als einzige Messmethode der fehlorientierten Kristallbereiche nicht ausreichend. Wir haben daher Aufnahmen im Rasterelektronenmikroskop (REM) und Rasterkraftmikroskop (AFM) durchgeführt. Bei der Analyse der Oberfläche werden die fehlorientierten Kristallbereiche bereits bei geringer Anzahl sichtbar. Hier ist es auch möglich die Dichte an fehlorientierten Kristallbereichen zu bestimmen. So besteht die Möglichkeit, die verwendeten Sputterparameter für das Schichtwachstum quantitativ zu bewerten. Im REM lässt sich unkompliziert die Dichte der fehlorientierten Kristallbereiche bestimmten, es ermöglicht jedoch keine Messung der Oberflächenrauheit, welche ein weiterer wichtiger Parameter für die Bewertung der Qualität der gesputterten Schichten darstellt. Diese wird trotz höherem Aufwand separat durch eine AFM-Messung ermittelt.

Eine genauere Analyse dieser Kristallbereiche bietet eine Querschnittsanalyse im REM, sowie Messungen im Transmissions-Elektronenmikroskop (TEM). Der Aufwand ist durch die komplizierte Probenpreparation sehr hoch. Mit Hilfe eines fokussierten Ionenstrahls (FIB) wird eine Lamelle aus dem Halbleiter geschnitten. Diese muss an den Stellen von Interesse vor der TEM-Messung mittels FIB auf ca. 100 nm abgedünnt werden. Über eine mikroskopische Pinzette wird die Lamelle auf einen speziellen Halter transferiert.

Bereits der Kontrast des TEM-Bildes zeigt ungeordnete Bereiche (dunkel) und Bereiche mit klar erkennbarem Kristallgitter. Bei hochauflösenden Aufnahmen können sogar die kolumnare Struktur der Schichten und einzelne Kristallebenen sichtbar gemacht, sowie die Gitterparameter der unterschiedlichen Phasen vermessen werden.



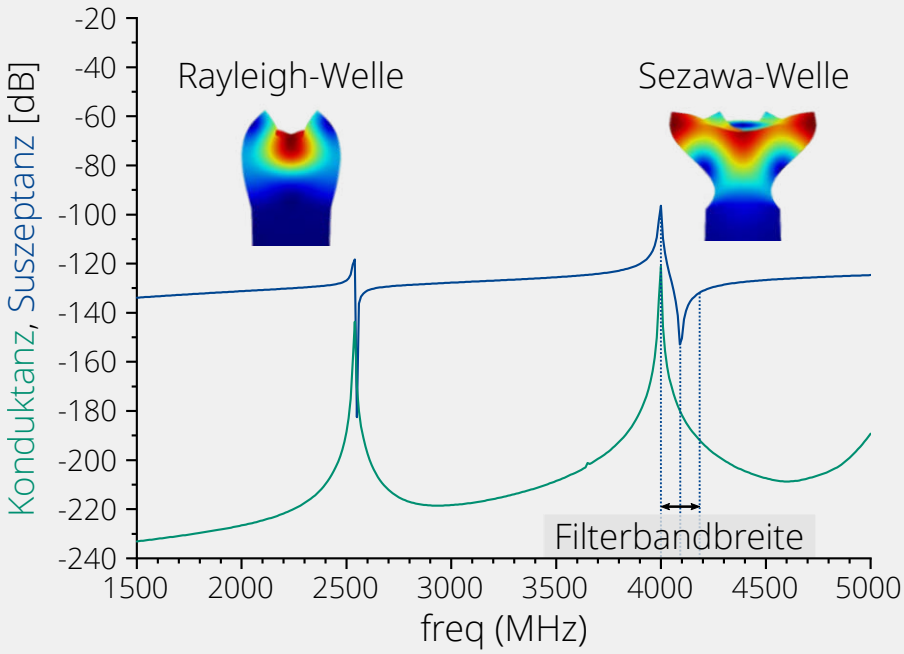
Hochfrequenzfilter mit hoher Bandbreite
Simulationsergebnisse von SAW-Bauelementen auf Basis von 1 µm dicken $Al_{0,61}Sc_{0,39}N$-Schichten auf Saphir mit Cu-Elektroden weisen eine elektromechanische Kopplung auf, die den Anforderungen für 5G-Frequenzbänder entspricht.

Neuartiges Bauelementdesign für AlScN basierte Hochfrequenz-Resonatoren

Das Ersetzen von Al-Atomen durch Sc verändert die Eigenschaften in AlScN Wurtzit-Kristallen. Die Bindungsstärke der Sc-N-Bindungen ist deutlich schwächer, als die der Al-N-Bindungen, wodurch der gesamte Kristall „weicher" wird, was zu einer Erhöhung des piezoelektrischen Effekts und einer Verringerung der akustischen Phasengeschwindigkeiten führt. Beide Effekte sind für das Design von dünnschichtbasierten SAW-Bauelementen relevant: Durch FEM Computermodelle konnten wir bereits zeigen, dass die Reduzierung der Phasengeschwindigkeit im Filmmaterial im Vergleich zum Substrat die Bildung höherer Wellenmoden bei eingekoppelten Oberflächenwellen begünstigt. Besonders relevant für Filteranwendungen sind Sezawa-Moden, deren hohe elektromechanische Kopplungskoeffizienten und Phasengeschwindigkeit ideal geeignet sind für Filter hoher Bandbreite und gleichzeitig erreichbaren Arbeitsfrequenz im GHz-Bereich.

Neue Simulationen mit AlScN Konstanten aus der Dichtefunktionaltheorie zeigen, dass SAW Bauelemente basierend auf Dünnschichten mit der Zusammensetzung $Al_{0.61}Sc_{0.39}N$ in Kombination mit Saphir als Substrat die 5G Anforderungen (hohe Bandbreite bei hoher Frequenz) für ein breites Spektrum an 5G-Mobilfunkbändern erfüllt. $Al_{1-x}Sc_xN$-Schichten mit hohen Sc-Konzentrationen von $x > 0.38$ könnten deshalb das Design von akustischen SAW-Resonatoren für 5G-Frequenzen zwischen 1 und 3 GHz und einer Bandbreite von ca. 12 % ermöglichen. Da SAW-Strukturen technologisch einfacher zu prozessieren sind, als die derzeit für Hochfrequenz-Filter hauptsächlich verwendeten Bulk Accoustic Wave (BAW) Bauelemente, bietet die experimentelle Umsetzung der SAW-Bauelemente auf Basis von epitaktischen AlScN-Schichten mit hohem Scandiumgehalt

Diamant als akustischer Wellenleiter
Die Maxima der Konduktanz zeigen die Resonanzfrequenzen eines Resonatorbauelements. Der Abstand zwischen den lokalen Extrema der Suszeptanzkurve bestimmt die Bandbreite des Resonators, was der Hälfte der Filterbandbreite entspricht. Die Kombination von AlScN- und Diamantschichten ermöglicht höchste Einsatzfrequenzen bei hoher Bandbreite.



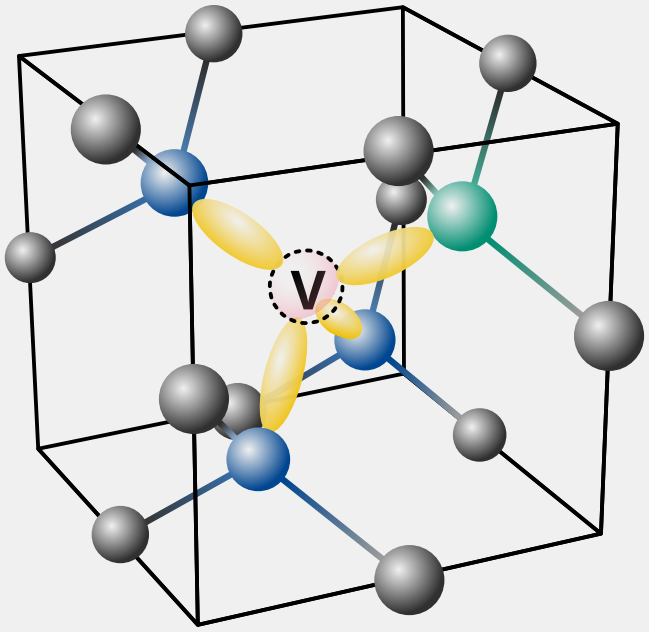
großes Potenzial für die Entwicklung zukünftiger Filter. Daher ist die Charakterisierung und Optimierung von AlScN-Schichten mit Sc-Konzentrationen von mindestens 39 % von höchster Priorität für unsere Arbeit im Rahmen des SCHARF-Projekts.

Was bietet die Kombination von AlScN und Diamant?

Diamant ist besonders interessant für akustische Bauelemente, da durch die kleinen Bindungslängen im Kristall höchst mögliche Ausbreitungsgeschwindigkeiten akustischer Wellen erreicht werden können. Bisher waren Diamantsubstrate jedoch sehr teuer, aufwendig in der Produktion und zu klein, um effizient SAW-Strukturen darauf zu prozessieren.

Mittlerweile konnten jedoch große Fortschritte beim hetero-epitaktischen Wachstum von Diamant-Dünnschichten erzielt werden. Auf Basis einer gesputterten Schicht Yttrium-stabilisierten Zirkonoxids kann bei hohen Temperaturen von mindestens 800°C eine einkristalline Iridiumschicht auf Si-Substraten abgeschieden werden. Diese bildet die Basis des anschließenden CVD-Diamant-Wachstums dessen Nukleation durch Bias Enhanced Nucleation (BEN) ermöglicht wird. Dadurch eröffnen sich neue Möglichkeiten für akustische Bauelemente im Hochfrequenzbereich.

Die Kombination von AlScN und dessen hohe piezoelektrische Koeffizienten werden mit den hohen Phasengeschwindigkeiten von Diamant kombiniert. Eine dünne Diamantschicht unterhalb der AlScN-Schicht dient der Wellenleitung, wodurch sogar SAW Applikationen weit über 3 GHz realisiert werden können. Dabei können bereits sehr dünne Diamantschichten im Bereich von ca. 1 µm Schichtdicke ausreichen.



Kubische Struktur eines Diamantkristalls mit NV-Zentrum
Kohlenstoff: schwarz/blau,
Stickstoff: grün

Die Position der Vakanz ist mit (V) gekennzeichnet. In gelb nicht an Bindungen beteiligte Einzel-Elektronen der Kohlenstoff-sp^3-Hybridorbitale.

Gezielte Defekte für Quantentechnologien

Diamant ist nicht nur mit wegen seiner Härte für piezoakustische Filter interessant. Vielmehr ist es mit seiner großen Bandlücke von 5.5 eV ein idealer Wirtskristall für sogenannte Farbzentren wie das NV-Zentrum.

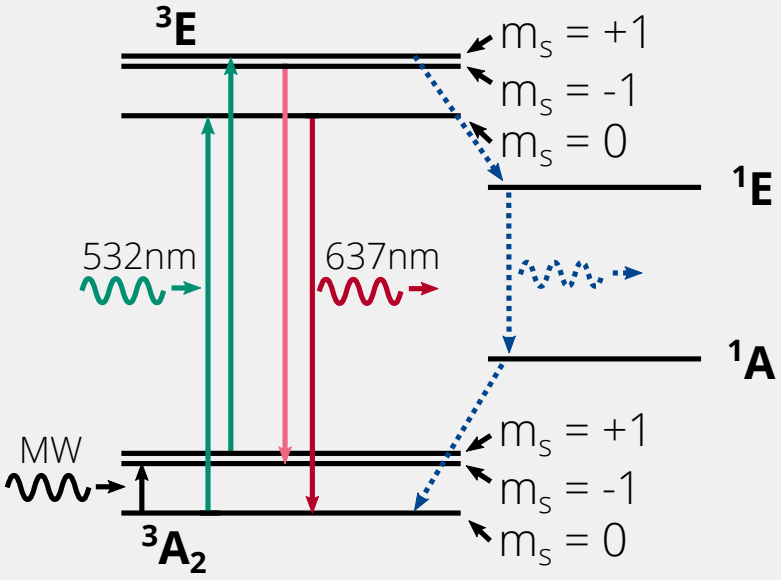
Das NV-Zentrum besitzt eine Größe von lediglich zwei Atomen oder 0.15 nm und reagiert sensitiv auf verschiedene physikalische Effekte, vor allem auf magnetische Felder. Durch seine geringe Größe lässt es sich insbesondere für die Messungen mit einer Ortsauflösung auf der Nanoskala einsetzen. Damit dies funktioniert, muss an der Stelle der Vakanz ein Elektron eingefangen werden, das dann die im Energieschema oben eingezeichneten Energien annehmen kann. Das NV-Zentrum ist dann negativ geladen (NV-).

Durch Einstrahlen von grünem, polarisiertem Licht wird das NV-Zentrum in den angeregten Zustand (^3E) gebracht. Zwischen den Spin-Zuständen 0 und +/- 1 kann durch das Einstrahlen einer Mikrowelle (MW) mit einer Frequenz von 2,8 GHz geschaltet werden. Vom unteren angeregten Zustand ($^3E_0$) fällt das Elektron unter Aussendung eines roten Photons in den Grundzustand ($^3A_0$) zurück. Von den Zuständen $^3E(m_s = +/-1)$ geht das Elektron vornehmlich über zwei sogenannte *„dark states“* ($^1E,^1A$) in den Grundzustand ($^3E_0$) über. Hierbei werden Photonen im Infrarotbereich emittiert.

Die Messung von Magnetfeldern ist nun möglich, weil die Spin-Zustände +/- 1 dem Zeeman-Splitting unterliegen, das heißt mit zunehmender magnetischer Flussdichte nimmt die Energiedifferenz zwischen den Niveaus +1 und -1 zu.

Dieser Effekt wird mit der Methode der optisch detektierten Magnetresonanz (ODMR) gemessen. Dafür muss der Spin des NV-Zentrums in den Zustand 0 gebracht werden. Hierfür reicht ein grüner Laserpuls aus, da alle Übergänge aus angeregten Zuständen im Grundzustand enden.

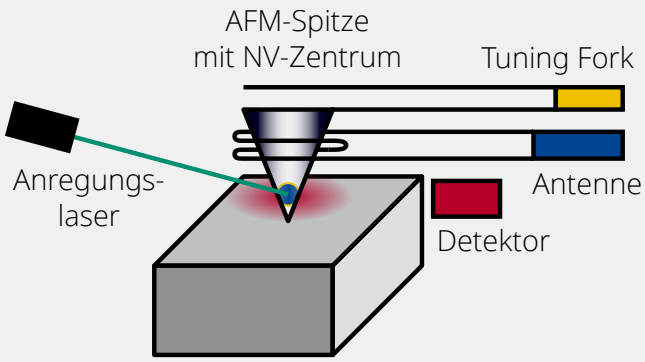
Energieniveauschema eines NV-Zentrums
Das Diagramm zeigt die möglichen Übergänge der Energieviveaus eines NV-Zentrums. Durch die Anregung mit Mikrowellenstrahlung geschieht der Übergang von ^3E zu ^3A über Zwischenniveaus. Hierbei wird die ausgesendete Wellenlänge in den Infrarotbereich verschoben und die Intensität des abgestrahlten roten Lichts sinkt.



Für die ODMR wird nun unter dauerhafter Anregung mit grünem Licht die Frequenz der eingestrahlten Mikrowellen graduell verändert und die Emission von roten Photonen gemessen. Passt die Frequenz der Mikrowelle zu einer Energiedifferenz zwischen den Spin-Zuständen 0 und +/- 1 wird dieser Übergang angeregt. Es folgt eine Anregung vom Zustand $^3A(m_s = +/-1)$ in den Zustand $^3E(m_s = +/-1)$, von welchem das NV Zentrum ohne Aussendung eines roten Photons in den Grundzustand zurückkehrt. Kurz gesagt, es wird bei passenden Mikrowellenfrequenzen eine Verdunkelung des NV-Zentrums registriert. Aus den Mikrowellenfrequenzen, bei denen die Verdunkelung geschieht, können direkt die Energien der Niveaus +/-1 und somit das gerade herrschende Magnetfeld berechnet werden.

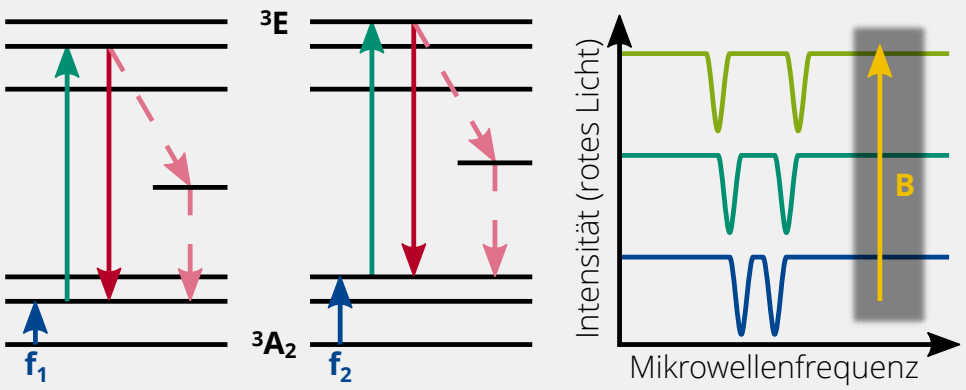
Das Verfahren zur Messung von Magnetfeldern auf der Nanoskala nennt sich Rastersonden-Magnetometrie. Hierbei wird eine Diamantspitze mit einem NV-Zentrum an ihrem Ende in ein Rasterkraft-Mikroskop eingesetzt, mit dem die Diamantspitze nur Nanometer entfernt von der Oberfläche über einer Probe verfahren werden kann. Währenddessen wird mit ODMR das Magnetfeld lokal vermessen. So ergibt sich eine Karte der Magnetfeldstärke knapp über der Probe. Die geringe Entfernung des NV-Zentrums zur Oberfläche ist dabei entscheidend, da die magnetische Feldstärke mit dem Quadrat des Abstandes abfällt. Die lange Spin-Kohärenzzeit des NV-Zentrums im Diamant ermöglicht dabei eine hohe Sensitivität bis in den Bereich von nano-Tesla. Diese Eigenschaft bleibt im Vergleich zu anderen Quanten-Sensorsystemen wie beispielswiese SQUID-Magnetometern auch bei Raumtemperatur bestehen und ermöglicht so eine einfache Messung.

Aufbau und Funktionsweise eines Rastersondenmagnetometers
Ähnlich der Rasterkraftmikroskopie fährt eine nanometerdünne Spitze über eine Probe. Auf jedem Messpunkt wird die Mikrowellenfrequenz durchgestimmt. Erfolgt eine Anregung auf eines der beiden höheren Energieniveaus, wird die Intensität des ausgesendeten roten Lichtes verringert. Das Magnetfeld ist proportional zur Differenz der beiden Frequenzen, bei denen eine Anregung stattfindet.



Was steht für 2021 an?
Es ist uns gelungen Farbzentren in Diamantschichten einzubringen, um negativ geladene NV-Zentren im Material zu erzeugen, allerdings wird es im nächsten Schritt nötig diesen Prozess kontrolliert an einem bestimmten Ort und nanometergenau durchzuführen, um eine kontrollierte Positionierung der Farbzentren zu realisieren.

Bei AlScN–Schichten konnte bereits festgestellt werden, dass Oberflächendefekte die Bildung von ferroelektrischen Schichten verhindern, allerdings sollte ermittelt werden, welche Defekte die Bildung begünstigen. Weiterhin wird die Performance von SAW-Bauelementen in Abhängigkeit des Degradationsstatus der AlScN-Schicht genau charakterisiert werden.



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.

