



# MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

## Projektberichte

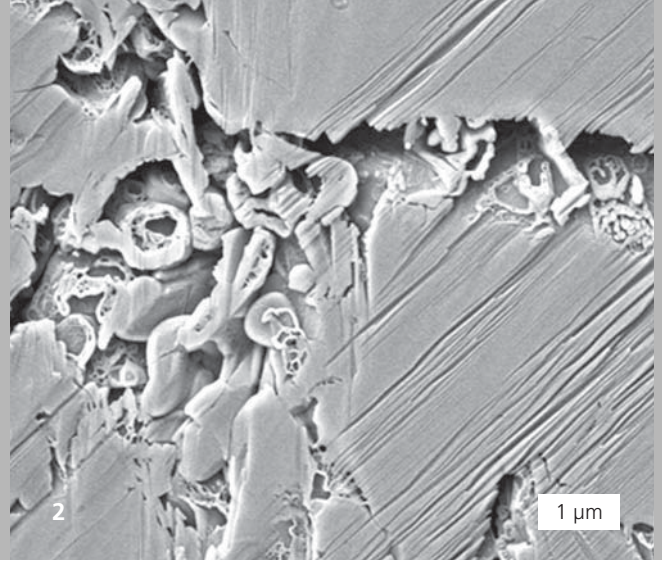
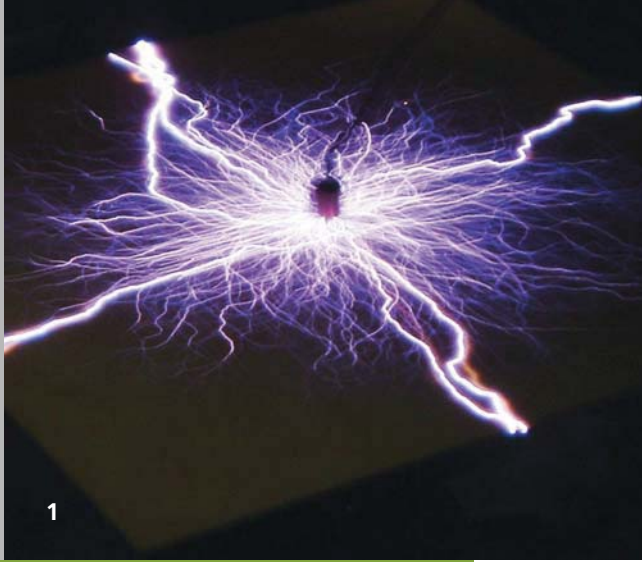
- 96 Schadensanalyse und Korrosionsverhalten von keramischen Komponenten
- 98 Röntgenmikroskopie für Energietechnik, Materialforschung und Mikroelektronik
- 100 3D-Prüfung transluzenter Keramikbauteile mit optischer Kohärenztomographie
- 101 Thermophysikalische Eigenschaften: Grundlage für Simulation und Ofenauslegung

Im Geschäftsfeld »Material- und Prozessanalyse« bietet das Fraunhofer IKTS Anwendern und Herstellern von Rohstoffen, Werkstoffen und Bauteilen ein umfassendes Portfolio an Test-, Charakterisierungs- und Analysemethoden für Materialeigenschaften und Produktionsprozesse. Im Mittelpunkt stehen dabei keramische Werkstoffe, Bauteile und Verfahren für technische Anwendungen einschließlich Leichtbau sowie Materialien für die Mikro- und Nanoelektronik, Photonik und Biomedizin.

Wie beeinflussen Gefüge und Zusammensetzung die makroskopischen Eigenschaften eines Werkstoffs und damit des Produkts? Kann ein bestehender Werkstoff durch einen kostengünstigeren ersetzt werden, ohne dass ein Produkt an Qualität verliert? Wie können Herstellungsprozesse stabil, kosteneffektiv und nachhaltig eingerichtet werden? Welche Qualitätsstandards müssen eingehalten werden? Um diese und andere Fragen zu beantworten, die mit der Anwendung und Herstellung von Werkstoffen verbunden sind, müssen komplexe Zusammenhänge zwischen Rohstoff, Herstellungstechnologie, Werkstoffgefüge und Eigenschaften sowie Einsatzbedingungen als Gesamtheit betrachtet werden. Kennwerte werden dafür nicht nur ermittelt, sondern auch interpretiert.

Das Fraunhofer IKTS versteht sich als zentraler Anlaufpunkt für alle Fragen der chemischen, thermischen, mikrostrukturellen, mechanischen, tribologischen, elektrischen und elektrochemischen Analyse, Bewertung und Optimierung von Werkstoffen und Bauteilen sowie den damit verbundenen Fertigungsverfahren. Neben allen notwendigen Standardanalysemethoden stehen speziell für die Ermittlung des Hochtemperaturverhaltens weltweit einzigartige Untersuchungsmöglichkeiten zur Verfügung. Auf Grundlage einer umfangreichen Prozess-, Werkstoff- und Analysekompetenz unterstützt und berät das Fraunhofer IKTS bei der Entwicklung neuer Werkstoffe und Produkte, bei der Klärung komplexer Versagensmechanismen und beim Erreichen gesetzlicher und qualitativer Standards. Mit akkreditierten Laboren für die Kennwertermittlung an Pulvern, Suspensionen, thermophysikalischen und elektrischen/dielektrischen Eigenschaften von Werkstoffen, elektrischen Komponenten und Teilsystemen ist das Haus in der Lage, vielfältige Aufgaben der Qualitätssicherung und Zertifizierung von Produkten und Prozessen bis hin zur Prototypenprüfung im Kundenauftrag zu übernehmen.

Das Fraunhofer IKTS ist ein zuverlässiger, mehrfach akkreditierter und auditiertes Dienstleister für die Untersuchung und Bewertung werkstoffwissenschaftlicher Grundlagen, anwendungsspezifischer Fragestellungen sowie messtechnischer Entwicklungen.



## MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

# SCHADENSANALYSE UND KORROSIONSVERTHALTEN VON KERAMISCHEN KOMPONENTEN

Dr. Mathias Herrmann, Dr. Sören Höhn, Dipl.-Ing. Kerstin Sempf, Dipl.-Ing. Roy Torke

In weiten Bereichen der Wirtschaft besteht der dringende Bedarf an kostengünstigen Produktionskomponenten, die eine längere Lebensdauer sowohl unter abrasiven tribologischen als auch korrosiven Bedingungen aufweisen. Das führt dazu, dass existierende Werkstoffe und Komponenten in den verschiedensten Anwendungen immer stärker belastet werden. Neben der Entwicklung leistungsstarker Werkstoffe ist eine fundierte beanspruchungsgerechte Materialauswahl für die unterschiedlichsten Applikationen notwendig, um vorzeitiges Bauteilversagen zu vermeiden. Das erfordert eine genaue Kenntnis des Werkstoffverhaltens unter mechanischer, thermischer, korrosiver und tribologischer Belastung. Dieses Wissen kann einerseits mittels ausgereifter Mess- und Analysemethoden generiert werden, die die extremen Belastungsbedingungen abbilden können; andererseits können durch eine fundierte Analyse und Bewertung von Schadensfällen Rückschlüsse auf die Ausfallursache gezogen und dadurch eine Qualifizierung der Werkstoffe ermöglicht werden. Zur Lösung der Fragestellungen steht eine unikale Kombination von modernen Analysegeräten und Know-how für die Charakterisierung der Gefüge und Eigenschaften der gesamten Palette von keramischen Werkstoffen, Hartmetallen und Cermets im IKTS zur Verfügung. Durch die enge Verflechtung der Charakterisierung mit den anderen Abteilungen des IKTS ist eine fundierte Interpretation der Ergebnisse möglich.

Bei der Analyse von Schadensfällen für Kunden aber auch von im IKTS entwickelten Komponenten werden umfangreiche fraktographische Untersuchungen von Bruchflächen und Änderungen der Gefüge und Eigenschaften vorgenommen. Falls notwendig, sind begleitende Simulationen der Belastungen möglich, um die Schadensursachen zu bestimmen. Oft gibt schon eine fraktographische Untersuchung klare Aussagen über den Bruchursprung und bruchauslösende Defekte. Aus deren Art und Größe kann auf die Belastungen und damit mögliche Fehlerursachen zurückgeschlossen werden. Im Bauteil zerstörungsfrei erkannte Defekte können zielgenau durch mechanische bzw. ionenstrahlbasierte Methoden (BIB; FIB) präpa-

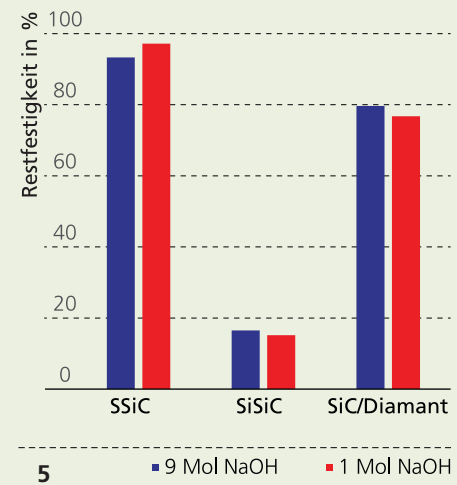
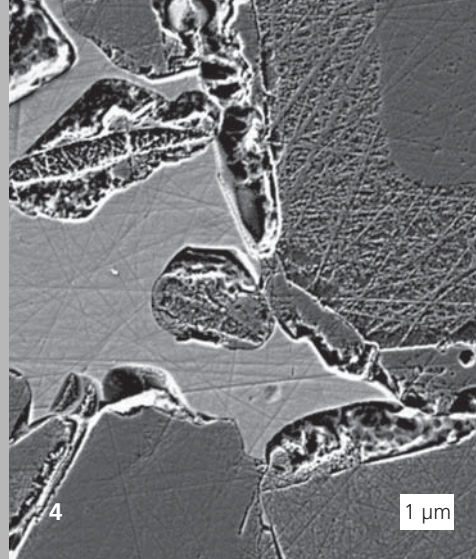
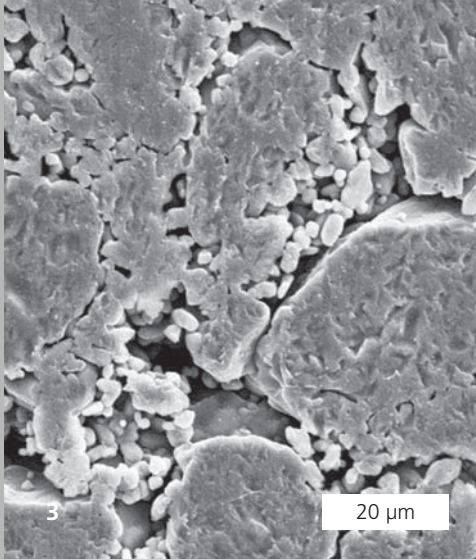
riert werden. Diese können dann vergrößert dargestellt und analysiert werden. Dazu stehen leistungsfähige Rasterelektronenmikroskope und ein Transmissionselektronenmikroskop im IKTS zur Verfügung.

Durch Mikroröntgendiffraktometrie oder auch durch Beugung des Elektronenstrahls im Rasterelektronenmikroskop können neben den Informationen der chemischen Analyse auch Aussagen zur Kristallstruktur der Phasen gewonnen werden.