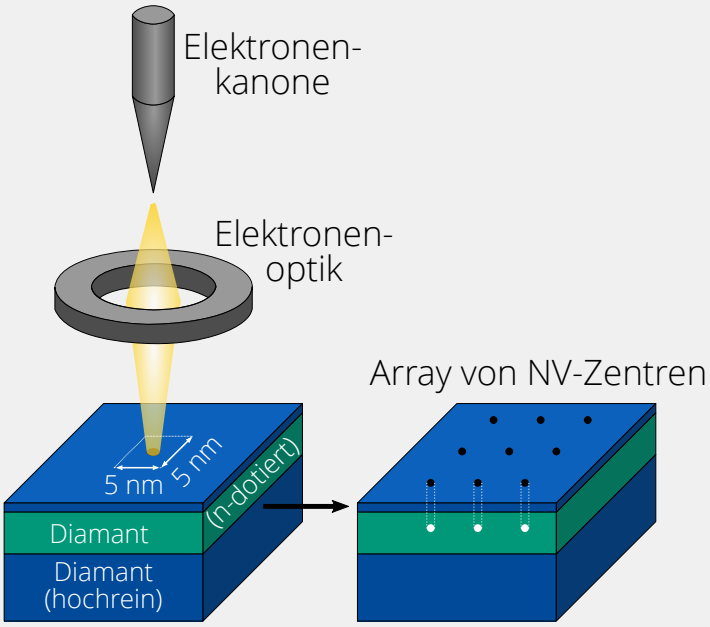
12|20 Die mechanischen Eigenschaften und die Tensor-Komponenten der elastischen Eigenschaften des Halbleiter- Materialsystems sowie seine mechanische Robustheit wurden bestimmt.

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 Halbleiter-basierte-Materialsysteme und auf ihnen beruhende elektronische Bauelemente wurden hergestellt, ihre Funktion und erhöhte Lebensdauer demonstriert.



Erzeugung von NV-Zentren mit einem Elektronenstrahl
Durch den Beschuss von elektronen mit hoher Intensität können einzelne Atome aus dem Gitter entfernt werden, wodurch Vakanzen entstehen. So ist es möglich NV-Zentren zu positionieren und kontrolliert in Arrays anzuordnen.

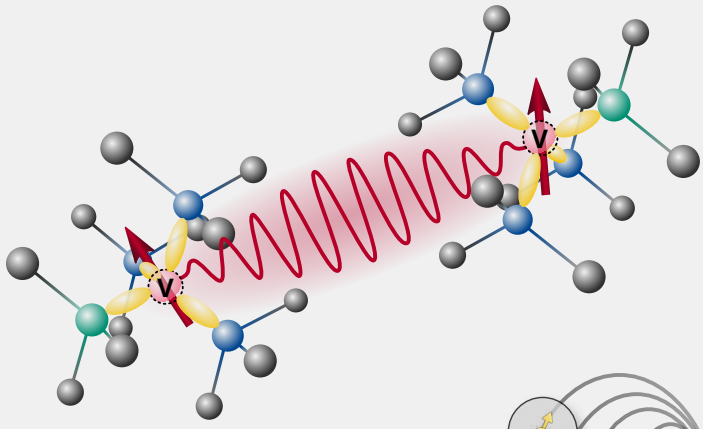
Das knifflige Detail

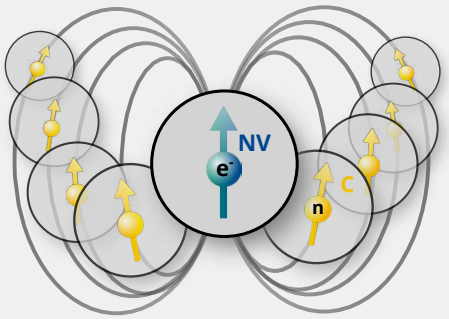
Damit die NV-Zentren ihr volles Potential ausspielen können, müssen sie sehr genau positioniert werden.

Wie zuvor bei der Vorstellung der Rastersonden-Magnetometrie angesprochen, ist es für die präzise Messung von Magnetfeldern wichtig, den Sensor – in diesem Fall das NV-Zentrum – nahe an der Quelle des Magnetfelds zu positionieren. Im Falle der Rastersonden-Magnetometrie also am Ende der Diamantspitze. Mit hoher räumlicher Auflösung Defekte (Vakanzen) in einem Kristall zu erzeugen ist ein Prozess, der bisher noch keine technischen Vorbilder hat und entwickelt werden muss.

Eine Möglichkeit bietet die Kombination aus der Abscheidung einer wenige Nanometer dünnen, Stickstoff-dotierten Diamantschicht und der Erzeugung von Vakanzen mit einem Elektronenstrahl im Transmissions-Elektronenmikroskop. Der Vorteil dieser Methode besteht darin, dass sich ein NV-Zentrum nur dort bilden kann, wo sich im Diamant Stickstoff-Atome und Vakanzen zugleich befinden. Die Tiefe des NV-Zentrums kann mit einer Stickstoff-dotierten Diamantschicht kontrolliert werden, welche nur wenige Nanometer dünn ist und mit Hilfe der chemischen Gasphasenabscheidung (CVD) von Diamant unter Zugabe von Stickstoffgas hergestellt werden kann.

Die Position des NV-Zentrums in der Ebene wird nun bestimmt, indem durch einen Elektronenstrahl mit hoher Ortsauflösung Vakanzen erzeugt werden. Dies ist in einem Transmissionselektronenmikroskop möglich, in dem der Elektronenstrahl auf einen Durchmesser von lediglich 1 nm fokussiert werden kann. Auf diese Weise erhoffen wir uns, die Position





Quantencomputer auf Basis von NV-Zentren
links: Darstellung wechselwirkender NV-Zentren
rechts: Quanten-Register bestehend aus einem NV-Elektronenspin (blau) mit ^{14}N- und ^{13}C-Kernspins

eines einzelnen NV-Zentrums auf etwa 10 nm genau in allen drei Raumrichtungen positionieren zu können.

Eine derart hochaufgelöste Positionierung ist auch in anderen Anwendungsfeldern wichtig. Zum Beispiel ließen sich so Gitter von NV-Zentren erstellen, mit denen sich einzelne Moleküle mit einer Art NMR-Molekülspektroskopie untersuchen ließen. Dies dient zum Beispiel der Medikamentenentwicklung.

Da der Elektronenspin eines NV-Zentrums bereits ein vollständiges Qubit darstellt, könnten aus 2D und 3D-Gittern von NV-Zentren Quantencomputer erstellt werden. Eine hohe Positioniergenauigkeit ist hier vonnöten, da die NV-Zentren nur auf einer Distanz kleiner 30 nm miteinander wechselwirken können und so erst die zentralen Eigenschaften eines Quantencomputers, wie die Verschränkung von Qubits zustande kommen kann.

Über die magnetische Dipol-Dipol-Wechselwirkung lassen sich nicht nur die Elektronenspins zweier NV-Zentren verschränken. Über ein NV-Zentrum lassen sich auch langlebige Kernspins von ^{13}C- oder ^{14}N-Atomen in der Umgebung ansprechen, aus denen so Quanten-Speicher erstellt werden kann.

Defect-Engineering und hybride Materialsysteme

Schneller zum Ziel mit Ultraschall
Die für Faserverbundwerkstoffe neue und einzigartige Prüfmethode zur schnellen Lebensdaueranalyse arbeitet bei Ultraschallfrequenzen von 20 kHz. Ziel ist ein vertieftes Verständnis der Schädigungsmechanismen, um diese zukünftig zu beherrschen bzw. zu bremsen oder umgekehrt aktiv zur Trennung von Verbundwerkstoffen mittels Leistungsultrschall nutzen zu können.

OFF
ACCUD

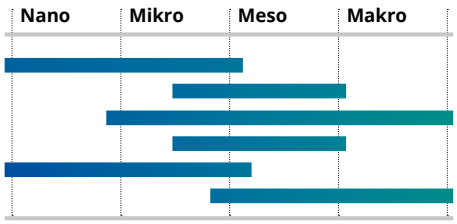
Defect-Engineering und hybride Materialsysteme

Defekte bestimmen zumeist die Lebensdauer technischer Systeme. Für die Auslegung und den sicheren Werkstoffeinsatz bedarf es beschleunigter Methoden, um neue Materialsysteme auf Langlebigkeit und Wiederverwendbarkeit prüfen und bewerten zu können. Basierend auf der Entwicklung einer neuartigen Prüfmethode – der so genannten Ultraschallermüdung – wurde die Technik zur beschleunigten Lebensdauerprüfung nun am INATECH erfolgreich aufgebaut. Sie erlaubt es für polymere Faserverbundwerkstoffe Lebensdauerexperimente bis in den Bereich von einer Milliarde Lastzyklen in wenigen Tagen zu realisieren. Das entspricht Einsatzdauern von 20 Jahren und mehr.

Untersuchungswerkstoff mit Anwendungsbezug: CF-PEKK-Organobleche

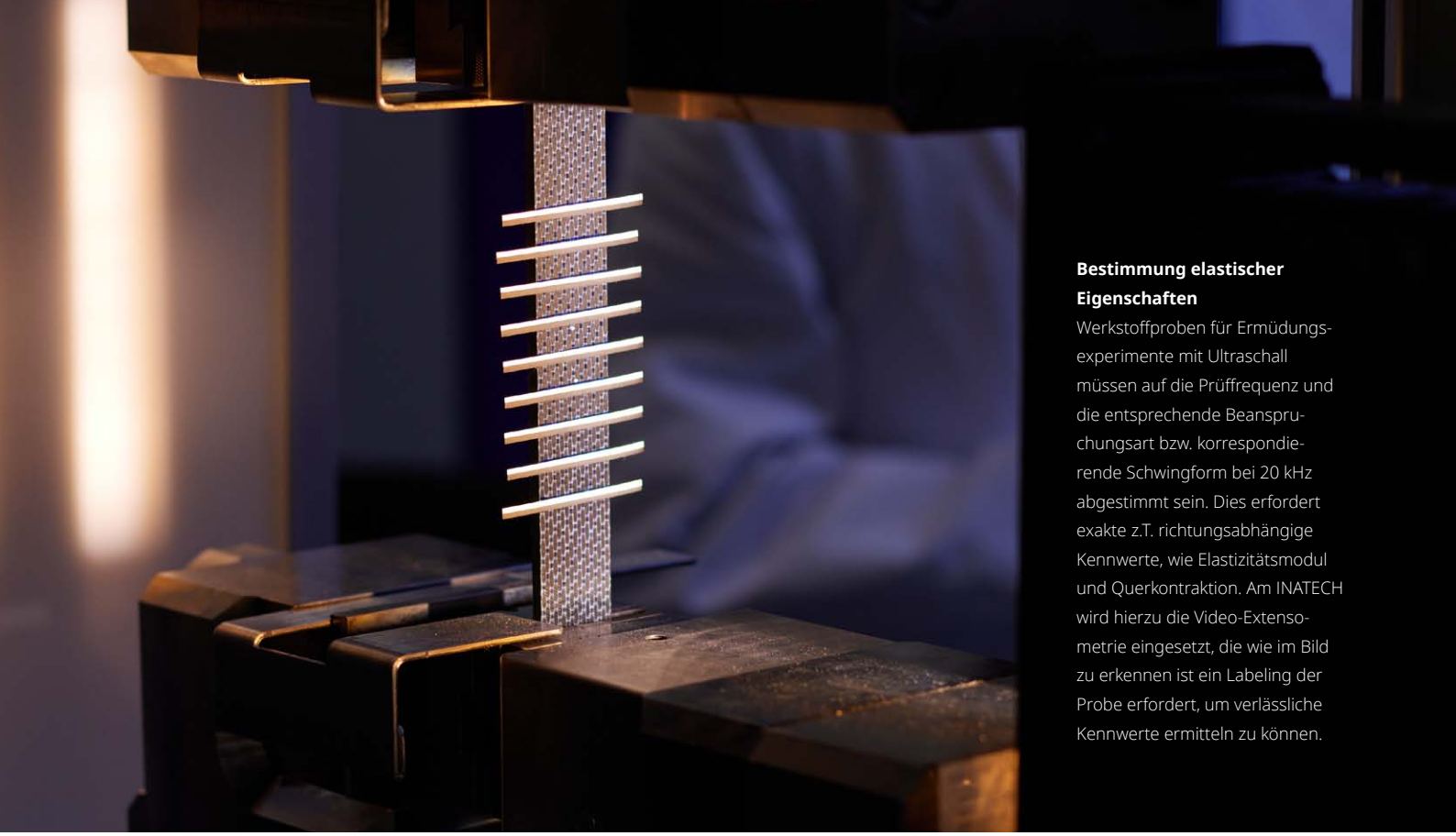
Zur Untersuchung der Schädigungsinitiierung und des Wachstums mittels Ultraschall-Ermüdungsexperimenten (sowohl für zyklische Druck-Zug- als auch für Dreipunkt-Biege-Beanspruchung bei 20 kHz) wurden orthotrope CF-PEKK-Laminate bei Toray Advanced Composites (Nijverdal, Niederlande) hergestellt. Die Nomenklatur ergibt sich für das thermoplastische Laminat aufgrund seines Aufbaus mit 13 Lagen Prepreg aus C-Faser-Atlasgewebe und Poly-Ether-Keton-Keton (PEKK)-Matrix. Die Organobleche wurden durch Intervallheißpressen konsolidiert und zu folgendem Lagenaufbau geschichtet: $[0_f/90_f/0_f/90_f/0_f/90_f/\underline{0_f}]_s$. Die finale Laminatdicke beträgt 3,9 mm bei einem Faservolumengehalt von ca. 50 % und einer Massendichte des Organobleches von 1,55 g/cm³. PEKK ist ein teilkristalliner Thermoplast mit einer Glasübergangstemperatur (T_g) von ca. 160 °C und einer Schmelztemperatur (T_m) von ca. 340 °C, sodass es für Anwendungen mit erhöhter Gebrauchstemperatur in der Luft- und Raumfahrtindustrie geeignet ist.

Die resultierende Mikrostruktur mit alternierenden 0°- und 90°-Kohlenstofffaserlagen ist in Abbildung 1 dargestellt. Potentielle herstellungsbedingte initiale Defekte wie Poren oder gar Delaminationen konnten mittels Ultraschall-C-Scans im gesamten Volumen ausgeschlossen werden. Die zur Berechnung der Probengeometrie essentiellen elastischen Eigenschaften, d.h. die



Eingesetzte Methoden:

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

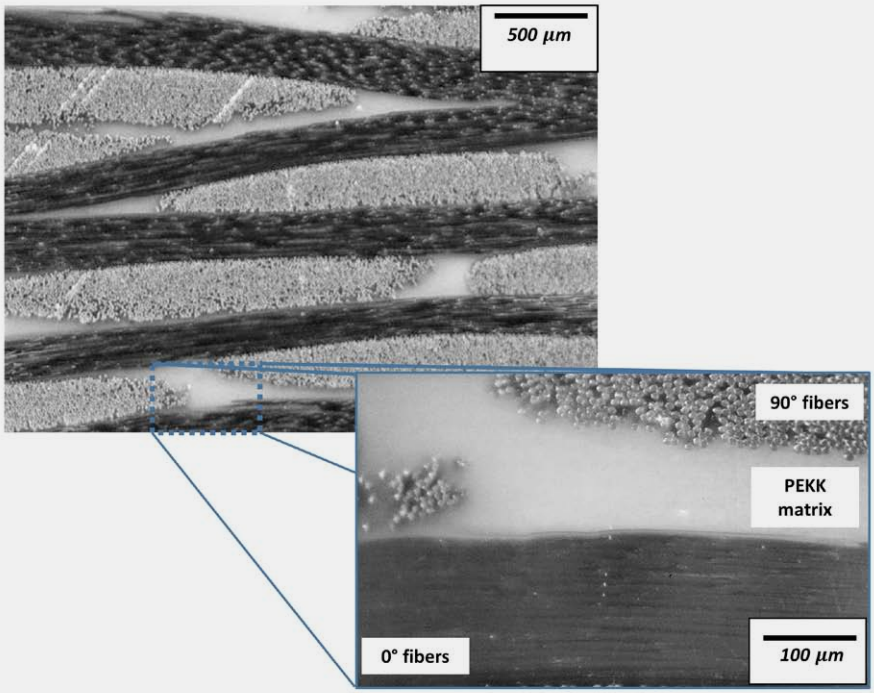


Bestimmung elastischer Eigenschaften
Werkstoffproben für Ermüdungsexperimente mit Ultraschall müssen auf die Prüffrequenz und die entsprechende Beanspruchungsart bzw. korrespondierende Schwingform bei 20 kHz abgestimmt sein. Dies erfordert exakte z.T. richtungsabhängige Kennwerte, wie Elastizitätsmodul und Querkontraktion. Am INATECH wird hierzu die Video-Extensometrie eingesetzt, die wie im Bild zu erkennen ist ein Labeling der Probe erfordert, um verlässliche Kennwerte ermitteln zu können.

richtungsabhängigen Elastizitätsmoduli, wurden nach den Prüfnormen DIN EN ISO 527-4 für Zug-/Druckbeanspruchung ($E_{11} = E_{22} = 57{,}5 \pm 1{,}5$ GPa) und DIN EN ISO 14129 für Schubbeanspruchung ($G_{12} = 4{,}5 \pm 1$ GPa) experimentell bestimmt. Diese quasistatischen Experimente wurden auf einer Prüfmaschine des Typs Z20 der Fa. ZwickRoell durchgeführt. Die Verformungsmessung incl. der Querkontraktionszahlen (Poisson-Zahl) wurde mit einem hochauflösenden Video-Extensometer gemessen. Diese Kennwerte finden später als Materialparameter Eingang in die numerische Modal- und harmonische Schwingungsanalyse mittels Ansys (Workbench 17.1), um die Probengeometrie für Zug-Druck- (Spannungsverhältnis $R = -1$) und Dreipunktbiegeversuche ($R > 0$) bei 20 kHz zu bestimmen.

Überwachung und Regelung der Ultraschallermüdungsexperimente

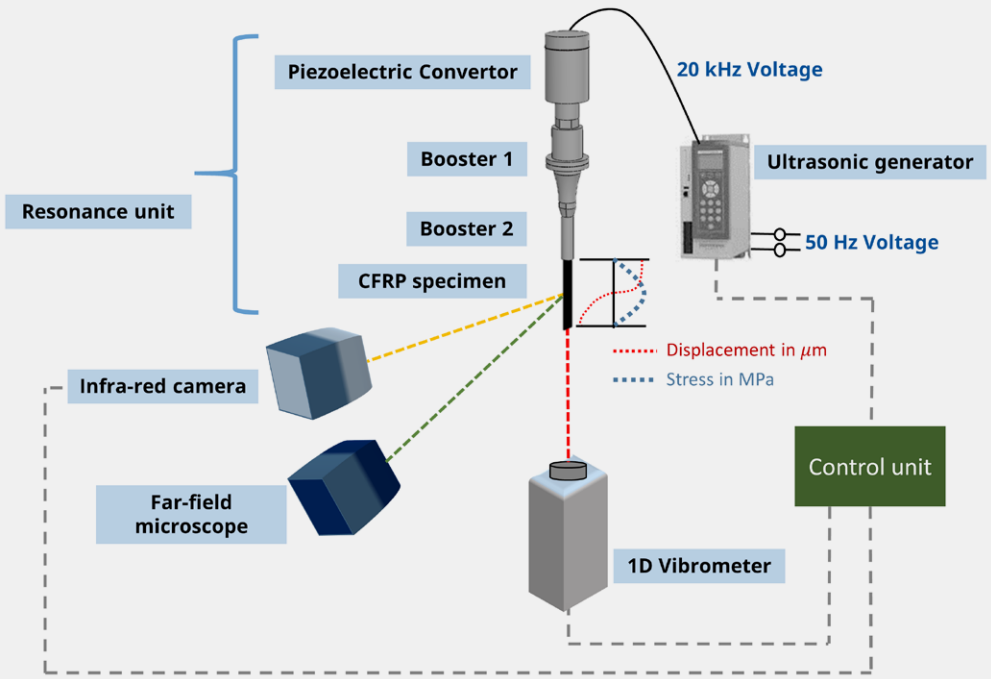
Zur Untersuchung des zyklischen Verformungsverhaltens von Verbundwerkstoffen wurde 2020 ein weiteres System zur Ultraschallermüdung entwickelt. Das Herzstück der neuartigen und am INATECH eigenentwickelten Prüfanlage ist das Ultraschall-Resonanzsystem. Dieses System besteht aus einem Ultraschallgenerator, einem piezoelektrischen Konverter und zwei Boostern, die zur Stabilisierung, Lagerung und insbesondere Erhöhung der Schwingungsamplituden bzw. mechanischen Spannungen dient. Das Resonanzsystem regt die abgestimmte CF-PEKK-Probe zur Resonanz bei 20 kHz in Form einer longitudinalen stehenden Welle mit einer Bewegungsamplitude von bis zu 50 µm an, siehe Darstellung auf Seite 31. Experimentelle Parameter wie die Generatorleistung (P), die dissipierte Energie (E_{diss}) und die Wegamplitude (d) werden vom Ultraschallgenerator gemessen und protokolliert. Bei Longitudinalschwingungen der Proben ist die Verschiebung an den beiden Enden der Probe maximal, während die mechanische Spannung invers dazu, in der Probenmitte, wie gewünscht ihren Höchstwert besitzt. Die Wegamplitude, die Frequenz der Schwingungen und die Anzahl der Lastzyklen während des Ultraschallimpulses von



Visualisierung und Quantifizierung lokaler Schädigung
Mikrostruktur eines CF-PEKK-Organobleches, aufgenommen mit dem am INATECH entwickelten Fernfeld-Lichtmikroskop.
Das mobile Mikroskopsystem eröffnet die Möglichkeit die Werkstoffschädigung infolge der zyklischen Beanspruchung zu studieren, ohne die Probe aus dem Prüfsystem entnehmen und ggf. beeinflussen zu müssen. Die Aufnahmen ermöglichen anschließend zudem die Quantifizierung der lokalen Schädigungsarten, wie Dekohäsionen oder (Meta-) Delaminationen.

zumeist 100 bis 500 ms werden mit Hilfe eines Laser-Doppler-Vibrometers am unteren freien Ende des Prüfkörpers rückwirkungsfrei gemessen. Eine Infrarotkamera wird ferner eingesetzt, um die Oberflächentemperatur der Probe im zentralen, und damit relevanten Bereich des Prüfkörpers dauerhaft zu überwachen. Die Informationen des Generators, des Laser-Doppler-Vibrometers und der Infrarotkamera werden von einem Datenerfassungssystem (DAQ) erfasst, und mit einer ebenfalls am INATECH entwickelten LabView-Routine in der Steuereinheit verarbeitet. Die Steuereinheit ermöglicht somit einen umfassenden Zugriff auf die Resonanz- und Messsysteme, um den Ermüdungsversuch vollständig zu steuern, und bei Erreichen einer kritischen Temperatur (z.B. 50% T_G) oder Steifigkeitsdegradation (E/E_0) infolge kumulierter lokaler Werkstoffschädigung gezielt zu stoppen.

Die Längssteifigkeit des Prüfkörpers hat Einfluss auf das dynamische Verhalten der gesamten Resonanzeinheit (Resonanzsystem + Prüfkörper) bei Ultraschallbeanspruchung. Daher muss der Ermüdungsimpuls materialspezifisch, mittels PID-Abstimmung des Amplitudensignals vom Generator angepasst werden, um einen möglichst rechteckigen Amplituden-Zeit-Verlauf und somit konstante Spannungsamplituden während der Ultraschallermüdung zu gewährleisten, siehe Abbildung auf S. 32.



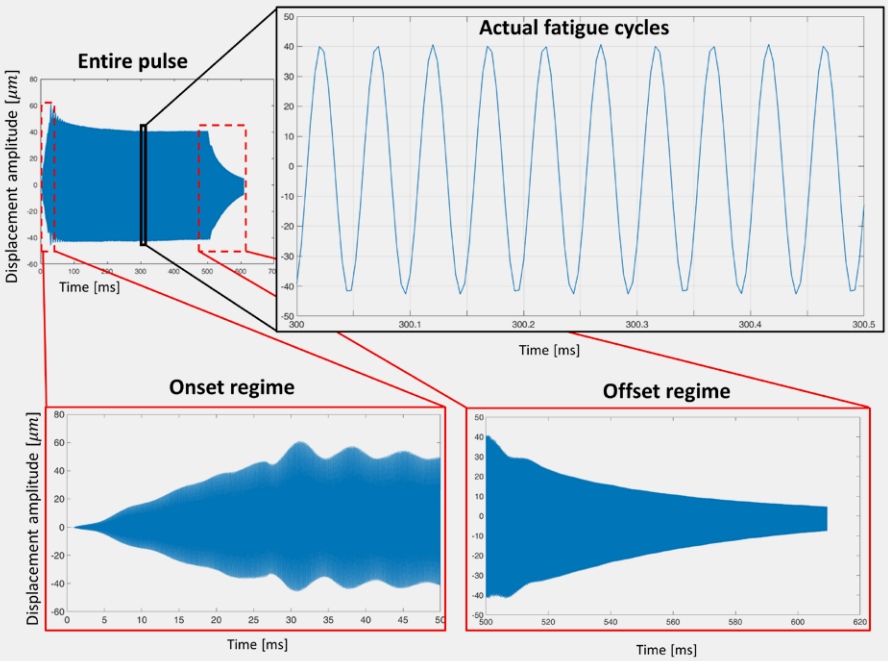
Versuchsprinzip und begleitende Messtechnik
Schematische Darstellung des 2020 entwickelten Prüfkonzeptes für Ultraschallermüdung unter Zug-Druck-Beanspruchung an Faserverbundwerkstoffen.
Das Prüfkonzept soll mittelfristig auf weitere Materialsysteme übertragen werden und eine Methode zum Studium innerer Defekte eröffnen hinsichtlich deren Potential zur Rissinitiierung und dem Rissfortschritt.

Was steht für 2021 an? – Bestimmung der Spannungen für Dreipunkt-Biegeeinrichtung

Die Kenntnis des Schwingungsverhaltens bei 20 kHz und die resultierende Dehnungsverteilung von CF-PEKK-Proben ist die Basis, um gültige sowie aussagekräftige Versuche realisieren zu können. Dies kann durch die 3D-Laser-Scanning-Vibrometrie ermöglicht werden und soll in Zusammenarbeit mit der Polytec GmbH (Waldbronn) zum Einsatz kommen. Die Schwingungsgeschwindigkeit eines Punkterasters auf der Probenoberfläche entlang der drei orthogonalen Richtungen kann gleichzeitig erfasst werden. Mit Hilfe des räumlichen Hookeschen Gesetzes für orthotrope Werkstoffe, sowie der in 2020 ermittelten richtungsabhängigen Materialkennwerte können auch die lokale Spannungsverteilungen ermittelt und visualisiert werden.

In-situ-Überwachung der Schädigung unter VHCF-Beanspruchung

Das Ermüdungsverhalten der CF-PEKK-Laminate wird sowohl unter Zug-Druck- als auch unter zyklischer Dreipunkt-Biege-Beanspruchung und Prüffrequenzen von 20 kHz studiert. Durch diese beschleunigten Prüfungen wird es möglich sein, die Schwachstellen des ausgewählten Laminatsystems unter den beiden Hauptbelastungsbedingungen zu bestimmen und folgende Fragen zu beleuchten: Gibt es charakteristische und reproduzierbare Auffälligkeiten in Bereichen der Schadensinitiierung? Wie interagieren entstandene Mikrorisse miteinander im Laminatbereich sich kreuzender Kett- und Schussfäden des Fasergewebes? Verursacht die Reibungswärme an Rissflanken einen signifikanten Selbsterwärmungseffekt (self-heating) unter Last und trägt dies verstärkend zur Schadensakkumulation im Werkstoff bei? Diese und weitere Fragen können durch die Bestimmung des kritischen



Mehr sehen mit Laservibrometrie
Schwingungsverhalten einer CFK-Probe für einen 500 ms langen Ultraschallimpuls (Zug-Druck-Beanspruchung) mit Einschwing (Onset-) und Ausschwingphase (Offset-Regime), Messung mittels Laser-Doppler-Vibrometer (Polytec)

Schädigungsbereich und des Schädigungswachstums (Oberflächen- oder volumetrische Schädigungsdichte) während der verschiedenen Phasen der Ermüdungslebensdauer von CF-PEKK-Proben beantwortet werden.

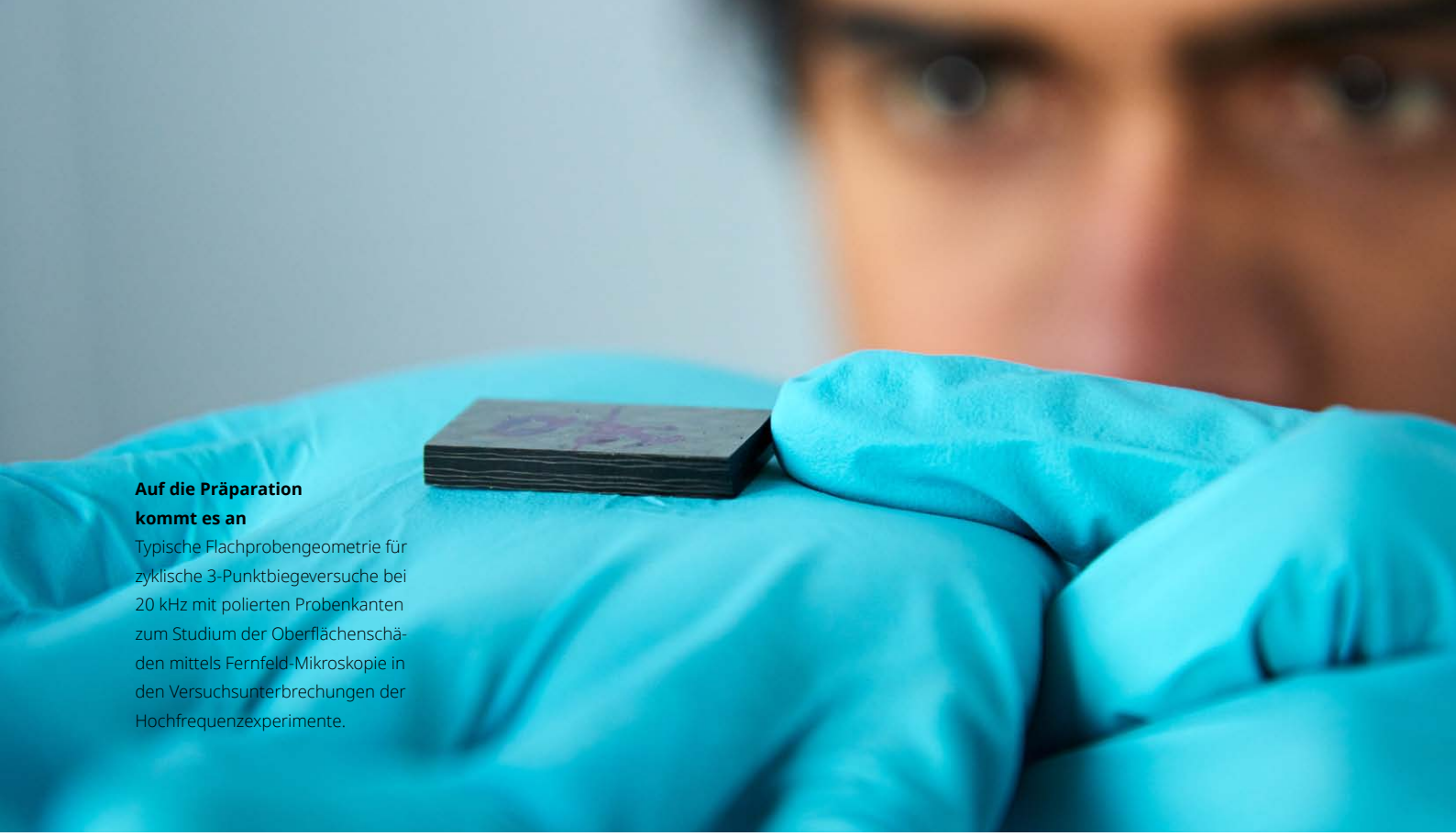
Zur Charakterisierung der Oberflächenrissdichte wird ein ebenfalls 2020 im Rahmen des SCHARF-Vorhabens entwickeltes „Fernfeldmikroskop“ eingesetzt. Das mobile System wird unmittelbar vor dem 20 kHz-Prüfsystem montiert. Es ermöglicht somit die schnelle, sowie unmittelbare Visualisierung incl. Quantifizierung des Schädigungszustandes (> 10 µm) in Versuchsunterbrechungen, ohne die Probe demontieren und somit berühren zu müssen

Vergleichende Untersuchungen zum Einfluss der Prüffrequenz und Spannungsverteilung für polymere Faserverbundwerkstoffe

Der Hauptunterschied zwischen einem konventionellen Ermüdungsversuch – auch Wöhlerversuch genannt – und der Ultraschallermüdung ist die Prüffrequenz. Während das beschleunigte Experiment bei 20.000 Hz abläuft, werden Standard-Experimente bei typischerweise 1 bis 10 Hz durchgeführt.

Hintergrund der stark unterschiedlichen Prüffrequenzen ist das Ziel unterschiedlicher Versuchsführungen. Während bis vor wenigen Jahren das Ermüdungsverhalten nur bis zumeist 10^7 Beanspruchungszyklen betrachtet wurde – und somit niederfrequente Experimente ausreichten – werden infolge der steigenden Anforderungen nach langlebigen, und somit nachhaltigeren Werkstoffen zunehmend Lebensdauern angestrebt, die mit Zyklenzahlen jenseits von 10^8 operieren. Mit 5 oder 10 Hz sind derartige Versuche nur mit extrem langen Versuchsdauern zu erreichen und bildeten die Motivation zur Entwicklung komplexer Prüfsysteme, die bei Frequenzen von derzeit bis zu 20 kHz arbeiten.

Folgerichtig stellt sich bei Erhöhung von 5 auf 20 kHz Prüffrequenz unmittelbar die Frage des Einflusses auf das Ermüdungs- bzw.



Auf die Präparation kommt es an
Typische Flachprobengeometrie für zyklische 3-Punktbiegeversuche bei 20 kHz mit polierten Probenkanten zum Studium der Oberflächenschäden mittels Fernfeld-Mikroskopie in den Versuchsunterbrechungen der Hochfrequenzexperimente.

Verformungsverhalten. Daher sind für das CF-PEKK-Referenzlaminat ergänzende niederfrequente Experimente mit einer servohydraulischen Prüfmaschine bei verschiedenen Spannungsamplituden vorgesehen. Eine Herausforderung hierbei stellt die Wahl der Spannungsniveaus und die Dauer der niederfrequenten Versuche dar, um einen ausreichend überlappenden Bereich mit den Ergebnissen und Lebensdauern unter Ultraschallbeanspruchung zu erhalten. Die Entwicklung der Reststeifigkeit (durch statische Dreipunkt-Biegeprüfung) und der volumetrischen Schädigungsdichte (durch Röntgen-Computertomographie) können jedoch in verschiedenen Ermüdungsstadien, d.h. jeweils in Versuchsunterbrechungen, bis zu 10^7 Zyklen für Proben, die bei niedrigeren (5 Hz) und Ultraschallfrequenzen (20 kHz) geprüft wurden, analysiert werden. Wenn die Spannungsniveaus für diese Prüfungen so gewählt werden, dass ein Probenversagen im Bereich von 10^7 Zyklen auftritt, können die Bruchflächen untersucht werden, um Aussagen zur Schädigungsinitiierung, der Schadensakkumulation und des endgültigen Versagens zu treffen. Auf Basis und in Abhängigkeit dieser Erkenntnisse wird ein Modell entworfen, das die Schadensakkumulation mit der Ermüdungsfrequenz für den Werkstoff CF-PEKK korreliert.

Verlauf des Projektes

12 | 19

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

12 | 20

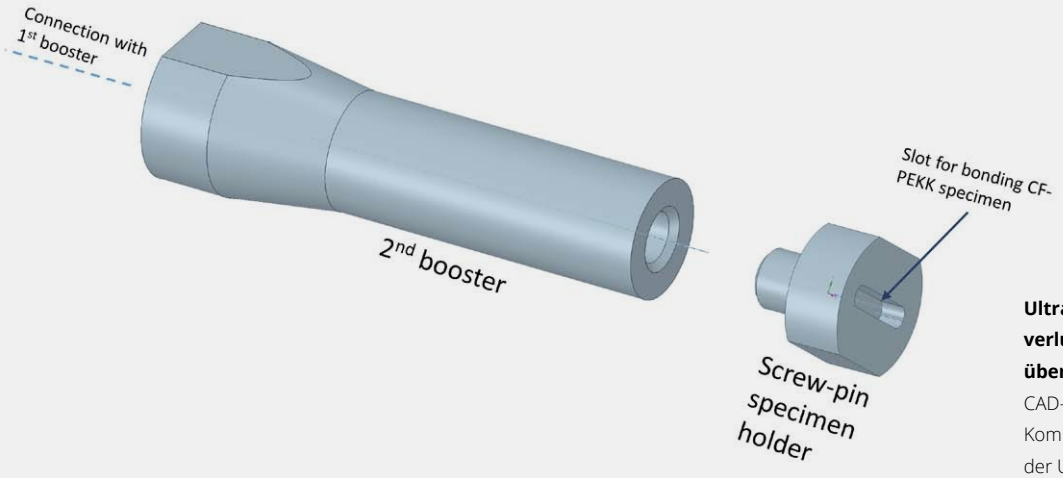
Nachweis der Methode zur Defektsteuerung für Faserverbundstrukturen und Charakterisierung der Defektstrukturen sowie Modellierung der Degradationsmechanismen begonnen

12 | 21

Übertragung der Methodik auf weitere Materialsysteme gelungen

12 | 22

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



Ultraschall-Schwingungen verlustfrei auf CFK-Laminate übertragen
CAD-Modell der metallischen Komponenten zur Übertragung der Ultraschallschwingungen auf das zu prüfende CFK-Laminat, hier Erstkonzept mit Schraubpin und gekürztem Booster

Das knifflige Detail

Die zuverlässige Schwingungsübertragung zwischen metallischem Resonanzsystem und der CF-PEKK-Flachprobe für ein Spannungsverhältnis von R = -1 und Ultraschallschwingungen von bis zu 50 µm

Im Gegensatz zu metallischen Proben, die so konstruiert werden können, dass sie mechanisch mit dem restlichen Resonanzsystem verbunden werden können, müssen für die Untersuchung von Faserverbundwerkstoffen unter Zug-Druckbeanspruchung bei 20 kHz die metallische und polymere Werkstoffwelt zusammengebracht werden. Wesentliche Herausforderung ist die Übertragung der maximalen Schwingungsamplituden am unteren Ende des Boosters und die möglichst verlustfreie und somit wärmearme Einkopplung der Schwingungen über die Stirnseiten der CF-PEKK-Proben. Ein Lösungsansatz stellt hierbei ein schraubbarer, geschlitzter Metallpin dar, in den die CFK-Probe adhäsiv integriert wird und anschließend mit dem Booster verschraubt wird (siehe Abbildung 5). Mit diesem modularen Ansatz ist es möglich, den Booster dauerhaft am Resonanzsystem zu befestigen, während nur der Schraubpin incl. CFK-Probe demontiert wird, wenn die Probe untersucht oder eine neue Probe installiert werden soll. Das knifflige Detail liegt hierbei darin, dass Booster, Schraubpin und das Volumen der Probe, das die Nut incl. Klebstoff ausfüllt, zusammen eine Bedingung für die Resonanz von Longitudinalwellen bei 20 kHz erfüllen. Die Gesamtlänge der Booster-Pin-Baugruppe sollte gleich der halben Wellenlänge der longitudinalen Ultraschallwellen sein, sodass bei Resonanz stehende Wellen entstehen. Dies erfordert eine detaillierte numerische Schwingungsanalyse der Booster/Pin-Anordnung für jedes Materialsystem. Ferner ist über die stoffschlüssige Verbindung sicherzustellen, dass keine Relativbewegungen zwischen Booster und Schraubpin zu Dissipationsvorgängen führen, die eine starke Temperaturerhöhung während der Ultraschallimpulse induzieren und keine dauerhafte Prüfung bis z.B. 10^9 Zyklen ermöglichen. Eine große Herausforderung in diesem Zusammenhang stellen die benötigten Schwingungsamplituden von bis zu 50 µm dar. Diese sind nötig, um ausreichend hohe Spannungen in der CFK-Probe sicherzustellen, um Ermüdungsschäden im HCF-Bereich, d.h. zwischen 10^5 und bis 10^7 Zyklen, hervorzurufen.