Ein Beispiel für eine solche Zielpräparation ist in den Bildern 1 und 2 dargestellt. Nach Beaufschlagung dünner hBN-Scheiben mit einer Feldstärke bis zu 80 KV/mm kommt es zum Durchschlag. In Bild 2 ist der Durchschlagkanal, der mittels Ionenstrahlschnitt präpariert wurde, dargestellt. Die Untersuchungen zeigen, dass es partiell zur Oxidation aber auch zum Schmelzen des hBN kommt [1]. Im Gegensatz zu anderen untersuchten Materialien zeigt hBN keine Mikrorisse um den Durchschlagskanal, was auf das exzellente Thermoschockverhalten hindeutet.

Die Schadensanalyse kann durch Simulation der mechanisch-thermischen Belastungen durch angepasste Prüfmethode bis hin zu Tests im Vibrationsprüfstand (Beschleunigung < 200 g) oder durch die Simulation von Thermoschock oder Klimaschwankung bzw. numerische Simulationen nachgebildet werden.

Neben mechanisch-thermischen Belastungen spielt Korrosion eine wichtige Rolle im Einsatzverhalten der Werkstoffe. Im IKTS wurden daher vielfältige Methoden zur Korrosionsprüfung von keramischen Werkstoffen und Bauteilen etabliert. Einen Überblick über die wichtigsten Methoden zeigt Tabelle 1. Darüber hinaus können an spezielle Anwendungen angepasste Tests (z. B. Wechselwirkung mit Metallschmelzen) auf Basis des umfangreichen Know-hows generiert und durchgeführt werden. Neben der Prüfung von Werkstoffen und Bauteilen entsprechend normierten Tests erfolgt auch die darüber hinausgehende Prüfung



## MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

der Stabilität unter verschiedensten Bedingungen, um die Korrosionskinetik und -mechanismen zu bestimmen. Der Korrosionsfortschritt wird dabei mittels verschiedenster Parameter, z. B. Masse-, Geometrieänderung, Korrosionsschichtbildung, Gefüge-, Phasenänderung, Restfestigkeit beschrieben und mit den Gefügen und Zusammensetzungen der Werkstoffe korreliert.

Korrosion ist eine Eigenschaft des Systems, daher ist die genaue Kenntnis und Kontrolle der Korrosionsbedingungen wichtig. Die Bilder 3 und 4 zeigen die Oberflächen von SiSiC nach Korrosion in 1 M NaOH nach 200 h bei 70 °C (Bild 3) und nach Beaufschlagung einer Spannung bei Raumtemperatur. Während ohne Wirkung des elektrischen Stroms SiC stabil ist und nur das durch die Herstellung vorhandene freie Silizium durch das NaOH herausgelöst wird, erfolgt bei der elektrochemischen Korrosion ein Angriff auf das sekundär während der Silizierung gebildete SiC. Das vorhandene freie Si wird weit weniger angegriffen, was auf unterschiedliche Korrosionsmechanismen hindeutet [2]. Oft reicht die einfache Messung der Masseänderung oder Korrosionsschichtdicke nicht aus, um das Verhalten der Werkstoffe unter Anwendungsbedingungen zu verstehen.

### Übersicht über die Standardkorrosionsmethoden im IKTS

Methode	Temperatur	Medien
Korrosion durch Flüssigkeiten unter Normaldruck	bis Siedetemperatur	Säuren, Laugen, Salzlösungen
Elektrochemische Korrosion in verschiedensten Elektrolyten	Nahe RT	Säuren, Laugen, Salzlösungen
Hydrothermale Korrosion	< 250 °C	Druck < 200 bar, Wasser, Salzlösungen, verdünnte Säuren, Wasserdampf
Gaskorrosion	< 2000 °C	Gas verschiedenster Zusammensetzung, strömend
Heißgas / Brennerprüfstand	< 1600 °C	Strömungsgeschwindigkeit v = 100 m/s, Druck 1 atm, bis 30 % Wasserdampf
Salzsprühnebeltest	35 °C	DIN EN ISO 9227 (NSS)
Feuchte Wärme	0-100 °C / 10-100 %rel.	konstant Klima, auch zyklische Tests möglich
Widerstand gegen Kriechwegbildung und Erosion	Normalklima	normale und erschwerte Bedingungen, DIN EN 60112; DIN IEC 60587
Lichtbogenbeständigkeit	Normalklima	Niederspannung - Hochstrom Hochspannung - Niedrigstrom

Dazu ist zusätzlich die Messung der Restfestigkeiten notwendig. Bild 5 zeigt die Änderung der Restfestigkeit von SiSiC, SSiC und von SiC-Diamantwerkstoffen nach der 200-stündigen Korrosion in NaOH bei 90 °C. Obwohl sowohl in SiSiC als auch in den SiC-Diamantwerkstoffen Si herausgelöst wird, ist der Abfall der Festigkeiten vollkommen unterschiedlich. Das kann durch die unterschiedliche Ausbildung des SiC-Skeletts in beiden Werkstoffen während der Herstellung erklärt werden [3].

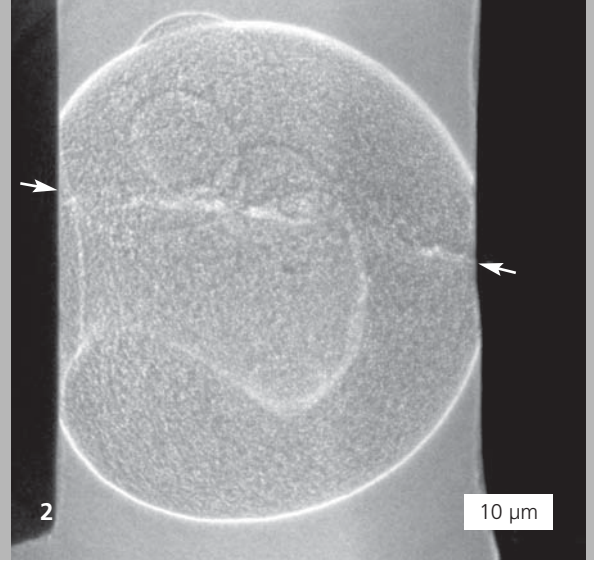
### Leistungs- und Kooperationsangebot

- Beratung bei der applikationsbezogenen Werkstoffauswahl und Auslegung von Bauteilen
- Analyse von Schadensfällen und Schadensmechanismen
- Analyse der Zusammensetzung und Mikrostruktur von keramischen Werkstoffen
- Prüfungen verschiedenster Art nach nationalen und internationalen Standards
- Bestimmung des Korrosionsverhaltens und Korrosionsmechanismen keramischer Werkstoffe
- Bestimmung von thermophysikalischen, elektrischen, mechanischen und chemisch korrosiven Werkstoff- und Bauteilkennwerten
- Werkskalibrierungen nach VDI, VDE, DGQ-Richtlinien