Mechanische Metamaterialien

Dynamische Charakterisierung durch Split-Hopkinson-Methoden
Die Technologie wird im Rahmen des Forschungsprojekts eingesetzt, um das dynamische Verhalten von Materialien und Strukturen zu charakterisieren.

Mechanische Metamaterialien

Um das Potential von maßgescheiderten funktionalen Materialsystemen voll auszuschöpen, bedarf es präzise skalenübergreifender Charakterisierung: sowohl das Verständnis des Verhaltens der Grundmaterialien als auch das Wissen um den Einfluss von Defekten. Zusammen bilden sie das Fundament für die Simulation des Materialverhaltens.

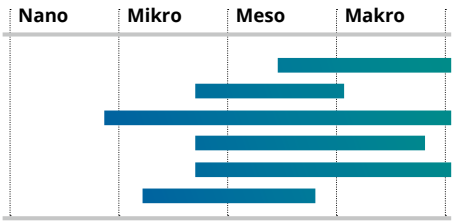
Metamaterialen auf Basis von Scalmalloy

Scalmalloy ist eine AlMgSc-Legierung, welche von Airbus APWORKS GmbH entwickelt und im Jahre 2010 patentiert wurde. Diese Legierung ist sowohl beim Pulverentwickler APWORKS erhältlich, als auch bei seinen Kooperationspartnern und kann auf allen pulverbettbasierten Maschinen im Selective Laser Melting (SLM) Prozess verarbeitet werden.

Mit diesem Material lassen sich Leichtbauteile realisieren, die hohe Festigkeit aufweisen und dabei sowohl gut schweißbar als auch gut mechanisch bearbeitbar sind. Im Rahmen des Forschungsprojektes wird Scalmalloy auf einer EOS M400 Anlage am Fraunhofer-Institut für Kurzzeitdynamik, EMI, mit einer selbst entwickelten Belichtungsstrategie verarbeitet.

Mechanische Eigenschaften von prozessiertem Scalmalloy

Um ein grundlegendes Verständnis der mechanischen Eigenschaften von Scalmalloy als Resultat unseres spezifischen SLM-Prozesses zu erhalten, wurden zum einen zylindrische Stäbe aus Vollmaterial in vertikaler Orientierung gedruckt. Ein Teil der Stäbe wurde einer Wärmebehandlung zur Erhöhung der Festigkeit unterzogen (4 h bei 325 °C). Die Stäbe wurden anschließend als zylindrische Probenkörper mit einer parallelem Prüfbereich mit Länge 20 mm × Ø6 mm abgedreht. Diese Prüfkörper wurden bei 4 Dehnraten im Bereich 10^{-3} /s bis 10^{3} /s unter Zug geprüft. Für die quasistatischen und niedrigen Dehnraten wurde eine servohydraulische Prüfmaschine verwendet, für die höchste Dehnrate kam ein



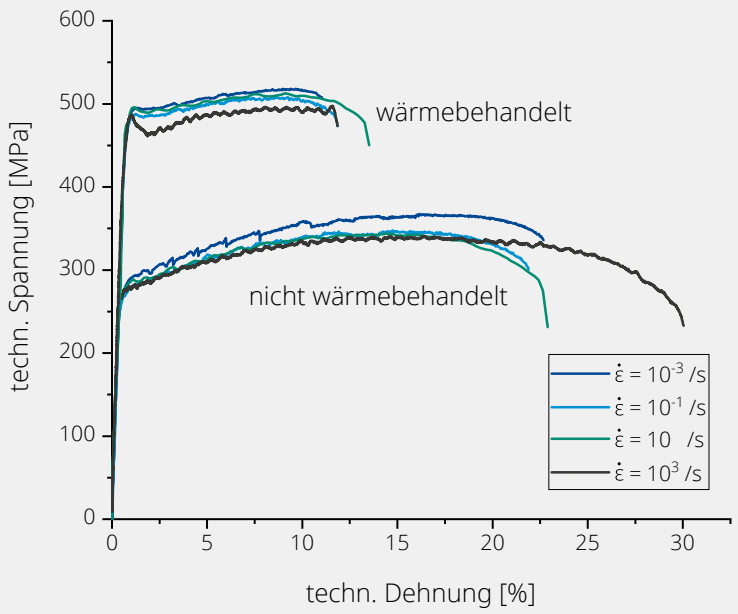
Eingesetzte Methoden:

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 ausschließlich durch ihr Grundmaterial bestimmt sind. Die Herstellung durch additive Fertigungsverfahren ermöglicht maßgeschneiderte Funktionalisierung.

Split-Hopkinson Aufbau zum Einsatz. In allen Fällen erfolgte die Auswertung der Dehnung lokal im Prüfbereich durch Digital Image Correlation. Die resultierenden Spannungs-Dehnungskurven sind auf der folgenden Seite dargestellt. Das nicht-wärmebehandelte Material weist eine maximale Festigkeit von ca. 350 MPa und eine Versagensdehnung von ca. 25% auf. Die Wärmebehandlung erhöht die Festigkeit auf ca. 500 MPa und reduziert die Versagensdehnung auf ca. 13%. Diese Werte sind vergleichbar mit den Angaben des Pulverherstellers APWORKS. Unsere Untersuchungen zeigen zudem, dass Scalmalloy eine schwach ausgeprägte negative Dehnratenabhängigkeit aufweist – die Festigkeit sinkt mit zunehmender Dehnrate. Dieser Effekt ist typisch für Aluminium-Magnesium Legierungen und geht hier mit dem Portevin-Le Chatelier Effekt einher, der einen sägezahnartigen Verlauf der Spannungs-Dehnungskurve beschreibt. Reine Aluminium-Scandium Legierungen zeigen eine konventionelle Dehnratenabhängigkeit, bei der die Festigkeit mit zunehmender Dehnrate steigt. Im Falle von Scalmalloy gleichen sich diese Trends größtenteils gegenseitig aus.

Während diese Untersuchungen Aufschlüsse über das Bulk-Verhalten geben, entstehen im ALM-Prozess fast ausschließlich Strukturen mit einem sehr großen Verhältnis von Oberfläche zu Volumen. Hier wurden flache Prüfkörper gemäß ASTM E8M (sheet-type specimen, Prüfbereich mit paralleler Länge 50 mm, Breite 12,5 mm und Dicke 1,6 mm) hergestellt und ohne weitere Oberflächenbearbeitung oder Wärmebehandlung geprüft. Es zeigt sich, dass die Festigkeit ähnlich zu den Bulk-Prüfkörpern ausfällt, die Versagensdehnung jedoch mit nur ca. 6% deutlich geringer ausfällt. Diese Beobachtung ist vermutlich auf die starke Rauhigkeit der as-built Probenkörper und die daraus resultierenden Kerbspannungen zurückzuführen.



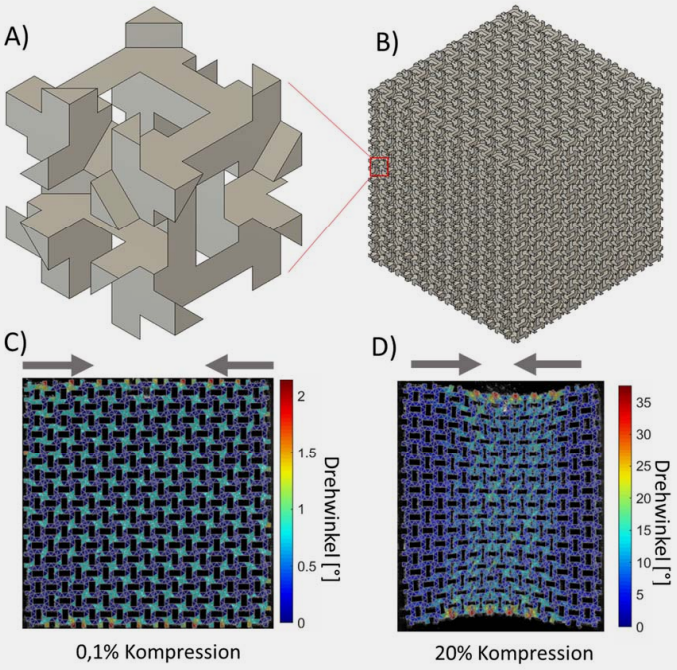
Steigerung um 40% durch Wärmebehandlung
Spannung-Dehnung-Kurven von Scalmalloy Bulk-Prüfkörpern unter Zug bei verschiedenen Dehnraten: die Wärmebehandlung brint eine sinifikante Steigerung von 42%. Unter dynamischer Belastung verändert sich das Materialverhalten nicht signifikant.
.

Auxetische Metamaterialien – Design und Fertigung

Mit dem additiven Fertigungsverfahren SLM lassen sich beliebig komplexe Strukturen erzeugen, die mit konventionellen Verfahren kaum oder nur erschwert realisierbar sind. Wir nutzen diesen Vorteil um solche mechanische Metamaterialien herzustellen, die auxetisches Verhalten – also eine negative Querkontraktionszahl – zeigen. Derartige Materialien weisen Vorteile für Crash- und Impakt-Lastfälle auf, da sie bezogen auf das Gewicht, besonders steif und fest sind. Als Grundstruktur wird die anti-tetrachirale Einheitszelle gewählt (Abbildung A, rechte Seite). Diese Struktur hat sich in Computersimulationen und Voruntersuchungen als besonders robust in Ihrem Deformationsverhalten erwiesen: Im Vergleich zu anderen Strukturen wird der auxetische Deformationsvorgang kaum durch einen instabilen Kollaps von Einheitszellen gestört, der aufgrund von statistisch verteilten Defekten oftmals und gerade bei hohen Belastungsgeschwindigkeiten verursacht wird. Der auxetische Prüfkörper wurde als Kubus, bestehend aus 27 × 27 × 27 Einheitszellen mit einer äußeren Kantenlänge von 28,3 mm gefertigt (Abbildung B).

Quasistatische und dynamische Belastung eines auxetischen Metamaterials

Um den Einfluss der Belastungsgeschwindigkeit auf das auxetische Metamaterial zu untersuchen, wurde der kubische Prüfköper bei zwei Stauchungsgeschwindigkeiten untersucht. Mit einem konventionellen Lastrahmen (Zwick-Roell Z100) wurde eine quasistatische Lastkurve bei 2 mm/min aufgenommen. Die dynamische Belastung wurde mit einem Direkt-Impakt-Hopkinson Bar bei 10 m/s erzielt. Die Verformung wurde durch Hochgeschwindigkeits-Videoaufnahmen aufgezeichnet. Zur Auswertung dieser Daten kommt eine globale Digital-Image-Correlation (DIC) Methode zum Einsatz, welche explizit die Gitterstruktur des Metamaterials mit in die Berechnung einfließen lässt. Im Gegensatz zu konventionellen

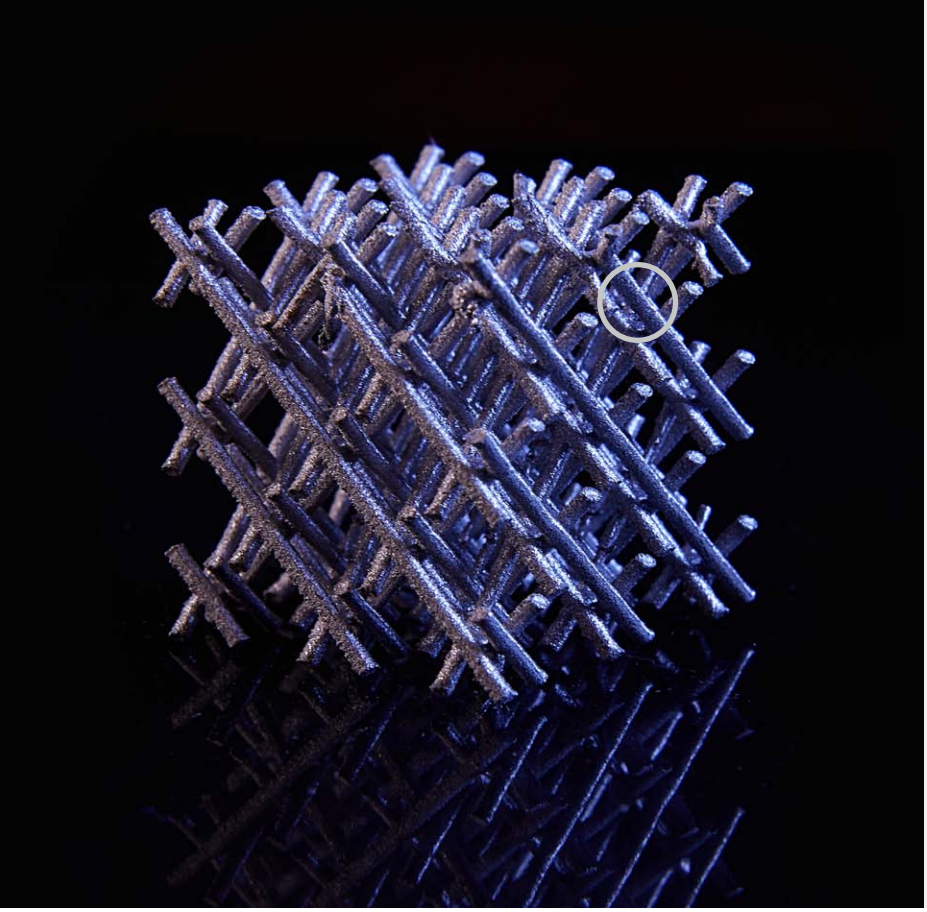


Auxetisches Metamaterial
A. anti-tetrachirale Einheitszelle
B. auxetisches Metamaterial
C. Probenkörper unter dynamischer Kompressionsbelastung zu Anfang des Versuchs
D. Probenkörper unter Kompression bei fortgeschrittener Stauchung. Der angegebene Drehwinkel berechnet sich aus einer Polarzelegung des Deformationsgradientenfeldes.

lokalen DIC-Methoden lassen sich so mit deutlich erhöhter Ortsauflösung ausschließlich die kinematisch zulässigen Deformationsmoden erkennen. Aus dem Ergebnis lässt sich präzise der auxetische Mechanismus ermitteln: Abbildung C und D zeigen, dass die negative Querkontraktion durch Rotation der Einheitszelle zustande kommt. Dieser Mechanismus bleibt auch bei dynamischer Belastung bestehen. Ein Vergleich des Kraftverlaufs zwischen quasistatischem und dynamischem Lastfall zeigt, dass das Metamaterial deutlich steifer bei erhöhter Belastungsgeschwindigkeit reagiert. Dies ist einerseits bemerkenswert, da das Materialverhalten des Basismaterials Scalmalloy eine negative Dehnratenabhängigkeit aufweist. Unsere Untersuchung zeigen jedoch, dass der dominante Deformationsmechanismus eine Rotation innerhalb der Einheitszelle ist. Diese Bewegung erfolgt mit der ihr eigenen effektiven Trägheit, welche neben den Materialeigenschaften auch durch geometrische Einflüsse bestimmt wird.

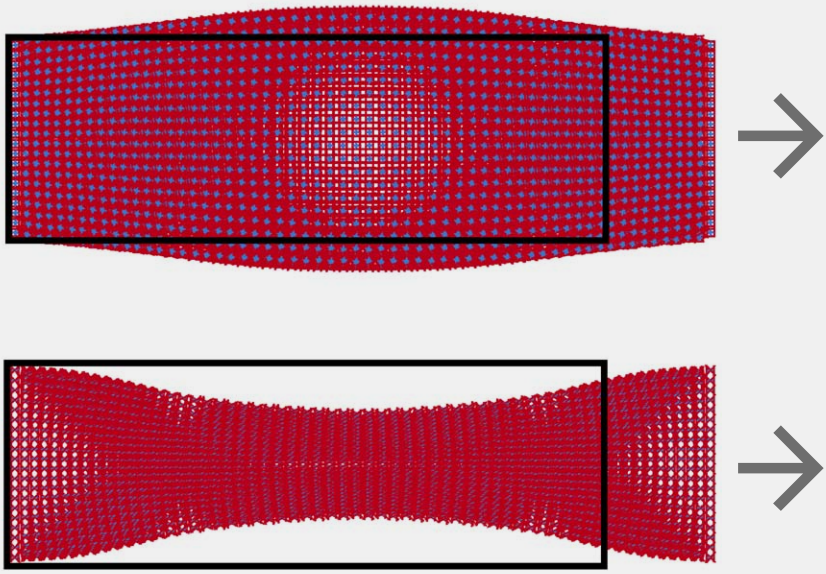
Anwendungsmöglichkeiten

Die hier vorgestellten Untersuchungen zeigen zum Scalmalloy eine schwach ausgeprägte negative Dehnratenabhängigkeit aufweist. Dieses Wissen ist für die Auslegung von Strukturen, welche Anwendung im Crash- und Impaktlastfall finden, von besonderem Interesse. Das hier gezeigte auxetische Metamaterial erlaubt große makroskopische Deformationen durch eine Vielzahl von kleinen, konzertierten mesoskopischen Rotationen, welche lokal die Bruchdehnung nicht überschreiten. Es ist bemerkenswert, dass das dieses mechanische Metamaterial zudem im Gegensatz zum Basismaterial eine Erhöhung der Festigkeit bei zunehmender Dehnrate zeigt. Solche Beobachtungen lassen sich nur erklären durch die Interaktion von Effekten welche auf unterschiedlichen Größenskalen wirken.



Einheitszelle der pantographischen Box
Die Zelle besteht aus starren Balken (rot), die über Kreuzgelenke (blau) miteinander verbunden sind.

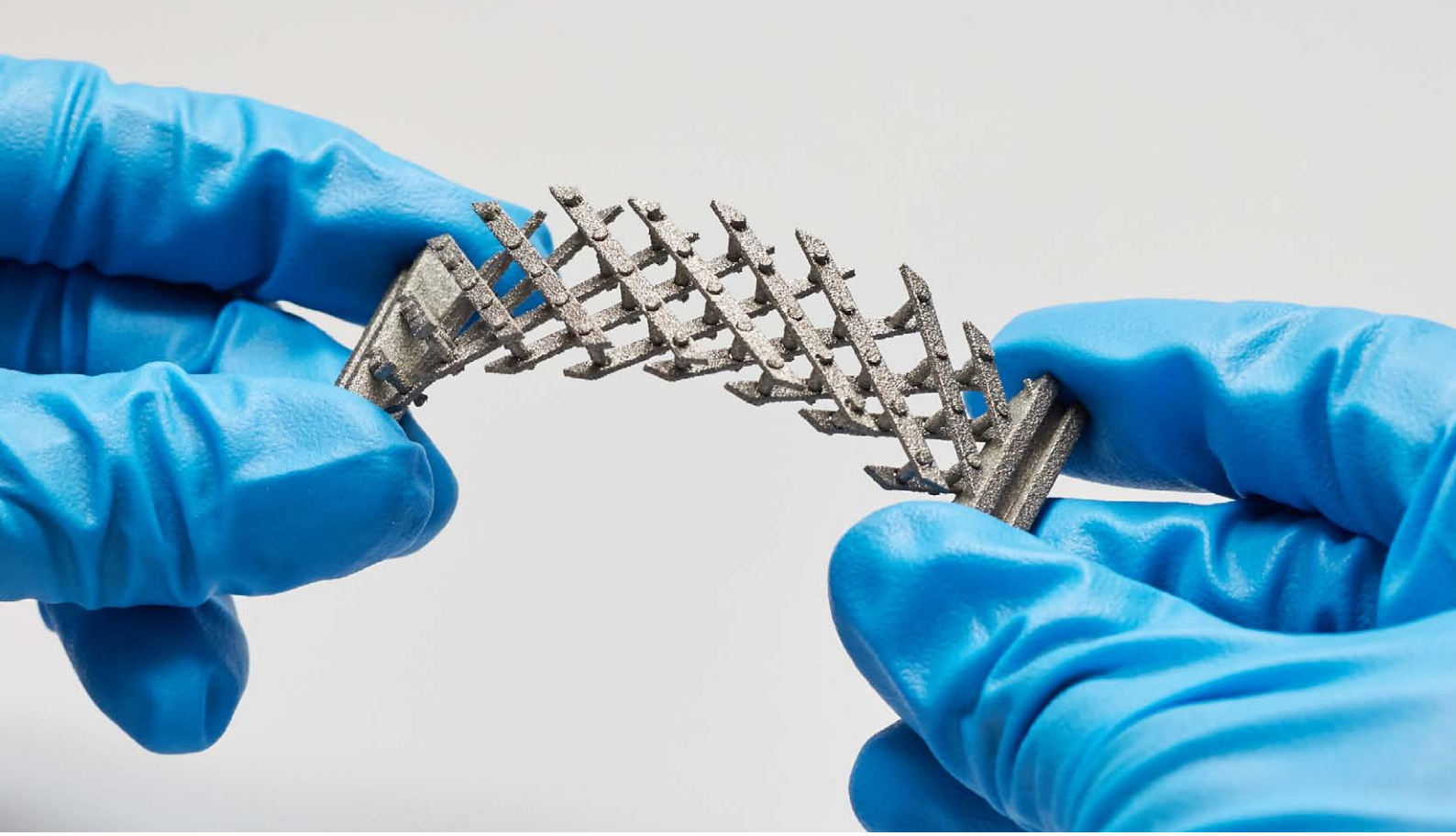
Warum sind Simulationen für Metamaterialien wichtig?
Bereits der Pantograph als eines der simpelsten zwei dimensionalen strukturierten Materialien hat in vielen Forschungsbereichen neue Fragen aufgestellt. In diesem Jahr war es uns ein Anliegen in die dritte Dimension vorzustoßen und trotzdem die bekannten Eigenschaften des Pantographen mitzunehmen. Dabei ist die pantographische Box entstanden, mit einer Einheitszelle die aus zwei fusionierten Einheitszellen des Pantographen besteht. Bereits erste Simulationsergebnisse haben gezeigt, dass es sich um eine Struktur handelt welche im Verbund vieler Einheitszellen ein semi-auxetisches Verhalten aufweist. Das bedeutet, dass sie sich bei Streckung quer zur Streckrichtung je nach Orientierung entweder zusammenzieht – wie die meisten Materialien – oder expandiert, wie es auxetische Materialien tun. Bei näherer Betrachtung zeigen sich ebenfalls Parallelen zum zweidimensionalen Vorbild: Der Versuch einer Homogenisierung und Beschreibung als Kontinuum erfordert eine neue Kontinuumstheorie. Eine solche Theorie ist beispielsweise die Zweiter-Gradient Theorie. Hier werden höhere Ableitungen der Verschiebung berücksichtigt um auch Krümmungen innerhalb des Materials beschreiben zu können. Eine Homogenisierung des 3D-Pantographen mit Hilfe dieser Theorie folgt um ein Materialmodell für ein Zweiter-Gradient Material zu erstellen.



Simulation eines Zugtests
Die Abbildung zeigt einen an den Enden eingespannten Quader: in Draufsicht (oben) und in Seitenansicht (unten). Der Quader besteht aus pantographischen Einheitszellen. In der Abbildung ist die Ausgangsgeometrie schwarz dargestellt. Die gleichzeitige negative Poissonzahl (oben) sowie positiv (unten) werden als semi-auxetisches Verhalten bezeichnet.

Entwicklung der geeigneten Simulationssoftware

Das nächste Ziel war es eine geeignete Simulationsumgebung zu entwickeln um Materialien dieser Art numerisch nachbilden zu können. Konventionelle Finite-Elemente-Ansätze sind hier nur bedingt anwendbar, da sie generell nicht die Bedingung erfüllen, die erwähnten Krümmungen glatt abzubilden. Doch es gibt eine vielversprechende Alternative, die bereits seit wenigen Jahrzehnten immer wieder Diskussionsgegenstand in der numerischen Kontinuumsmechanik ist: die Isogeometrische Analysis. Hierbei sollen die aus dem CAD bekannten Splines auch als Grundlage für Finite Elemente dienen (mehr unter *Das knifflige Detail*). In Zusammenarbeit mit dem Institut für nichtlineare Mechanik der Universität Stuttgart ist die Software *Cardillo* entstanden, die neben der konventionellen auch die Finite Elemente Methode mit Splines beherrscht. Zusätzlich sind auch zahlreiche Balkenmodelle und weitere Funktionen implementiert, welche dieses Programm als ideale Grundlage zur Simulation von Metamaterialien als Balkenmodelle und als Kontinua auszeichnet. Die Verifizierung der klassischen Kontinuumsmodelle ist bereits abgeschlossen und Tests für Zweiter-Gradient-Materialien laufen.



Was steht für 2021 an?
Durch die Bildung neuer und Intensivierung bestehender Kooperationen in diesem Jahr sind bereits viele Ideen für 2021 entstanden. Detaillierte experimentelle Untersuchungen der 3D-Struktur inklusive möglicher Modifikationen, beispeilsweise Gelenke gepaart mit der Entwicklung neuartiger Materialmodelle und leistungsstarken Simulationen. Dies ermöglicht die Etablierung einer experimentellen, theoretischen und numerischen Feedback-Schleife. Neben der Entwicklung von Zweiter-Gradient-Materialien soll die Simulation mit Balkenelementen weiter verfolgt werden, um die für Homogenisierung schwer zugänglichen Metamaterialien ebenfalls zu berücksichtigen. Dadurch kann eine optimale Flexibilität erreicht werden. Durch dieses Vorgehen kann letztlich der angestrebte Entwicklungskreislauf aufgebaut werden: von gezieltem Design der Struktur der Metamaterialien, um gewünschte Eigenschaften zu erhalten.

Verlauf des Projektes

12 | 19

Ein optimierter ALM-Prozess für feingliedrige Strukturen wurde erarbeitet.

12 | 20

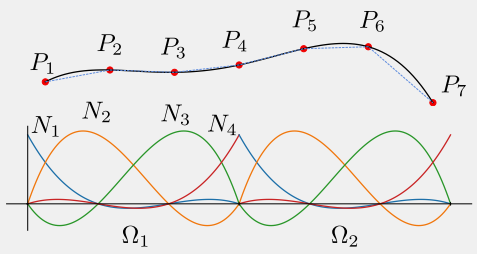
Ein leistungsfähiges Multiskalensimulations-programm für Metamaterialien wurde verifiziert.

12 | 21

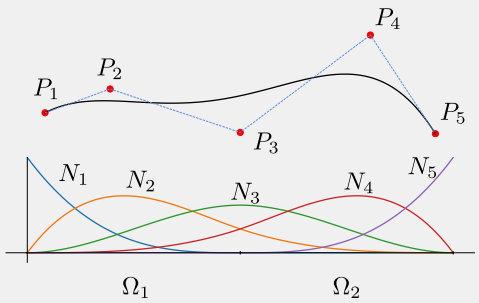
Strukturen aus Metamaterialien können vorab simuliert und mit kontrollierter Struktur gefertigt werden.

12 | 22

Funktionsintegrierte Metamaterialien können simuliert und gefertigt werden.



Diskretisierung mit Lagrange-Ansatz
Eine Kurve mit einer Lagrange-Polynomzerlegung beschrieben. Bei einem Polynomgrad von drei und zwei Elementen benötigt man 7 Knoten. Die Basispolynome sind auf die Elemente beschränkt.



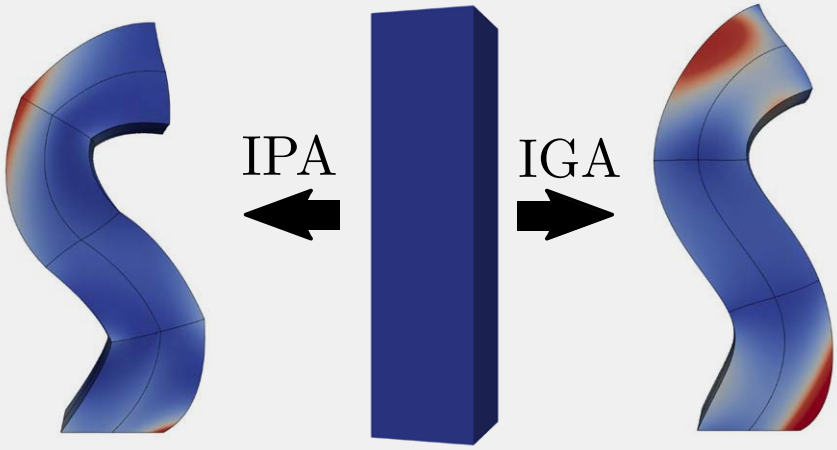
Verbesserte Diskretisierung mit Splines
Eine Kurve mit einer Spline Polynomzerlegung beschrieben. Bei einem Polynomgrad von drei und zwei Elementen benötigt man 5 Kontrollpunkte. Die Basispolynome überspannen die Elemente, aber sind auf den Patch beschränkt.

Das knifflige Detail

Der Arbeitskreislauf zwischen Konstruktion und Simulation von Ingenieurssystemen hat auch nach dem Aufkommen leistungsstarker Rechensysteme seinen Flaschenhals beibehalten, wenn nicht sogar verschmälert.

Konstrukteure arbeiten mit CAD Anwendungen und erstellen Dateien welche anschließend von den Simulationsanwendern in mühsamer Kleinstarbeit für die Verwendung in einer FE-Software vorbereitet werden müssen. Der Grund weshalb dieses Zerlegen so aufwendig ist, liegt in der grundlegenden mathematischen Darstellung von Kurven, Flächen und Volumen der beiden Seiten.

CAD arbeitet fast ausschließlich mit Splines, Polynomzüge mit denen sich nahezu beliebige Kurven im Raum mit einer geringen Zahl an Parametern abbilden lassen. Die FEM basiert dagegen meistens auf Lagrange-Polynomen, Eine Menge von Basispolynomen die zur Polynominterpolation dienen. Die Isoparametrische Analysis. Die CAD Objekte können als exakt verstanden werden, während die FE Modelle nur Annäherungen sind. Splines sind daher was die Darstellung betrifft klar im Vorteil, was bereits vor 20 Jahren dazu geführt hat, dass ihre Verwendung als Basisfunktionen in FEA Einzug gefunden hat. Die Isogemetrische Analysis wurde geboren. Neben der exakten Repräsentation



Splines führen zu besserer Simulation
Momentaufnahme eines Quaders (Mitte) aus gummiartigem Material mit einer sinusförmigen Transervsalschwingung angeregt: Links mit isoparametrischer und rechts mit isogeometrischer Diskretisierung. Links ist eine eindeutige Netzabhängigkeit durch die unstetigen Elementübergänge zu erkennen, während rechts die Welle glatt über die Elementgrenzen verläuft. Der Farbverlauf zeigt die Energiedichte. Beide Simulationen wurden mit *Cardillo* durchgeführt.

zeichnet sich dieser Ansatz auch durch stabilere, kürzere und genauere Berechnungen aus. Besonders relevant für die Zweiter Gradient Materialien ist die Eigenschaft der Splines eine beliebige Glätte auch zwischen Elementen abzubilden und somit auch die Krümmungsinformation über Elementgrenzen zu tragen. Natürlich gibt es auch Probleme, welche man als Grund für die geringe Verbreitung von Splines in der FEA akzeptieren muss. Ein Spline ist immer auf einer Gruppe von Elementen definiert den man als Patch bezeichnet. Auch wenn es für diesen Patch kein Limit an Elementen gibt, birgt die Verbindung solcher Patches noch zu lösende Aufgaben. Weiterhin sind beispielsweise noch Details bei der Netzverfeinerung und Kontaktproblemen offene Forschungsfragen sowie das restlose Auflösen des Engpasses zwischen CAD und FEA.

Additive Fertigung von programmierbaren Materialsystemen

Mikromechanische Untersuchung programmierbarer Materialien

Um Grenzen und Randbedingungen im Design von Elementarzellen für programmierbare Materialien berücksichtigen zu können, ist es das Ziel die maximale Dehnung aus den Balkendicken und der Belichtungsparameter beim Metall-Lasersinterverfahren vorherzusagen. Durch mikromechanische Untersuchungen werden die Abhängigkeiten der Werkstoffeigenschaften von Grundmaterial, Druckparametern und Geometrien ermittelt.

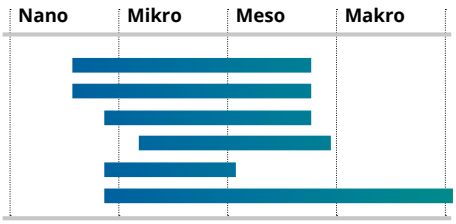
Additive Fertigung von programmierbaren Materialsystemen

Programmierbare Materialien eröffnen einen völlig neuen Designraum für neuartige Materialien, in die nicht nur Eigenschaften, sondern auch komplexes Verhalten integriert werden kann. Damit wird es möglich über einfache responsive Materialien hinaus, adaptive Materialien zu designen.

Was wurde 2020 erreicht?

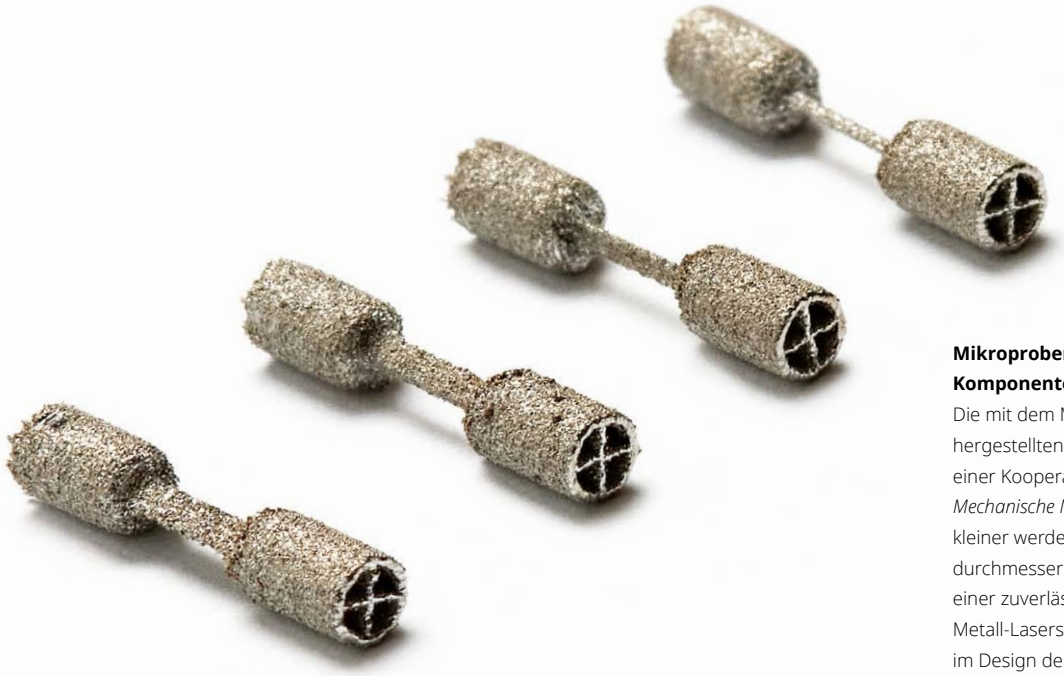
Adaptive Materialien reagieren in vordefinierter Weise auf Einflüsse aus der Umwelt. Dazu müssen sie Informationen sensieren, verarbeiten, Entscheidungen treffen und dann aktuieren. Hierzu ist es notwendig die lokalen Eigenschaften der Materialien auf kleiner Skala einzustellen. Um den Designprozess zu vereinfachen werden Elemente aus der Softwareprogrammierung wie *if-then-else (Wenn-Dann-Elemente)*, *materials memory*, *loops* und *processing function* verwendet. Die tatsächliche Implementierung kann beispielsweise durch bekannte physikalische Effekte oder durch die Strukturierung von mesoskopischen Elementarzellen, wie in mechanischen Metamaterialien, erfolgen. Die mesoskopischen Strukturen, die z.B. bei einer *if-then-else* Bedingung aus einem inneren Kontaktelement besteht, müssen in ihrer Geometrie jeweils auf das Grundmaterial und den Herstellungsprozess angepasst werden. Weiterhin erfordern programmierbare Materialien lokal große Deformationen was bei zyklischer Belastung zum Versagen der Gesamtstruktur führen kann.