### Quellen

- [1] C. Steinborn, M. Herrmann, u. a., J. Europ. Ceram. Soc., 34, 2014, 1703
- [2] M. Herrmann, K. Sempf, u.a., Ceram. Inter., 41, 2015, 4422
- [3] M. Herrmann, B. Matthey, S. Kunze u. a. cfi/Ber. DKG 2015,10; E39

- 1 Spannungsdurchschlag durch einen keramischen Werkstoff.
- 2 FESSEM-Bild eines Durchschlagkanals in hBN-Keramik.
- 3 Oberfläche eines in NaOH-korrodieren SiSiC-Werkstoffs.
- 4 FESEM-Abbildung der Korrosion des gleichen SiSiC-Werkstoffs unter elektrochemischen Bedingungen.
- 5 Restfestigkeit nach 200 h Korrosion bei 90 °C in NaOH.



## MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

# RÖNTGENMIKROSKOPIE FÜR ENERGIETECHNIK, MATERIALFORSCHUNG UND MIKROELEKTRONIK

Dr. Jürgen Gluch, Prof. Ehrenfried Zschech

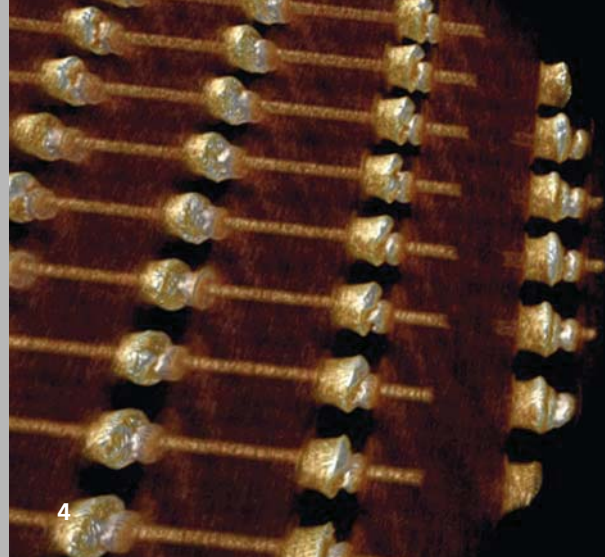
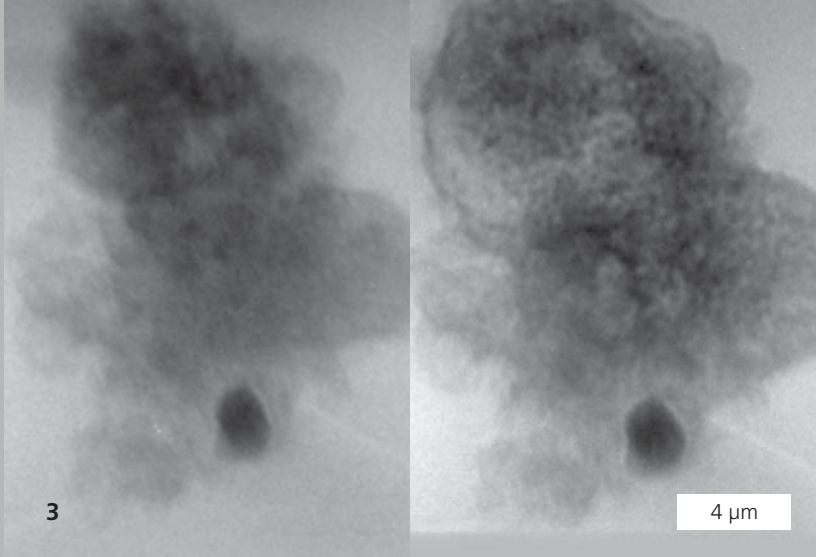
Die Röntgenmikroskopie ist ein modernes zerstörungsfreies Verfahren, das zunehmend zur hochaufgelösten Analytik von Strukturen und Fehlern in Werkstoffen oder biologischen Objekten eingesetzt wird. Die Anwendungen reichen von der Materialforschung über die Energietechnik, Geowissenschaften und Mikroelektronik bis hin zu Biologie und Medizin. Heute werden in Labor-Röntgenmikroskopen (Bild 1) meist Fresnel-Zonenplatten als fokussierende Optiken verwendet. Da mit diesen eine Auflösung von ca. 50 nm erreicht werden kann, füllt die Röntgenmikroskopie die Lücke zwischen der Licht- und der Elektronenmikroskopie. Bei der Röntgen-Computertomographie (CT) werden aus verschiedenen Richtungen aufgenommene Röntgenbilder eines Objekts zu virtuellen Schnittbildern zusammengesetzt und rechnerbasiert ausgewertet. Damit ist die Abbildung von vergrabenen Strukturen und Werkstoffkomponenten (z. B. in Verbundwerkstoffen) möglich, aber ebenso die Erkennung von Fehlern in Materialien und Bauteilen, wie Einschlüsse, Poren und Risse. Des Weiteren kann die Substruktur in biologischen Zellen analysiert werden.