Meist sind mechanische Metamaterialien deshalb aus Polymeren hergestellt. Um höhere Kräfte und größere Bauräume abbilden zu können, müssen die Prinzipien der programmierbaren Materialien auf metallische Werkstoffe übertragen werden. Um die *if-then-else* Bedingung umsetzen zu können, müssen dann beim Design der Elementarzelle kleinere maximale Dehnungen



Eingesetzte Methoden:

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

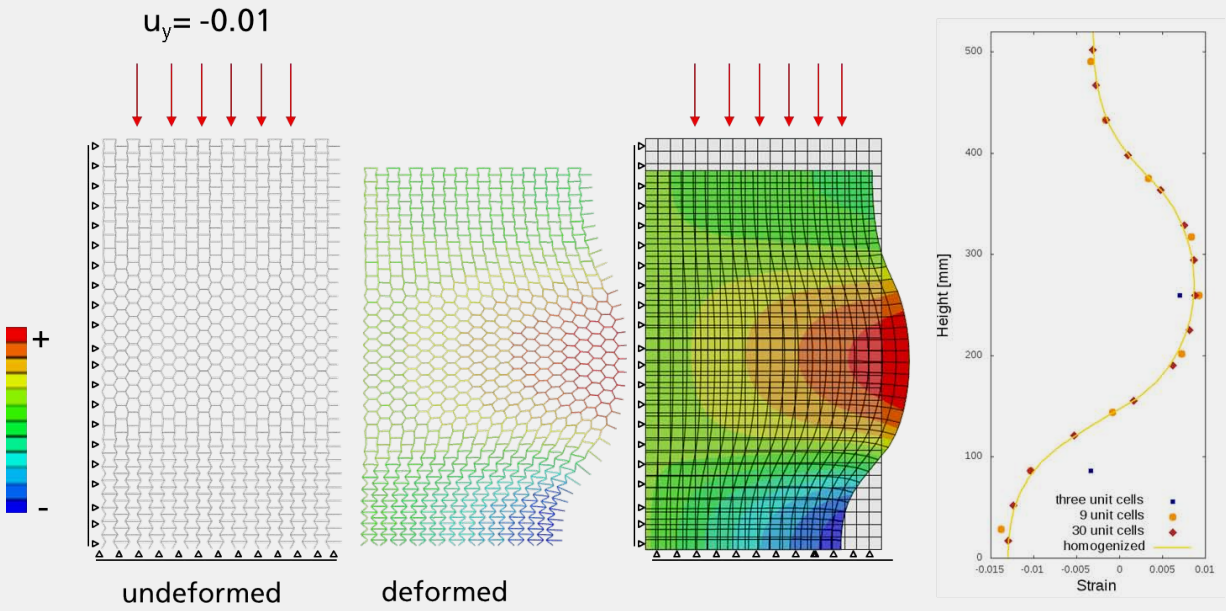


Mikroproben einzelner mechanischer Komponenten
Die mit dem Metall-Lasersinterverfahren hergestellten Mikroproben entstanden aus einer Kooperation mit dem Projektbereich *Mechanische Metamaterialien*. Bei immer kleiner werdenden Radien der Balkendurchmesser werden jedoch die Grenzen einer zuverlässigen Herstellung mit Metall-Lasersintern erreicht, was wiederum im Design der Einheitszellen mit beachtet werden muss.

1 mm

realisiert werden. Wichtig ist daher ein tiefes Verständnis für die maximal mögliche Dehnung bei einer angepeilten Lebensdauer der eingesetzten Strukturmaterialien. Damit kann das Design der Elementarzellen auf diese Randbedingungen hin angepasst werden. Zum Beispiel können die benötigten hohen lokalen elastischen Deformationen über dünnere und längere Balkenelemente realisiert werden. Um in einfacher Weise sehr dünne und lange metallische Balkenelemente nutzbar zu machen, wurde daher neben dem üblichen Ansatz des Metall-Lasersinterverfahren ein weiteres Herstellungsverfahren verfolgt. Dazu werden metallische Folien so umgeformt und miteinander verbunden, dass ein Folienstapel aus Einheitszellen – zunächst in 2,5D – entsteht. Für die ersten Versuche wurden zugeschnittene Aluminiumfolien durch additiv gefertigte prototypische Werkzeuge umgeformt und mit den Klebehilfen und einem handelsüblichen Metallkleber verbunden. Schon bei den ersten Prototypen ist erkennbar, dass sich hiermit auch ein Massenherstellungsverfahren etablieren lässt. Im Vergleich zum Metall-Lasersinterverfahren könnte die automatisierte Folienstapeltechnik zwar eine schnellere und einfachere und damit kostengünstigere Herstellung metallischer programmierbarer Materialien ermöglichen. Allerdings sind damit nicht alle Geometrien herstellbar, weshalb beide Verfahren ihre Berechtigung haben.

Für das Metall-Lasersinter-Verfahren wurden daher Methoden zur Charakterisierung der Lebensdauer und der aktiven Schädigungsmechanismen entwickelt. Dazu wurden in enger Kooperation mit dem Projektbereich *Mechanische Metamaterialien* einzelne mechanische Elemente eines metallischen Metamaterials mit unterschiedlichen Druckausrichtungen und Geometrien hergestellt. Diese werden auf ihre maximale Dehnung und Spannung, sowie ihre (zyklische) Festigkeit untersucht. Die mikromechanischen Untersuchungen tragen in beiden Teilprojekten zu einem tiefergehenden Verständnis der Abhängigkeiten der Werkstoffeigenschaften von



Beam Model (FEM): local variation in α

homogenised model

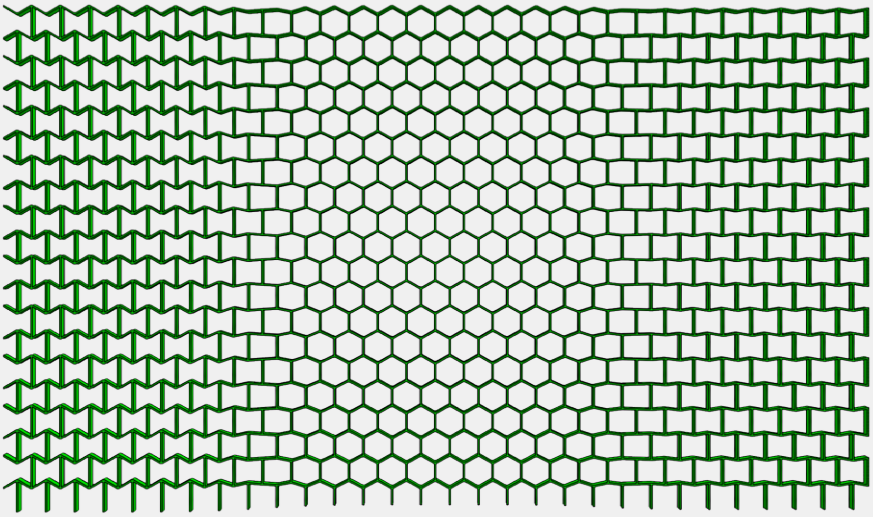
comparison of strain

Simulationsanalysen zum sogenannten shape-matching
Beim *shape-matching* ist es das Ziel eine bestimmte Form durch die Anordnung unterschiedlicher Elementarzellen einzustellen. Das Zusammenwirken dieser verschiedenen Zellen wurde mit Simulationsverfahren ermittelt.

Grundmaterial, Druckparametern und Geometrien bei. Ziel ist es die maximale Dehnung aus den Balkendicken und der Druckparameter für das jeweilige Material vorhersagen zu können. Diese beeinflusst dann die möglichen Designparameter, wie beispielsweise die Geometrie der Balken und anderer mechanischer Komponenten oder auch die zulässige maximale, reversible Krümmung. So können Grenzen und Randbedingungen, wie z.B. eine maximale Dehnbarkeit von 0,2%, im Design der Elementarzellen für programmierbare Materialien mit berücksichtig werden.

Um nun von einzelnen Elementarzellen hin zu einem programmierbaren Material zu kommen, wurden Simulationsanalysen in Zusammenarbeit mit dem *Fraunhofer Cluster of Excellence Programmable Materials CPM* und dem *Excellence Cluster Living, Adaptive and Energy-autonomous Materials Systems (livMatS)* durchgeführt. Ziel war es eine bestimmte Form einzustellen – das sogenannte *shape-matching* und wie dies durch das Zusammenwirken von verschiedenen Zellen erreicht werden kann.

Was steht für 2021 an?
Die in diesem Jahr begonnenen Ansätze im Bereich der Folienstapel sollen ausgeweitet werden. Ziel für 2021 ist es, einen (teil-)automatisierten Folienprozess zu etablieren um schnell Strukturparameter validieren zu können. Der prototypische Aufbau und die Automatisierung gewährleisten eine hohe Qualität und Reproduzierbarkeit der programmierbaren Materialien. Um von einem 2,5D- zu einem 3D- strukturierten programmierbaren Material zu gelangen, sollen verschiedene Elementarzellen über unterschiedliche Press- oder Stanztechniken hergestellt werden. Das *shape-matching* soll, ähnlich wie in den bereits durchgeführten Simulationsversuchen, experimentell für metallische Materialien zum ersten Mal implementiert und validiert werden. Hierfür müssen unterschiedliche



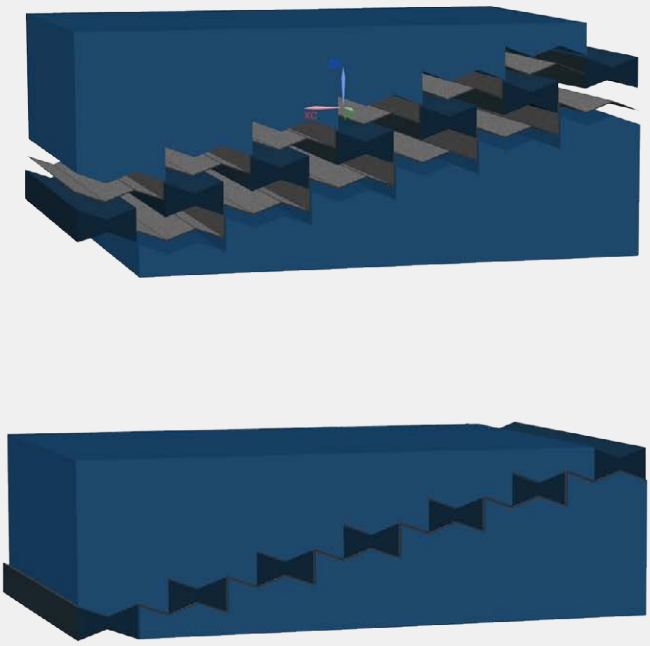
Experimentelle Validierung der shape-matching Simulationsergebnisse
Das Zusammenspiel unterschiedlicher Elementarzellen soll im Laufe des nächsten Jahres experimentell nachgestellt werden. Die hierfür gezeigte Struktur zu erreichen, erfordert allerdings noch Entwicklungen der Folienstapel-Technik.

Elementarzellen gleichzeitig in einem Vollmaterial mit dieser Herstellungsart integriert werden.

Für das Metall-Lasersinter-Verfahren sollen die Ergebnisse der mikromechanischen Untersuchungen zum einen für die Validierung der Parametrisierung eines numerischen Simulationsmodells herangezogen werden. Zum anderen werden die gewonnenen Erkenntnisse zu den Materialeigenschaften in die Weiterentwicklung geeigneter Zelldesigns einfließen. Damit sollen erste Prototypen aus Zellenclustern hergestellt werden. Um Mechanismen mit höherer zulässiger maximaler Dehnung auch untersuchen zu können, können spezielle Legierungen (z.B. Ni-Ti) mit Superplastizität herangezogen werden.

Um bereits beim Design auf die Zuverlässigkeit der programmierbaren Materialien eingehen zu können, sollen Proben für verschiedene Mechanismen und Materialien hergestellt und auf ihre Ermüdungseigenschaften unter zyklischer Last untersucht werden. Zur anschließenden Schadensanalyse werden wir die im Projekt vorhandenen skalenübergreifenden Charakterisierungsmethoden zur Untersuchung der Schädigungsmechanismen einsetzen. Für die additiv gefertigten Zellstrukturen ist hierfür auch eine Studie in Abhängigkeit der Belichtungsparameter zwingend notwendig.

Diese Erkenntnisse werden zur Entwicklung eines zuverlässigen Designs metallischer Einheitszellen verwendet, was eine Grundvoraussetzung für den industriellen Einsatz von programmieren metallischen Materialien ist.



Umformwerkzeuge für die Herstellung der Folienstapel
Um die hohen lokalen Dehnungen in mechanischen Komponenten der programmierbaren Materialien auch in Metallen zu erreichen, wurde ein Folienansatz verwendet. Die hierfür benötigten Umformwerkzeuge wurden additiv hergestellt.

Die Folien werden mit den Werkzeugen umgeformt und mithilfe der Klebehilfe und einem handelsüblichen Metallkleber an den Kontaktflächen verbunden. Die nächste Folienlage wird entsprechend ergänzt.

Verlauf des Projektes

12 | 19

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

12 | 20

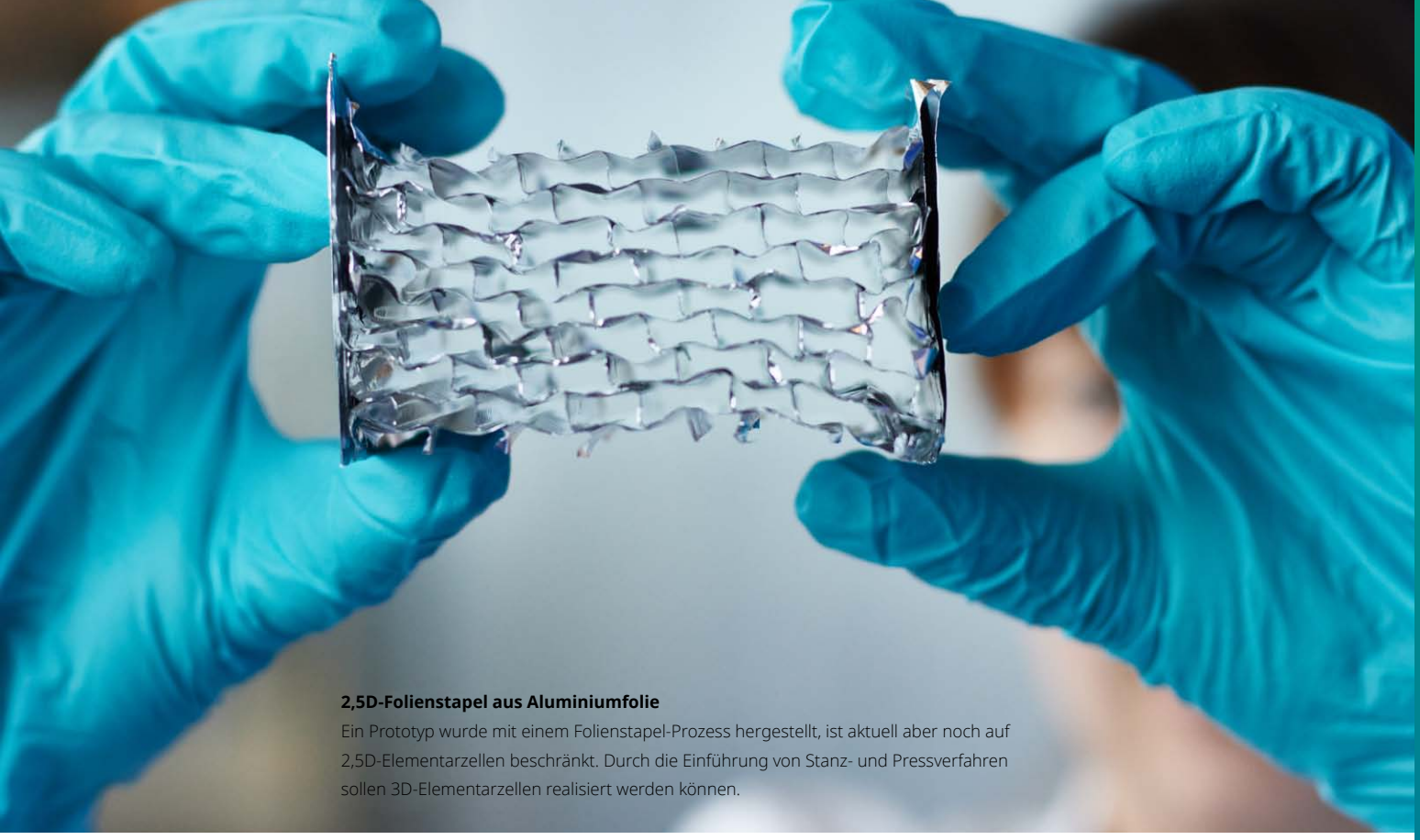
Mechanische Wenn-Dann-Elemente werden auf der Basis von Metall-Lasersinterverfahren mit einer vielfach höheren Steifigkeit hergestellt

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



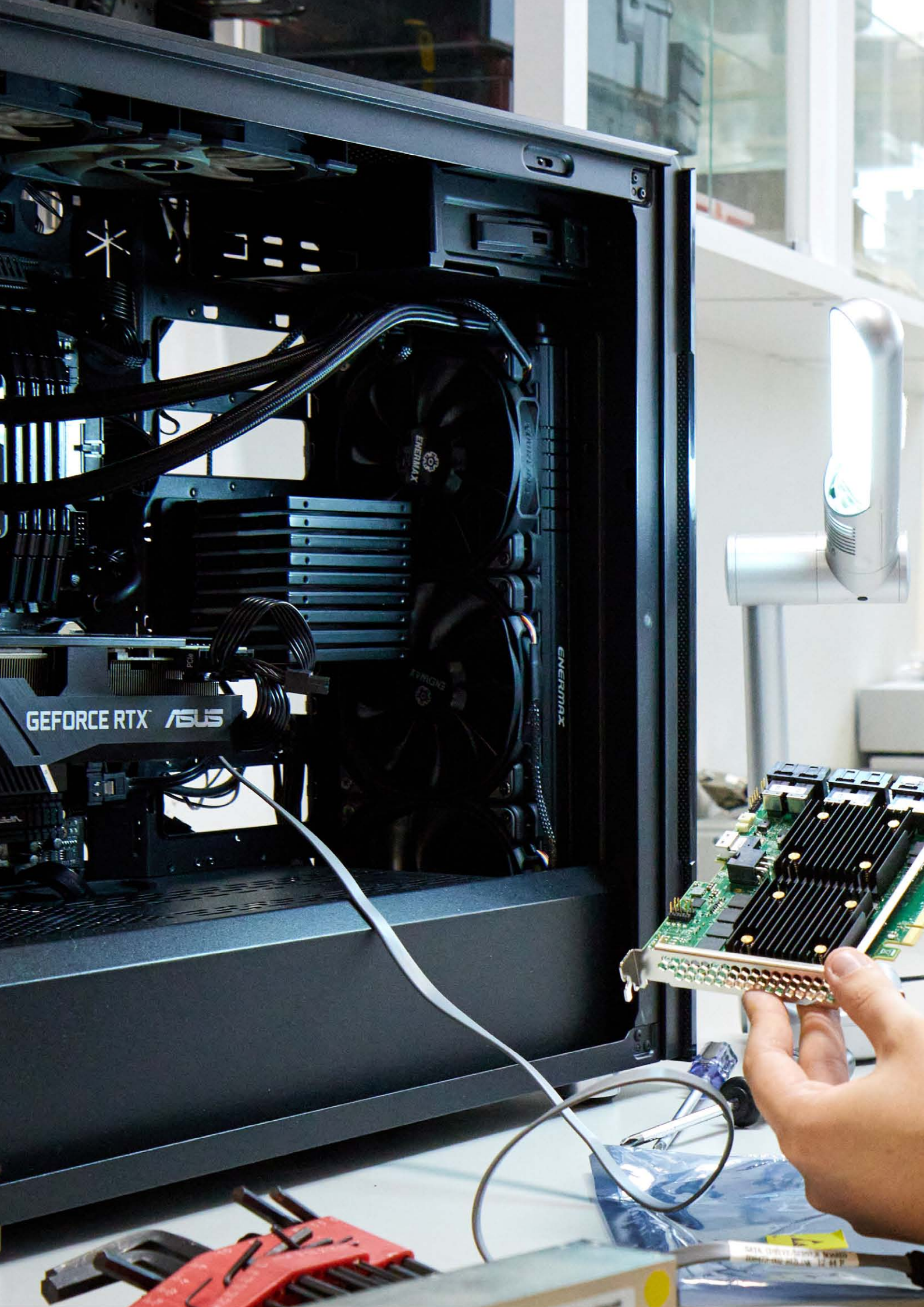
2,5D-Folienstapel aus Aluminiumfolie
Ein Prototyp wurde mit einem Folienstapel-Prozess hergestellt, ist aktuell aber noch auf 2,5D-Elementarzellen beschränkt. Durch die Einführung von Stanz- und Pressverfahren sollen 3D-Elementarzellen realisiert werden können.

Das knifflige Detail

Um die hohen lokalen Deformationen in Elementarzellen programmierbarer Materialien auch mit Metallen realisieren zu können, ist ein möglicher Lösungsansatz, die Balkendicke relativ zur Balkenlänge zu verringern.

Sehr einfach gelingt das durch den Einsatz von metallischen Folien. Für die Entwicklung eines Folienstapel-Prozesses ist es wichtig, die aktuelle Beschränkung von 2,5D-Strukturen zu umgehen und echte 3D-strukturierte Materialien zu erhalten. Dies soll durch eine Verbindung aus Stanz- und Pressverfahren ermöglicht werden. Beim Stanzen können durch geschicktes Falzen mechanische Verbindungen zwischen Nachbarlagen hergestellt werden. Durch die Integration eines solchen Verfahrens kann die mechanische Verbindungstechnik der Einzellagen, bisher bestehend aus der Verwendung eines Klebstoffs, erweitert und Proben ausschließlich aus Metall gefertigt werden. Bei den Stanz- und Pressverfahren muss allerdings darauf geachtet werden, dass durch bestimmte Tiefzieh-Zonen die Folie nicht an ungewollten Bereichen sehr dünn wird oder sogar aufreißt. Daher werden auch nicht alle beliebigen Geometrien möglich sein und auch hier müssen die Randbedingungen entsprechend definiert werden. Eine weitere Herausforderung stellt die Folie selbst dar. Um in den Elementarzellen definierte mechanische Komponenten wie Gelenke oder steife Strukturen einzubauen, müssen die Balkenbereiche unterschiedlich steif sein. Daher werden entweder gradierte Folien oder mehrlagige Folien kombiniert. Dies ist nötig, um beispielweise Elementarzellen für *materials memory* erzeugen zu können.

Entwicklung von in-situ computertomographischen Methoden


GEFORCE RTX
ASUS
ENERMAX

SSD-Raid um hohe Datenrate des Detektors nutzen zu können

Installation und Konfiguration eines SSD-RAID-0-Laufwerks mit 10 SSD-Laufwerken, um die erforderliche Datenrate von 15,36 GBit/s bzw.1,92 GB/s des Detektors nutzen zu können.

Entwicklung von in-situ computertomographischen Methoden

Die im Nano-CT zum Einsatz kommende Timepix3-Detektorzeile mit CdTe-Sensoren bestimmt spektroskopisch die Energie der detektierten Röntgenphotonen. Diese Energieinformation bietet die Möglichkeit einer elementbasierten Materialunterscheidung. Ist die spektroskopische Energieauflösung des Detektors hoch genug, so können nicht nur Elemente mit deutlich unterschiedlicher Kernladungszahl Z unterschieden werden, sondern auch Elemente, die im Periodensystem direkt nebeneinander stehen.

Trotz Herausforderungen im Zeitplan

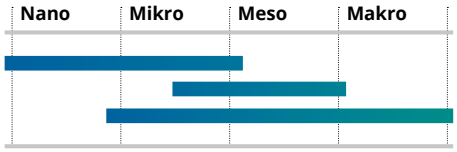
Das Jahr 2020 begegnete uns mit einigen Unwägbarkeiten. Neben den allgemeinen Einschränkungen des Jahres erlebten wir vor allem bei der Auswahl und Implementierung der Timepix3-Detektoren einige Herausforderungen. Die ungewöhnliche Geometrie dieses Detektorsystems und die Übertragungsrate erforderten zusätzliche Arbeiten und Messungen, die nicht im Projektplan vorgesehen waren.

Dennoch steht jetzt die Technologie, um das große Detektorsystem mit 12 × 1 Modulen Timepix3 auslesen und verarbeiten zu können. Die Produktion des Moduls wird voraussichtlich Ende 2020 abgeschlossen sein und kann dann im neuen Jahr zum Einsatz kommen.

Design, Planung und Beschaffung der Komponenten für den neuartigen Lastrahmen wurden abgeschlossen und erste Radiographieaufnahmen am Nano-CT konnten bereits durchgeführt werden.

Bestimmung der elementaren Zusammensetzung durch spektroskopisches Röntgen

Die Timepix3-Detektorzeile mit CdTe-Sensoren bestimmt spektroskopisch die Energie der detektierten Röntgenphotonen. Die Energie der Röntgenphotonen wird mittels dem sogenannten Time-over-Threshold Modus (TOT) des Timepix3 bestimmt. Das Prinzip ist im Schaubild auf der folgenden Seite für zwei Röntgenquanten mit 10 keV bzw. 20 keV Röntgenenergie dargestellt.



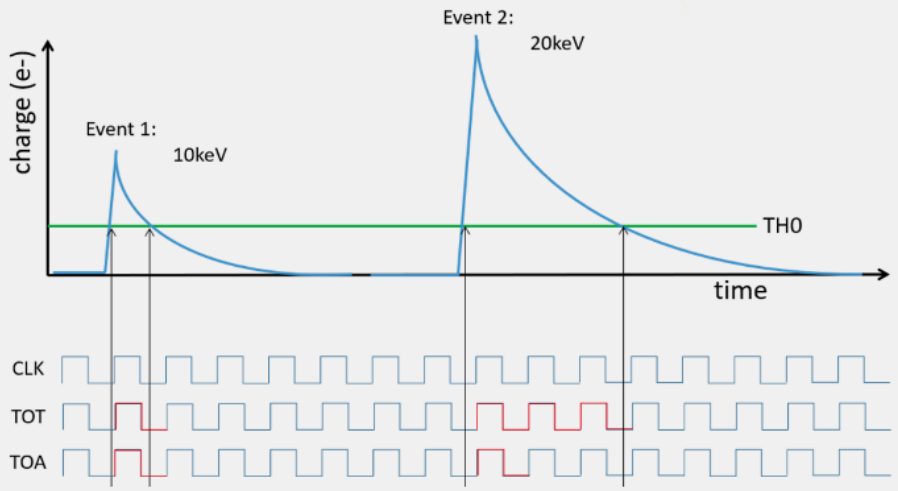
Eingesetzte Methoden:

Elektronenmikroskopie
Optische Mikroskopie
X-Ray CT

Detektor für spektroskopisches Röntgen
Detektormodul mit Timepix3-Ausleseelektronik und CdZnTe-Sensor für spektroskopische Röntgenaufnahmen.

Zur Unterdrückung von Signalen, die durch elektrisches Rauschen erzeugt werden, wird eine Energieschwelle – die Diskriminatorschwelle – gesetzt, die zu registrierende Ereignisse übersteigen müssen. Die Dauer, die ein gemessenes Signal über der Diskriminatorschwelle liegt, wird über die Anzahl der Takte eines vergleichenden Pulsgebers des Timepix3 ermittelt und ist direkt proportional zur Energie der Röntgenstrahlung. Dieser TOT-Wert eines detektierten Photons kann pixelweise für jedes Photon separat ausgelesen werden und ermöglicht es, neben der Position des registrierten Ereignisses, die Energie des Photons aufzuzeichnen. Diese Energieinformation bietet die Möglichkeit einer elementbasierten Materialunterscheidung. Hierfür werden materialspezifische, sprunghafte Veränderungen der Ionisationsenergien genutzt, die sich im Absorptionsspektrum als sogenannte K-Kanten zeigen. Ist die spektroskopische Energieauflösung des Detektors hoch genug, so können nicht nur Elemente mit deutlich unterschiedlicher Kernladungszahl Z unterschieden werden, sondern auch Elemente, die im Periodensystem direkt nebeneinander stehen.

Die Energieauflösung von Timepix3 Detektoren mit CdTe-Sensoren beträgt typisch 1 keV (FWHM) und die untere Diskriminatorschwelle liegt bei 6 keV. Damit ist eine präzise Bestimmung der absorbierenden Elemente ab Kupfer (Z = 29, K-Kante bei 9.0 keV) möglich. Die Verwendung vollspektroskopischen Röntgens ist damit



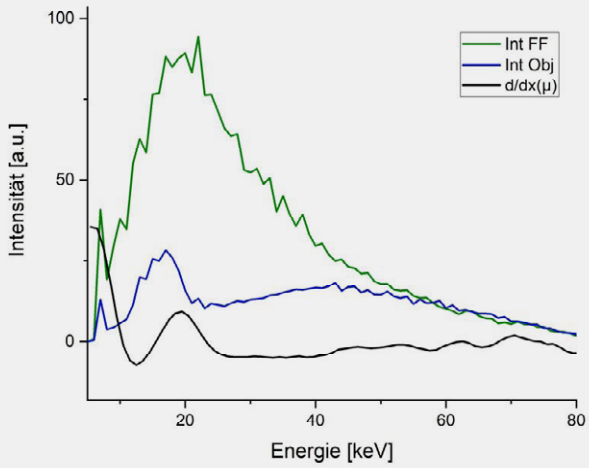
Photonen genau erfassen
Time-over-Threshold Modus (TOT) der Timepix3-Ausleseelektronik: der TOT-Wert eines detektierten Photons kann pixelweise für jedes Photon separat ausgelesen werden und ermöglicht es, neben der Position des registrierten Ereignisses, die Energie des Photons aufzuzeichnen. Diese Energieinformation bietet die Möglichkeit einer elementbasierten Materialunterscheidung.

insbesondere zur Untersuchung anorganischer Stoffe und Kontrastmittel sinnvoll.

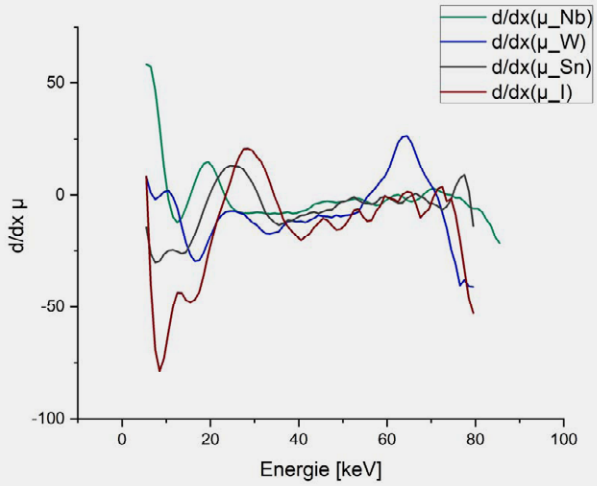
Um das absorbierende Element bestimmen zu können, müssen die Signale aller Detektorpixel individuell prozessiert werden. Wie in Abbildung A (rechte Seite) dargestellt, muss hierfür, neben dem eigentlichen Objektsignal (blau), auch das Antwortverhalten ohne Objekt für jedes Pixel bekannt sein (grün). Aus diesen beiden Kurven lässt sich die Position der K-Kanten-Struktur (schwarz) bestimmen.

Ist das Antwortverhalten aller Detektorpixel bekannt, kann durch eine Kalibrierung eines jeden Pixels eine elementabhängige Funktion für die Energieposition der K-Kante bestimmt werden. Wie in Abbildung B dargestellt, lassen sich aus den Positionen der ermittelten K-Kanten die zugehörigen Elemente bestimmen.

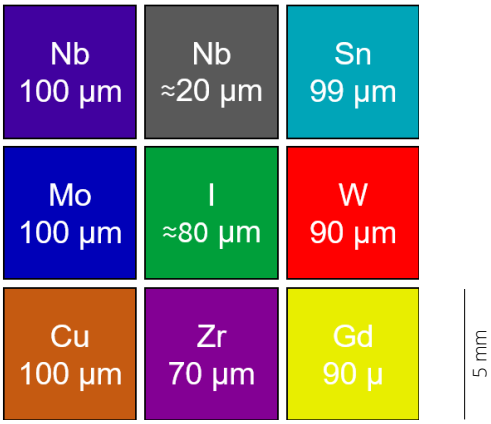
Die Unterscheidung der K-Kanten mittels spektroskopischer Röntgenaufnahmen wurde an einem speziell angefertigten Absorptionsphantom untersucht. Nebenstehende Abbildung zeigt den Aufbau mit den verschiedenen Materialien, die jeweils unterschiedliche K-Kanten zeigen. Die einzelnen Bereiche des Phantoms wurden mittels Röntgenstrahlen vermessen und die spektroskopischen Signale ausgewertet. Aus den Daten wurde ein Falschfarbenbild, kodiert mit den jeweiligen spezifischen Energien der K-Kanten, rekonstruiert.



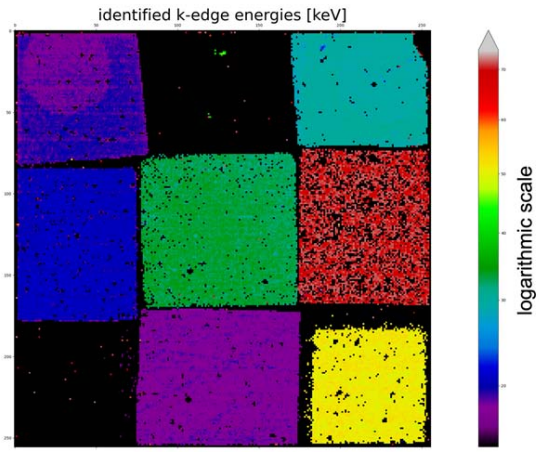
A. Detektorsignal eines einzelnen, beispielhaften Detektorpixels
Blau ist das Objektsignal (Niob), grün das Flatfield-Signal ohne Objekt und schwarz die K-Kante zur Bestimmung des Elements.



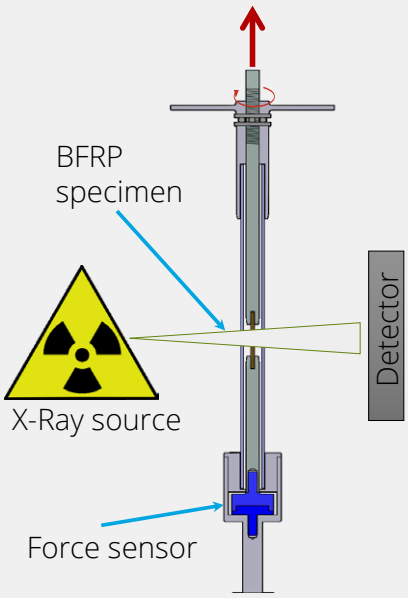
B. Elemente können klar voneinander separiert werden.
Einzelpixelmessungen von K-Kanten von den vier unterschiedlichen Elementen Niob, Zinn, Iod und Wolfram.

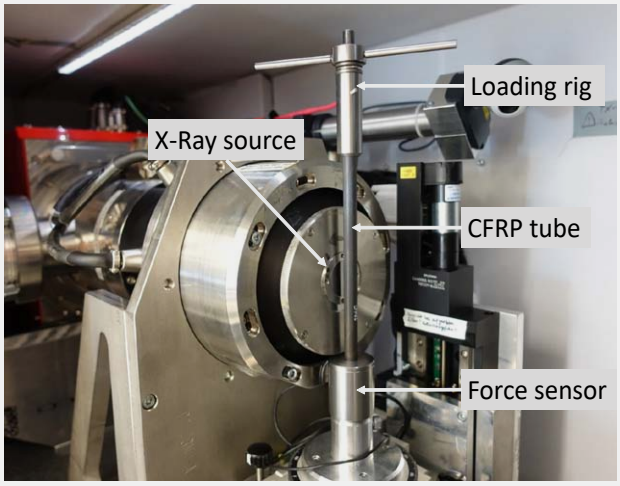


Aufbau des Absorptionsphantoms für die K-Kanten-Analyse
Neun Materialien, die jeweils unterschiedliche K-Kanten zeigen, wurden in Flächen mit jeweils 5mm Kantenlänge angeordnet



Rekonstruiertes Röntgenbild
ausgewertet mittels der K-Kanten-Analyse





Vom Synchrotron zum Labor-CT: In-situ Analyse im Mikrometermaßstab
Skizze des Lastrahmens für die in-situ-Tests (links). Durch drehen der oberseitigen Flügelmutter wird der Stab im Innern nach oben gezogen und eine Zugspannung in der Probe initiiert. Rechts: Bild der Messkammer im CT Setup. Um die notwendige Vergrößerung zu erzielen muss der Abstand zwischen Röntgenröhre und Lastrahmen so gering wie möglich gehalten werden und betrögt hier 2mm.

3D-Verzerrungsfeldanalyse mit in-situ µCT basierter digitaler Volumenkorrelation

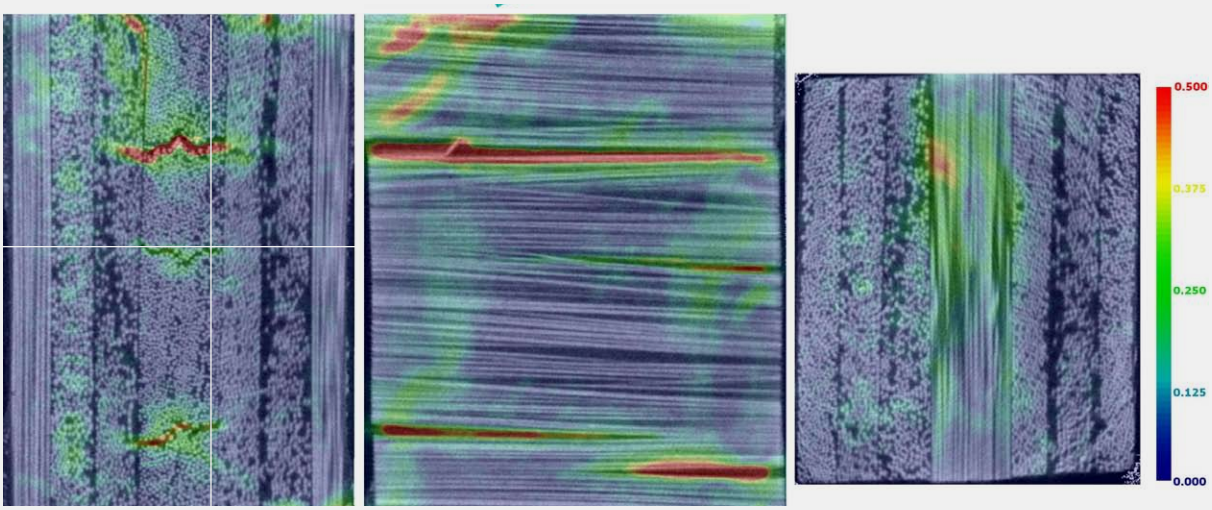
Die Verzerrungsfeldanalyse mechanischer Zugversuche wird typischerweise mittels digitaler Bildkorrelation (DIC) und post-mortem erzeugten Querschnittsmikroskopieaufnahmen durchgeführt. Die so gewonnenen Informationen bezüglich der beginnenden Materialschädigung und der weiteren Versagensentwicklung beruhen daher auf Daten, die sich auf die Probenoberfläche, sowie den relaxierten Zustand beziehen und damit nicht notwendigerweise das reale Materialverhalten widerspiegeln. Die Nutzung hochauflösender Computertomographie in Kombination mit digitaler Volumenkorrelation (DVC) ermöglicht die Bestimmung dreidimensionaler Verzerrungsfelder im gesamten Probenvolumen. Mit dem Wissen um die lokale, dreidimensionale Entwicklung der Verzerrung können erweiterte Kenntnisse über die beginnende Materialschädigung, welche schlussendlich zum Materialversagen führt, gewonnen werden. Dies trägt dazu bei Materialversagen besser zu verstehen und vorherzusagen.

In-situ Materialprüfung

Eine Probe wird in einem Lastrahmen fixiert und in einem Labor-µCT-Setup platziert. Eine Reihe von CT-Aufnahmen, beginnend im unbelasteten Zustand und in der Folge unter sukzessiv zunehmender Zugbelastung, wird in der Folge durchgeführt. Mittels DVC können die so enthaltenen CT-Daten genutzt werden um lokale Verzerrungen zu bestimmen und Materialdefekte, sowie Risse im Innern der Probenstruktur nachzuweisen.