In der Materialforschung wird die Röntgenmikroskopie sowohl zur Untersuchung von Strukturwerkstoffen als auch Funktionswerkstoffen eingesetzt. Die Nano-Röntgen-CT eignet sich dazu, das 3-dimensionale Gefüge, die Morphologie und die Topologie von Gefügebestandteilen abzubilden. Dazu zählen Ausscheidungen, Poren sowie – im Falle von Verbundwerkstoffen – Teilchen oder Fasern. Ist der Röntgenabsorptionskontrast gering oder bestehen nur geringe Unterschiede zwischen den Gefügebestandteilen, so kann durch Ausnutzung des Zernike-Phasenkontrasts trotzdem ein kontrastreiches Bild aufgenommen werden. Dadurch werden vor allem Grenzflächen und Oberflächen, aber auch Delaminationen und Risse hervorgehoben. Dieser Kontrastmechanismus ermöglicht auch, hochfeste oxidische Keramikfasern in einer Matrix aus demselben Material abzubilden. Im digitalen Volumenmodell kann die Lage und Anordnung der Fasern genau vermessen werden. Diese Daten dienen als Input für Simulationen, mit denen me-

chanische Eigenschaften von Hochleistungskeramiken über das Werkstoffdesign optimiert werden. Zudem können Delaminationen bei und Risse nach Belastung von Verbundwerkstoffen lokalisiert werden.

Werden In-situ-Prüfvorrichtungen eingesetzt, sind im Röntgenmikroskop Experimente unter Beobachtung möglich, bei denen neben 3D-Informationen auch 4D-Datensätze gewonnen werden. Über einen miniaturisierten Double-Cantilever-Beam-Test (DCB), d. h. eine piezogesteuerte mechanische Prüfeinrichtung, die im Strahlengang des Röntgenmikroskops positioniert wird, können gezielt kleinste Dehnungen eingestellt und deren Auswirkungen beobachtet werden. Bild 2 zeigt eine durch Sprühtrocknung hergestellte Granalie aus Aluminiumoxid, die zwischen zwei Backen eingespannt und mechanisch belastet ist. Dies simuliert das Pressen eines Grünkörpers aus dem granulierten Keramikpulver, bei dem die Granalie mit Einwirken einer bestimmten Kraft zerbricht und verdichtet wird. Da die Röntgenstrahlung das Objekt durchstrahlt, werden in der Radiographie mit Phasenkontrast neben der inneren Struktur (in Bild 2 ist die Granalie hohl) auch Risse (Pfeile) und, sofern vorhanden, Einschlüsse fremder Phasen sichtbar.

Unter anderem wird die Röntgenmikroskopie in der Forschung und Entwicklung von Energiespeichermaterialien und -prozessen angewandt. Für das Studium kinetischer Prozesse ist es notwendig, miniaturisierte Reaktionskammern im Röntgenmikroskop anzuordnen und zu nutzen. Das ermöglicht die Beobachtung chemischer Prozesse bei Temperaturen bis 700 °C und unter inerte oder reaktiver Atmosphäre bei Normaldruck, so dass z. B. innovative Prozesse zur Wasserstoffspeicherung untersucht werden können. Für die chemische Speicherung von Wasserstoff kann der zyklisch betriebene Dampf-Eisen-Prozess eingesetzt werden. Da dieser auch bei niedrigem Druck abläuft und keine seltenen oder teuren Elemente erfordert, handelt es sich um eine potenzielle Technologie für die dezentrale Energiespeicherung im mittleren Maßstab. Dabei werden Lebensdauer



## MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

und Speicherkapazität des Speichermaterials durch die morphologischen Änderungen im Eisen/Eisenoxid während der zyklisch betriebenen Oxidation/Reduktion bestimmt. Durch die große Oberfläche und die damit verbundene hohe Reaktivität von sehr feinen Eisenpulvern kann die Prozesstemperatur entscheidend abgesenkt werden. In In-situ-Experimenten wurde die Oxidationsreaktion an sehr feinen Eisenpulvern mit Partikeldurchmessern von unter 100 nm bei einer Temperatur bis 500 °C in einer mit Wasserdampf beladenen inerten Atmosphäre durchgeführt. Die Ausbildung einer dichten Oxidhaut verhindert den Gasaustausch, d. h. die Abgabe von Wasserstoff oder das Eindringen von Wasserdampf, und führt zum Aufblähen der Pulveragglomerate (Bild 3). Solch dichte Oxidschichten gilt es durch Material- und Prozessoptimierung zu vermeiden. Eine geeignete Methode dafür ist die In-situ-Röntgenmikroskopie, die eine Untersuchung der Prozesse auf mikroskopischer Ebene erlaubt.

In der Mikroelektronikindustrie gewinnt die Abbildung vergrößerter Strukturen und Defekte für Prozesskontrolle und Qualitätssicherung zunehmend an Bedeutung. Bei neuartigen Verfahren der Aufbau- und Verbindungstechnik, z. B. die 3-dimensionale Stapelung von Chips oder die Verwendung von Interposern, können durch die Röntgen-CT Defekte beim elektrochemischen Füllen von metallischen Durchkontaktierungen im Chip (Through-Silicon-Vias – TSVs) lokalisiert und ausgemessen werden. Die konventionelle Mikro-Röntgen-CT liefert aussagekräftige Übersichtsaufnahmen von mikroelektronischen Produkten (Bild 4). Interessierende Bereiche (»Regions of interest«) können darin identifiziert und anschließend mit der Nano-Röntgen-CT in höherer Auflösung aufgenommen und untersucht werden. Mit diesem Verfahren ist es möglich, Poren mit Sub-100 nm-Dimension in Kupfer-TSV-Strukturen (einige  $\mu\text{m}$  Durchmesser, einige 10  $\mu\text{m}$  Höhe) zu detektieren. Auch Unregelmäßigkeiten bei der Ausbildung intermetallischer Phasen und mögliche Risse in Mikro-Lotverbindungen, z. B. aus einer Silber-Zinn-Legierung, die die lateral gestapelten Chips elektrisch verbindet, sind nachweisbar.

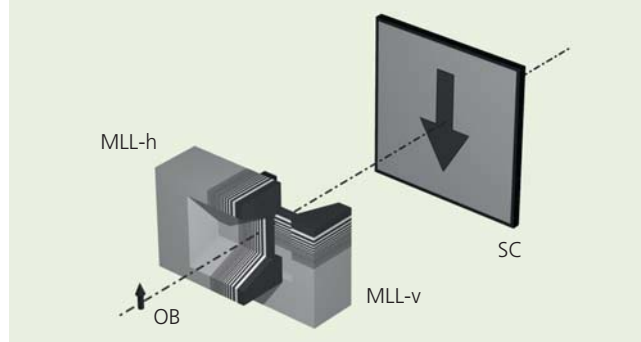
Die Erhöhung der Auflösung der Röntgenmikroskopie erfordert neue Röntgenoptiken. Multilayer-Laue-Linsen, die statt Fresnel-Zonenplatten als fokussierende Optiken eingesetzt werden, ermöglichen Auflösungen von 10 nm und darunter. Am IKTS konnten gekreuzte Multilayer-Laue-Linsen hergestellt und bereits erfolgreich in ein Labor-Röntgenmikroskop für Vollfeld-Ab-

bildung integriert werden. Die damit realisierte Abbildung scheint ungestört zu sein. Diese Arbeiten sind Basis dafür, in Zukunft noch kleinere Strukturen zu analysieren, beispielsweise modernste Chips, deren Verdrahtungsstrukturen auf der Chip-Ebene Dimensionen von 100 nm und darunter erreicht haben. Eine Analyse von Fehlern in diesen Leitbahnen erfordert eine Auflösung von 10 nm. Ein weiteres Einsatzgebiet ist die dreidimensionale Untersuchung biologischer Strukturen, z. B. die Abbildung von Substrukturen in Zellen.

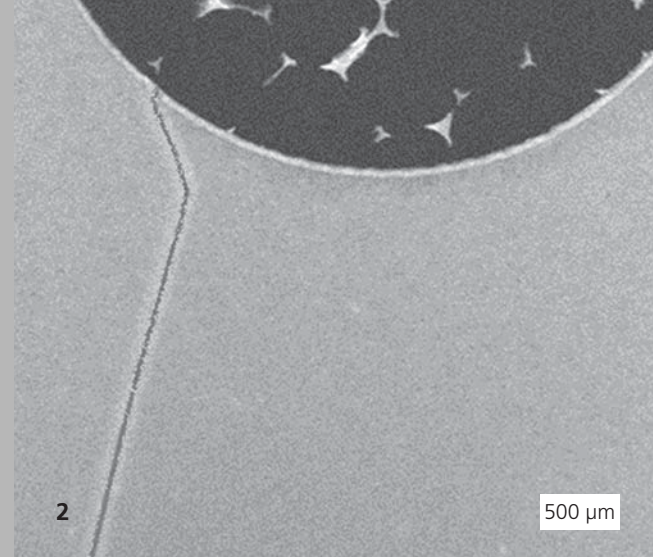
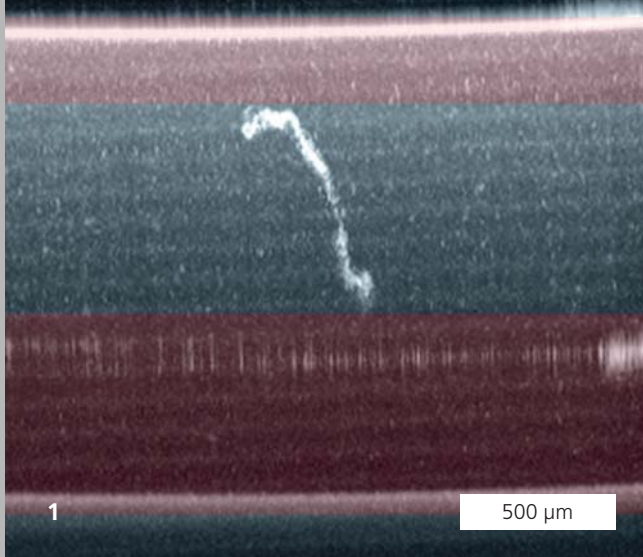
### Leistungs- und Kooperationsangebot

- Hochauflösende 2D- und 3D-Röntgenmikroskopie
- Untersuchung kinetischer Prozesse, In-situ-Experimente: Temperaturkammer, chemische Reaktionskammer, mechanischer Micro-DCB-Test
- Abbildung im Absorptions- und Zernike-Phasenkontrast
- Höchste Auflösung bis minimal 32 nm Pixelbreite
- Aufnahme und Rekonstruktion von 3D- und 4D-Datensätzen (Tomographie, Laminographie, zeitaufgelöste Tomographie und Bildserien)
- Datenauswertung, Segmentierung

### Schematische Darstellung gekreuzter Multilayer-Laue-Linsen für Vollfeld-Abbildung



- 1 Innenansicht des Röntgenmikroskops.
- 2 Keramische Sprühgranale unter mechanischer In-situ-Belastung im Moment des Zerschens.
- 3 In-situ-Oxidation von Eisenpulver unter Wasserstofffreisetzung.
- 4 3D-Interconnect-Struktur in einem Mikrochip mit TSVs und Lötverbindungen.



## MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

# 3D-PRÜFUNG TRANSLUZENTER KERAMIKBAUTEILE MIT OPTISCHER KOHÄRENZTOMOGRAPHIE

Dipl.-Ing. (FH) Christian Wolf, Dipl.-Ing. (FH) Christian Jürgens, Dipl.-Ing. Uta Oberbach, Dr. Thomas Härtling, Dr. Isabel Kinski

Das klassische Einsatzgebiet der optischen Kohärenztomographie (OCT) ist die Medizintechnik (Augenheilkunde, Dermatologie). Erstmals soll dieses Verfahren auch in der zerstörungsfreien Prüfung transluzenter keramischer Bauteile angewendet werden. Ziel ist die Entwicklung einer automatisierten Prüflösung zur Prozessüberwachung bei der Herstellung keramischer Produkte, um fehlerhafte Bauteile so früh wie möglich aus dem Fertigungsprozess auszusondern.

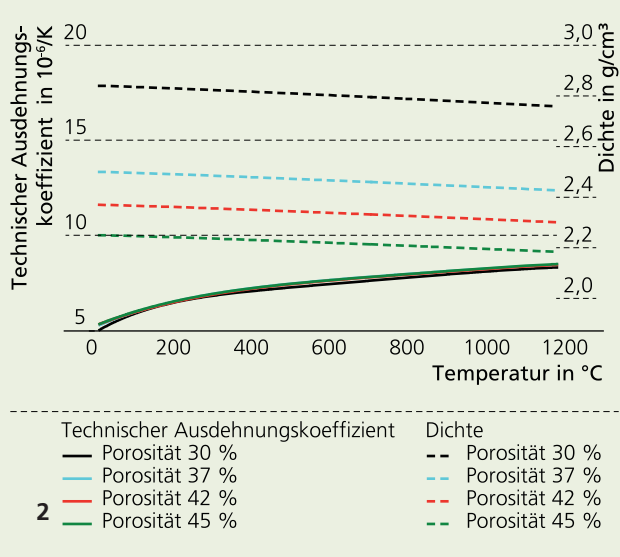
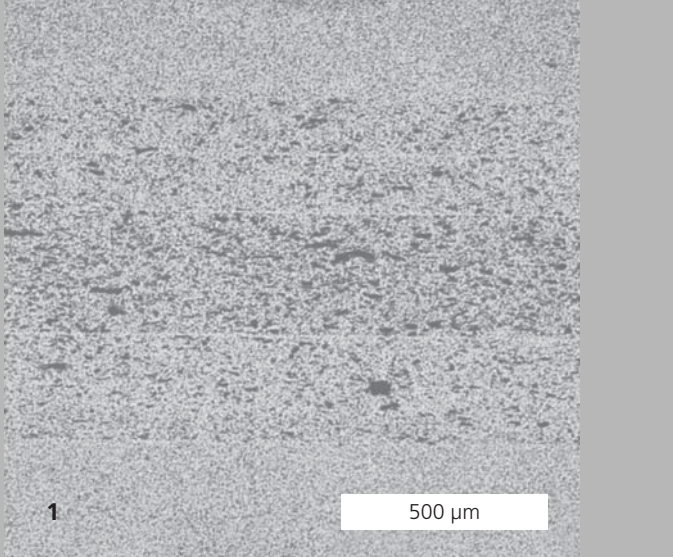
In keramischen Bauteilen wird Licht aufgrund der Gefügeeigenschaften bzw. Oberflächenstrukturen stark gestreut. Deshalb ist die Detektion von Fehlern und Materialinhomogenitäten im Bauteilvolumen mit abbildenden optischen Verfahren nur sehr eingeschränkt möglich. Die OCT überwindet diese Schwierigkeiten und befähigt das Fraunhofer IKTS zur strukturellen Analyse von porösen und dichten Keramiken (z. B. Schäume,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Bauteile). Durch nahinfrarotes Licht können halbtransparente Medien zerstörungsfrei untersucht werden. Dazu wird mit einem angepassten Messkopf Licht entsprechender Wellenlänge in die zu untersuchende Oberfläche eingestrahlt. Für dieses berührungsfreies Verfahren ist kein Koppelmedium notwendig. Das anschließend rückgestreute Licht wird interferometrisch verarbeitet und bildet die Streuintensität im Medium tiefenaufgelöst ab (A-Scan). Durch Aneinanderreihung einer bestimmten Anzahl von A-Scans entsteht ein Querschnittsbild, das analog zum Ultraschall als B-Scan bezeichnet wird. Durch zusätzliche Verschiebung des Messkopfs oder des Prüfkörpers kann eine Serie von Querschnittsbildern aufgenommen werden. Dieser Bilderstapel kann als Tomogramm dargestellt werden, das die relevanten Informationen aus dem Inneren des Prüfobjekts beinhaltet.

Die zur optischen 3D-Prüfung eingesetzte OCT liefert hoch aufgelöste Informationen über die Streuintensitäten in verschiedenen Keramiken. Aus der bildhaften Darstellung dieser Signale lässt sich eine Vielzahl von Qualitätsparametern extrahieren.

Die vielseitige OCT-Messtechnik kann in der gesamten Fertigungskette eingesetzt werden. So können bei Schäumen z. B. Porengrößen und Stegbreiten bestimmt oder bei dichten Keramiken strukturelle Fehler, wie Risse, Poren, Einschlüsse, Inhomogenitäten oder Kerben automatisch detektiert werden. Am Fraunhofer IKTS wird aktuell ein System zur Bewertung planarer Hochleistungskeramiken, wie Elektrolyte für Festoxidbrennstoffzellen (SOFC), und hochfester Funktionsbauteile aufgebaut. Gegenüber projektiven Verfahren können Fehlerart und räumliche Fehlerposition in einem Bauteil mit OCT sehr gut spezifiziert werden. Bild 1 zeigt ein OCT-Querschnittsbild durch ein keramisches Bauteil. Während Fehler im rot markierten Bereich unkritisch sind, da diese im späteren Prozess abgetragen werden, darf der mittlere Bereich keine Fehler enthalten. Damit kann das Bauteil bereits vor einem kostenintensiven Prozessschritt (Hartbearbeitung) als defekt deklariert werden. Das rechtzeitige Aussortieren fehlerhafter Teile führt zu einer Ausbeutesteigerung in der keramischen Industrie. Bei der thermisch trennenden Bearbeitung keramischer Elektrolyte kann es zur Rissbildung an den Schnittkanten kommen. In Bild 2 ist ein solcher thermisch induzierter, von der Schnittkante in das Materialvolumen verlaufender Riss dargestellt. Weist das keramische Trägersubstrat derartige Defekte auf, wird die Robustheit des gesamten SOFC-Stacks über die Betriebsdauer erheblich gemindert. Bisher erfolgt die Prüfung manuell und fordert neben einem hohen Zeitaufwand auch Expertenwissen. Hier ermöglicht die OCT eine automatisierbare Qualitätssicherung der Elektrolyte, eine Steigerung der Robustheit von SOFC-Stacks und eine erhöhte Wertschöpfung.