DVC und Materialwissenschaft

DVC ist die 3D-Erweiterung zur etablierten DIC. Sie ermöglicht den Nachweis dreidimensionaler Verschiebungsfelder innerhalb des Probenvolumens basierend auf CT-Bildern welche unter schrittweise zunehmender Belastung akquiriert

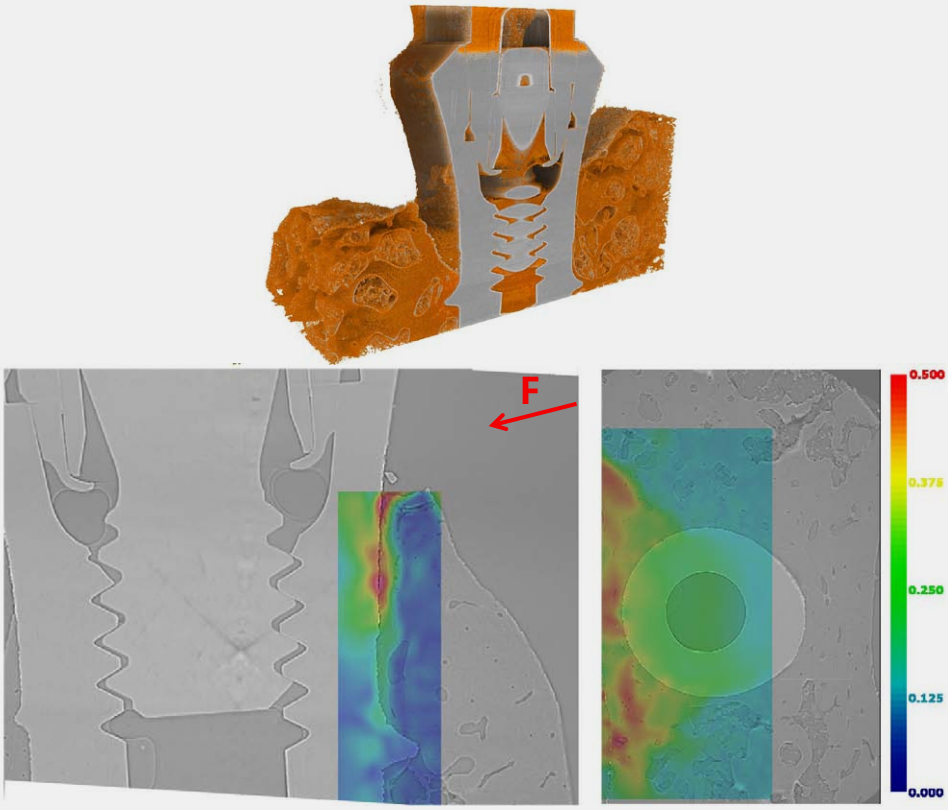


Visualisierung interner Verzerrungen mit Hilfe hochaufgelöster CT-Bilder
CT-Schnittbilder überlagert mit lokalen Werten des Verzerrungsfelds. Die Linien im linken Bild deuten die Position des mittleren und rechten Schnittbilds an.

wurden. In-situ CT-Messungen in Kombination mit DVC stellen eine erhebliche Verbesserung zu regulären Methoden der Verzerrungsfeldanalyse dar, da sie Informationen zur Verteilung der Verzerrung im gesamten Probenvolumen bereitstellen. Dadurch wird zum einen die Ermittlung des Materialversagens erleichtert und zum andern die Vorhersage des Materialverhaltens sowie der lokalen, initialen Schädigung des Materials ermöglicht.

Weiterentwicklung mit Schwerpunkt DVC-Genauigkeit

Um eine qualifizierte Aussage über das Materialverhalten auf Grundlage des mit DVC bestimmten Verzerrungsfelds zu treffen muss sichergestellt werden, dass der Korrelationsprozess ein hohes Maß an Genauigkeit erfüllt. Dem entgegen wirken unter anderem durch die CT verursachte Bildfehler, die sogenannten Artefakte. Diese treten häufig in CT-Bildern auf und entstehen durch unterschiedliche physikalische Prozesse wie Rauschen oder Strahlaufhärtung. In der Volumenkorrelation sorgen diese Artefakte für eine Verringerung der Genauigkeit der zu bestimmenden Verzerrungswerte, da der Algorithmus sie als physikalisch korrekten Teil des Bildes wahrnimmt. So werden im Laufe der Korrelation Pseudo-Verzerrungen aufgefunden welche die realen Verzerrungen überlagern oder an Stellen auftreten an denen keine reale Verzerrung stattgefunden hat. Daher liegt ein Schwerpunkt bei der Weiterentwicklung der DVC in der Reduzierung des Einflusses dieser Artefakte um eine erhöhte Aussagekraft der Ergebnisse zu gewährleisten. Erste Tests zeigten, dass eine stufenweise Regularisierung des Korrelationsprozesses bereits mit einer deutlichen Steigerung der Genauigkeit einhergeht.



Anwendungsbeispiel: Zahnmedizin

Oben: Volumengerenderte Darstellung durch das Zentrum einer in einen Kieferknochen geschraubten Titanschraube (Zahnimplantat).

Unten: Das dazugehörige CT-Schnittbild überlagert mit lokaler Information über die Intensität des Verzerrungsfelds in sagittaler (links) und koronaler (rechts) Ansicht.

Was steht für 2021 an?

Nach der erfolgreichen Beschaffung und Installation der 5×1 Medipix3 und 12×1 Timepix3 Detektormodules werden der Lastrahmen innerhalb der Nano-CT-Anlage aufgebaut und getestet. Die Messungen, die mit dem µCT aufgenommen wurden, werden im neuen Aufbau wiederholt, um die Verbesserung der räumlichen Auflösung zu verifizieren. Es folgen die spektroskopischen Aufnahmen in Kombination mit kontrollierter Defekterzeugung für unterschiedliche Materialien. Die Ausbreitung der Defekte wird richtungsabhängig sein, um die spezielle Geometrie der Detektormodule optimal nutzen zu können. Die aufgenommenen Daten werden mit DVC analysiert und für Simulationen verwendet. Der Fokus dieser Arbeiten wird in der Darstellung der Vorteile der spektroskopischen Aufnahmen liegen.

Medipix3 Detektormodul in 5x1 Konfiguration
Die Detektortechnologie ermöglicht eine großflächige energieaufgelöste Röntgenaufnahme.

Verlauf des Projektes

12 | **19**

Die Installation und Inbetriebnahme Detektormodul ist abgeschlossen.

Die Inbetriebnahme des spektroskopischen CTs wurde durchgeführt.

12 | **20**

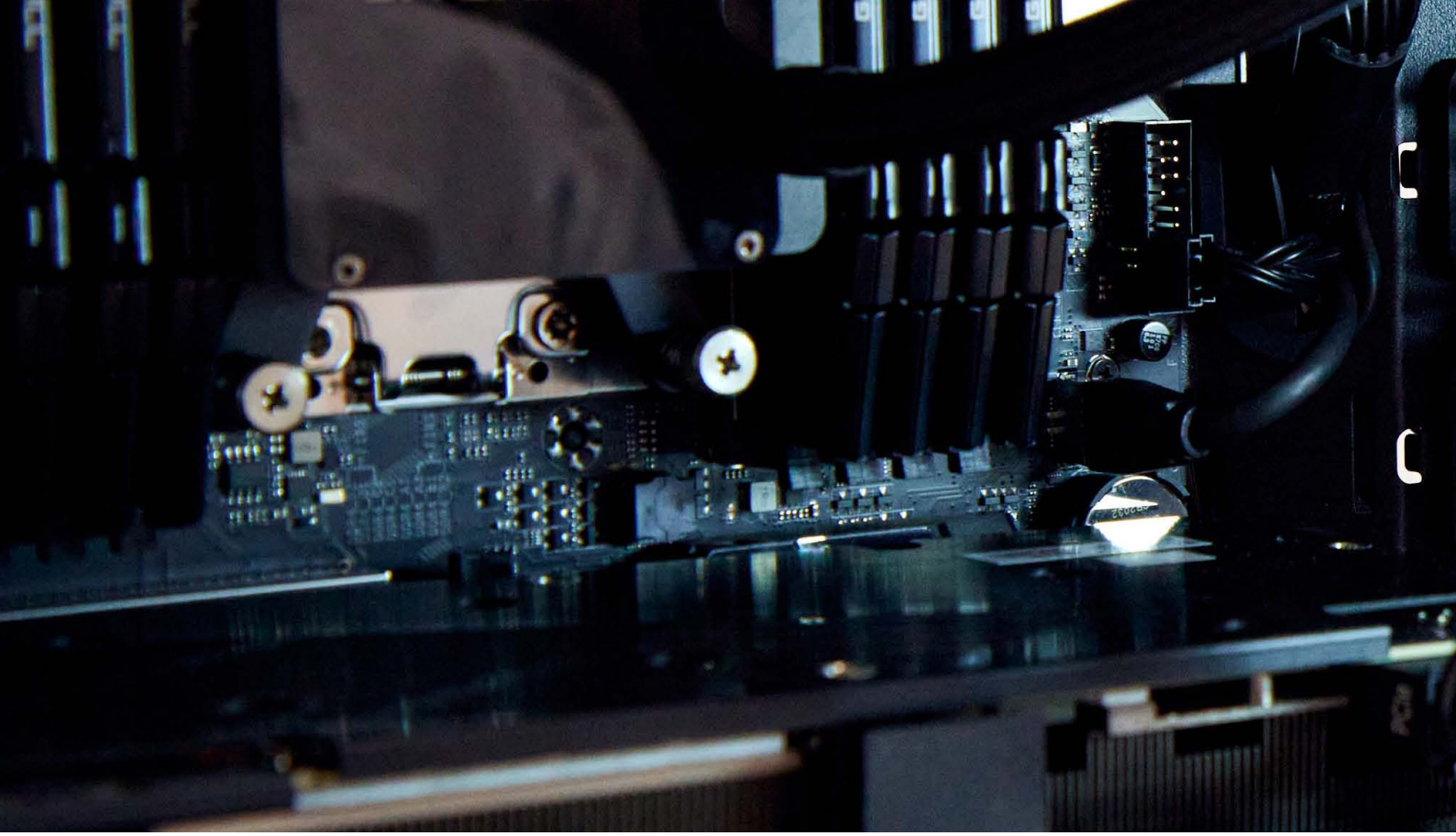
Digital-Volume-Correlation-Algorithmen zur quantitativen Erfassung dreidimensionaler Deformationszustände wurden verifiziert und validiert.

12 | **21**

Spektroskopische CT-Aufnahmen in Kombination mit kontrolierter 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.

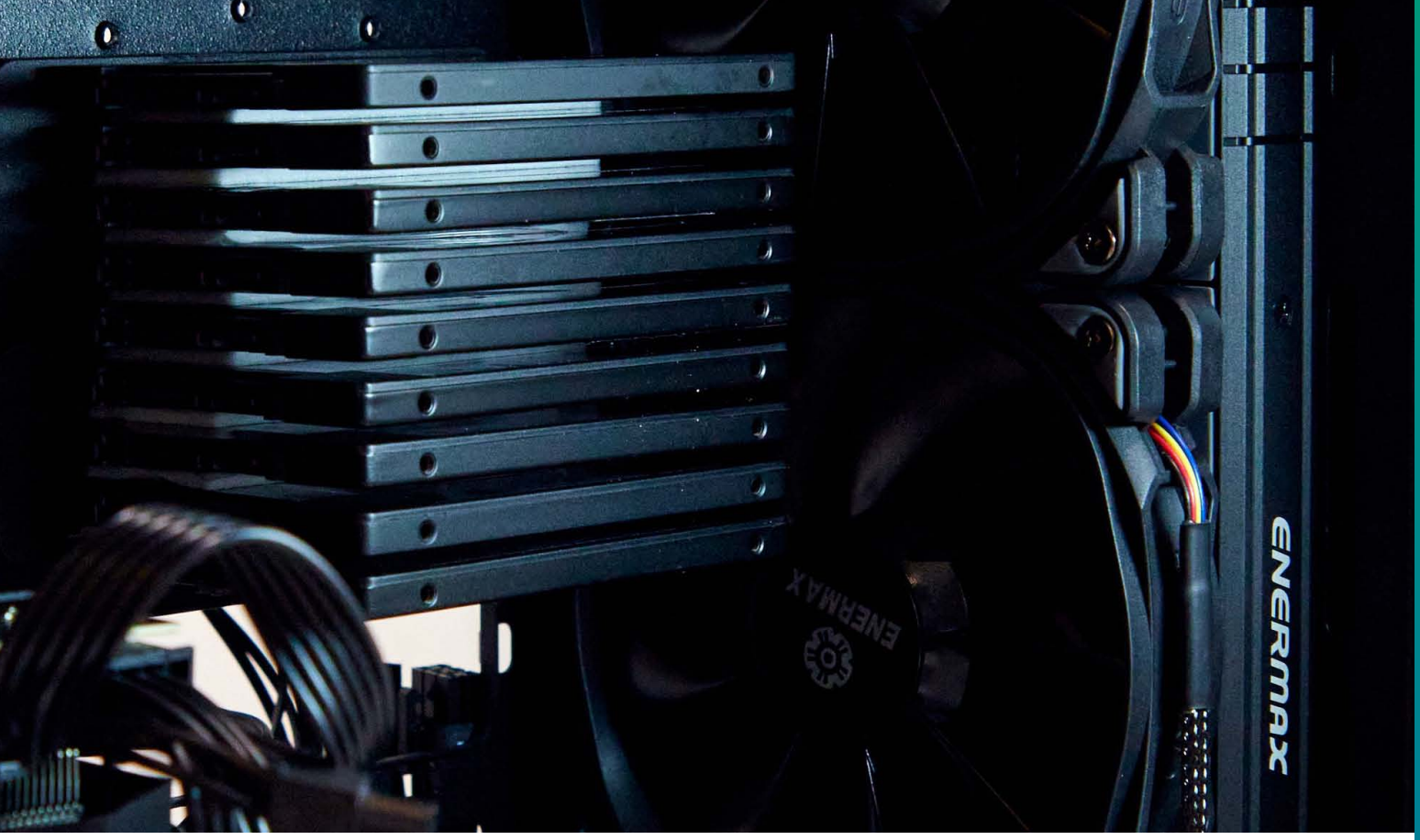


Das knifflige Detail

Beim Nano-Röntgen-CT werden jede Sekunde Millionen von Ereignissen detektiert – entsprechend müssen jede Sekunde knapp 2 Gigabyte Daten gespeichert werden. Für die aktuell verfügbare kommerzielle Speicherhardware ist das deutlich zu hoch.

Im finalen Ausbau nutzt das Nano-Röntgen-CT System eine voll spektroskopisch arbeitende Detektorzeile. Dies bedeutet, dass die Energie und Ankunftszeit von jedem detektierten Röntgenphoton bestimmt wird. Aufgrund der hohen Rate detektierter Ereignisse von bis zu $4{,}8 \times 10^6$ Photonen pro Sekunde, können die Daten nicht in Echtzeit prozessiert und tomographisch rekonstruiert werden, sondern müssen zunächst gespeichert und dann nach der eigentlichen Messung weiterverarbeitet werden.

Doch bereits die bloße Speicherung der Messdaten stellt eine Herausforderung dar. Die Brutto-Datenrate des Detektors beträgt 30 GBit/s. Um diese Daten vom Detektor zum verarbeitenden Data-Acquisition-Server übertragen zu können, wurde der Detektor so designed, dass er mittels sechs USB3.0 Schnittstellen mit je 5 GBit/s an den Server angebunden wird. Damit der Prozessor (CPU) sechs parallele 5 GBit Datenströme verarbeiten kann, wurde für den Server eine Hardware-Konfiguration gewählt, bei der die USB-Ports über einen PCIe 4.0 x8 Interconnect an die CPU angebunden sind. Damit stehen 120 GBit/s für den Datentransfer zwischen den USB-Ports und der CPU bereit, was eine kontinuierliche, fehlerfreie Übertragung der Messdaten



vom Detektor zum Server auch für Messungen mit mehreren Stunden Messdauer gewährleistet.

Die zu speichernde kontinuierliche Netto-Datenrate des Detektors beträgt 15,36 GBit/s bzw. 1,92 GB/s und ist damit für jegliche kommerziell verfügbare Speicherhardware wie SSDs und Festplatten deutlich zu hoch. Es existieren zwar über PCIe 4.0 x4 angebundene M.2-SSDs, die kurzfristig bis zu 3,5 GB/s speichern können, allerdings wird diese Geschwindigkeit nur für wenige hundert GB erreicht und sinkt danach auf unter 0,5 GB/s. Weiterhin ist die Speichergröße dieser SSDs mit derzeit maximal 8 TB für spektroskopische CT Messungen mit voller Auflösung zu klein. Um dennoch die spektroskopischen CT-Messdaten speichern zu können, wurde ein SSD-RAID-0 Laufwerk aufgebaut. Dieses verbindet zehn konventionelle SATA-SSD Laufwerke zu einem einzigen Laufwerk mit der zehnfachen Speicherkapazität und zehnfachen Datenrate und ist über PCIe 3.0 x8 an die CPU angebunden. So werden derzeit 40 TB Speicherkapazität mit einer kontinuierlichen Schreibrate von 2,75 GB/s erreicht. In einer weiteren Ausbaustufe dieses RAID-0 Laufwerks wird die Zahl der SSDs auf 28 erhöht und so eine Gesamtspeicherkapazität von 112 TB mit einer kontinuierlichen Schreibrate von 7,7 GB/s erzielt.

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

Dr. Cheng Sun
Wissenschaftliche Mitarbeiterin

Mohamed Yassine
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Björn Christian
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Niclas Feil
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Arne Götze
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

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

Dr. Kaiyang Yin
Wissenschaftlicher Mitarbeiter

Nadira Hadzic
Wissenschaftliche Mitarbeiterin

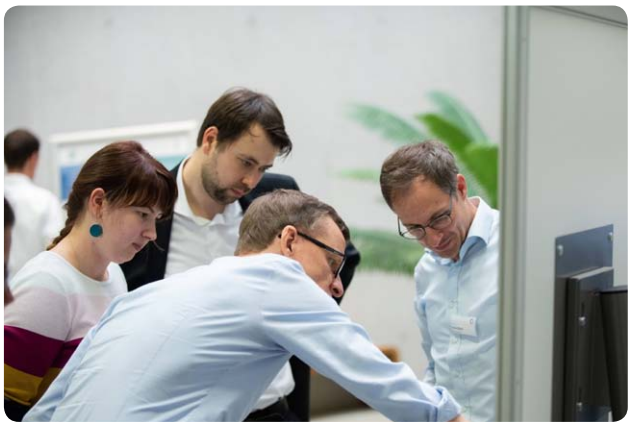
Dr. Georg Ganzenmüller
Projektkoordination

Dr. Kilian Kreb
Projektkoordination, Kommunikation

Eva Otto
Betreuung wissenschaftlicher Nachwuchs

Meet the scientists

Vergangenen Oktober besuchten uns die Stiftungsunternehmen *Carl Zeiss AG* und *Schott AG*. Unter dem Motto „Visionen für Werkstoffe und Materialsysteme“ fand ein reger Ideen- und Wissensaustausch statt. Aus den Ideen einer Diskussionsgruppe folgte eine Patenteinreichung. Zahlreiche neue Forschungskooperationen entstanden und Mitglieder des Projekts waren im Lauf des Jahres zum Gegenbesuch in Mainz und in Oberkochen.



Bilder von Andree Kaiser und Stefan Hiermaier

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, 8/9, 11, 26/27, 29, 33, 38/39, 41, 44, 46, 47, 52/53, 55, 59, 62/63, 65, 71, 80: Kilian Kreb
S. 3: Andree Kaiser
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