**1** Querschnitt einer inhomogenen Keramik mit einem fadenartigen Einschluss.

**2** OCT-Abbildung eines Risses in einer mit Laser geschnittenen Keramik.



MATERIAL- UND PROZESSANALYSE

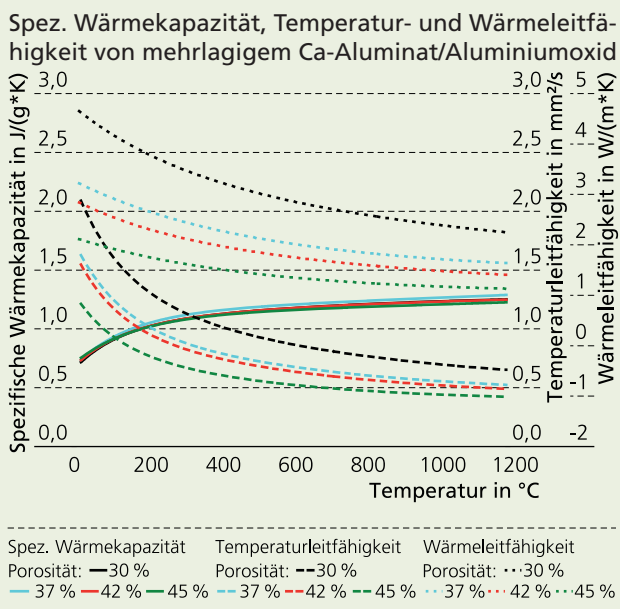
# THERMOPHYSIKALISCHE EIGENSCHAFTEN: GRUNDLAGE FÜR SIMULATION UND OFENAUSLEGUNG

Dr. Tim Gestrich, Dr. Arno Kaiser, Dipl.-Ing. Uwe Scheithauer

Feuerfest- bzw. Hochtemperaturmaterialien besitzen eine Schlüsselfunktion für Hochtemperaturbauteile in sehr unterschiedlichen industriellen Bereichen (Stahl, Glas, Zement, Energie). Das Materialsystem Ca-Aluminat/Aluminiumoxid bietet vielversprechende Möglichkeiten zur Einstellung von maßgeschneiderten Eigenschaften. Der Werkstoff wurde durch die Kombination von Aluminiumoxidpulver und Calciumkarbonat in einem Masseverhältnis von 11:1 hergestellt. Um die Porosität zu erhöhen wurden Zellulose-Fasern zugesetzt. Der Anteil wurde im Bereich von 0 bis 12 Masseprozent variiert [1]. Ein Gefüge mit Porositäts-Gradient sollte eine verbesserte Thermochockbeständigkeit zur Folge haben und wurde durch die Laminierung von Grünfolien mit unterschiedlichem Gehalt an porenbildenden Hilfsstoffen hergestellt. Um die optimale Anordnung dieser unterschiedlichen Folien zu bestimmen, ist es notwendig, den Einfluss der Porosität auf die thermophysikalischen Eigenschaften zu kennen. Thermomechanische Analyse (TMA)/Thermodilatometrie (TDil), Dynamische Differenzkalorimetrie (DDK/DSC) und Laserflash-Analyse (LFA) wurden zur Bestimmung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\alpha(T)$ , der Wärmekapazität  $c_p(T)$  und der Temperaturleitfähigkeit  $a(T)$  eingesetzt. Die Temperaturabhängigkeit der Dichte wurde aus der Dichte bei Raumtemperatur und dem gemessenen thermischen Ausdehnungskoeffizienten bestimmt. Die Wärmeleitfähigkeit  $\lambda(T)$  ergibt sich entsprechend Gleichung:

$$\lambda(T) = \rho(T) \cdot c_p(T) \cdot a(T)$$

Der thermische Ausdehnungskoeffizient und die Wärmekapazität der vier untersuchten Materialien sind unabhängig von der Porosität und steigen mit der Temperatur an. Dies entspricht den Erwartungen. Dichte, Temperaturleitfähigkeit und Wärmeleitfähigkeit hängen stark von der Porosität ab. Höhere Porosität führt zu geringeren Werten dieser Eigenschaften. Die ermittelten Abhängigkeiten und Kennwerte werden für die Optimierung von Hochtemperaturbauteilen genutzt. Die Ergebnisse wurden im Rahmen des DFG Projekts SPP1418 »FIRE II« erarbeitet. Wir danken der DFG für die finanzielle Unterstützung.



## Leistungs- und Kooperationsangebot

- Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften (Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit, Wärmekapazität, Wärmeausdehnung)
- Thermodynamische Berechnungen

## Quellen

[1] Scheithauer, U.; Slawik, T.; Haderk, K.; Moritz, T.; Michaelis, A.: Development of planar and cylindrical refractories with graded microstructure, proceedings of UNITECR 13th, 2013

- 1 Querschnitt einer Multilayer-Komponente mit Gefügegradient.
- 2 Thermischer Ausdehnungskoeffizient und Dichte von mehrlagigem Calciumaluminat/Aluminiumoxid.